

**MAGYAR KÉPZŐMŰVÉSZETI EGYETEM**

**Doktori Iskola**

*DLA értekezés*

**KÖTŐANYAG VIZSGÁLATI LEHETŐSÉGEK**

**FLUORESZCENS METSZETSZÍNEZÉSI ELJÁRÁSOKKAL ÉS FOURIER  
TRANSZFORMÁCIÓS INFRAVÖRÖS SPEKTROSKÓPIÁVAL VÉGZETT TESZTEK  
ÖSSZEHASONLÍTÓ VIZSGÁLATA**

Varga Tímea

Témavezető:

Galambos Éva DLA

2018

# Tartalom

I. TÉMAVÁLASZTÁS .....	4
II. CÉLKITŰZÉS .....	4
III. A KUTATÁSBAN VIZSGÁLT KÖTŐANYAGOK. IRODALMI ÁTTEKINTÉS .....	6
III.1 Fehérjék .....	6
III.2 Zsírok és olajok .....	7
IV. A KÖTŐANYAGVIZSGÁLATI TECHNIKÁK CSOPORTOSÍTÁSA. IRODALMI ÁTTEKINTÉS .....	8
IV.1 A fizikai-kémiai reakciókon alapuló tesztek .....	8
IV.1.1 Olvadáspont vizsgálat .....	9
IV.1.2 Oldhatóság vizsgálat .....	9
IV.1.3 Mikrokémiai vagy cseppentéses tesztek .....	10
IV.1.4 A szövettani színezések .....	11
IV.1.5 A látható színtartományban működő színezéses tesztek keresztmetszet csiszolatokon ...	17
IV.1.6 A fluoreszcens színezéses tesztek keresztmetszet csiszolatokon .....	20
IV.1.6.2 A fluoreszcencia és a fluorokrómok - fogalmak .....	22
IV.1.6.3 A fluoreszcens színezések a műtárgyvizsgálatokban .....	26
IV.2 Biokémiai reakciókon alapuló tesztek .....	34
IV.2.1 Az immunofluoreszcencia mikroszkópia (IFM) .....	34
IV.2.2 ELISA – Enzyme Linked Immunosorbent Assay, vagyis „enzimmel kapcsolt immunabszorbens teszt” .....	39
IV.2 Műszeres vizsgálati technikák .....	45
IV.2.1 A kötőanyagok vizsgálatára használt legfontosabb kromatográfiás technikák .....	45
IV.3.1.1 Gázkromatográfiával kapcsolt tömegspektrometria GC-MS .....	45
IV.3.1.2 Nagyhatékonyságú folyadék kromatográfia HPLC .....	47
IV.3.1.3 Pirolízis gázkromatográfia – tömegspektrometria PyGC-MS .....	48
IV.3.2 A kötőanyagok vizsgálatára használt legfontosabb spektroszkópiás technikák .....	48
IV.3.2.1 RAMAN spektroszkópia .....	49
IV.3.2.2 Fourier-transzformációs infravörös spektroszkópia .....	51
IV.3.2.2.1 Az infravörös spektroszkópia története .....	51
IV.3.2.2.2 Az infravörös spektrum részei, fogalmak .....	53
IV.3.2.2.3 Az infravörös spektroszkóp felépítése, típusai .....	58
IV.3.2.2.4 Az infravörös spektroszkópia a műtárgyvizsgálatokban .....	63
IV.3.2.2.5 Művészeti anyagok vizsgálata .....	74
V. KUTATÁSI RÉSZ .....	93

V.1 Fluoreszcens tesztek .....	93
V.1.1 A tesztekhez használt reagensek és minták.....	93
V.1.1.1 Reagensek .....	93
V.1.1.2 Minták .....	100
V.1.2 A tesztek kivitelezése .....	101
V.1.2.1 A színezések paraméterei, módosítások.....	101
V.1.3 A tesztek kiértékelése .....	104
V.1.3.1 Ismert összetételű minták színezésének eredményei .....	105
V.1.3.2 Ismeretlen összetételű minták színezésének eredményei .....	160
V.2 FTIR mérések.....	200
V.2.1 A megmért anyagok és minták.....	200
V.2.2 A mérési paraméterek.....	200
V.2.3 Az eredmények kiértékelése .....	200
V.2.3.1 Ismert összetételű minták mérési eredményei.....	201
V.2.3.2 Ismeretlen összetételű minták színezési eredményei .....	231
VI. A KÉT ELJÁRÁS EREDMÉNYEINEK ÖSSZEHASONLÍTÁSA (FTIR MÉRÉSEK ÉS FLUORESZECENS SZÍNEZÉSEK).....	291
VII. ÖSSZEGZÉS .....	301
VIII. KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS.....	303
IX. KÉPJEGYZÉK .....	304
X. TÁBLÁZATOK.....	317
XI. BIBLIOGRÁFIA .....	322
XII. MELLÉKLETEK.....	328

## I. TÉMAVÁLASZTÁS

Miért van szükség a festett műtárgyak kötőanyagainak meghatározására? Először is, alapvető információhoz jutunk az alkotás technikájával kapcsolatban. A megszerzett ismereteket felhasználhatjuk a restauráláshoz használandó anyagok kiválasztásánál. Adatbázisokba rendezhetjük eredményeinket, amelyekkel saját és a művészetekkel foglalkozó rokon tudományágak segítségére lehetünk. Végül pedig a legalapvetőbb érvet említeném, ami minden kutatót hajt: a többet tudás vágya.

A terület, amit dolgozatom témájaként választottam, hatalmas és szerteágazó. A festészeti kötőanyagok gyűjtőnév egy igen nagy anyagcsoportot jelöl: összes változatának vizsgálata jóval meghaladná ennek a dolgozatnak a terjedelmét. Ezért a két legjellemzőbb, tradicionális kötőanyagtípus, a fehérjék és az olajok kimutatási és elkülönítési lehetőségeire koncentrálok.

## II. CÉLKITŰZÉS

A festett műtárgyak kötőanyagainak meghatározásával foglalkozó vizsgálatok alapvetően két nagy csoportba oszthatóak. Egyrészt a jóval egyszerűbben kivitelezhető, költséghatékonyabb, kémiai vagy fizikai reakciókon alapuló színezéses tesztekre; másrészt a sokkal összetettebb, komoly háttérrel és természettudományos előképzést igénylő műszeres analízisekre. Azt, hogy ezek közül melyiket veszik igénybe a restaurátorok, meghatározzák az aktuális lehetőségeik: milyen mintaanyaggal dolgoznak, milyen vizsgálat elvégzésére van lehetőségük, milyen célból készítik azokat, és milyen pontosságú eredményre van szükségük.

Doktori kutatásomban arra vállalkozom, hogy bemutassak, és összehasonlítsak egy-egy vizsgálati lehetőséget a fentebb említett két nagy csoportból. A színezéses tesztek közül a fluoreszcens reagensekkel, a műszeres analízisek közül pedig a Fourier transzformációs infravörös spektroszkópiával foglalkozom részletesen.

A 2012-ben írt szakdolgozatomban kezdtem foglalkozni a festmények kötőanyagának vizsgálataival. A színezéses tesztek közül a Savas fukszin, a Ponceau S, és az Amido feketék a fehérje tartalom kimutatására szolgálnak; az olaj meghatározására az Oil Red O. Ezek a reagensek normál megvilágításban vizsgálható színreakciót adnak, doktori kutatásomban azonban ultravioleta gerjesztésben fluoreszkáló színezékekkel foglalkozom, melyek a következők: olaj tartalom kimutatására a Rhodamine B és a 2,7 Dichlorofluorescein, fehérje tartalom kimutatására pedig a Fluorescamine, Lissamine rhodamine sulfonyl chloride és Tetramethyl rhodamine isothiocyanate. A szakdolgozatomhoz készített mintadarabokat, és

valódi festmények mintáit használtam kutatásom alapjaként. A későbbiekben további mintákkal egészítettem ki az adatbázist.

A fluoreszcens színezéses tesztek gyorsan és viszonylag egyszerűen kivitelezhetőek; a reagensek komoly anyagi befektetés nélkül elérhetőek. A tesztek kivitelezése nem igényel jelentős külső segítséget, az egyes színezékek tulajdonságainak, működési elvüknek és hibalehetőségeinek megismerése után önálló kiértékelésre is lehetőség van. Hozzá kell azonban tennünk, hogy az eredmények értékelése erősen szubjektív. A kapott eredmények a hibalehetőségek ismeretében kell, hogy kiértékelésre kerüljenek. Lehetőség van a színezések ismétlésére, vagy többféle reagenssel is vizsgálható ugyanaz a minta: így pontosabb lehet a meghatározás.

Fluoreszcens reagensekkel festészeti anyagokat tudtommal Magyarországon eddig még nem vizsgáltak. Ám a fluoreszcens reagensekről publikált szakirodalom meglehetősen hiányos, sokszor alapvető adatokat nem adnak meg: például a színezési, kimosási időket, vagy a kimosó anyagok pontos fajtáját. Ezek a körülmények nagyban nehezítették a munkát.

A fluoreszkáló színezékek témakörében a közelmúltban is történtek fejlesztések (*Sandu et al, 2011*), újabb anyagok használatát publikálták, amelyeket megbízhatóbbaknak ítélték az addig használt reagenseknél. Ezért úgy gondolom, hogy ezen a területen a jövőben is lehetséges további kutatások folytatása.

A műszeres kötőanyag vizsgálati technikák megismerése igényként jelentkezik mind az oktatásban, mind a szakmájukat már gyakorló restaurátorok részéről, hogy a megrendelők elvárásainak eleget tehessenek. Ezek a technikák pontosabb, korszerű, és nem szubjektív értékelésen múló, adatszerű eredményeket nyújtanak, de a megfelelő értékeléshez szükség van a szakértelemre, mind a tudományos, mind a művészeti területen.

A kutatás Fourier-transzformációs infravörös spektroszkópiával végzett részében célom volt a szakirodalomban közölt eredmények reprodukálása, értelmezése, a vizsgálati folyamat megértése. Saját tapasztalataimat igyekeztem összevetni az irodalmi adatokkal. Az ismeretlen összetételű minták kiértékelése, a vizsgálat típus korlátainak és előnyeinek felmérése szintén kutatásom része volt. Ezen kívül restaurátorként olyan szintű ismeretre igyekeztem szert tenni a műszerrel végezhető vizsgálatokban, amivel a méréseket végző szakember segítségére lehetek.

### III. A KUTATÁSBAN VIZSGÁLT KÖTŐANYAGOK. IRODALMI ÁTTEKINTÉS

A művészeti alkotásokban használt anyagokat szerves és szervetlen összetevőkre oszthatjuk. Az általában szervetlen töltőanyagot vagy pigmentet összetartó, nagy többségében szerves anyagokat (kivétel például freskó esetében a mész) nevezzük kötőanyagnak. Ezek természetes vagy mesterséges (például a műanyagok, akril festékek esetében) eredetűek lehetnek, a műalkotás keletkezési idejétől és technikájától függően. A tradicionális, természetes eredetű szerves anyagokat a következőképpen oszthatjuk fel: fehérjék, olajok, gyanták, viaszok, poliszacharidok. Kutatásomban a két legjellemzőbb típus kimutatására koncentrálok: a fehérjékre és az olajokra.

#### III.1 Fehérjék

A festmények kötőanyagaiként előforduló fehérje tartalmú anyagok az állati enyvek, a kazein, a tojásfehérje és a tojássárgája.

A fehérjék aminosavakból felépülő polimerek. Az aminosavak jellemzője, hogy két funkciós csoporttal rendelkeznek, egy aminosav (-NH<sub>2</sub>) - és egy karboxil (-COOH)- csoporttal. Az aminosavakból polikondenzációval<sup>1</sup> épülnek fel a fehérjék (*Bot, 1990*).

Az állati kötőszövetekben lévő kollagén forró vízzel történő kioldása után kapjuk meg a festészetben használatos enyveket. Legfontosabb fajtái a csontenyv, a bőrenyv, a halenyv és a zselatin. A zselatin tisztasága a legnagyobb a felsoroltak közül: a csontokban található kollagénfajta, az ossein sósavas, majd mérszetejes áztatás útján tárható fel, végül forró vízzel oldható ki. Ezen kívül magas iminosav<sup>2</sup> (prolin és hidroxiprolin<sup>3</sup>) tartalma miatt is megkülönböztetjük a többi enyvfajtától. A csontenyvet zsírtalanított, aprított csontokból, kénsavas fehérítést követően meleg vízzel, nyomás alatt nyerik ki. A bőrenyv alapanyagául szolgáló bőrhulladékot több hétig mérszetejben áztatják, mielőtt felmelegítik, és a keletkező oldat bepárolásával megkapják a végterméket. A halenyvet leggyakrabban a tokfélék úszóhólyagjából állítják elő, ami szinte teljesen tiszta kollagénből áll. A halakból nyert

---

<sup>1</sup> Láncmolekulájú v. térhálós szerkezetű kondenzációs polimerek képződésére vezető polireakció. Két- vagy több funkciós csoportú molekulák között kondenzációs (legalább két molekula egy egyszerű molekula kilépése közben nagyobb molekulává egyesül) reakciók sorozata játszódik le. (*Neumüller, 1981*)

<sup>2</sup> iminosav: karbonsavak, amelyek iminocsoportot (=NH, vagy -NH-) tartalmaznak. Általános képletük: R-C(NH)-COOH. (*Neumüller, 1981*)

<sup>3</sup> prolin, hidroxiprolin: 4-hidroxi-2-pirrolidinkarbonsav, több izomer formában létezik, a fehérjék felépítésében nem résztvevő esszenciális aminosav. Kollagénben előfordul. (*Neumüller, 1981*)

enyvfélék iminosav tartalma a zselatinnal ellentétben igen csekély. Eredetüktől függetlenül az egyes enyvfajták aminosav-összetétele igen hasonló: a hidroxiprolin aminosav jelenléte közös jellemzője az állati eredetű enyveknek.

A kazein az emlősállatok tejében található fehérjék egy csoportja, amelyek foszfoproteinekből állnak: vagyis az aminosavakhoz észterkötéssel foszfátcsoportok kapcsolódnak. A kazein a tejben kalciumsójaként, vagyis kalcium-kazeinátként van jelen. Kinyerését a közeg sótartalmának, pH-jának, vagy hőmérsékletének megváltoztatásával érhetjük el.

A tojásfehérje és a tojássárgája természetes állapotában közel azonos százalékban tartalmaz fehérjéket. Az elsőként említett anyagban nagyrészt ovoalbumin<sup>4</sup>, kisebb százalékban ovomucin és egyéb proteinek fordulnak elő. A tojássárgájában előforduló fehérjék igen változatosak, egy részük foszfort is tartalmaz, hasonlóképpen a kazeinhez (Tímárné 1993).

### III.2 Zsírok és olajok

A festészeti technikákban használt száradó és féligszáradó olajok, valamint zsírok nagy szénatomszámú zsírsavak glicerinnel alkotott észterei, pontosabban trigliceridek. A leggyakrabban kötőanyagként alkalmazott száradó olajok nagyrészt többszörösen telítetlen (olajsav, linolén- és linolsav) és telített (palmitinsav<sup>5</sup>, sztearinsav<sup>6</sup>) zsírsavakból állnak, amelyek elősegítik az olajréteg oxidációját és a polimerizációját. A zsírok szintén jelen vannak a tojássárgájában is.

A festészetben legáltalánosabban elterjedt lenolaj a száradó olajok csoportjába tartozik. Főleg linol-<sup>7</sup> és linolénsavas<sup>8</sup> gliceridekből épül fel, amelyek telítetlen vegyületek, tehát oxigént vesznek fel a levegőből térhálósodás közben.

---

<sup>4</sup> ovoalbumin, ovomucin: „...az albuminok a fehérjék legfontosabb csoportját alkotják (néhány másikkal), nagyobb mennyiségben csak az állatvilágban, a testnedvekben és szekrétumokban találhatóak meg. A legfontosabb állati eredetű albumin a laktalbumin, ovalbumin és szérumalbumin.” (Neumüller, 1981)

<sup>5</sup> palmitinsav:  $H_3C-(CH_2)_{14}-COOH$ . „...glicerinnel észteresítve a legtöbb természetes zsírban és zsíros olajban előfordul.” (Neumüller, 1981)

<sup>6</sup> sztearinsav: „ $CH_3-(CH_2)_{16}-COOH$ , glicerinnel észteresítve állati és növényi félkemény és kemény zsírokban és zsíros olajokban nagy tömegben fordul elő...” (Neumüller, 1981)

<sup>7</sup> linolsav: telítetlen zsírsav. A linolsav glicerin-észter formájában a száradó és félig száradó olajokban található. Molekulája kettős kettős kötést tartalmaz. (Neumüller, 1981)

A féliszáradó olajok csoportjába sorolandó dió- és mákolaj ritkábban fordul elő kötőanyagként. Ennek oka, hogy több bennük a kevesebb kettős kötést tartalmazó linolsav, ezért szilárdulási tulajdonságaik lényegesen rosszabbak a lenolajénál.

A tojássárgája természetes emulzió. Fehérjéket, lecitint<sup>9</sup>, sókat, valamint zsírokat és olajokat tartalmaz, amelyek foszfolipidekből és trigliceridekből<sup>10</sup> állnak. Ez utóbbi alkotóelem zsírsavainak egyharmada telített (sztearin- és palmitinsav), kétharmada pedig telítetlen (olajsav és linolénsav). A tojástemperát a festészetben kötőanyagként alkalmazzák, mivel lecitin tartalmának köszönhetően a tojássárgájának jó az emulgeáló képessége (*Timárné 1993*).

## **IV. A KÖTŐANYAGVIZSGÁLATI TECHNIKÁK CSOPORTOSÍTÁSA. IRODALMI ÁTTEKINTÉS**

A szerves kötőanyagok meghatározására használatos vizsgálatokat alapvetően két nagy csoportba oszthatjuk. Az egyik csoportba a fizikai, kémiai vagy biokémiai reakciókon alapuló tesztek, a másikba a műszeres vizsgálatokon alapuló sorolhatóak.

### **IV.1 A fizikai-kémiai reakciókon alapuló tesztek**

Az ebbe a kategóriába tartozó tesztek előzetes tájékozódásra szolgálnak, mivel a kapott eredmények gyakran bizonytalanok, és azok megítélése meglehetősen szubjektív. Segítségükkel a legtöbb esetben meg tudjuk határozni, hogy a vizsgált minta kötőanyaga melyik nagy anyagcsoportba sorolható. Biztos megállapításokat kizárólag ilyen típusú reakciók alapján nem tehetünk, csupán kiindulásként használhatjuk a kapott eredményeket a további vizsgálatokhoz.

---

<sup>8</sup> linolénsav: telítetlen zsírsav, melynek molekulája 3 kettős kötést tartalmaz, és glicerinnel észterestve a linolsav mellett a száradó olajok legfontosabb zsírsavkomponense. (*Neumüller, 1981*)

<sup>9</sup> lecitin: A foszfatidok (lipidek) csoportjába tartozó olyan vegyületek, amelyeknél a foszforsav egyrészt kolinnal, másrészt glicerinnel van észterestve. A lecitinek különösen gazdagon fordulnak elő a tojássárgájában, az agyban, az élesztőben, számos növény magjában stb... (*Neumüller, 1981*)

<sup>10</sup> triglicerid: A glicerín mindhárom OH-csoportjának karbonsavakkal észterestített triésztereinek általános neve. A természetes zsírok és olajok trigliceridek, amelyek általában különféle zsírsavakat tartalmaznak egyazon gliceridmolekulában. (*Neumüller, 1981*)



#### **IV.1.1 Olvadáspon tvizsgálat**

Az olvadáspon tvizsgálata az anyagok egyik fizikai reakcióján, vagyis a halmazállapotuk változásán alapul. Ennek során a műtárgyakban szilárd állapotában jelen lévő kötőanyagot a hőmérséklet emelésével elfolyósítjuk. Az anyag lágyulása és folyékonyává válása egy folyamat, amelyek nem különíthetők el egymástól határozottan.

A kötőanyag típusokra egyedi lágyulás és olvadáspon tv tartományok jellemzőek, így a hőmérséklet pontos meghatározásával a megfelelő anyagcsoportba sorolhatjuk őket. A vizsgálatához fűthető tárgyasztallal ellátott sztereo mikroszkóp szükséges, valamint megfelelő mennyiségű kaparékminta.

A viaszoknak a legalacsonyabb az olvadáspon tvjuk, egyes típusaik már 50 fok körül olvadnak (pl. japán viasz). A gyanták átlagosan 70 C fok körül lágyulnak, és 100 fok körül olvadnak. A száradó olajok 160 C fok körül lágyulnak, és 250 C fok fölött lassan elbarnulnak. A fehérjék 200 C fok körül meglágyulnak, és 230 C fok körül hirtelen elbarnulnak, majd ezután lassan feketévé. A poliszacharidok fokozatosan megbarnulnak, majd lassan megfeketednek (*Bayer, Bayerová 2018*).

#### **IV.1.2 Oldhatóság vizsgálat**

Az oldhatósági tesztek alapulhatnak fizikai (amennyiben nem keletkezik új anyag) és kémiai reakciókon (új anyag keletkezik, kötés jön létre a két anyag között) is. A teszthez sztereo mikroszkópra és az alábbiakban megadott vegyszerekre van szükség, amelyek használata megfelelő felszerelést és berendezést (laborkörülmények) igényel. A vizsgálatokhoz szintén viszonylag nagy mennyiségű kaparékminta szükséges.

A poliszacharidok<sup>11</sup> oldódnak vagy duzzadnak hideg vízben. A fehérjék duzzadnak hideg vízben, duzzadnak vagy oldódnak meleg vízben (az öregedett fehérjék viszont alig, vagy nehezen, ezt figyelembe kell venni a vizsgálatnál). A gyanták és viaszok oldódnak kloroformban. A viaszok oldódnak apoláros oldószerekben (gyakran kis melegítéssel, például Shellsol-ban<sup>12</sup> vagy benzinben). A gyanták továbbá oldhatóak butanolban, a viaszok ezzel szemben nem. A száradó olajok csak duzzadnak kloroformban, és elszappanosíthatóak erős lúgokkal (*Bayer, Bayerová 2018*).

---

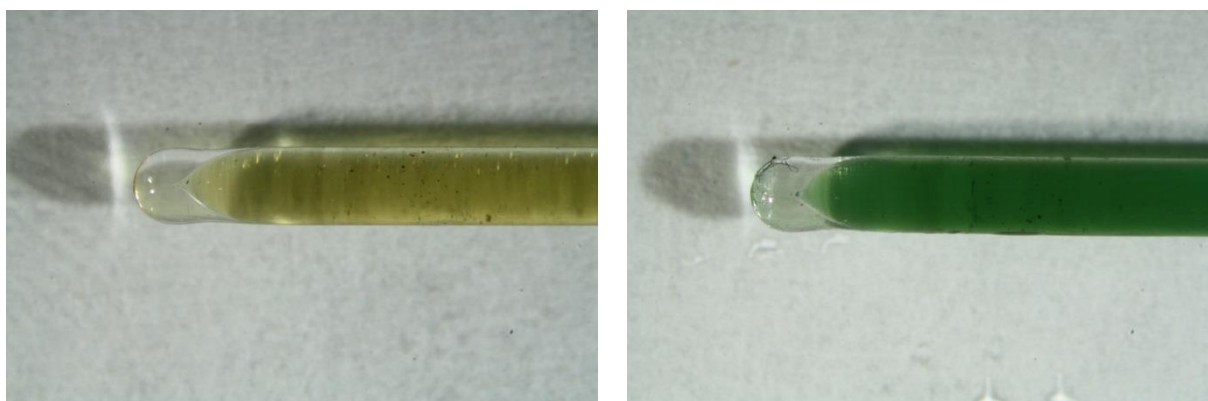
<sup>11</sup> A makromolekuláris szénhidrátok gyűjtőneve, amelyek molekulái egymással glikozidkötéssel összekapcsolt monoszacharidokból állnak. (*Neumüller, 1981*)

<sup>12</sup> Márkanév. Nagy sűrűségű szénhidrogének, lakkok, padlóápoló szerek, rovarölők, műgyanták, stb. oldó- és hígítószerai. Aromás szénhidrogénelegyek, több változatban. (*Neumüller, 1981*)

### IV.1.3 Mikrokémiai vagy cseppentéses tesztek

Ezeket a vizsgálatokat a kémiai reakciókon alapuló tesztekhez sorolhatjuk, melyek segítségével bizonyos elemeket vagy összetevőket mutathatunk ki. Az eredményeket színreakció vagy például habképződés alapján határozhatjuk meg. Kivitelezésükhöz kaparék mintára van szükség a vizsgált anyagból, mikroszkópra, valamint reagensekre és vegyszerekre. A kísérletek elvégzéséhez laborkörülmények és vegyszerkezelési tapasztalat ajánlott, mivel az egyes vizsgálatokhoz alkalmazott anyagok veszélyesek (pl. tömény kénsav).

A teljesség igénye nélkül néhány példa mikrokémiai tesztekre. Fehérjék kimutatása lehetséges PAS reakcióval<sup>13</sup>, száradó olajok jelenlétének megerősítése szappanképzéssel is történhet. Növényi gumik alkalmazását a mintában igazolhatjuk pentóz<sup>14</sup> jelenlétének kimutatásával<sup>15</sup>, keményítő vagy dextróz<sup>16</sup> használatát pedig kálium-jodiddal. Természetes gyantákat tartalmazó minta esetén a Storch-Morawski reakció ad pozitív eredményt (*Bayer, Bayerová 2018*).



1. kép: Pentóz jelenlétének kimutatása Bial's reagenssel – a zöld szín növényi gumi alkalmazására utal

---

<sup>13</sup> PAS reakció: A periodic-acid-Schiff-reaction rövidítése, ezt a reakciót a mikroszkópos hisztokémiában alkalmazzák poliszacharidok (glikogén, keményítő, cellulóz), semleges mukopoliszacharidok, glikoproteidek és lipidek stb. kimutatására. (*Neumüller, 1981*)

<sup>14</sup> Pentózok: öt oxigénatomot tartalmazó, C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub> bruttó képletű monoszacharidok (egyszerű cukrok) ketózok (képlet) vagy aldózok (képlet) alakjában. (*Neumüller, 1981*)

<sup>15</sup> Bial's reagens: pentózokkal melegítve zöld, pentanollal extrahálható színeződést hoz létre. (*Neumüller, 1981*)

<sup>16</sup> dextróz: d-glükóz, szőlőcukor, C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>, színtelen és szagtalan édes ízű kristály, több változata van. (*Neumüller, 1981*)

#### IV.1.4 A szövettani színezések

##### *A hisztokémiai eljárások fogalma*

A restaurátori kutatásokban is használt színezéses reakciók többségét eredetileg az orvostudomány területén, azon belül is a biológiai szövettani kutatások során alkalmazzák, vagy alkalmazták (László et al. 2012).

A hisztokémiai eljárások gyűjtőnév alatt olyan technikákat értünk, amelyek sejtek, vagy szövetek makromolekuláris<sup>17</sup> alkotórészeinek vizsgálatára szolgálnak, és valamilyen kémiai vagy biokémiai reakcióra épülnek. Az anyagokat felépítő összetevők elhelyezkedésének, felépítésének, vagy funkcióik meghatározására alkalmazzák őket. A gyakorlatban ezek a tesztek szövettani preparátumok megfestését jelentik valamilyen színezékekkel (László et al. 2012).

A leíró hisztokémia kifejezés azokat a technikákat takarja, amelyek közvetlenül kimutatják a sejteket vagy a szövetek makromolekuláit. Ilyen anyagok például a fehérjék, a poliszacharidok, a nukleinsavak<sup>18</sup>, vagy a lipidek<sup>19</sup>. A Szudán feketével végzett lipid kimutatás például ebbe a vizsgálat csoportba tartozik (László et al. 2012).

A funkcionális hisztokémia viszont a sejtek vagy szövetek működéséről szolgáltat információt, amit indirekt eljárásokkal szerzünk meg. Ebbe a vizsgálat típusba tartozik például az enzimhisztokémia, amikor enzimeket ismert reakciómechanizmusuk alapján azonosítanak (László et al. 2012).

##### *A színezékek feltalálása, kezdeti alkalmazásuk*

Az első mesterséges szén-kátrány színezéket, a mályva vagy anilin lilát William Perkin hozta létre véletlenül 1856-ban. Felfedezését követően számos kémikus igyekezett további színezékeket szintetizálni. Perkin kísérletét alapul használva, oxidált anilin

---

<sup>17</sup> makromolekulájú anyag: a legtöbb természetes és szintetikus makromolekulájú anyag polimolekuláris, azaz hasonló vagy azonos felépítésű, de különböző nagyságú makromolekulák keveréke... (Neumüller, 1981)

<sup>18</sup> nukleinsavak: „...állati és növényi sejtmagok alkotórészei. Összetett makromolekulák, amelyek teljes hidrolízis után három alap komponens cukrot, heterociklusos szerves bázist és foszforsavat adnak.” (Neumüller, 1981)

<sup>19</sup> A lipidek gyűjtőnéven a zsírokat és a zsírszerű anyagokat foglalják össze. Mindkét anyagcsoport azonos oldhatósági tulajdonságú (vízben oldhatatlanok, szerves zsíroldószerekben oldódnak) és gyakran funkcionális (sőt szerkezeti) hasonlóságok is kimutathatók. (Neumüller, 1981)

alkalmazásával hamarosan számos új színezéket hoztak létre, az első ezek közül a Fukszin volt 1859-ben. A textilipar is felfigyelt kutatók eredményeire, és alkalmazni kezdték a színezékeket tartósságuk, kifakulásnak ellenálló tulajdonságaik miatt. A megnövekedett kereskedelmi igény miatt számos színezéket fejlesztettek ki ebben az időszakban, a teljesség igénye nélkül: pararozanilin, metilén kék, azo színezékek, például Bismarck barna R (*Mason 1999*).

Egy kis német cég, a dr. G. Güblers Chemisches Laboratoriums 1880-ban nyílt meg, ahol a biológusok és orvosi kutatók számára legfontosabb színezékeket tesztelték és csomagolták. Ezekkel a magas minőségű német anyagokkal számos laborban dolgozó kutató számára lehetőség nyílt hisztológiai, hematóológiai és bakteriológiai anyagok festésére, és új színezési eljárások kifejlesztésére. Ebben a periódusban alkották meg a xantén (háromgyűrűs, heterociklusos szén-hidrogén vegyület, színezékek alapanyaga) vagy akridin származékokat, amelyek erősen fluoreszkálnak. Néhány ilyen xantén származék például a Rhodamine B vagy a Fluorescein (*Mason 1999*).

A mikroszkóppal dolgozó kutatók a hisztológusok, citológusok, bakteriológusok az erős színű színezékeket kedvelték, amelyek legtöbbje nem fluoreszkált, vagy csak gyengén. A Fukszint például alapvető színezékként használták többek között a bakteriológiában, például a tuberkolózis kutatásában. A kezdeti időszakban a tudósok nem voltak tisztában vele, hogy a színezékek specifikusan kötődnek bizonyos sejtekhez, vagy szöveti részekhez, csupán mintáik kontrasztosítására használták őket (*Mason 1999*).

#### *A szövettani színezések jellemzői*

A festéshez használt anyagokat két csoportba oszthatjuk, a szerint, hogy a minta mely részeit színezi meg. Az általános festékek a szövet egészét megfestik, a szelektívek csak bizonyos összetevőkhöz kötődnek. A reagensek lehetnek a látható tartományban színezők, a reakció előtt színtelenek, vagy bizonyos hullámhosszú sugárzás hatására fluoreszkálóak (*Krutsay 1980*).

Ha a színezék saját színét látjuk a teszt elvégzése után, ortokromáziáról beszélünk, amennyiben viszont a reakciót követően a festék eredeti árnyalatától eltérő színű lesz a megfestett minta, metakromáziáról. A szövettani festéseknél általában több színezéssel dolgoznak egy mintán. A reagenseket használhatják egyszerre, egy közös oldószerben, vagy alkalmazhatják őket egymás után (*Krutsay 1980*).

A színezés időtartamának függvényében progresszív vagy regresszív eljárást különböztetünk meg. A progresszív technika esetében a minta elszíneződésének mértékét az

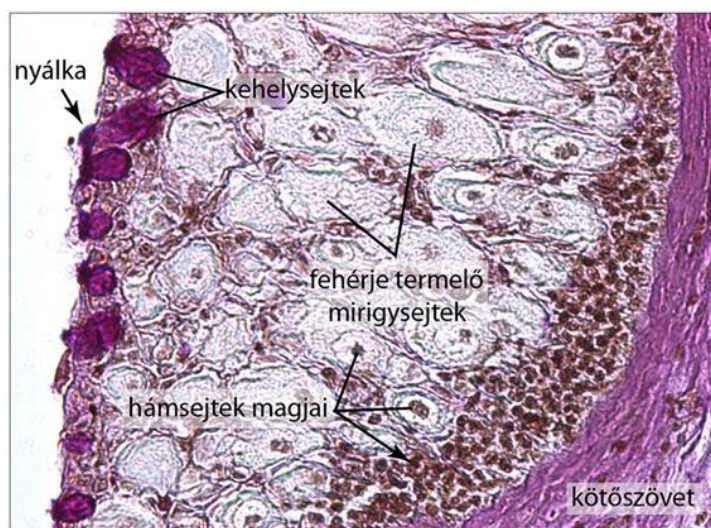
határozza meg, hogy mennyi ideig tartjuk a reagensben. A regresszív változatnál a preparátumot „túlfestik”, vagyis telítik a mintát a színezéssel. Második lépésben egy megfelelő oldószerrel kimossák a nem kötődött felesleget (*Krutsay 1980*).

A hisztokémiai eljárásokban használt festékek nagy többsége szintetikus előállított, szerves, aromás vegyület. Létezik néhány természetes eredetű színezék is, ezeket növényekből nyerik ki. Olyan festékeket is alkalmaznak, amelyek önmagukban nem színező hatásúak, de bizonyos fém sókkal (pl. vas- vagy alumínium) kezelve már igen (*Krutsay 1980*).

A színezékeket a gyártók eltérő fantázianeveken forgalmazhatják, de létezik egy egységesített számsor (Colour Index= szín index), amivel azonosíthatjuk az egyes anyagokat.

### *A festések kémiai, fizikai alapjai*

A szövettani festések során a színezéknek valamilyen módon kapcsolódnia kell a kimutatandó anyaghoz, ami többféleképpen létrejöhet. A reakciónak alapja a legtöbb esetben elektrosztatikus vonzódás, vagyis ioncserés adszorpció. Egyes reagenseknél a kovalens kötés játszik szerepet (például PAS-festés), másoknál a hidrogén kötések (Best-kármin). A zsírfestéseknél nem mennek végbe kémiai folyamatok, csupán fizikaiak. A vízben oldhatatlan, de zsírokban jól oldódó színezékeket vizes alkohollal viszik fel a mintára, ahol a festék a „viszonylag rossz oldószerből nagy mennyiségben megy át a minta zsírnemű anyagaiba”. A színezés eredményességét befolyásolják a hőmérséklet, a pH, az oldat töménysége, és a behatási idő. Ezeknek az értékeknek a növelésével fokozni lehet a színezés intenzitását (*Krutsay 1980*).



2. kép: Szövettani metszet PAS festése

### *A szövettani színezések menete*

A szövettani színezések menete a következő. Megfelelő méretű mintát vesznek a vizsgálandó szervből, vagy szövetből, amit fixálnak, hogy a szerves anyagok bomlását megakadályozzák, kémiai stabilitásukat megőrizték. Az erre a célra általánosan használt anyagok az aldehidek, például a formaldehid. Egyes esetekben a friss minta fagyasztásával tartósítják az anyagot. A fixálást követően a rögzítőszerrel vízzel, vagy egyéb oldószerrel eltávolítják a mintából, majd különböző anyagokkal dehidratálják az anyagot. A víz elvonása azért szükséges, hogy a következő lépésben alkalmazott folyékony beágyazó szerek akadálytalanul átithassák a szövetet. A minta kikeményítése után a vizsgálat típusának megfelelő vastagságú metszetet készítenek (szánka- vagy rotációs-) mikrotómmal. A fagyasztással készített preparátumok esetében a víztelenítés és a beágyazás elmarad, és a fagyott anyagot metszik. Ezek után kerül sor a festésre, ami „a szövetelemek fény- illetve elektronszórásbeli különbségeinek növelését” jelenti. Az utolsó lépésben fedőlemezzel látják el a mintát, a jobb eltarthatóság érdekében. A színezések a „szervezetben lezajló, spontán vagy kísérletesen előidézett, látható és láthatóvá tehető morfológiai változások elemzését” szolgálják. (László et al. 2012).

A szakirodalomban kiemelik, hogy a hisztokémiai technikáknál használt anyagok mindegyike hat a mintára, és ez bizonyos hátrányokkal jár. Ezért a színezés céljának legjobban megfelelő szerekkel kell dolgozni a cél elérése érdekében.

### *A szövettani színezések alkalmazása a restaurátori kutatásokban – problémák*

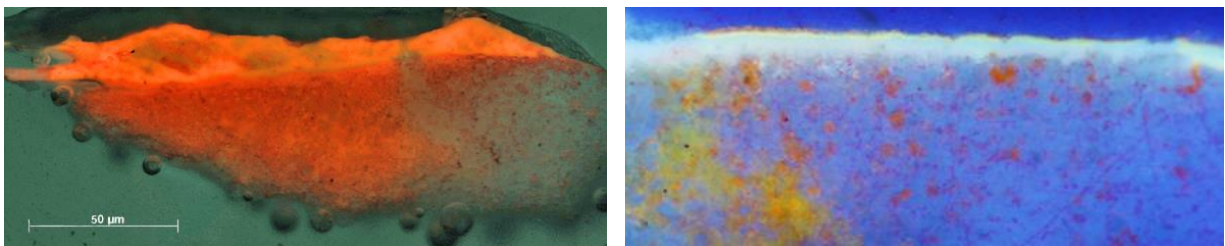
A restaurátori kutatások során alkalmazott vizsgálatokat rendszerint más tudományterületekről emelik át a témával foglalkozók. Ez egyfajta kényszerűség, hiszen tudomásom szerint nem fejlesztettek még ki olyan módszereket, amelyekkel elsősorban, speciálisan festészeti mintákat elemeznének. Ez azt jelenti, hogy alapvetően más típusú anyagokat vizsgálunk egy adott technikával, mint amire kikísérletezték, vagy optimalizálták. Így a színezéses eljárások esetében is lényeges problémák merülnek fel, amennyiben azokat műtárgyakból készített mintákon alkalmazzuk.

Az első, és legalapvetőbb különbség a biológiai preparátumokhoz képest, hogy szerves és szervetlen keverék anyagot színezünk meg. A szövettani minták túlnyomó része szerves összetevő, leszámítva a vizet, vagy a vérben előforduló szervetlen anyagokat (vas), de ezeket kivonják a mintakészítés során (amennyiben nem fagyasztásos eljárásról van szó). A mintából a sejtek és a makromolekulák vázai maradnak meg, amelyeket teljesen telítenek beágyazó

szerekkel (paraffin). Ezzel szemben egy festék- vagy alapozóréteg töltő- és kötőanyagból áll. A töltőanyag sokszor szerves, kristályos szerkezetű szilárd anyag, a szerves kötőanyag pedig nem fixált, valószínűleg öregedett, vagyis valamilyen mértékben lebomlott anyag. Továbbá a kötőanyagként használt fehérjéket vagy olajokat felhasználásuk előtt előkezelik, ami a bennük található eredeti kémiai szerkezeteket még a lebomlás előtt megváltoztatja. A szövettani preparátumokat elkészítésük után rövid idővel megfestik, míg a festészeti mintáknál akár évszázadok telhetnek el a színezés előtt. A minták keverék jellegéből adódóan a töltőanyag aránya általában jóval magasabb a kötőanyaghoz képest, tehát a vizsgálandó anyag sokkal kisebb mennyiségben van jelen.

### *A reagens specifikus kötődése*

A minta keverék jellegéből adódóan az egyes színezékek specifikus vonzódása is csökkenni fog. Mivel ezeknek a reagenseknek nagy része (az olaj színezékek) csak gyengébb, másodlagos kötésekkel, vagy kizárólag fizikai tulajdonságok alapján kötődik egy anyaghoz, a biológiai, „tisztá” anyagokon esetleg jól működő színezékek keverékek esetében lehet, hogy máshogy működnek.

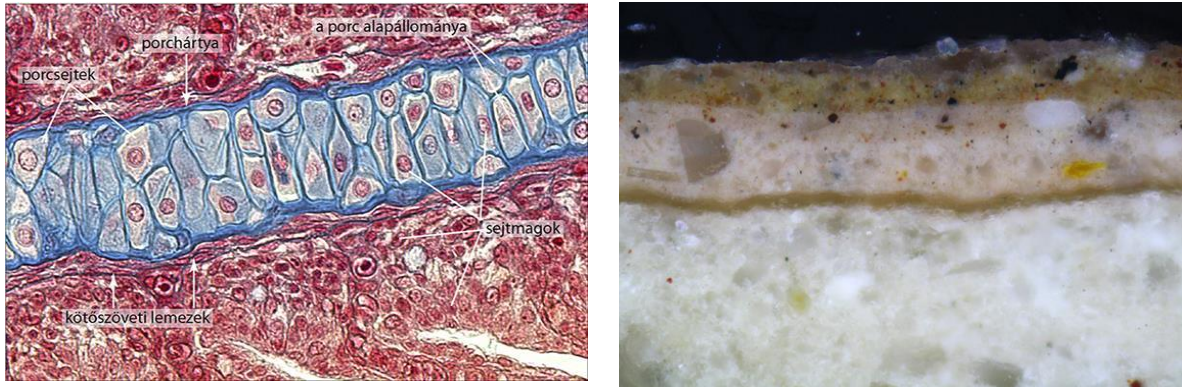


3. kép: Hibás pozitív eredmény (balra) olaj színezékekkel (RHOD B) fehérje tartalmú anyagokon (alapozó: enyv és kréta, festékréteg: zselatin és titánfehér); és hibás negatív eredmény (jobbra) olaj színezékekkel (DCF) olaj tartalmú festékrétegen (alapozó: enyv és kréta, festékréteg: lenolajkence és ólomfehér)

### *Metszet készítés*

A biológiai mintáknál alkalmazott vékony metszet készítésre (10-15 mikron vastagságú minták) történtek kísérletek mind a nemzetközi kutatásokban (*Pilc, White 1995*) mind a Magyar Képzőművészeti Egyetem korábbi restaurátor hallgatói által, de ezek nem hozták meg a kívánt eredményt. A mintákban található nagy keménységű töltőanyag szemcsék az esetek túlnyomó többségében szétszakították a metszeteket, és értékelhetetlenné tették őket. Más, a témával foglalkozó szakemberek szintén eltekintettek a vékony metszetek készítésétől, és keresztmetszeteken kísérelték meg a szövettani színezéseket kivitelezni (*Schaefer 1996, Wolbers 2000*). A keresztmetszet csiszolatok esetében viszont a kötőanyagot és a töltőanyagot

nem tudjuk egymástól vizuálisan megkülönböztetni, egyrészt az alkotó anyagok mérettartománya miatt, és mivel a kötőanyag aránya általában jelentősen kisebb a töltőanyagénál. Hisztokémiai preparátumoknál ezzel szemben a vékonymetszetek átmenőfényes vizsgálata miatt egyértelműen elkülöníthetőek az egyes sejtek vagy szöveti alkotórészek.



4. kép: A szövettani metszeten jól elkülönülő sejtek és szövetek (balra), a festett rétegek keresztmetszetén a kötő- és töltőanyag nem elkülöníthető (jobbra)

#### *Felületi egyenetlenségek, porozitás*

A festett, vagy alapozó rétegek ezen túl pórusos szerkezetek – amit fokozhat az összetevők tökéletlen elkeverése, vagy a szemcsék tökéletlen illeszkedése egymáshoz, esetleg a keresztmetszet készítésekor a nagyobb szemcsék kiperegnek vagy „kimaródnak” a felületből. Mint a korábbiakban említettem, a biológiai mintákat teljesen telítik beágyazó anyaggal, így a „légüres”, vagy vízzel telt területeket megszüntetik a színezés előtt. Ez azért is lényeges szempont, mert csökken azoknak az anyagoknak vagy felületeknek a száma a mintában, ahová egy színezék nem specifikusan köthet. További ilyen felületi egyenetlenség lehet a minta polírozásakor keletkező karcolások, vagy a beágyazó anyag és a minta határfelületén keletkező rés is.



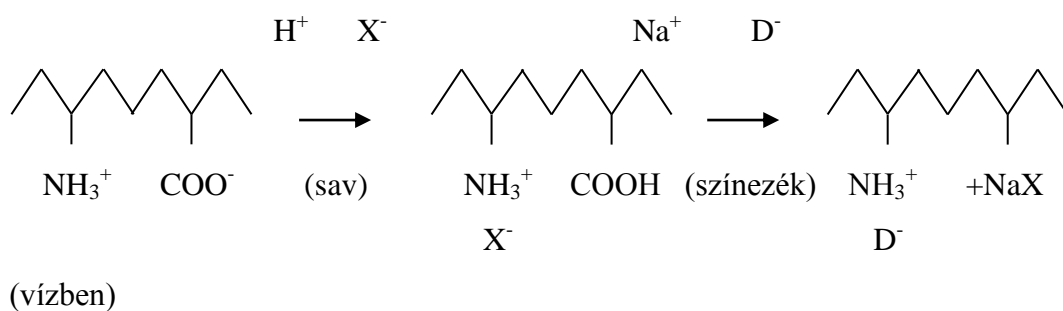


5. kép: A festékrétegen a polírozás okozta karcolásokba beülő reagens

#### IV.1.5 A látható színtartományban működő színezési tesztek keresztmetszet csiszolatokon

##### *A fehérjék kimutatása metszetszínezési eljárásokkal*

A legtöbb fehérjét kimutató, normál megvilágítással vizsgálható reagens savas színezék, tehát vizes oldatban negatív töltésű ionként van jelen. A fehérjék aminos-csoportja savas közegben protonálódik, vagyis pozitív töltésűvé válik. A színezés során a színezék molekula, valamint a proteinek  $\text{NH}_3^+$  csoportjai között alakul ki a sókötés. A legtöbb fehérje színezék oldata savas kémhatású, hozzáadott savat (pl. különböző koncentrációjú ecetsavat) tartalmaz. A savas közeg nagymértékben poláris, ezért könnyen oldják a legtöbb természetes polimert, például a festmények anyagaiban is megtalálható kollagént vagy kazeint. Ebben a közegben lejátszódhat a fehérjék savas hidrolízise.



6. kép Fehérje alapú anyagok színezésének folyamata savas színezékkel

A fehérjetartalom kimutatásával, vizes bázisú savas színezékek segítségével, először Pischinger foglalkozott hisztokémiai kutatásai során. Ő fejtette ki, hogy egy fehérjét tartalmazó minta esetében, bármelyike az alapvető aminosavaknak, amelyek mint gyenge kationok funkcionálnak, képesek abszorbeálni a színezéket, és így azokat a reagens láthatóvá teszi. Fontos, hogy az abszorpció mértéke függvénye az adott oldat pH-jának, illetve az

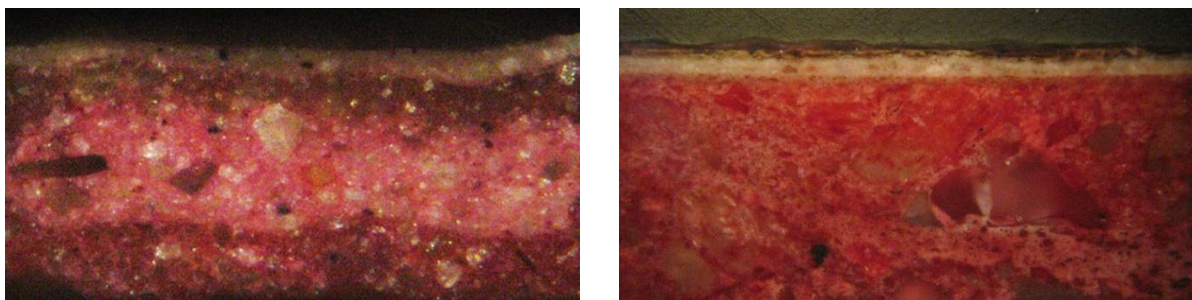
alacsony ion-koncentrációnak. Egy oldat pH-jának csökkentésével egy savas színezék anionos karaktere is csökken, tehát még inkább hidrofóbbá válik, ugyanakkor elősegíti a protonizációt is. Hogy maximalizálják ezt a jelenséget, és a lehető legtöbb amino-csoportot tegyék elérhetővé a proteinekben, gyakran eléggé savas oldatokat használtak (*Plesters 1956*).

Wolbers és Landrey kritikai cikkükben (*Landrey, Wolbers 1987*) azonban a savas színezékek egy komoly hátrányát emelik ki. Véleményük szerint a kimosáskor a festék hátrahagyhat maga mögött olyan anyagokat, amelyekbe már abszorbeálódott azok ellentétes töltése miatt, de nem tartalmazznak fehérjét. Ez azt jelenti, hogy azok az alkotórészek (pigmentek, töltőanyagok) a vizsgált rétegben, amelyek savakra érzékenyek (pl. karbonátok), reagálhatnak a színezékekkel. Ez mindennapos probléma, hiszen az egyik legáltalánosabban használt alapozó anyag a kalcium-karbonát (pl. kréta), amit általában fehérje kötőanyaggal használnak. A vizsgálat szempontjából számunkra nem előnyös, hogy ezek az összetevők elszíneződnek, mivel így nehezkessé válik annak eldöntése, hogy a megszínezett anyag tulajdonképpen tartalmaz-e fehérjét, vagy sem. Tehát a metszetszínezési tesztek egyik legfontosabb mozzanata a kimosás – hogy a hátramaradó csoportokat milyen mértékben tudjuk eltávolítani, alapvető fontosságú annak érdekében, hogy értékelhető eredményt kapjunk. Viszont ezzel a lépéssel akaratlanul további anyagokat távolíthatunk el, amitől a minta akár értékelhetetlenné is válhat. A szerzők is hangsúlyozzák, hogy a kimosás alatt számos hatás érheti a mintát, attól függően, hogy a kimosó oldat pH-ja mekkora. A másik lényeges paraméter e kísérletek során az idő. A megszínezés és a kimosás időtartamától függően ugyanis szintén módosulhatnak a kapott eredmények.

Wolbersék a keresztmetszet-csiszolatok porózusságát, szemcsésességét is hátrányként említik, a gondos beágyazás és csiszolás ellenére is, mivel ezek a tulajdonságok is csökkentik a kimosás hatékonyságát.

Cikkükben arra az álláspontra helyezkednek, hogy a biológiai szövettani színezésből ismert gyakorlatot nem feltétlenül kell egy az egyben átemelni a restaurátorok gyakorlatába. A biológiai szövettani eljárások során a fehérje tartalmú mintákat ugyanis óvatosan fixálják (denaturálják), majd szilárd közegbe helyezve bőségesen kimossák, hogy ily módon minimalizálják a nem-specifikus színezés hatásait (*Varga 2012*).

A fehérje kimutatására restauratori kutatásokban leggyakrabban használt színezékek a következők: Savas fukszin, Ponceau S, Amido feketék.



7. kép: Savas fukszinnal (balra) és Ponceau S-sel (jobbra) megszínezett keresztmetszet

#### *A zsírok és olajok kimutatása metszetszínezési eljárásokkal*

Liliane Masschelein-Kleinernél olvashatjuk, hogy az olajok kimutatását a keresztmetszet-csiszolatokon kezdetben szappanosítással érték el, hígított (10%-os) kálium-hidroxid oldat alkalmazásával. A későbbiekben kísérleteket tettek zsírban oldódó reagensekkel végzendő kimutatásokra a Szudán fekete B és az Oil red O használatával. A szerző az ilyen típusú színezékek hátrányát abban látja, hogy az öregedett olajokat kevésbé színezik meg (*Masschelein-Kleiner 1986*).

Kühn hidrogén-peroxid tesztet ajánl a száradó olajok kimutatására. Gay a vékonycsiszolatok melegítését tartja célravezetőnek: a száradó olajok 160 °C körül, a tojássárgája 200 °C körül lágyul meg (*Masschelein-Kleiner 1986*).

Matteni, Moles és Tosini egyfajta topokémiai<sup>20</sup> azonosítást javasolnak a száradó olajok kimutatására (*Masschelein-Kleiner 1986*).

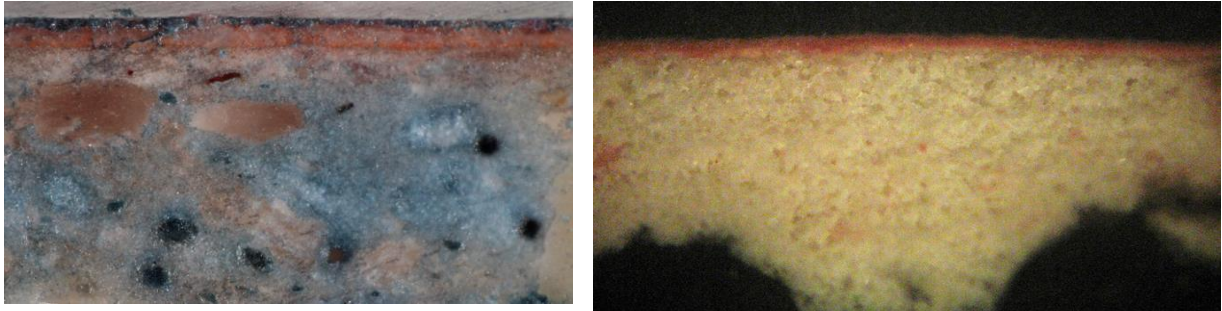
Richard Wolbers és Gregory Landrey kritikai cikkében (*Landrey, Wolbers 1987*) a Johnson és Packard (*Johnson, Packard 1971*) által alkalmazott Szudán feketéről írnak. Kiemelik, hogy a reagens hatásossága nagymértékben függ a kötőanyagban létrejött keresztkötések mennyiségétől, és ebből következően a réteg oldhatóságától. Ugyanis minél idősebb egy olajfilm, annál jobban polimerizálódott: az olajokban oldódó színezékek penetrációja és retenciója a minta korának növekedésével egyre kisebb.

További lényeges szempontként a minta egyéb alkotóelemeit említik: a megfelelő erősségű színező és kimosó oldat megválasztásakor szem előtt kell tartani a savra érzékeny

<sup>20</sup> Topokémia: V. Kohlschütter által 1919-ben a topo- szótag felhasználásával a kémia és a tér, különösen felületek kölcsönhatásának megjelölésére alkotott kifejezés. A topokémiai reakciók azok a kémiai folyamatok, amelyekben a szilárd reakciótermékek sajtságait lényegesen meghatározza, hogy az átalakulás egy szilárd anyag felületén vagy belsejében, azaz helyhez kötve megy végbe. (*Neumüller, 1981*)

anyagokat. Azt is megjegyzik, hogy ha túl sokáig hagyjuk a reagensben vagy az eltávolító oldatban a mintát, az olaj szubsztrátumokat akaratlanul eltávolíthatjuk.

A restaurátori kutatásokban leggyakrabban használt színezékek a Szudán fekete és az Oil red O.



8. kép: Szudán feketével (balra) és Oil red O-val (jobbra) megszínezett keresztmetszetek

#### **IV.1.6 A fluoreszcens színezéses tesztek keresztmetszet csiszolatokon**

*A fluoreszcens színezékek elterjedése a szövettani kutatásokban*

*A következő fejezet a *Fluorescent and Luminescent Probes for Biological Activity* című könyv 2. fejezete (F.H. Kasten, 1999) alapján készült.*

Az 1900-as évek elején kutatók mikroorganizmusok fényre érzékenyítéséhez használtak fluoreszcens színezékeket. Bizonyos reagenseket hatékonyan alkalmaztak betegségeket terjesztő baktériumok ellen, például az álomkórt okozó tripanoszóma baktériumot akriflavin színezékekkel semlegesítették. A szakemberek azt tapasztalták, hogy a reagensek kötődnek egyes mikroorganizmusokhoz.

Az egysejtűek megfigyelésével foglalkozó tudós, Provazek használta először a fluoreszcens mikroszkópot 1914-ben a színezékek élő szövethez kötődésének vizsgálatára. Különböző fluorokrómokat (fluorescein, eosin) és gyógyszereket adott egysejtű élőlények tenyésztéséhez, és a sejtek fluoreszcenciájának növekedését tapasztalta. A szövettani kísérletek Provazek munkájának publikálását követően fejlődésnek indultak.

A fluoreszcens színezékeket az 1930-as évek elejéig nem használták fixált sejtek vagy szövetek mikroszkópos vizsgálatára. A fluoreszcens mikroszkópot viszont ekkor már 20 éve kifejlesztették, mégis csak az autofluoreszcencia vizsgálatára használták ezeket a reagenseket. Ekkoriban egyéb módokon alkalmazták néhány fajtájukat: Ehrlich például a vizes testnedvek útját térképezte fel segítségével a szemben. Az első világháború alatt az Akriflavint antiszeptikus hatása miatt használták.

Az, hogy egyes színezékek a sejtek vagy szövetek bizonyos részeihez vonzódnak csupán, csak 1929-ben keltette fel Sigwald Bommer bőrgyógyász figyelmét. Ő írta le elsőként azt a jelenséget, hogy egy Akriflavin színezék oldat szelektíven fluoreszkál a nukleinsavakhoz (sejten belül a genetikai információ hordozásáért felelős anyagok) kötődve. Ezt követően rohamosan fejlődött az ilyen típusú reagensek alkalmazása a szövettani kutatásokban.

Az 1930-as években Hamperl és Haitinger 65 fluoreszcens színezékkel végzett kísérleteket formalinban fixált szövettani mintákon, hogy megállapítsák, mely alkotórészekhez vonzódnak szelektíven a preparátumokban. Végül 35 reagenst ajánlottak a kutatók figyelmébe, amelyeket a hisztokémiai kutatásokban használhatónak találtak. Számos ajánlást és tapasztalatot jegyeztek le a színezékek affinitásával és a tesztek kivitelezésével kapcsolatban. Haitinger később paraffinba ágyazott metszetekre is alkalmazta az eljárásokat. Ő alkotta meg a fluorokróm elnevezést, ami olyan fluoreszcens összetevőt jelent, ami az autofluoreszcencia zavarása nélkül, szelektíven köt egyes szöveti elemekhez. Ez a kutatás alapul szolgált a többi szakembernek, akik a saját tudományterületükre alkalmazták az eljárásokat, illetve módosítottak rajtuk. A botanikában, az idegrendszeri kutatásokban, a patológiában és a citológiában alkalmazásuk tovább fejlődött.

Jancsó Miklós (gyógyszerész) a szupravitális<sup>21</sup> festések úttörője volt, 1932-ben számos különböző fluorokrómot injektált tripanoszómával fertőzött rágcsálókba. A vérminták mikroszkópos vizsgálata során nyilvánvalóvá vált, hogy a fluoreszcens reagensek specifikusan képesek kötődni a nukleinsavakhoz (sejten belül a genetikai információ hordozásáért felelős anyagok), valamint a tripanoszómák egyes részeihez. A következő években a maláriával fertőzött élő szervezetek vizsgálatára is használtak fluorokrómot. Ezekből a kísérletekből bebizonyosodott, hogy bizonyos amino akridinek (baktériumok ellen használt helyi fertőtlenítő) a nukleinsavak összetevőihöz vonzódnak.

Egyes esetekben növényei szövetek (pl. fa) színezésénél figyelték meg, hogy az anyag több színű fluoreszcenciát bocsájt ki, eltérőket az egyes szerkezeti részeiben. Más esetben egy színezék ugyanabban a sejtben a különböző részeket más-más színűre festette meg: ez a jelenség a metakromázia, vagyis a multikolor fluoreszcencia. A jelenség megfigyelhető keverék anyagoknál, például ha Akridin naracssal kezelik (pl. élő epidermális növényi sejtek zölden fluoreszkálnak a halottak vörösen 5.7-8.0 pH-n).

---

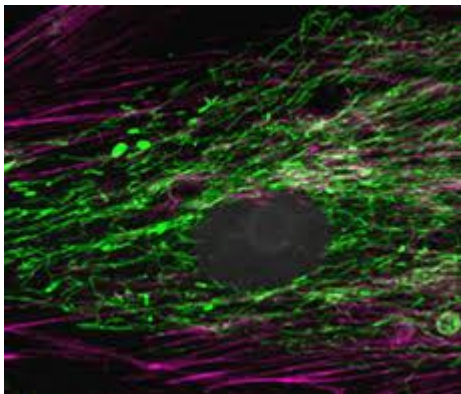
<sup>21</sup> Vitálfestés: A mikroszkópiának ennél a munkamódszerénél az élő szervezetekbe ártalmatlan festékeket vagy színezőanyagokat juttatnak be, ezek azután meghatározott szerveket, szervrészeket, szövetalakzatokat, sejtalkotórészeket és hasonlókat többé-kevésbé világosan, és szelektív módon festenek meg. A szupravitális festésnél a festendő, még élő tárgyat (vért, operációs anyagot) már a szervből emelik ki. (Neumüller, 1981)

#### **IV.1.6.2 A fluoreszcencia és a fluorokrómok - fogalmak**

A következő fejezet a László L. által szerkesztett Szöveti és sejtbilógiai vizsgálómódszerek című internetes ELTE tananyaga (<http://ttktamop.elte.hu>), valamint a szegedi egyetem internetes mikroszkópia tananyaga ([www.web.med.u-szeged.hu](http://www.web.med.u-szeged.hu)) alapján készült.

Forró testek, amelyek önmaguktól világítanak csupán a magas hőmérsékletük okán, „fehéren izzást” bocsájtanak ki. Minden más típusú sugárzást lumineszcenciának nevezünk. Ha egy rendszer fényt bocsájt ki, akkor energiát veszít. Következésképpen, valahonnan máshonnan származó energiát kell használnia az elvesztett pótlására. A legtöbb lumineszcenciát ezen forrásoknak alapján nevezik el.

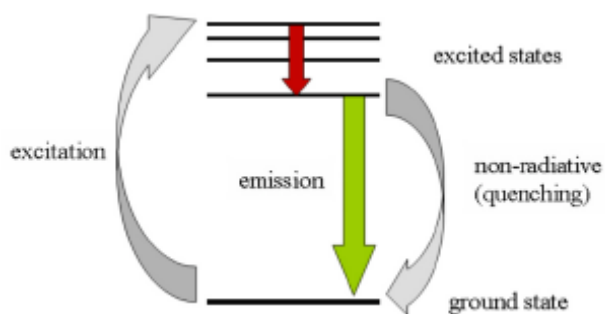
A fluoreszcencia jelenségét 1838-ban Brewster írta le először. A fluoreszcencia fogalmát 1852-ben alkotta meg Stokes. A fluoreszcencia a lumineszcencia egy formája, ami akkor keletkezik, amikor egy molekula fotonokat abszorbeál (nyel el) alap energia állapotában, és gerjesztés hatására képesek fényt kibocsájtani. Ezeket a molekulákat fluorofóroknak vagy fluorokrómoknak nevezzük, melyek általában szerves vegyületek vagy makromolekulák, és elsősorban biológiai laboratóriumi vizsgálatokban alkalmazzák őket.



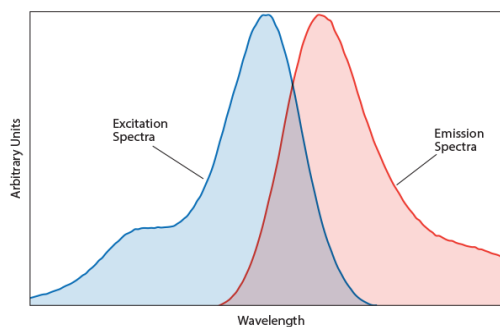
Szerkezetüket tekintve közös jellemzőjük, hogy tartalmaznak aromás, homo- vagy heterociklusos gyűrűket, mert a bennük lévő delokalizált elektronok jól gerjeszthetők. A legelső fluorokrómok egyike, amelyet mikroszkópos vizsgálatokhoz használtak, a Fluoreszcein-izotiocianát (FITC) volt.

9. kép: FITC-vel megszínezett szövet

A fluorokróm gerjesztés hatására magasabb energia állapotba kerül, mivel az elektronjai egy magasabb energia pályára kerülnek. Ez az energia többlet „szétszóródik”, amikor a molekula visszatér az eredeti energia állapotába, és fény formájában szabadul fel. Az abszorpcióhoz (elektromágneses sugárzás elnyeléséhez) szükséges idő kb.  $10^{-15}$  másodperc, míg a fluoreszcencia élettartama kb.  $10^{-8}$  másodperc. A fluoreszcens fény hullámhossza nagyobb, mint az abszorbeált fényé. Ezt a törvényt Lommel írta le 1875-ben.



10. kép: Fluorokróm abszorpciója és emissziója a fluoreszkálás közben

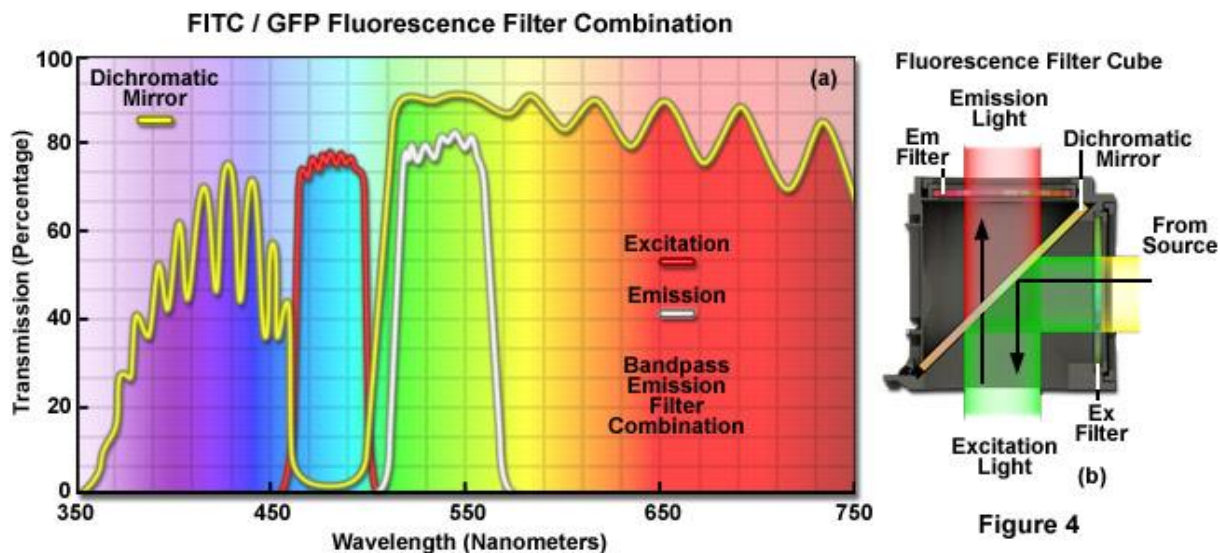


11. kép: Egy fluoreszcens színezék emissziós és abszorpciós spektrumainak átfedése

Az abszorpciós intenzitás a fluorokróm elnyelésének „valószínűsíthető” mértékét fejezi ki, jele:  $\epsilon$ . Az emissziós intenzitás a felszabadult kvantumok aránya az elnyelt kvantumokhoz képest, jele:  $\phi$ . Egy minta fluoreszcens intenzitását meghatározhatjuk a kioltási együttható és a kvantum áteresztési teljesítmény eredményével: azaz hogy mennyit nyel el, és mennyit enged át a kvantumból.

Az egyik legfontosabb tényező, amit figyelembe kell venni egy színezék kiválasztáskor, az emissziós és abszorpciós hullámhosszainak maximuma. Ahol a fluorokróm a legtöbb, és legnagyobb energiájú fotont képes elnyelni, azt a pontot abszorpciós maximumnak, ahol pedig a legintenzívebben sugározza a fényt az alapállapotba visszatéréskor (fluoreszkáláskor), emissziós maximumnak nevezzük. A két tartomány átfedhet valamilyen mértékben, ezt figyelembe kell venni a gerjesztéshez használt sugárforrások és a detektor megválasztásakor. Ha a legjobb eredményeket akarjuk elérni, célszerű olyan fluorokrómot választani, amelyeknél az emissziós és abszorpciós maximumok határozottan elkülönülnek egymástól.

A fluorokrómmal végzett színezéskor a „végeredményt” az ultraibolya tartományú gerjesztésnél vizsgáljuk, ez pedig megfelelő megvilágító berendezést igényel. A fluoreszcens mikroszkópokban higanygőz, xenon, metál-halid vagy led lámpákat használnak fényforrásként. A sugárzás útjába helyezett szűrőblokkok segítségével a megfelelő hullámhosszúságú sugárzás jut el a mintára, és a detektorba.



12. kép: A szűrőblokkok működési elve

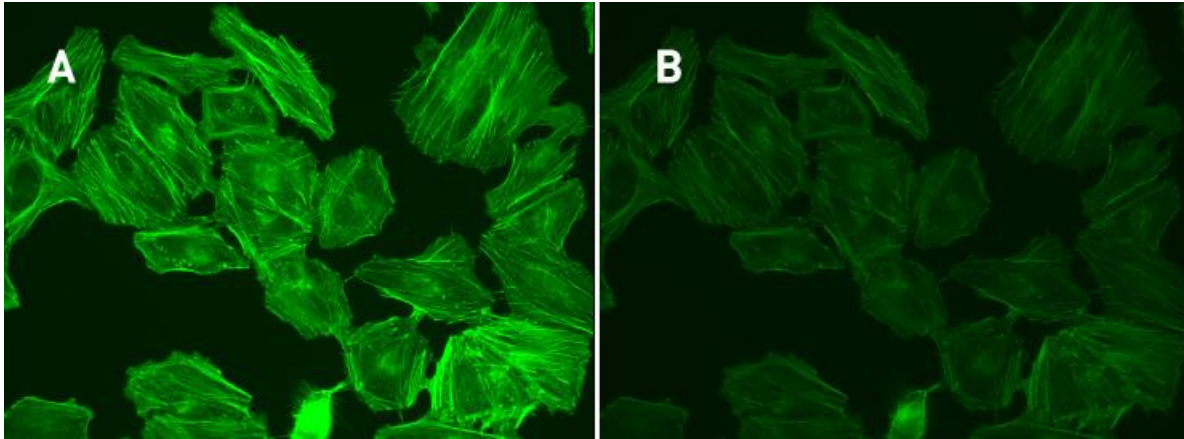
A szűrőblokkok három fontos részből állnak. A gerjesztő szűrő csak bizonyos hullámhosszú sugarakat enged a mintára a forrásból. A határoló szűrő kiszűri a gerjesztő sugarakat, és csak a megszínezett minta által kibocsájtott fényt engedi a detektor (pl. spektrométer, fényképezőgép, okulár) felé. A szűrőblokk közepén 45 fokos szögben elhelyezett dikroitikus tükör visszaveri a gerjesztő sugarakat, és átengedi a minta által kibocsájtottakat. A dikroitikus tükör nem engedi át azokat a sugarakat sem, amelyek a fluorokróm emissziós és abszorpciós hullámhosszai közül átfednek, ezért ha olyan színezékekkel dolgozunk, ahol ez a két tartomány nagymértékben átfed, a vizsgálható fluoreszcencia nagyon gyenge lesz.

Egy másik fontos jellemzője a fluorokrómoknak az az időtartam, amíg fluoreszkálni képesek, ez a „gerjesztett állapot élettartama”. Ez az az átlagos idő, amíg a molekula képes gerjesztett állapotban maradni, jele  $\tau$ . Azokat a reagenseket, amelyek rövid ideig képesek fluoreszkálni, többszöri ismételt gerjesztésnek lehet kitenni – mivel gyorsan visszatérnek kiinduló állapotukba. Többszörös gerjesztésére egy molekulának akkor van lehetőség, ha gyorsan képes az adott fluorokróm egy kezdeti gerjesztést követően kibocsájtani a kvantumokat. A legtöbb fluorokrómnak csak nanoszekundum nagyságrendű az emissziós időtartama. Ezért a hosszú emissziós időtartammal rendelkező fluorokróموkat célszerű választani.

Hosszabb gerjesztés esetén, egy fluorokróm inaktívvá válhat, és fokozatosan megszűnik a fluoreszkálása. Ezt a jelenséget fotoelhalványulásnak nevezzük, ami kizárólag a fluorokróm szerkezetétől függ. Bizonyos reagensek használatát nagyon megnehezíti ez a tulajdonság, mert csak nagyon rövid ideig figyelhető meg a fluoreszkálásuk, ha bekövetkezett



a reakció. Egyes beágyazó anyagokkal csökkenteni lehet ezt a jelenséget (pl. feniléndiamin gliceriben oldva (*Johnson et al 1982*)), a fény intenzitásának csökkentésével, vagy az érzékenység növelésével és az expozíciós idő csökkentésével.



13. kép: A fotoelhalványulás jelensége

A fluorokrómok további fontos jellemzője a kioltódás. Ezt a jelenséget a fluoreszkáló molekula környezete okozhatja, mint pl. a minta pH-ja vagy a hőmérséklete. Ha a közelében olyan anyag található (pl. jodidion), ami képes átvenni a fluorokróm gerjesztési energiáit, a molekula fokozatosan elhalványul.

Egy jól használható fluorokrómnak a következő paramétereknek kell megfelelnie:

- viszonylag olcsó legyen
- ne (túl) mérgező
- kisméretű, hogy ne zavarják a vizsgálandó molekulákat, anyagokat
- viszonylag egyszerűen, de jól kössenek a kimutatandó molekulákhoz, „reprodukálhatóan halmozódjanak fel a sejtek bizonyos részeiben”
- az excitációs (gerjesztő) és emissziós (kibocsájtó) maximumuk jól elkülöníthető legyen
- a kvantum-kitermelési hányadosuk megfelelő legyen
- gerjesztést követően ne adják át a felvett energiát a környezetükben lévő oldószerbe
- hosszabb ideig tartó gerjesztés után is „továbbgerjeszthetőek” maradjanak (fotoelhalványulást ne mutassanak)

Az előzőekben felsorolt feltételeknek jól megfelelő egy-egy fluorokrómból bizonyos kémiai változtatásokkal olyan molekula családokat képesek létrehozni, amelyekkel az egész

látható spektrumot lefedhetik. Ezt például egy molekulában található gyűrűk számának változtatásával érik el: így megváltoznak az anyag emissziós és abszorpciós tulajdonságai. Ilyen molekulacsalád például a cianin típusú fluorokrómok (pl. Fluoreszcein-izotiocianát).

A szövetek vagy sejtek gerjesztés hatására szintén fluoreszkálnak, ezt nevezzük autofluoreszcenciának. A művészeti anyagok közül a kötőanyagok, lakkok, és egyes pigmentek (pl. cinkfehér) és a magas aromás aminosav tartalmú anyagok különösen erős autofluoreszcenciával rendelkeznek. A természetes kötőanyagok (olajok, fehérjék) fluoreszcenciája az öregedéssel fokozatosan erősödik, ami problémákat jelenthet. Ha olyan fluorokrómmal dolgozunk, amely fluoreszcenciájának színe nem, vagy alig tér el a kimutatni kívánt anyagétól, az eredmények értékelése nehéz vagy lehetetlen lesz.

A fluorokrómok egészségügyi kockázatot jelentenek, nem kerülhetnek közvetlen kapcsolatba a vizsgálatot végzők szöveteivel, ezért védőkesztyű viselése erősen ajánlott! Egyes sejtmagfestékek kifejezetten rákkeltő hatásúak!

A fényforrásként használt lámpák fénye közvetlenül a kutató szemébe jutva károsodást okozhat. A korszerű epifluoreszcens mikroszkópokban azonban a fényforrást úgy helyezték már el, hogy a vizsgálatot végző személy szemébe csak a fluorokrómok által kibocsájtott sugárzás juthat el.

#### **IV.1.6.3 A fluoreszcens színezések a műtárgyvizsgálatokban**

Richard Wolbers több publikációjában (*Wolbers and Landrey 1987, Wolbers et al 1993*) is foglalkozik a fluoreszcens színezékek használatával festészeti minták keresztmetszet csiszolatain. Könyvében (*Wolbers, 2000*) hét ilyen fluorokrómot ír le, amelyekkel fehérje-, olaj-, szénhidrát-, és gyantatartalmú anyagok meghatározására törekszik. Ezek a következők: Triphenyl tetrazolium chloride (TTC) a szénhidrátok, Rhodamine B (RHOD B) és 2,7 Dichlorofluorescein (2,7 DCF) az olajok és zsírok, Antimon pentaklorid (APC) a gyanták, Tetramethyl rhodamine isothiocyanate (TRITC) Fluorescamine (FLUR) és Lissamine rhodamine sulfonyl chloride (LISSA) a fehérjék kimutatására.

Vizsgálataihoz Nikon Labophot epifluoreszcens mikroszkópot használt, a gerjesztő sugárzás előállításához 100W-os higanygőzlámpát alkalmazott. A berendezésben használt szűrő készlet egy 360-tól 420 nm-ig terjedő gerjesztéses szűrőből, egy dikroitikus tükörből 425 nm-es záró hullámhosszal, és egy 430-700 nm-ig terjedő emissziós (kibocsájtó) szűrőből állt.

Leírja, hogy számos festészetben használatos kötőanyag képes az autofluoreszkálásra, vagy ez a jelenség az öregedési folyamatokkal kialakul. „Fehérjék, gumik, természetes gyanták, és száradó olajok (abban az esetben, ha eléggé oxidálódott) nagyon intenzíven képesek fluoreszkálni széles sávú közeli UV gerjesztés alatt. Néhány fém oxid szintén fényesen fluoreszkálónak tűnhet közeli UV-ban.” Ezeknek az anyagoknak a megjelölésére direkt, vagy reaktív fluorokrómokat ajánl.

Bár Wolbers viszonylag részletesen ír a fluorokrómok használatáról a festészeti minták esetében, számos alapvető adatot nem közöl, például olyan lényeges paraméterek esetében, mint a pontos színezési idő, a kimosó oldószer anyaga, a kimosás pontos módja (áztatás, vagy áttörlés). A reagens %-os koncentrációjára vonatkozóan ugyan találhatunk javaslatot a szakirodalomban, de ellentétes vélemények fordulnak elő azzal kapcsolatban, hogy a telítettebb, vagy a kisebb reagens tartalmú oldatot használjuk a színezéshez. További jelentős probléma, hogy Wolbers publikációiban nem közöl tesztjeiről fényképeket, így az általa közölt eredmények megkérdőjelezhetőek. Az általam feldolgozott cikkek közül egyetlenben közölt illusztrációt a metszeten végzett színezés eredményéről, ami egy fekete-fehér rajzolt ábra.

Wolbers munkájának érdeme, hogy részletesen ír a fluorokrómokkal végzett tesztek problémáiról, amennyiben azokat festészeti mintákon használjuk. A fluoreszcens színezékeket - mint korábban már említettük - biológiai célokra fejlesztették ki, hogy szövetekkel és sejtekkel reagáljanak. Ezek az anyagok túlnyomórészt szerves molekulákból épülnek fel, a festészeti minták ezzel szemben szervetlen és szerves összetevők keveréke. Egy festékrétegből vett mintában a töltőanyag és a kötőanyag aránya átlagosan 3:1, vagyis sokkal kisebb mennyiségű a megjelölhető szerves anyag mennyiség. Ezen kívül, a kötőanyag szerkezete öregedése során változik, és a réteg szervetlen alkotórészekkel is reakcióba léphet. Ezek a kémiai folyamatok akadályozhatják a fluorokrómok működését, így a pozitív eredmény létrejöttét. Továbbá a reagensek működéséhez gyakran speciális körülményekre van szükség, amelyek ilyen keverék anyagok esetén nem biztos, hogy teljesülhetnek (pl. ideális pH).

Stephan Schaefer, Wolbers tanítványa és munkatársa szintén a fluorokrómok restaurátori kutatásokban való alkalmazhatóságát kutatja. Doktori értekezésében szélesíteni kívánta a kötőanyag kimutatásokhoz használható reagensek palettáját, és néhány olyan színezéket javasolt, amelyek tesztjei alapján pontosabb eredményeket adtak a Wolbers által bemutatottaktól (*Schaefer 1996*).

*Fehérje színezés fluoreszcens reagensekkel – restaurátori kutatások. A kötés típusa.*

Schaefer (*Schaefer, 1996*) szerint a fehérjék színezése sokkal ígéretesebb, és biztatóbb eredményeket adhat, mint a zsírszínezés. Ennek egyik oka, hogy míg a lipidekhez a reagensek csupán affinitás által kötődnek, a fehérjékhez viszont kovalens kötéssel. Ez sokkal megbízhatóbb, erősebb kapcsolatot jelent, mintha két anyag csak elektrosztatikusan vonzódna egymáshoz. A fehérjéknek olyan reaktív funkciós csoportjaik vannak, amelyek alkalmasak kovalens kötés kialakítására, ilyenek például az amino- és a karboxil csoportok. Ezekhez a részekhez kapcsolódnak az erre alkalmas színezékek, például az izotiocianátok<sup>22</sup>.

Schaefer a festészeti minták keverék jellegében látja az elsődleges problémát, amennyiben fehérjéket kívánunk fluoreszcens színezéses tesztekkel kimutatni. A kötőanyagként használt fehérjék ugyanis a töltőanyaggal reakcióba léphetnek, így a színezék számára elérhető funkciós csoportok száma csökken. Ugyanígy rontja a színezés sikerességét, ha a kötőanyag valamilyen keverék, például olaj-fehérje elegy.

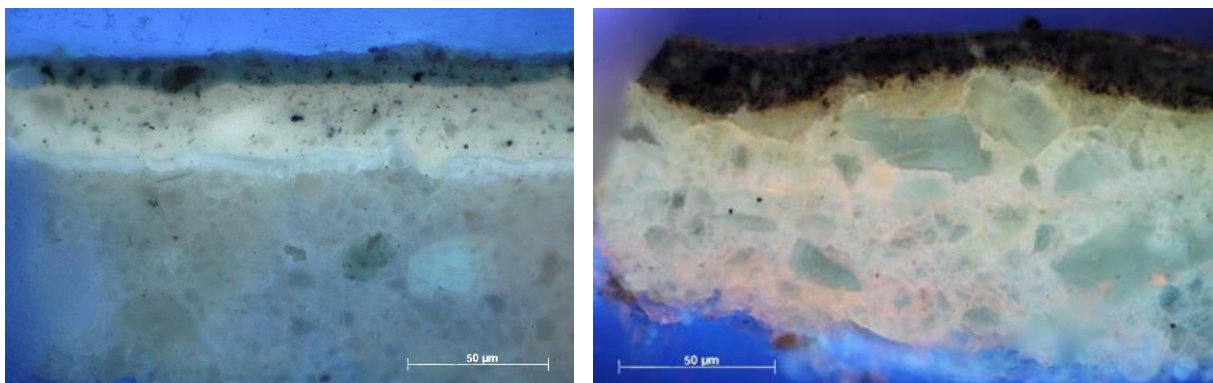
A másik lényeges szempont a megfelelő pH tartomány megválasztása. A sikeres reakcióhoz lúgos közegre van szükség. A fehérje denaturálása<sup>23</sup> a színezés előtt javíthatja a teszt hatékonyságát, ugyanis több funkciós csoport válik elérhetővé a reagens számára. A kezeléssel a fehérje oldhatósága is csökken, így az esetleges „kioldódást” is vissza lehet szorítani. A legjobb eredmények 8-9,5-es pH körül érhetőek el. Az amino savak töltés nélküli állapotukban a leginkább reakcióképesek. Schaefer a semleges és az enyhén lúgos közeget ajánlja.

Amennyiben a színező oldatban vizet használunk, a minta vízre érzékeny összetevői oldódhatnak, így romlik a kiértékelhetőség. Schaefer szerint azonban ez a reakció nem „azonnal” megy végbe, ezért előnyös lehet kis mennyiségű hideg víz használata. Wolbers kimosás nélküli színezést, majd Shellsolv és fedőlemez alkalmazását javasolja az izotiocianátok használatához.

---

<sup>22</sup> A tiociánsavval izomer izotiocianátsav sói (Me<sup>1</sup>NCS), illetve észterei (RNCS). (*Neumüller, 1981*)

<sup>23</sup> A biokémiában denaturált fehérjén híg savakkal, lúgokkal, alkoholokkal, acetonnal, karbamiddal, felületaktív anyagokkal, hevítéssel vagy besugárással valamely módon megváltoztatott fehérjét értenek. Ezzel szemben a natív fehérjék (amelyeket pl. vízzel vagy híg savakkal oldottak ki a szövetekből) feltehetően még ugyanabban az állapotban vannak, mint magukban a szövetekben voltak. (*Neumüller 1981*)



14. kép: FLUR-ral (balra) és TRITC-vel (jobbra) megszínezett keresztmetszetek (gyenge pozitív eredmények az alapozókon, FLUR: kékes, TRITC: rózsaszín)

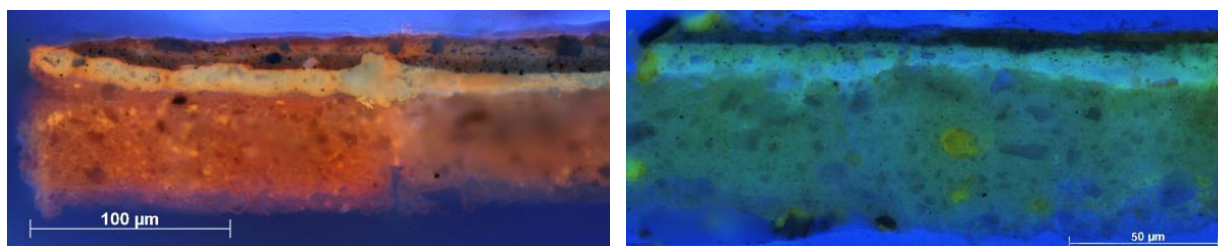
*Az olaj színezés fluoreszcens reagensekkel – restaurátori kutatások, A kötés típusa.*

Az olaj színezéseket általában nem ionos zsír színezékekkel végzik, amelyek hidrofób, „zsírszerű” közegben oldódnak. Nincsenek auxokróm<sup>24</sup> csoportjaik, vagyis nem képesek kémiai úton egy másik anyaghoz kötni, de másodlagos erők által kölcsönhatásba léphetnek velük. Ezekben a reakciókban az affinitás<sup>25</sup>, dipoláris és diszperziós erők<sup>26</sup> játszanak elsődleges szerepet, a hidrogénkötések kisebbet.

<sup>24</sup> Auxokróm: görög szó, jelentése: színnövelő. „Azokat a csoportokat, amelyek önállóan nem rendelkeznek jellemző fényelnyeléssel, de egy kromofór abszorpciójára jellemző hatást gyakorolnak, auxokrómnak nevezzük. Pl.: -OH, -OR, -SH, -SR, -NH<sub>2</sub> stb. csoportok.” Kromofór: „A molekulának azt a szerkezeti egységét, amely a fényabszorpcióért a leginkább felelőssé tehető, a molekula kromofór rendszerének nevezzük. (Görög szó: jelentése: színhordozó.)”

<sup>25</sup> (latin; affinis=rokon). Az affinitás pontatlanul kifejezve az a kémiai hajtóerő, amelynek hatására az elemek és vegyületek új anyagokat képeznek. Az affinitás két elem vagy vegyület között általában annál nagyobb, minél több hő szabadul fel egyesülésükkor, vagy minél nagyobb az entrópiánövekedés, különösen a nagyobb hőmérsékleteken. Az affinitást valamely reakció „maximális hasznos munkájának” is nevezik. (Neumüller 1981)

<sup>26</sup> „A poláris molekulák egyenlőtlen elektroneloszlásuk miatt állandó dipólusokként hatnak egymásra. A hidrogénkötéseknél lényegesen gyengébbek, de megfelelő térbeli elrendeződés esetén jelentős erőt jelenthetnek.” „...Diszperziós erők, diszperziós kötés: van der Waals kötés más néven, gyenge dipólusok között megjelenő elektrosztatikus vonzás. A molekulák közötti kötéstípusok között a leggyengébb. Az elektronfelhő átmeneti torzulása okozza a dipólusok kialakulását. Az elsőrendű kötésekénél sokkal gyengébb. molekulákra is hatnak, és dipólusokat indukálnak. Az így egymásra ható molekulák stabilizálják a töltéseltolódásokat, és a molekulák között összetartó erő alakul ki.” (Antus 2014)



15. kép: RHOD B-vel (balra, pozitív eredmény olajra az összes rétegen, narancssárga lumineszcencia) és DCF-vel (jobbra, pozitív eredmény az alapozón és a 2. festékrétegen, zöldessárga lumineszcencia) megszínezett keresztmetszet

### *Oldószer választás*

Wolbers (*Wolbers 2000*) leírása szerint a Rhodamine B olaj színezék „beoldódik” az anyagba. Felhívja a figyelmet a megfelelő oldószerválasztásra: a tipikusan erre a célra használt etanol bizonyos festészeti anyagokat oldhat (pl. gyanták), ami rontja a teszt értékelhetőségét. Az oldószer polaritásának csökkentésére xilol<sup>27</sup> javasol, de ennek alkalmazására laboratóriumi körülmények lennének szükségesek, a megfelelő védőfelszereléssel. Egyéb alternatívát nem jelöl meg oldószerként. Az oldószerral szembeni további követelmény, hogy gyorsan elpárologjon a mintáról, csupán eljuttassa a megjelölendő anyaghoz.

Schaefer (*Schaefer 1996*) szerint is meghatározó a megfelelő oldószer kiválasztása. Kiemeli, hogy amennyiben túl nagy az affinitás (vonzódás) a reagens és az oldószer között, nem fognak szétválni. Ennek az lesz az eredménye, hogy nem oldódik majd be a kimutatni kívánt anyagba a színezék, vagy a reakcióidő nagyon megnő. Amennyiben viszont túl kicsi az affinitás az oldószer és a reagens között, az oldószerral bekerülhet a színezék olyan anyagokba is, amelyek viszont csak csekély affinitással rendelkeznek. Így például csak a gyengén hidrofób anyagok is elszíneződhetnek.

### *Specifitás*

Schaefer (*Schaefer 1996*) kiemeli, hogy bizonyos anyagok, amelyek a természetben jobban polárosak, és hidratáltak, egy festészeti mintában már kevésbé azok. Ekkor már száraz, denaturált állapotukban vannak jelen, de mutathatnak affinitást a reagens felé. Ez hibás színezéshez vezethet, hiszen a fehérje tartalmú anyagok is reagálhatnak a színezékekkel.

<sup>27</sup> xilol: dimetil-benzolok,  $C_6H_4(CH_3)_2$  a technikai xilol a három izomer keveréke... Színtelen, erősen fénytörő, jellegzetesen aromás szagú, gyúlékony folyadék...A xilolok vízben oldhatatlanok, alkoholban, éterben, benzolban, benzinben stb. jól oldódnak; kaucsukot, gyantákat, zsírokat és olajokat jól oldanak. (*Neumüller 1981*)

Ennek elkerülésére Schaefer kis mennyiségű víz (kb. 5%) hozzáadását javasolja a színező oldathoz: a denaturálódott anyag azonnal kapcsolatba lép a vízzel, és hidratációs burok keletkezik. Ez megakadályozza, hogy a színezék reagálni tudjon ezekkel az anyagokkal. A zsírszínezékek számára a nedves közeg entrópiusan kedvezőtlen<sup>28</sup>. További előnyként említi, hogy a víz hozzáadásával csökken az olajos anyagok kioldódásának mértéke a hordozó oldat által. Minél hidrofílebb az oldat, annál jobban képes a hidrofób közegekbe beoldódni a hidrofób színezék. Ezenkívül a mintát lehet vízzel, vagy víz tartalmú oldószerrel a színezés előtt megcseppenteni – de hogy pontosan mennyi ideig, és milyen oldószerrel, az nem derül ki a cikkből.

### Öregedés

Schaefer (*Schaefer 1996*) szerint az olajszínezés fő nehézségét az öregedés jelenti. Ennek során ugyanis nagymértékben megváltozik az anyag szerkezete, és a biztos azonosításhoz szükséges funkciós csoportok elvesznek<sup>29</sup>. Oldhatóságuk és polaritásuk az olaj polimerizációja miatt folyamatosan változik, de a fehérjékkel ellentétben megtartják hidrofób jellegüket, így lehetséges elkülöníteni őket.

Wolbers (*Wolbers 2000*) szintén kiemeli, hogy a kötőanyagok öregedése nagymértékben befolyásolja a zsírszínezékek (elsősorban a Rhodamine B) hatékonyságát. A telítetlen trigliceridek polimerizációs és oxidációs reakciókon mennek át, megváltozik a szerkezetük, keresztkötések jönnek létre, oxigén épül be a rétegbe, új funkciós csoportok alakulnak ki. A Rhodamine B a telítetlen trigliceridekbe oldódik be és mivel ezek az anyagok nagyrészt átalakulnak az öregedés során, bizonytalaná válik a reagens működése,

---

<sup>28</sup> Entrópia: „Egy rendszerben az energia „munkára fel nem használhatóságnak” mértéke; egy zárt rendszerben az entrópia növekedése az energia felhasználhatóságának csökkenésével jár. Tágabb értelemben az entrópia a rendezetlenség mértékének tekinthető; minél nagyobb az entrópia, annál nagyobb a rendezetlenség.”

<https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s05.html> 2018.03.22.

<sup>29</sup> Az öregedő lenolajban a többszörösen telítetlen zsírsavak néhány év alatt eltűnnek, átalakulnak. A polimerizáció során olajsavak összekapcsolódnak egymással. Elsősorban a trigliceridek kétszeresen és háromszorosan telítetlen részein indul meg ez a reakció, vagyis a linolsavon és linolénsavon. A polimerizációs folyamatok két nagy csoportba oszthatóak: oxidációs polimerizáció és nem oxidációs polimerizáció. Az oxidációs polimerizáció során az olaj levegővel tud érintkezni, és oxigén épül be az olajrétegbe, szén-oxigén-szén keresztkötések jönnek létre, és egyéb oxigéntartalmú funkciós csoportok alakulnak ki. De vannak olyan oxidációs folyamatok, amelyek láncszakadást okozhatnak, bomlást, a zsírsavláncok feldarabolódása kisebb méretű, új molekulákat hoz létre, pl. azelainsav. A másik típus, a nem oxidációs polimerizáció esetén a térháló szén-szén kettős-kötésekkel épül elsősorban, ekkor is épül be a rendszerbe oxigén, de jóval kevesebb. Az olajok hőkezelése során is ilyen folyamatok zajlanak le. A száradt olajfilm bomlása során a reakcióképes pontok az észter kötések, és a megmaradt kettős kötések. Ebben az esetben kis molekulatömegű összetevők vannak nagyobb arányban jelen. (*Timárné, 1993*)

pontossága, írja Wolbers. Ennek a problémának a megoldására a Rhodamine 123-at említi, ami képes beoldódni a kevésbé poláros lipidekbe is, mivel ez az anyag egy polárosabb molekula, mint a Rhodamine B. (A Rhodamine 123-ban lévő etilén csoport itt teljesen redukált, szemben a Rhodamine B-ben található etilén csoporttal.)

#### *A színező oldat koncentrációja*

Magasabb koncentráció esetén több reagens kerül a mintára, elvileg rövidebb idő alatt zajlik le a reakció. De a magasabb koncentráció növelheti a hibás színezés mértékét. Wolbers (*Wolbers 2000*) szerint célszerű a színezést egy töményebb oldattal kezdeni (akár a kereskedelemben előre összeállított oldat 10x-es koncentrációjú verziójával, ami azt jelenti, hogy 2%-os oldattal). Schaefer (*Schaefer 1996*) azonban rámutat, hogy a túlszínezés visszafordíthatatlan problémákat okozhat a zsírszínezékek esetében – vagyis hibás színezést eredményez. Kiseb koncentráció esetén valóban kevésbé színeződik el a kimutatni kívánt anyagot nem tartalmazó anyagrész, viszont ebben az esetben a reagens beoldódása az olaj tartalmú rétegbe hosszabb ideig tart. A megnyújtott színezési idő viszont szintén a célananyagot nem tartalmazó részek erőteljesebb elszíneződéséhez vezet.

Schaefer (*Schaefer 1996*) felhívja a figyelmet, hogy a magasabb színezék koncentrációval erőteljesebb lesz a diffúzió az anyagba. Vagyis rövidebb ideig tart a reagens anyagba kerülése, de kevésbé lesz szelektív.

Schaefer nem ért egyet Wolberssel a koncentrációra vonatkozó megfigyelésekben. Tapasztalatai szerint jobb eredmények érhetőek el, ha alacsonyabb koncentrációt használunk, és a színezési időt nyújtjuk meg. Rámutat, hogy minden fluoreszcens reagensnek van egy koncentrációs maximuma, ami felett már „kivándorolhatnak” a gerjesztett állapotban lévő színezék molekulák. Ez azt okozza, hogy a túlkoncentrált anyag kevésbé fog fluoreszkálni. Pontos értékeket nem említenek.

#### *A vizsgálandó anyag tulajdonságai*

A reagens beoldódásának, diffúziójának<sup>30</sup> mértéke függ a vizsgálandó minta tulajdonságaitól. Mivel egy keverék anyagról van szó, ami leginkább szerves töltőanyagot és szerves kötőanyagot jelent, a színezék az egyes összetevőkkel máshogy reagálhat. A rétegek fizikai tulajdonságai: például a porozitása, olvadáspontja, az alkotórészek kristályos

---

<sup>30</sup> Diffúzió alatt értjük egymással érintkező gázok, folyékony vagy szilárd anyagok fokozatosan bekövetkező elegyedését külső erők behatása nélkül, amelyet az ionok, atomok, molekulák vagy kolloid részecskék hőmozgása okoz. (*Neumüller 1981*)



vagy amorf jellege mind befolyásolják a végeredményt. Ezek függvényében bizonyos anyagok gyorsabban megszíneződhetnek, így a színezési idő rendkívül fontos. Szintén nem kapunk információt arra vonatkozóan, hogy pontosan milyen értékekkel dolgozik a szerző. Példaként említi (*Schaefer 1996*), hogy mesterségesen öregített mintáknál a száradó olajok mindig előbb reagáltak, mint a természetes gyanták: az eltérő diffúziós értékekkel magyarázza ezt a jelenséget.

#### *Progresszív – regresszív színezési technika*

A progresszív eljárás esetében csak rövid ideig tart a színezési folyamat – a reagenst felviszik a mintára, vagy a színező oldatba teszik. Ebben az esetben csak a gyorsan reagáló anyagok színeződnek el. Hogy melyek ezek az anyagok, és milyen időtartamokról van szó, szintén nem derül ki a leírásból (*Schaefer 1996*). A színezés időtartamával befolyásolható, hogy mely anyagok színeződjenek el.

Regresszív színezés: a mintát túlszínezik, telítik tulajdonképpen. Ebben az esetben a reagens oldatban hosszabb ideig tartják az anyagot, majd miután eltávolították belőle, kimossák a megfelelő oldószerrel a nem kötött színezéket. Schaefer nem említi, hogy mennyi ideig tart ez a kimosás, se a színezés. Véleménye szerint ezen a módon gyakran nagyobb szelektivitás, és jobb eredmények érhetőek el.

#### *Fedőlemezzel bevonás*

Wolbers (*Wolbers, Landrey 1987*) ajánlja a fluoreszcens reagensekkel megszínezett minták fedőlemezzel bevonását. Ez a gyakorlat általánosan alkalmazott a biológiai, orvostudományi alkalmazásban, viszont alapvető különbség, hogy ezeken a területeken vékonymetszeteken dolgoznak. A fedőlemez használatát a következőkkel indokolják a szakirodalomban. Az első, hogy a minták megfelelő fénymikroszkópos vizsgálatához, a legjobb kép eléréséhez a tárgylemez és a fedőlemez együttes alkalmazására van szükség. Ez a vizsgálathoz használt objektív típusát is meghatározza. A második, hogy a fluoreszcens reagensek színének változását a beágyazáshoz használt anyaggal csökkentik, vagyis a minta tovább elemezhető marad. Wolbers Landrey-vel közös cikkében (*Wolbers, Landrey 1987*) azt írja, hogy öblítés nélkül bevonták a mintákat a Shellsolvval, és fedőlemezzel látták el őket. A színezék egy része viszont – ami nem reagált a mintával – képes feloldódni ebben a bevonó anyagban, így akár hibás színezést is okozhat. Véleményük szerint azonban hígítással ezt az esetleg zavaró tényezőt ki lehet küszöbölni.

Schaefer (*Schaefer 1996*) ezzel szemben nem tanácsolja a fedőlemez alkalmazását. Ezt azzal indokolja, hogy a beágyazáshoz használt, nem poláros, lassú párolgású anyagok (tipikusan Shellsolv) vonzhatják a reagenst, ha benne marad a keresztmetszet pórusaiban – vagyis téves elszíneződést okozhatnak. Továbbá, a minta és a beágyazó gyanta határfelületén lévő részben szintén benne maradhat ez az oldat, ami egy tévesen pozitív réteggént jelentkezhet. (Ez a jelenség fedőlemez használata nélkül is előfordulhat, a gyanta és a minta határfelületén ugyanez figyelhető meg például a Savas fukszin esetében.)

## **IV.2 Biokémiai reakciókon alapuló tesztek**

### **IV.2.1 Az immunfluoreszcencia mikroszkópia (IFM)**

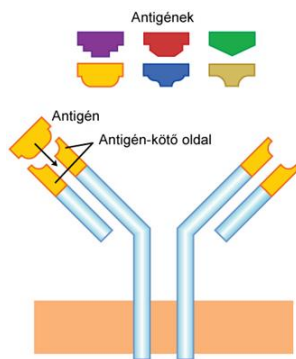
Az immunfluoreszcencia a fluoreszcens mikroszkópia egy speciális területe, ami antigének kimutatására szolgál immunreakciók által. Az eljárást A. H. Coons és M.H. Kaplan fejlesztették ki az 1940-es években, a festmény- és műtárgyvizsgálatok területén P. L. Jones alkalmazta először 1962-ben (*Jones 1962*). Azóta több alkalommal, különböző kutatócsoportok újra és újra foglalkoztak a keresztmetszet csiszolatok immunfluoreszcens színezésével, de egységes protokollt nem alakítottak ki a használatára (*Kockaert.1989*).

Az immunológiai vizsgálattal meg lehet határozni a festmények kötőanyagában található különböző fehérjéket, akár önmagukban használva, vagy keverékekben különböző szerves anyagokkal. Mivel a tesztet keresztmetszet csiszolaton végzik, a kimutatandó anyag rétegekben való eloszlását is vizsgálhatjuk. Az eljárással bizonyos esetekben lehetséges a fehérje biológiai forrásának pontosítása is (pl. marha vagy nyúl) (*Kockaert.1989*).

Az immunológiai tesztek elsősorban a bioanalitikai és klinikai kémiában alkalmazzák, szövettani színezésekre. Az eljárás alapját az antigén és a neki megfelelő antitest közötti speciális reakció jelenti. Antitesteket akkor termel egy élőlény szervezete, ha egy idegen molekulák (antigének) támadják meg: például baktériumok, vagy vírusok. Az antitestek feladata, hogy felismerje és semlegesítse ezeket, azáltal, hogy az antigén egy bizonyos részéhez kötődik. A restaurátori kutatásokra vonatkoztatva az antigének a kimutatandó fehérjék a mintában, az antitestek pedig olyan állatokból kivont fehérjék lehetnek, amelyek előfordulhatnak kötőanyag forrásként (*Ramírez-Barat, de la Vina, 2001*).

Az epitópok az antigének (kimutatandó fehérjék) azon részei (molekula csoportjai), amellyel az ellenanyaghoz kötődhetnek. Az antitestek lehetnek monoklonálisak vagy poliklonálisak. A monoklonális típusnál egy antitest csak egyetlen epitóphoz képes kötődni, a poliklonális antitestek viszont egy adott fehérjének több epitópját is képesek felismerni.

Általában az utóbbiakat használják az immunológiai tesztekben, ugyanis így növelni lehet a cél fehérje azonosításának esélyét (*Ramírez-Barat, de la Vina, 2001*).



16. kép: Az antitestek és antigének kötése

#### Monoclonal antibodies



#### Polyclonal antibodies



17. kép: A monoklonális és poliklonális antitestek működése

Az öregedett anyagokból (vagyis régi festményekből) vett mintákban az anyagok degradálódhattak, és a specifikus epitópok egy része elveszhetett, számuk csökkenhetett. Annak érdekében, hogy egy fehérje jelenlétét öregedett anyagban is kimutathassák, az általános eljárás az, hogy egy másodlagos, például fluoreszcens színezéssel jelölt antitestet használnak. A másodlagos antitest specifikusan az elsődleges antitesthez kötődik, így növeli az eljárás érzékenységét. Hogy láthatóvá tehesük az antigén-antitest komplexet, különböző jelölő anyagokat használhatunk, amelyeket más-más technikákkal lehet detektálni (pl. enzimeket, amelyek kolorimetrikus reakciókat katalizálnak vagy kemilumineszcens reakciót adnak, fluorokrómokat (fluoreszcens színezékeket), arany nano-részecskéket). A fluoreszkáló jelölő anyag kovalens kötéssel kapcsolódik a megjelölt antitesthez (*Heginbotham et al 2006*).

*Az immunológiai protokoll vázlatos ismertetése:*

A vizsgálatot keresztmetszet csiszolatokon végzik. A beágyazó gyanta befolyásolhatja az eredményt, és hamis eredményt adhat, ha beszívódik a mintába. Rendelkezésre állnak direkt immunofluoreszcens vizsgálatokhoz készített gyanták is (pl. LR White), amelyek nem befolyásolják az antigén-antitest reakciót, illetve az antitest és a fluorokrómok kötődését (*Ramírez-Barat, de la Vina, 2001*).

A színezési folyamat több, egymásra épülő lépésből áll, amelyek mindegyike befolyásolhatja a következőt. Első lépésben lehetséges a mintát különböző enzimekkel kezelni, amelyekkel növelhetjük a vizsgálat érzékenységét. A fehérjebontó enzimek elősegítik, hogy az antitestek hozzáférjenek az antigének epitópjaihoz. Ezt követően a mintát blokkoló oldatba helyezik, amire azért van szükség, hogy a nem specifikus kötődési pontokat elnyomják. Többszöri öblítés és szárítást követően a mintát az elsődleges antitesttel

reagáltatják. Száradást követően a másodlagos antitestet is kapcsolatba hozzák az anyaggal. A megfelelő inkubálási idő, páratartalom, és az antitestek hígítási arányai befolyásolják az eredményeket. Végül a mintát lefedhetjük egy csepp glicerinnel, és fedőlemezzel, ha a jelölő anyagunk halványulását meg szeretnénk akadályozni. Ha fluorokrómmal történt a másodlagos antitest jelölése, az eredmények értékeléséhez fluoreszcens mikroszkópot használunk, a megfelelő szűrő választásával (*Ramírez-Barat, de la Vina, 2001*).

Mint minden olyan technika, ami kémiai reakciók révén mutat ki egy bizonyos anyagot, az immunfluoreszcens vizsgálat is adhat nem-specifikus eredményeket. Mivel a festett rétegek esetében mindig keverék anyagokat vizsgálunk, a mintában található pigmentek, kötőanyagok befolyásolhatják a tesztet. Egyes anyagok nem-specifikusan köthetik meg az antitesteket, a felületi egyenetlenségekbe beülhet a jelölő anyag, más összetevők pedig gátolhatják is az antigén-antitest reakció létrejöttét (*Heginbotham et al 2006*).

A technika további hátránya az eredmény vizsgálatokor létrejövő interferencia. A gerjesztő sugárzás egy része reflektálhat a minta felületén, és ez átfedésbe kerülhet az antitest fluoreszcenciájával, vagy a gerjesztett fluoreszcencia fénye megvilágítja a környezetet, ami komplex színeket eredményez, de maga a minta más összetevője is lumineszkálhat. A megfelelő szűrőválasztással csökkenteni lehet a reflexiót, vagy az egyes minták esetében olyan színű fluorokrómot kell választani, ami jelentősen eltér a minta autofluoreszcenciájának színétől. A színezés előtt is érdemes a mintát a gerjesztő sugárzásban megnézni, hogy a különbség észlelhető legyen (*Heginbotham et al 2006*).

Szintén probléma lehet a vizsgálat specifikussága: ismeretlen biológiai forrás esetében a nem megfelelően kiválasztott antitest nem ad reakciót. Vagyis ha nem végeznek előzőleg egyéb kiegészítő vizsgálatokat a kimutatandó anyagra vonatkozóan, és nincs feltételezés, hogy milyen antitestet válasszunk a vizsgálatához, a teszt eredménytelen lehet, és újabb és újabb antitestek felhasználására lesz szükség (*Heginbotham et al 2006*).

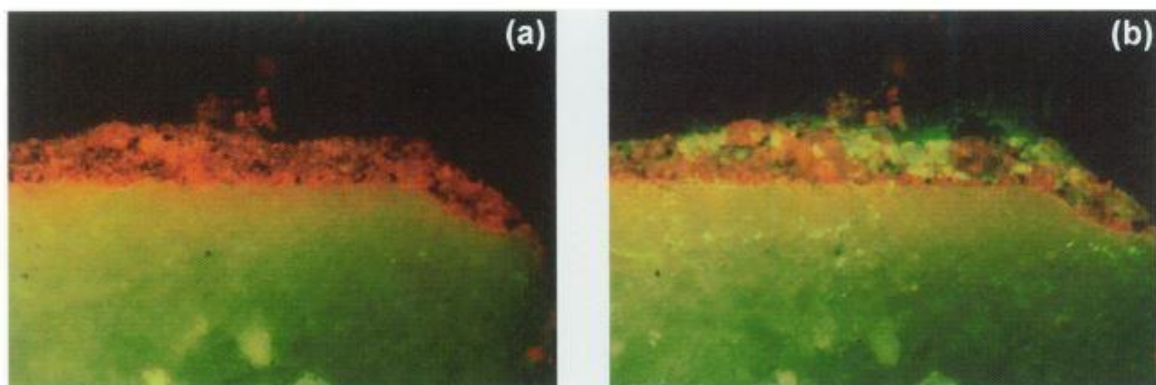
A minták víz érzékeny alkotórészeinek kioldódása a hosszas, vizes közegben végzett öblítési és inkubálási folyamatok alatt további problémát jelent. A felület így egyenetlenné válhat, ami a mikroszkópos vizsgálatot igen nehezíti, vagy lehetetlenné teheti. Ezek mellett a megjelölni kívánt anyagok is kioldódhatnak, a keletkezett felületi egyenetlenségekbe beülhet a jelölt antitest. Ennek elkerülésére a minták fixálásával is próbálkoztak egyes kutatók például formaldehiddel, etanollal, melegítéssel vagy savas kezeléssel, eredménytelenül. Egyes szakemberek a minták teljes átitatását egy közömbös blokkoló anyaggal, vagy a vizsgálatra hatástalan gyantával lehetséges megoldásnak tartják, de nem tudtak eddig pozitív eredményeket felmutatni (*Ramírez-Barat, de la Vina, 2001*).

Az IMF nagy specifikussága ugyanakkor a vizsgálat erénye is: más technikákkal összevetve pontosan képes a fehérjék típusát meghatározni, és akár a forrás élőlényt is. Míg a FTIR vizsgálatokkal csak a fehérje-olaj típust lehetséges elkülöníteni, kromatográfias technikákkal pedig csak a mintában szereplő fehérjék osztályait (állati fehérje, tojás, kazein). További előnye, hogy a fehérjék eloszlását is megfigyelhetjük a rétegekben, a keresztmetszet csiszolatot vizsgálva. Kiemelendő azonban, hogy a minta autofluoreszcenciáját, mint már említettük, minden esetben előzetesen ellenőrizni kell, és lefényképezni. A teszt után össze kell vetni a felvételeket, a hibás értelmezés elkerülése érdekében! (*Ramírez-Barat, de la Vina, 2001*)

P. L. Jones 1962-ben (*Jones 1962*) végzett először olyan tesztet a restaurátori területen, ahol az antigén-antitest reakciót használta ki: friss mintákon jó eredményeket ért el, de öregedetteken nem járt sikerrel. 1971-ben Johnson és Packard (*Johnson, Packard 1971*) laboratóriumi mintákon végeztek fehérje kimutatást immunofluoreszcencia használatával, de műtárgyokról származó mintákról nem tettek említést. Wolbers és Landrey 1987-ben (*Wolbers, Lanrey 1987*) szintén foglalkoztak a technikával, és számos fontos megállapítást tettek az IMF tesztekkel kapcsolatban, elsősorban a kioldódásra és a nem-specifikus elszíneződésekre vonatkozóan. Felhívják a figyelmet az az antitestek „ragadós” jellegére: vagyis a hidrofób tulajdonságuknak köszönhetően képesek kötődni nem csupán a kimutatandó anyaghoz, de akár pigmentekhez is! Wolbersék nem a jelenleg bemutatott IMF technikát alkalmazták színezéses tesztjeik során, így példákkal nem szolgálhattak.

L. Kockaert és társai 1984 és 1989 között (*L. Kockaert et al 1989*) a brüsszeli az Institut Royal du Patrimoine Artistique (IRPA) Intézetben végeztek tesztet az IMF technikával. Ők a keresztmetszet csiszolatokat alkalmasabbnak találták a színezéses tesztekhez, mint a vékony metszetek, mert úgy találták, a keresztmetszet csiszolatok polírozott felülete kevésbé egyenetlen. Különböző korú és eredetű tárgyakból vett mintákon dolgoztak, előzetesen minden esetben megvizsgálták az anyagok autofluoreszcenciáját. A tojástempera kötőanyag jelenlétét igyekeztek kimutatni, ennek megfelelően ovalbumin antiszérumot alkalmaztak, illetve egy másodlagos antitestet, amit FITC rövidítésű jelölőanyaggal színeztek meg. Tesztjeik során arra a következtetésre jutottak, hogy a nagymértékű autofluoreszcenciát mutató anyagok (pl. ólomfehér, cinkfehér, természetes gyanták, olajok, zselatin) nagymértékben zavarják a jelölőanyag fluoreszkálását. Ennek elkerülésére azt javasolták, hogy kizárólag sötét, nem, vagy csak gyengén fluoreszkáló anyagokat vizsgáljanak a módszerrel. Ezzel persze nagymértékben csökkentik azon minták számát, amelyeket ezzel a technikával vizsgálhatnak.

Blanca Ramírez-Barat és Sonsoles de la Vina (*Ramírez-Barat, de la Vina, 2001*) saját készítésű, ismert összetételű és korú mintákon végeztek a technikával tesztek. A minták egy részét mesterségesen öregítették ultraibolya lámpa segítségével. Vékonymetszet csiszolatokat készítettek két különböző gyantával, egy hagyományos metil-metakrilát gyantával illetve egy speciális anyaggal IMF technikákhoz. Az antitestek hígítási arányait, az inkubációs időt és hőmérsékletet változtatták, hogy kialakíthassanak egy megfelelő protokollt egy adott antitestre. Vak tesztek végeztek a nem specifikus kötődésének vizsgálatára, illetve különböző, nem a cél fehérjéket tartalmazó mintákon is kipróbálták az egyes antitesteket a hibás színezések elkerülésére. Megállapították, hogy a tripszin enzimmel kezelés nagyobb jelerősséget eredményez, de a mesterségesen öregített mintákon kevésbé eredményes, mint a frisseken. Általánosságban kijelentették, hogy pozitív eredményeket kaptak, de az interferenciát a minták auto-fluoreszkálása illetve a jelölő anyag között figyelembe kell venni a kiértékeléskor.



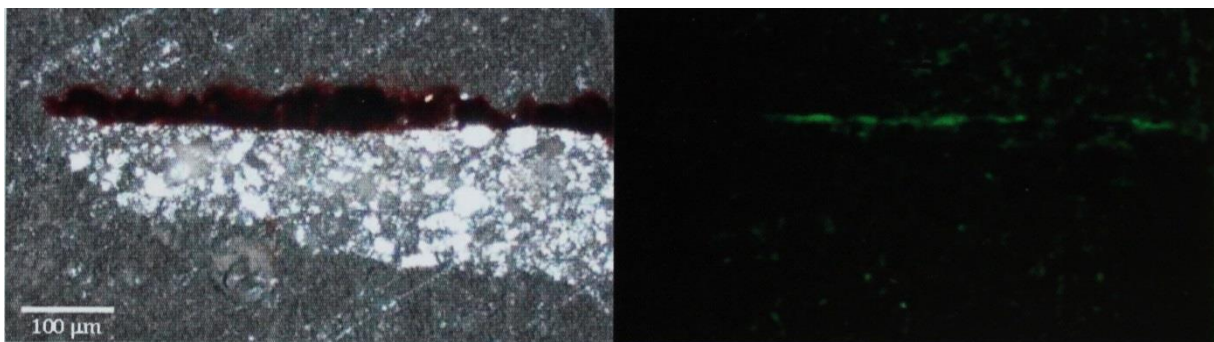
18. kép: Kármin pigment tojásfehérjével keverve, kazeines alapon, UV gerjesztés, (a) a kármin és tojásfehérje fluoreszcenciája a színezés előtt, (b) ugyanaz a minta FITC-vel megszínezve

A képen (*Ramírez-Barat, de la Vina, 2001*) UV gerjesztésben láthatunk egy mintát a kezelés előtt, a második képen ugyanazt a mintát a reakció után (kármin pigment, tojásfehérjével és kazein alappal, FITC jelölőanyaggal). Ahol az antitestek felismerték, és kötöttek a tojásfehérjéhez, zöldes fluoreszcencia látható, néhány részen sárgás szín figyelhető meg, ami a pigment vörös színű emissziójának és a fluorokróm zöld fényének kölcsönhatásából származik.

Egy polikróm terrakotta della Robbia alkotásból származó mintán a tojástempera kötőanyagot IMF vizsgálattal igazolták (*Pinna et al. 2010*). Az anyag olajokat és fehérjéket is tartalmaz, az ovalbumin azonosításával lehet a tojás tartalmát kimutatni. Az eljárás során anti-tojás albumint használtak elsődleges antitestként, másodlagosként egy fluorokrómmal jelölt antitestet. A minta összetett szerkezetű, és az ovalbumint különböző rétegekben mutatták ki. A

fehérje térbeli eloszlása miatt feltételezik, hogy keverék kötőanyagról lehet szó: különböző szerves anyagoké (pl. teljes tojás olajjal vagy gyantával).

A kazein tartalom kimutatható a béta-kazein immuno-detektálásával, ami az alfa-kazeinnel együtt ennek az anyagnak a fő fehérje részét alkotja. Például, IFM technikát használtak Giotto freskó ciklusának vizsgálatához (Pinna et al. 2010) az Assisiban található Szt. Ferenc bazilikában. Az 1997-es földrengést követően, mikor a freskó lehullott, a festmény egy darabkáját fehérje tartalom vizsgálatnak vetették alá. Ebből a célból keresztmetszetet készítettek a mintából, és IMF-fel vizsgálták. A teszt kazein jelenlétét igazolta a felső sötét festékrétegben.



19. kép: Hematit és tojástempera festékréteg megszínezése IFM technikával, a minta a színezés előtt (balra), a megszínezett minta UV gerjesztésben (jobbra)

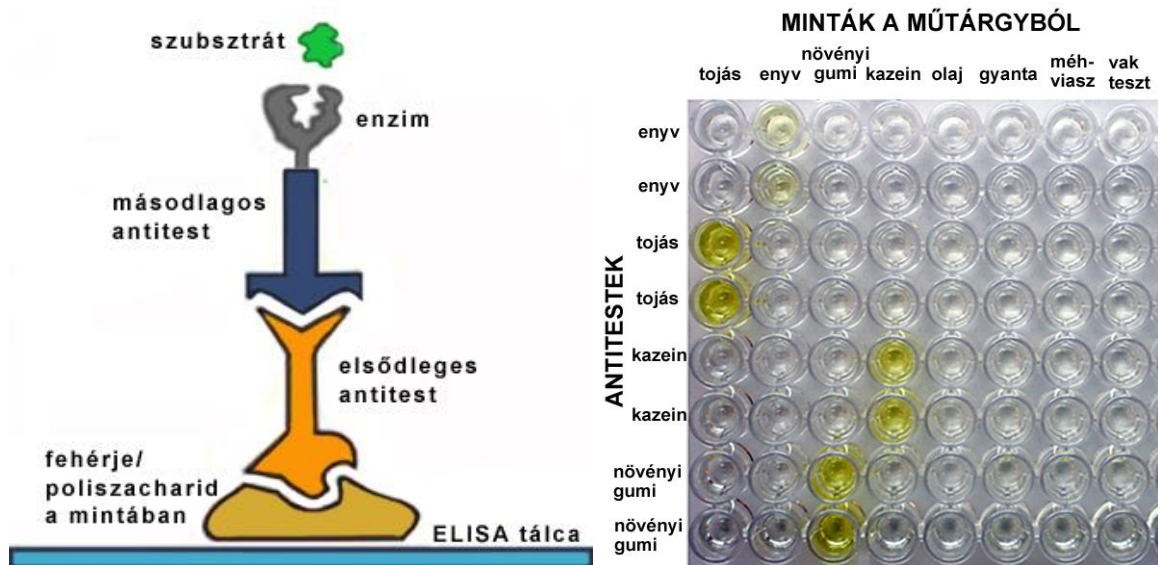
#### **IV.2.2 ELISA – Enzime Linked Immunosorbent Assay, vagyis „enzimmel kapcsolt immunabszorbens teszt”**

Az utóbbi években az ELISA eljárást egyre szélesebb körben alkalmazzák a festészeti összetevőkben előforduló egyes fehérje (tojás, tej, állati enyvek) és poliszacharid (tragant, gumiarábikum) típusú kötőanyagok megkülönböztetésére. A vizsgálat az immunofluoreszcens technikánál ismertetett antigén-antitest reakcióra épül, a különbség a két teszt között, hogy az ELISA darabmintát vagy kaparékot igényel a műtárgyból.

Kezdetben az archeometria területére szorítkozott az ELISA használata, 1990 óta használják tárgyi leleteken talált véryomok azonosítására, régészetileg helyreállított csontok fajtáinak, vagy akár festmények kötőanyagának meghatározására. Ezen kívül alkalmazzák a romlással kapcsolatos mikrobák azonosítására fémeken, fákön, köveken. Tanulmányokban bizonyították be, hogy az ELISA hatékonyan működik extrém öreg fehérjék esetén is: pl. 100000-300000 éves mamut koponyák kövületéből kinyert minta esetében is (Arslanoglu, Schultz, 2009)

Előnyeként említik, hogy viszonylag kis mennyiségű (30-150 mikro gramm) mintát igényel, nagy az érzékenysége, kevésbé befolyásolják a végeredményt egyes „szennyező” anyagok, és a keverékekben előforduló, nagyon hasonló összetételű anyagokat képes megkülönböztetni, akár faji eredetre pontosan.

A restaurálásban alkalmazva az eljárás lényege, hogy a festményből kivett mintából egy oldatot készítenek, amelyet aztán egy speciális tálcán (WellPlate) különböző fehérjék (nyúl, hal kollagén, kollagén, ovalbumin, kazein, növényi gumi stb.) elsődleges, és másodlagos antitestekkel reagáltatnak. A másodlagos antitestekhez enzimeket kapcsolnak, amelyek képesek színreakciót adni, ha a végső lépésben szükséges szintelen szubsztráttal reagáltatjuk. A színreakció feltétele, hogy a kimutatandó fehérje vagy gumi típus jelen legyen kellő mennyiségben és koncentrációban. A technika hátránya, hogy a kötőanyag fajták közül csak a fehérje tartalmúakat, és a gumikat (poliszacharidokat) képes azonosítani, viszont az irodalomban közöltek alapján azokat elég nagy pontossággal, akár keverékekben is. Az ELISA tehát nem alkalmas száradó olajok, gyanták és viaszok vizsgálatára (Arslanoglu, Schultz, 2009).



20. kép: Az ELISA működése festészeti mintán (balra) és az ELISA tálca

Az ELISA eljárás menete: a mintát megmérjük, és egy fiolába helyezzük. Egy kivonó oldatot (karbamid) adunk hozzá, majd állni hagyjuk szobahőmérsékleten 24 óráig, amíg a zselatin vagy albumin oldatba nem megy. Ezt az oldatot felhígítjuk, és az ELISA tálca mélyedéseibe osztjuk szét, ahol a kötőanyag, ami a mintában található, az üregek aljához köt. A tálca egy rácsszerűen elrendezett mélyedésekkel ellátott eszköz. Egy elsődleges antitestet adunk mindegyik mélyedésbe, ami a kimutatandó anyagot célozza meg, specifikusan köt



hozzá, ha jelen van. Az üregeket teljesen kiöblítjük, hogy eltávolítsunk minden nem kötött elsődleges antitestet. Ezután egy enzimmel megjelölt másodlagos antitestet adunk minden mintához, ami az elsődleges antitesthez köt. A másodlagos antitestek egy toldalékkal vannak ellátva, ami elősegíti az érzékelést: pl. enzimek, fluorokrómok, arany nano részecskék. Az üregeket ismét teljesen kiöblítjük, hogy minden nem kötött másodlagos antitestet eltávolítsunk. P-nitrofenil-foszfátot (p-NPP) adunk minden egyes mintához, ami sárgává változik, amennyiben a kimutatandó anyag jelen van az eredeti mintában. A másodlagos antitestek lúgos foszfatázt<sup>31</sup> tartalmaznak, és ez katalizálja a p-NPP hidrolízisét, ami szintelen a p-nitrofenolhoz képest. A sárga szín (optikai sűrűsége 405 nanométer) jelzi a pozitív eredményt. Negatív (hiányok) és pozitív kontrollokat (zselatint és albumint) minden egyes tálca tartalmaz (*Heginbotham et al 2006*).

Az antitesteknek két nagy csoportja van: a monoklonális, ami egyedül álló antitestképző sejtekből áll; és a poliklonális, ami egy oltóanyag termék, és számos különböző antitestet tartalmaz. A poliklonális antitesteket a fehérjék általános azonosítására használhatjuk, és köszönhetően a nagyobb változatosságuknak, gyakran jobb választás az eredményesség szempontjából. A monoklonális antitesteket olyan speciális információ szerzésére használhatjuk a fehérjéről vagy a poliszacharidról, mint például a faji eredet. Azokat az apró molekulákat, amelyek önmaguk nem adnak immunválaszt, „haptent”-eknek nevezzük. Ilyen anyagok pl. a vitaminok, szteroidok, vagy egyéb apró molekulák. Azok az antitestek, amelyek választ adnak az idegen antigénekre, mint a fehérjék, poliszacharidok, az elsődleges antitestek. A kereskedelemben kapható legtöbb antitest az „IgG” osztályban van, és különböző emlősokból készítik őket, tipikusan nyúlból és kecskéből. Bár az eljárás alapvetően megbízhatónak mondható, a kereskedelemben kapható egyes specifikus antitest fajták reakcióba léphetnek egymással, főleg a szarvasmarhafélék. (*Heginbotham et al 2006*).

A kimutatandó fehérje degradációjának mértéke, a kötőanyag kora, a pigmentekkel való kölcsönhatás és más szennyezőanyagok hatásai, a biológiai romlás, a kivonási eljárás hatékonysága mind befolyásolhatja az immunológiai választ. Ezek a tulajdonságok nem csak a helyes kölcsönhatást befolyásolhatják vagy akadályozhatják meg az antitestek vagy a fehérjék és gumik között, hanem a „jelző rendszer”-t is abban, hogy pozitív eredményt adjon. Továbbá, az ELISA egy összetett lépésekből és alkotórészekből álló vizsgálatsor, amiben minden lépés befolyásolja a következőt. Használatával kapcsolatban igazolták, hogy a

---

<sup>31</sup> Enzim, ami lúgos közegben a foszfát csoportot hidrolizálja. [https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop425/0019\\_1A\\_A\\_klinikai\\_kemia\\_es\\_klinikai\\_enzimologia\\_tortenete\\_es\\_fejlolese/ch06.html](https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop425/0019_1A_A_klinikai_kemia_es_klinikai_enzimologia_tortenete_es_fejlolese/ch06.html) 2018.08.31.

technika optimalizálására és további fejlesztésére van szükség, hogy megbízható eszközként alkalmazhassák: például egyes pigmentek gyorsíthatják, mások lassíthatják, vagy éppen stabilizálják az immunoreaktivitás mértékét (*Heginbotham et al 2006*).

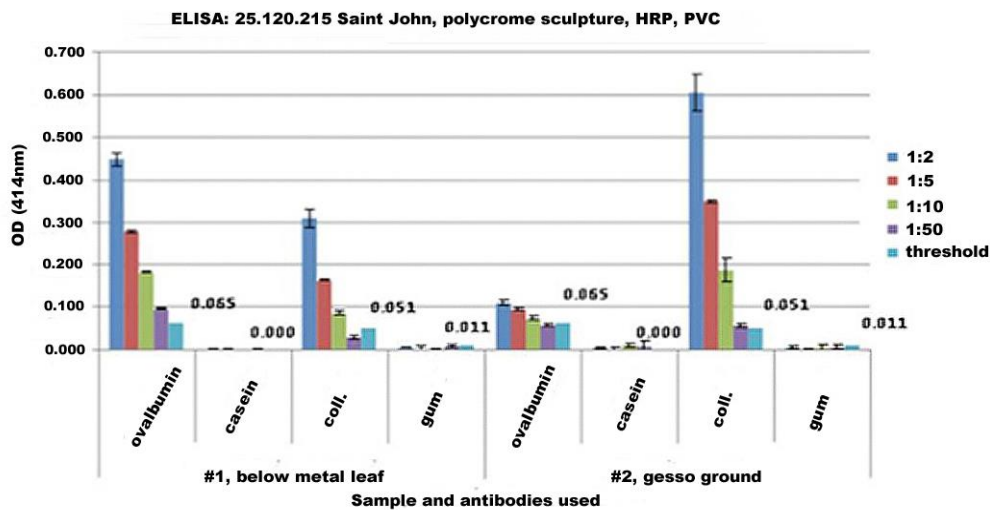
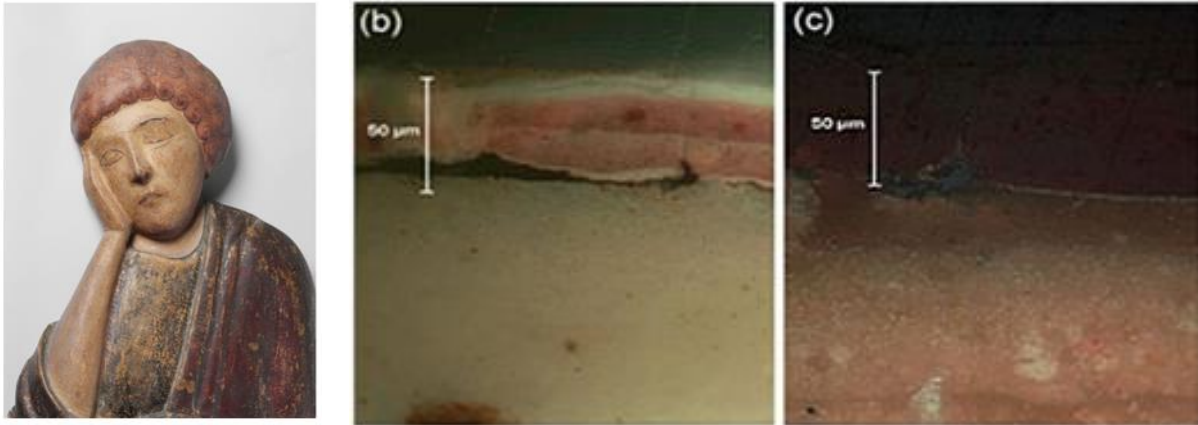
Az ELISA optimalizálása keretében számos zselatin és albuminforrást teszteltek emlősök, madarak és halak közül. Egész tojást, sárgáját, fehérjét tyúktól, kacsától, galambtól, csirkétől, libától, fácántól és fürjtől, amelyek mind pozitív eredményt adtak, tekintet nélkül a fajra (*Schultz et al 2009*).

A tojássárgája kimutatására jellemző, hogy gyakran csak nagyon gyenge színreakciót ad, mert az azonosításra alkalmas albumin fehérje nem minden esetben található meg benne. Az elsősorban a tojásfehérjében megtalálható glycoprotein biztosabban kimutatható. A témával foglalkozó kutatók rámutattak arra is, hogy bár számos állatfajból nyert fehérjetípus könnyedén megkülönböztethető (pl. hal vagy tehén), bizonyosak azonban nehezen, vagy egyáltalán nem (pl. kecske vagy bárány). A zselatin antitestek sokkal kevésbé érzékenyek, vagyis kevésbé mutathatóak ki, köszönhetően a részleges hidrolízisnek és denaturálódásnak, amin az előkészítésük során (főzés, vegyszeres kezelés) átestek. Ezzel szemben az albumin antitestek keverékben akár 1% albumint is kimutatnak. Az eddig az irodalomban közöltek szerint az ELISA eljárás mennyiségi adatok megállapítására nem alkalmas, csupán egy anyag jelenlétét vagy hiányát jelezheti, ezért GC-MS-sel kombinálják a technikát. Ennek oka, hogy a technika érzékeny a denaturálásra, ami a hosszú távú öregedés és egyéb okok eredménye is lehet (*Schultz et al 2009*).

Zselatint készítettek grizzly medvéből, hódból, hiútból, hegyi oroszlánból, bölényből, rókából, sakálból, őzből, szarvasból, kecskéből, disznóból, nyúlból, bárányból, és halból (tokhal), és ezeket tesztelték ELISA-val. Az eredmény azt mutatta, hogy a kollagén antitest mindegyik emlős forrást felismeri, kivéve a tokhalat (ebben az esetben az értékek alacsonyabbak voltak) (*Schultz et al 2009*).

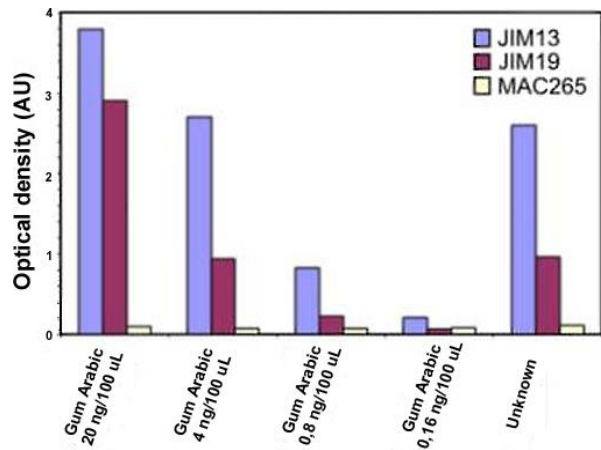
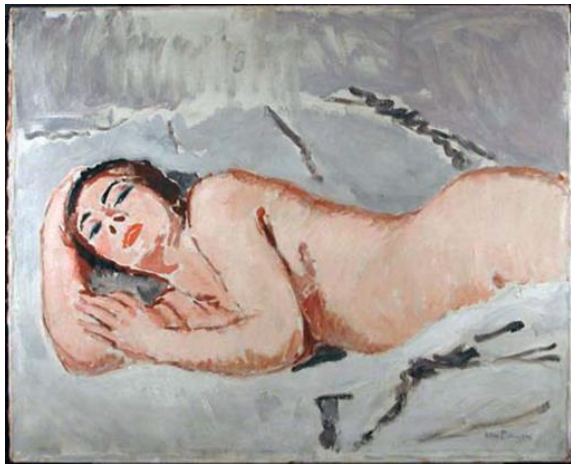
Hodgins és Hedges (1999) antitesteket készítettek a különböző fajok azonosítására az állati eredetű enyvek esetén, és azt tapasztalták, hogy a kollagén szerkezet megőrződik a hasonló fajok között, ezért lehetséges különbséget tenni a hal és a tehén között, de egy kecske és egy bárány között nem valószínű, hogy képesek lennénk rá. A faj-specifikus antitestek azonban igen költségesek, ezért nem használják őket általánosságban. A két kutató történeti kollagén bázisú ragasztókat, pergameneket, sőt, még hegedűhúrokat is azonosított. Mesterségesen öregített mintákat is megvizsgáltak, amelyek esetében nagymértékben módosult a fehérje szerkezet (*Schultz et al 2009*).

A Metropolitan Múzeumban igyekeztek egy olyan átfogó és másolható vizsgálatot kialakítani az ELISA alkalmazásával, amivel a legtöbb fehérjét és gumit szűrni képesek egy műtárgyból vett mintában. A paraméterek és használatos anyagok meghatározása után először másolatokból vett mintákon értékelték az eredményeket, csak ezután műtárgykból származóakon (Schultz *et al* 2009).



21. kép: A Szent János szobor (13. század, Itália, Metropolitan Múzeum) mintái és az ELISA teszt eredménye

A fent látható Szent János szobor festékrétege ennek a programnak a keretében került vizsgálatra. Az arany fólia alatt ovalbumint és kollagént azonosítottak, vagyis tojássárgája és enyv keveréke a fém ragasztóanyaga. Az alapozóban csak kollagént találtak, ami enyvtartalmat jelent. Kiegészítő vizsgálatként FTIR méréseket végeztek (Schultz *et al* 2009).



22. kép: Kees van Dongen: Reclining nude, (1925, Worcester Art Múzeum) és az ELISA vizsgálat eredményei

Kees van Dongen olajfestményén (fent) a felületen található retusokat, illetve módosításokat vizsgálták: az anyagban gumiarábikumot mutattak ki, ami gouache vagy vízfesték használatára utal (Albertson et al 2009).



sample	GC-MS amino acids: protein	GC-MS fatty acids: lipids	antibody (ELISA)
A brown	7% protein 0.95 correlation to a 3:1 mixture of egg and glue	3% lipid P/S 3.8, A/P 0.2, P/G 0.4	egg glue
B blue with gold decoration	0.2% protein (no match)	1.4% lipid P/S 2.1, A/P 0.2, P/G 0.5	egg plant gum
C green	1.9% protein 0.7 correlation to egg	6.3% lipid P/S 2.2, A/P 0.3, P/G 0.3	egg

23. kép: Giovanni Bevilacqua: Maria, das kind anbetend (1500 körül, Itália, Bildagentur fuer Kunst, Kultur und Geschichte, Berlin) című képe, és az ELISA valamint GC-MS vizsgálatok eredményei

A fent látható festményeken az ELISA vizsgálatokat gázkromatográfia-tömegspektrométeres vizsgálatokkal egészítették ki. A két módszerrel csak részben egyező eredményeket kaptak, mindkét projekt során. A technikák kiegészítették egymást: míg például a gázkromatográfia-tömegspektrometriával nagyon nehéz a tojás kimutatása keverékekben, ez ELISA-val jól kivitelezhető. ELISA-val viszont a denaturálódott fehérjét problémás

meghatározni, ami a műszeres technikával megoldható. Ez rámutat arra, hogy mindig több típusú vizsgálattal érdemes a kötőanyag összetételét kutatni, és visszaellenőrizni a különböző eljárásokkal kapott eredményeket (*Herm et al 2008*).

A restaurátori kutatásokban még szükséges az ELISA további fejlesztése a kutatásokban a minta preparálás, a pigment kölcsönhatás, és a bomlási állapot területén.

## IV.2 Műszeres vizsgálati technikák

### IV.2.1 A kötőanyagok vizsgálatára használt legfontosabb kromatográfiai technikák

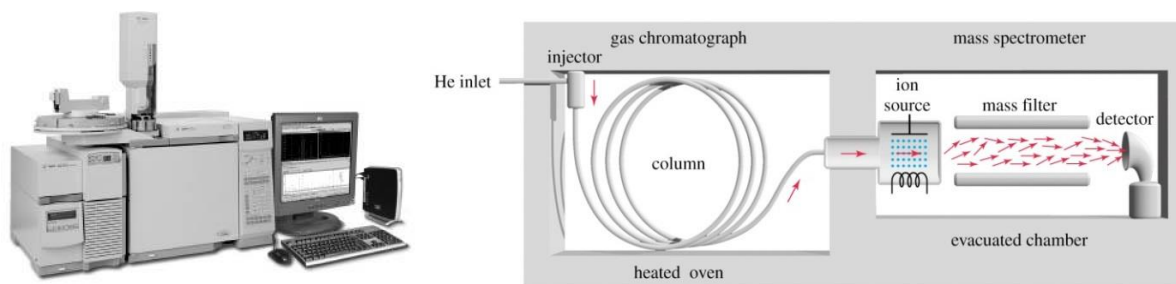
#### *Kromatográfia*

A kromatográfiai vizsgálatok lényege, hogy egy keverék anyag két fázis közötti megoszlás eredményeként válik szét összetevőire (*Balla 2016*).

#### **IV.3.1.1 Gázkromatográfiával kapcsolt tömegspektrometria GC-MS**

A szerves festészeti anyagok meghatározására jelenleg a gázkromatográfiával kapcsolt tömegspektrometria nyújtja a legtöbb és legpontosabb eredményt. Szerves és szervetlen anyagok egyaránt vizsgálhatóak vele (*Mills, White 1982*).

Mivel a gázkromatográfia illó anyagok elemzésére alkalmas, ezért a mintákat bonyolult, többlépcsős kémiai előkészítő kezeléseknek kell alávetni, amelyek során gáz halmazállapotúvá alakítják őket. Az előkészítő eljárások során a méréseket zavaró szennyező anyagokat is eltávolítják (*Boros et al 2010*).

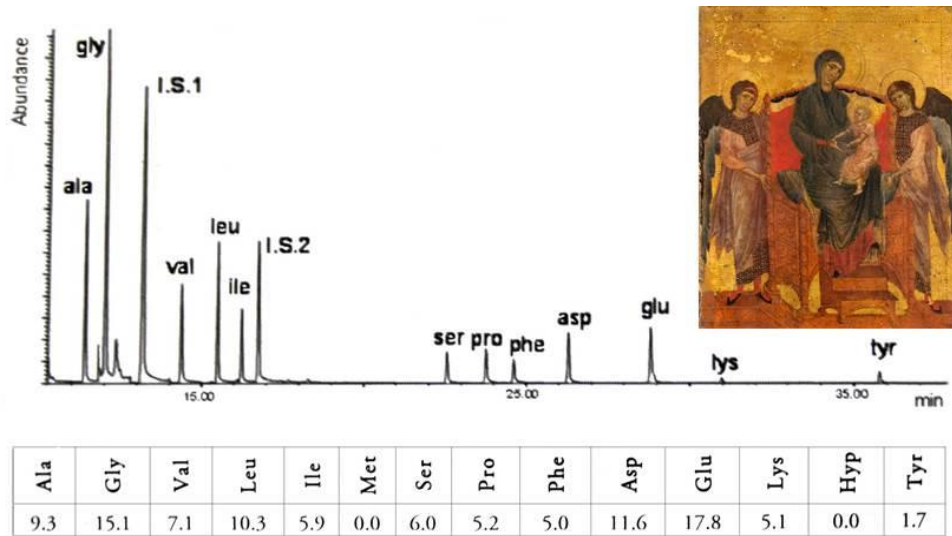


24. kép: Gázkromatográfjal kapcsolt tömegspektrométer képe és vázlatos rajza

A vizsgálathoz mintavételre van szükség, mégpedig az egyes rétegekből külön-külön, ha ez lehetséges, a műszer ugyanis nem tudja szétválogatni az anyagokat eredetük szerint.

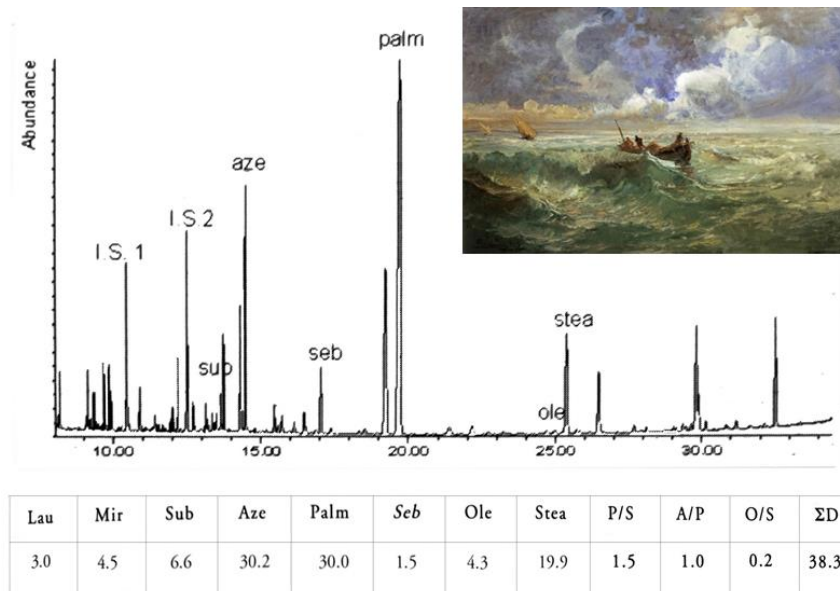
A minta két gáz halmazállapotú fázis között válik szét összetevőire a kapilláris oszlopban, majd innen az alkotórészek a tömeg spektrométerbe kerülnek, ahol a molekulákat ionokkal sugározzák be, és szétválasztják őket a tömeg/töltés hányadosuk alapján. Ez az adat információt ad az összetevő szerkezetére vonatkozóan – így lehetségessé válik azonosítani az

anyagokat. A vizsgálat során egy kromatogramot kapunk, amin a minta összetevői jelennek meg. (Mills, White 1982).



25. kép: Cimabue egy festményén végzett GC-MS vizsgálat kromatogramja és eredményei

A fehérje tartalmú kötőanyagok kimutatása az aminosav összetételük vizsgálatán alapul, az egyes fehérje fajták ennek a 20 féle aminosavnak az eltérő arányai alapján különböztethetőek meg. Az állati eredetű fehérjék biztosan elkülöníthetőek a csak rájuk jellemző hidroxiprolin tartalmuk révén (Pinna et al 2010).



26. kép: Pompeo Mariani festményéből vett minta kromatogramja és eredményei

Az olajos kötőanyagok meghatározásához a zsírsavak vizsgálatára van szükség, ebben az esetben is egymáshoz viszonyított arányukat veszik figyelembe. Az azelainsav és palmitinsav mennyiségi összevetéséből tojás vagy száradó olaj jelenlétére, a palmitinsav és

sztearinsav arányából a száradó olajok típusára lehet következtetni. Az olajsav sztearinsav tartalomhoz viszonyított arányából az öregedés és oxidáció mértéke is megbecsülhető. A növényi gumik vizsgálatokor a poliszacharid fajtákat a bennük található jellemző cukrok jelenléte és mennyisége alapján határozzák meg. A keverékek meghatározása minden kötőanyagfajta esetében sokkal bonyolultabb (*Pinna et al 2010*).

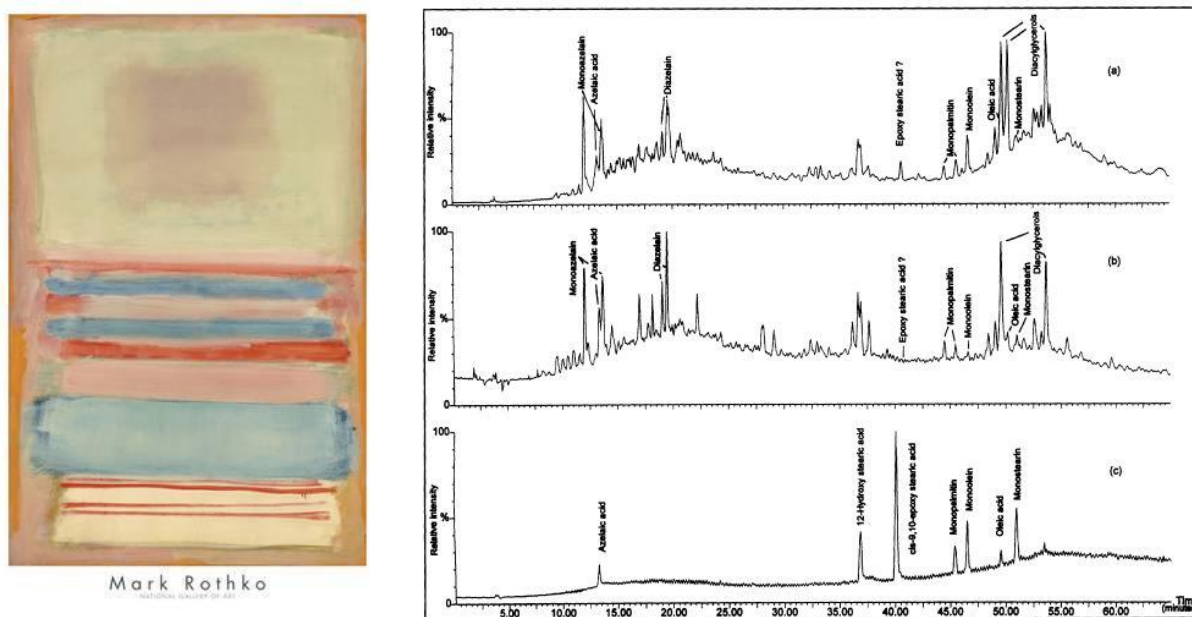
A technika legnagyobb előnye a rendkívüli érzékenysége, és specifikussága. Szerves festészeti kötőanyagok vizsgálatára jelenleg a legpontosabb eredményt ezzel az eljárással lehet elérni. Bár alkalmas keverék anyagok vizsgálatára is, bizonyos hasonló kémiai tulajdonságú kötőanyagfajták esetén az eredmények bizonytalanok lehetnek. Hátránya, hogy rendkívül bonyolult, és igen költséges eljárás. A vizsgálattal kapott értékek nagyban függenek az anyagok öregedése során lejátszódó kémiai folyamatoktól, előkezelésektől, a tárolási körülményektől, és a rétegekben használt pigmentektől. A technika nem alkalmas szintetikus polimerek, például a restaurálásban használt lakkok vizsgálatára (*Pinna et al 2010*).

A GC-MS-t a műtárgyvizsgálatokban rutinszerűen alkalmazzák a nagyobb restaurátor intézetek és múzeumok az 1980-as évek óta (pl. National Gallery, London). A National Gallery Technical Bulletin rendszeresen közli a technikával kapott eredményeit (pl. *Mills, White 1985*), mellyel kötőanyag keverékeket is meg tudnak határozni (pl. tojás és száradó olaj együttes használata).

#### ***IV.3.1.2 Nagyhatékonyságú folyadék kromatográfia HPLC***

A nagyhatékonyságú folyadék kromatográfia minden olyan kémiai összetevő meghatározására alkalmazható, ami oldható vizes vagy nem poláris oldószerben. A vizsgálandó anyagokat először folyékony halmazállapotúvá alakítják, és a megfelelő kémiai eljárásokkal a vizsgálatra alkalmassá teszik. A műszer több egységből áll, az összetevők oldódási jellemzőik alapján válnak szét a berendezésben (*Boros et al 2010*).

Szervetlen és szerves anyagok meghatározására egyaránt alkalmas. A műtárgyvizsgálatokban leggyakrabban sók, színezékek, szerves pigmentek, gyanták elemzésére használják, de alkalmas aminosavak kimutatására is, fehérje típusú kötőanyagokban (*Pinna et al 2010*).



27. kép: Mark Rothko: Number 7 című alkotása (National gallery of Art, Washington DC.) (balra) és a vizsgálatára kapott kromatogramok

Ezt a technikát használták (kémiai ionizációval kiegészítve) Mark Rothko festményén (fent) a felületen megjelenő fehér színű csapadék vizsgálatára (Shibayama *et al* 1999).

#### ***IV.3.1.3 Pirolízis gázkromatográfia – tömegspektrometria PyGC-MS***

Ha a gázkromatográfia-tömegspektrométert egy pirolízisrel egészítik ki, a minta összetevőit ez a feltét első lépésként égetéssel válogatja szét. A vizsgálandó anyag típusától függ, hogy szükség van-e előkészítő kémiai eljárásokra (Boros *et al* 2010).

Nagy előnye, hogy a nem illó anyagokat és a restaurálásban használt szintetikus polimereket is képes azonosítani. Jobb eredmények érhetőek el vele az öregedés során nagymértékben térhálósodott anyagok, és falfestményekből vett fehérje tartalmú minták vizsgálatakor (Pinna *et al* 2010).

#### **IV.3.2 A kötőanyagok vizsgálatára használt legfontosabb spektroszkópiás technikák**

##### *Spektroszkópia fogalma*

A spektroszkópiás vizsgálatok az anyag és az elektromágneses sugárzás kölcsönhatásán alapulnak, és a létrejövő sugárzás elnyelést vagy kibocsátást vizsgáljuk (Mink 2016).



### IV.3.2.1 RAMAN spektroszkópia

A Raman spektroszkópiával az infravörös spektroszkópiához hasonlóan a molekulákban lévő kötések rezgései alapján kapunk információt az anyagról. A Raman hatás a beeső fény rugalmatlan szóródásán alapul, ami energia-, ezáltal hullámhosszváltozást eredményez. A mintát többféle lézerrel sugározhatjuk be, például a látható tartomány zöld részén (532 nm), a közeli ultraviolában (235 nm) vagy a közeli infravörösben (1064 nm) sugároz. Alkalmazhatjuk szerves és szervetlen anyagok elemzésére is (Nagy 2012).

Művészeti tárgyak mintavétellel és mintavétel nélkül is vizsgálhatóak. Mintavétellel beágyazatlanul, vagy keresztmetszet-csiszolatként is elemezhetjük az anyagokat (RAMAN mikrospektroszkópia). Nagyobb felbontás, és pontosabb eredmények ezen a módon érhetőek el. Ha nincs lehetőség mintavételre, hordozható berendezések segítségével közvetlenül a műtárgyra irányítják a lézert, de ezek a típusok kisebb felbontással dolgoznak (Pinna et al 2010).

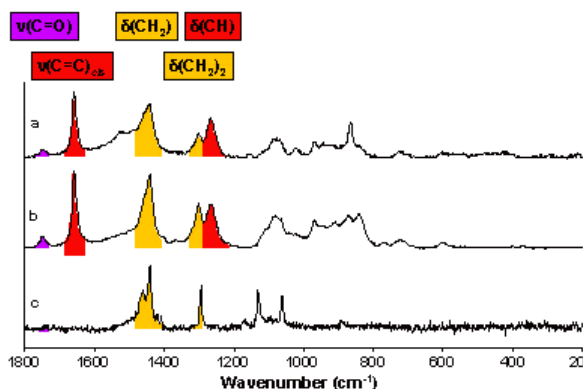


28. kép: RAMAN mikrospektroszkóp és egy hordozható RAMAN

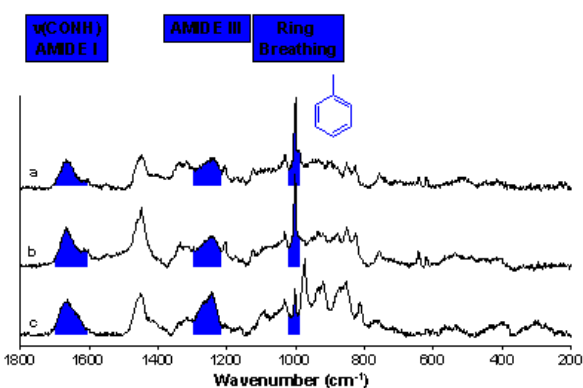
A kötőanyagokat az egyes fajtákra jellemző sávok alapján lehet azonosítani. Az eredményeket ennél a vizsgálatnál is referencia könyvtárak spektrumaival hasonlítják össze.

A 29. képen zsírsavakat tartalmazó és fehérje jellegű kötőanyagok RAMAN spektrumait láthatjuk. A felvételeket egy 2010-es roncsolásmentes vizsgálati módszerekkel foglalkozó konferencián mutatták be (Vandenabbele et al 2010). A szerzők munkájukkal a RAMAN spektroszkópia előnyeit mutatták be a festészeti kötőanyag vizsgálatokban.

## Fatty Acid Media

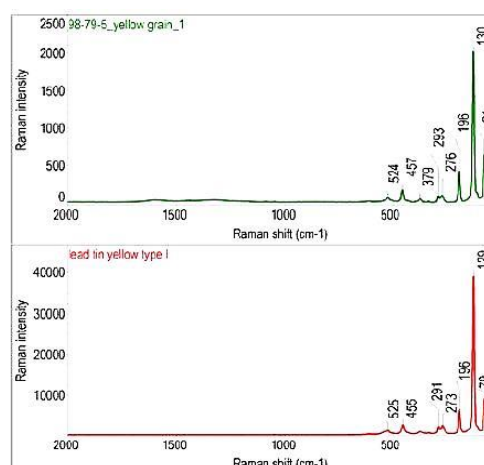
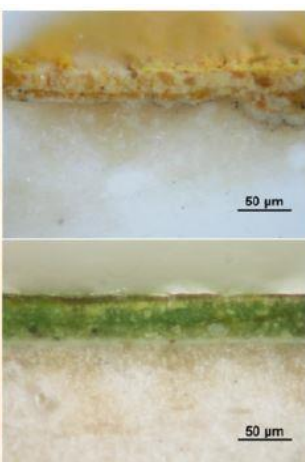


## Proteinaceous Media



29. kép: Zsírsvakokat tartalmazó (balra) és fehérje jellegű (jobbra) anyagok RAMAN spektrumai

Az eljárás előnye, hogy viszonylag könnyen kivitelezhető, jó felbontása van, és kis mennyiségű mintát igényel. A technikával el lehet különíteni olyan összetevőket, amelyeknek ugyanolyan kémiai összetétele van, de különböző a kristályszerkezetük (pl. realgár-pararealgár) (Vandenabeele *et al* 2000).



30. kép: Master of the Litoměřice Altarpiece, St Catherine Altarpiece – St Catherine before the Emperor Maxentius c. festményéből vett minták RAMAN spektrumai

A fent látható gótikus oltárképen a RAMAN spektroszkópia segítségével a kutatók meg tudták határozni az ólom-ón sárga I-es és II-es típusának használatát a festmény egyes részein (Sefcu *et al* 2015).

A legnagyobb probléma a vizsgálattal a fluoreszcens jelenségek gyakori előfordulása: ezek erős háttérzajt keltenek, amelyek megnehezítik az elemzést. Továbbá, a technikát csak korlátozott mennyiségű összetevő esetében lehet alkalmazni. Helytelen lézerezősség

megválasztása esetén a minta sérülhet, valamint egyes anyagok érzékenyek bizonyos hullámhosszokra: pl. a titánfehér pigment elsötétedhet. (Pinna et al 2010).

### ***IV.3.2.2 Fourier-transzformációs infravörös spektroszkópia***

*A következő fejezet Derrick et al. 1999-ben megjelent könyve alapján készült.*

#### ***IV.3.2.2.1 Az infravörös spektroszkópia története***

Az infravörös sugárzást Sir William Herschel csillagász fedezte fel 1800-ban, aki egy prizma és érzékeny hőmérők segítségével a napsugárzás által kibocsátott hőt mérte. A spektrum nem látható részén is hőmérséklet emelkedést tapasztalt, így az infravörös régiót különálló tartományként határozta meg.

William W. Coblentz 1903-tól jelentős kutatásokat folytatott, és számos szerves és szervetlen anyag infravörös spektrumát rögzítette, és rendezte katalógusba. A vizsgálat típus iránti érdeklődés az analitikai kémiával foglalkozó tudósok körében azonban csak az 1930-as években nőtt meg, ugyanis ekkor építették meg az első infravörös spektrométer prototípusát. Schaefer és Matossi írták meg az első jelentősebb tanulmányt (1930) a technikáról.

Ipari célú felhasználásra legelőször a szintetikus gumi gyártásával kapcsolatban alkalmazták. A II. Világháború alatti műszerfejlesztések újabb előrelépést hoztak, gyorsult, és egyszerűsödött a vizsgálat kivitelezése. Az 50-es évekre az infravörös spektroszkóp a molekulaszervezet kutatásához használt alapvető laborfelszereléssé vált. Elsőként Gettens ajánlotta 1952-ben az IR analízist művészeti és archeológiai alkotások vizsgálatára. Masschelein-KLeiner és társai 1968-ban alkalmazták az eljárást kötőanyagok, lakkok és ragasztók meghatározására.

A technika egyik leglényegesebb módosítását a Fourier-transzformáció, egy matematikai eljárás alkalmazásának bevezetése jelentette a mérések során. Az 1800-as évek végén Albert Michelson kifejlesztette az interferométert<sup>32</sup>, ami a fény sebességének mérésére szolgál. Két évvel később Lord Rayleigh felfedezte, hogy az interferogrammal kapott eredményeket egy hetven évvel korábban kidolgozott matematikai eljárással (Fourier<sup>33</sup> -

---

<sup>32</sup> Optikai interferenciagyűrűk előállítására tervezett eszköz, amellyel hullámhosszakot lehet mérni, sík felületeket lehet vizsgálni, kis távolságokat lehet mérni stb. (lásd még échelon, Fabry–Pérot-interferométer, Michelson–Morley kísérlet). <https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-fizikai/ch02s11.html> 2018.05.29.

<sup>33</sup> **Fourier, Jean Baptiste Joseph** (1768–1830) Francia mérnök és matematikus. Alapvető eredményeket ért el a hővezetés matematikai elméletének kidolgozásában és a trigonometrikus sorok vizsgálatával kapcsolatban. Az úgynevezett Fourier-soroknak jelentős szerepe van a fizikában, a műszaki és egyéb tudományokban is, ezenkívül

transzformáció) spektrummá lehet alakítani. A számítássort Peter Felgett használta először 1949-ben, hogy a mérései során kapott gyenge jeleket elkülöníthesse a háttérzajtól. A transzformáció művelete viszont olyan összetett és bonyolult, hogy használata rengeteg időt vett igénybe a vizsgálatok során. A gyors Fourier-transzformációs algoritmust (FFT) James Cooley és John Turkey 1964-ben fejlesztették ki, számítógépekre alkalmazva, ami az interferogram átalakítását spektrumokká órák helyett másodpercekre csökkentette. A matematikai lépéssor segítségével gyorsabbá vált az adatgyűjtés, növekedett a felbontás, és csökkent a kimutatási határ. Ekkor azonban még a papírszalagokon vagy lyukkártyákon felvett interferogramok adatait egy különálló számítógépbe táplálták be, ami szintén sok időt igényelt. Az első kereskedelmi célra kifejlesztett FTIR készülék mellé azonban már egy miniszámítógépet kapcsoltak 1969-ben, így a szakemberek végre rövid idővel az interferogram felvétele után már láthatták a spektrumot.

A Fourier-transzformáció használatának elterjedésével számos természetes szerves anyag tanulmányozása eredményesebbé vált a technikával. Roelofs 1989-ben egy analitikai sémát dolgozott ki lakkok, kötőanyag és színezékek vizsgálatára más technikákkal kombinálva az FTIR méréseket. A festészeti minták kutatásának kezdete a 70-es évek közepére tehető, Birstein munkásságával, aki ázsiai falképek és egyiptomi sírok falfestményeinek mintáit mérte az eljárással. Kobus 1987-ben az IR technikát SEM-EDS vizsgálatokkal kombinálva alkalmazta festmények mintáin, van der Loeff és Groen pedig GC-MS-sel kiegészítve.

A művészeti alkotások vizsgálatánál különösen hasznos a FTIR berendezések optikai mikroszkóppal kombinálása az 1980-as 90-es években, ami az infravörös mikrospektroszkópia, és vele együtt számos új analitikai alkalmazás kialakulását jelentette. A technika előnyei, hogy a nem bonyolult minta előkészítést, a vizsgálat roncsolásmentes – abban az értelemben, hogy nem semmisül meg a minta, nem károsodik, az adatokhoz gyorsan hozzáférhetünk, és viszonylag pontos eredményekkel szolgál. A mikroszkóppal kiegészített FTIR berendezésekkel keresztmetszet csiszolatokon is lehetséges méréseket végezni, vagyis rétegenként határozhatjuk meg az anyagösszetételt.

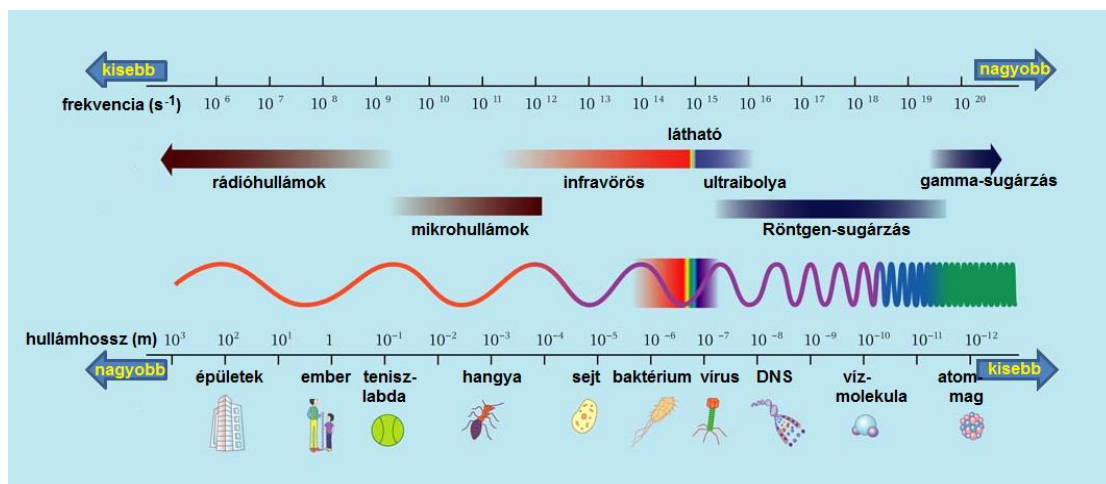
Hátránya, hogy keverék anyagok esetén túlságosan összetett spektrumot kapunk – a szerves anyagok sávjait nagyrészt kitakarják a szervetlen alkotórészek sávjai. A FTIR vizsgálatokkal műtárgyak keverék összetevőinek vizsgálatánál a szerves anyagok csoportjait

tudjuk meghatározni, például, hogy olaj vagy fehérje típusú a réteg kötőanyaga – de ennél pontosabb osztályozás nem lehetséges kizárólag ezzel a technikával. Keresztmetszet csiszolatok esetén a beágyazó műgyanta (pl. epoxi) sávjai megjelenhetnek a spektrumon, és befolyásolhatják a méréseket.

#### IV.3.2.2.2 Az infravörös spektrum részei, fogalmak

##### Az elektromágneses spektrum

A spektroszkópia az anyag és a fény (elektromágneses sugárzás) közötti kölcsönhatást jelenti. Az elektromágneses sugárzást különböző tartományokra osztjuk fel, a spektrális régiókra. A különböző típusú sugárzások meghatározhatóak olyan módon is, hogy milyen kémiai vagy fizikai reakciókat váltanak ki az anyagban. Az infravörös hullámhossztartományba eső fényből érkező sugárzás elnyelése a molekulák rezgési energiáit változtatja meg. (Német 2018)



31. kép: Az elektromágneses spektrum

##### Az elektromágneses spektrum részei, fogalmak

Az elektromágneses spektrumon az energiát hullámokként ábrázoljuk, amelyek a fény sebességével mozognak. A sugárzás típusától függően a hullámok az amplitúdóban, hullámhosszban és frekvenciában különböznek egymástól. Az amplitúdó a magassága, vagy maximum értéke a hullámnak, ami az intenzitásra utal. A frekvencia a hullámok számát adja meg egy adott idő alatt. A hullámhossz egy adott hullám maximuma és minimuma közötti távolságot jelenti (Boros et al. 2010).

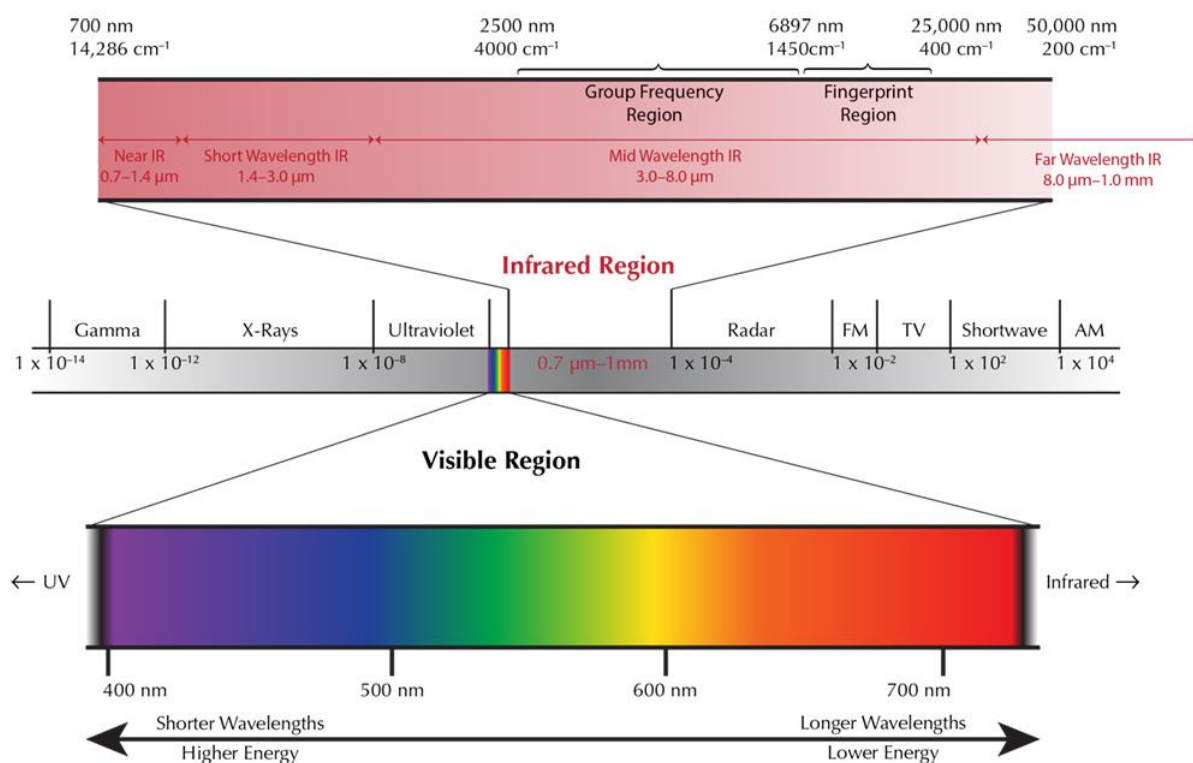
A sugárzás hullámhossza fordítottan arányos a frekvenciával. Vagyis a magas frekvenciájú sugárzásnak rövid a hullámhossza. Planck törvénye szerint az energia egyenesen

arányos a frekvenciával. Ebből következik tehát, hogy a hosszabb hullámhosszoknak alacsonyabb a frekvenciája és az energiája, a rövidebbeknek magasabb az energiája és frekvenciája (Boros et al. 2010).

Az elektromágneses spektrumot jellemezhetjük még a hullámok számával egy bizonyos távolság alatt. Ez az érték a hullámszám ( $\bar{\nu}$ ), amelyet általában centiméterben adnak meg (Boros et al. 2010).

### Az infravörös spektrum

Az elektromágneses spektrum infravörös tartományát három részre oszthatjuk: a közeli-, a közép- és a távoli infravörösre. Az elnevezések a látható tartományhoz való viszonyukat jelölik.



32. kép: Az infravörös spektrum

Az infravörös spektroszkópiában nem a hullámhossz ( $\lambda$ ), hanem a hullámszám ( $\bar{\nu}$ ) függvényében ábrázoljuk az abszorbanciát, vagy a transzmissziót. A hullámszámot cm<sup>-1</sup>-ben adjuk meg, mert az elnyelt energia így egyenesen arányos lesz a hullámszámmal. A legalacsonyabb energiájú régió a távoli infravörös, ami körülbelül 400-10 cm<sup>-1</sup>-ig tart, a közép infravörös körülbelül 4000-400 cm<sup>-1</sup>-ig terjed. A legmagasabb energiájú rész a közeli infravörös, ami 14000-4000 cm<sup>-1</sup> között található (Boros et al. 2010).

Tartománya	Jele	Hullámhossza ( $\mu\text{m}$ )	Hullámszám ( $\text{cm}^{-1}$ )	Frekvencia
Közeli	NIR	0.8-2.5 $\mu\text{m}$	12500-5000 $\text{cm}^{-1}$	375-120 THz
Közép	MIR	2.5–25 $\mu\text{m}$	5 000-500 $\text{cm}^{-1}$	120-12 THz
Távoli	FIR	25–500 $\mu\text{m}$	500-25 $\text{cm}^{-1}$	12 THz-600 GHz

1. táblázat: Az infravörös spektrum felosztása (Német 2018)

### *Az atomokon és molekulákon belüli rezgések*

Az atomok elektronjai különböző energia szinteken helyezkednek el az atommag körül. Ha az atom a szintek közötti energiakülönbséggel megegyező energiát nyel el vagy bocsájt ki, az elektronok képesek magasabb vagy alacsonyabb energia szintre kerülni. Ezt a változást előidézhetheti a fény, amikor a fotonok energiája változtatja meg az atomok elektronjainak helyzetét. Viszont a különböző anyagokra csak a sugárzás bizonyos típusai lehetnek ilyen hatással. A változás az elektronok helyzetében csak akkor következik be, ha az anyagot érő sugárzás (fotonok) energiája megfelel az atom energiaszintjeinek különbségével. A spektroszkópiás vizsgálatok eredményeként kapott spektrum jellemző az adott anyag sugárzás elnyelésére és kibocsájtására (Derrick et al. 1999).

A molekulákra alkalmazva a fenti elméletet, az atomok egymáshoz viszonyított mozgására is hatnak a különböző hullámhosszúságú sugárzások. A molekulában az atomok különböző típusú kötésekkel vannak egymáshoz kapcsolva, és csak meghatározott módokon képesek mozogni (Derrick et al. 1999).

Az atomok tömege, és az atomok között ható erők határozzák meg a molekuláris rezgések frekvenciáját és ennek megfelelően az abszorpciós sávok hullámszámát az infravörös spektrumban. (Derrick et al. 1999).

A molekulaszervezetből következtethetünk a rezgési típusokra, ami abban a szerkezetben lehetséges. A molekulát alkotó atomok számából ki tudjuk számítani, hogy mennyi normál rezgést képes végezni. „Egy N atomból álló molekulának  $3N-6$  független rezgése van (lineáris molekula esetében  $3N-5$ ). Ez abból következik, hogy minden atom a tér 3 irányba mozoghat szabadon (például x, y, z). Ebből le kell vonni a teljes molekula együttes elmozdulását (3 irány) és elfordulását (3 irány, de ha a molekula lineáris, vagyis az atomok egy egyenesre esnek, akkor ezen egyenes szerinti elforgatás nem változtat a molekulán, így ekkor csak 2 irány)” (Német 2010). A normálrezgések során a molekulát alkotó összes atom ugyanolyan frekvencián rezeg (Derrick et al. 1999).

A normálrezgések periodikus rezgések a többatomos molekulákban, mennyiségét az alkotó atomok száma határozza meg. A normálrezgéseknek a legnagyobb az abszorpciójuk a spektrumon, vagyis ezek a legnagyobb sávok. A normálrezgések kétszeres, háromszoros stb.

frekvenciáinál egyre csökkenő intenzitású sávok jelennek meg a spektrumon (*Derrick et al. 1999, Német 2018*).

Az infravörös spektrumon a normálrezgéseken kívül megjelenhetnek még felhangok és kombinációs sávok is. A felhangok gyenge abszorpciók, ezekben az esetekben a gerjesztés az alapállapotból egy magasabb (nem első) szintre történik. A kombinációs sávok két normálrezgés összegénél és különbségénél jelentkezhettek, abban az esetben, ha bizonyos szimmetria feltételek teljesülnek (*Boros et al. 2010, Német 2018*).

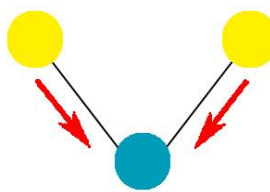
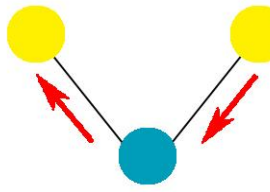
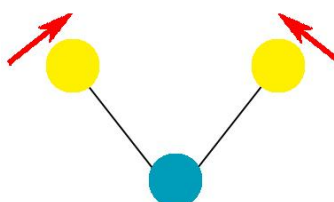
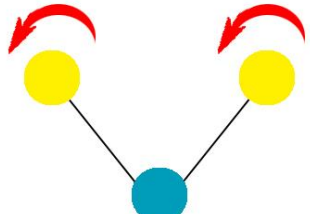
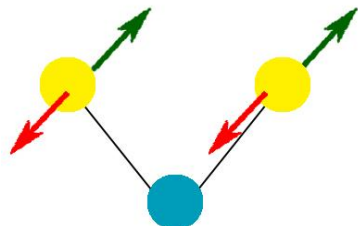
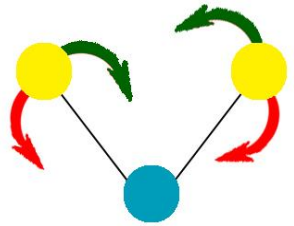
*Milyen molekuláris rezgések vizsgálhatóak az infravörös tartományban?*

Minden molekulán belüli mozgáshoz (elektron átmenethez), vagy az egész molekula mozgásához adott energia szükséges, vagyis bizonyos hullámhosszon következhetnek csak be. Ezek a mozgások a transláció (elmozdulás), rotáció (elfordulás) és vibráció (rezgés). Az infravörös sugárzás hatására a molekulák rotációs és vibrációs energiái változhatnak. Az infravörös mérések során a vibrációs energiák adják a legfontosabb információkat (*Derrick et al. 1999, Német 2018*).

A rotációs mozgásban a molekula saját tömegközéppontja körül forog. A vibrációs mozgások esetében a molekulában lévő atomok az egész molekula mozgatása vagy forgatása nélkül helyzetet változtatnak egymáshoz képest (rezegnek). A vibrációs energiákat további kategóriákba oszthatjuk: ezek a vegyértékrezgések és a deformációs rezgések. A vegyértékrezgések során megnő vagy csökken a kötések hossza az atomok között. A deformációs rezgések megváltoztatják a kötések szögét az atomok között, de a kötész hossz változatlan marad. A deformációs rezgéseket tovább csoportosíthatjuk ollózó és kaszáló (ezek síkban történnek), bólogató és torziós rezgésekre (síkra merőlegesen). Minden vegyérték és deformációs rezgés lehet szimmetrikus és aszimmetrikus is (*Derrick et al. 1999, Német 2018*).

A távoli infravörös ( $400\text{-}10\text{ cm}^{-1}$ -ig) tartományban a molekulák rotációs rezgéseit vizsgálhatjuk. Nehezebb atomoknak, és kisebb kötési energiákat tartalmazó vegyületeknek (szervetlen anyagok vagy szerves fémvegyületek) találhatóak itt abszorpciós sávjaik. A közép infravörösben ( $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ -ig) az alapvető vagy normál rezgéseket, a vibrációs és a rotációs rezgéseket érzékelhetjük. A molekula rezgések legnagyobb része ebbe a tartományba esik, ezért az anyagok vizsgálata szempontjából ez a legfontosabb tartomány. A legmagasabb energiájú rész a közeli infravörös, ami  $14000\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$  között található. Itt harmonikus rezgések, illetve felhangok jelennek meg (*Német 2018*).



angol elnevezés	magyar elnevezés	ábra
<b><i>stretching vibrations</i></b>	<b><i>vegyértékrezgés</i></b>	
symmetrical stretching vibration	szimmetrikus vegyértékrezgés	
asymmetrical stretching vibration	aszimmetrikus vegyértékrezgés	
<b><i>bending vibrations</i></b>	<b><i>deformációs rezgések</i></b>	
scissoring vibration in plane	ollózó rezgés (vegyértékszög változás az atomcsoport síkjában)	
rocking vibration in plane	kaszáló rezgés (nincs vegyértékszög változás az atomcsoport síkjában)	
wagging vibration out of plane	bólogató rezgés (az atomcsoport síkjára merőleges oszcilláció)	
twisting/torsion vibration	torziós rezgés (oszcilláció az atomcsoport síkjából kifelé)	
<b><i>skeletal vibration</i></b>	<b><i>vázrezgések</i></b>	
umbrella/breathing vibration	gyűrűs vegyületek esernyő vagy lélegző rezgése	

2. táblázat: A molekulán belüli rezgések típusai (Derrick et al 1999, Kissné 1974)

*Mit jelent, hogy egy molekula aktív vagy inaktív az IR tartományban?*

Infravörös spektrumuk csak a többatomos molekuláknak lehet, mert ezek képesek vibrációs (rezgési) és rotációs (forgó) mozgásokat végezni, vagyis csak ezek lehetnek „aktívak” az infravörös tartományban. A rezgésnek meg kell változtatnia a molekula dipólus momentumát<sup>34</sup>. A különböző atomokból álló molekulákban a dipólus momentumot az aszimmetrikus vibrációk változtatják meg, mert a távolság megváltozik a két atommag között (*Derrick et al. 1999*).

A szimmetrikus rezgések esetében a dipólus momentum változatlan marad. Azonos elemekből álló kétatomos molekulák rezgései tehát láthatatlanok az infravörös spektrumon, vagyis ezek az anyagok inaktívak az infravörös tartományban (*Derrick et al. 1999*).

#### *IV.3.2.2.3 Az infravörös spektroszkóp felépítése, típusai*

Az IR készülékek lehetnek diszperziós vagy nem diszperziós elven felépülők. A diszperziós eszközökben monokromátorként prizmat vagy optikai rácst használnak a mintán áthaladó sugárzás spektrális felbontásához, a nem diszperziós műszerekben pedig interferométert. Az FTIR a nem diszperziós elvű műszerek csoportjába tartozik. Az FTIR berendezés további fő alkotóelemei a sugárforrás és a detektor. (*Kissné 1974, Német 2018*).

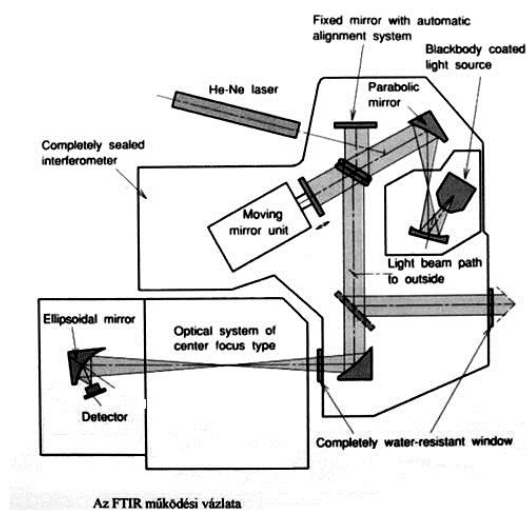


33. kép: FTIR spektroszkóp és a hozzá tartozó mikroszkóp

A közép infravörös tartományban történő vizsgálatokhoz sugárforrásokként jellemzően szilícium-karbid (Global) elemeket, felhevített kerámia rudakat (Nerst-izzó), vagy

<sup>34</sup> Dipólus: elkülönített, ellentétes elektromos töltéspár. A dipólus momentum a pozitív töltés és a töltések közti távolság szorzata. Egy molekulában a dipólus momentum a kötés poláris jellegének a mértéke, azaz az átlagos elektrontöltés eltolódása valamelyik atom felé. <https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s04.html> 2018.05.29.

szabályozható lézert használnak. A detektorok különböző fém-ötvözetek lehetnek, pl.: InGaAs (indium-gallium-arzenid), DTGS (deuterált triglicil-szulfát), MCT (higany-kadmium-tellurid). (Boros et al. 2010, Német 2018)



34. kép: Az FTIR működési vázlat

### *Az infravörös spektroszkópia mérési módjai*

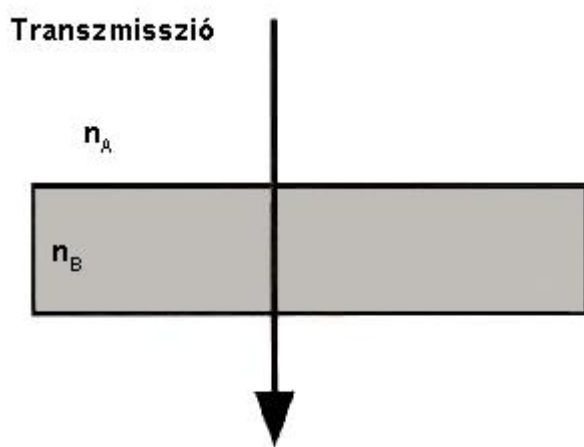
A fejezetben csak a dolgozatom szempontjából lényeges változatokat emelem ki, és csupán említésre kerülnek azok a technikák, amelyeket nem, vagy csak ritkán használnak művészeti anyagok mérésére.

Mielőtt a vizsgálatot elkezdenénk, ki kell választani a mintához leginkább megfelelő mérési módot. Nem létezik olyan típus, ami minden kérdésre tökéletesen kielégítő választ adna, ezért kompromisszumokat kell kötnünk. A mérési mód megválasztását befolyásolja, hogy milyen halmazállapotú a mintánk és milyen mennyiség áll belőle rendelkezésünkre. Művészeti anyagok esetében ezek szilárd bevonatok, vagy festék- illetve alapozórétegek lehetnek. A különböző mérési módokkal kapott spektrumok kismértékben eltérnek egymástól. (Derrick et al. 1999).

### *Transzmissziós mód*

Transzmissziós módban a mintán áthalad a sugárzás, többek között alkalmas szilárd halmazállapotú minták vizsgálatára is. Az eljárás érzékenyebb, mint a reflexiós mód, mivel nagyobb energiaátvitel valósul meg a besugárzás során. A teljes minta abszorpciója arányos a mért anyag vastagságával és koncentrációjával. Ennél a mérési módnál szükség van egy olyan anyagra, ami „háttérként” szolgál a spektrum felvételénél – vagyis egy olyan közeget kell választanunk, amire vagy amibe a mérendő anyagot helyezünk, ez az infravörös ablak vagy

háttér. Ez a közeg a közép infravörösben áttetsző kell, hogy legyen – így nem keletkeznek olyan sávok, amelyek zavarhatják a minta spektrumát. A mintákat ebbe az anyagba beágyazva, vagy beágyazatlanul vizsgálhatjuk. Az egyik legelterjedtebb közeg erre a célra a kálium-bromid, amiből pár mm vastagságú tablettákat készítenek, bennük a mintával. Ennél az eljárásnál a mintát általában porítják, de ez egy több rétegből álló festészeti minta vizsgálatnál természetesen nem jöhet szóba, ha csak a rétegeket előzőleg külön nem választjuk manuálisan (*Derrick et al. 1999*). Az elmúlt években kifejlesztettek olyan eljárást is, ami lehetővé teszi a minták vizsgálatát keresztmetszetként is kálium-bromid használatával (*Kopecká and Svobodová 2014*).



35. kép: A sugárzás útja a mintában transzmissziós módban

36. kép: Kálium-bromid pasztillák, a készítéséhez szükséges eszközökkel

Egy másik mérési mód a gyémánt alkalmazása, mint háttér. A két darab, néhány mm-es, síkra csiszolt kristályt acél foglalatokba illesztik, és a mérés során egymáshoz nyomják őket,



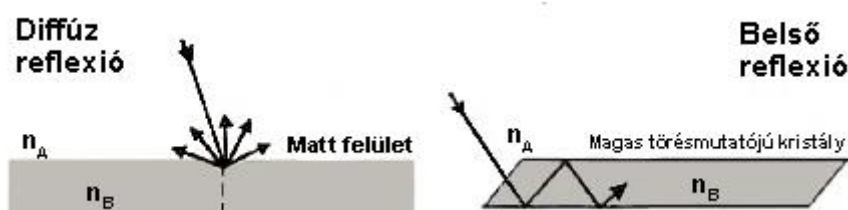
köztük a beágyazatlan mintával. Az infravörös sugárzás áthalad a gyémántokon, a nyomás hatására pedig a minta összepréselődik. Bár a gyémánt nem tökéletesen átlátszó a közép infravörösben (1800-2500  $\text{cm}^{-1}$  között vannak sávjai), a mikrospektroszkópiában alkalmazott gyémánt cellák nagyon vékonyak, és az abszorpciós sávjaik kevésbé zavaróak (*Derrick et al. 1999*).

37. kép: Gyémánt cellák

## Reflexiós módok

A reflexiós módokon belül is számos vizsgálat típusa létezik, amelyek abban térnek el, hogy a minta felületéről különböző szögekben visszaverődő infravörös fényt detektálják. A felületi reflexiós technikák a 70-es években terjedtek el, közülük csak a művészeti minták méréséhez alkalmazott változatokat említem.

A diffúz reflexiós (DRIFTS) spektroszkópiával olyan anyagokat célszerű mérni, amelyek a tér minden irányába szórják a fényt. Meilunas (*Meilunas 1986*) például festett rétegek vizsgálatára használta. Tapasztalatai szerint bár sok pigmentet lehet ezen a módon detektálni, kötőanyagok meghatározására nem alkalmas a DRIFTS. Mások egyéb művészeti tárgyak ragasztóanyagainak kutatására, vagy archeológiai minták vizsgálatára alkalmazták, de találunk példát a festmények felületén tisztítás hatására történő változások megfigyelésére is. (Hedley et al 1990) (*Derrick et al. 1999*).



38. kép: A sugárzás útja a diffúz és a belső reflexiós módokban

A belső reflexiós spektroszkópia, egy közvetítő anyag (az ATR kristály) belső reflexióján alapul. Ezen a módon 1959-ben mérték először, a technika hivatalos neve IRS. A mérések során az infravörös sugár belép az ATR kristályba, és többszörösen visszaverődik. A kristályt rányomják a mintára, és a magas törésmutatójú anyagból a reflektált infravörös fény belép az alacsonyabb törésmutatójú anyagba, így keletkezik a spektrum. Ezzel a technikával a minta felületéről kapunk információt, ugyanis csak pár mikrométernyi mélységig jut be a sugár az anyagba. Magasabb hullámhosszokon (tehát alacsonyabb hullámszámoknál) mélyebbre hatol be az infravörös sugárzás. Ha növeljük a minta és az IRS elem érintkezési pontjainak számát az elnyelt sugárzás intenzitása nő. A sugár beesési szögének változtatásával a belső visszaverődések számát tudjuk változtatni.

Az ATR elemnek nagyobb törésmutatójúnak kell lennie, mint a vizsgált elem, polírozott felületűnek és infravörösben átlátszónak. Általában germánium, cink-szelenid, gyémánt kristályokat használnak erre a célra (*Derrick et al. 1999*).

A különböző módokon felvett spektrumokon ugyanannak az anyagnak az abszorpciós sávjai kismértékben eltérhetnek – formában, intenzitásban, elhelyezkedésben.

A transzmissziós technika esetében transzmissziót mérünk, vagyis a minta által átengedett fényt detektáljuk. A transzmissziós spektrumok átalakíthatóak abszorbancia spektrummá, ekkor az abszorbancia (sávintenzitás) egyenesen arányos lesz a koncentrációval (Lambert-Beer törvény):

$$A = \log 1/T$$

Ennek az arányosságnak köszönhetően lehetséges matematikai műveleteket (pl. spektrális kivonást) végezni az abszorbancia spektrumokkal.

### *Infravörös mikrospektroszkópia*

Ha egy infravörös spektrométert mikroszkóppal építenek össze, a végeredmény egy infravörös mikrospektrofotométer lesz. Az első infravörös mikrospektroszkópok az 1950-es évek elején kerültek kereskedelmi forgalomba. A kezdeti időszakban még gyenge minőségű spektrumokat produkáltak, de a FTIR technika elterjedésével és a detektorok fejlődésével javult a technika. Az első publikált tanulmány festett rétegek vizsgálatáról ezzel a módszerrel 1970-ben jelent meg (van't Hul-Ehrnreich 1970) (*Derrick et al. 1999*).

A művészeti anyagok vizsgálatában azért különösen fontos ez az eljárás, mert festett tárgyak esetén általában több rétegről van szó, amelyeket nem tudunk tökéletesen szétválasztani a mérésekhez. Ezzel a technikával viszont akár a mintából készített keresztmetszet csiszolaton is tudunk mérni, transzmissziós és reflexiós módban is. Az eljárás alkalmas jól rögzíthető, beágyazatlan minták vagy darabminták vizsgálatára is, amelyek nyomásra nem érzékenyek, és így sérülés nélkül vizsgálhatóak (*Derrick et al. 1999*).

Minden IR mikrospektrofotométer képes bizonyos szintű „látható fényes” képalkotásra, de ezek általában gyengébb minőségűek, mint a hagyományos optikai mikroszkópos képek. Ezért a vizsgálat megkezdése előtt a keresztmetszetekről célszerű hagyományos mikroszkóppal fényképeket készíteni, hogy a megvizsgálandó rétegeket vagy pontokat jól be tudjuk állítani a vizsgálat során. Az állítható apertúra segítségével a minta kiválasztott részére fókuszálhatunk, a mérés csak ezen a területen történik. Az apertúrákkal behatárolható területek nagysága 10 mikrontól 1-2 mm-ig terjed (*Derrick et al. 1999*).

Az ATR objektívet (kristályt) kiegészítőként manapság gyakran alkalmazzák az infravörös mikrospektrométereknél. Ez felszíni analízist tesz lehetővé, például keresztmetszet csiszolaton.

#### *IV.3.2.2.4 Az infravörös spektroszkópia a műtárgyvizsgálatokban*

*A következő fejezet Derrick et al. 1999-ben megjelent Infrared Spectroscopy in Conservation Science című könyve alapján készült.*

A mérések megkezdése előtt a mintánkat sztereo és polarizációs mikroszkóppal is célszerű megvizsgálni, és a lehető legtöbb információt megszerezni róla. Fontos feltérképezni, milyen töltőanyagot tartalmaz a festett vagy alapozó réteg, azelőtt, hogy a kötőanyagot vizsgálánánk. Amennyiben nagyobb mennyiség áll rendelkezésünkre, mikrokémiai tesztek is végezzünk, és szemcsepreparátumot is készítsünk. Célszerű az infravörös méréseket egyéb műszeres vizsgálatokkal (pl. XRD, SEM-EDS) kiegészíteni, ugyanis minél több szempontból tanulmányozzuk az anyagokat (kristályszerkezet, elemanalízis, stb.), annál pontosabb eredményekhez jutunk, annál valószínűbb, hogy a méréseket megfelelően ki lehet majd értékelni.

#### *Kaparék vagy beágyazatlan anyag (por) mérése*

A kaparék vagy beágyazatlan mintákat transzmissziós módban célszerű mérnünk, de csak abban az esetben, ha egyetlen rétegből, vagy homogén bevonatból származnak. Többrétegű minta esetén ez a mód nem célszerű, hiszen a rétegeket manuálisan szét kellene választanunk a vizsgálathoz. Ha ezt nem tesszük meg, az összes réteg anyagát egyetlen spektrumban kapjuk meg. A rétegek szétválasztása azonban gyakran egyáltalán nem, vagy nem tökéletesen kivitelezhető, például ha bizonytalanok a réteghatárok, illetve túl vékonyak a rétegek, ami gyakori, hiszen a festett rétegek általában 50 mikrométer alattiak, sokszor csak 10-20 mikronosak.

A mintát a háttérként szolgáló anyagra helyezzük. Gyémántcellás berendezés esetén a kristályra kerül a darab, vagy por, majd a kristály másik oldalát is rányomjuk, ami összepréseli azt. Ezután a műszer felveszi a háttérret (a gyémánt cella spektrumát), majd a mérendő anyag spektrumát.



A transzmissziós módban végzett méréseknél a minta vastagsága összefüggésben van az elnyeléssel. Ha túl vastag a minta, a spektrum nehezen értékelhető lesz. A megfelelő vastagság a transzmissziós módban 1 mikrontól 20 mikronig terjed. A mintatartóként gyémánt cellákat használó berendezések esetén a kaparékot a kristályok összenyomják,

így közöttük a minta megfelelő vastagságú lesz a rájuk érkező nyomás hatására.

39. kép: Beágyazatlan kaparék  
(por) minta mérése

*Keresztmetszet csiszolatok mérése mikrospektroszkópiás módszerrel, ATR objektívvel*

Ezzel a módszerrel fókuszálhatunk, és centráljuk a mintát, a képernyőn megjelenik a vizsgálandó keresztmetszet képe. Felvesszük a háttérét: az ATR feltét rányomódik a minta egy olyan részére, ahol nem a mérendő anyag, hanem csak a háttér látható. Keresztmetszet csiszolatok esetén ez a beágyazó anyagot jelenti (pl. epoxi gyanta). Ezután ismét beállítjuk a minta képét, és kijelöljük a mérendő pontot vagy területet. Ezt követően az ATR feltét ismét rányomódik a felületre, és a műszer felveszi az anyag spektrumát. A jó spektrumhoz nagyon fontos hogy a minta sík legyen, és ne legyen levegő a mérőfej és a mérendő anyag között.

Ha növeljük az apertúrát (és a mérendő felületet), nagyobb energiaátvitel valósul meg, és a detektorra érkező jel is erősödik. A nagyobb apertúra esetén nagyobb lesz a jel/zaj viszony ugyanazzal a felbontással és mérési idővel. Ha apertúrát vagy mintát változtatunk, a háttérét újra fel kell venni. Túl vékony rétegek esetén a szomszédos rétegek anyagai is megjelenhetnek a spektrumban, ha pedig túl puha a felület, az ATR fej benyomhatja azt. Porózus, vagy „ragadós” minta esetén az ATR kristályra rátapadhatnak anyagok, ezért a mérések között az objektív gyakori tisztítása (pl. etanollal) fontos, hogy a spektrumok „szennyeződéseit” elkerüljük.

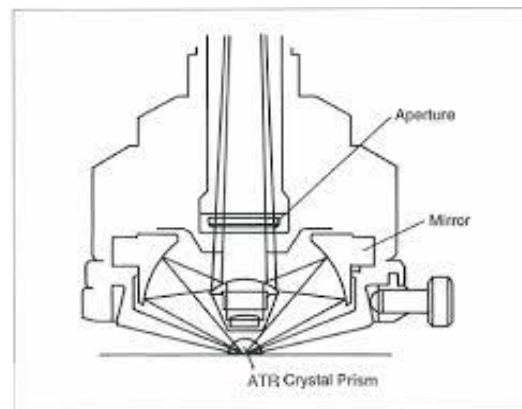


Fig.1 Diagram of the ATR Objective

40. kép: ATR objektív fotója (balra) és sematikus rajza (jobbra)

Ha a minta felülete egyenetlen, az infravörös sugár elhajolhat, ami diffrakciót okoz. A diffrakció problematikája meghatározza a használható minimum apertúra méretet a műszerben. A Getty Intézetben végzett kutatások alapján azt javasolják, hogy a jó minőségű spektrum érdekében a legkisebb használt apertúra 20 mikron legyen.



### *A műszer beállításai*

A megfelelő detektorválasztás befolyásolja a műszer érzékenységét, illetve hogy milyen tartományban lehet vele mérni (pl. 4000-500 cm<sup>-1</sup> vagy 4000-700 cm<sup>-1</sup>).

A felbontás, az adat pontok számát jelenti. Nagyobb felbontású beállítás több adat pontot jelent, ami jobb értelmezést tesz lehetővé. Az 1 cm<sup>-1</sup>-es felbontás magasabb, mint a 4 cm<sup>-1</sup>-es, mert azt jelenti, hogy egy pontot fog felvenni minden 1 cm<sup>-1</sup>-es területről. A 4 cm<sup>-1</sup>-es felbontás az általánosan alkalmazott paraméter. A finomabb felbontás előnye, hogy például egy sáv különállóként jelenhet meg, ami egy alacsonyabban csak vállként jelentkezik, így megnehezíti a kiértékelést. Különböző felbontású spektrumok összehasonlításánál tehát figyelembe kell venni, hogy milyen felbontással készültek.

### *A spektrumok értelmezése*

A spektrum a transzmittanciát (%T) „áteresztőképességet” vagy az abszorbanciát (%A) „elnyelést” ábrázolja az infravörös sugárzás frekvenciájának függvényében (hullámszámban megadva cm<sup>-1</sup>). Az abszorbancia mód kvantitatív vizsgálatokhoz szükséges, és matematikai műveletekhez (pl. spektrális kivonás). Ebben az esetben a sávok intenzitása egyenesen arányos a minta mennyiségével, koncentrációjával.

Az ATR technikával felvett spektrumokon annak érdekében, hogy összevethetőek legyenek a transzmissziós módon felvettekkel, úgynevezett ATR korrekciót kell alkalmazni. A kristályba belépő infravörös sugárzás annak anyagától és méretétől függően egyszeres vagy többszörös teljes visszaverődést szenved a kristály felszínéről. Az ATR kristály felszínéről visszaverődő fény úgynevezett evanescens (a képződési határfelületről exponenciálisan gyengülő) sugárzást hoz létre, ami behatol a mért anyagba. A vizsgálatnál alkalmazott ATR egység törésmutatóját és a reflexió (vagy reflexiók) szögét figyelembe véve kiszámítható, hogy az egyes hullámszámoknál milyen mélységig hatol be a sugárzás.

$$d_p = \frac{\lambda}{2\pi n_{IRE} \sqrt{\sin^2 \theta - \left(\frac{n_{smp}}{n_{IRE}}\right)^2}}$$

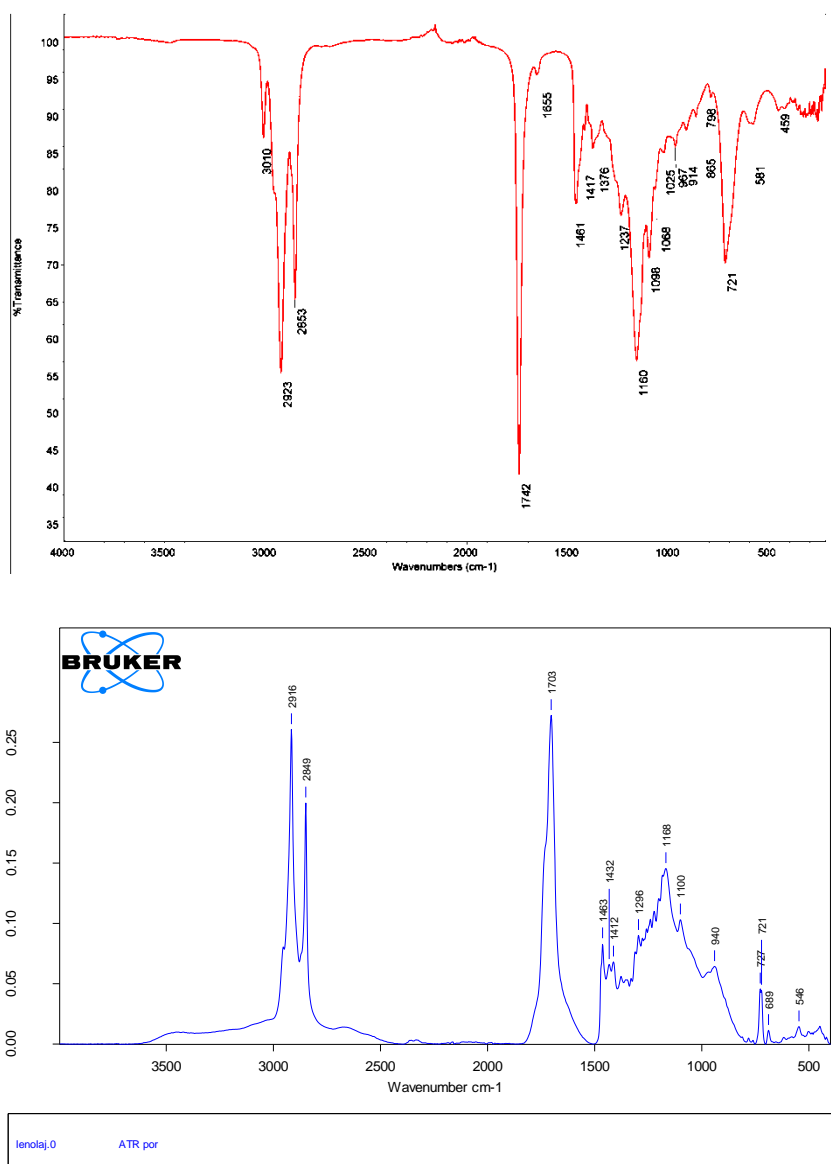
$d_p$  = behatolási mélység (m)

$\lambda$  = hullámhossz (m),

$n_{IRE}$  = az ATR kristály törésmutatója (2,41 a gyémánt esetében),

$n_{smp}$  = a minta átlagos törésmutatója,  $\theta$

Ebből következik, hogy az abszorbancia intenzívebb lesz az alacsonyabb hullámszámok felé haladva. Az ATR korrekcióval kompenzálható az abszorbancia hullámszám függése, így összehasonlíthatóvá válnak a „hagyományos” technikával felvett transzmissziós spektrumokkal (Kovács *et al.* 2015).



41. kép: Lenolaj transzmissziós (fent) és ATR technikával (lent) felvett spektrumai

A sávoknak három fontos jellemzője van: frekvencia, alak és intenzitás. Minden molekulára vagy anyagra egyedülállóak ezek a jellemzők.

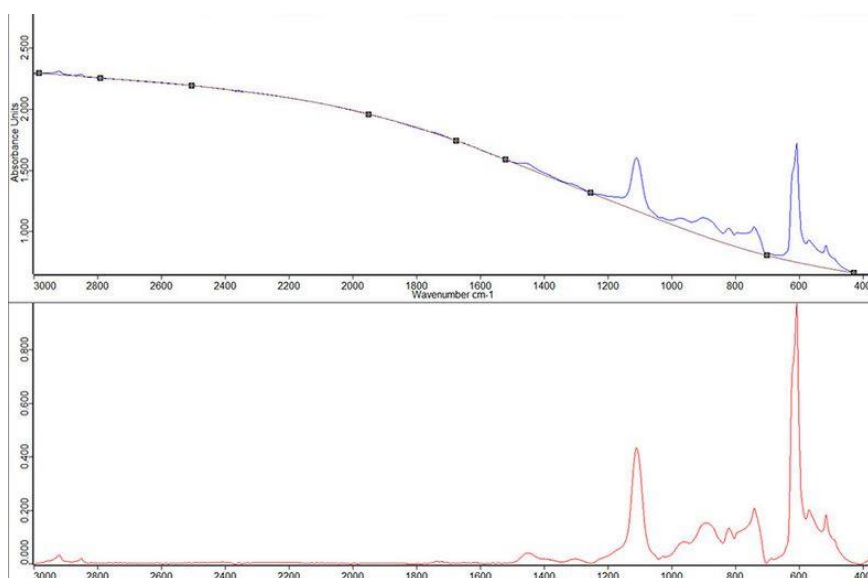
A sávok pozíciója, vagy frekvenciája bizonyos funkciós csoportok jelenlétét jelezheti az anyagban. Például az  $1703\text{ cm}^{-1}$  körül jelentkező sáv a lenolaj spektrumán (fent) a karbonil ( $\text{-C=O}$ ) funkciós csoport jelenlétére utal.

A sávok alakja az anyag tisztaságára és a funkciós csoportokra ad információt. Alapvetően minden sáv szimmetrikus, harang alakú, maximummal, és egyenlő szárnyakkal mindkét oldalon. Ha pl. kis válla van a sávnak, vagyis nem szimmetrikus, az arra utal, hogy átfed egy másikkal. A szimmetriában lévő változás a funkciós csoport változására is utalhat, például ha oxidálódott az anyag. Egy sáv alapvetően hegyes, „éles”, de a ki is kiszélesedhet, ha több sáv átfed vagy molekulák közötti reakciók mentek végbe az anyagban. Az alapállapotukban is széles sávok (pl. hidrogén kötés) és a dupla sávok nagyon karakterisztikusak.

Egy sáv intenzitása a többivel összevetve információt adhat az adott funkciós csoport mennyiségére és típusára. Azok a funkciós csoportok, amelyek a dipólus momentum nagyarányú változásáért felelősek (vagyis a molekulában nagy lesz a töltéseltolódás), intenzív sávokat fognak generálni.

#### *A spektrumok minősége*

A spektrumok minősége befolyásolja az értelmezhetőségüket. Ha az alapvonal nem vízszintes egyenes, vagy ahhoz közeli, akkor a háttér spektrum intenzitása valószínűleg nem egyezik a minta spektrumának intenzitásával. A hiba javítását számítógépes alapvonal korrekciónak nevezzük.



42. kép: Alapvonal korrekció az Opus programban

A zaj-jel aránynak egy meghatározott érték közé kell esnie: ez a legerősebb abszorpció 1%-ától nem lehet nagyobb. Ez a hiba akkor fordulhat például elő, ha túl kicsi a vizsgált minta. Számítógépes korrekcióval javítani lehet a spektrumot, ebben az esetben a felbontást csökkentik, és a zaj sávok kisebbnek tűnnek, vagy eltűnnek.

A sávok intenzitásának maximumát szintén ellenőrizni kell az értékelés előtt. Transzmissziós módban ez 10-65% közé kell, hogy essen, abszorpciós módban 1.0-0.2% közé. A sávok intenzitásának maximuma a minta koncentrációjára és vastagságára utal. A határokon kívül eső értékek esetén bizonyos sávok elvesznek, vagy nehezen észlelhetőek lesznek.

#### *A spektrumokon megjelenő zaj*

Bizonyos típusú műszerek esetében, ha a méréseket olyan helyiségekben végzik, ahol a levegő szén-dioxid tartalma magas, a spektrumokon erős elnyelés jelentkezhet 2340  $\text{cm}^{-1}$ -nél, ami félrevezető lehet. Ha a teremben magas a levegő páratartalma, 4000-3000  $\text{cm}^{-1}$  és 1800-1600  $\text{cm}^{-1}$  között kicsi, éles sávok jelenhetnek meg. Ha például több ember tartózkodik a műszerrel egy helyiségben, ezek az értékek jelentősen megnőhetnek, ezért a mérési körülményekre is figyelmet kell szentelni! A spektrumok feldolgozására használatos szoftverekbe vízgőz- és szén-dioxid korrekciót építettek be ezeknek a hibáknak a kiküszöbölésére. Más berendezésekben a mintatér nitrogén gázzal, vagy szén-dioxid- és vízgőz mentesített levegővel öblített.

#### *A spektrumok értékelése ismeretlen minta esetén*

Az ismeretlen anyagok spektrumainak értelmezéséhez nyomtatott, és digitális referencia könyvtárak állnak rendelkezésünkre. Ezekben a könyvtárakban összegyűjtik az ismert anyagok (pigmentek és kötőanyagok külön-külön, de akár keverékekben is, gyanták, restauráláshoz használt anyagok stb.) spektrumait. Sok közülük ingyenesen is elérhető, mások díj ellenében használhatóak.

A vizsgálatot végző személynek először önállóan, saját (kémiai, ásványtani) ismeretei alapján kell a spektrumot értékelnie, majd az ismeretlen minta spektrumát referencia spektrumokkal kell összevetnie. Keverék anyagok esetében a kiértékelés nagy szakértelmet kíván, ugyanis a spektrumok nagyon összetettek lehetnek. Tökéletes egyezés a referencia és az ismeretlen spektrumok között szinte soha nincs. Ezért is fontos a minta más módszerekkel megismerhető összetevőinek előzetes felmérése, mert ez segíti a spektrumok kiértékelését. Előzetes információk nélkül, egy több komponenses összetett anyagnál az átfedő elnyelési sávok miatt szinte lehetetlenné válhat a kiértékelés, vagy téves eredmények megállapítására is vezethet, ha nem készülnek kiegészítő vizsgálatok.

Fontos, hogy a megfelelő spektrum könyvtárat használjuk az összehasonlításokhoz. Kifejezetten művészeti és restaurátori anyagok spektrumaiból számos nagy intézmény (pl. Getty Conservation Institute) készített már részletes könyvtárat, de kisebbek is elérhetőek (pl. [http://lisa.chem.ut.ee/IR\\_spectra](http://lisa.chem.ut.ee/IR_spectra)) A témával foglalkozó kutatóknak saját készítésű referencia spektrum használata szintén nagyon hasznos lehet, mert ezeket a mintákat a saját műszerünkkel vizsgáljuk, és az előkészítésük is ugyanolyan módon történik, mint az ismeretlen minták esetében.

Egyetlen sáv jelenléte önmagában még nem igazolja egy anyag jelenlétét, ugyanis más anyagok is tartalmazhatják ugyanazt a funkciós csoportot. De egy karakterisztikus sáv hiánya alapján viszont biztosan kijelenthető, hogy egy bizonyos anyagcsoport nincs jelen a mintában. Például egy kötőanyag vizsgálat esetében, ha nincs karbonil sáv  $1750-1650\text{ cm}^{-1}$  között, akkor abban az anyagban nincs jelentős mennyiségű olaj, tojássárgája, enyv, természetes gyanta, akril, alkid vagy hasonló szintetikus anyag, ami karbonil csoportot tartalmaz.

#### *Számítógépes műveletek és beállítások*

Bizonyos számítógépes műveletekkel megkönnyíthetjük a munkánkat a spektrumok értelmezése során.

A kivonási technikákkal az összetett anyagok spektrumát lehet például alkotórészekre bontani, vagy szennyeződések sávjait eltávolítani. Ha keverék anyag esetén egy anyagot biztosan meghatároztak, a hozzá tartozó sávokat ki tudják vonni a spektrumból, és csak a megmaradókat vizsgálják tovább. Egyes szakemberek (Eva Svobodová, Ivana Kopecká, a cseh Narodní Techniké Muzeum munkatársai) nem ajánlják a kivonási műveletet, mert véleményük szerint a „maradék” spektrumról eltűnhetnek olyan információk is, amelyek lényegesek a keresett anyag meghatározásához.

Ha deriválják (származtatják) a spektrumot, visszaalakítják interferogrammá (vagyis nyers adatokká), és általában a második származtatott (derivált) spektrumot használják. A művelettel a sávok élesebbek lesznek, de hátránya, hogy az intenzívebbeknek oldal vállai keletkezhetnek, vagyis nő a jel/zaj arány.

A dekonvolúció lényege, hogy egy sáv összetevőinek vonalszélességét csökkentik, így az alkotórészek rezgései jobban elkülönülhetnek, vagyis javulhat a felbontás. A művelet viszont csak abban az esetben hasznos, ha ismerjük az alkotórészek sávjainak tényleges szélességét, de ez az információ általában nem áll rendelkezésünkre. Rosszul megválasztott

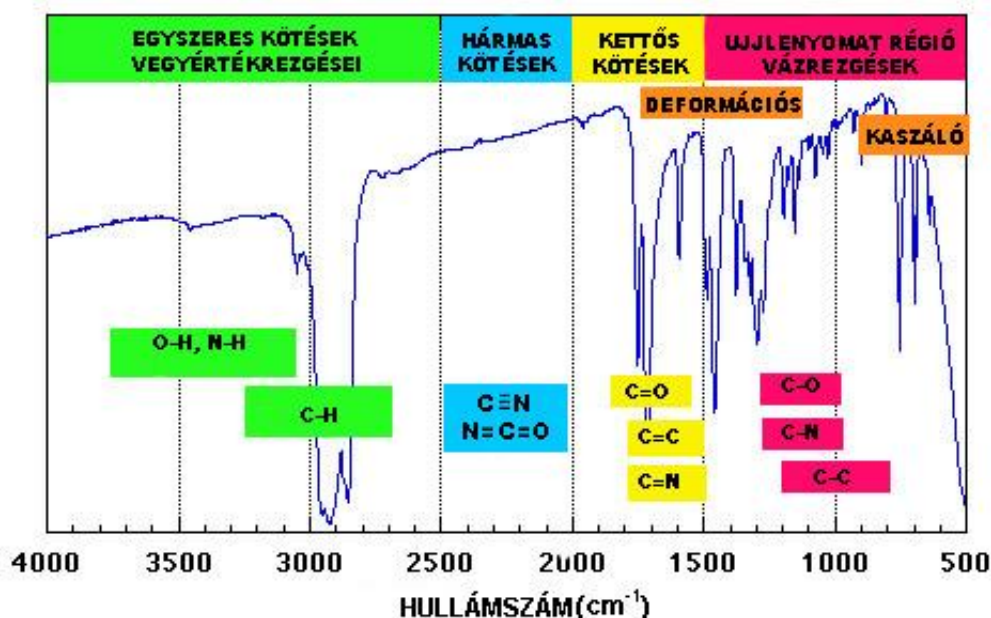
értékek használatával a dekonvolúció a sávok torzulását okozhatja, vagy olyan vállak megjelenését, ami félreértelmezésekhez vezethet.

A térképezés (mapping) segítségével előre kijelölt pontok spektrumait egymás után, automatikusan veszi fel a műszer, így meggyorsíthatjuk a mérési folyamatot.

A „rács” (grid) beállítással a műszer az egész mintáról felvételt készít, hálószerűen elrendezett pontok alapján. A felvett spektrumokból kiválaszthatjuk a számunkra érdekes sávokat (pl. szénhidrát kötés rezgését) majd a szoftver megmutatja, hogy hol fordul elő ez a kötés a mintán, és milyen intenzitással.

### A spektrális régiók

A következő fejezet Derrick et al. 1999-ben megjelent *Infrared Spectroscopy in Conservation Science* című könyve alapján készült.



43. kép: A spektrális régiókra jellemző kötés rezgések

### *O-H és N-H kötések régiója (4000-2600 cm<sup>-1</sup>)*

A hidroxil csoportok (OH csoport) széles burkológörbét hoznak létre, 3400 cm<sup>-1</sup> körüli sávval. A mintában abszorbeált (kötött) víznek és alkáli sóknak is lehetnek itt rezgései, ezért könnyen félreértelmezhető. A hidrogén kötésre jellemző sáv képes változtatni az alakját és a pozícióját. A karboxil savak O-H kötés rezgése széles, 3400 cm<sup>-1</sup> körüli csúccsal rendelkező sávot hoz létre. Az agyagban lévő víz éles sávokat eredményez 3700-3500 cm<sup>-1</sup> körül. N-H kötések szintén elfordulnak ebben a régióban, 3350 cm<sup>-1</sup> körül, és általában

élesebbek, mint az O-H kötések. Ha kötőanyagot vizsgálunk, ezeknek a sávoknak a hiánya azt jelenti, hogy nincs a mintában szénhidrát vagy fehérje.

#### *C-H vegyértékrezgés régiója (3200-2800 $\text{cm}^{-1}$ )*

Az aromás és vinil szénhidrátok rezgései 3100-3000  $\text{cm}^{-1}$  körül jelentkeznek. A metilén ( $\text{CH}_2$ ) csoport aszimmetrikus rezgése 2925  $\text{cm}^{-1}$  a szimmetrikus 2850  $\text{cm}^{-1}$  körül, a metil csoport ( $\text{CH}_3$ ) hasonló rezgései pedig 2962 és 2872  $\text{cm}^{-1}$  körül láthatóak. Tehát a telített szén csoportok alacsonyabb hullámszámnál (3000  $\text{cm}^{-1}$  alatt), a telítetlenek pedig a magasabb hullámszámokon (3000  $\text{cm}^{-1}$  felett) jelentkeznek. A viaszoknak, olajoknak, természetes gyantáknak erős szénhidrogén rezgéseik vannak, a fehérjéknek gyengék.

#### *Ablak régió 2800-1800 $\text{cm}^{-1}$*

Ebben a régióban csak néhány sáv fordul elő – például a levegő szén-dioxid ( $\text{O}=\text{C}=\text{O}$ ) tartalmát jelző kettős sáv 2340  $\text{cm}^{-1}$  körül. 2120  $\text{cm}^{-1}$  körül a szén hármas kötés sávja látható, 2240  $\text{cm}^{-1}$ -nél a nitril ( $-\text{C}\equiv\text{N}$ ) csoport rezgése, az izocianát ( $-\text{N}=\text{C}=\text{O}$ ) vibrációja 2160  $\text{cm}^{-1}$ -nél. A vas-ferrocianidban (poroszkék) található cianát ismerhető fel az utóbbi régióban az erős elnyelésről.

#### *Szén kettős kötés régió (1800-1500 $\text{cm}^{-1}$ )*

1850-1650  $\text{cm}^{-1}$  között az erősen poláros karbonil ( $-\text{C}=\text{O}$ ) kötés erős abszorpciós sávja jelenik meg, ami a típusok szerint változtatja a helyzetét: karbonil típus: 1740  $\text{cm}^{-1}$  észter, 1710  $\text{cm}^{-1}$  keton. Az amid ( $-\text{CONH}-$ ) I csoport 1650  $\text{cm}^{-1}$ -nél, az amid II 1550  $\text{cm}^{-1}$ -nél, az amid III 1450  $\text{cm}^{-1}$ -nél tűnik fel, lépcsőzetes, egyre csökkenő intenzitásokkal. A karboxil savak sóiban található aszimmetrikus nyúlás a C-O kötésekben 1650-1540  $\text{cm}^{-1}$  körül látható. A szén kettős kötés ( $\text{C}=\text{C}$ ) rezgése 1640  $\text{cm}^{-1}$  körül, az aromás szén-szén vibrációk 1600-1581 és 1500-1400  $\text{cm}^{-1}$  körül jelentkeznek.

#### *Ujjlenyomat régió 1500-500 $\text{cm}^{-1}$*

A legtöbb funkciós csoportnak ebben a régióban is vannak sávjai. Ha az ujjlenyomat régióban találhatóakkal egyeztetjük a többi sávot, igazolható egy anyag jelenléte. A tartomány értelmezése viszont igen nehéz lehet, mert sok az átfedés és egymásra ható rezgés. A régióban jelentkező sávok minden anyagra nézve egyediek, így a helyes értékelés spektrumkönyvtárakkal összevetve anyag meghatározásra lehet alkalmas.

## *Spektrum – anyagszerkezet összefüggések*

*A következő fejezet Derrick et al. 1999-ben megjelent Infrared Spectroscopy in Conservation Science című könyve alapján készült.*

### *Alifás szénhidrogének*

A legtöbb szerves anyag spektrumán megtalálhatóak a C-H molekulák vegyérték rezgései, 3000-2800  $\text{cm}^{-1}$  között. A metil csoport ( $\text{CH}_3$ ) vegyértékrezgései: 2962 és 2872  $\text{cm}^{-1}$  aszimmetrikus és szimmetrikus, kisebb sávok. A metilén csoport ( $\text{CH}_2$ ) vegyértékrezgései: éles aszimmetrikus és szimmetrikus sávjai 2926 és 2850  $\text{cm}^{-1}$ .

A metil csoport ( $\text{CH}_3$ ) deformációs rezgései: 1450 és 1380  $\text{cm}^{-1}$  aszimmetrikus és szimmetrikus. A metilén csoport ( $\text{CH}_2$ ) ollózó rezgése 1465  $\text{cm}^{-1}$ . Hosszú láncú metilén csoportoknál, ahol több, mint 4 metilén csoport van a láncban, 730  $\text{cm}^{-1}$  körül található egy az atomcsoport síkjában történő rezgés. Homogén, félkristályos anyagok esetében az abszorpciók élesebbek, és a metilén rezgések sávjai jellemzően kettéhasadnak, valamint 1350 és 1150  $\text{cm}^{-1}$  körül is találhatóak gyenge metilén abszorpciók.

### *Aromás szénhidrogének*

Aromás C-H vegyértékrezgések 3100-3000  $\text{cm}^{-1}$  körül láthatóak. A legerősebb és legtöbb információt adó sávok gyakran 1000 és 655  $\text{cm}^{-1}$  között jelennek meg. Ezeket az erős sávokat a gyűrű C-H kötéseinek atomcsoport síkjára merőleges deformációs rezgései okozzák. A hiánya bármelyiknek ezek közül a fő sávoknak ebben a régióban azt jelenti, hogy az anyag nem aromás. A C-C kötések vázrezgései a gyűrűben 1600-1585  $\text{cm}^{-1}$  és 1500-1400  $\text{cm}^{-1}$  között láthatóak.

### *Alkoholok és hidroxil abszorpciók*

Az alkoholok spektrumain a jellemző sávokat az O-H és C-O kötések rezgései okozzák. A hidrogén kötések széles IR sávokat hoznak létre. Az O-H kötés rezgése 3600-3200  $\text{cm}^{-1}$  között jelentkezik. A C-O kötés abszorpciója az alkoholokban 1260-1000  $\text{cm}^{-1}$  között található. Más gyengébb O-H deformációs rezgések 1420-1330  $\text{cm}^{-1}$  között fordulnak elő.

### *Karbonilok: aldehidek, ketonok, észterek*



Ketonok, aldehidek, savak, észterek, anhidridek és amidok erős karbonil (C=O) vegyértékrezgéseket produkálnak 1870-1640  $\text{cm}^{-1}$  között. A karbonil sávnak viszonylag állandó a pozíciója és az intenzitása, tehát az egyik legkönnyebben felismerhető. A rezgés pontos helyzete a molekula környezettől függ. Ketonban 1720-1690  $\text{cm}^{-1}$  körül, észterben 1750-1730  $\text{cm}^{-1}$  körül jelenik meg. Az észterekben és aldehidekben megtalálható szomszédos C-O kötés rezgései 1400-1000  $\text{cm}^{-1}$  között jelennek meg. A ketonoknak szintén vannak itt gyenge sávjai.

#### *Karbonilok: amidok*

Az elsődleges és másodlagos amidok spektrumai erős karbonil (C=O) sávokat tartalmaznak 1650  $\text{cm}^{-1}$  körül, ezt az I-es amid sávnak nevezzük. A másodlagos amidoknak egy további sávja jelenik meg 1550  $\text{cm}^{-1}$  körül, ez a II-es amid sáv, ami a C-N és N-H kötések rezgéseinek kombinációja. Egy C-H deformációs rezgés látszik 1450  $\text{cm}^{-1}$  körül. Az amid III rezgés 1280  $\text{cm}^{-1}$  körül jelentkezik, és főként az amid- vagy peptidkötés N-H deformációs és C-N vegyértékrezgésének kombinációja. Az amid I. II. és III. sávok relatív intenzitása lépcsőzetesen csökken a poliamidokban (pl. fehérjékben). Az aszimmetrikus és szimmetrikus N-H vegyértékrezgések 3350  $\text{cm}^{-1}$ -nél és 3180  $\text{cm}^{-1}$ -nél láthatóak. A hidrogénkötések kiszélesíthetik ezeket a sávokat, amitől úgy tűnhet, csak egy sáv van itt, habár általában éleesebbek, mint az O-H rezgések abszorpciói. Gyakran az O-H kötések rezgései átfedik ezt a régiót, és csak kisebb vállakként jelennek meg az N-H rezgések.

<b>Funkciós csoport</b>	<b>Képlet</b>	<b>Az abszorpciós sáv frekvenciák</b>
hidroxil	-OH	A hidroxil csoportok általában egy széles burkológörbét alkotnak 3400 $\text{cm}^{-1}$ körül. A hidrogén kötés változtathatja a pozícióját és az alakját.
telítetlen CH	-H- $\phi$ C -H-C=C	Az aromás szénhidrogének CH nyúlásai 3100-3000 $\text{cm}^{-1}$ körül láthatóak. CH nyúlások egy szén-szén kettőskötésből 3030 $\text{cm}^{-1}$ körül láthatóak.
alifás CH-metilén	-CH <sub>2</sub> -	A metilén csoport CH nyúlásai 2925 (aszimmetrikus) $\text{cm}^{-1}$ és 2850 (szimmetrikus) $\text{cm}^{-1}$ körül láthatóak. A deformációs rezgések 1465 $\text{cm}^{-1}$ körül, a kaszáló rezgés: 730 $\text{cm}^{-1}$ körül
alifás CH-metil	-CH <sub>3</sub>	A metil csoport CH nyúlásai 2962 $\text{cm}^{-1}$ (aszimmetrikus) és 2872 (szimmetrikus) $\text{cm}^{-1}$ körül jelennek meg. A CH deformációs rezgései 1450 $\text{cm}^{-1}$ és 1380 $\text{cm}^{-1}$ körül.
szén-szén többszörös kötések	-C=C- -C $\equiv$ C-	Egy szén-szén kettős kötés rezgése található 1640 $\text{cm}^{-1}$ körül, és egy hármas kötésé 2120 $\text{cm}^{-1}$ körül. Aromás szén vegyértékrezgések 1600-1500 $\text{cm}^{-1}$ között jelennek meg. Az atomcsoport síkjára merőleges deformációs rezgések erős éles sávokat hozhatnak létre 1000-650 $\text{cm}^{-1}$ között

szén-nitrogén	-C≡ N -N=C=O -S-C≡ N	Egy nitril (-C=N) rezgés 2240 cm <sup>-1</sup> , egy izocianát (-N=C=O) nyúlás 2265 cm <sup>-1</sup> , egy tiocianát (-S-C=N) 2160 cm <sup>-1</sup> körül.
karbonil	-C=O	Az erősen poláros karbonil kötés erős abszorpciót hoz létre 1850-1650 cm <sup>-1</sup> között, a karbonil típusától függően: pl. 1740 cm <sup>-1</sup> – észter, 1710 cm <sup>-1</sup> – keton.
amid	-CONH-	A nitrogén-oxigén kötés rezgése 3350 cm <sup>-1</sup> körül látható. Az amid I 1650 cm <sup>-1</sup> , az amid II 1550 cm <sup>-1</sup> , az amid III 1280 cm <sup>-1</sup> körül jelenik meg. Lépcsőzetesen csökkenő intenzitásúak.
savak sói	-CO <sub>2</sub> -	A szén-oxigén kötés aszimmetrikus rezgése 1650-1540 cm <sup>-1</sup> körül, a szerkezettől függően.
karbonát	-CO <sub>3</sub> =	Széles vegyértékrezgés 1450 cm <sup>-1</sup> körül, éles sávokkal 900-700 cm <sup>-1</sup> között, a kationtól függően
szén-oxigén egyszeres kötés	-C-O-	A rezgés 1200-1000 cm <sup>-1</sup> között jelenik meg, a molekuláris szerkezettől és a hidrogénkötéstől függ a helyzete.

3. táblázat: A funkciós csoportok jellemző hullámszámaikat összesítő ábra. A pontos elhelyezkedésüket a fizikai állapotuk és a molekuláris környezetük határozza meg (*Derrick et al 1999*).

#### IV.3.2.2.5 Művészeti anyagok vizsgálata

A következő fejezet *Derrick et al. 1999-ben megjelent Infrared Spectroscopy in Conservation Science* című könyve alapján készült.

Nagyrészt keverék anyagok, állati vagy növényi eredetűek. Egyszerű molekuláktól az összetett többkomponenses keverékekig változhatnak, és az anyagok egymással is reakcióba léphetnek. Széles, átfedő sávokat generálhatnak, főleg az ujjlenyomat régióban, azonosításuk különösen nehéz lehet, ha keverék rétegekben fordulnak elő szervesetlen anyagokkal.

A következőkként oszthatjuk fel ezeket az anyagokat: gyanták (fa vagy állati eredetű), olajok, gumik, viaszok és fehérjék. Azonosításukat le lehet egyszerűsíteni a karbonil (C=O) és a szénhidrogén (CH) abszorpciós sávok elhelyezkedésének, intenzitásának és alakjának meghatározására.

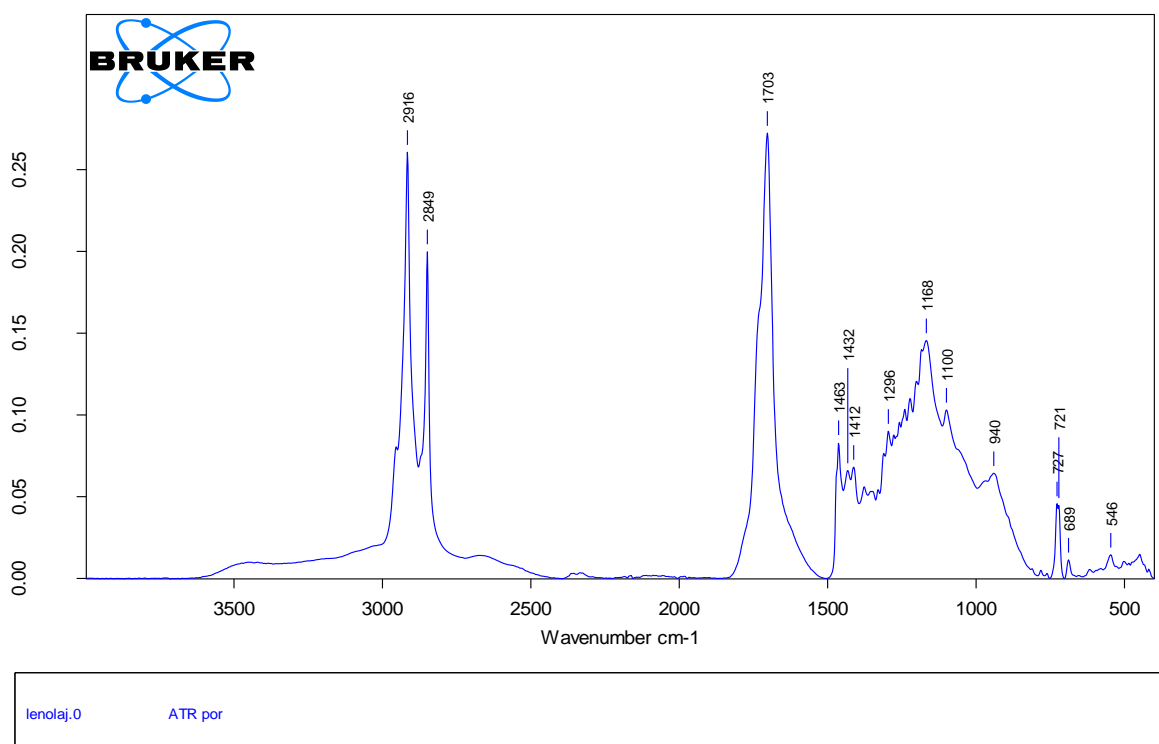
#### Olajok

Az olajok és zsírok növényi, vagy állati eredetűek lehetnek. Ezek az anyagok zsírsavak glicerol észterei, változatosságukat a zsírsavak típusai és összetétele okozza. Az anyagcsoporton belüli pontos meghatározáshoz kromatográfiás műszerek szükségesek, de az olajtartalom kimutatható az infravörös spektroszkópiával. A metilén (CH<sub>2</sub>) kötés rezgések jól láthatóak 2926 és 2855 cm<sup>-1</sup>-nél, és a gyenge vagy közepes intenzitású olefin (C=C-H) kötés

vibrációja is feltűnhet  $3020\text{ cm}^{-1}$ -nél. Ennek a sávnak az intenzitása az olaj száradásának állapotától függ, mert ha már teljesen átszáradt, ez a sáv nagyon kicsi lesz, vagy csak egy alig észlelhető vállként jelenik meg. Erős, éles karbonil ( $\text{-C=O}$ ) sáv található  $1750\text{-}1740\text{ cm}^{-1}$  körül az olajok észter csoportja miatt. Ez az erős sáv csak az olajokra jellemző a természetes szerves anyagok közül. Egyes pigmentekkel keverve kissé eltolódhat alacsonyabb hullámszámok felé. További karakterisztikus sávok:  $1464, 1379, 725\text{ cm}^{-1}$ , melyek C-H kötésekhez tartoznak.  $1240, 1165, 1103\text{ cm}^{-1}$  körül C-O sávok jelentkezhetnek, az  $1165\text{ cm}^{-1}$  a legerősebb ezek között, a másik kettő gyengébb.

Olajok azonosítását Sherve és társai 1950-ben, Barclay 1989-ben, Kosek és Green 1992-ben kiviteleztek IR eljárásokkal. A lenolaj száradási folyamatainak vizsgálatáról Baer és Indictor 1976-ban készített tanulmányt, majd 1977-ben az UV sugárzás hatásáról ezekre a reakciókra Low és Baer írt cikket.

Infravörös spektroszkópiával többek között vizsgálták a lenolaj öregedési folyamatait (*Meliunas et al 1990*), vagy különböző pigmentekkel keverve a szerves és szervetlen alkotórészek közötti reakciókat (*Boon et al 2005*).



44. kép: Körülbelül 20 éves, megszáradt lenolaj minta spektruma

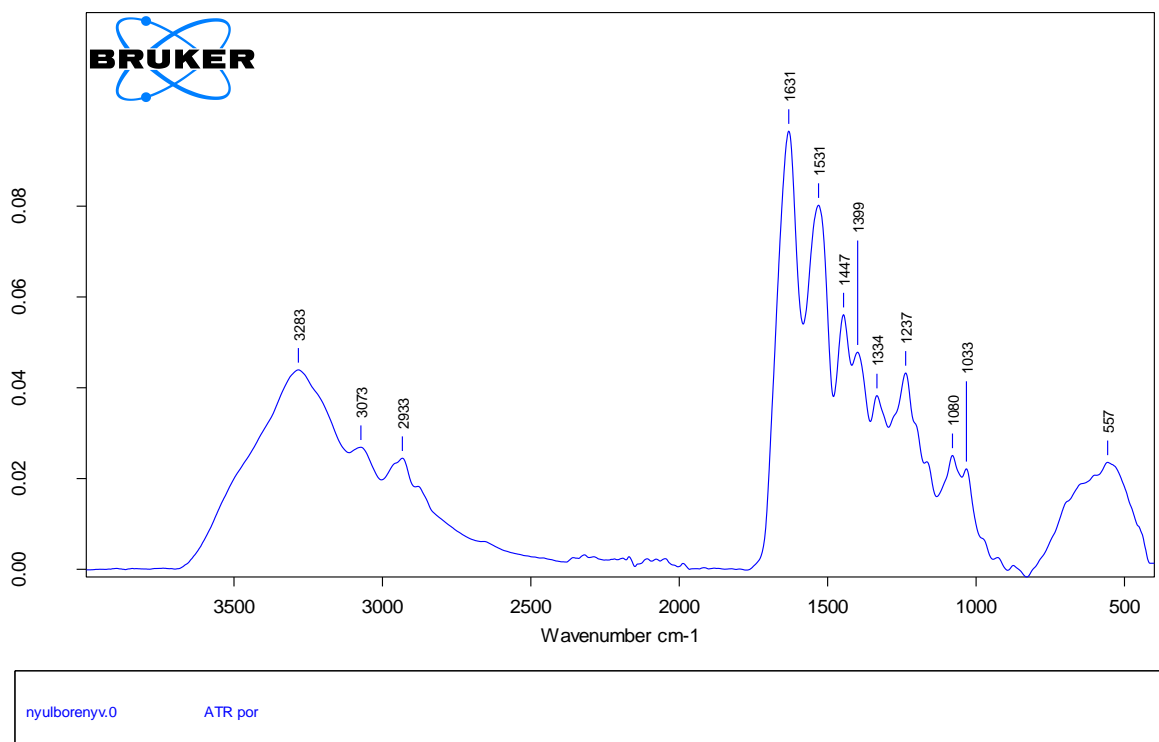
## *Fehérjék*

A fehérjék polimerek, amelyek aminosav monomerekből épülnek fel. Húszféle, a természetben megtalálható aminosav kombinációi alkotják a különböző fajtaikat. A technikával lehetséges a fehérje csoportot azonosítani, de kizárólag a spektrumból csak néhány esetben tudunk a típusokra következtetni: például a halenyv és az albumin esetében. A pontos aminosav szerkezet megállapításához azonban valamilyen kiegészítő vizsgálat szükséges, például folyadék vagy gázkromatográfia. Az abszorpciós sávok helyzetéből és a sávintenzitásból például a kollagén és a zselatin degradációját is vizsgálták (Birstein és Tu'Chinskii 1981, Derrick 1991).

A fehérje spektrum nagyon jellegzetes, az amid I (C=O)  $1650\text{ cm}^{-1}$ - körül, az amid II  $1550\text{ cm}^{-1}$  körül találhatóak. Az amid III  $1280\text{ cm}^{-1}$  körül jelentkezik. A sávok intenzitása lépcsőzetesen csökken.

Az amid jelenléte megerősíthető az N-H vegyértékrezgés jelenlétével  $3350\text{ cm}^{-1}$  és  $3180\text{ cm}^{-1}$  körül, ezt amid A rezgésnek is nevezik. Ezek a sávok kiszélesedhetnek a hidrogénkötések miatt, vagy a minta víztartalma miatt az O-H kötések átfedik őket, ezért gyakran nem figyelhetőek meg.

Perron 1989-ban igazolta, hogy a fehérjék, mint anyagcsoport jól azonosíthatóak az infravörös spektrumuk alapján. A kollagén és a zselatin denaturációjáról és az abszorpciós sávok intenzitásának, helyzetüknek összefüggéseiről is születtek tanulmányok (Birstein és Tu'Chinskii 1981, Payne és Veis 1988, Derrick 1991). Elefántcsont különböző típusainak elemzéséhez szintén alkalmaztak FTIR technikát (Lee 1991).



45. kép: Körülbelül 20 éves nyúlborérv minta spektruma

### Gyanták (fa)

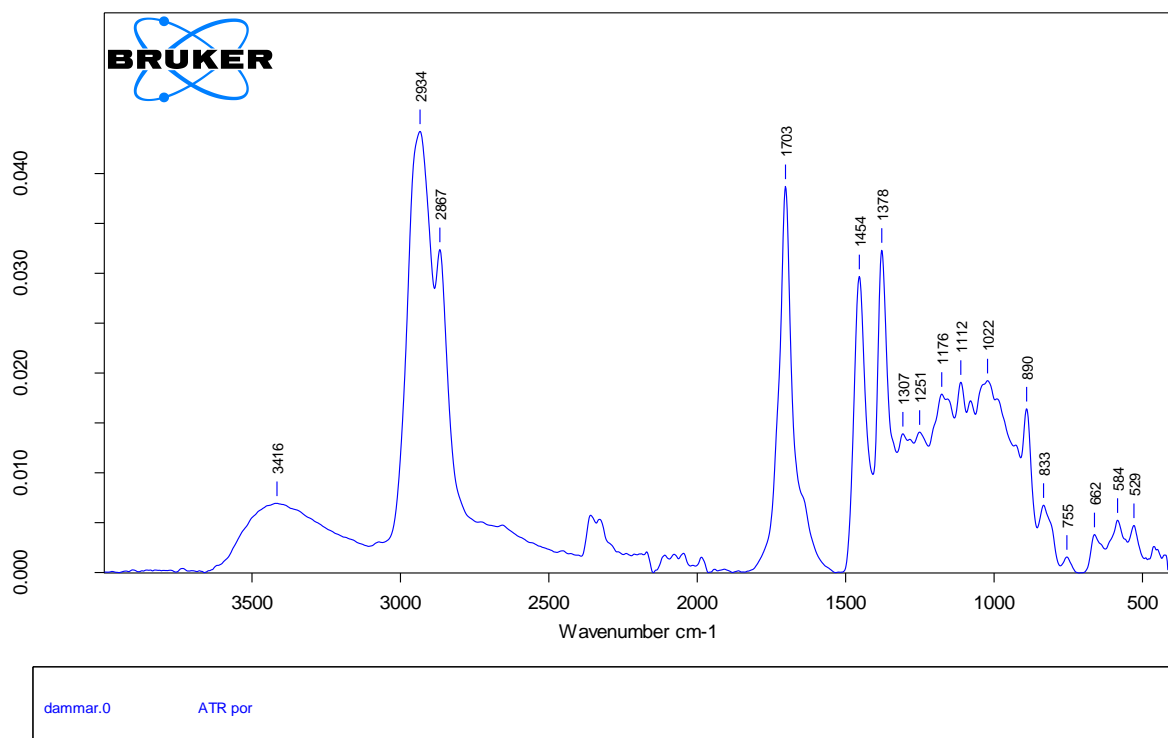
A fa eredetű gyanták (pl. dammár, kolofónium, masztix stb.) elsősorban gyantasavakból épülnek fel, alifás három gyűrűs szerkezettel. Három fő csoportba oszthatjuk őket: aromás, diterpén és triterpén gyanták.

Spektrális jellemzőik a következők. A gyűrűs szerkezet miatt erős C-H sávok jelennek meg, valamivel magasabb hullámszámon, mint az olajnál, 2958-2930 és 2875-2865  $\text{cm}^{-1}$  körül. A gyanták típusaik szerint szerkezetükben kissé eltérnek, vagyis a metilén ( $\text{CH}_2$ ) csoportok molekuláris szerkezete más és más, és számos metil ( $\text{CH}_3$ ) csoport található bennük. Ezért a hozzájuk tartozó sávok kevésbé lesznek élesek, hegyesek, mint az olajok és viaszok esetében.

A gyantákat általában két sávval lehet megkülönböztetni a többi anyagcsoporttól. Az első, a karboxil csoport rezgése, ami leggyakrabban gyenge és széles, 2700-2500  $\text{cm}^{-1}$  körül látható. A másik sáv, amit minden fa eredetű gyanta spektruma tartalmaz, egy erős karbonil ( $\text{C}=\text{O}$ ) vibráció 1715-1696  $\text{cm}^{-1}$  körül. Az oxidációval és az anyag öregedésével ez a sáv kiszélesedik, de maximuma ezen a területen marad.

Az ujjlenyomat régióban található sávok alapján minden gyanta fajtát lehetséges meghatározni az egyedi szerkezet alapján. A felsorolt (jó pár) abszorpciós sáv legalább felének jelenléte a spektrumon az adott gyanta jelenlétét indokolja.

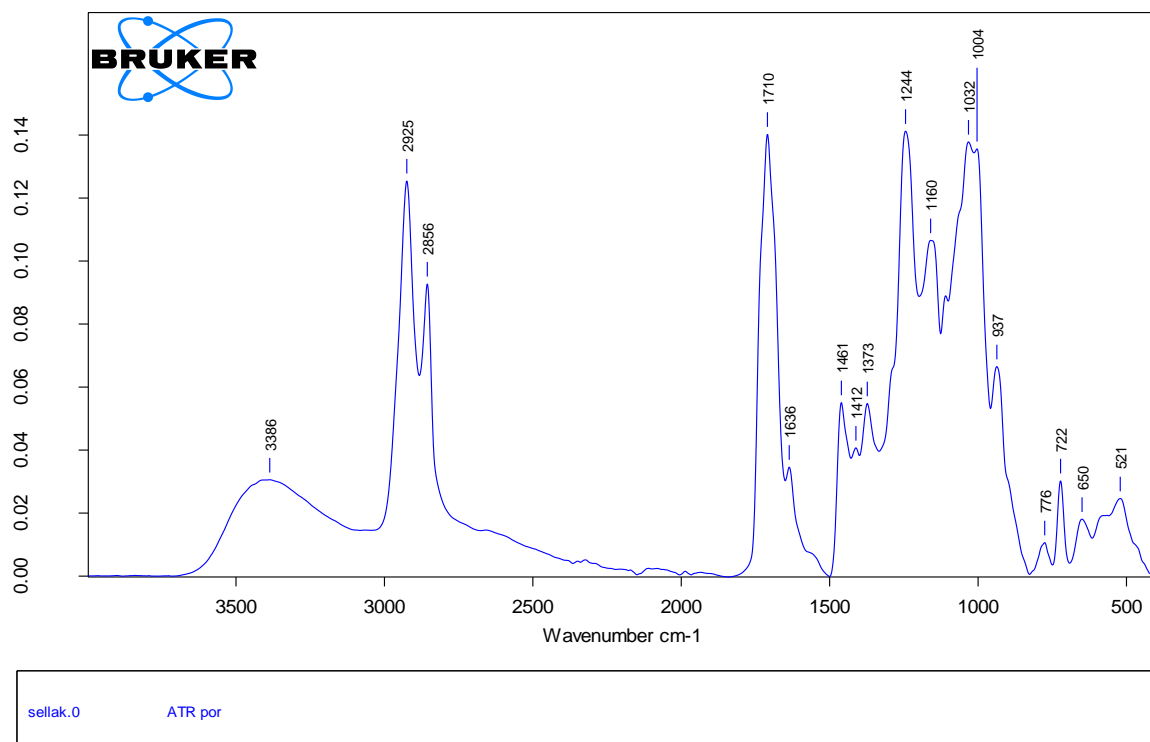
Gianno és munkatársai több mint 100 féle ázsiai gyantát és gumit analizáltak IR technikával, eredményeiket etnográfiai tárgyak bevonatainak és ragasztóinak vizsgálatára használták (Giano et al. 1987). Feller (1954, 1959) a masztixot és a dammárt elemezte, a masztix lakkok változásait lúgos tisztítás hatására pedig Burnstock és Learner 1992-ben. A történeti lakkokat Korte és Staat valamint McCormick-Goodhart vizsgálták a technikával 1989-ben. Afrikai kerámiák gyanta bevonatairól (Hexter és Hopwood 1992) és archeológiai maradványokról (Shearer 1987) szintén születtek IR tanulmányok. Derrick 1989-ben bútorokon található lakkokat különített el az eljárással. Etruszk hajóroncsokon (Robinson et al. 1987) és mediterrán amfórákon (Beck, Smart és Ossenkop, 1989) fenyőgyantát azonosítottak, aszfaltot és bitumenes gyantákat Wolbers azonosított színezékeként 1984-ben. Görög műtárgyakon Beck és társai borostyánt határoztak meg 1971-ben, Follette 1985-ben pedig etruszk ékszereken találta meg ugyanezt az anyagot. Williams, Waddington és Fenn 1990-ben IR spektroszkópiával tanulmányozta a borostyán változásait légköri szennyezőknek kitéve. A keleti lakkot (vagy urushit) szintén számos kutató elemezte IR eljárással (Masschelein-Kleiner és Heylen 1968, Fujinaga és társai 1976, Kenjo 1978, Carriveau 1984). Derrick és társai IR spektroszkópiával tettek különbséget a keleti lakk, és néhány európai gyanta-alapú bevonat imitáció között.



46. kép: Körülbelül 20 éves dammár minta spektruma

### Shellak

Komplex keveréke laktónoknak, észtereknek, alifás és aromás poli-hidroxi savaknak. A C-H sávok az olajhoz hasonló pozícióban jelennek meg (2934-2920 cm<sup>-1</sup> és 2857 cm<sup>-1</sup>). A karbonil (C=O) kötés rezgése a friss sellaknál jellegzetes kettős sávot hoz létre 1735 cm<sup>-1</sup> és 1715 cm<sup>-1</sup> körül. Egy kis olefin sáv látható 1635 cm<sup>-1</sup>-nél. Sok C-O rezgés sáv, a legfontosabbak 1240 cm<sup>-1</sup>, 1163 cm<sup>-1</sup> és 1040 cm<sup>-1</sup>-nél jelentkeznek, észterekhez, savakhoz és alkoholokhoz tartoznak. Egy dupla sáv 730-720 cm<sup>-1</sup> körül talán a sellak viasz miatt jelenik meg.



47. kép: Körülbelül 20 éves sellak minta spektruma

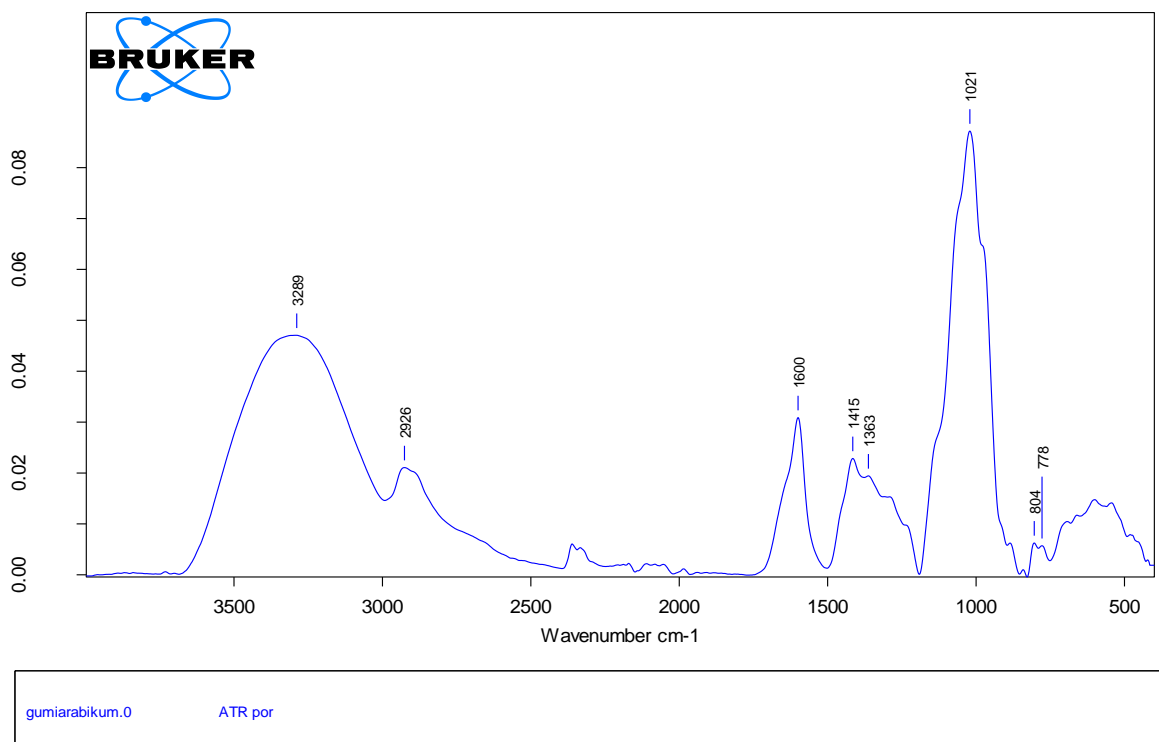
### Gumik

A gumik szénhidrátok, természetes poliszacharidok, amelyek típusától függően különböző mennyiségben tartalmaznak monoszacharidokat. A cukrok, a keményítő, a cellulóz, és a növényi gumik tartoznak ebbe a csoportba.

A poliszacharidokban sok O-H csoport található, amelyek szénhez kötnek. Szerkezetük jellegzetes spektrumot ad: két erős sáv található  $1080\text{ cm}^{-1}$ -nél (C-O) és  $3300\text{ cm}^{-1}$ -nél (O-H), melyek intenzitása nagyon hasonló. A C-H sávok gyengék, minden poliszacharidban van egy viszonylag erős rezgés  $1620\text{ cm}^{-1}$ -nél, ami részben a molekulában kötött vízzel és részben a karboxil csoportokkal függ össze. Néhány gumi (pl. tragant) spektruma szintén tartalmaz egy gyenge sávot  $1735\text{ cm}^{-1}$ -nél, amit az észter tartalmú összetevő okoz.

Birstein 1975-ben IR technikát használt ázsiai falképeken természetes gumik azonosításához, valamint egyiptomi sírleleteken (Birstein és Tul'Chinskii 1977). Masschelein-Kleiner és Tricot-Marckx szintén foglalkoztak a poliszacharidok IR vizsgálataival.





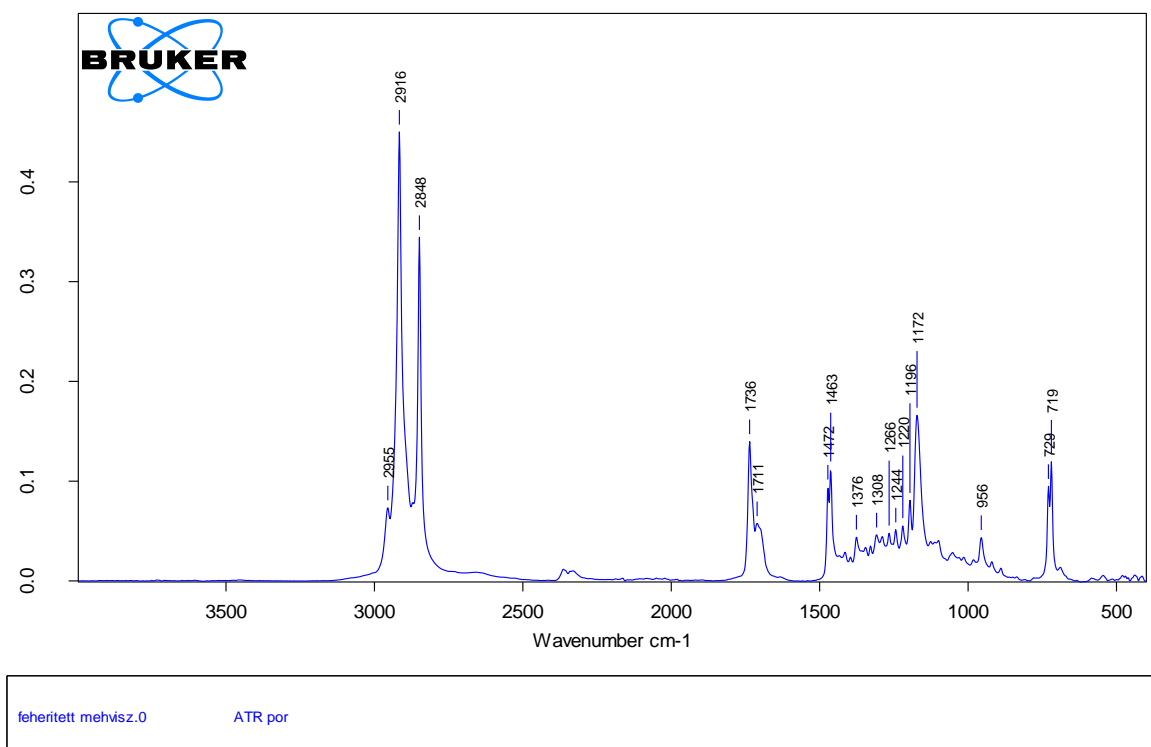
48. kép: Körülbelül 20 éves gumiarabikum spektruma

### Viaszok

A viaszok magasabb szénatom számú, hosszú szénláncú zsírsavakból, paraffin alkoholokból, illetve ezek észtereiből álló elegyek.

A viaszok spektrumán 2926 és 2850  $\text{cm}^{-1}$ -nél a  $\text{CH}_2$  kötések karakterisztikus sávjai látszódnak, valamint kicsi, éles kettős sávok 1466/1462  $\text{cm}^{-1}$  és 730/720  $\text{cm}^{-1}$ -nél. Gyenge észter sáv ( $\text{C}=\text{O}$ ) látszik 1740  $\text{cm}^{-1}$  körül, és 1175  $\text{cm}^{-1}$ -nél a C-O kötés rezgése jelentkezik.

Kühn 1960-ban vizsgált viaszokat az eljárással. Birstein and Tul'Chinskii 1979-ben Egyiptomi festményeken azonosított méhviaszt.



49. kép: Körülbelül 20 éves fehéritett méhviasz spektruma

### Szintetikus polimerek - mesterséges szerves anyagok

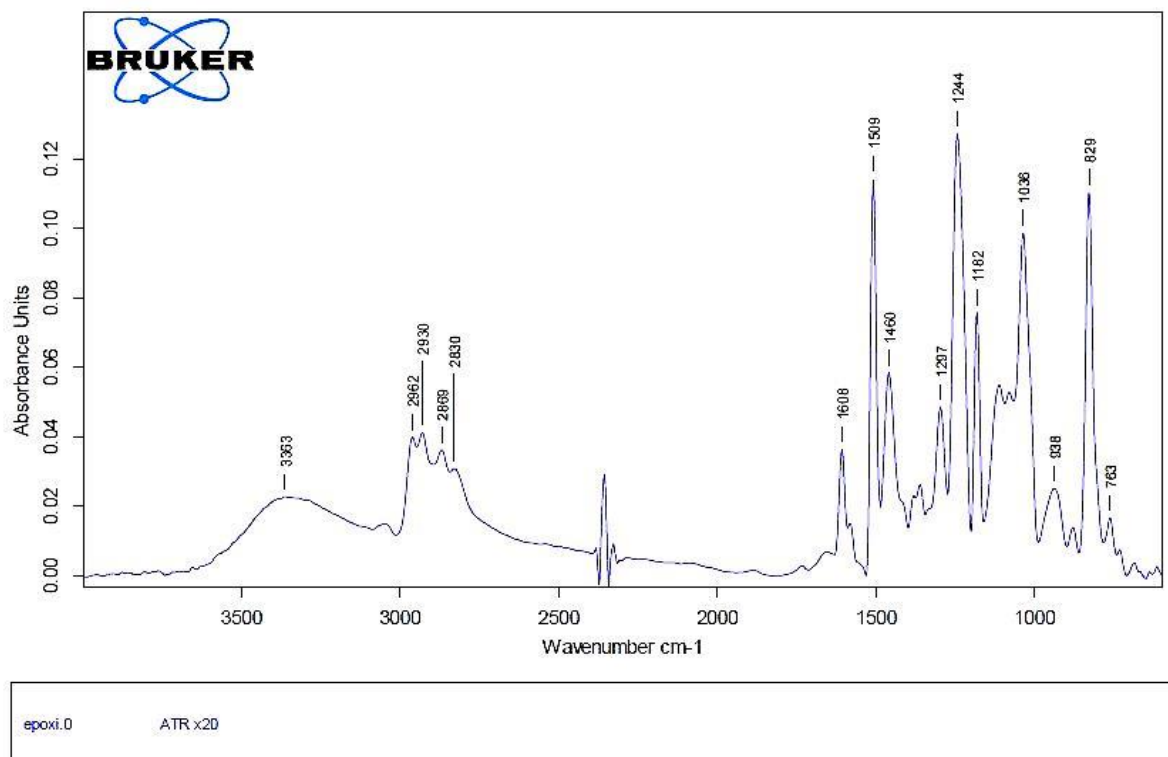
A következő fejezet Derrick et al. 1999-ben megjelent *Infrared Spectroscopy in Conservation Science* című könyve alapján készült.

A szintetikus polimerek modern festmények kötőanyagai (pl. akrilok) lehetnek, de használhatják őket konzerváló anyagként (pl. Paraloid műgyanták) is, vagy a keresztmetszet csiszolatok beágyazó anyagaként (poliészter vagy epoxi gyanták). A szintetikus polimereknek általában jól azonosítható, határozott, „éles” sávokból álló spektruma van, de ha nagy mennyiségű adalék- és töltőanyagot tartalmaznak, a spektrumok értelmezését megnehezítheti. Számos jól használható spektrum könyvtár elérhető (pl. Sadtler Research Laboratories, Hummel and Scholl (1981), Chicago Society for Coating Technology (1980)).

A polimerek általában kettő vagy három elsődleges funkciós csoport hosszú láncából állnak. Meghatározásuk ezeknek a csoportoknak a hiányán vagy meglétén alapul a spektrumon. Mivel rendkívül nagy, és változatos anyagtypusról van szó, részletesen csak a keresztmetszet csiszolatokhoz beágyazó anyagként használt epoxi gyanta spektrumát kerül bemutatása, mivel befolyásolhatja a méréseket.

Szintetikus polimerek elemzésére szintén sikeresen alkalmazták az infravörös spektroszkópiát műtárgyakon és a konzervátori gyakorlatban alkalmazott anyagok esetében

(Freeman 1979, Martin 1988, Pratt 1991, Shearer és Doyal 1991). Az akrilok (Strinagari és Pratt 1993) és alkidok (Hodson és Lander 1987) elemzésének lehetőségeit és nehézségeit szintén publikálták.



50. kép: Epoxi műgyanta spektruma

Az epichlorohydrin és Bisfenol A keverékéből álló epoxi műgyanta széles, lapos görbével rendelkezik az OH és NH csoportok régiójában, 3360  $\text{cm}^{-1}$  körül. A CH csoportokhoz tartozó metil ( $\text{CH}_3$ ) és metilén ( $\text{CH}_2$ ) rezgések sávjai jól kivehetőek, de kevésbé intenzívek. A karbonil sáv ( $\text{C}=\text{O}$ ) nem jelentkezik, vagy csak nagyon gyengén, ugyanakkor erős abszorpciós sávjuk van 1510  $\text{cm}^{-1}$  körül, és egy gyengébb, de „éles” 1610  $\text{cm}^{-1}$ -nél. Ezek a rezgések befolyásolhatják, vagy kitakarhatják a fehérjék amid sávjait. Szintén éles abszorpciókat találunk 1297, 1244, 1182 és 1036  $\text{cm}^{-1}$  körül. Az epoxi műgyantában található aromás összetevők éles, erős sávjai 1000-650  $\text{cm}^{-1}$  között jelentkeznek a spektrumon, a legintenzívebb 829  $\text{cm}^{-1}$  körül.

## *A pigmentek és töltőanyagok meghatározása IR spektrum alapján*

*A következő fejezet Derrick et al. 1999-ben megjelent Infrared Spectroscopy in Conservation Science című könyve alapján készült.*

A pigmenteket és töltőanyagokat, egy festék- vagy alapozóréteg szerves anyagait számos egyéb műszeres technikával is vizsgálhatjuk, például SEM-EDS, röntgen fluoreszcencia, röntgen diffrakció stb. Az infravörös spektroszkópia előnye ezekkel a technikákkal szemben, hogy a szerves és a szervetlen összetevőkre is információt ad egyidejűleg.

A kötőanyagok infravörös spektroszkópiás vizsgálata szempontjából azért fontos a rétegben található pigmentek ismerete, mert egyes funkciócsoportjaik átfedésbe kerülhetnek a jellegzetes szerves sávokkal. Ha a szervetlen összetevők olyan karakterisztikus abszorpciós sávokkal rendelkeznek, amelyek a kötőanyag azonosítására szolgálókat átfedik, az anyagok meghatározása sokkal nehezebbé, vagy lehetetlenné válik kizárólag FTIR használatával. Ezekben az esetben kiegészítő vizsgálatokra van szükség (pl. ELISA, GC-MS stb.)

Számos kutató foglalkozott már a pigmentek infravörös spektroszkópiás meghatározásával, és publikált tanulmányokat (Feller 1986, Roy 1993, West-FitzHugh 1997). Newman 1980-ban írt cikkében összefoglalja az addig elért eredményeket. Riederer (1969), Kühn (1970), Gettens és társai (1974), Siesmayer és társai (1975) szintén publikáltak a témában. Festményeken történő pigment azonosítást Lear 1981-ben, Guineau 1983-ban végzett, alapozókban Schulz és Kropp 1993-ban, tintákban és középkori kéziratokon Orna és társai 1989-ben. Mások pigment és festék gyűjtemények (pl. Winslow Homer vízfestékes doboza, a Hafkenscheid gyűjtemény 139 pigmentje és festészeti anyaga,) vizsgálatához használták a technikát (Newman és társai 1980, Pey 1987).

Szerves színezékek elemzésére szintén alkalmas az eljárás. Newman ftalocianin színezékeket vizsgált 1980-ban, mások szintetikus szerves pigmenteket tanulmányoztak vele (Venkataraman 1977, Strauss 1984, Gillard és társai 1994). Kirby és White 1996-ban a hordozók és színezékek kapcsolatát elemezték a spektrumokon. McGovern és Michel (1990) bíbor színezéket azonosítottak egy ókori edényen. Low és Baer (1978) alizarin komplexeket tanulmányoztak, Martoglio és társai 1990-ben prehisztorikus szövetek színezékeit elemezték.

### *Melyek a pigmentek spektrumainak általános jellemzői?*

Az összetett anionokat (pl. karbonátok, szulfátok, szilikátok, pl.  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{PbCO}_3$ ) tartalmazó pigmentek aktívak, vagyis láthatóak a közép infravörösben, de az egyszerű anionokból állók (oxidok, szulfidok, pl. titán-fehér  $\text{TiO}_2$ ) nem.

A szervetlen anyagok abszorpciós sávjai általában szélesebbek, de kevesebb van belőlük, és valamivel alacsonyabb hullámszámon jelentkeznek, mint a szerves anyagok jellegzetes sávjai. Ezt a külső és belső ionszerkezetük okozza.

Az összetettebb szervetlen anyagok (pl.  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{MgCO}_3$ ,  $\text{PbCO}_3$ ) anion csoportjain ( $\text{CO}_3$ ) belül kovalens kötés van, ami infravörös sugárzás hatására jellegzetes, intenzív sávot eredményez a spektrumon. Az, hogy milyen elem szerepel a molekulában kationként (pl. Ca, Mg, Pb) csak nagyon kis mértékben befolyásolja az abszorpció pontos helyét.

### *Víz az anyagban (hidratálás)*

Ha az anyag felszínén vagy egy amorf anyag szerkezetében víz található kötött formában, széles görbe jön létre  $3400\text{ cm}^{-1}$  körül (O-H vegyértékrezgés) és egy gyengébb  $1650\text{ cm}^{-1}$ -nél.

Ha a kristályos anyag rácsszerkezetébe épül be a víz, specifikus, éles sávok keletkeznek  $3800\text{-}3200\text{ cm}^{-1}$  között és  $1700\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$  között. A sávok felhasadhatnak, attól függően, hogy szimmetrikus vagy aszimmetrikus molekula környezetben van-e az O-H kötés.

A hidratált rétegszilikátok (pl. kaolinit, talkum) mindegyike produkál O-H rezgéseket, de ezek ugyanakkor elég karakterisztikusak, amelyekkel elég biztosan meghatározhatóak az egyes típusok. Például: talkum:  $3676\text{ cm}^{-1}$ , kaolinit: két éles sáv  $3700\text{ cm}^{-1}$  és  $3620\text{ cm}^{-1}$  körül, és két gyengébb  $3670\text{ cm}^{-1}$  és  $3652\text{ cm}^{-1}$  körül.

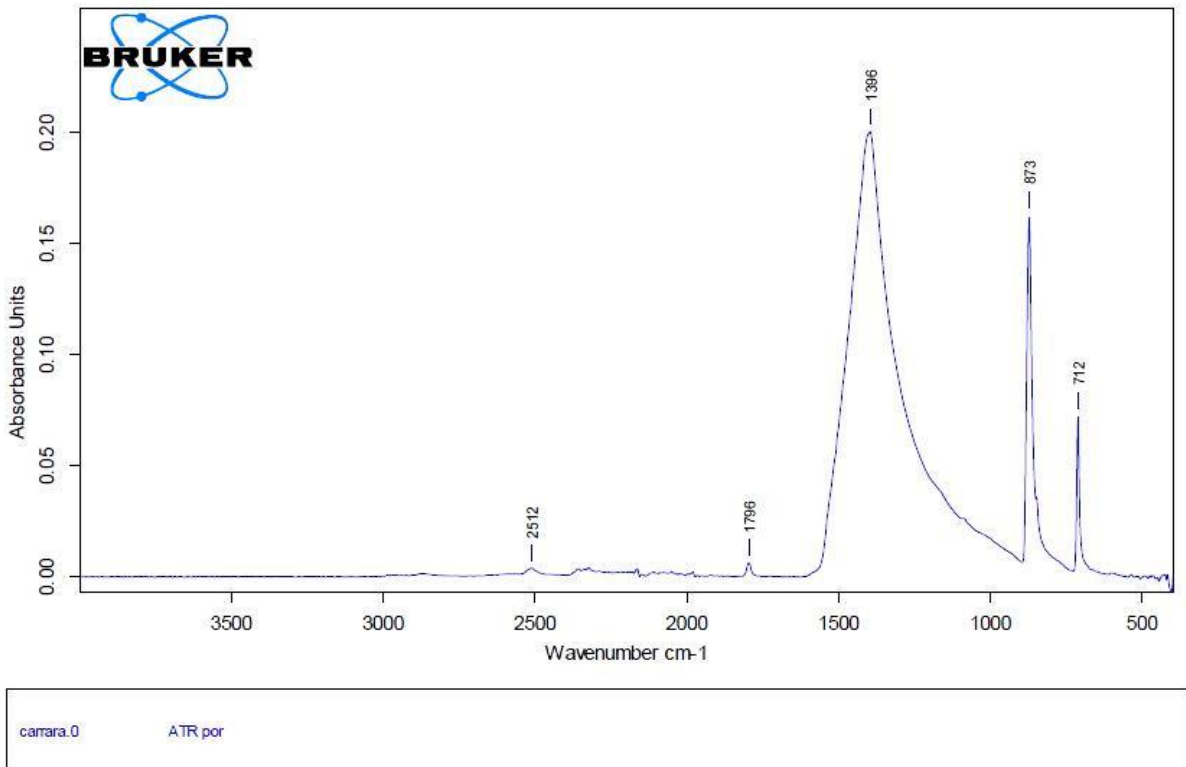
### *Karbonátok*

A karbonátok (kalcium-karbonát, ólom-karbonát, malachit, azurit) legalább egy erős abszorpciós sávval rendelkeznek  $1550\text{-}1350\text{ cm}^{-1}$  között, ami a C-O kötés rezgéséhez tartozik. A kristályvizet nem tartalmazó összetevőkben ez a sáv szimmetrikus, széles, ha viszont az hidratált az anyag, kettéhasadhat.

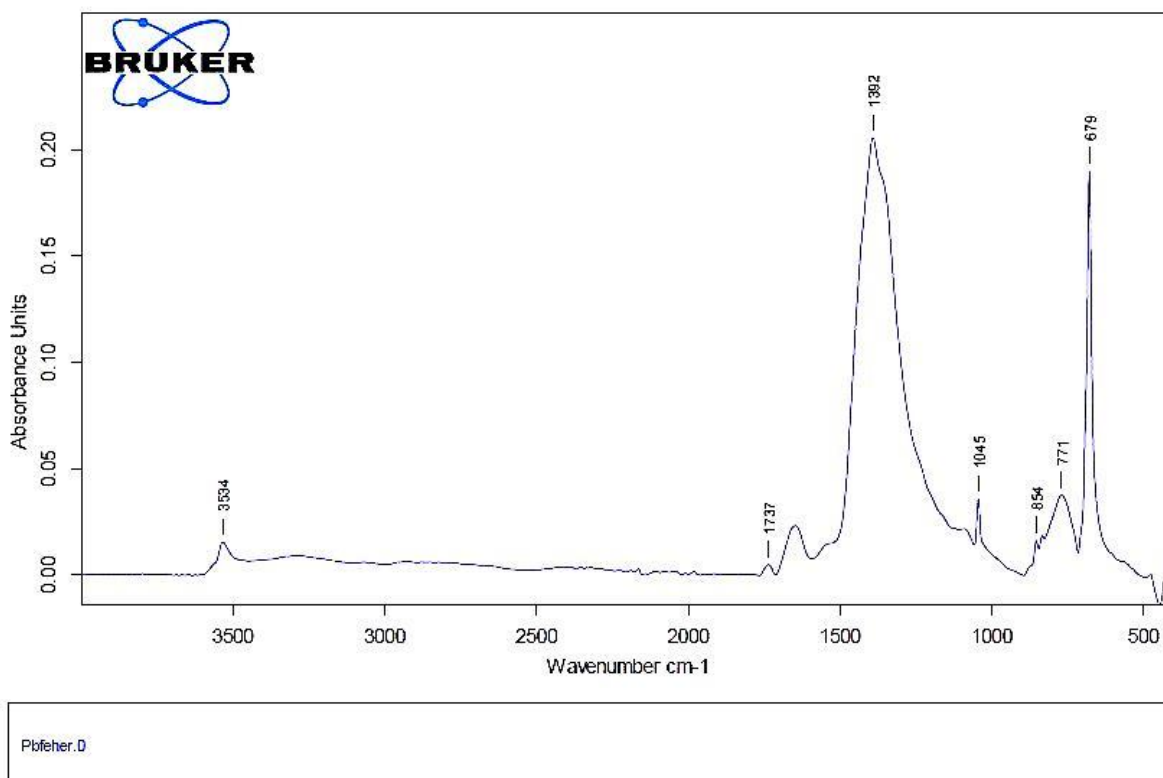
A karbonát deformációs rezgések éles sávokat generálnak  $900\text{-}650\text{ cm}^{-1}$  között. Ezeknek a rezgéseknek a helyzete elég jelentősen eltérhet, attól függően, hogy milyen a hozzá kapcsolódó kation (pl.  $\text{CaCO}_3$   $872\text{ cm}^{-1}$ , ugyanaz a kötés  $\text{PbCO}_3$  esetén  $820\text{ cm}^{-1}$ ). Mivel

ebben a régióban csak kevés szerves anyag rezgés található, a karbonátok azonosítására nagyon alkalmasak ezek a sávok.

A hidratált karbonátok pl. hidrocerruszit ( $\text{PbCO}_3 \cdot \text{Pb(OH)}_2$ ), azurit ( $2\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$ ) vagy malachit ( $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$ ) vizet tartalmaznak a szerkezetükben, ezért ehhez (OH) köthető sávokat hoznak létre  $3535 \text{ cm}^{-1}$ ,  $3425 \text{ cm}^{-1}$  és  $3400/3320 \text{ cm}^{-1}$  körül. Továbbá kicsi éles sávok jelennek meg az O-H kötés deformációs rezgései miatt  $1100\text{-}100 \text{ cm}^{-1}$  körül.



51. kép: Kalcium-karbonát ( $\text{CaCO}_3$ ) spektruma



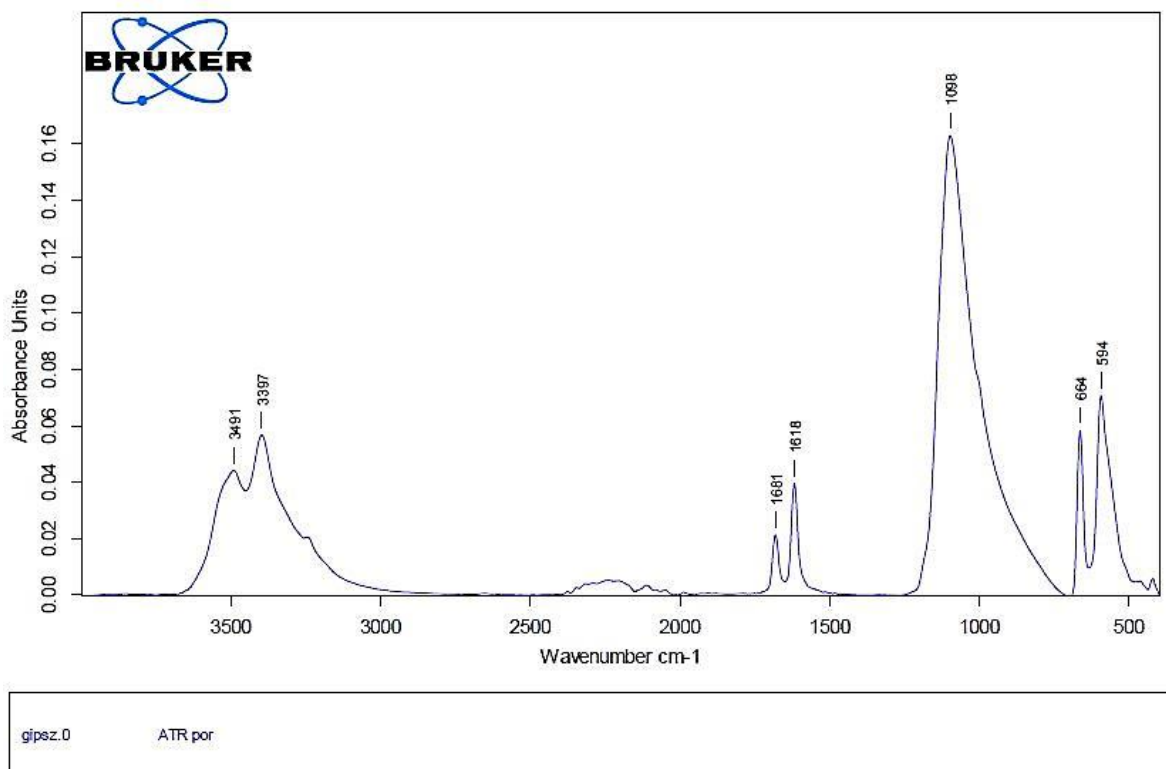
52. kép: Ólomfehér (2PbCO<sub>3</sub>Pb(OH)<sub>2</sub>) spektruma

### Szulfátok

A szulfátok, mint a gipsz (CaSO<sub>4</sub> 2H<sub>2</sub>O), anhidrit (CaSO<sub>4</sub>) és barit (BaSO<sub>4</sub>) erős S-O vegyértékrezgéseket hoznak létre 1200-1050 cm<sup>-1</sup> körül. Ezek a sávok szintén széthasadhatnak, az S-O kötések környezetétől függően. Az S-O anion deformációs rezgése miatt egy kisebb sáv található 1000 cm<sup>-1</sup> körül, valamint egy másik 700-600 cm<sup>-1</sup> között.

A spektrumok alapján következtetni tudunk a hidratáció mértékére, vagyis hogy hány kristályvizes változatról van szó. (2CaSO<sub>4</sub> H<sub>2</sub>O: 3615, 3465 és 1630 cm<sup>-1</sup> körül; CaSO<sub>4</sub> 2H<sub>2</sub>O: 3555, 1690 cm<sup>-1</sup> körül. (Souza és Derrick 1995)).

A kötőanyagok meghatározása szempontjából a gipsz tartalom problémát jelenthet, ugyanis az 1600 és 1630 cm<sup>-1</sup> körül jelentkező sávok átfedhetik a fehérjék amid sávjait. Ez a gyakran előforduló gipszes töltőanyagú, enyves kötőanyagú alapozók vizsgálatánál probléma.



53. kép: Gipsz ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) spektruma

### *Szilícium-dioxid és szilikátok*

Az amorf szilícium-dioxid erős abszorpciós sávot produkál  $1050 \text{ cm}^{-1}$  körül, aminek jellegzetes aszimmetrikus formája van, egy vállal  $1200 \text{ cm}^{-1}$ -nél. Majdnem az összes üveg típusú anyag (pl. smalte) generál egy hasonló sávot, annak ellenére, hogy milyen változatos anyagsoportról van szó. A hasonló spektrumok oka a Si-O kötés, ami a molekula alapja. Kizárólag FTIR vizsgálatokkal nem lehet különbséget tenni az üveg típusok között. Az egyes típusoknak azonban vannak jellegzetes rezgéseik pl. az ásványi kvarc (szilícium-dioxid), amely a tipikus  $1100 \text{ cm}^{-1}$  körülön kívül egy kicsi dupla sávval is rendelkezik  $790 \text{ cm}^{-1}$ -nél.

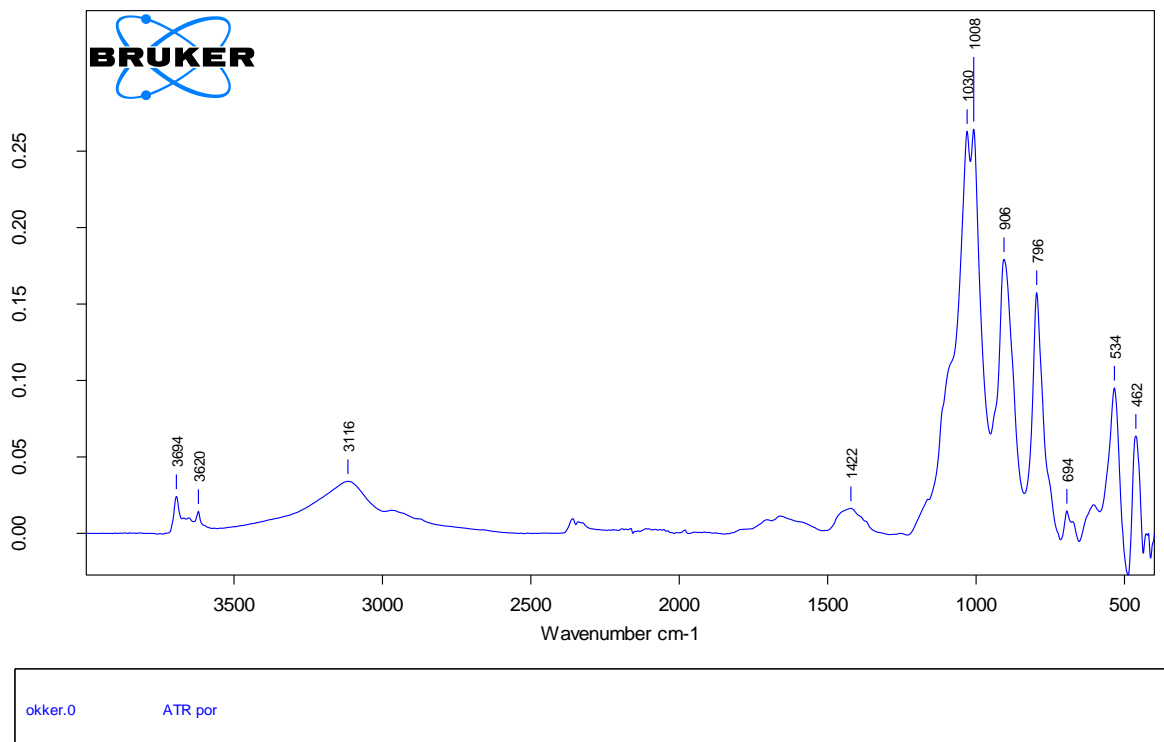
A szilikátoknak teljesen rendezett kristályrács szerkezete van, ami nagyon jól azonosíthatóvá teszi az anion (SiO) rezgés sávját  $1200\text{-}800 \text{ cm}^{-1}$  körül. A rétegszilikátoknál, mint a kaolin, ez a sáv két- vagy többfelé hasad, mert egyes rezgések merőlegesen, mások síkban történnek a rétegekkel. A háromdimenziós szilikátok esetében, amilyen az ultramarin is, a Si-O kötés sávja kevésbé intenzív, és többfelé hasadhat, emiatt rosszul értelmezhető. A Si-O kötés deformációs rezgései általában  $600 \text{ cm}^{-1}$  alatt jelentkeznek.

A vizet tartalmazó rétegszilikátok hidratációs (OH) abszorpciós sávjai nagyon jellegzetesek (lásd a víz az anyagban c. résznél). A vízmolekulák korlátozott rezgése miatt ezek a sávok élesek, jól meghatározhatóak a  $3700 \text{ cm}^{-1}$  körüli területen.



Az agyag, amelyet a kerámiák előkészítéséhez használnak, a kiégetés során elveszíti az összes vizet a szerkezetéből, vagyis nincsenek hidroxil sávjai. Ha még magasabb hőmérsékletre hevítik, összeomlik a kristályrács szerkezete, és amorf, üvegszerű anyag lesz belőle, így a spektruma is üvegszerű lesz, egyetlen széles sávval 1200-800  $\text{cm}^{-1}$  között.

Az okkerek és föld pigmentek spektrumai gyakran megegyeznek a szilícium-dioxid vagy szilikát spektrumokkal (Newman 1996). A természetes föld pigmentek ásványok keverékei, amelyek gyakran tartalmaznak agyagot és kvarcot. Ezek az anyagok jól meghatározhatóak FTIR mérésekkel, de a színeket adó anyagoknak általában nincsenek sávjaik a közép infravörösben. A színt adó összetevők (vörös okker: hematit, sárga okker: goethit, barna föld pigmentek: mangán-oxid) közül csak a goethitnek van sávja 850  $\text{cm}^{-1}$ -nél a közép infravörösben.



54. kép: Okker pigment spektruma, kaolinit és goethit keveréke

*Keverék pigmentek, vagy többféle pigmentet tartalmazó rétegek*

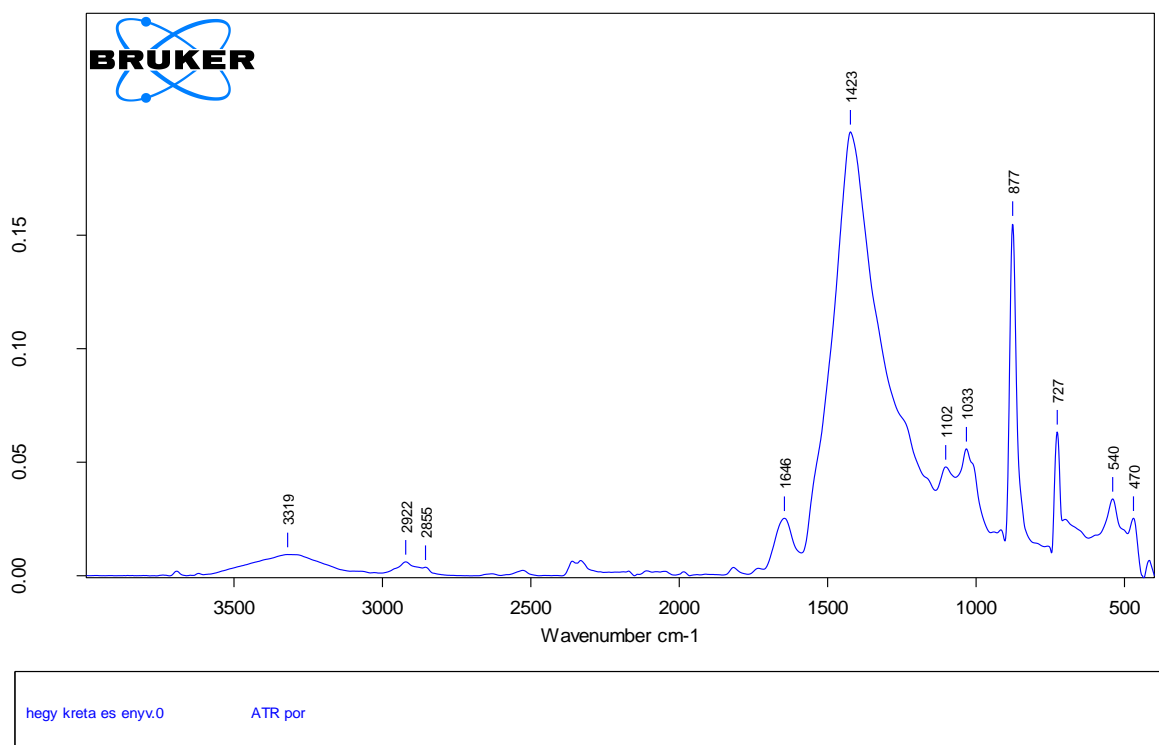
Sok pigment keverék anyag, például lecsapatott szerves színezék valamilyen szervesetlen hordozón. Ezekben az esetekben általában a szervesetlen hordozó sávjai teljesen kitakarják a színt adó anyag rezgéseit. Előzetes fénymikroszkópos és egyéb kiegészítő vizsgálatok (pl. SEM-EDS) segíthetik a pigment meghatározását.

Mivel egyes anyagoknak vannak, másoknak nincsenek rezgéseik a közép infravörösben, a keverék anyagokat nem jellemzi tökéletesen egyetlen FTIR spektrum. Például a titán-dioxidnak nincs sávja a közép infravörösben, de a mellette gyakran töltőanyagként használt anyagnak, például a bárium-szulfátnak van – így a kapott spektrum félreértelmezhető lehet, ha egyéb vizsgálatot nem végzünk.

### *Szerves és szervetlen anyagok keverékei*

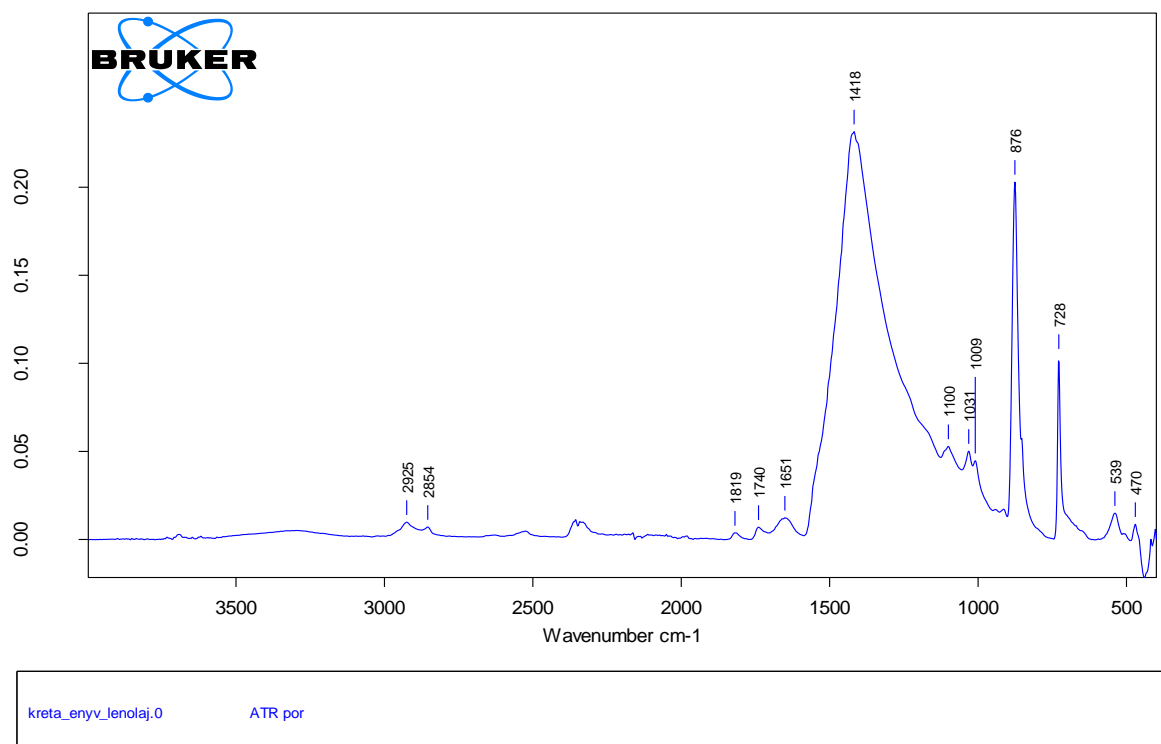
*A következő fejezet Derrick et al. 1999-ben megjelent Infrared Spectroscopy in Conservation Science című könyve alapján készült.*

Az alapozó- és festett rétegek keverékek (kötőanyag és töltőanyag/pigment), és az összetevők mennyiségével egyenesen arányos a spektrumon jelentkező abszorpciós sávok intenzitása. A keverék rétegek spektrumai annál bonyolultabbak, minél több anyag alkotja őket. Ezért mindenképpen célszerű előzetesen olyan tesztek (pl. mikrokémiai, cseppentéses) és vizsgálatokat (fénymikroszkópos: szemcsepreparátum és keresztmetszet, műszeres analízis: SEM-EDS) végezni, amelyekkel szűkíteni tudjuk a lehetséges összetevők típusát. Ha egy anyag spektrumát egyértelműen felismerjük, ki lehet vonni a spektrumból a rá jellemző sávokat – de ez gyakran olyan információ veszteséghez vezet, amiért nem éri meg a műveletet elvégezni, ugyanis a „megmaradó spektrum” rosszul értelmezhetővé válik (*Ivana Kopecká és Eva Svobodová közlése alapján*).



55. kép: Hegyi kréta és enyv keverékének spektruma

A szervesen összetevők sokkal könnyebben meghatározhatók egy festett réteg spektrumán, mint a szervesek. Ennek egyik oka, hogy a kötőanyag sokkal kisebb koncentrációban (kb. 3:1) van jelen. Még abban az esetben is, ha ez az arány 50:50%, akkor is kisebb a kötőanyag sávok relatív intenzitása. Ennek oka a különböző funkciós csoportok eltérő dipólus momentuma, kötés erőssége, és molekuláris környezete. A keverékekben szereplő anyagok kimutatási határa általában 5% körüli, de ez változhat az anyagok abszorpcióképességétől, és az összetevők számától függően 1-30% között.



56. kép: Hegyi kréta, enyv és lenolaj keverékének spektruma

Meilunas és társai (Meilunas et al 1990) tanulmányukban természetesen öregedett és mesterségesen UV sugárzással öregített, különböző módokon előkezelt és kezeletlen pigment és kötőanyag keverékeket vizsgáltak. A tojássárgája, tojás-olaj emulzió kimutatási lehetőségeit szintén tanulmányozták, valamint az ólomfehérrel és hematittal (vas-oxid vörös) kevert rétegek változásait. Centeno és társai (Centeno et al 2004) ólom fehér pigment hatását vizsgálták FTIR-rel fehérje tartalmú kötőanyagokra. Spektrumaikkal igazolták a keverék anyagokban bekövetkező kémiai változásokat. Boon és társai (Boon et al 2005) FTIR tanulmányok a pigmentek hatásairól az öregedő olajokra címmel jelentettek meg cikket. Írásukban 13 különböző pigment és száradó olaj keverékét vizsgálták meg, és elemezték a spektrumok eltéréseit.

Jennifer Pilc és Raymond White, a londoni National Gallery tudományos részlegének munkatársai az 1990-es évek elejétől rendszeresen publikálják az FTIR-rel végzett méréseik eredményeit a folyóirat National Gallery Technical Bulletin Analysis of paint media című rovatában. Egyik első publikációjukban (National Gallery Technical Bulletin, 1995, volume 16, pp. 73-84.) röviden összegzik a technika előnyeit és hátrányait, ismertetik az addigi legelőnyösebbnek vélt beállításokat, kiemelik a mintabeágyazáshoz általánosan használt epoxi és poliészter gyanták problémáit a mérések során. Felhívják a figyelmet a FTIR együttes alkalmazására más analitikai módszerekkel – így például a GC-MS eljárással, amelyet rutinszerűen kombinálnak az infravörös technikával a National Galleryben. Ily módon részletesebb, és pontosabb eredményeket kaptak. Mintáikban száradó olajat, fehérjét, és poliszacharidot is kimutattak, de rámutatnak a pigmentekkel kevert kötőanyag vizsgálatának nehézségeire is.

Egy-egy kutatás alkalmával a szakemberek gyakran saját spektrum adatbázist építettek fel, mivel a kereskedelmi forgalomban kapható könyvtárak nem tartalmazták a számukra szükséges spektrumokat. Ilyen módon számos különböző műtárgyak kutatásával foglalkozó intézet hozott létre saját könyvtárat, amelyek pigmentek, kötőanyagok, gyanták és egyéb festészeti, vagy restaurálással kapcsolatos anyagok spektrumait tartalmazzák.

## V. KUTATÁSI RÉSZ

### V.1 Fluoreszcens tesztek

#### V.1.1 A tesztekhez használt reagensek és minták

##### V.1.1.1 Reagensek

A következő fejezetben röviden ismertetem azokat a fluoreszcens reagenseket, amelyekkel a kutatásom során dolgoztam. A színezékek oldhatóságával, reakcióival, specifikusságukkal kapcsolatos leírások Richard Wolbers (*Wolbers, 2000*) és Stephan Schaefer (*Schaefer, 1996*) munkáin alapulnak.

#### Olaj színezékek

##### Rhodamine B

*Más nevek:* Tetraethyl Rhodamine, Brilliant Pink B, Rhodamine O, Basic Violet 10

*CAS szám:* 81-88-9

*Képlete:* C<sub>28</sub>H<sub>31</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

*Molekulatömege:* 479.01 g/mol

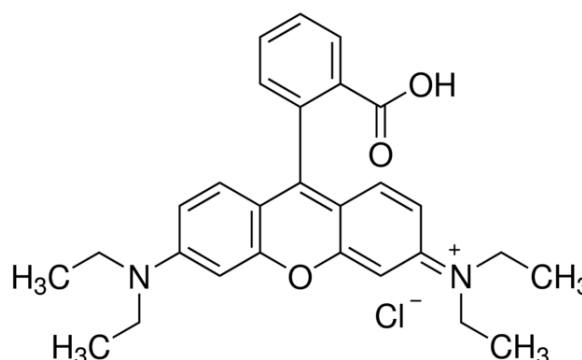
*Fizikai megjelenése:* vörös por, vörös oldat

*Koncentráció:* 0,02-0,2% etanolban

([www.sigmaldrich.com](http://www.sigmaldrich.com))

*Oldhatóság:* Poláros oldószerekben, nem poláros és poláros oldatok keverékében. Általánosan etanolban használják, Wolbers ezt az oldatot xilollal ajánlja vegyíteni, hogy a kimutatni kívánt anyaghoz „beállítsuk” a reagens polaritási tulajdonságait.

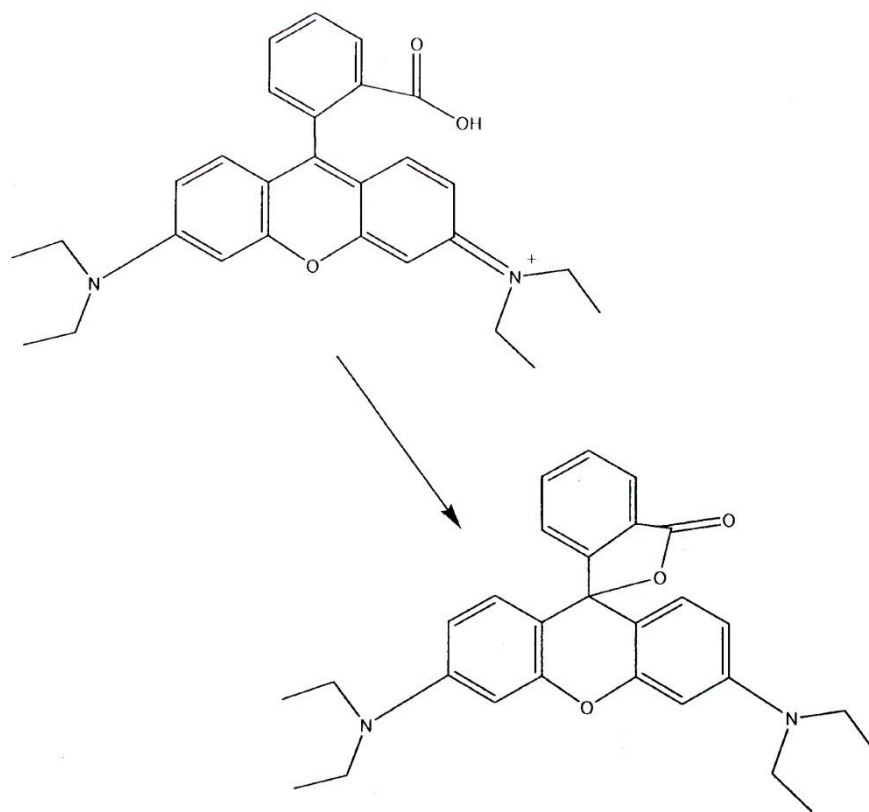
*Kimutat:* száradó olajokat. A Rhodamine B „beoldódik” a kimutatni kívánt anyagba és normál fényben élénkvorösen színezi meg.



57. kép: A Rhodamine B molekulaszervezete

*Színezési folyamat:* A Rhodamine B poláros környezetben nem lumineszkál, amikor azonban reakcióba lép az olajokkal vagy zsírokkal, „kevésbé” poláros közegbe kerül, és egy olyan molekulát hoz létre, ami megfelelő gerjesztés mellett fluoreszkál.

*Specifikusság:* A színezék gyakorlatilag „feloldódik” a lipidekben, de reakcióba lép a trigliceridekkel is, és Wolbers feltételezése szerint olyan műanyagokkal is, amelyekben polimerek helyettesítik a zsírsav funkciós csoportokat (pl. alkidok, poliuretánok). Száradó és nem száradó olajokkal egyaránt reagálhat. Wolbers további megfigyelései szerint az öregedett trigliceridekhez kevésbé tud a színezék kapcsolódni. A szakember felveti, hogy a szappanok, vagy detergenssek, ha nagy koncentrációban fordulnak elő a mintában, szintén felvehetik a Rhodamine B-t.



58. kép: A Rhodamine B színezési folyamata

*Gerjesztés és szűrőválasztás:* Gerjesztési maximuma az elektromágneses sugárzás zöld tartományában található. Schaefer ajánlása szerint UV-val gerjesztve jobban vizsgálhatóak lesznek a mintáink, ugyanis a lerakódott reagens így kevésbé fluoreszkál.

*Fluoreszcencia színe:* narancssárgástól a vörösig

## 2,7 Dichlorofluorescein

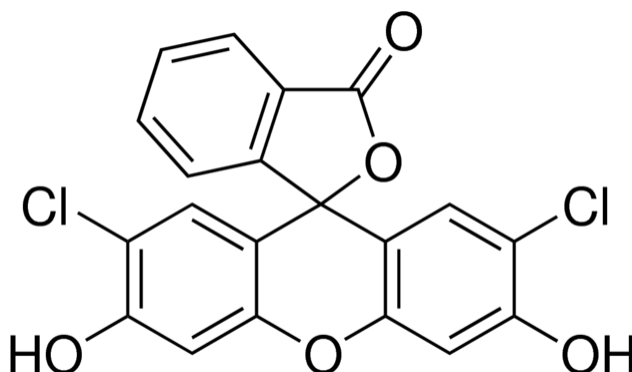
Más nevek: -

CAS szám: 76-54-0

Képlete:  $C_{20}H_{10}Cl_2O_5$

Molekulatömege: 401,20 g/mol

Fizikai megjelenése: zölde por,  
sárgászöld oldat



59. kép: A Dichlorofluorescein molekulaszervezete

Koncentráció: 0,02-0,2% etanolban

([www.sigmaaldrich.com](http://www.sigmaaldrich.com))

Oldhatóság: Poláros oldószerekben, valamint nem poláros és poláros anyagok vegyületeiben.

Kimutat: száradó és nem száradó olajokat (lipideket)

Színezési folyamat: a dichlorofluorescein molekula szerkezete nem változik meg, amikor beoldódik egy anyagba. Attól függően, hogy telített vagy telítetlen zsírsavakkal reagál, fluoreszcenciájának színe a vörösestől a sárgásig változhat (Wolbers, 2000).

Specifikusság: nincs adat

Gerjesztés és szűrőválasztás: UV

Fluoreszcencia színe: vörösestől a sárgáig

## Fehérje színezékek

### Fluorescamine

*Más nevek:* Fluram

*CAS szám:* 38183-12-9

*Képlete:* C<sub>17</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>

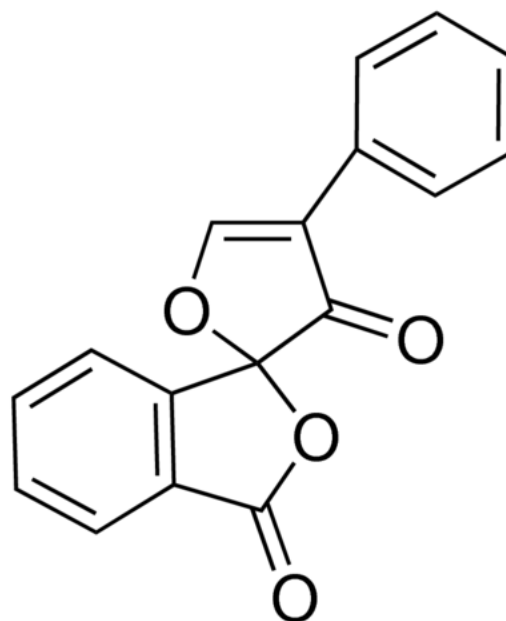
*Molekulatömege:* 278,26 g/mol

*Fizikai megjelenése:* fehér por, fehéres színű oldat

*Koncentráció:* 0.05% acetonban.

([www.sigmaaldrich.com](http://www.sigmaaldrich.com))

*Oldhatóság:* poláros oldószerekben, többek között vízben, acetonban és alkoholokban. Fehérje kimutatásához víztartalmú oldószereket nem ajánlott használni, erre a célra analitikai tisztaságú aceton ajánlott.

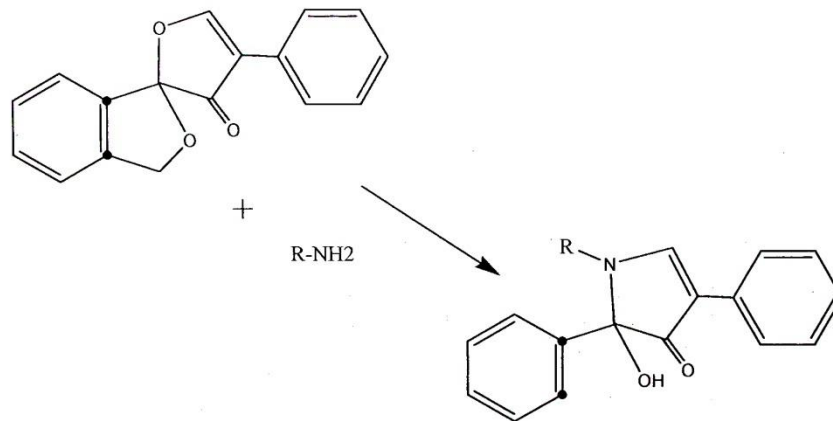


60. kép: A Fluorescamine molekulaszervezete

*Kimutat:* szabad amino csoportokat, vagyis amino savakat, peptideket, fehérjéket.

*Színezési folyamat:* az acetonban feloldott reagens önmagában még nem, azonban ha amino csoporttal kapcsolódik, kékes-fehéren fluoreszkál. A színezék reakciójáért az izotiocianát csoport felelős.





61. kép: A Fluorescamine színezési folyamata

*Specifikusság:* Wolbers szerint a reagens specifikusabb, mint a többi izotiocianát tartalmú reagens, mert kizárólag az amino csoportokkal hoz létre kötést. Hátránya, hogy a kimutatni kívánt fehérjék szintén kékes-fehéren autofluoreszkálnak, ugyanúgy, mint a reagens, így nehéz megkülönböztetni őket.

*Gerjesztés és szűrőválasztás:* UV

*Fluoreszcencia színe:* kékes-fehér

## Tetramethyl Rhodamine Isothiocyanate

Más nevek: Texas Red isothiocyanate

CAS szám: 95197-95-8

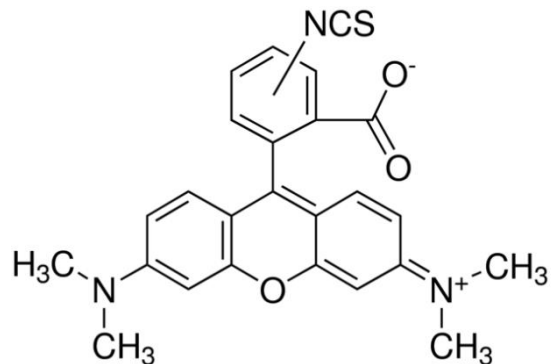
Képlete:  $C_{25}H_{21}N_3O_3S$

Molekulatömege: 443,52 g/mol

Fizikai megjelenése oldatban élénkvrös

Koncentráció: 0,2% acetonban

([www.sigmaaldrich.com](http://www.sigmaaldrich.com))



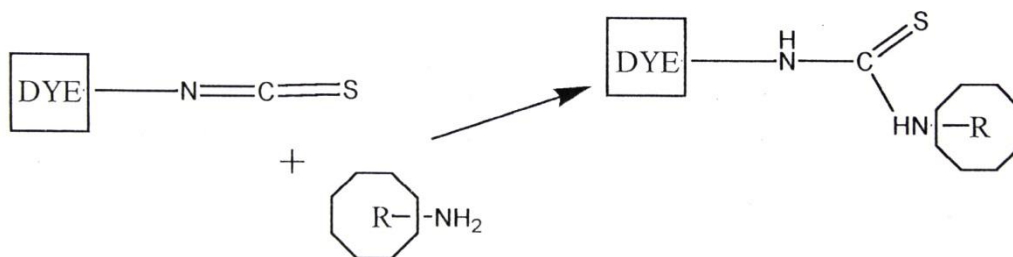
62. kép: A Tetramethyl Rhodamine Isothiocyanate molekulaszervezete

*Oldhatóság:* általában poláros oldószerekben, beleértve a vizet, acetonban, és alkoholokban.

A fehérje kimutatáshoz analitikai tisztaságú acetont ajánlanak, a 0.2%-os oldat közel telített.

*Kimutat:* fehérjéket, fehérje tartalmú anyagokat.

*Színezési folyamat:* A reagens víz hiányában az amino csoportokkal kovalens kötést hoz létre.



63. kép: A Tetramethyl Rhodamine Isothiocyanate színezési folyamata

*Specifikusság:* Amennyiben az oldószerben vagy a mintában víz található, az befolyásolhatja az eredményt, ugyanis a színezék rendkívül könnyen reagál vele. Nedvesség hatására az izociotianát csoportok elveszítik reakció képességüket az amino csoportok felé (Wolbers).

*Gerjesztés és szűrőválasztás:* UV

*Fluoreszcencia színe:* vörös

## Lissamine Rhodamine Sulfonyl Chloride

*Más nevek:* Sulforodamine B acid chloride

*CAS szám:* 62796-29-6

*Képlete:* C<sub>27</sub>H<sub>29</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>6</sub>S<sub>2</sub>

*Molekulatömege:* 577,11 g/mol

*Fizikai megjelenése:* vörös oldatban

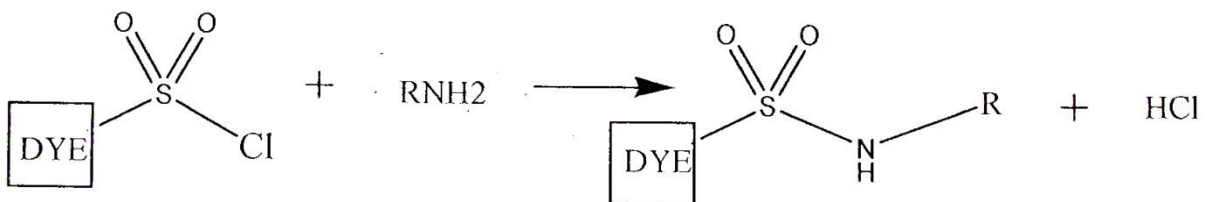
*Koncentráció:* 0,2% acetonban

([www.sigmaaldrich.com](http://www.sigmaaldrich.com))

*Oldhatóság:* poláros oldószerekben. Fehérje kimutatásához analitikai tisztaságú aceton ajánlott.

*Kimutat:* fehérjéket, fehérje tartalmú anyagokat.

*Színezési folyamat:* A reagens víz hiányában az amino csoportokkal kötést hoz létre.

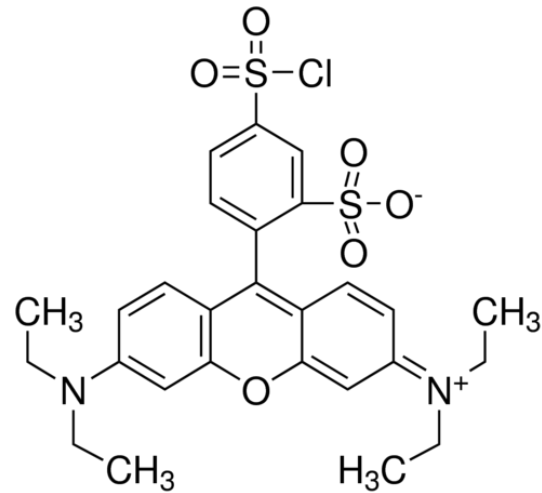


65. kép: A Lissamine Rhodamine Sulfonyl Chloride színezési folyamata

*Specifikusság:* alkoholokkal, és karboxil tartalmú anyagokkal képes reakcióba lépni. Vízre – csakúgy, mint a TRITC – szintén rendkívül érzékeny, és a nedvesség befolyásolhatja a színezék reaktivitását.

*Gerjesztés és szűrőválasztás:* UV

*Fluoreszcencia színe:* vöröses



64. kép: A Lissamine Rhodamine Sulfonyl Chloride molekulaszervezete

### ***V.1.1.2 Minták***

A vizsgálatok a Magyar Képzőművészeti Egyetem mikroszkópos laborjában készültek. A tesztekhez használt mintákat minden esetben kétkomponensű epoxi műgyantába (Araldit) ágyaztam, és keresztmetszet-csiszolatokat készítettem belőlük. A példákat Zeiss AxioImager2 polarizációs mikroszkóppal vizsgáltam, megvilágításként HXP 120 C fluoreszcens fényforrást és a Zeiss 01-es és 05-ös számú szűrőszettjét használtam. A Zeiss 01-es számú szűrőszett adatai: gerjesztés: BP 365/12, dikroitikus tükör: FT 395, emisszió: LP 397. A Zeiss 05-ös számú szűrőszett adatai: gerjesztés BP 395-440, dikroitikus tükör: FT 460, emisszió: LP 470.<sup>35</sup> Különböző nagyításokban (10x, 20x objektív) fényképeket készítettem róluk a színezés előtt és után. Az alábbiakban csoportokba sorolva röviden ismertetem az egyes minta típusokat, eredetük, koruk és összetételük szerint.

### **Ismert összetételű, általam készített minták -„A” jelű sorozat**

A reagensek teszteléséhez egy összehasonlító mintasort készítettem különböző kötőanyag és pigment tartalmú példákkal, abból a célból, hogy az egyes színezékek reakciót 100%-ig ismert összetételű darabokon vizsgálhassam. A fatábla hordozóra első lépésként egy alapozó réteget vittem fel, ami minden esetben enyves kréta volt. Erre egy szigetelőréteg került, amihez 7%-os bőrenyvet használtam. A különböző kötőanyagokkal és kétféle pigmenttel kevert festékrétegek ezekre kerültek. A „standard-sor” összeállításánál arra törekedtem, hogy a leggyakrabban használt enyvfajták, kazein- és tojástempera technika, valamint olaj keverékek szerepeljenek kötőanyagként a listában. A pigmentek kiválasztásakor szem előtt tartottam, hogy a festékréteg színe ne befolyásolhassa a reakció kiértékelését, ezért a fehér mellett döntöttem. Az összes kötőanyag változathoz ólomfehérrel (bázisos ólomkarbonát,  $2\text{PbCO}_3 \cdot \text{Pb}(\text{OH})_2$ ) és titánfehérrel (titán-dioxid,  $\text{TiO}_2$ ) is készítettem mintát, hogy eldönthessem, az egyes pigmentek jelenléte befolyásolhatja-e a színezési reakciók eredményét. Az „A” jelű sorozat elkészítésére 2011. december elején került sor.

### **Kérdéses összetételű, műtárgyakból vett minták (jelölés: B, BN, CSF, EG, I, FE, ME, PM, VT, Ji, Szi, Csi, Di, So, Ski)**

A műtárgyakból vett minták némelyikéről nagy valószínűséggel megállapítható az alapozó- és festékréteg összetétele, másokról viszont nem jelenthetőek ki egyértelműen ezek

---

<sup>35</sup> [https://www.micro-shop.zeiss.com/en/de/shop/filterAssistant/filtersets?fbclid=IwAR14tbbW72tPO1\\_Ayh-oivG0LgSoZfEnc9AxStK-Ud8pLX7AmZS\\_ftWgj4](https://www.micro-shop.zeiss.com/en/de/shop/filterAssistant/filtersets?fbclid=IwAR14tbbW72tPO1_Ayh-oivG0LgSoZfEnc9AxStK-Ud8pLX7AmZS_ftWgj4)

az adatok. A műtárgyak széles időtartamot ölelnek át: koruk 150 év és 600 év között változik. A mintákat a Magyar Képzőművészeti Egyetem 2010/11-es és 2011/12-es évfolyamának negyed- és ötödéves hallgatói bocsátották a rendelkezésemre. A színezések során kapott eredményeket összehasonlítottam a kötőanyagokra vonatkozó feltételezésekkel, és a FTIR mérési eredményekkel.

## **V.1.2 A tesztek kivitelezése**

### ***V.1.2.1 A színezések paramétereit, módosítások***

Már a színezések megkezdése előtt felvetődtek olyan kérdések, amelyek alapjaiban befolyásolhatják a tesztek végeredményét, de a témával foglalkozó szakemberek nem adtak meg pontos adatokat, folyamatleírásokat például olyan lényeges paraméterek esetében, mint a pontos színezési idő, a kimosó oldószer anyaga, a kimosás pontos módja (áztatás, vagy áttörlés). A következőkben röviden összefoglalom, mely szempontokat kell még figyelembe venni az olaj- és a fehérje színezéseknél.

#### **Olaj színezékek: RHOD B és 2,7 DCF**

##### *A színező reagens koncentrációja a „hordozó” oldatban*

Wolbers szerint célszerű a színezést egy töményebb oldattal kezdeni (akár a kereskedelemben előre összeállított oldat 10x-es koncentrációjú verziójával, ami azt jelenti, hogy 2%-os oldattal) (Wolbers, 2000). Magasabb koncentráció esetén több reagens kerül a mintára, elvileg rövidebb idő alatt zajlik le a reakció. A magasabb koncentráció azonban növelheti a hibás színezés mértékét. Schaefer rámutat, hogy a túlszínezés hibás színezést eredményezhet, amit utólagos kimosással nem lehet korrigálni (Schaefer, 1996). Tesztjeim során kisebb (0,2%-os) koncentrációjú oldatot használtam, a Wolbersnél ajánlott töményebb helyett.

##### *A kimosó oldószer*

Wolbers ajánlása szerint a kimosó oldatnak is polárosnak kell lennie, hogy a színezéket (amely színezései mechanizmusa a polaritáson alapszik) képes legyen a mintából

kiöblíteni azokról a részokról, ahol csak „gyengén” – vagyis nem specifikusan kötődött. Hozzáteszi, hogy ennek az oldószernek kevésbé polárosnak kell lennie, mint a reagenst közvetítő etanol, de kellő mértékben legyen poláros ahhoz, hogy a reagens „kötődjön” hozzá. (Wolbers, 2000) Mivel ebben az esetben sem nevez meg kimosó oldatot konkrétan, az oldószerek polaritási skálája, és más olaj színezékek irodalma alapján igyekeztem ennek a feltételnek megfelelő anyagot használni. Lillian-Masschelein Kleiner az Oil Red O (látható tartományban színező olaj reagensnél) kimosó oldószernek 60%-os isopropanol használatát javasolja (Masschelein-Kleiner, 1986). Szakdolgozatomban alkalmaztam ezt a kimosó oldatot az Oil Red O-val megszínezett mintáknál, de nem bizonyult elég hatékonynak (Varga, 2012). Az oldódási adatok és Wolbers meghatározása alapján ezért a kimosáshoz az isopropanolhoz nagymértékben hasonló, de attól kissé polárosabb propanolt választottam, abban a reményben, hogy több nem specifikusan kötődött reagenst tudok eltávolítani ezzel az anyaggal. Mivel a víz polaritási értéke jóval magasabb az etanolénál és az isopropanolénál is, nem felelt meg Wolbers ajánlásának, ezért nem alkalmaztam a kimosó oldatban.

#### Fehérje színezékek: FLUR, TRITC, LISSA

##### *A minta előkezelése, a fehérjék denaturálása*

Wolbers említi (Wolbers, 2000), hogy az amino savak kimutatásához az öregedett fehérjék lúgos anyaggal történő előkezelése segítségünkre lehet, így növelhetjük a helyes elszíneződés mértékét. Scafer (Schaefer, 1996) kifejti, hogy a fehérjék denaturálása gyenge lúggal könnyebben elérhetővé teszi a színezék számára az amino csoportokat. Megjegyzi továbbá, hogy a denaturálás hatására a fehérjék kevésbé lesznek vízzoldhatóak, így csökkenhet a kioldódás mértéke. A szakemberek konkrét anyagot nem ajánlanak a denaturáláshoz, a fenti kritériumokat figyelembe véve a gyenge lúgnak számító ammónium-hidroxid 8% (vegyes) oldatát választottam a mintáim előkezeléséhez.

##### *A kimosó oldószer*

Mivel a reagens víz érzékeny, a felesleges, vagy nem specifikusan kötődött színezék eltávolításához a minták felületéről acetont használtam.

#### **A tesztek kivitelezése olaj színezékek (RHOD B és 2,7 DCF) esetében**

A színezési folyamat megegyezik az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintái és az ismeretlen összetételű, műtárgyakból vett minták esetében.

*1. sorozat: vízmentes reagenssel színezve*

*reagens: 0,25%-os koncentrációban vízmentes etanolban*

*színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt) 2 csepp pipettából a keresztmetszetre cseppentve*

*kimosás/áttörítés: propanolos vattacsomóval többszöri áttörítés*

*2. sorozat: víz (5%) hozzáadásával a reagens oldathoz*

*reagens: 0,25%-os koncentrációban vízmentes etanolban, 5% víz hozzáadásával*

*színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt) 2 csepp pipettából a keresztmetszetre cseppentve*

*kimosás/áttörítés: propanolos vattacsomóval többszöri áttörítés*

**A tesztek kivitelezése, fehérje színezékek (FLUR, TRITC, LISSA) esetében**

A színezési folyamat megegyezik az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintái és az ismeretlen összetételű, műtárgyakból vett minták esetében. A FLUR reagensnél 0,05%-os koncentrációjú oldatot, a LISSA és TRITC esetében 0,2%-os oldatokat használtunk.

*1. sorozat: előkezelés nélkül színezve*

*előkezelés: nincs*

*reagens: 0,05%-os (FLUR) és 0,2%-os (TRITC és LISSA) koncentrációjú oldat vízmentes acetonban*

*színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt)*

*kimosás/áttörítés: acetonos vattacsomóval többszöri áttörítés*

*2. sorozat: előkezelést követően színezve*

*előkezelés: fehérje denaturálása 5 percig 8% (vegyes) NH<sub>4</sub>OH-ban*

*reagens: 0,05%-os (FLUR) és 0,2%-os (TRITC és LISSA) koncentrációjú oldat vízmentes acetonban*

*színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt)*

*kimosás/áttörítés: acetonos vattacsomóval többszöri áttörítés*

### V.1.3 A tesztek kiértékelése

A tesztek eredményeit négy kategóriába soroltam.

Pozitív (+) eredménynek tekintetem, ha a minta adott rétege egyenletesen, erőteljesen, jól láthatóan elszíneződött. Ebben az esetben a teszt szerint a réteg biztosan tartalmazza a kimutatandó anyagot (fehérjét vagy olajat).

Negatív (-) eredménynek azokat a próbákat ítélem, amikor színváltozás egyáltalán nem következett be. A kiértékelésnél tehát ezek a rétegek a tesztek szerint biztosan nem tartalmaznak fehérjét vagy olajat.

Nem egyértelmű (/) az eredmény azokban az esetekben, ha a vizsgált réteg részben, foltosan, vagy nagyon gyengén színeződött csak el. Ezt a csoportot úgy határoztam meg, hogy a réteg tartalmazhatja a kimutatandó anyagot - csak kis mennyiségben, vagy keverékben - ugyanakkor hibásan is elszíneződhetett.

Nem értékelhető (0) egy teszt akkor, ha a réteg túl vékony ahhoz, hogy el tudjuk dönteni, elszíneződött vagy sem. Azok az esetek is ebbe a kategóriába kerültek, ha a réteg UV és/vagy BV gerjesztésben túl sötét ahhoz, hogy a színreakciót egyértelműen megítéljük. Szintén ebbe a kategóriába kerültek azok az esetek, amikor a reagens oldószere, vagy az előkezeléshez használt anyag kioldotta a réteget, és ezért nem lehetett értékelni azt.

A keresztmetszetek porózus részeibe – elsősorban az alapozókba - sok esetben beszívódott a beöntéshez használt epoxi műgyanta. Ultraibolya gerjesztésnél ezek a részek fényesen lumineszkálnak. A reagensek nem színezik el ezeket a területeket, ezért a kiértékelésnél a műgyanta okozta foltokat nem vettem figyelembe.

Az ismert összetételű minták esetében („A” jelű sorozat) a fenti kategóriák mellett az igaz és hamis állításokat is bevezettem, hogy pontosan követhetővé váljon, mennyire megbízható az adott színezék.

Az ismeretlen mintáknál (műtárgyakból származók), az igaz és hamis állításokat nem alkalmaztam, mert a FTIR mérésekkel kiegészítve is csak feltételezhetjük a rétegek kötőanyagát.



### V.1.3.1 Ismert összetételű minták színezésének eredményei

#### Olaj színezékek (RHOD B és 2,7 DCF)

#### Ismert összetételű, „A” jelű sorozat megszínezése Rhodamine B reagenssel

1. sorozat: vízmentes reagenssel színezve

reagens: 0,25%-os koncentrációban vízmentes etanolban

színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt) 2 csepp pipettából a keresztmetszetre cseppentve

kimosás/áttörítés: propanolos vattacsomóval többszöri áttörítés

2. sorozat: víz (5%) hozzáadásával a reagens oldathoz

reagens: 0,25%-os koncentrációban vízmentes etanolban, 5% víz hozzáadásával

színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt) 2 csepp pipettából a keresztmetszetre cseppentve

kimosás/áttörítés: propanolos vattacsomóval többszöri áttörítés

<b>Minta jele és összetétele</b>	<b>Vízmentes reagenssel színezve</b>		<b>Víz (5%) hozzáadásával a reagens oldathoz</b>	
<b>A 1.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: /	hamis /
tojástempera + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 2.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +
tojástempera + títánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 3.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: +	hamis +
bórax-kazein + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: +	hamis +
<b>A 4.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +

bóráx-kazein + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	hamis +	festékréteg: +	hamis +
<b>A 5.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +
csontenyv + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	hamis +	festékréteg: +	hamis +
<b>A 6.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +
zselatin + titánfehér festékréteg	alapozó: +	hamis +	festékréteg: +	hamis +
<b>A 7.5</b> enyves kréta alapozó	hamis +	hamis +	alapozó: +	hamis +
bőrenyv + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: +	hamis +
<b>A 8.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: /	hamis /
csontenyv + ólomfehér festékréteg	festékréteg: -	igaz -	festékréteg: -	igaz -
<b>A 9.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: +	hamis +
zselatin + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: +	hamis +
<b>A 10.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +
bőrenyv + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: +	hamis +
<b>A 11.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +
lenolaj + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 12.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +

lenolajkence + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: +	igaz +
<b>A 13.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +
lenolaj + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: +	igaz +
<b>A 14.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: /	hamis /
lenolajkence + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: +	igaz +
<b>A 15.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +
lenolajkence + velencei terpentin + ólomfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 16.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +
lenolajkence + velencei terpentin + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: +	igaz +
<b>A 17.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: /	hamis /
mész kazein + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: /	hamis /
<b>A 18.5</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: +	hamis +
mész kazein + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: +	hamis +

4. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat megszínezése Rhodamine B reagenssel

## EREDMÉNYEK – Rhodamine B, olaj kimutatásra

### Vízmentes reagenssel színezve

Rétegek csoportosítása összetételük szerint	Várható eredmény	Hamis eredmények	Igaz eredmények
<b>Alapozók</b>			
<i>kizárólag fehérje tartalmú réteg:</i>  <i>18 réteg</i> <i>A 1.5-A 18.5</i>	várható eredmény: -	hamis +: 12  hamis /: 6	igaz -: 0
<b>Festékrétegek</b>			
<i>kizárólag fehérje tartalmúak:</i>  <i>10 réteg</i>	várható eredmény: -	hamis +: 3  hamis /: 6	igaz -: 1
<i>ólomfehér</i>  <i>5 réteg</i> <i>A 3.5, A 8.5, A 9.5, A 10.5,</i> <i>A 17.5</i>		ólomfehér /: 4	igaz -: 1
<i>títánfehér</i>  <i>5 réteg</i> <i>A 4.5, A 5.5, A 6.5, A 7.5,</i> <i>A 18.6</i>		hamis +: 3  hamis /: 2	
<i>kizárólag olaj tartalmúak:</i>  <i>4 réteg</i> <i>A11.5, A12.5, A13.5, A</i> <i>14.5</i>	várható eredmény: +		igaz +: 0  igaz /: 4
<i>ólomfehér</i>  <i>A 11.6, A 12.6</i>			igaz /: 2
<i>títánfehér</i>			igaz /: 2

13.6, A 14.6			
<b>olajat és gyantát (velencei terpentín) is tartalmaznak:</b>  2 réteg	várható eredmény: + vagy /		igaz +: 1  igaz /: 1
<b>ólomfehér</b>  A 15.5			igaz +: 1
<b>títánfehér</b>  A 14.6			igaz /: 1
<b>fehérjét és olajat is tartalmaznak:</b>  2 réteg	várható eredmény: + és /		igaz +: 1  igaz /: 1
<b>ólomfehér</b>  A 1.5			igaz /: 1
<b>títánfehér</b>  A 2.5			igaz +: 1

5.táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat vízmentes Rhodamine B reagenssel megszínezett mintáinak eredményei

Az olajok és zsírok kimutatására szolgáló Rhodamine B a kizárólag fehérje kötőanyagú alapozók esetében nem bizonyult megbízhatónak – változó intenzitással, de minden esetben elszínezte azokat, ennek egyik lehetséges oka a pórusos szerkezet lehet.

A kizárólag fehérje kötőanyagú festékrétegeknél 10-ből csak egy esetben nem színezte el a réteget. A többi enyvvvel, és kazeinnel készült réteggel reagált valamilyen mértékben. Tehát a reagens nem volt megbízható a kizárólag fehérje kötőanyagú festékrétegeket illetően sem.

A títánfehérrel kevert rétegek minden esetben elszíneződtek, és nagyobb arányban egyértelműen (3 hamis pozitív eredmény, 2 nem egyértelmű pozitív eredmény), mint az ólomfehérrel keverték (4 hamis nem egyértelmű eredmény, 1 igaz negatív eredmény). Ólomfehérrel keverve egy esetben nem színeződött el a réteg hamisan.

A kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegeknél mind a 4 réteg reagált valamilyen mértékben a színezéssel, de nem egyenletesen, és eltérő intenzitással színeződtek el.

Azoknál a festékrétegeknél, amelyek olajat és gyantát is tartalmaznak, 1 esetben pozitív igaz, 1-ben pedig nem egyértelmű igaz eredményt kaptunk.

A színezék részben vagy teljesen elszínezte az olajat és fehérjét is tartalmazó összes réteget, 1 pozitív igaz, 1 nem egyértelmű igaz eredményt kaptunk.

Tehát ezek alapján kijelenthetjük, hogy a színezék az olajtartalmú festett rétegeket jól elszínezi, de sajnos a nem olajtartalmú, fehérje tartalmú rétegeket is hamisan megszínezte. A teszt a kísérletsor alapján nem bizonyult megbízhatónak.

## EREDMÉNYEK – Rhodamine B, olaj kimutatására

*Víz (5%) hozzáadásával a reagens oldatban*

Rétegek csoportosítása összetételük szerint	Várható eredmény	Hamis eredmények	Igaz eredmények
<b>Alapozók</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmú réteg:</b>  <i>18 réteg</i>  <i>A 1.5 – A 18.5</i>	várható eredmény: -	hamis +: 14  hamis /: 4	igaz -: 0
<b>Festékrétegek</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmúak:</b>  <i>10 réteg</i>	várható eredmény: -	hamis +: 8  hamis /: 1	igaz -: 1
<b>ólomfehér</b>  <i>5 réteg</i>  <i>A 3.5, A 8.5, A 9.5, A 10.5, A 17.5</i>		hamis +: 3  hamis /: 1	igaz -: 1
<b>títánfehér</b>  <i>5 réteg</i>  <i>A 4.5, A 5.5, A 6.5, A 7.5, A 18.6</i>		hamis +: 5  hamis /: 0	
<b>kizárólag olaj tartalmúak:</b>  <i>4 réteg</i>  <i>A11.5, A12.5, A13.5, A 14.5</i>	várható eredmény: +		igaz +: 3  igaz /: 1
<b>ólomfehér</b>  <i>A 11.6, A 12.6</i>			igaz +: 3  igaz /: 1
<b>títánfehér</b>  <i>13.6, A 14.6</i>			igaz +: 2
<b>olajat és gyantát (velencei terpentín) is</b>	várható eredmény: + vagy		igaz +: 2 (1ó, 1t)

<b>tartalmaznak:</b> 2 réteg A 15.5, A 16.5	/		igaz /: 0
<b>ólomfehér</b> A 15.5			igaz +: 1
<b>títáncfehér</b> A 14.6			igaz +: 1
<b>fehérjét és olajat is tartalmaznak:</b> 2 réteg A 1.5, A 2.5	várható eredmény: + és /		igaz +: 1 igaz /: 1
<b>ólomfehér</b> A 1.5			igaz /: 1
<b>títáncfehér</b> A 2.5			igaz +: 1

6.táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat víztartalmú Rhodamine B reagenssel megszínezett mintáinak eredményei

A Rhodamine B reagens vízzel keverve is elszínezte az összes kizárólag fehérje tartalmú alapozót. 14 hamis pozitív, 4 hamis nem egyértelmű eredményt kaptunk, negatív eredményt egyet sem.

A kizárólag fehérje kötőanyagú festékrétegeknél 10-ből csak egy esetben nem színezte el a réteget valamilyen mértékben.

A kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegeknél 1 igaz, de nem egyértelmű eredmény, és 3 pozitív, egyértelmű eredményt kaptunk, tehát minden olajat tartalmazó réteg elszíneződött valamilyen mértékben.

Annál a két festékrétegnél, amelyek olajat és gyantát is tartalmaznak, mindkét esetben pozitív, igaz eredményt kaptunk.

A reagens vízzel keverve is elszínezte az olajat és fehérjét is tartalmazó rétegeket, 1 pozitív igaz, 1 nem egyértelmű igaz eredményt kaptunk.

Összegezve az oldat módosításával is megbízhatatlannak bizonyult a reagens.



## Összegzés

Rétegek	Vízmentes reagens	Vizes reagens
<b>Alapozó</b> <i>18 réteg</i>	hamis +: 12 hamis /: 6	hamis +: 14 hamis /: 4
<b>Kizárólag fehérje kötőanyagú festékrétegek</b> <i>10 réteg</i>	hamis +: 3 hamis /: 6 igaz -: 1	hamis +: 8 hamis /: 1 igaz -: 1
<b>ólomfehér</b> <i>5 réteg</i>	hamis /: 4 igaz -: 1	hamis +: 3 hamis /: 1 igaz -: 1
<b>títánfehér</b> <i>5 réteg</i>	hamis +: 3 hamis /: 2	
<b>Kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegek</b> <i>4 réteg</i>	igaz /: 4	igaz +: 3 igaz /: 1
<b>ólomfehér</b> <i>2 réteg</i>	igaz /: 2	igaz +: 1 igaz /: 1
<b>títánfehér</b> <i>2 réteg</i>	igaz /: 2	igaz +: 2
<b>Olajat és gyantát (velencei terpentín) is tartalmazó festékrétegek</b> <i>2 réteg</i>	igaz +: 1 igaz /: 1	igaz +: 2
<b>ólomfehér</b> <i>1 réteg</i>	igaz +: 1	igaz +: 1
<b>títánfehér</b> <i>2 réteg</i>	igaz /: 1	igaz +: 1
<b>Fehérjét és olajat is tartalmazó festékrétegek</b>	igaz +: 1 igaz /: 1	igaz +: 1 igaz /: 1

<i>2 réteg</i>		
<b>ólomfehér</b> <i>1 réteg</i>	igaz /: 1	igaz /: 1
<b>títánfehér</b> <i>1 réteg</i>	igaz +: 1	igaz +: 1

7. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat vízmentes és víztartalmú Rhodamine B reagenssel megszínezett mintáinak összesítő eredményei

A víz hozzáadásával a színezék oldathoz a rétegek egyenletesebben, erőteljesebben színeződtek el, csökkent a nem egyértelmű eredmények száma. Ebből következik, hogy nőtt a hamis pozitív eredmények száma, de az igaz pozitívoké is.

A kizárólag fehérje kötőanyagú alapozókat mindkét változat az összes esetben elszínezte valamilyen mértékben. Az alapozóknál a vízmentes reagenshez képest 2-vel nőtt a hamis pozitív eredmények száma víz hozzáadásával. A standard mintákon tehát a színezék egyik variánsa sem bizonyult megbízhatónak csak fehérjét tartalmazó alapozórétegek esetében.

A kizárólag fehérje kötőanyagú rétegeknél mindkét változattal 1-1 negatív eredményt kaptunk, a többi esetben tapasztaltunk valamilyen mértékű elszíneződést. Víz hozzáadásával szintén nőtt a hamis pozitív rétegek száma a nem egyértelműekhez képest. A standard mintákon tehát a reagens egyik változata sem volt megbízható.

A kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegek mindegyike elszíneződött mindkét oldattal. Víz hozzáadásával egyértelműbb, egyenletesebb lett a színreakció.

Általánosságban elmondható, hogy az ólomfehérrel kevert rétegek között több a nem egyértelmű eredmény, mint a títánfehérekkel keverték esetében. Mivel a két pigment eredményei ilyen eltérőek, elképzelhető, hogy a pigmentek befolyásolhatják a végbemenő reakciókat. Ez a feltételezés azonban csak további kutatásokkal lenne igazolható.

Az olaj és gyanta keverékével készített rétegeknél szintén minden réteg elváltozott, víz hozzáadásával nőtt a pozitív eredmények száma.

A fehérje és olaj keverékek esetében is az összes réteg reagált: az eredmények megegyeznek a két változattal végzett tesztekkel.

Összegezve kijelenthetjük, hogy az általunk vizsgált, ismert összetételű mintákon a Rhodamine B reagens kizárólag fehérje tartalmú kötőanyagoknál nem működik

megbízhatóan, mert szinte minden esetben elszínezi azokat. A reagens oldat módosításával nem csökkent a hibásan elváltozott rétegek száma.

A kizárólag olajjal készült és olajat is tartalmazó keverék rétegek minden esetben elszíneződtek, de változó intenzitással, és gyakran nem egyenletesen. A vizes reagenssel nőtt az egyértelmű eredmények száma.

Ezek alapján kijelenthető, hogy a reagens az olajtartalom kimutatására alkalmas, de mivel a fehérje tartalmú anyagokkal is elszíneződik, a megbízhatósága minimális.

**Ismert összetételű, „A” jelű sorozatmegszínezése 2,7 Dichlorofluoresceinnel, olaj kimutatására**

*1. sorozat: vízmentes reagenssel színezve*

*reagens: 0,2%-os koncentrációban vízmentes etanolban*

*színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt) 2 csepp pipettából a keresztmetszetre cseppentve*

*kimosás/áttörítés: propanolos vattacsomóval többszöri áttörítés*

*2. sorozat: víz (5%) hozzáadásával a reagens oldathoz*

*reagens: 0,2%-os koncentrációban vízmentes etanolban, 5% víz hozzáadásával*

*színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt) 2 csepp pipettából a keresztmetszetre cseppentve*

*kimosás/áttörítés: propanolos vattacsomóval többszöri áttörítés*

<b><i>Minta jele és összetétele</i></b>	<b><i>Vízmentes reagenssel színezve</i></b>		<b><i>Víz (5%) hozzáadásával a reagens oldathoz</i></b>	
<b>A 1.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: /	hamis /
tojástempera + ólomfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 2.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: +	hamis +
tojástempera + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: /	igaz /
<b>A 3.6</b> enyves kréta alapozó	-	-	-	-
bórax-kazein + ólomfehér festékréteg	-	-	-	-
<b>A 4.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +
bórax-kazein + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	hamis +	festékréteg: +	hamis +

<b>A 5.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: /	hamis /
csontenyv + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	hamis +	festékréteg: +	hamis +
<b>A 6.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +
zselatin + titánfehér festékréteg	alapozó: +	hamis +	festékréteg: +	hamis +
<b>A 7.6</b> enyves kréta alapozó	-	-	-	-
bőrenyv + titánfehér festékréteg	-	-	-	-
<b>A 8.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: -	igaz -
csontenyv + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: +	hamis +
<b>A 9.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: -	igaz -
zselatin + ólomfehér festékréteg	festékréteg: +	hamis +	festékréteg: +	hamis +
<b>A 10.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: /	hamis /
bőrenyv + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: /	hamis /
<b>A 11.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: /	hamis /
lenolaj + ólomfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 12.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: /	hamis /
lenolajkence + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 13.6</b>	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +

enyves kréta alapozó				
lenolaj + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 14.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +
lenolajkence + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: +	igaz +
<b>A 15.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: /	hamis /
lenolajkence + velencei terpentín + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 16.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +
lenolajkence + velencei terpentín + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 17.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	hamis /	alapozó: /	hamis /
mész kazein + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: -	igaz -
<b>A 18.6</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	hamis +	alapozó: +	hamis +
mész kazein + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	hamis +	festékréteg: +	hamis +

8. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat megszínezése 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel

## EREDMÉNYEK – 2,7 Dichlorofluorescein, olaj kimutatására

### Vízmentes reagenssel színezve

Rétegek csoportosítása összetételük szerint	Várható eredmény	Hamis eredmények	Igaz eredmények
<b>Alapozók</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmú réteg:</b>  <i>16 réteg</i>  <i>A1.6 – A 18.6</i>	várható eredmény: -	hamis +: 8  hamis /: 8	igaz -: 0
<b>Festékrétegek</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmúak:</b>  <i>8 réteg</i>	várható eredmény: -	hamis +: 5  hamis /: 3	igaz -: 0
<b>ólomfehér</b>  <i>4 réteg</i>  <i>A 8.6, A 9.6, A 10.6, A 17.6</i>		hamis +: 1  hamis /: 3	
<b>títánfehér</b>  <i>4 réteg</i>  <i>A 4.6, A 5.6, A 6.6, A 18.6</i>		hamis +: 4  hamis /: 0	
<b>kizárólag olaj tartalmúak:</b>  <i>4 réteg</i>  <i>A11.6, A12.6, A13.6, A 14.6</i>	várható eredmény: +		igaz +: 2 lenolaj  igaz /: 2 lenolajkence
<b>ólomfehér</b>  <i>A 11.6, A 12.6</i>			igaz +: 1 lenolaj  igaz /: 1 lenolajkence
<b>títánfehér</b>  <i>13.6, A 14.6</i>			igaz +: 1 lenolaj  igaz /: 1 lenolajkence
<b>olajat és gyantát (velencei terpentín) is</b>	várható eredmény: + és /		igaz +: 1

<b>tartalmaznak:</b> <i>2 réteg</i>			igaz /: 1
<b>ólomfehér</b> <i>A 15.6</i>			igaz /: 1
<b>titánfehér</b> <i>A 16.6</i>			igaz +: 1
<b>fehérjét és olajat is tartalmaznak:</b> <i>2 réteg</i>	várható eredmény: + és /		igaz +: 2
<b>ólomfehér</b> <i>A 1.6</i>			igaz +: 1
<b>titánfehér</b> <i>A 2.6</i>			igaz +: 1

9. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat vízmentes 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel megszínezett mintáinak eredményei

Vízmentes reagenssel színezve minden fehérje kötőanyagú alapozó elszíneződött részben vagy teljesen, tehát hamis pozitív és hamis nem egyértelmű eredményt adtak, egyenlő arányban.

Minden titánfehérrel kevert, fehérje kötőanyagú festékréteg hamis pozitív, az ólomfehérrel kevert rétegek közül 1 hamis pozitív, és 3 nem egyértelmű hamis lett.

Minden lenolaj tartalmú réteg igaz pozitív, a lenolajkencés rétegek nem egyértelmű igaz eredményt adtak, pigmenttől függetlenül.

Mindkettő olajat és gyantát is tartalmazó réteg elszíneződött, az ólomfehér tartalmú nem egyértelmű, a titánfehér igaz pozitív eredményt adott.

Az olajat és fehérjét is tartalmazó rétegek szintén igaz pozitív eredményt adtak.



## EREDMÉNYEK – 2,7 Dichlorofluorescein, olaj kimutatására

*Víz (5%) hozzáadásával a reagens oldathoz*

Rétegek csoportosítása összetételük szerint	Várható eredmény	Hamis eredmények	Igaz eredmények
<b>Alapozók</b>			
<i>kizárólag fehérje tartalmú réteg:</i>  <i>16 réteg</i>  <i>A1.6 – A 18.6</i>	várható eredmény: -	hamis +: 7  hamis /: 7	igaz -: 2
<b>Festékrétegek</b>			
<i>kizárólag fehérje tartalmúak:</i>  <i>8 réteg</i>	várható eredmény: -	hamis +: 6  hamis /: 1	igaz -: 1
<i>ólomfehér</i>  <i>4 réteg</i>  <i>A 8.6, A 9.6, A 10.6, A 17.6</i>		hamis +: 4  hamis /: 0	
<i>títánfehér</i>  <i>4 réteg</i>  <i>A 4.6, A 5.6, A 6.6, A 18.6</i>		hamis +: 2  hamis /: 1	igaz -: 1
<i>kizárólag olaj tartalmúak:</i>  <i>4 réteg</i>  <i>A11.6, A12.6, A13.6, A 14.6</i>	várható eredmény: +		igaz +: 3  igaz /: 1
<i>ólomfehér</i>  <i>A 11.6, A 12.6</i>			igaz +: 1  igaz /: 1 lenolajkence
<i>títánfehér</i>  <i>13.6, A 14.6</i>			igaz +: 2  igaz /: 0
<i>olajat és gyantát (velencei terpentín) is tartalmaznak:</i>			igaz +: 1  igaz /: 1

<i>2 réteg</i>			
<b>ólomfehér</b> A 15.6			igaz /: 1
<b>titánfehér</b> A 16.6			igaz +: 1
<b>fehérjét és olajat is tartalmaznak:</b> <i>2 réteg</i>	várható eredmény: + és /		igaz +: 1 igaz /: 1
<b>ólomfehér</b> A 1.6			igaz +: 1
<b>titánfehér</b> A 2.6			igaz /: 1

10. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat víztartalmú 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel megszínezett mintáinak eredményei

Az alapozó rétegek közül 14 adott hamis pozitív vagy nem egyértelmű eredményt, 2 nem színeződött el, tehát ezek igazak.

Egy kivétellel az összes fehérje tartalmú festékréteg elszíneződött, 6 egyértelműen (hamis pozitív), egy pedig részben (hamis nem egyértelmű). Minden titánfehérrel kevert réteg hamis pozitív lett. Az ólomfehérrel kevert rétegek közül 1 nem egyértelmű hamis, 2 hamis pozitív, egy pedig nem színeződött el (igaz -).

Minden lenolaj tartalmú réteg elszíneződött, de a lenolajkencés rétegek közül az ólomfehér tartalmú nem egyértelműen, a többi egyértelműen.

Az olajat és gyantát is tartalmazó rétegek közül mindkettő elszíneződött, de az ólomfehér tartalmú nem egyértelműen, a titánfehér viszont egyértelműen.

A fehérjét és olajat is tartalmazó rétegek mindegyike elszíneződött részben vagy teljesen, az ólomfehérrel kevert egyértelmű, a titánfehér tartalmú nem egyértelmű eredményt adott.

## Összegzés

Rétegek	Vízmentes reagens	Vizes reagens
<b>Alapozó</b> 16 réteg	hamis +: 8 hamis /: 8	hamis +: 7 hamis /: 7 igaz -: 2
<b>Kizárólag fehérje kötőanyagú festékrétegek</b> 8 réteg	hamis +: 5 hamis /: 3	hamis +: 6 hamis /: 1 igaz -: 1
<b>ólomfehér</b> 4 réteg	hamis +: 1 hamis /: 3	hamis +: 2 hamis /: 1 igaz -: 1
<b>títánfehér</b> 4 réteg	hamis +: 4 hamis /: 0	hamis +: 4 hamis /: 0
<b>Kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegek</b> 4 réteg	igaz +: 2 lenolaj igaz /: 2 lenolajkence	igaz +: 3 igaz /: 1
<b>ólomfehér</b> 2 réteg	igaz +: 1 igaz /: 1 lenolajkence	igaz +: 1 igaz /: 1 lenolajkence
<b>títánfehér</b> 2 réteg	igaz +: 1 igaz /: 1 lenolajkence	igaz +: 2 igaz /: 0
<b>Olajat és gyantát (velencei terpentín) is tartalmazó festékrétegek</b> 2 réteg	igaz +: 1 igaz /: 1	igaz +: 1 igaz /: 1
<b>ólomfehér</b> 1 réteg	igaz /: 1	igaz /: 1
<b>títánfehér</b> 1 réteg	igaz +: 1	igaz +: 1
<b>Fehérjét és olajat is tartalmazó festékrétegek</b> 2 réteg	igaz +: 2	igaz +: 1 igaz /: 1

<i>ólomfehér</i> <i>1 réteg</i>	igaz +: 1	igaz +: 1
<i>titánfehér</i> <i>1 réteg</i>	igaz +: 1	igaz /: 1

11. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat vízmentes és víztartalmú 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel megszínezett mintáinak összesítő eredményei

A fehérje kötőanyagú alapozók esetében vizes reagenssel kismértékben (2-vel) kevesebb hamis pozitív vagy nem egyértelmű hamis eredményt kaptunk. Kettő esetben nem színezte el a Dichlorofluorescein az alapozót.

A kizárólag fehérje tartalmú festékrétegek esetében a vízmentes reagenssel az összes réteg hamisan reagált. Víz hozzáadásával csökkent a nem egyértelmű elszínezések száma, de eggyel több hamis pozitív eredményt kaptunk, és csak egy esetben nem változott el a réteg.

A titánfehérrel kevert fehérje kötőanyagú rétegek 4 hamis pozitív eredményt adtak a reagens mindkét változatával. Vizes reagenssel az ólomfehér és fehérje keverékeknél csökkent a nem egyértelmű eredmények száma: egy esetben nem színeződött el a réteg, egy esetben viszont hamisan igen.

A reagens mindkét változata elszínezte az összes olaj tartalmú festékréteget. A kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegek esetében a vizes reagenssel eggyel több egyértelmű igaz pozitív eredményt kaptunk, mint a víz hozzáadása nélkülivel. A bizonytalan eredményt az ólomfehérrel kevert lenolajkence adta. A lenolajkencével készült rétegek általában kevésbé intenzíven és egyenletesen színeződtek el, ezért elképzelhető, hogy ugyanannak az anyagnak eltérő módon előállított változatai máshogy reagálnak a színezéssel.

Az olajat és gyantát tartalmazó rétegek ugyanúgy színeződtek el vizes és vízmentes reagenssel is, a titánfehérrel kevert réteg egyértelmű, az ólomfehérrel kevert nem egyértelműen színeződött el.

A fehérje és olaj keverékek szintén mindkét módon elváltoztak, de a vizes reagenssel a titánfehér réteg kevésbé intenzíven és egyenletesen.

Mivel a titánfehér tartalmú rétegek általában egyenletesebben színeződtek el, mint az ólomfehérrel készültek, elképzelhető, hogy a pigment is befolyásolja valamilyen módon a végbemenő reakciókat.

Összegezve elmondhatjuk, hogy az ismert összetételű mintákon a kizárólag fehérje kötőanyagú rétegeket a Dichlorofluorescein túlnyomó többségében hamisan elszínezte. A

vízmentes reagens az összes esetben hamis eredményt adott, víz hozzáadásával minimálisan csökkent a hibás színezések száma. Ezek alapján kijelenthetjük, hogy a vizsgált fehérje tartalmú rétegeken a reagens nem működött megbízhatóan.

Az olajjal készült vagy olajat is tartalmazó rétegekkel minden esetben reagált mindkét színezék változat. A vizes reagens néhány esetben növelte az elszíneződés intenzitását, de előfordult, hogy csökkentette.

Tehát kijelenthető, hogy a 2,7 Dichlorofluorescein sem megbízható, hiszen az olaj és a fehérje tartalmú rétegek nagy százalékát egyaránt elszínezte.

**Igaz és hamis eredmények arányai az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintáin az olaj (RHOD B és 2,7 DCF) színezékek esetében, víz hozzáadása nélkül, és víz (5%) hozzáadásával**

	<b>RHOD B</b>	<b>RHOD B</b>	<b>DCF</b>	<b>DCF</b>
	vízmentes	víz hozzáadásával	vízmentes	víz hozzáadásával
<b>összes alapozó réteg</b>	<b>18</b>	<b>18</b>	<b>16</b>	<b>16</b>
<i>igaz</i>				2
<i>hamis</i>	18	18	16	14
<b>összes fehérje festékréteg</b>	<b>10</b>	<b>10</b>	<b>8</b>	<b>8</b>
<i>igaz</i>	1	1		1
<i>hamis</i>	9	9	8	7
<b>összes olaj festékréteg</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>
<i>igaz</i>	4	4	4	4
<i>hamis</i>				
<b>összes olaj és gyanta festékréteg</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>
<i>igaz</i>	2	2	2	2
<i>hamis</i>				
<b>összes fehérje és olaj festékréteg</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>
<i>igaz</i>	2	2	2	2
<i>hamis</i>				

12. táblázat: Igaz és hamis eredmények az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintáin az olaj (RHOD B és 2,7 DCF) színezékek esetében, víz hozzáadása nélkül, és víz (5%) hozzáadásával

	<b>RHOD B</b>	<b>RHOD B</b>	<b>DCF</b>	<b>DCF</b>
	vízmentes	víz hozzáadásával	vízmentes	víz hozzáadásával
<b>összes alapozó réteg</b>	<b>18</b>	<b>18</b>	<b>16</b>	<b>16</b>
<i>igaz</i>				12,5%
<i>hamis</i>	100%	100%	100%	87,5%
<b>összes fehérje festékréteg</b>	<b>10</b>	<b>10</b>	<b>8</b>	<b>8</b>
<i>igaz</i>	10%	10%		12,5%
<i>hamis</i>	90%	90%	100%	87,5%
<b>összes olaj festékréteg</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>
<i>igaz</i>	100%	100%	100%	100%
<i>hamis</i>				
<b>összes olaj és gyanta festékréteg</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>
<i>igaz</i>	100%	100%	100%	100%
<i>hamis</i>				
<b>összes fehérje és olaj festékréteg</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>
<i>igaz</i>	100%	100%	100%	100%
<i>hamis</i>				

13. táblázat: Igaz és hamis eredmények %-os arányai az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintáin az olaj (RHOD B és 2,7 DCF) színezékek esetében, víz hozzáadása nélkül, és víz (5%) hozzáadásával

	<b>RHOD B</b>	<b>DCF</b>
kizárólag fehérje tartalmú rétegek	28 -100%	24 – 100%
hamis eredmények előkezelés nélkül	27– 96%	24- 100%
hamis eredmények előkezeléssel	27– 96%	21 – 87,5%
<b>hiba %</b>	<b>96%</b>	<b>87,5%</b>

14. táblázat: A kizárólag fehérjét tartalmazó rétegek (28/24) igaz-hamis eredményeinek arányai az „A” jelű mintákon, az olaj színezékekkel (RHOD B, DCF)

#### **Az olaj színezékek (RHOD B és DCF) vízmentes reagens oldattal**

Az olaj színezékek vízmentesen elkészítve minden esetben hamis pozitív eredményt adtak az alapozóknál – vagyis részben vagy teljesen elszínezték azokat.

A fehérje kötőanyagú festékrétegek esetében mindössze egyetlen esetben adtak igaz eredményt (RHOD), vagyis nem történt színváltozás. Az összes többi esetben hamisan elszíneződtek, részben vagy teljesen.

Az olaj kötőanyagú rétegeknél az olaj reagensek az összes réteget elszínezték, és nem adtak hamis eredményt.

A reagensek részben vagy teljesen elszínezték az összes olajat és gyantát is tartalmazó réteget.

Szintén az összes fehérje és olaj kötőanyagú réteg reagált a színezékekkel, vagyis pozitív eredményt adtak.

#### **Az olaj színezékek (RHOD B és DCF) víz hozzáadásával a reagens oldathoz**

Az olaj színezékek víz hozzáadásával az alapozóknál két esetben adtak igaz negatív eredményt (DCF), az összes többi esetben részben vagy teljesen elszínezték azokat.



A fehérje kötőanyagú festékrétegek esetében mindkét reagens egy-egy igaz eredményt adott, vagyis nem színezte el a réteget. Az összes többi esetben hamisan elszíneződtek, részben vagy teljesen.

Az olaj kötőanyagú rétegeknél az olaj reagensok az összes réteget elszínezték, és nem adtak hamis eredményt.

A reagensok részben vagy teljesen elszínezték az összes olajat és gyantát is tartalmazó réteget is.

Szintén az összes fehérje és olaj kötőanyagú réteg reagált a színezékekkel, vagyis pozitív eredményt adtak.

Összességében elmondható, hogy víz hozzáadása a reagens oldatához a DCF esetében minimálisan javította színezés pontosságát, de a RHOD B eredményeit nem befolyásolta.

### **Az olaj színezékek (RHOD B és DCF) specifikussága a dolgozatban alkalmazott vizsgálati paraméterekkel az ismert összetételű („A” jelű) mintákon**

A Rhodamine B víz hozzáadásával és vízmentesen is egy-egy esetben nem okozott színváltozást. Ez azt jelenti, hogy 36 rétegből 1-1 nem színeződött el. Minden más vizsgált réteggel reagált valamilyen mértékben, tekintet nélkül annak összetételére.

A vízmentes oldatban használt Dichlorofluorescein a vizsgált összes réteget megszínezte valamilyen mértékben. Ez azt jelenti, hogy 32 rétegből 32 elszíneződött, függetlenül a kötőanyag típusától. Víz hozzáadásával három réteg nem adta a pozitív reakciót, vagyis 32 rétegből 3 nem színeződött el.

Ezek alapján kijelenthető, hogy a RHOD B és a DCF a dolgozatban szereplő, ismert összetételű mintákon, az alkalmazott vizsgálati paraméterekkel nem működtek következetesen és kiszámíthatóan. Mind a két reagens hibaszázaléka 90% körül (RHOD B:96% DCF:87,5%) ami egyértelműen mutatja a két reagens nagyfokú megbízhatatlanságát. Tovább növeli a bizonytalanságot, hogy a kétféle pigment használatával eltérő eredményeket kaptunk, tehát a töltőanyag típusa is befolyásolhatja a reakciókat, ami a valós minták esetén egyértelműen jelentős tényező.

### **Ismert összetételű minták színezésének eredményei**

## Fehérje színezékek (FLUR, TRITC és LISSA)

### Ismert összetételű, „A” jelű sorozatmegszínezése Fluorescamine-nal, fehérje kimutatására

1. sorozat: előkezelés nélkül színezve

előkezelés: nincs

reagens: 0,05%-os koncentrációjú oldat vízmentes acetonban

színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt)

kimosás/áttörlés: acetonos vattacsomóval többszöri áttörlés

2. sorozat: előkezelést követően színezve

előkezelés: fehérje denaturálása 5 percig 8% (vegyes) NH<sub>4</sub>OH-ban

reagens: 0,05%-os koncentrációjú oldat vízmentes acetonban

színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt)

kimosás/áttörlés: acetonos vattacsomóval többszöri áttörlés

<i>Minta jele és összetétele</i>	<i>Előkezelés nélkül színezve</i>		<i>Előkezelést követően színezve</i>	
<b>A 1.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: -	hamis -
tojástempera + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: -	hamis -
<b>A 2.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: -	hamis -
tojástempera + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: -	hamis -
<b>A 3.7</b> enyves kréta alapozó	-	-	-	-
bórax-kazein + ólomfehér festékréteg	-	-	-	-

<b>A 4.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	igaz /	alapozó: /	igaz /
bórax-kazein + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 5.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
csontenyv + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: +	igaz +
<b>A 6.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
zselatin + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: +	igaz +
<b>A 7.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
bőrenyv + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 8.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
csontenyv + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 9.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: /	igaz /
zselatin + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 10.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: /	igaz /
bőrenyv + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: +	igaz +
<b>A 11.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
lenolaj + ólomfehér festékréteg	festékréteg: -	igaz -	festékréteg:-	igaz -

<b>A 12.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz /	alapozó: +	igaz +
lenolajkence + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg:-	igaz -
<b>A 13.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
lenolaj + titánfehér festékréteg	festékréteg: -	igaz -	festékréteg: /	hamis /
<b>A 14.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
lenolajkence + titánfehér festékréteg	festékréteg: -	igaz -	festékréteg:-	igaz -
<b>A 15.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
lenolajkence + velencei terpentin + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: /	hamis /
<b>A 16.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: /	igaz /
lenolajkence + velencei terpentin + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: /	hamis /
<b>A 17.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	igaz /	alapozó: /	igaz /
mész kazein + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 18.7</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: /	igaz /
mész kazein + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: /	igaz /

15. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat megszínezése Fluorescamine reagenssel

### EREDMÉNYEK – Fluorescamine, fehérje kimutatására

**Előkezelés nélkül színezve**

<b>Rétegek csoportosítása összetételük szerint</b>	<b>Várható eredmény</b>	<b>Hamis eredmények</b>	<b>Igaz eredmények</b>
<b>Alapozó</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmú réteg:</b>  <i>17 réteg</i> <i>A1.7 – A 18.7</i>	várható eredmény: +	hamis -: 0	igaz +: 13  igaz /: 4
<b>Festékrétegek</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmúak:</b>  <i>9 réteg</i>	várható eredmény: +	hamis -: 0	igaz +: 2  igaz /: 7
<b>ólomfehér</b>  <i>4 réteg</i> <i>A 8.7, A 9.7, A 10.7, A 17.7</i>			igaz /: 4
<b>títánfehér</b>  <i>5 réteg</i> <i>A 4.7, A 5.7, A 6.7, A 7.7, A 18.7</i>			igaz +: 2  igaz /: 3
<b>kizárólag olaj tartalmúak:</b>  <i>4 réteg</i>	várható eredmény: -	hamis /: 1	igaz -: 3
<b>ólomfehér</b>  <i>A 11.7, A 12.7</i>		hamis /: 1	igaz -: 1
<b>títánfehér</b>  <i>13.7, A 14.7</i>			igaz -: 2
<b>olajat és gyantát (velencei terpentín) is tartalmaznak:</b>  <i>2 réteg</i>	várható eredmény: -	hamis /: 2	
<b>ólomfehér</b>  <i>A 15.7</i>		hamis /: 1	

<i>titánfehér</i> A 16.7		hamis /: 1	
<i>fehérjét és olajat is tartalmaznak:</i> 2 réteg	várható eredmény: + és /		igaz /: 2
<i>ólomfehér</i> A 1.7			igaz /: 1
<i>titánfehér</i> A 2.7			igaz /: 1

16. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Fluorescamine reagenssel, előkezelés nélkül megszínezett mintáinak eredményei

Minden fehérje kötőanyagú alapozó elszíneződött részben vagy teljesen, az egyértelműen elszínezett minták száma több mint 3-szorosa (13) a nem egyértelműen megjelölteknek (4).

Minden kizárólag fehérje kötőanyagú festékréteg elszíneződött részben vagy teljesen. Titánfehérrel kevert rétegek közül 2 egyértelműen, 3 nem egyértelműen színeződött el, az ólomfehérrel készült rétegek mindegyike nem egyértelmű eredményt adott.

Kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegek közül 1 hamis, nem egyértelmű eredményt kaptunk, 3 réteg nem színeződött el. A lenolajkence és ólomfehér keveréke adott bizonytalan pozitív eredményt.

Mindkét olajat és gyantát is tartalmazó réteg részben elszíneződött, tehát hamis pozitív eredményt adtak.

Mindkét fehérjét és olajat is tartalmazó minta részben elszíneződött, vagyis igaz, de nem egyértelmű eredményt kaptunk.

## **EREDMÉNYEK – Fluorescamine, fehérje kimutatására**

*Előkezelést követően színezve*

<b>Rétegek csoportosítása összetételük szerint</b>	<b>Várható eredmény</b>	<b>Hamis eredmények</b>	<b>Igaz eredmények</b>
<b>Alapozók</b>			
<i>kizárólag fehérje tartalmú réteg:</i>  <i>17 réteg</i>  <i>A1.7 – A 18.7</i>	várható eredmény: +	hamis -: 2	igaz +: 9  igaz /: 6
<b>Festékrétegek</b>			
<i>kizárólag fehérje tartalmúak:</i>  <i>9 réteg</i>	várható eredmény: +	hamis -: 0	igaz +: 4  igaz /: 5
<i>ólomfehér</i>  <i>4 réteg</i>  <i>A 8.7, A 9.7, A 10.7, A 17.7</i>			igaz +: 1  igaz /: 3
<i>títánfehér</i>  <i>5 réteg</i>  <i>A 4.7, A 5.7, A 6.7, A 7.7, A 18.7</i>			igaz +: 3  igaz /: 2
<i>kizárólag olaj tartalmúak:</i>  <i>4 réteg</i>	várható eredmény: -	hamis /: 1	igaz -: 3
<i>ólomfehér</i>  <i>A 11.7, A 12.7</i>			igaz -: 2
<i>títánfehér</i>  <i>13.7, A 14.7</i>		hamis /: 1	igaz -: 1
<i>olajat és gyantát (velencei terpentín) is tartalmaznak:</i>  <i>2 réteg</i>	várható eredmény: -	hamis /: 2	
<i>ólomfehér</i>		hamis /: 1	

A 15.7			
<b>títánfehér</b> A 16.7		hamis /: 1	
<b>fehérjét és olajat is tartalmaznak:</b> 2 réteg	várható eredmény: + és /		igaz /: 2
<b>ólomfehér</b> A 1.7			igaz /: 1
<b>títánfehér</b> A 2.7			igaz /: 1

17. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Fluorescamine reagenssel, előkezelést követően megszínezett mintáinak eredményei

A fehérje kötőanyagú alapozók túlnyomó többsége (15) elszíneződött részben vagy teljesen, vagyis igaz eredményt adtak, 2 pedig nem, tehát ezek hamisak lettek.

Minden kizárólag fehérje kötőanyagú festékréteg elszíneződött részben vagy teljesen. A titánfehérrel keverték több egyértelmű pozitív eredményt adtak, mint az ólomfehérrel készültek.

A kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegek színezése során egy hamis, nem egyértelmű eredményt kaptunk.

Mindkét olajat és gyantát is tartalmazó réteg részben hamisan elszíneződött.

Mindkét fehérjét és olajat is tartalmazó minta részben elszíneződött, tehát igaz eredményt adtak.

## Összegzés



Rétegek	Előkezelés nélkül	Előkezelve
<i>Alapozó</i> 17 réteg	igaz +: 13 igaz /: 4 hamis -: 0	igaz +: 9 igaz /: 6 hamis -: 2
<i>Kizárólag fehérje kötőanyagú festékrétegek</i> 9 réteg	igaz +: 2 igaz /: 7	igaz +: 4 igaz /: 5
<i>ólomfehér</i> 4 réteg	igaz /: 4	igaz +: 1 igaz /: 3 hamis -: 0
<i>títánfehér</i> 5 réteg	igaz +: 2 igaz /: 3	igaz +: 3 igaz /: 2
<i>Kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegek</i> 4 réteg	igaz -: 3 hamis /: 1	igaz -: 3 hamis /: 1
<i>ólomfehér</i>	igaz -: 1 hamis /: 1	igaz -: 2
<i>títánfehér</i>	igaz -: 2	igaz -: 1 hamis /: 1
<i>Olajat és gyantát (velencei terpentín) is tartalmazó festékrétegek</i> 2 réteg	hamis /: 2	hamis /: 2
<i>ólomfehér</i>	hamis /: 1	hamis /: 1
<i>títánfehér</i>	hamis /: 1	hamis /: 1
<i>Fehérjét és olajat is tartalmazó festékrétegek</i> 2 réteg	igaz /: 2	igaz /: 2
<i>ólomfehér</i>	igaz /: 1	igaz /: 1
<i>títánfehér</i>	igaz /: 1	igaz /: 1

18. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Fluorescamine reagenssel előkezelés nélkül és előkezelést követően megszínezett mintáinak összesítő eredményei

Az előkezelés a fehérje kötőanyagú alapozóknál kismértékben növelte a nem egyértelmű elszíneződéseket, és a hamis eredmények számát.

A kizárólag fehérje kötőanyagú festékrétegeknél előkezeléssel kismértékben nőtt az egyértelműen elszínezett rétegek száma, csökkentek a nem egyértelmű eredmények. Tehát a denaturálás az elszíneződés „intenzitását” növelte, de hamis eredményeket nem kaptunk az előkezelést követően.

A kizárólag olaj tartalmú rétegeknél az előkezelés nem csökkentette és nem is növelte a hamisan elszíneződött rétegek számát.

Az olajat és gyantát is tartalmazó rétegeknél az előkezelés után szintén változatlan volt a hamisan elszíneződött rétegek száma.

A fehérjét és olajat is tartalmazó rétegeknél előkezeléssel és előkezelés nélkül is mindkét réteg részben elszíneződött.

Összegezve elmondhatjuk, hogy a Fluorescamine a vizsgált ismert összetételű minták alapozórétegein elég megbízhatóan működött, de a denaturálás rontotta a színezés pontosságát. A kizárólag fehérje kötőanyagú festékrétegeknél mindkét változat csak pozitív eredményeket adott, az előkezelést követően kismértékben nőtt az egyértelműek száma.

A kizárólag olajjal készült festékrétegeknél 75%-ban igaz eredmény született, mindkét változatnál. Az olaj gyanta keverékeknél viszont minden esetben tapasztaltunk gyenge színváltozást, ami hamis eredmény. A fehérje olaj keverékeknél a reagens minden rétegnél pozitív, de nem egyértelmű eredményt adott.

Ennél a reagensnél is több titánfehérrel kevert réteg színeződött el egyértelműen, mint ólomfehérrel készült, vagyis a pigment tartalom elképzelhető, hogy a fehérje színezések reakcióit is befolyásolja valamilyen módon.

**Ismert összetételű, „A” jelű sorozat megszínezése Tetrarhodamine isothiocyanate-tal, fehérje kimutatására**

1. sorozat: előkezelés nélkül színezve

előkezelés: nincs

reagens: 0,2%-os koncentrációjú oldat vízmentes acetonban

színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt)

kimosás/áttörítés: acetonos vattacsomóval többszöri áttörítés

2. sorozat: előkezelést követően színezve

előkezelés: fehérje denaturálása 5 percig 8% (vegyes)  $\text{NH}_4\text{OH}$ -ban

reagens: 0,2%-os koncentrációjú oldat vízmentes acetonban

színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt)

kimosás/áttörítés: acetonos vattacsomóval többszöri áttörítés

<b>Minta jele és összetétele</b>	<b>Előkezelés nélkül színezve</b>		<b>Előkezelést követően színezve</b>	
<b>A 1.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
tojástempera + ólomfehér festékréteg	festékréteg: -	hamis -	festékréteg: +	igaz +
<b>A 2.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
tojástempera + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 3.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
bórax-kazein + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 4.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
bórax-kazein + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +

<b>A 5.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
csontenyv + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 6.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: /	igaz /
zselatin + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 7.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
bőrenyv + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: /	igaz /
<b>A 8.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
csontenyv + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 9.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
zselatin + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 10.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	igaz /	alapozó: /	igaz /
bőrenyv + ólomfehér festékréteg	festékréteg: -	hamis -	festékréteg: /	igaz /
<b>A 11.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	igaz /	alapozó: +	igaz +
lenolaj + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: /	hamis /
<b>A 12.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: /	igaz /	alapozó: +	igaz +
lenolajkence + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: /	hamis /
<b>A 13.4</b>	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +

enyves kréta alapozó				
lenolaj + titánfehér festékréteg	festékréteg: -	igaz -	festékréteg: -	igaz -
<b>A 14.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
lenolajkence + titánfehér festékréteg	festékréteg: -	igaz -	festékréteg:-	igaz -
<b>A 15.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
lenolajkence + velencei terpentín + ólomfehér festékréteg	festékréteg: -	igaz -	festékréteg: -	igaz -
<b>A 16.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: /	igaz /
lenolajkence + velencei terpentín + titánfehér festékréteg	festékréteg: -	igaz -	festékréteg: /	hamis /
<b>A 17.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: /	igaz /
mész kazein + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 18.4</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: /	igaz /
mész kazein + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /

19. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat megszínezése Tetrarhodamine isothyocianate reagenssel

## **EREDMÉNYEK – Tetrarhodamine isothyocianate, fehérje kimutatására**

*Előkezelés nélkül színezve*

Rétegek csoportosítása	Várható eredmény	Hamis eredmények	Igaz eredmények
------------------------	------------------	------------------	-----------------

<b>összetételük szerint</b>			
<b>Alapozók</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmú réteg:</b> <i>18 réteg</i> <i>A1.4 – A 18.4</i>	várható eredmény: +		igaz +: 15 igaz /: 3
<b>Festékrétegek</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmúak:</b> <i>10 réteg</i> <i>A 3.4, A 4.4, A 5.4, A 6.4, A 7.4, A 8.4, A 9.4, A 10.4, A 17.4, A 18.4</i>	várható eredmény: +	hamis -: 1	igaz +: 4 igaz /: 5
<b>ólomfehér</b> <i>5 réteg</i> <i>A 3.4, A 8.4, A 9.4, A 10.4, A 17.4</i>		hamis -: 1	igaz /: 4
<b>títánfehér</b> <i>5 réteg</i> <i>A 4.4, A 5.4, A 6.4, A 7.4, A 18.4</i>			igaz +: 4 igaz /: 1
<b>kizárólag olaj tartalmúak:</b> <i>4 réteg</i> <i>A 11.4, A 12.4, 13.4, A 14.4</i>	várható eredmény: -	hamis /: 2	igaz -: 2
<b>ólomfehér</b> <i>A 11.4, A 12.4</i>		hamis /: 2	
<b>títánfehér</b> <i>13.4, A 14.4</i>			igaz -: 2
<b>olajat és gyantát (velencei terpentín) is tartalmaznak:</b> <i>2 réteg</i>	várható eredmény: -		igaz -: 2

A 15.4, A 16.4			
<b>ólomfehér</b> A 15.4			igaz -: 1
<b>titánfehér</b> A 16.4			igaz -: 1
<b>fehérjét és olajat is tartalmaznak:</b>  2 réteg A 1.4,	várható eredmény: + és /		igaz /: 2
<b>ólomfehér</b> A 1.4, A 2.4			igaz /: 1
<b>titánfehér</b> A 2.4			igaz /: 1

20. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Tetrarhodamine isothyocianate reagenssel, előkezelés nélkül megszínezett mintáinak eredményei

Minden fehérje kötőanyagú alapozó elszíneződött részben vagy teljesen. Az egyértelműen pozitív eredmények száma ötszöröse (15) a nem egyértelműekének (3).

Egy kivétellel minden kizárólag fehérje kötőanyagú festékréteg elszíneződött részben vagy teljesen. Az ólomfehérrel kevert rétegek 1 hamis, és 4 nem egyértelmű igaz eredményt adtak. A titánfehérrel kevert rétegek közül 4 igaz, és 1 nem egyértelmű lett.

A kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegek közül 2 hamis, nem egyértelmű eredményt kaptunk, és 2 igaz egyértelműt. Mindkét ólomfehérrel kevert réteg hamis nem egyértelmű eredményt adott, a titánfehérrel keverték nem színeződtek el, vagyis igaz eredményt adtak.

Egyik olajat és gyantát is tartalmazó réteg sem színeződött el, pigmenttől függetlenül, vagyis az eredmények igazak.

Mindkét fehérjét és olajat is tartalmazó réteg részben, nem egyértelműen elszíneződött, tehát mindkét eredmény igaz.

## **EREDMÉNYEK – Tetrarhodamine isothyocianate, fehérje kimutatására**

### ***Előkezelést követően színezve***

<b>Rétegek csoportosítása összetételük szerint</b>	<b>Várható eredmény</b>	<b>Hamis eredmények</b>	<b>Igaz eredmények</b>
<b>Alapozó</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmú réteg:</b> <i>18 réteg</i> <i>A1.4 – A 18.4</i>	várható eredmény: +		igaz +: 13 igaz /: 5
<b>Festékrétegek</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmúak:</b> <i>10 réteg</i> <i>A 3.4, A 4.4, A 5.4, A 6.4, A 7.4, A 8.4, A 9.4, A 10.4, A 17.4, A 18.4</i>	várható eredmény: +		igaz +: 3 igaz /: 7
<b>ólomfehér</b> <i>5 réteg</i> <i>A 3.4, A 8.4, A 9.4, A 10.4, A 17.4</i>			igaz /: 5
<b>títánfehér</b> <i>5 réteg</i> <i>A 4.4, A 5.4, A 6.4, A 7.4, A 18.4</i>			igaz +: 3 igaz /: 2
<b>kizárólag olaj tartalmúak:</b> <i>4 réteg</i> <i>A 11.4, A 12.4, 13.4, A 14.4</i>	várható eredmény: -	hamis /: 2	igaz -: 2
<b>ólomfehér</b> <i>A 11.4, A 12.4</i>		hamis /: 2	
<b>títánfehér</b> <i>13.4, A 14.4</i>			igaz -: 2
<b>olajat és gyantát (velencei terpentín) is tartalmaznak:</b> <i>2 réteg</i>	várható eredmény: -	hamis /: 1	igaz -: 1



A 15.4, A 16.4			
<b>ólomfehér</b> A 15.4			igaz -: 1
<b>titánfehér</b> A 16.4			hamis /: 1
<b>fehérjét és olajat is tartalmaznak:</b> 2 réteg A 1.4,	várható eredmény: + és /		igaz /: 2
<b>ólomfehér</b> A 1.4, A 2.4			igaz /: 1
<b>titánfehér</b> A 2.4			igaz /: 1

21. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Tetrahydroamine isothiocyanate reagenssel, előkezelést követően megszínezett mintáinak eredményei

Minden fehérje kötőanyagú alapozó elszíneződött részben (5) vagy teljesen (13). A teljesen, egyértelműen elszíneződött rétegek száma kismértékben csökkent az előkezelés hatására.

Minden kizárólag fehérje kötőanyagú festékréteg elszíneződött részben vagy teljesen. Az ólomfehérrel kevert rétegek minden esetben nem egyértelmű eredményt adtak. A titánfehérrel kevert rétegek esetében 3 teljes mértékben és 2 nem egyértelműen színeződött el.

Kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegek közül kettő hamis, nem egyértelmű eredményt kaptunk, és kettő igaz egyértelműt. Az ólomfehérrel kevert rétegek hamis nem egyértelmű eredményt adtak, ezzel szemben a titánfehérrel keverték nem színeződtek el, vagyis igazakat.

Az olajat és gyantát tartalmazó rétegek esetében egy hamis nem egyértelmű, és egy igaz eredményt kaptunk. Az ólomfehérrel kevert réteg nem színeződött el, a titánfehérrel kevert réteg hamis, nem egyértelmű eredményt adott.

Mindkét (ólomfehérrel és titánfehérrel kevert) fehérjét és olajat is tartalmazó réteg részben, nem egyértelműen elszíneződött

## Összegzés

<b>Rétegek</b>	<b>Előkezelés nélkül</b>	<b>Előkezelve</b>
<i>Alapozó</i> 18 réteg	igaz +: 15 igaz /: 3	igaz +: 13 igaz /: 5
<i>Kizárólag fehérje kötőanyagú festékrétegek</i> 10 réteg	igaz +: 4 igaz /: 5 hamis -: 1	igaz +: 3 igaz /: 7
<i>ólomfehér</i> 5 réteg	igaz /: 4 hamis -: 1	igaz /: 5
<i>títánfehér</i> 5 réteg	igaz +: 4 igaz /: 1	igaz +: 3 igaz /: 2
<i>Kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegek</i> 4 réteg	igaz -: 2 hamis /: 2	igaz -: 2 hamis /: 2
<i>ólomfehér</i> 2 réteg	hamis /: 2	hamis /: 2
<i>títánfehér</i> 2 réteg	igaz -: 2	igaz -: 2
<i>Olajat és gyantát (velencei terpentín) is tartalmazó festékrétegek</i> 2 réteg	igaz -: 2	igaz -: 1 hamis /: 1
<i>ólomfehér</i> 1 réteg	igaz -: 1	igaz -: 1
<i>títánfehér</i> 1 réteg	igaz -: 1	hamis /: 1
<i>Fehérjét és olajat is tartalmazó festékrétegek</i> 2 réteg	igaz /: 2	igaz /: 2
<i>ólomfehér</i> 1 réteg	igaz /: 1	igaz /: 1
<i>títánfehér</i> 1 réteg	igaz /: 1	igaz /: 1

22. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Tetrarhodamine isothyocianate reagenssel előkezelés nélkül és előkezelést követően megszínezett mintáinak összesítő eredményei

Az alapozók esetében az előkezelés növelte a nem egyértelmű elszíneződések számát, és csökkentette az igaz egyértelmű eredményekét.

A kizárólag fehérje kötőanyagú festékrétegeknél az előkezeléssel csökkent a hamis eredmények száma, nőtt az igaz nem egyértelműeké, viszont kevesebb lett az igaz pozitívoké. A denaturálást követően az ólomfehérrel kevert rétegeknél csökkent a hamis eredmények száma, a titánfehérrel kevert rétegeknél nőtt a nem egyértelmű eredmények száma.

A kizárólag olaj kötőanyagú rétegeknél az előkezelés nem változtatott az eredményeken. Tehát nem csökkent a hamisan, nem egyértelműen elszíneződött rétegek száma.

Az olajat és gyantát is tartalmazó rétegeknél az előkezelés növelte a hamisan, nem egyértelműen elszíneződött rétegek számát.

A fehérjét és olajat is tartalmazó festékrétegek esetében az eredmények nem változtak az előkezelés hatására.

Összességében elmondhatjuk, hogy a vizsgálat minták alapozóin a TRITC elég megbízhatóan működött, minden fehérje tartalmú réteget elszínezett. Az egyértelmű igaz eredmények száma jóval magasabb a bizonytalanoknál. A fehérje tartalmú rétegeknél az előkezelés nem növelte az elszíneződés intenzitását, hanem inkább csökkentette.

Az olaj kötőanyagú festékrétegeknél egyenlő arányban kaptunk negatív és pozitív eredményeket a TRITC-vel. A gyantát is tartalmazó rétegek esetében a denaturálás minimálisan rontotta a reagens pontosságát. Fehérje és olaj keverékeknél minden réteg részben vagy gyengén elszíneződött, a denaturálás nem befolyásolta a színezék pontosságát.

A fehérje kötőanyagú festékrétegeknél a titánfehérrel készült rétegek több egyértelmű eredményt adtak, mint az ólomfehérrel keverték. Az olajjal készült festékrétegeknél a titánfehér rétegek nem színeződtek el hamisan, az ólomfehérrel keverték igen. Ezek alapján elképzelhető, hogy a pigment típusa a TRITC esetében is befolyásolja a színezési reakciót.

**Ismert összetételű, „A” jelű sorozatmegszínezése Lissamine rhodamine sulfonil chloride-dal, fehérje kimutatására**

*1. sorozat: előkezelés nélkül színezve*

*előkezelés:* nincs

*reagens:* 0,2%-os koncentrációjú oldat vízmentes acetონban

*színezési idő:* 2 perc (fedőlemez alatt)

*kimosás/áttörlés:* acetónos vattacsomóval többszöri áttörlés

*2. sorozat: előkezelést követően színezve*

*előkezelés:* fehérje denaturálása 5 percig 8% (vegyes) NH<sub>4</sub>OH-ban

*reagens:* 0,2%-os koncentrációjú oldat vízmentes acetónban

*színezési idő:* 2 perc (fedőlemez alatt)

*kimosás/áttörlés:* acetónos vattacsomóval többszöri áttörlés

<i>Minta jele és összetétele</i>	<i>Előkezelés nélkül színezve</i>		<i>Előkezelést követően színezve</i>	
<b>A 1.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
tojástempera + ólomfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 2.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
tojástempera + titanfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 3.8</b> enyves kréta alapozó	-	-	-	-
bóráx-kazein + ólomfehér festékréteg	-	-	-	-
<b>A 4.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
bóráx-kazein + titanfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 5.8</b>	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +

enyves kréta alapozó				
csontenyv + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 6.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
zselatin + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 7.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
bőrenyv + titánfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 8.8</b> enyves kréta alapozó	-	-	-	-
csontenyv + ólomfehér festékréteg	-	-	-	-
<b>A 9.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
zselatin + ólomfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 10.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
bőrenyv + ólomfehér festékréteg	festékréteg: +	igaz +	festékréteg: +	igaz +
<b>A 11.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
lenolaj + ólomfehér festékréteg	festékréteg: +	hamis +	festékréteg: +	hamis +
<b>A 12.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
lenolajkence + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: /	hamis /
<b>A 13.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +

lenolaj + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: /	hamis /
<b>A 14.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
lenolajkence + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: /	hamis /
<b>A 15.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
lenolajkence + velencei terpentín + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: /	hamis /
<b>A 16.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
lenolajkence + velencei terpentín + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	hamis /	festékréteg: /	hamis /
<b>A 17.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
mész kazein + ólomfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /
<b>A 18.8</b> enyves kréta alapozó	alapozó: +	igaz +	alapozó: +	igaz +
mész kazein + titánfehér festékréteg	festékréteg: /	igaz /	festékréteg: /	igaz /

23. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat megszínezése Lissamine rhodamine sulfonil chloride reagenssel

## **EREDMÉNYEK – Lissamine rhodamine sulfonil chloride, fehérje kimutatására**

*Előkezelés nélkül színezve*

Rétegek csoportosítása összetételük szerint	Várható eredmény	Hamis eredmények	Igaz eredmények
<b>Alapozó</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmú réteg:</b>  <i>16 réteg</i>  <i>A1.4 – A 18.4</i>	várható eredmény: +		igaz +: 16
<b>Festékrétegek</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmúak:</b>  <i>8 réteg</i>  <i>A 4.4, A 5.4, A 6.4, A 7.4, A 9.4, A 10.4, A 17.4, A 18.4</i>	várható eredmény: +		igaz +: 5  igaz /: 3
<b>ólomfehér</b>  <i>3 réteg</i>  <i>A 9.4, A 10.4, A 17.4</i>			igaz +: 2  igaz /: 1
<b>títánfehér</b>  <i>5 réteg</i>  <i>A 4.4, A 5.4, A 6.4, A 7.4, A 18.4</i>			igaz +: 3  igaz /: 2
<b>kizárólag olaj tartalmúak:</b>  <i>4 réteg</i>  <i>A 11.4, A 12.4, 13.4, A 14.4</i>	várható eredmény: -	hamis +: 1  hamis /: 3	
<b>ólomfehér</b>  <i>A 11.4, A 12.4</i>		hamis +: 1  hamis /: 1	
<b>títánfehér</b>  <i>13.4, A 14.4</i>		hamis /: 2	
<b>olajat és gyantát (velencei terpentin) is tartalmaznak:</b>  <i>2 réteg</i>	várható eredmény: -	hamis /: 2	

A 15.4, A 16.4			
<b>ólomfehér</b> A 15.4		hamis /: 1	
<b>titánfehér</b> A 16.4		hamis /: 1	
<b>fehérjét és olajat is tartalmaznak:</b>  2 réteg A 1.4,	várható eredmény: + és /		igaz /: 2
<b>ólomfehér</b> A 1.4, A 2.4			igaz /: 1
<b>titánfehér</b> A 2.4			igaz /: 1

24. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Lissamine rhodamine sulfonyl chloride reagenssel, előkezelés nélkül megszínezett mintáinak eredményei

Minden fehérje kötőanyagú alapozó egyértelműen elszíneződött, vagyis igaz eredményt adtak.

Egy kivétellel minden kizárólag fehérje kötőanyagú festékréteg elszíneződött részben vagy teljesen. Az ólomfehérrel kevert rétegek 1 nem egyértelmű és 2 egyértelmű pozitív eredményt adtak, a titánfehérrel kevert rétegek pedig 2 nem egyértelmű és 3 egyértelmű pozitív eredményt. A reagens tehát arányaiban hasonlóan színezte el az ólomfehéret és a titánfehéret tartalmazó rétegeket is.

A kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegek mindegyike elszíneződött részben vagy teljesen, vagyis minden eredmény hamis lett. Az ólomfehérrel kevert rétegek közül 1 hamis nem egyértelmű, 1 hamis pozitív eredményt adott. A titánfehérrel kevert rétegek közül mindkettő részben, nem egyértelműen színeződött el.

Mindkét olajat és gyantát is tartalmazó (ólomfehérrel és titánfehérrel kevert) réteg részben, nem egyértelműen elszíneződött, pigmenttől függetlenül, vagyis hamis eredményt adtak.

Mindkét fehérjét és olajat is tartalmazó (ólomfehérrel és titánfehérrel kevert) réteg részben elszíneződött, vagyis igaz eredményt adtak.



## EREDMÉNYEK – Lissamine rhodamine sulfonil chloride, fehérje kimutatására

*Előkezelést követően színezve*

Rétegek csoportosítása összetételük szerint	Várható eredmény	Hamis eredmények	Igaz eredmények
<b>Alapozók</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmú réteg:</b>  <i>16 réteg</i>  <i>A1.4 – A 18.4</i>	várható eredmény: +		igaz +: 16
<b>Festékrétegek</b>			
<b>kizárólag fehérje tartalmúak:</b>  <i>8 réteg</i>  <i>A 4.4, A 5.4, A 6.4, A 7.4, A 9.4, A 10.4, A 17.4, A 18.4</i>	várható eredmény: +		igaz +: 5  igaz /: 3
<b>ólomfehér</b>  <i>3 réteg</i>  <i>A 9.4, A 10.4, A 17.4</i>			igaz +: 2  igaz /: 1
<b>títánfehér</b>  <i>5 réteg</i>  <i>A 4.4, A 5.4, A 6.4, A 7.4, A 18.4</i>			igaz +: 3  igaz /: 2
<b>kizárólag olaj tartalmúak:</b>  <i>4 réteg</i>  <i>A 11.4, A 12.4, 13.4, A 14.4</i>	várható eredmény: -	hamis +: 1  hamis /: 3	
<b>ólomfehér</b>  <i>A 11.4, A 12.4</i>		hamis +: 1  hamis /: 1	
<b>títánfehér</b>		hamis /: 2	

13.4, A 14.4			
<b>olajat és gyantát (velencei terpentín) is tartalmaznak:</b>  2 réteg A 15.4, A 16.4	várható eredmény: -	hamis /: 2	
<b>ólomfehér</b> A 15.4		hamis /: 1	
<b>títánfehér</b> A 16.4		hamis /: 1	
<b>fehérjét és olajat is tartalmaznak:</b>  2 réteg A 1.4,	várható eredmény: + és /		igaz /: 2
<b>ólomfehér</b> A 1.4, A 2.4			igaz /: 1
<b>títánfehér</b> A 2.4			igaz /: 1

25. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Lissamine rhodamine sulfonyl chloride reagenssel, előkezelést követően megszínezett mintáinak eredményei

Az előkezelést követően végzett színezéssel egyetlen eredmény sem módosult a LISSA esetében a denaturálás nélkül végzetthez képest.

## Összegzés

Rétegek	Előkezelés nélkül	Előkezelve
---------	-------------------	------------

<b>Alapozó</b> 16 réteg	igaz +: 16	igaz +: 16
<b>Kizárólag fehérje kötőanyagú festékrétegek</b> 8 réteg	igaz +: 5 igaz /: 3	igaz +: 5 igaz /: 3
<b>ólomfehér</b> 3 réteg	igaz +: 2 igaz /: 1	igaz +: 2 igaz /: 1
<b>títánfehér</b> 5 réteg	igaz +: 3 igaz /: 2	igaz +: 3 igaz /: 2
<b>Kizárólag olaj kötőanyagú festékrétegek</b> 4 réteg	hamis +: 1 hamis /: 3	hamis +: 1 hamis /: 3
<b>ólomfehér</b> 2 réteg	hamis +: 1 hamis /: 1	hamis +: 1 hamis /: 1
<b>títánfehér</b> 2 réteg	hamis /: 2	hamis /: 2
<b>Olajat és gyantát (velencei terpentín) is tartalmazó festékrétegek</b> 2 réteg	hamis /: 2	hamis /: 2
<b>ólomfehér</b> 1 réteg	hamis /: 1	hamis /: 1
<b>títánfehér</b> 1 réteg	hamis /: 1	hamis /: 1
<b>Fehérjét és olajat is tartalmazó festékrétegek</b> 2 réteg	igaz /: 2	igaz /: 2
<b>ólomfehér</b> 1 réteg	igaz /: 1	igaz /: 1
<b>títánfehér</b>	igaz /: 1	igaz /: 1

<i>1 réteg</i>		
----------------	--	--

26. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Lissamine rhodamine sulfonyl chloride reagenssel előkezelés nélkül és előkezelést követően megszínezett mintáinak összesítő eredményei

Az előkezelés egyetlen esetben sem okozott változást az előkezelés nélkül végzett színezés eredményeihez képest.

Összességében elmondhatjuk, hogy a LISSA az összes fehérje kötőanyagú alapozót elszínezte, és nem születtek bizonytalan eredmények. A fehérje tartalmú festékrétegek szintén minden esetben reagáltak, és több egyértelmű mint bizonytalan választ kaptunk.

Viszont szintén elszíneződött a kizárólag olaj tartalmú, vagy olajat és gyantát keverékben tartalmazó rétegek mindegyike. Ugyanez igaz a fehérje és olaj keverék rétegekre.

Mivel a LISSA az összes réteget elszínezte, tekintet nélkül a kötőanyag típusára, előkezelés nélkül, és előkezeléssel is, a reagens a vizsgált mintákon nem bizonyult megbízhatónak.

A titánfehérrel kevert rétegek között több az egyértelműen, egyenletesebben elszíneződött, mint az ólomfehérek között, vagyis elképzelhető, hogy a pigment típusa ennél a reagensnél is befolyásolhatja a színezési reakciót.

**Igaz és hamis eredmények arányai az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintáin a fehérje színezékek (FLUR, TRITC, LISSA) esetében, előkezelés nélkül és előkezelést követően színezve**

	<b>FLUR</b>	<b>FLUR</b>	<b>TRITC</b>	<b>TRITC</b>	<b>LISSA</b>	<b>LISSA</b>
	előkezelés nélkül	előkezelést követően	előkezelés nélkül	előkezelést követően	előkezelés nélkül	előkezelést követően
<b>összes alapozó réteg</b>	<b>17</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>18</b>	<b>16</b>	<b>16</b>
<i>igaz</i>	17	15	18	18	16	16
<i>hamis</i>		2				
<b>összes fehérje festékréteg</b>	<b>9</b>	<b>9</b>	<b>10</b>	<b>10</b>	<b>8</b>	<b>8</b>
<i>igaz</i>	9	9	9	10	8	8
<i>hamis</i>			1			
<b>összes olaj festékréteg</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>
<i>igaz</i>	3	3	2	2		
<i>hamis</i>	1	1	2	2	4	4
<b>összes olaj és gyanta festékréteg</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>
<i>igaz</i>			2	1		
<i>hamis</i>	2	2		1	2	2
<b>összes fehérje és olaj festékréteg</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>
<i>igaz</i>	2	2	1	2	2	2
<i>hamis</i>			1			

27. táblázat: Igaz és hamis eredmények az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintáin a fehérje színezékek (FLUR, TRITC, LISSA) esetében, előkezelés nélkül és előkezelést követően színezve

	<b>FLUR</b>	<b>FLUR</b>	<b>TRITC</b>	<b>TRITC</b>	<b>LISSA</b>	<b>LISSA</b>
	előkezelés nélkül	előkezelést követően	előkezelés nélkül	előkezelést követően	előkezelés nélkül	előkezelést követően
<b>összes alapozó</b>	<b>17</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>18</b>	<b>16</b>	<b>16</b>

<b>réteg</b>						
<i>igaz</i>	100%	88,3%	100%	100%	100%	100%
<i>hamis</i>		11,7%				
<b>összes fehérje festékréteg</b>	<b>9</b>	<b>9</b>	<b>10</b>	<b>10</b>	<b>8</b>	<b>8</b>
<i>igaz</i>	100%	100%	90%	100%	100%	100%
<i>hamis</i>			10%			
<b>összes olaj festékréteg</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>4</b>
<i>igaz</i>	75%	75%	50%	50%		
<i>hamis</i>	25%	25%	50%	50%	100%	100%
<b>összes olaj és gyanta festékréteg</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>
<i>igaz</i>			100%	50%		
<i>hamis</i>	100%	100%		50%	100%	100%
<b>összes fehérje és olaj festékréteg</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>
<i>igaz</i>	2	2	1	2	2	2
<i>hamis</i>			1			

28. táblázat: Igaz és hamis eredmények %-os arányai az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintáin a fehérje színezékek (FLUR, TRITC, LISSA) esetében, előkezelés nélkül és előkezelést követően színezve

#### **A fehérje színezékek az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintáin (FLUR, TRITC, LISSA) előkezelés nélkül színezve**

A reagensek előkezelés nélkül minden esetben elszínezték a fehérje tartalmú alapozókat részben vagy teljesen.

A fehérje kötőanyagú festékrétegek közül egy esetben adtak hamis eredményt, vagyis nem színezték el azt (TRITC). A többi esetben igaz pozitív eredményt kaptunk, vagyis történt színreakció.

Az olaj kötőanyagú rétegek esetében a FLUR működött a legpontosabban (3 igaz, 1 hamis eredmény), a TRITC egyenlő arányban adott hamis és igaz eredményeket, a LISSA pedig minden esetben hamisat.

Az olajat és gyantát is tartalmazó rétegeknél a TRITC bizonyult a legmegbízhatóbbnak (2 igaz eredmény), a FLUR és a LISSA is csak hamis eredményeket adtak.

A fehérje és olaj keverék festékrétegeknél a FLUR és a LISSA elszínezték a rétegeket, a TRITC viszont egyenlő arányban adott igaz és hamis eredményeket.

### **A fehérje színezékek az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintáin (FLUR, TRITC, LISSA) előkezelést követően színezve**

Az előkezelést követően a reagensek az alapozók közül kettőt nem színeztek el (FLUR), a többit részben vagy teljesen. Ez azt jelenti, hogy az előkezelés minimálisan rontotta az alapozók esetében a színezék pontosságát.

A fehérje kötőanyagú festékrétegeket minden esetben elszínezte az összes színezék. Az előkezelés nélküli eredményekhez képest tehát minimálisan javította a színezés pontosságát az előkezelés.

Az olaj kötőanyagú rétegeknél nem történt változás az eredményekben az előkezelés hatására.

Az olajat és gyantát is tartalmazó rétegeknél minimálisan romlott a színezékek pontossága, vagyis a TRITC esetében is kaptunk 1 hamis eredményt. A FLUR és a LISSA szintén csak hamis eredményeket adtak.

A fehérje és olaj keverék festékrétegeknél mindhárom reagenssel csak pozitív eredményeket kaptunk, vagyis nagyon kis mértékben javult a pontossági arány.

### **A fehérje színezékek (FLUR, TRITC, LISSA) specifikussága a dolgozatban alkalmazott vizsgálati paraméterekkel az ismert összetételű, „A” jelű mintákon**

A FLUR az előkezelés nélküli mintákon 34 rétegből 31-et színezett el részben vagy teljesen, vagyis 3 réteg esetében nem történt reakció. Az előkezelés hatására 5 réteg nem színeződött el a 34-ből.

A TRITC előkezelés nélkül 4 esetben nem okozott színváltozást és 32 rétegnél igen. Az előkezelés hatására az el nem színezett rétegek száma 3-ra csökkent.

A LISSA előkezelés nélkül és előkezeléssel is mind a 32 réteget elszínezte, függetlenül a kötőanyag típusától.

	<b>FLUR</b>	<b>TRITC</b>	<b>LISSA</b>
fehérjét nem tartalmazó rétegek	6	6	6
hamis eredmények előkezelés nélkül	3	3	6
hamis eredmények előkezeléssel	3	3	6
<b>hiba %</b>	<b>50%</b>	<b>50%</b>	<b>100%</b>

29. táblázat: A fehérjét nem tartalmazó rétegek (6) igaz-hamis eredményeinek arányai az „A” jelű mintákon, a fehérje színezékekkel (FLUR, TRITC, LISSA)

A fenti táblázatban összefoglaltak alapján elmondhatjuk, hogy az előkezelés hatására nem változott a kizárólag olaj kötőanyagú rétegek hamis elszíneződésének száma egyik fehérje reagenssel sem.

Az eredmények alapján kijelenthetjük, hogy a fentiekben említett fehérje reagensek a dolgozatban használt paraméterekkel az ismert összetételű mintákon nem adnak kellő pontosságú eredményt a kötőanyag meghatározásához, de a FLUR és a TRITC bizonyult pontosabbnak, az olaj tartalmú rétegeket 50% körül hamisan megszínezték.

### ***V.1.3.2 Ismeretlen összetételű minták színezésének eredményei***

#### Olaj színezékek (RHOD B és 2,7 DCF)



## Ismeretlen összetételű minták megszínezése Rhodamine B reagenssel

1. sorozat: vízmentes reagenssel színezve

reagens: 0,25%-os koncentrációban vízmentes etanolban

színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt) 2 csepp pipettából a keresztmetszetre cseppentve

kimosás/áttörlés: propanolos vattacsomóval többszöri áttörlés

2. sorozat: víz (5%) hozzáadásával a reagens oldathoz

reagens: 0,25%-os koncentrációban vízmentes etanolban, 5% víz hozzáadásával

színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt) 2 csepp pipettából a keresztmetszetre cseppentve

kimosás/áttörlés: propanolos vattacsomóval többszöri áttörlés

<i>Minta jele, rétegei</i>	<i>Feltételezett kötőanyag</i>	<i>Vízmentes reagenssel színezve</i>	<i>+5% víz a reagens oldatban</i>	<i>FTIR mérés eredménye</i>
<b>B 2</b> fatábla, tempera (?) (és olaj)				
<u>alapozó</u> : egyrétegű, fehér színű, gipsz	fehérje	+	+	sikertelen (szervetlen sávok kitakarnak)
<u>szigetelő réteg</u>		+	-	sikertelen (epoxi kitakar)
<u>1. festékréteg</u> : világoskék (azurit és ólomfehér?)	tempera: fehérje és olaj	-	-	olaj (?)
<u>2. festékréteg</u> : kék	olaj	+	+	olaj, fehérje (?)
<b>Cs i 2</b> fatábla, tempera és olaj?				nincs mérés
<u>alapozó</u> : sárgás színű, gipsz	fehérje	+	+	
<u>1. festékréteg</u> : kék (?)	olaj	0	0	
<u>lak</u> : UV sárgás	gyanta	+	+	
<u>lak</u> : UV kékes	gyanta	+	+	

<u>2. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	0	0	
<u>3. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	0	0	
<b>Cs t 2</b>				
fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> kétrétegű, fehér, gipsz	fehérje	+	+	-
<u>1. festékréteg:</u> sárga	olaj	+	+	sikertelen (túl vékony réteg)
<u>2. festékréteg:</u> kék	olaj	+	/	olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> kék	olaj	+	/	olaj (?)
<u>4. festékréteg:</u> kék	olaj	+	/	-
<b>CSF 2</b>				
fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> sárgás, gipsz	fehérje	/	/	fehérje (?)
<u>1. festékréteg:</u> fehér (ólomfehér), sárgákkal és vörösekkel	olaj	/	/	fehérje (?)
<b>D i 2</b>				
nincs mérés				
<u>alapozó:</u> sárgás, gipsz, piros, fehér és fekete szemcsékkal		+	/	-
<u>festékréteg:</u> (?)		0	0	-
<u>lakk</u>	gyanta	/	/	-
<b>EG 2</b>				
vászon, olaj				
<u>1. alapozó:</u> vörös	fehérje	+	/	fehérje és olaj (?)
<u>2. alapozó:</u> sárga	fehérje	+	/	-
<u>1. festékréteg:</u> fehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	/	/	-
<u>2. festékréteg:</u> fehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> fehér,	olaj	/	/	-

vörösekkel és sárgákkal				
<u>3. újraalapozás:</u> szürkés	fehérje	+	/	-
<u>4. festékréteg:</u> cinkfehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	+	+	olaj (?)
<b>FE 2</b> vászón, olaj				nincs mérés
<u>alapozó:</u> 3 rétegben, alul vörös és kettő sárga	fehérje	+	/	-
<u>1. festékréteg:</u> szürke	olaj	+	/	-
<u>2. festékréteg:</u> szürke	olaj	+	/	-
<b>I 2.2</b> fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	+	+	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>		+	+	
<u>1. festékréteg:</u> okker/szürke	olaj	+	+	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> szürke	olaj	+	+	fehérje és olaj (?)
<b>I 4.2</b> fatábla, olaj (?)				<i>az I 2.2-es minta eredményei alapján</i>
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	+	+	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>		/	/	
<u>1. festékréteg:</u> szürke	olaj	+	/	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> kék	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> kék	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>4. festékréteg:</u> kék	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<b>I 13.2</b> fatábla, olaj (?)				<i>az I 2.2-es minta eredményei alapján</i>
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	+	+	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>		/	/	
<u>1. festékréteg:</u> szürkéskék	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)

<u>2. festékréteg:</u> kék	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> kék	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>4. festékréteg:</u> kék	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<b>I 14.2</b> fatábla, olaj (?)				<i>az I 2.2-es minta eredményei alapján</i>
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	/	+	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>		/	/	
<u>1. festékréteg:</u> rózsaszín	olaj	+	/	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> rózsaszín	olaj	+	/	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> rózsaszín	olaj	+	/	fehérje és olaj (?)
<b>PM 2</b> vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> sárgás, két rétegben	fehérje	+	/	fehérje és olaj (?)
<u>1. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	/	/	olaj (?)
<b>S k i 2</b>				
<u>alapozó:</u> sárgás	fehérje	+	+	sikertelen (szervetlen sávok kitakarnak)
<u>1. festékréteg:</u> okker színű	tempera	/	/	olaj
<u>2. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	/	/	olaj és fehérje (?)
<b>S o 2</b>				nincs mérés
<u>alapozó:</u> szürkés-sárga	fehérje	+	+	
<u>1. festékréteg:</u> kék		/	/	
<u>2. festékréteg:</u> vörös		/	/	
<u>3. festékréteg:</u> vörös		/	/	
<u>4. festékréteg:</u> fehér	olaj	/	/	
<b>SZ i 2</b>				
<u>alapozó:</u> sárgás	fehérje	+	+	fehérje (?)
<u>1. festékréteg:</u> szürke	fehérje és olaj ?	/	/	fehérje és olaj (?)

<u>2. festékréteg:</u> kék	fehérje és olaj ?	0	0	fehérje és olaj (?)
<u>lakk</u>		+	+	
<u>3. festékréteg:</u> kék	olaj	/	/	olaj (?)
<b>VT 2</b> vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> sárgás	fehérje	+	+	fehérje és olaj (?)
<u>1. festékréteg:</u> szürke	olaj	+	+	olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> szürke	olaj	/	/	olaj (?)

30. táblázat: Ismeretlen összetételű minták megszínezése Rhodamine B reagenssel

## Összegzés

	víz nélkül	víz hozzáadásával	víz nélkül	víz hozzáadásával
	az eredmények számszerű eloszlása		az eredmények százalékos eloszlása	
<b><i>összes réteg</i></b>	<b>69</b>	<b>69</b>		
pozitív egyértelmű	36	21	52,1%	30,4%
pozitív nem egyértelmű	25	39	36,2%	56,5%
pozitív összesen	61	60	88,4%	86,9%
negatív	3	4	4,3%	5,7%
nem értékelhető	5	5	7,2%	7,2%
<b><i>alapozók</i></b>	<b>18</b>	<b>18</b>		
pozitív egyértelmű	16	11	88,8%	61,2%
pozitív nem egyértelmű	2	7	11,2%	38,8%
pozitív összesen	18	18	100%	100%
negatív	-	-	-	-

nem értékelhető	-	-	-	-
<b><i>festékrétegek</i></b>	<b>42</b>	<b>42</b>		
pozitív egyértelmű	15	6	35,7%	14,2%
pozitív nem egyértelmű	22	31	52,3%	73,8%
pozitív összesen	34	34	80,9%	80,9%
negatív	-	-	-	-
nem értékelhető	5	5	11,9%	11,9%
<b><i>lakkrétegek</i></b>	<b>4</b>	<b>4</b>		
pozitív egyértelmű	3	3	75%	75%
pozitív nem egyértelmű	1	1	25%	25%
pozitív összesen	4	4	100%	100%
negatív	-	-	-	-
nem értékelhető	-	-	-	-
<b><i>szigetelőrétegek</i></b>	<b>5</b>	<b>5</b>		
pozitív egyértelmű	2	1	40%	20%
pozitív nem egyértelmű	3	3	60%	60%
pozitív összesen	5	4	100%	80%
negatív	-	1	-	20%
nem értékelhető	-	-	-	-

31. táblázat: Rhodamine B reagenssel megszínezett, ismeretlen összetételű minták eredményeinek összegzése

Az összes réteget tekintve a víz hozzáadása a RHOD B-hez minimálisan (1 réteg) csökkentette a reagált rétegek számát, és nöött a nem egyértelműen elszínezett rétegek száma (14 réteg). Ebből arra következtetünk, hogy a víz hozzáadása vagy valóban csökkenti a hamis kötődés mértékét, vagy a színezés intenzitásában okozhat változást, bár kismértékűt.

Az alapozókat minden esetben elszínezte a reagens, de változó intenzitással. A vízmentes oldattal sokkal több az egyenletesen, élénken lumineszkáló réteget kaptunk. A víz hozzáadása ebben az esetben is a nem egyértelmű eredmények számát növelte.

A festékrétegeknél szintén a nem egyértelmű eredmények száma nőtt a víz hozzáadásának hatására. A negatív, vagyis nem elszínezett rétegek száma nem változott a reagens oldat módosításának hatására.

A lakkrétegeket mind a vízmentes, mind a vizet tartalmazó reagens elszínezte minden esetben. Négyből három esetben egyértelmű eredményt kaptunk, mind a két változattal. A reakció oka, hogy a lakkokat alkotó természetes gyanták oldódnak etanolban.

A szigetelőrétegek közül az összes pozitív reakciót adott a vízmentes reagenssel, részben vagy teljesen. Víz hozzáadásával egy réteg nem színeződött el, a többi igen. Mindkét változatnál több volt a nem egyértelmű eredmény.

A Rhodamine B ismeretlen összetételű minták esetében is, csakúgy, mint az ismerteknél a rétegek túlnyomó többségét elszínezi valamilyen mértékben. Ezt az eredményt önmagában tekintve is kijelenthető, hogy a reagens specifikussága nem elégséges ahhoz, hogy kötőanyag meghatározásra alkalmas legyen.

Az alapozók esetében, ahol az általános kötőanyag az enyv (vagyis fehérje), a reagens elég megbízhatatlannak tűnik. A víz hozzáadása a reagens oldathoz csökkentette az elszíneződések intenzitását, vagyis elképzelhető, hogy valamilyen hatással van a kötési reakcióra – ahogy Schaefer felveti. Viszont egyetlen esetben sem kaptunk negatív eredményt, tehát vagy nem elég hatékony ez a megoldás a színezék precizitásának javítására, vagy a dolgozatban alkalmazott mennyiség nem volt az.

A műtárgyak szemrevételezése, koruk, (esetleg a tisztítópróbák) alapján a festékrétegek mindegyike tartalmazhat olajat. Nagy többségüket valószínűleg száradó olajjal, kisebb részüket esetleg temperával (tojássárgája) készíthették. Minden esetben pozitív eredményre számíthattunk tehát a színezéktől, ami a nem értékelhető rétegektől eltekintve teljesült is.

A lakkrétegek általánosan gyantákból készülnek, és mivel ezeket oldja a reagens oldószereként használt etanol, minden esetben hamis pozitív eredményt kaptunk. Ezek alapján kijelenthetjük, hogy a reagens a kizárólag gyantából készült rétegeket hamisan elszínezheti.

A szigetelőrétegek általánosan fehérje vagy gyanta (sellak) bevonatok, amelyekkel a hordozó szívó hatását csökkentik. A sellak szintén oldódhat etanolban, viszont narancsos lumineszkálásával jól azonosítható. Az általam vizsgált mintákon nem látható sellak, mint szigetelő réteg. A mintákon végzett 10 tesztből mindössze 1 esetben kaptunk negatív eredményt, ezért a szigetelőrétegeknél is bizonytalannak tűnik a Rhodamine B specifikussága.

## Ismeretlen összetételű, műtárgyakból vett minták megszínezése 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel

1. sorozat: vízmentes reagenssel színezve

reagens: 0,2%-os koncentrációban vízmentes etanolban

színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt) 2 csepp pipettából a keresztmetszetre cseppentve

kimosás/áttörlés: propanolos vattacsomóval többszöri áttörlés

2. sorozat: víz (5%) hozzáadásával a reagens oldathoz

reagens: 0,2%-os koncentrációban vízmentes etanolban, 5% víz hozzáadásával

színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt) 2 csepp pipettából a keresztmetszetre cseppentve

kimosás/áttörlés: propanolos vattacsomóval többszöri áttörlés

<i>Minta jele, rétegei</i>	<i>Feltételezett kötőanyag</i>	<i>Vízmentes reagenssel színezve</i>	<i>+5% víz a reagens oldatban</i>	<i>FTIR mérés eredménye</i>
<b>CSF 1</b> fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó</u> : sárgás, gipsz	fehérje	/	/	fehérje (?)
<u>1. festékréteg</u> : fehér (sárgákkal és vörösekkel)	olaj	/	/	fehérje (?)
<u>lakk</u>	gyanta	/	/	-
<u>2. festékréteg</u> : szürke	olaj	/	0	-
<b>Cs i 1</b> fatábla, tempera és olaj?				nincs mérés
<u>alapozó</u> : sárgás színű, gipsz	fehérje	/	+	
<u>1. festékréteg</u> : kék (?)	olaj	0	0	
<u>lakk</u> : UV sárgás	gyanta	-	0	
<u>lakk</u> : UV kékes	gyanta	-	0	
<u>2. festékréteg</u> : sötétkék	olaj	-	0	



<u>3. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	-	0	
<b>EG 1</b> vászon, olaj				
<u>1. alapozó:</u> vörös	fehérje	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>2. alapozó:</u> sárga	fehérje	/	/	-
<u>1. festékréteg:</u> fehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	-	/	-
<u>2. festékréteg:</u> fehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	-	/	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> fehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	/	/	-
<u>3. újraalapozás:</u> szürkés	olaj	/	/	-
<u>4. festékréteg:</u> cinkfehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	+	+	olaj (?)
<b>I 14.1</b> fatábla, olaj (?)				<i>az I 2.2-es minta eredményei alapján</i>
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	+	+	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>		-	/	-
<u>1. festékréteg:</u> rózsaszín	olaj	+	+	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> rózsaszín	olaj	/	+	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> rózsaszín	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<b>J i 1</b> fatábla, tempera				
<u>1. alapozó:</u> 2 rétegben, fehér	fehérje	-	-	fehérje és olaj (?)
<u>2. alapozó:</u> sárga	fehérje	+	+	
<u>1. festékréteg:</u> fehér	tempera: fehérje és olaj	/	/	
<u>2. réteg:</u> bólusz (?)	fehérje és olaj	/	/	
3. réteg: fém (?)		0	0	
<b>ME 1</b>				

vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> vörös	fehérje	/	/	fehérje (?)
<u>1. festékréteg:</u> szürke	olaj	/	/	olaj és fehérje (?)
<u>lakk</u>	gyanta	0	+	-
<b>PM 1</b>				
vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> sárgás, két rétegben	fehérje	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>1. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	/	/	olaj (?)
<b>VT 1</b>				
vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> sárgás	fehérje	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>1. festékréteg:</u> szürke	olaj	+	+	olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> szürke	olaj	+	+	olaj (?)

## Összegzés

	víz nélkül	víz hozzáadásával	víz nélkül	víz hozzáadásával
	az eredmények számszerű eloszlása		az eredmények százalékos eloszlása	
<b>összes réteg</b>	<b>35</b>	<b>35</b>		
pozitív egyértelmű	6	9	17,1%	25,7%
pozitív nem egyértelmű	18	18	51,4%	51,4%
pozitív összesen	24	27	68,5%	77,1%
negatív	8	1	22,8%	2,8%
nem értékelhető	3	7	8,5%	20%
<b>alapozók</b>	<b>11</b>	<b>11</b>		
pozitív egyértelmű	2	3	18,2%	27,2%
pozitív nem egyértelmű	8	7	72,7%	63,6%
pozitív összesen	10	10	90,9%	90,9%
negatív	1	1	9%	9%
nem értékelhető	-	-	-	-
<b>festékrétegek</b>	<b>18</b>	<b>18</b>		
pozitív egyértelmű	5	5	27,7%	27,7%
pozitív nem egyértelmű	8	8	44,4%	44,4%
pozitív összesen	13	13	72,2%	72,2%
negatív	4	-	22,2%	-
nem értékelhető	1	5	5,5%	27,7%
<b>lakkrétegek</b>	<b>4</b>	<b>4</b>		
pozitív egyértelmű	-	1	-	25%
pozitív nem egyértelmű	1	1	25%	25%
pozitív összesen	1	2	25%	50%
negatív	2	-	50%	-
nem értékelhető	1	2	25%	50%
<b>szigetelőrétegek</b>	<b>1</b>	<b>1</b>		

pozitív egyértelmű	-	-	-	-
pozitív nem egyértelmű	-	1	-	100%
pozitív összesen	-	-	-	-
negatív	1	-	100%	-
nem értékelhető	-	-	-	-

32. táblázat: Ismeretlen összetételű minták megszínezése 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel

Az összes réteget tekintve víz hozzáadásával a reagens oldathoz nőtt az egyértelmű pozitív eredmények száma. A részben elszínezett rétegek száma nem változott az oldat összetételének változtatására. A vízmentes reagenssel az elváltozott rétegek száma a nem reagáltak háromszorosa. A vizes reagenssel több réteg színeződött el, mint a vízmentessel.

Az alapozók esetében egy kivétellel az összes réteg elszíneződött részben vagy teljesen, mindkét reagens oldattal. Víz hozzáadásával minimálisan (1-gyel) nőtt az egyértelműen elszínezett rétegek száma. Vagyis a víz jelentősen nem befolyásolta az alapozók elszíneződésének mértékét: nem csökkent a feltételezhetően fehérje kötőanyagú rétegeknél a hamis pozitív eredmények száma.

A festékrétegek esetében ugyanannyi pozitív egyértelmű és nem egyértelmű eredményt kaptunk a vizes reagenssel, mint a víz nélkülivel. A nem értékelhető rétegek száma a vizsgált minták miatt, nem a színezék okán nőtt a vizes oldat esetében (a minták újracsiszolása közben eltűntek egyes rétegek).

A lakkrétegeknél nőtt az elszíneződött rétegek száma a víz hozzáadásával, a nem egyértelmű eredmények száma nem változott.

Az alapozók esetében a DCF egy réteg kivételével az összessel reagált valamilyen mértékben.

**Ismeretlen összetételű, műtárgyakból vett minták színezési eredményeinek összehasonlító értékelése, RHOD B és DCF reagensekkel**

	<b>RHOD B</b>	<b>RHOD B</b>	<b>2,7 DCF</b>	<b>2,7 DCF</b>
	<b>vízmentes</b>	<b>víz hozzáadásával</b>	<b>vízmentes</b>	<b>víz hozzáadásával</b>
<b><i>összes réteg</i></b>				
pozitív egyértelmű	52,1%	30,4%	17,1%	25,7%
pozitív nem egyértelmű	36,2%	56,5%	51,4%	51,4%
pozitív összesen	88,4%	86,9%	68,5%	77,1%
negatív	4,3%	5,7%	22,8%	2,8%
nem értékelhető	7,2%	7,2%	8,5%	20%
<b><i>alapozók</i></b>				
pozitív egyértelmű	88,8%	61,2%	18,2%	27,2%
pozitív nem egyértelmű	11,2%	38,8%	72,7%	63,6%
pozitív összesen	100%	100%	90,9%	90,9%
negatív	-	-	9%	9%
nem értékelhető	-	-	-	-
<b><i>festékrétegek</i></b>				
pozitív egyértelmű	35,7%	14,2%	27,7%	27,7%
pozitív nem egyértelmű	52,3%	73,8%	44,4%	44,4%
pozitív összesen	80,9%	80,9%	72,2%	72,2%
negatív	-	-	22,2%	-
nem értékelhető	11,9%	11,9%	5,5%	27,7%
<b><i>lakkrétegek</i></b>				
pozitív egyértelmű	75%	75%	-	25%
pozitív nem egyértelmű	25%	25%	25%	25%
pozitív összesen	100%	100%	25%	50%

negatív	-	-	50%	-
nem értékelhető	-	-	25%	50%
<b><i>szigetelőrétegek</i></b>				
pozitív egyértelmű	40%	20%	-	-
pozitív nem egyértelmű	60%	60%	-	100%
pozitív összesen	100%	80%	-	100%
negatív	-	20%	100%	-
nem értékelhető	-	-	-	-

33. táblázat: 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel megszínezett, ismeretlen összetételű minták eredményeinek összegzése

### **Összes réteg**

A legkevesebb pozitív egyértelmű eredményt a vízmentes Dichlorofluorescein (17,1%) használatával kaptunk, a legtöbbet pedig a vízmentes Rhodamine B-vel (52,1%). A víz hozzáadása a reagens oldathoz a RHOD B esetében csökkentette a pozitív eredmények számát, a DCF esetében növelte. A RHOD B mindkét változattal több réteget színezett el, mint a DCF azonos módon használva. A legkevesebb pozitív, nem egyértelmű elszíneződést a vízmentes RHOD B (36,2%), a legtöbbet (56,5%) pedig a vízzel kevert RHOD B adta. A DCF mindkét változattal egyenlő mértékben okozta a rétegek részleges elszíneződését. Összességében a vízmentes DCF reagált a legkevesebb réteggel (68,5%), a legtöbbet a vízmentes RHOD B (88,4%). A RHOD B az összes réteg közel 90%-ával reakcióba lépett. A legkevesebb negatív eredményt a vízzel kevert (2,8%), a legtöbbet a vízmentes (22,8%) DCF adta. Egyenlő számú réteget nem tudtunk értékelni a RHOD B mindkét változatával (7,2%-7,2%), a vízzel elegyített DCF használatakor pedig a rétegek 20%-át.

### **Alapozók**

A legkevesebb alapozó réteget a vízmentes DCF színezte el (18,2%), a legtöbbet (88,8%) pedig a vízmentes RHOD B. A víz hozzáadása a reagens oldathoz a RHOD B

esetében csökkentette a reagált rétegek számát, a DCF esetében pedig növelte. A legkevesebb nem egyértelmű eredményt a vízmentes RHOD B adta (11,2%), a legtöbbet a vízmentes DCF (72,7%). A víz hozzáadása a reagens oldathoz a RHOD B-nél növelte, a DCF-nél csökkentette a részben elszínezett rétegek számát. A DCF az összes alapozó 90,9%-ával reagált, míg a RHOD B mindet megszínezte. A RHOD B egyik változatával sem kaptunk negatív eredményt, a DCF-vel mindkét módon azonos számú réteg (9%) nem változott el.

### **Festékrétegek**

A festékrétegek esetében a legkevesebb pozitív egyértelmű eredményt a vízzel kevert (14,2%) RHOD B adta, a legtöbbet a vízmentes RHOD B (35,7%). A víz hozzáadása a reagens oldathoz a RHOD B esetében csökkentette, a DCF-nél nem befolyásolta az elszínezett rétegek számát. A DCF a legkevesebb (mindkét változata ugyanannyi, 44,4%) réteget színezte el részben, a vízzel kevert RHOD B a legtöbbet (73,8%). Összességében a DCF mindkét változata 72,2%-át, a RHOD B mindkét módon elkészített oldata 80,9%-át színezte el a festékrétegeknek. Negatív eredményt csak DCF vízmentes oldatával kaptunk (22,2%). A legkevesebb nem értékelhető réteget a vízmentes DCF használatával (5,5%), a legtöbbet (27,7%) a vízzel kevert oldatával kaptuk.

### **Lakkrétegek**

Nem kaptunk pozitív egyértelmű eredményt a vízmentes DCF-vel, a legtöbb lakkréteget a RHOD B színezte el (75-75%) mindkét változatával egyenlő mértékben. A nem egyértelmű eredmények száma egyenlő a két reagens összes változatával (25-25%) színezve. A vízmentes DCF a legkevesebb (25%), a RHOD B mindkét módon elkészített oldata pedig az összes lakkréteget elszínezte. Negatív eredményeket csak a vízmentes DCF-vel kaptunk (50%). RHOD B használatával minden lakkréteget tudtunk értékelni, a vízzel kevert DCF alkalmazásával azonban a rétegek fele (50%) értékelhetetlen lett.

### **Szigetelőrétegek**

A DCF egyik változatával sem kaptunk egyértelmű pozitív eredményt, a RHOD B vízmentes változatával pedig a szigetelőrétegek 40%-a teljesen elváltozott. A vízmentes DCF bizonytalan eredményt nem adott, míg vízzel keverve az összes (100%) réteget elszínezte valamilyen mértékben. A vízmentes DCF nem reagált a szigetelőrétegekkel, a vízmentes RHOD B és a vizes DCF pedig valamilyen mértékben az összessel (100-100%). A lakkok esetében az összes réteget értékelni tudtuk.

## Fehérje színezékek (FLUR, TRITC és LISSA)

**Ismeretlen összetételű, műtárgyakból vett minták megszínezése Flourescamine reagenssel és a minták FTIR mérései alapján feltételezett kötőanyag**

*1. sorozat: előkezelés nélkül színezve*

*előkezelés: nincs*

*reagens: 0,05%-os koncentrációjú oldat vízmentes acetoneban*

*színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt)*

*kimosás/áttörlés: acetonos vattacsomóval többszöri áttörlés*

*2. sorozat: előkezelést követően színezve*

*előkezelés: fehérje denaturálása 5 percig 8% (vegyes) NH<sub>4</sub>OH-ban*

*reagens: 0,05%-os koncentrációjú oldat vízmentes acetoneban*

*színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt)*

*kimosás/áttörlés: acetonos vattacsomóval többszöri áttörlés*

<i>Minta jele, rétegei</i>	<i>Feltételezett kötőanyag</i>	<i>Előkezelés nélkül</i>	<i>Előkezeléssel</i>	<i>FTIR mérés eredménye</i>
<b>B 2</b> fatábla, tempera (?) (és olaj)				
<u>alapozó</u> : egyrétegű, fehér színű, gipsz	fehérje	-	+	sikertelen (szervetlen sávok kitakarnak)
<u>szigetelő réteg</u>		-	0	sikertelen (epoxi kitakar)
<u>1. festékréteg</u> : világoskék (azurit és ólomfehér?)	tempera: fehérje és olaj	-	+	olaj (?)
<u>2. festékréteg</u> : kék	olaj	-	/	olaj, fehérje (?)
<b>BN 4</b> vászon, olaj				
<u>alapozó</u> : sárgás színű	fehérje	/	0	fehérje és olaj (?)
<u>1. festékréteg</u> : sötétebb	olaj	/	+	olaj és fehérje (?)



szürke				
<u>2. festékréteg:</u> világosabb szürke	olaj	/	+	olaj és fehérje (?)
<b>CSF 3</b> fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> sárgás, gipsz	fehérje	-	/	fehérje (?)
<u>1. festékréteg:</u> fehér (ólomfehér), sárgákkal és vörösekkel	olaj	/	-	fehérje (?)
<u>lakk</u>	gyanta	0	0	
<b>Cs i 2</b> fatábla, tempera és olaj?				nincs mérés
<u>alapozó:</u> sárgás színű, gipsz	fehérje	-	+	
<u>1. festékréteg:</u> kék (?)	olaj	0	0	
<u>lakk:</u> UV sárgás	gyanta	-	/	
<u>lakk:</u> UV kékes	gyanta	-	-	
<u>2. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	-	0	
<u>3. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	-	0	
<b>Cs t 1</b> fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> kétrétegű, fehér, gipsz	fehérje	-	/	-
<u>1. festékréteg:</u> sárga	olaj	-	0	sikertelen (túl vékony réteg)
<u>2. festékréteg:</u> kék	olaj	-	0	olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> kék	olaj	-	0	olaj (?)
<u>4. festékréteg:</u> kék	olaj	-	0	-
<b>EG 4</b> vászon, olaj				
<u>1. alapozó:</u> vörös	fehérje	-	0	fehérje és olaj (?)
<u>2. alapozó:</u> sárga	fehérje	-	0	

<u>1. festékréteg:</u> fehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	-	-	
<u>2. festékréteg:</u> fehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	-	-	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> fehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	-	0	
<u>3. újraalapozás:</u> szürkés	olaj	-	0	
<u>4. festékréteg:</u> cinkfehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	-	0	olaj (?)
<b>FE 4</b> vászon, olaj				nincs mérés
<u>alapozó:</u> 3 rétegben, alul vörös és kettő sárga	fehérje	/	-	-
<u>1. festékréteg:</u> szürke	olaj	/	-	-
<u>2. festékréteg:</u> szürke	olaj	/	-	-
<b>I 2.4</b> fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>	fehérje	-	/	-
<u>1. festékréteg:</u> okker/szürke	olaj	-	-	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> szürke	olaj	-	-	fehérje és olaj (?)
<b>I 13.4</b> fatábla, olaj (?)				<i>az I 2.2-es minta eredményei alapján</i>
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	/	/	fehérje és olaj
<u>szigetelő réteg</u>	fehérje	-	-	-
<u>1. festékréteg:</u> szürkéskék	olaj	-	-	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> kék	olaj	-	-	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> kék	olaj	-	-	fehérje és olaj (?)
<u>4. festékréteg:</u> kék	olaj	-	-	fehérje és olaj (?)
<b>I 14.3</b>				<i>az I 2.2-es minta eredményei alapján</i>

fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	/	+	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>	fehérje	/	/	-
<u>1. festékréteg:</u> rózsaszín	olaj	-	/	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> rózsaszín	olaj	-	/	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> rózsaszín	olaj	-	/	fehérje és olaj (?)
<b>I 16.2</b> fatábla, olaj (?)				<i>az I 2.2-es minta eredményei alapján</i>
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>	fehérje	-	-	-
<u>1. festékréteg:</u> kék	olaj	-	-	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> kék	olaj	-	-	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> kék	olaj	-	-	fehérje és olaj (?)
<b>J i 2</b> fatábla, olaj/tempera (?)				
<u>1. alapozó:</u> fehér	fehérje	-	/	fehérje és olaj (?)
<u>festékréteg:</u> vörös (?)	fehérje	0	0	
<u>lakk/bevonat</u>	gyanta	-	-	
<u>lakk/bevonat</u>	gyanta	-	-	
<b>ME 3</b> vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> vörös	fehérje	/	-	fehérje (?)
<u>1. festékréteg:</u> szürke	olaj	-	-	olaj és fehérje (?)
<b>PM 4</b> vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> sárgás, két rétegben	fehérje	-	/	fehérje és olaj (?)
<u>1. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	0	0	olaj (?)
<b>S k i 1</b>				

<u>alapozó:</u> sárgás	fehérje	/	/	sikertelen (szervetlen sávok kitakarnak)
<u>1. festékréteg:</u> okker színű	tempera	-	-	olaj
<u>2. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	-	-	olaj és fehérje (?)
<b>SZ i 2</b> fatábla, tempera?				
<u>alapozó:</u> sárgás	fehérje	/	/	fehérje (?)
<u>1. festékréteg:</u> szürke	fehérje és olaj ?	0	0	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> kék	fehérje és olaj ?	0	0	fehérje és olaj (?)
<u>lakk</u>		0	0	
<u>3. festékréteg:</u> kék		-	-	olaj (?)
<b>VT 1</b> vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> sárgás	fehérje	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>1. festékréteg:</u> szürke	olaj	-	-	olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> szürke	olaj	-	-	olaj (?)

34. táblázat: Ismeretlen összetételű minták megszínezése Fluorescamine reagenssel

	előkezelés nélkül	előkezeléssel	előkezelés nélkül	előkezeléssel
	az eredmények számszerű eloszlása		az eredmények százalékos eloszlása	
<b>összes réteg</b>	<b>70</b>	<b>70</b>		
pozitív egyértelmű	-	6	-	8,5%
pozitív nem egyértelmű	16	17	22,8%	24,2%
pozitív összesen	16	23	22,8 %	32,8%
negatív	47	27	67,1%	38,5%

nem értékelhető	7	20	10%	28,5%
<b><i>alapozók</i></b>	<b>19</b>	<b>19</b>		
pozitív egyértelmű	-	3	-	15,7%
pozitív nem egyértelmű	10	10	52,6%	52,6%
pozitív összesen	10	13	52,6%	68,4%
negatív	9	2	47,3%	10,5%
nem értékelhető	-	4	-	21,%
<b><i>festékrétegek</i></b>	<b>40</b>	<b>40</b>		
pozitív egyértelmű	-	3	-	7,5%
pozitív nem egyértelmű	5	4	12,5%	10%
pozitív összesen	5	7	12,5%	17,5%
negatív	30	20	75%	50%
nem értékelhető	5	13	12,5%	32,5%
<b><i>lakkrétegek</i></b>	<b>6</b>	<b>6</b>		
pozitív egyértelmű	-	-	-	-
pozitív nem egyértelmű	-	1	-	16%
pozitív összesen	-	-	-	16%
negatív	4	3	66%	50%
nem értékelhető	2	2	33,3%	33,3%
<b><i>szigetelőrétegek</i></b>	<b>5</b>	<b>5</b>		
pozitív egyértelmű	-	-	-	-
pozitív nem egyértelmű	1	2	20%	-
pozitív összesen	1	2	20%	-
			80%	20%
negatív	4	2	-	-
nem értékelhető	-	1	-	-

35. táblázat: Fluorescamine reagenssel megszínezett, ismeretlen összetételű minták eredményeinek összegzése

Az összes réteget tekintve pozitív egyértelmű eredményeket csak a denaturált mintáknál kaptunk (6), az előkezelés nélküli színezéseknél nem született pozitív eredmény. A részben elszínezett (nem egyértelmű) rétegek száma mindkét változatnál közel azonos (16-17). Az előkezelés hatására nagymértékben nőtt a nem értékelhető rétegek száma.

Az alapozóknál pozitív egyértelmű eredményeket szintén csak a denaturált mintáknál kaptunk. A részben elszíneződött (nem egyértelmű) eredmények száma megegyezik az előkezelt és előkezelés nélkül végzett tesztek esetében. A denaturálást követően 4 réteget nem tudtunk értékelni, míg előkezelés nélkül minden alapozó értékelhető volt.

A festékrétegeknél, csakúgy, mint az alapozók esetében a denaturálás hatására a nem értékelhető és az egyértelműen elszíneződött rétegek száma nőtt. A részben elváltozott rétegek száma szintén közel azonos (5-4) a két változatnál. Az előkezelés nélkül végzett színezéssel jelentősen több negatív eredményt kaptunk, mint pozitív nem egyértelműt (30-5).

A lakkrétegeknél egyik változatnál se kaptunk egyértelmű pozitív eredményt. Előkezeléssel egy réteg részben elszíneződött, előkezelés nélkül csak negatív és nem értékelhető eredményeket kaptunk. A nem értékelhető rétegek száma (2-2) megegyezett az előkezeléssel és előkezelés nélküli színezéseknél is.

A szigetelőrétegeknél nem kaptunk pozitív egyértelmű eredményt se előkezeléssel, se anélkül. A részben elszíneződött rétegek száma denaturálással eggyel több, mint denaturálás nélkül. Előkezelés nélkül több a negatív eredmény, mint előkezeléssel. A denaturált mintáknál egy esetben nem volt értékelhető a színezés.

A reagens kékes-fehér fluoreszkálása nagyban nehezíti az eredmények értékelését, ugyanis sok esetben a kötőanyagok autofluoreszkálása hasonló színű (fehérjék).

Összességében elmondhatjuk, hogy pozitív egyértelmű eredményeket csak a denaturált minták esetében kaptunk. A denaturálást követő színezéseknél bár születtek egyértelmű pozitív eredmények, de nagymértékben nőtt a nem értékelhető rétegek száma.

Az alapozóknál FLUR használatakor komoly probléma a reagens színe: az általánosan fehérje tartalmú rétegek eleve kékes-fehéren lumineszkálnak, így nehézkes a színváltozás megítélése.

**Ismeretlen összetételű, műtárgyakból vett minták megszínezése TRITC reagenssel és a minták FTIR mérései alapján feltételezett kötőanyag**

*1. sorozat: előkezelés nélkül színezve*

*előkezelés:* nincs

*reagens:* 0,2%-os koncentrációjú oldat vízmentes acetonban

*színezési idő:* 2 perc (fedőlemez alatt)

*kimosás/áttörítés:* acetonos vattacsomóval többszöri áttörítés

*2. sorozat: előkezelést követően színezve*

*előkezelés:* fehérje denaturálása 5 percig 8% (vegyes) NH<sub>4</sub>OH-ban

*reagens:* 0,2%-os koncentrációjú oldat vízmentes acetonban

*színezési idő:* 2 perc (fedőlemez alatt)

*kimosás/áttörítés:* acetonos vattacsomóval többszöri áttörítés

<i>Minta jele, rétegei</i>	<i>Feltételezett kötőanyag</i>	<i>Előkezelés nélkül</i>	<i>Előkezelve</i>	<i>FTIR mérés eredménye</i>
<b>B 1</b> fatábla, tempera (?) (és olaj)				
<u>alapozó:</u> egyrétegű, fehér színű, gipsz	fehérje	/	/	sikertelen (szervetlen sávok kitakarnak)
<u>szigetelő réteg</u>		-	-	sikertelen (epoxi kitakar)
<u>1. festékréteg:</u> világoskék (azurit és ólomfehér?)	tempera: fehérje és olaj	-	/	olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> kék	olaj	-	/	olaj, fehérje (?)
<b>BN 4</b> vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> sárgás színű	fehérje	0	0	fehérje és olaj
<u>1. festékréteg:</u> sötétebb szürke	olaj	+	+	olaj és fehérje (?)
<u>2. festékréteg:</u> világosabb szürke	olaj	/	+	olaj és fehérje (?)

<b>CSF 1</b>				
fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> sárgás, gipsz	fehérje	/	+	fehérje (?)
<u>1. festékréteg:</u> fehér (sárgákkal és vörösekkel)	olaj	/	/	fehérje (?)
<u>lakk</u>	gyanta	0	0	
<u>2. festékréteg:</u> szürke	olaj	/	/	
<b>Cs i 1</b>				nincs mérés
fatábla, tempera és olaj?				
<u>alapozó:</u> sárgás színű, gipsz	fehérje	/	+	
<u>1. festékréteg:</u> kék (?)	olaj	0	0	
<u>lakk:</u> UV sárgás	gyanta	/	+	
<u>lakk:</u> UV kékes	gyanta	/	0	
<u>2. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	/	/	
<u>3. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	/	/	
<b>Cs t 1</b>				
fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> kétrétegű, fehér, gipsz	fehérje	/	/	-
<u>1. festékréteg:</u> sárga	olaj	-	/	sikertelen (túl vékony réteg)
<u>2. festékréteg:</u> kék	olaj	-	/	olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> kék	olaj	0	0	olaj (?)
<u>4. festékréteg:</u> kék	olaj	0	0	-
<b>FE1</b>				nincs mérés
vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> 3 rétegben, alul vörös és kettő sárga	fehérje	-	/	-
<u>1. festékréteg:</u> szürke	olaj	-	/	-
<u>2. festékréteg:</u> szürke	olaj	-	/	-



<b>I 2.1</b>				
fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	/	+	fehérje és olaj (?)j
<u>szigetelő réteg</u>		+	+	-
<u>1. festékréteg:</u> okker/szürke	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> szürke	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<b>I 13.1</b>				<i>az I 2.2-es minta eredményei alapján</i>
fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	/	+	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>		-	-	-
<u>1. festékréteg:</u> szürkéskék	olaj	/	-	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> kék	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<b>I 16.1</b>				<i>az I 2.2-es minta eredményei alapján</i>
fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>		-	-	-
<u>1. festékréteg:</u> kék	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> kék	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> kék	olaj	+	+	fehérje és olaj (?)
<b>J i 1</b>				
fatábla,				
<u>1. alapozó:</u> 2 rétegben, fehér	fehérje	-	-	fehérje és olaj (?)
<u>2. alapozó:</u> sárga	fehérje	-	-	
<u>1. festékréteg:</u> fehér	tempera: fehérje és olaj	-	-	
<u>2. réteg:</u> bólusz (?)	fehérje és olaj	0	0	
<u>3. réteg:</u> fém (?)		0	0	
<b>ME 1</b>				

vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> vörös	fehérje	+	+	fehérje (?)
<u>1. festékréteg:</u> szürke	olaj	-	-	olaj és fehérje (?)
<u>lakk</u>	gyanta	/	0	-
<b>PM 1</b>				
vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> sárgás, két rétegben	fehérje	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>1. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	/	/	olaj (?)
<b>S k i 1</b>				
<u>alapozó:</u> sárgás	fehérje	/	/	sikertelen (szervetlen sávok kitakarnak)
<u>1. festékréteg:</u> okker színű	tempera	/	/	olaj
<u>2. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	0	0	olaj és fehérje (?)
<b>S o 2</b>				
<u>alapozó:</u> szürkés-sárga	fehérje	/	/	
<u>1. festékréteg:</u> kék		-	-	
<u>2. festékréteg:</u> vörös		0	0	
<u>3. festékréteg:</u> vörös		0	0	
<u>4. festékréteg:</u> fehér	olaj	/	/	
<b>SZ i 1</b>				
fatábla, tempera				
<u>alapozó:</u> sárgás	fehérje	/	/	fehérje (?)
<u>1. festékréteg:</u> szürke	fehérje és olaj ?	/	-	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> kék	fehérje és olaj ?	/	0	fehérje és olaj (?)
<u>lakk</u>		0	0	
<u>3. festékréteg:</u> kék		/	0	olaj (?)
<b>VT 1</b>				
vászon, olaj				

<u>alapozó:</u> sárgás	fehérje	/	+	fehérje és olaj (?)
<u>1. festékréteg:</u> szürke	olaj	/	/	olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> szürke	olaj	0	/	olaj (?)

36. táblázat: Ismeretlen összetételű minták megszínezése Tetrarhodamine isothyocianate reagenssel

### Összegzés

	előkezelés nélkül	előkezeléssel	előkezelés nélkül	előkezeléssel
	az eredmények számszerű eloszlása		az eredmények százalékos eloszlása	
<b>összes réteg</b>	<b>64</b>	<b>64</b>		
pozitív egyértelmű	4	11	6,25%	17,1%
pozitív nem egyértelmű	33	28	51,5%	43,7%
pozitív összesen	37	39	57,8%	60,9%
negatív	15	10	23,4%	15,6%
nem értékelhető	12	15	18,75%	23,4%
<b>alapozók</b>	<b>17</b>	<b>17</b>		
pozitív egyértelmű	1	6	5,8%	35,2%
pozitív nem egyértelmű	12	8	70,5%	47%
pozitív összesen	13	14	76,4%	82,3%
negatív	3	2	17,6%	11,7%
nem értékelhető	1	1	5,8%	5,8%
<b>festékrétegek</b>	<b>36</b>	<b>36</b>		
pozitív egyértelmű	2	3	5,5%	8,3%
pozitív nem egyértelmű	18	20	50%	55,5%
pozitív összesen	20	23	55,5%	63,8%
negatív	9	8	25%	22,2%
nem értékelhető	7	5	19,4%	13,8%
<b>lakkrétegek</b>	<b>5</b>	<b>5</b>		
pozitív egyértelmű	-	1	-	20%

pozitív nem egyértelmű	3	-	60%	-
pozitív összesen	3	1	60%	20%
negatív	-	-	-	-
nem értékelhető	2	4	40%	80%
<b>szigetelőrétegek</b>	<b>4</b>			
pozitív egyértelmű	1	1	25%	25%
pozitív nem egyértelmű	-	-	-	-
pozitív összesen	-	-	-	-
negatív	3	3	75%	75%
nem értékelhető	-	-	-	-

37. táblázat: Tetrarhodamine isothyocianate reagenssel megszínezett, ismeretlen összetételű minták eredményeinek összegzése

Előkezelés nélkül és előkezeléssel is a vizsgált rétegek több mint a fele elszíneződött valamilyen mértékben a TRITC használatával. A nem értékelhető tesztek aránya viszonylag magas mindkét változatban, a denaturálással pedig tovább nőtt. A részben reagált rétegek száma jóval magasabb, mint az egyértelműeké, de az előkezelés hatására utóbbiak száma szintén növekedett.

Az alapozók nagyobb része szintén reagált valamilyen mértékben a reagenssel. Pozitív egyértelmű választ előkezelés nélkül csupán egy esetben kaptunk, a denaturálást követően emelkedett a határozottan elszínezett rétegek száma. Negatív és nem értékelhető eredményt mindkét változatban kaptunk néhány (4-3) esetben.

A festékrétegek több mint a fele szintén elszíneződött, de túlnyomórészt nem egyértelműen. A denaturálás kismértékben növelte a reagált rétegek számát. A festékrétegeknél is elég magas a nem értékelhető tesztek aránya.

A lakkrétegek esetében előkezelés nélkül nagyrészt közel azonos számban egyértelmű pozitív és nem értékelhető eredményeket kaptunk. Az előkezelés hatására 5-ből 4 esetben nem tudtuk a rétegeket értékelni.

A szigetelő rétegeknél mindkét változattal egy-egy esetben kaptunk pozitív egyértelmű eredményt, a többi negatív lett.

A TRITC esetében általánosan elmondható, hogy viszonylag magas a nem értékelhető rétegek száma

**Ismeretlen összetételű, műtárgyakból vett minták megszínezése LISSA reagenssel és a minták FTIR mérései alapján feltételezett kötőanyag**

*1. sorozat: előkezelés nélkül színezve*

*előkezelés: nincs*

*reagens: 0,2%-os koncentrációjú oldat vízmentes acetonban*

*színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt)*

*kimosás/áttörítés: acetonos vattacsomóval többszöri áttörítés*

*2. sorozat: előkezelést követően színezve*

*előkezelés: fehérje denaturálása 5 percig 8% (vegyes) NH<sub>4</sub>OH-ban*

*reagens: 0,2%-os koncentrációjú oldat vízmentes acetonban*

*színezési idő: 2 perc (fedőlemez alatt)*

*kimosás/áttörítés: acetonos vattacsomóval többszöri áttörítés*

<b>Minta jele, rétegei</b>	<b>Feltételezett kötőanyag</b>	<b>Előkezelés nélkül</b>	<b>Előkezelve</b>	<b>FTIR mérés eredménye</b>
<b>B 2</b> fatábla, tempera (?) (és olaj)				
<u>alapozó:</u> egyrétegű, fehér színű, gipsz	fehérje	+	+	sikertelen (szervetlen sávok kitakarnak)
<u>szigetelő réteg</u>		-	-	sikertelen (epoxi kitakar)
<u>1. festékréteg:</u> világoskék (azurit és ólomfehér?)	tempera: fehérje és olaj	/	+	olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> kék	olaj	/	+	olaj, fehérje (?)
<b>CSF 1</b> fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> sárgás, gipsz	fehérje	+	+	fehérje (?)
	olaj	/	+	fehérje (?)
<u>1. festékréteg:</u> fehér (sárgákkal és vörösekkel)				
<u>lakk</u>	gyanta	0	0	

<u>2. festékréteg:</u> szürke	olaj	+	+	
<b>Cs i 3</b> fatábla, tempera és olaj?				nincs mérés
<u>alapozó:</u> sárgás színű, gipsz	fehérje	/	+	
<u>1. festékréteg:</u> kék (?)	olaj	0	0	
<u>lakk:</u> UV sárgás	gyanta	0	-	
<u>lakk:</u> UV kékes	gyanta	0	-	
<u>2. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	0	0	
<u>3. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	0	0	
<b>Cs t 1</b> fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> kétrétegű, fehér, gipsz	fehérje	+	+	-
<u>1. festékréteg:</u> sárga	olaj	+	+	sikertelen (túl vékony réteg)
<u>2. festékréteg:</u> kék	olaj	/	/	olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> kék	olaj	+	+	olaj (?)
<u>4. festékréteg:</u> kék	olaj	0	0	-
<b>EG 3</b> vászon, olaj				
<u>1. alapozó:</u> vörös	fehérje	+	+	fehérje és olaj (?)
<u>2. alapozó:</u> sárga	fehérje	+	+	
<u>1. festékréteg:</u> fehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	/	+	
<u>2. festékréteg:</u> fehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	/	+	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> fehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	/	+	
<u>3. újraalapozás:</u> szürkés	fehérje	+	+	
<u>4. festékréteg:</u> cinkfehér, vörösekkel és sárgákkal	olaj	/	0	olaj (?)

<b>FE 2</b>				nincs mérés
vászon, olaj				
<u>alapozó</u> : 3 rétegben, alul vörös és kettő sárga	fehérje	/	+	-
<u>1. festékréteg</u> : szürke	olaj	-	-	-
<u>2. festékréteg</u> : szürke	olaj	/	+	-
<b>I 2.3</b>				
fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó</u> : sárgásfehér	fehérje	+	+	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>		/	/	-
<u>1. festékréteg</u> : okker/szürke	olaj	/	-	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg</u> : szürke	olaj	/	/	fehérje és olaj (?)
<b>I 4.2</b>				<i>az I 2.2-es minta eredményei alapján</i>
fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó</u> : sárgásfehér	fehérje	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>		/	/	-
<u>1. festékréteg</u> : szürke	olaj	-	/	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg</u> : kék	olaj	-	/	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg</u> : kék	olaj	-	/	fehérje és olaj (?)
<u>4. festékréteg</u> : kék	olaj	+	+	fehérje és olaj (?)
<b>I 13.2</b>				<i>az I 2.2-es minta eredményei alapján</i>
fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó</u> : sárgásfehér	fehérje	/	+	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>		/	+	-
<u>1. festékréteg</u> : szürkés-kék	olaj	-	/	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg</u> : kék	olaj	-	/	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg</u> : kék	olaj	-	/	fehérje és olaj (?)
<u>4. festékréteg</u> : kék	olaj	-	/	fehérje és olaj (?)

<b>I 14.2</b>				<i>az I 2.2-es minta eredményei alapján</i>
fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	+	+	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>		+	/	-
<u>1. festékréteg:</u> rózsaszín	olaj	-	/	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> rózsaszín	olaj	-	+	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> rózsaszín	olaj	-	+	fehérje és olaj (?)
<b>I 16.2</b>				<i>az I 2.2-es minta eredményei alapján</i>
fatábla, olaj (?)				
<u>alapozó:</u> sárgásfehér	fehérje	+	+	fehérje és olaj (?)
<u>szigetelő réteg</u>		+	+	-
<u>1. festékréteg:</u> kék	olaj	-	+	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> kék	olaj	-	+	fehérje és olaj (?)
<u>3. festékréteg:</u> kék	olaj	-	+	fehérje és olaj (?)
<b>J i 3</b>				
fatábla, tempera vagy olaj (?)				
<u>alapozó:</u> fehér	fehérje	+	+	fehérje és olaj (?)
<u>1. festékréteg:</u> vörös	olaj (?)	0	0	
<b>ME 4</b>				
vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> vörös	fehérje	+	+	fehérje (?)
<u>1. festékréteg:</u> szürke	olaj	-	+	olaj és fehérje (?)
<b>PM 4</b>				
vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> sárgás, két rétegben	fehérje	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>1. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	0	0	olaj (?)
<b>S k i 1</b>				
fatábla, tempera (?) és olaj				



(?)				
<u>alapozó:</u> sárgás	fehérje	+	+	sikertelen (szervetlen sávok kitakarnak)
<u>1. festékréteg:</u> okker színű	tempera fehérje és olaj	/	+	olaj
<u>2. festékréteg:</u> sötétkék	olaj	0	+	olaj és fehérje (?)
<b>SZ i 3</b> fatábla, tempera (?), olaj vagy tempera átfestéssel (?)				
<u>alapozó:</u> sárgás	fehérje	+	+	fehérje (?)
<u>1. festékréteg:</u> szürke	fehérje és olaj ?	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> kék	fehérje és olaj ?	/	/	fehérje és olaj (?)
<u>lakk</u>		0	0	
<u>3. festékréteg:</u> kék	olaj vagy fehérje és olaj ?	0	0	olaj (?)
<b>VT 1</b> vászon, olaj				
<u>alapozó:</u> sárgás	fehérje	/	+	fehérje és olaj (?)
<u>1. festékréteg:</u> szürke	olaj	+	/	olaj (?)
<u>2. festékréteg:</u> szürke	olaj	/	/	olaj (?)

38. táblázat: Ismeretlen összetételű minták megszínezése Lissamine rhodamine sulfonil chloride reagenssel

### Összegzés

	előkezelés nélkül	előkezeléssel	előkezelés nélkül	előkezeléssel
	az eredmények számszerű eloszlása		az eredmények százalékos eloszlása	
<b>összes réteg</b>	<b>72</b>	<b>72</b>		
pozitív egyértelmű	20	39	<b>27,7%</b>	<b>54,1%</b>
pozitív nem egyértelmű	24	19	33,3%	26,3%

pozitív összesen	44	58	61,1%	80,5%
negatív	16	4	22,2%	5,5%
nem értékelhető	12	10	16,6%	13,8%
<b><i>alapozók</i></b>	<b>19</b>	<b>19</b>		
pozitív egyértelmű	13	17	68,4%	89,4%
pozitív nem egyértelmű	6	2	31,5%	10,5%
pozitív összesen	19	19	100%	100%
negatív	-	-	-	-
nem értékelhető	-	-	-	-
<b><i>festékrétegek</i></b>	<b>43</b>	<b>43</b>		
pozitív egyértelmű	5	20	11,6%	46,5%
pozitív nem egyértelmű	15	14	34,8%	32,5%
pozitív összesen	19	34	44,1%	79%
negatív	15	1	34,8%	2,3%
nem értékelhető	8	8	18,6%	18,6%
<b><i>lakkrétegek</i></b>	<b>4</b>	<b>4</b>		
pozitív egyértelmű	-	-	-	-
pozitív nem egyértelmű	-	-	-	-
pozitív összesen	-	-	-	-
negatív	-	2	-	50%
nem értékelhető	4	2	100%	50%
<b><i>szigetelőrétegek</i></b>	<b>6</b>	<b>6</b>		
pozitív egyértelmű	2	2	33,3%	33,3%
pozitív nem egyértelmű	3	3	50%	50%
pozitív összesen	5	5	83,3%	83,3%
negatív	1	1	16,6%	16,6%
nem értékelhető	-	-	-	-

39. táblázat: Lissamine rhodamine sulfonyl chloride reagenssel megszínezett, ismeretlen összetételű minták eredményeinek összegzése

Előkezelés nélkül a pozitív egyértelmű és részben elszíneződött (nem egyértelmű eredmények száma közel megegyezik (20-24). Az összes festékréteget tekintve előkezelés nélkül a pozitív eredmények száma több mint a kétszerese a negatívokénak. Az összes réteget tekintve az előkezelés hatására nőtt a pozitív egyértelmű eredmények száma. Előkezeléssel a negatív eredmények jelentősen csökkentek (negyedére). A nem értékelhető rétegek száma viszonylag magas (az összes réteg hetede kb.). Ezek között kioldódott, a reagenssel azonos színű, illetve túl vékony, vagy túl sötét rétegek is találhatóak.

Az alapozók esetében minden réteg elszíneződött teljesen vagy részben, tehát negatív vagy nem értékelhető eredményt nem kaptunk. Előkezelés hatására a nem egyértelmű eredmények a harmadára csökkentek, és ezzel egyező mértékben nőtt az egyértelműek száma.

A festékrétegek esetében az előkezelés hatására négyszeresére nőtt a pozitív egyértelműen elszíneződött festékrétegek száma. Az előkezelés a denaturálás nélkül negatív rétegekre hatott elsősorban, 14 réteg adott egyértelmű pozitív eredményt annak hatására. A részben elszíneződött rétegek száma előkezeléssel és a nélkül is közel megegyezett (14-15).

A lakkrétegek mindegyike kioldódott az előkezelés nélkül végzett színezés esetében, tehát nem voltak értékelhetőek. A denaturálást követően két réteg oldódott ki a színezés alatt, kettő pedig nem színeződött el.

A szigetelőrétegek nagy része (6-ból 5) részben vagy teljesen elszíneződött, 1-1 esetben (ugyanazon a mintán) negatív eredményt kaptunk.

A vizsgálatok alapján összességében elmondható, hogy az összes réteget tekintve előkezelés nélkül a részben vagy teljesen elszíneződött rétegek száma kb. másfélszerese a nem értékelhető és negatív eredményeknek. A reakciót adó rétegek száma nőtt az előkezelés, vagyis a fehérjék denaturálásának hatására (61-80%). A reagens az alapozókat minden esetben elszínezte, a festékrétegeknél születtek negatív eredmények, csakúgy, mint a lakkok és a szigetelőrétegek esetében is, tehát bizonyos mértékű szelektivitást tapasztalhattunk. Mivel az alapozók általánosan fehérje kötőanyagúak (enyv), a vártnak megfelelő eredmények születtek.

A festékrétegek esetében viszont kevésbé tűnik megbízhatónak a reagens, mivel a minták egy részénél (vászonképek a 18-19. századból) a kötőanyag szinte biztosan száradó olaj, a reagens mégis elszínezte valamilyen mértékben a rétegeket.

**Ismeretlen összetételű, műtárgyakból vett minták színezési eredményeinek összehasonlító értékelése, FLUR, LISSA és TRITC reagensekkel**

	FLUR		TRITC		LISSA	
	előkezelés nélkül	előkezeléssel	előkezelés nélkül	előkezeléssel	előkezelés nélkül	előkezeléssel
<b><i>összes réteg</i></b>						
pozitív egyértelmű	-	8,5%	6,25%	17,1%	27,7%	54,1%
pozitív nem egyértelmű	22,8%	24,2%	51,5%	43,7%	33,3%	26,3%
pozitív összesen	22,8 %	32,8%	57,8%	60,9%	61,1%	80,5%
negatív	67,1%	38,5%	23,4%	15,6%	22,2%	5,5%
nem értékelhető	10%	28,5%	18,7%	23,4%	16,6%	13,8%
<b><i>alapozók</i></b>						
pozitív egyértelmű	-	15,7%	5,8%	35,2%	68,4%	89,4%
pozitív nem egyértelmű	52,6%	52,6%	70,5%	47%	31,5%	10,5%
pozitív összesen	52,6%	68,4%	76,4%	82,3%	100%	100%
negatív	47,3%	10,5%	17,6%	11,7%	-	-
nem értékelhető	-	21%	5,8%	5,8%	-	-
<b><i>festékrétegek</i></b>						
pozitív egyértelmű	-	7,5%	5,5%	8,3%	11,6%	46,5%
pozitív nem egyértelmű	12,5%	10%	50%	55,5%	34,8%	32,5%
pozitív összesen	12,5%	17,5%	55,5%	63,8%	44,1%	79%
negatív	75%	50%	25%	22,2%	34,8%	2,3%
nem értékelhető	12,5%	32,5%	19,4%	13,8%	18,6%	18,6%
<b><i>lakkrétegek</i></b>						
pozitív egyértelmű	-	-	-	20%	-	-
pozitív nem egyértelmű	-	16%	60%	-	-	-

pozitív összesen	-	16%	60%	20%	-	-
negatív	66%	50%	-	-	-	50%
nem értékelhető	33,3%	33,3%	40%	80%	100%	50%
<b><i>szigetelőrétegek</i></b>						
pozitív egyértelmű	-	-	25%	25%	33,3%	33,3%
pozitív nem egyértelmű	20%	-	-	-	50%	50%
pozitív összesen	20%	-	25%	25%	83,3%	83,3%
negatív	80%	20%	75%	75%	16,6%	16,6%
nem értékelhető	-	-	-	-	-	-

40. táblázat: Ismeretlen összetételű, műtárgyakból vett minták színezési eredményeinek összehasonlító értékelése, FLUR, LISSA és TRITC reagensekkel

### **Összes réteg**

Az összes réteget tekintve FLUR-ral előkezelés nélkül nem kaptunk pozitív egyértelmű eredményt, a LISSA-val előkezelést követően a rétegek több mint 50%-a határozottan elszíneződött. A denaturálás mindhárom reagensnél növelte a pozitív egyértelmű eredmények számát. A legtöbb pozitív, nem egyértelmű eredményt a TRITC-vel kaptuk előkezelés nélkül, ami az összes réteg 51%-a, a legkevesebbet előkezelés nélkül a FLUR-ral (22,8%). A denaturálás a FLUR esetében növelte a nem egyértelmű eredmények számát, a TRITC és a LISSA esetében csökkentette. A legtöbb réteget - részben vagy teljesen - a LISSA színezte el (80,5%), a legkevesebbet a FLUR (22,8%). A legtöbb negatív eredményt (67,1%) a FLUR adta a minták előkezelése nélkül, a legkevesebbet a LISSA előkezeléssel (5,5%). A denaturálás mindhárom reagensnél csökkentette a negatív eredmények számát. A legtöbb nem értékelhető eredményt a FLUR-ral kaptuk előkezelést követően (28,5%), a legkevesebbet szintén ezzel a színezéssel előkezelés nélkül (10%).

### **Alapozók**

Az alapozók esetében egyetlen pozitív egyértelmű eredményt se kaptunk a FLUR-ral előkezelés nélkül, a legtöbbet a LISSA-val denaturálást követően (89,4%). Az előkezelés mindhárom reagensnél növelte a határozottan elszíneződött rétegek számát. A legkevesebb nem egyértelmű eredményt a LISSA-val kaptuk előkezelést követően (10,5%), a legtöbbet a

TRITC-vel denaturálás nélkül (70,5%). Az előkezelés hatására a TRITC és a LISSA esetében csökkent a nem egyértelmű eredmények száma, a FLUR esetében nem. A legkevesebb réteg a FLUR-ral reagált előkezelés nélkül (52,6%), a legtöbb a LISSA-val, mindkét változattal az összes alapozó részben vagy teljesen elszíneződött (100%-100%). A LISSA-val nem kaptunk negatív eredményt se előkezeléssel, se anélkül, a legtöbbet a FLUR adta, denaturálás nélkül (47,3%). A legtöbb nem értékelhető réteget a FLUR-ral kaptuk, előkezelést követően (21%). LISSA-val mindkét változattal, a FLUR-ral az előkezelés nélküli összes réteget értékelni tudtuk.

### **Festékrétegek**

FLUR-ral nem kaptunk egyetlen pozitív egyértelmű eredményt se a festékrétegek vizsgálatakor (mivel a festett rétegek nagy része feltehetően olaj tartalmú, ezek az eredmények feltehetően igazak.), a legtöbbet pedig LISSA-val előkezelést követően (46,5%). A denaturálás minden esetben növelte a határozottan elszíneződött rétegek számát. A legkevesebb pozitív nem egyértelmű eredményt a FLUR-ral kaptuk előkezelést követően (10%), a legtöbbet pedig a TRITC-vel szintén előkezeléssel (55,5%). A denaturálás a FLUR és a LISSA esetében csökkentette, a TRITC esetében viszont növelte a részben elszíneződött eredmények számát. A legkevesebb réteggel a FLUR reagált előkezelés nélkül (12,5%), a legtöbbet a LISSA előkezeléssel (79%). A legkevesebb negatív eredményt a LISSA adta előkezeléssel (2,3%), a legtöbbet a FLUR denaturálás nélkül (75%). A FLUR előkezelés nélkül befolyásolta a legkevésbé a rétegek értékelhetőségét (12,5%), a legjobban viszont szintén a FLUR a denaturálást követően (32,5%).

### **Lakkrétegek**

A lakkrétegek esetében pozitív egyértelmű eredményt csak a TRITC-vel kaptunk az előkezelést követően, (vagyis a TRITC hamisan elszínezte a minden bizonytalanságtól készült rétegeket) a többi reagenssel egyik változattal sem. Pozitív (hamis) nem egyértelmű eredményeket csak a FLUR-ral előkezelést követően (16%), és a TRITC-vel előkezelés nélkül (60%) kaptunk. A LISSA-val egyik színezési móddal se kaptunk pozitív eredményt, a legtöbb réteggel (60%) a TRITC reagált. TRITC-vel egyik színezési móddal se, LISSA-val előkezelés nélkül nem kaptunk negatív eredményt. Az előkezelés nélkül használt FLUR színezte meg legkevésbé (66%) a lakkrétegeket. A legkevésbé szintén a FLUR befolyásolta a rétegek értékelhetőségét, egyenlő mértékben előkezeléssel és anélkül (33,3%), a legjobban a LISSA előkezelés nélkül (100%).

## **Szigetelőrétegek**

A várhatóan enyvtartalmú szigetelőrétegek közül a FLUR egyet sem színezett el egyértelműen egyik változattal sem, a LISSA a legtöbbet mindkét módon, egyenlő arányban (33,3%). A denaturálás nem befolyásolta az eredményeket a szigetelőrétegek esetében. A TRITC-vel egyik változattal se, a FLUR-ral az előkezelést követően nem kaptunk bizonytalan eredményeket. A LISSA-val mindkét színezési móddal a rétegek 50-50%-a részben reagált. A FLUR-ral denaturálást követően sem színeződött el egyetlen szigetelőréteg se, a LISSA-val mindkét változattal a rétegek nagy része (83,3%) elváltozott. A legkevesebb negatív eredményt a LISSA-val kaptuk, egyenlő számút (16,6%) előkezeléssel és anélkül, a legtöbb réteget pedig a FLUR nem színezte el (80%).

## **V.2 FTIR mérések**

### **V.2.1 A megmért anyagok és minták**

Az A1-A10-es mintákat beágyazatlanul, kaparékként mértük meg. Az A11-A18-as mintákat epoxi műgyantába ágyazott keresztmetszet csiszolatokon.

Az ismeretlen összetételű, műtárgyából vett mintákat szintén epoxi műgyantába ágyazott keresztmetszetben vizsgáltuk.

### **V.2.2 A mérési paraméterek**

A kaparékokat Bruker Vertex 70 Fourier-transzformációs infravörös spektrométerrel, a keresztmetszeteket pedig a műszerhez tartozó transzmissziós Hyperion mikroszkóppal, ATR objektívvel vizsgáltuk.

A por mintákhoz Vertex 70 ATR egységet alkalmaztunk. A méréseket  $4000-400\text{ cm}^{-1}$  régióban végeztük. Egy mérés során a felvételek száma 16, a maximális felbontás  $4\text{ cm}^{-1}$  volt, a vizsgálandó anyagot gyémánt kristályra helyeztük.

A beágyazott mintákhoz használt Hyperion mikroszkóppal 20x-os nagyítású ATR objektívet alkalmaztunk, germánium kristállyal. A felvételek száma 32 volt egy mérés során, a maximális felbontás  $4\text{ cm}^{-1}$ . Az aperturát 6mm-re állítottuk.

### **V.2.3 Az eredmények kiértékelése**

A spektrumok értékelésére az MTA-CSFK intézetének munkatársaival került sor.



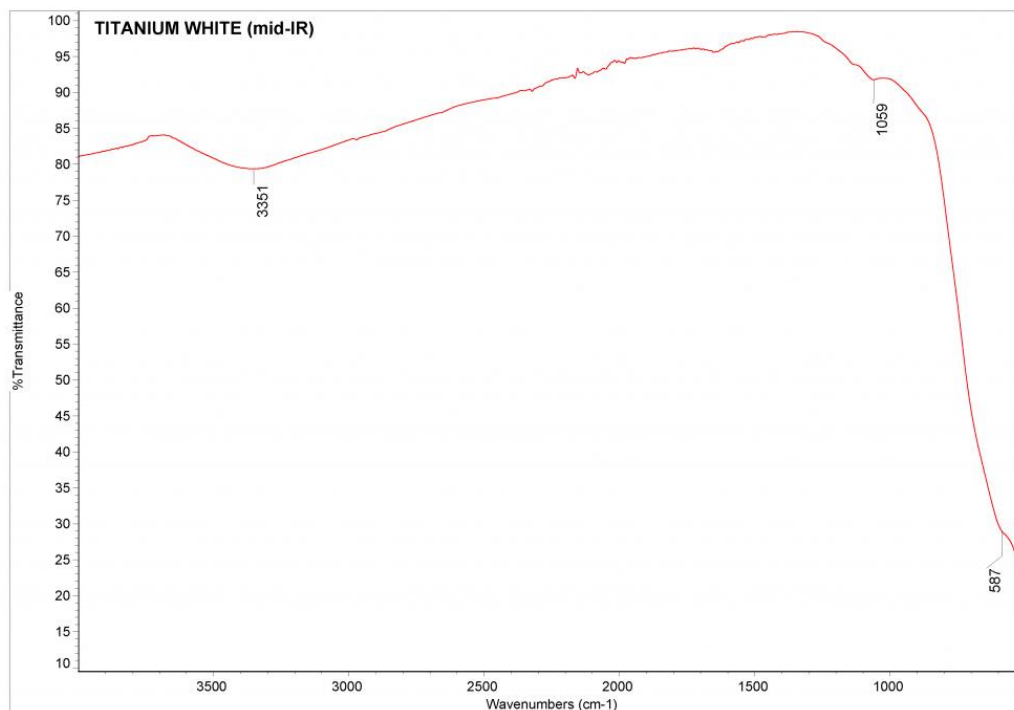
### V.2.3.1 Ismert összetételű minták mérési eredményei

„A” jelű sorozat spektrumainak értelmezése

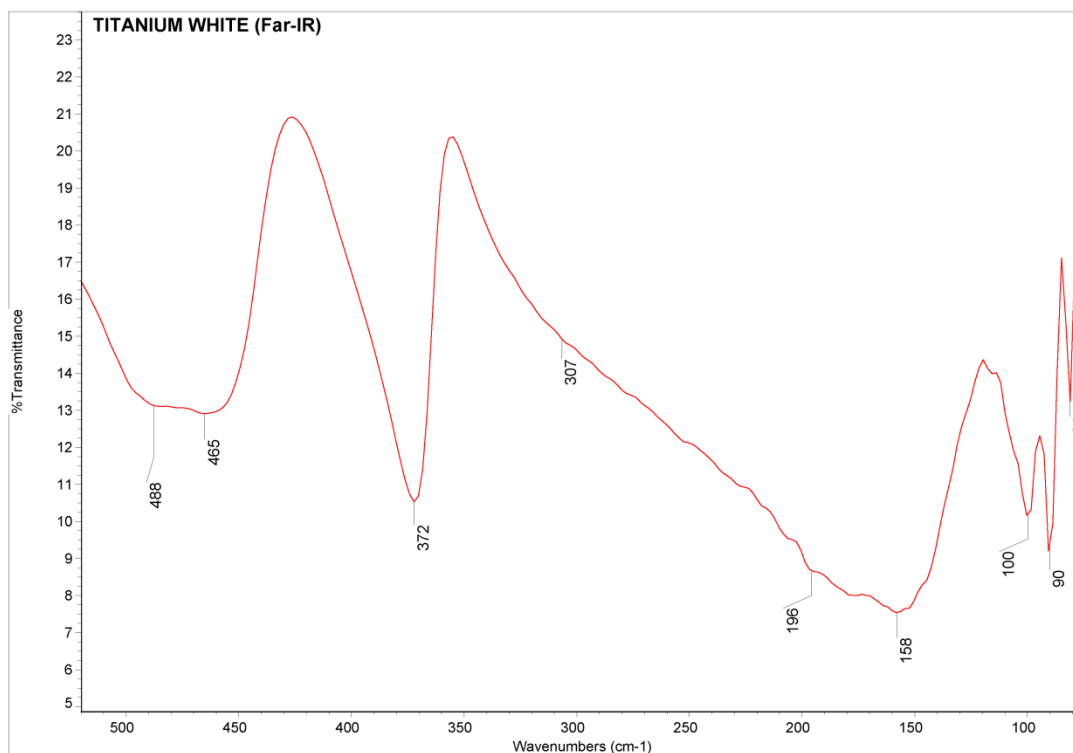
A következő spektrumokat (A 1.6 – A 10.6) kaparék mintaként, beágyazatlanul mértük, amiket a festett rétegek felületéről fém szikével vettünk.

*Az „A” jelű sorozatban használt anyagok standard spektrumai*

A titánfehér spektrális jellemzői



66. kép: A titánfehér transzmissziós módban felvett spektruma, közép infravörös tartomány

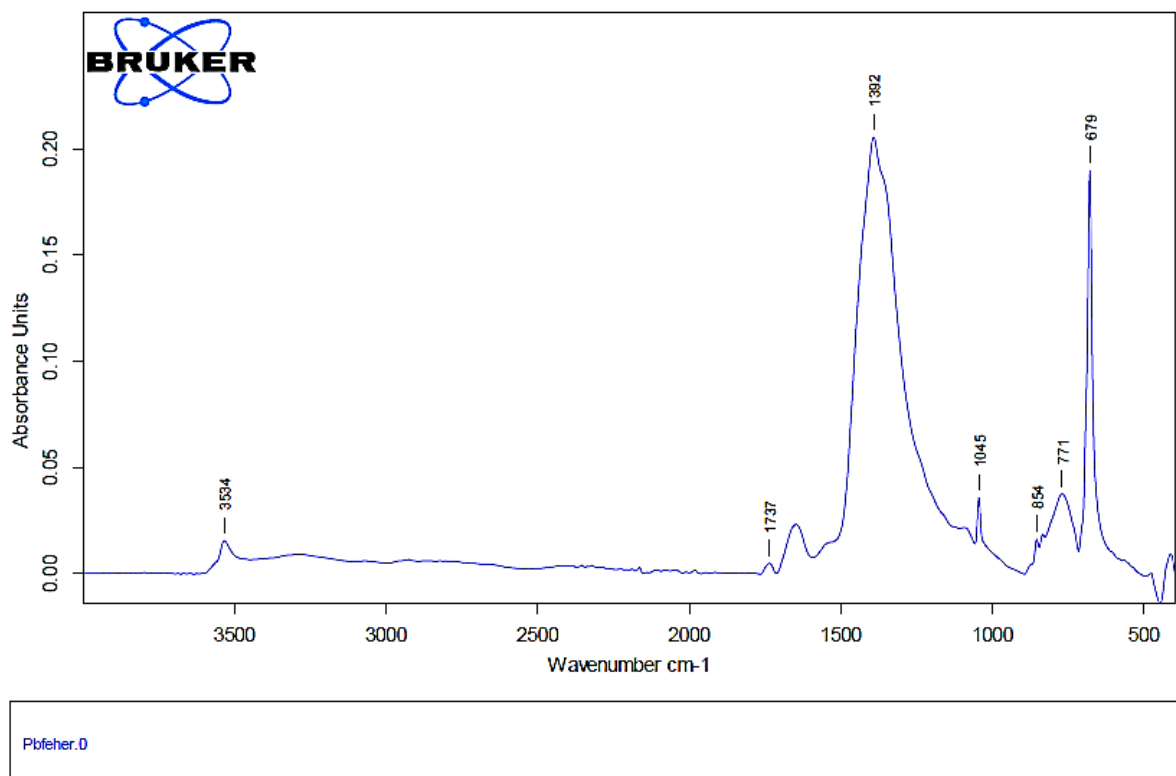


67. kép: A titánfehér transzmissziós módban felvett spektruma, távoli infravörös tartomány

A titánfehér nem aktív a közép infravörösben, vagyis nincsenek olyan sávjai a spektrum  $4000\text{-}600\text{ cm}^{-1}$  közé eső tartományában, amelyek átfedhetnek a szerves anyagok rezgéseivel. A pigment karakterisztikus sávjai nagyrészt a távoli infravörösben ( $400\text{-}10\text{ cm}^{-1}$ ) találhatóak. Az  $587$  és  $488\text{ cm}^{-1}$  körüli rezgéseket a vizsgálatokhoz használt műszerrel még detektálni lehetett<sup>36</sup>.

<sup>36</sup> A spektrum forrása a [http://lisa.chem.ut.ee/IR\\_spectra/paint/pigments/titanium-white/](http://lisa.chem.ut.ee/IR_spectra/paint/pigments/titanium-white/) internetes oldal

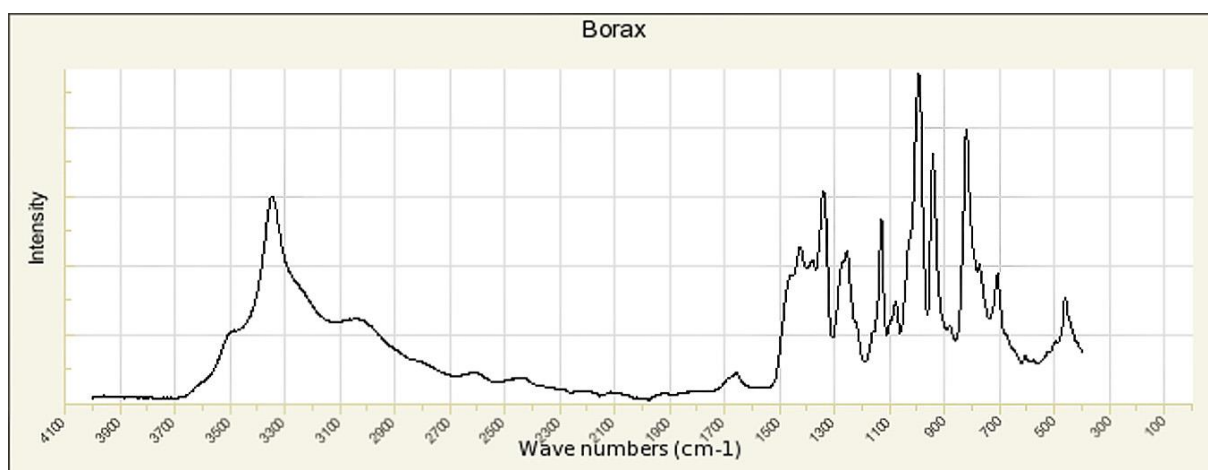
## Az ólomfehér spektrális jellemzői



68. kép: Ólomfehér spektruma

Az ólomfehér legintenzívebb karakterisztikus sávjai a karbonát (CO<sub>3</sub>) molekula deformációs rezgése 679 cm<sup>-1</sup>-nél, valamint vegyértékrezgése 1045 cm<sup>-1</sup>-nél. A szén-oxigén kettős kötés (C=O) gyenge abszorpciói 1740 és 1737 cm<sup>-1</sup> körül jelentkeznek, ezek átfedhetnek az alkil szén-szén (C-C) és az észter karbonil csoportjainak rezgésével, amelyek a száradó olajok karakterisztikus sávjai. Mivel az ólomfehér általában hidratált molekulaként fordul elő a festékrétegekben, tartalmaz vizet a kristályrácsban, ezért 3534 cm<sup>-1</sup> körül a hidroxil (O-H) kötés rezgését figyelhetjük meg (*Meliunas et al. 1990*). Az általam a standard mintákhoz használt ólomfehér pigmentnek 1650 cm<sup>-1</sup> körül látható egy sávja, ami szintén a mintában lévő vízhez tartozhat. Ez az abszorpció átfedhet a fehérjékre jellemző amid I sávval az ilyen típusú kötőanyaggal (enyvek, tojástempera, kazein) készült standard festékrétegeknél.

## A nátrium-tetraborát spektrális jellemzői

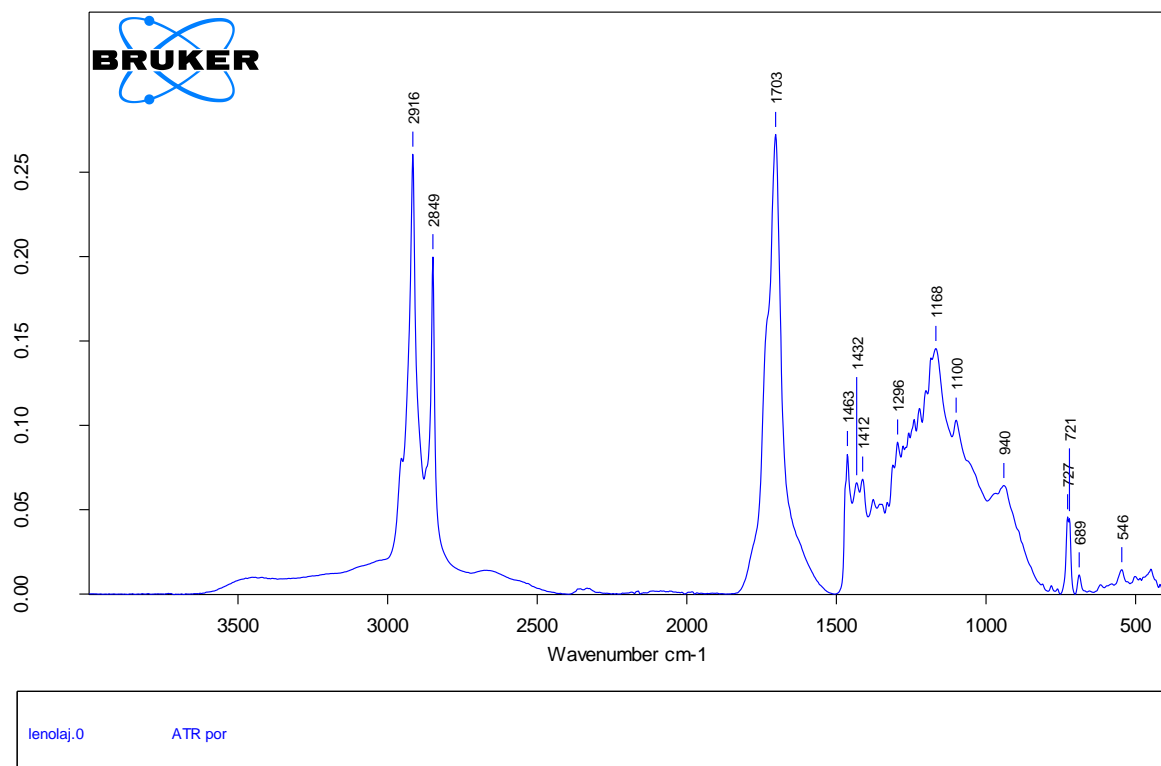


69. kép: Nátrium-tetraborát spektruma<sup>37</sup>

A nátrium-tetraborátnak intenzív, éles sávjai találhatóak 3340, 1420, 1390, 1340, 1270, 1130, 1080, 998, 940, 820, 705, és 460  $\text{cm}^{-1}$  körül. Egy gyengébb abszorpció látható 1660  $\text{cm}^{-1}$  körül is, ami a minta fehérje tartalma esetén az amid I sávot befolyásolhatja, az 1340  $\text{cm}^{-1}$  alatti erőteljes rezgések pedig a szerves anyagok gyengébb sávjaival kerülhetnek átfedésbe.

<sup>37</sup> A spektrum forrása a <http://ruff.info/Borax> internetes oldal

## A lenolaj spektrális jellemzői

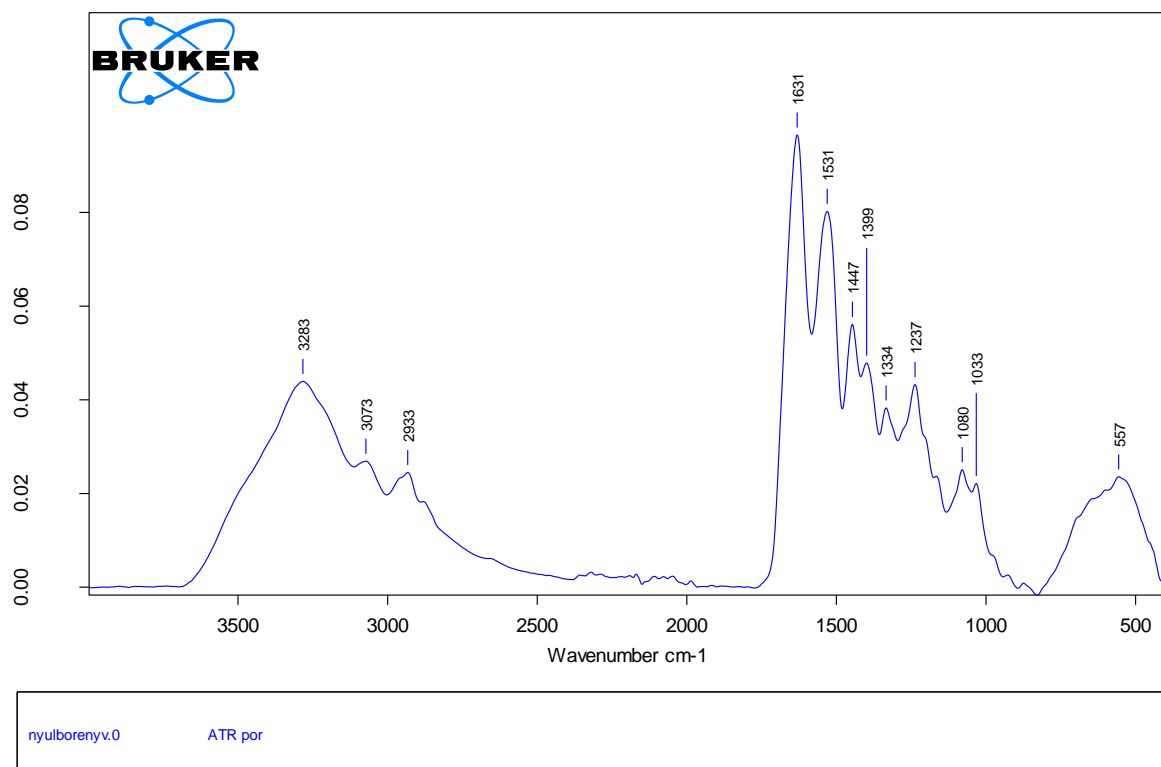


70. kép: Lenolaj spektruma, (20 éves standard)

A fent látható lenolaj spektrumát egy körülbelül 20 éves, öregedett standard mintáról vettük fel. 2916 és 2849  $\text{cm}^{-1}$ -nél a  $\text{CH}_2$  kötés rezgései intenzíven, élesen jelennek meg. A 2916  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható sávon megjelenő kis váll 2955  $\text{cm}$  körül talán a metil csoport ( $\text{CH}_3$ ) vegyértékrezgése (2962  $\text{cm}^{-1}$ ) lehet. A szakirodalomban (*Derrick et al. 1999*) jelzett olefin ( $\text{C}=\text{C}-\text{H}$ ) kötés vibrációja 3020  $\text{cm}^{-1}$  körül nem látható a spektrumon. A karakterisztikus erős, éles sáv, ami a szakirodalom szerint 1750-1740  $\text{cm}^{-1}$  körül található, az általunk mért mintákon 1703-1704  $\text{cm}^{-1}$ -nél jelenik meg, a sáv eltolódásának valószínűleg az anyag öregedése az oka. Az olaj oxidációjakor ugyanis karbonsavak keletkeznek, amelyek új sávokat hoznak létre 1776, 1734 és 1714  $\text{cm}^{-1}$  körül. A további karakterisztikus sávok (C-H kötések rezgései) 1464, 1379, 725  $\text{cm}^{-1}$  körül jelentkeznek. Szintén megtalálhatóak az 1240, 1165, 1103  $\text{cm}^{-1}$  körüli C-O vibráció sávjai, az 1165  $\text{cm}^{-1}$  körüli a legintenzívebb, a másik kettő gyengébb.

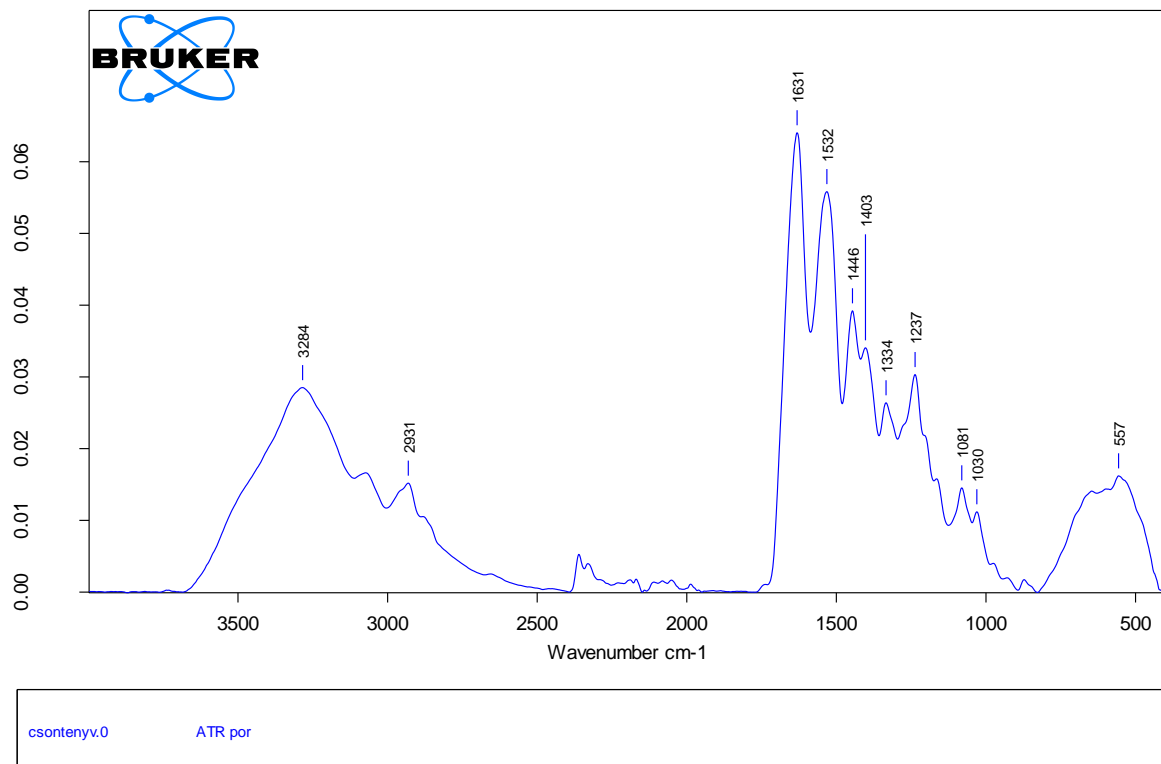
## Az enyvfélék spektrális jellemzői

Bőrenyv



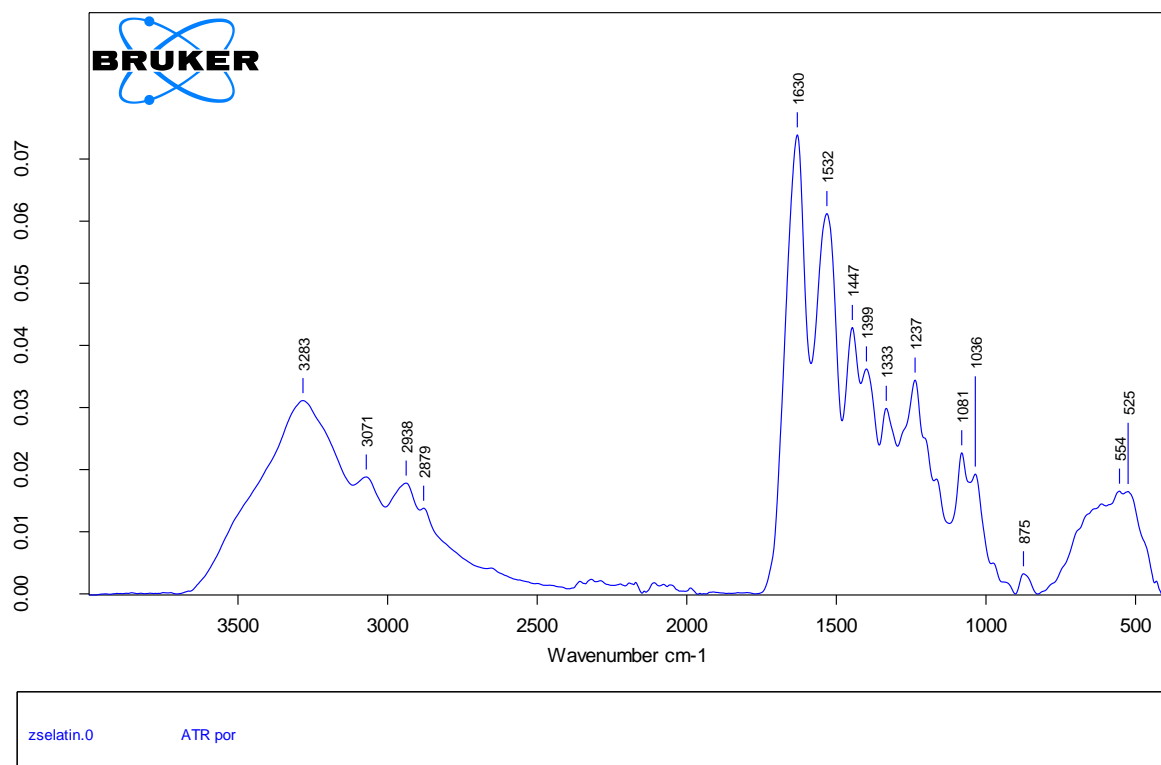
71. kép: Bőrenyv spektruma

## Csontenyv



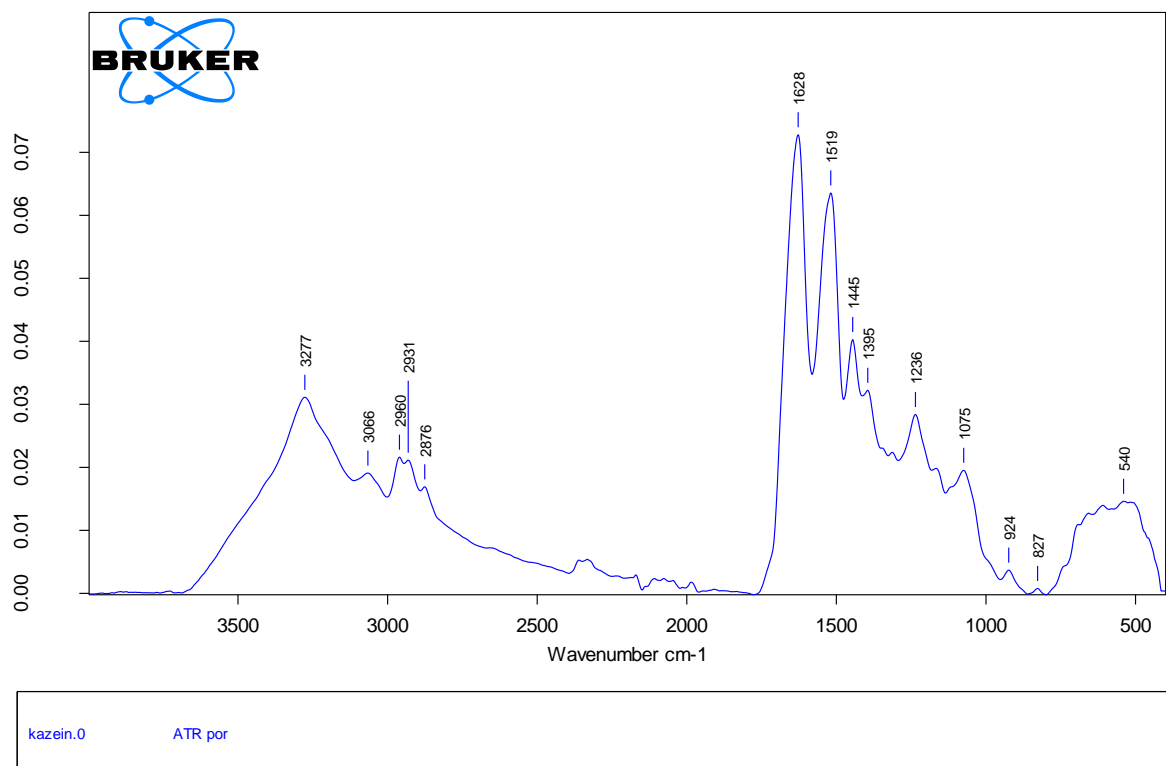
72. kép: Csontenyv spektruma

## Zselatin



73. kép: Zselatin spektruma

## Kazein



74. kép: Kazein spektruma

Az enyvfélék a fehérje kötőanyagok csoportjába tartoznak, de ide sorolhatóak még a kazein és a tojásfehérje is. A fehérjék polimerek, amelyek amino sav monomerekből épülnek fel. Húszféle, a természetben megtalálható amino sav kombinációi alkotják a különböző típusokat. A technikával lehetséges a fehérje csoportot azonosítani, de kizárólag a spektrumból csak néhány esetben tudunk a típusokra következtetni: például a halenyv és az albumin (tojássárgája) esetében (*Derrick et al. 1999*). A pontos aminosav szerkezet megállapításához azonban valamilyen kiegészítő vizsgálat szükséges, például folyadék vagy gázkromatográfia tömeg spektrométerrel kombinálva. Az abszorpciós sávok helyzetéből és a sávintenzitásból egyes szakemberek például a kollagén és a zselatin degradációját is vizsgálták (*Birstein and Tul'Chinskii 1981, Derrick 1991*).

A fehérje spektrum nagyon jellegzetes, legjellemzőbb sávjai az amid I (C=O) kötés 1650 cm<sup>-1</sup> körül és az amid II (C-N és N-H) kötések sávja 1550 cm<sup>-1</sup> körül. Az amid III abszorpciója 1280 cm<sup>-1</sup> körül jelentkezik. A sávok intenzitása lépcsőzetesen csökken (*Derrick et al. 1999*).

A 3350 cm<sup>-1</sup> és 3180 cm<sup>-1</sup> körül található N-H vegyértékrezgések megerősítik a fehérje tartalmat – ez az amid A rezgés. Ezek a sávok kiszélesedhetnek, vagy ha a minta vizet



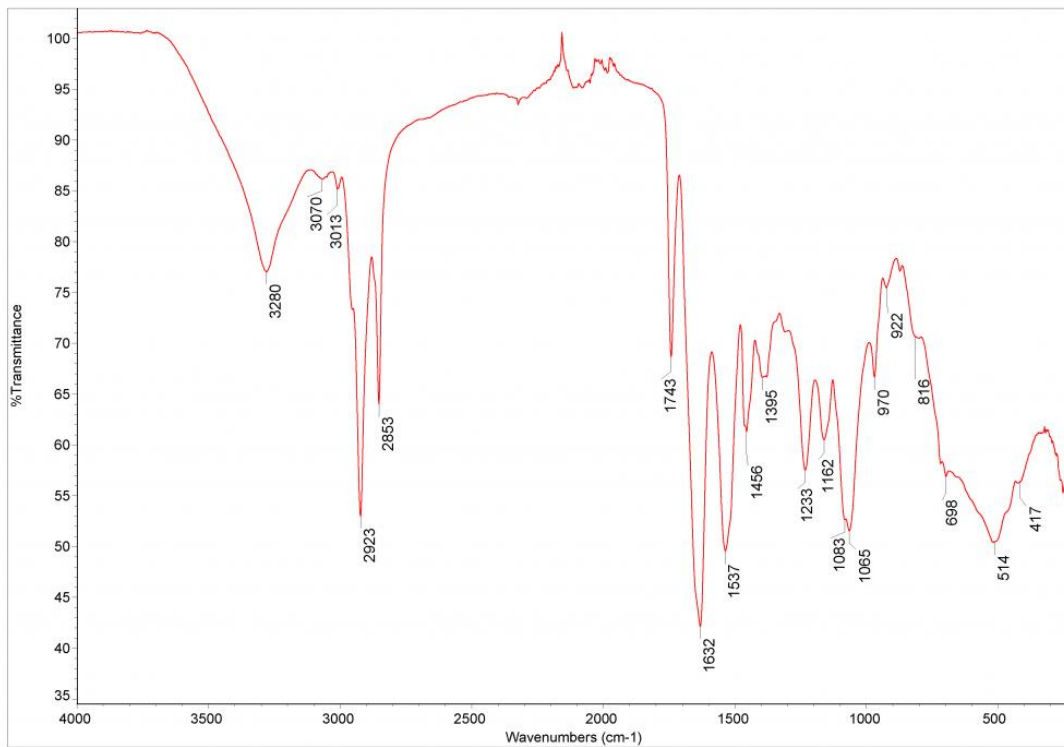
tartalmaz, a szintén az ebben a régióban megjelenő O-H kötések kitakarhatják őket (*Derrick et al. 1999*).

A legtöbb szerves anyag spektrumán megtalálhatóak a C-H molekulák vegyérték rezgései 3000-2800  $\text{cm}^{-1}$  között, így a fehérjéknél is. A metil csoport (CH<sub>3</sub>) vegyértékrezgései 2962 és 2872  $\text{cm}^{-1}$  körül, a metilén csoportok (CH<sub>2</sub>) pedig 2926 és 2850  $\text{cm}^{-1}$  körül jelentkeznek (*Derrick et al. 1999*).

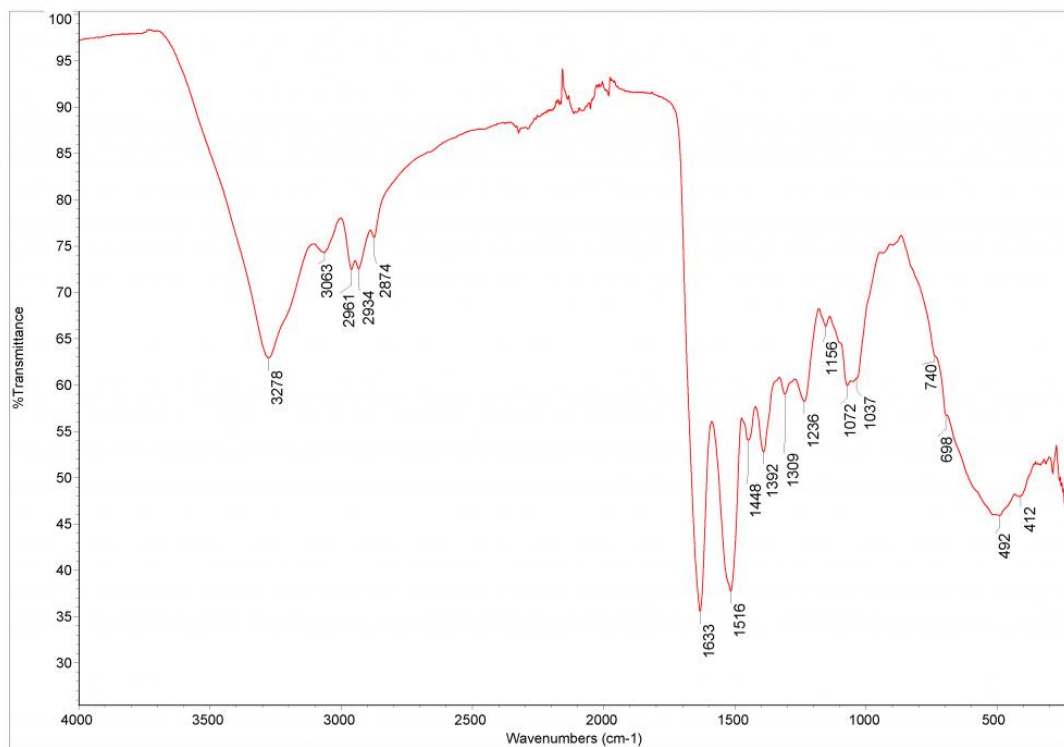
A metil csoport (CH<sub>3</sub>) deformációs rezgései 1450 és 1380  $\text{cm}^{-1}$  körül találhatóak, a metilén csoport (CH<sub>2</sub>) ollózó rezgésének sávja 1465  $\text{cm}^{-1}$ . További gyenge abszorpciók találhatóak 730, 1350 és 1150  $\text{cm}^{-1}$  körül is (*Derrick et al. 1999*).

Ha a fehérje aromás C-H molekulát tartalmaz, a hozzá kapcsolódó vegyértékrezgések 3100-3000  $\text{cm}^{-1}$  között láthatóak. Ebben az esetben 1000 és 655 között is jelennek meg sávok (*Derrick et al. 1999*).

## A tojástempera spektrális jellemzői



75. kép: Tojássárgája transzmissziós módban felvett spektruma



76. kép: Tojásfehérje transzmissziós módban felvett spektruma

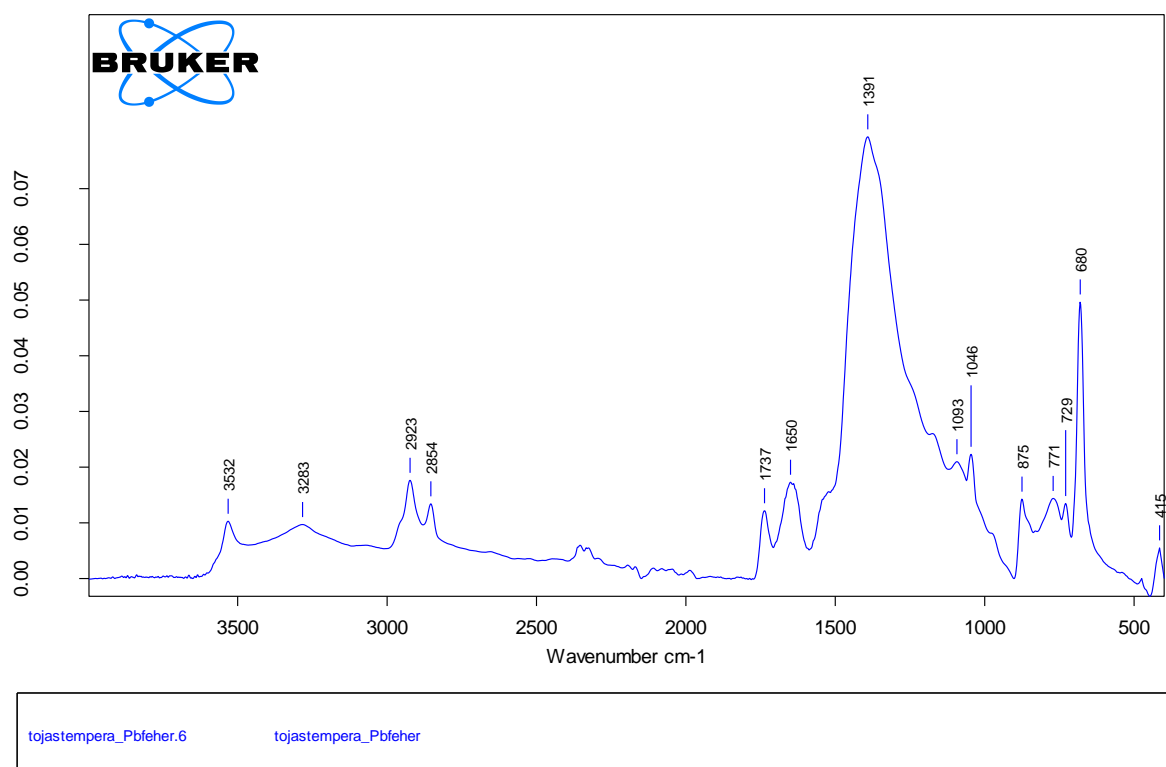
A tojástempera keverék anyag, ami a fehérjéket és lipideket is tartalmaz. Ennek megfelelően az ilyen technikával készült réteg spektrumán megtalálhatóak mind a fehérjére, mind az olajokra jellemző karakterisztikus sávok<sup>38</sup>.

---

<sup>38</sup> A tojássárgája és tojásfehérje standardjaiként a [http://lisa.chem.ut.ee/IR\\_spectra/paint/binders](http://lisa.chem.ut.ee/IR_spectra/paint/binders) oldalon található spektrumokat mutattuk be

## Az „A” jelű sorozat mintáinak spektrumai

A 1.6: tojástempera + ólomfehér festékréteg

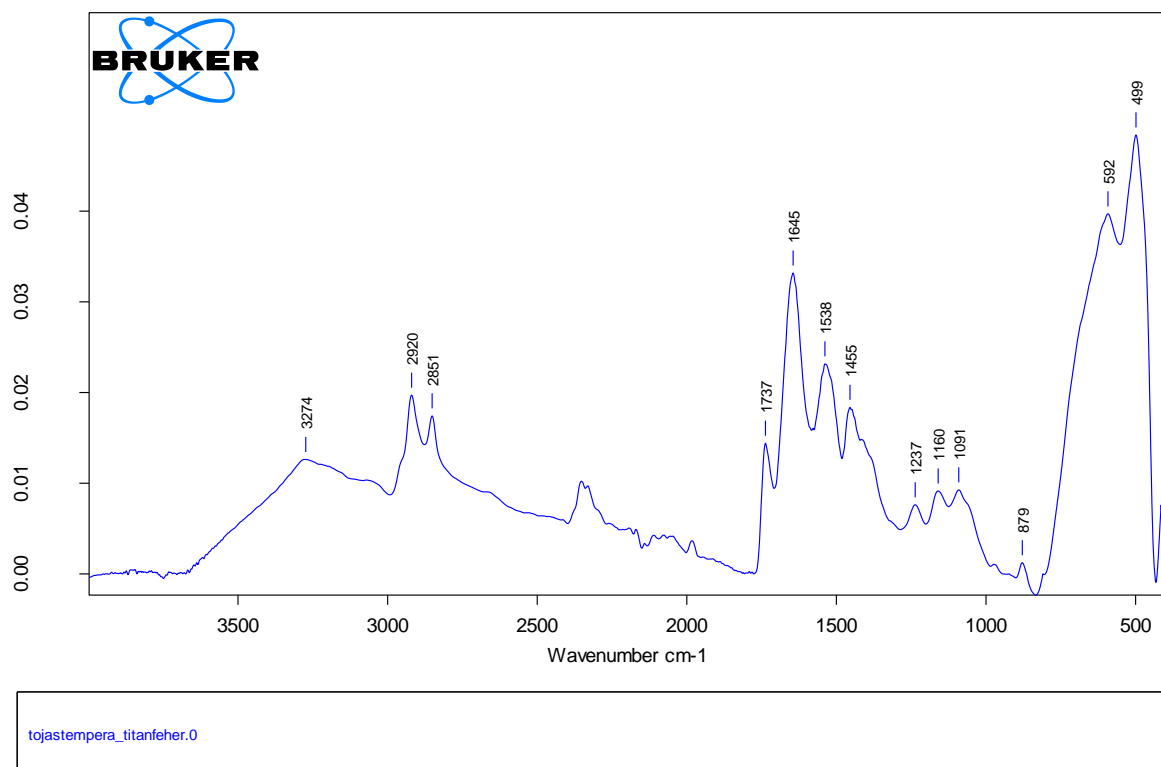


77. kép: Az A 1.6 jelű minta spektruma

A spektrumban szerves anyagra utalnak a sávok 2923 és 2854  $\text{cm}^{-1}$ -nél. Az olaj tartalmat a karboxil kötés rezgése jelzi 1737  $\text{cm}^{-1}$ -nél. Az 1650  $\text{cm}^{-1}$ -nél jelentkező sáv valószínűleg az ólomfehér abszorpciója, ami átfedi a fehérje 1630  $\text{cm}^{-1}$  körüli amid I rezgését. Az erőteljes abszorpció 1391  $\text{cm}^{-1}$ -nél az ólomfehér karbonátjához tartozik, ami a többi fehérjéhez tartozó rezgést kitakarja. A sáv 1500  $\text{cm}^{-1}$  körüli vállát valószínűleg az amid II rezgés okozza. A fehérjékre jellemző amid A abszorpció 3283  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható.

A tojástempera ólomfehérrel kevert spektrumában tehát az olajra utaló sáv (1737  $\text{cm}^{-1}$ -nél) jól kivehető, a fehérje tartalomra egyetlen abszorpció utalhat (amid A).

## A 2.6: tojástempera + titánfehér festékréteg

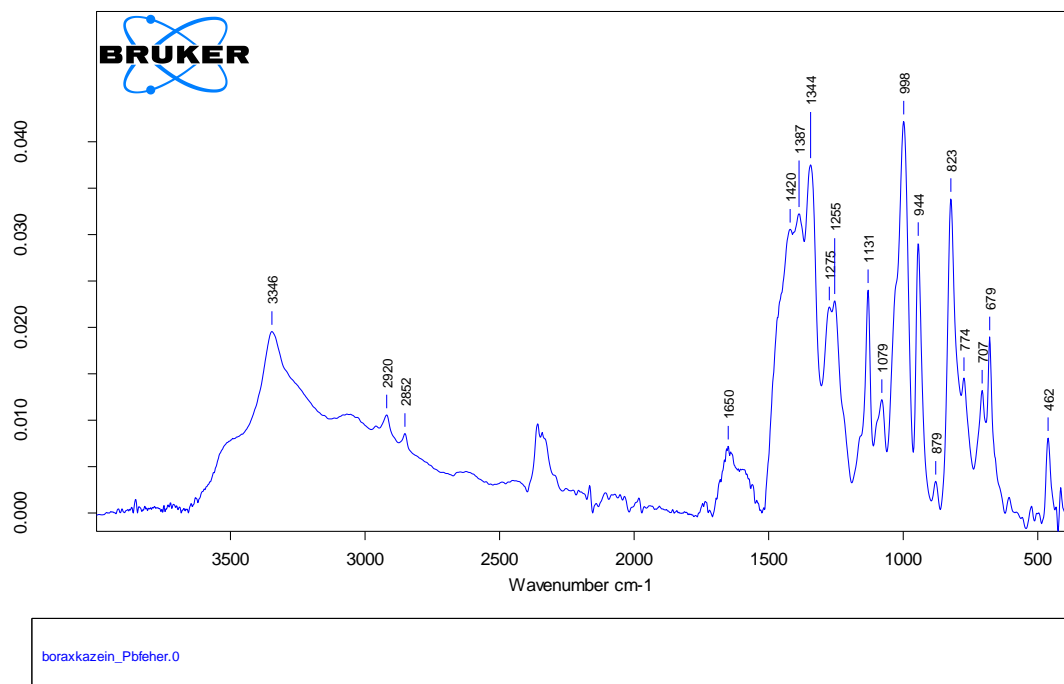


78. kép: Az A 2.6 jelű minta spektruma

Mivel a titánfehér a közép infravörösben nem aktív, nincsenek karakterisztikus sávjai a mért tartományban. A szerves anyagokra jellemző rezgések ezért nagyon határozottan jelentkeznek. Egyértelműen azonosítható az olaj tartalomra utaló sáv  $1737\text{ cm}^{-1}$ -nél, a fehérje lépcsőzetesen csökkenő intenzitású amid I, II és III abszorpciói is megjelennek ( $1645\text{ cm}^{-1}$ ,  $1538\text{ cm}^{-1}$ ,  $1237\text{ cm}^{-1}$ ). Az  $1455\text{ cm}^{-1}$ -nél lévő sáv  $1390\text{ cm}^{-1}$  körül lévő válla szintén a fehérje jelenlétét erősíti. Az amid A rezgés görbéje is jól látható  $3274\text{ cm}^{-1}$ -nél.

A tojástempera titánfehérrel kevert rétegében tehát az olaj és a fehérje sávok is egyértelműen azonosíthatóak.

### A 3.6: bórax-kazein + ólomfehér festékréteg

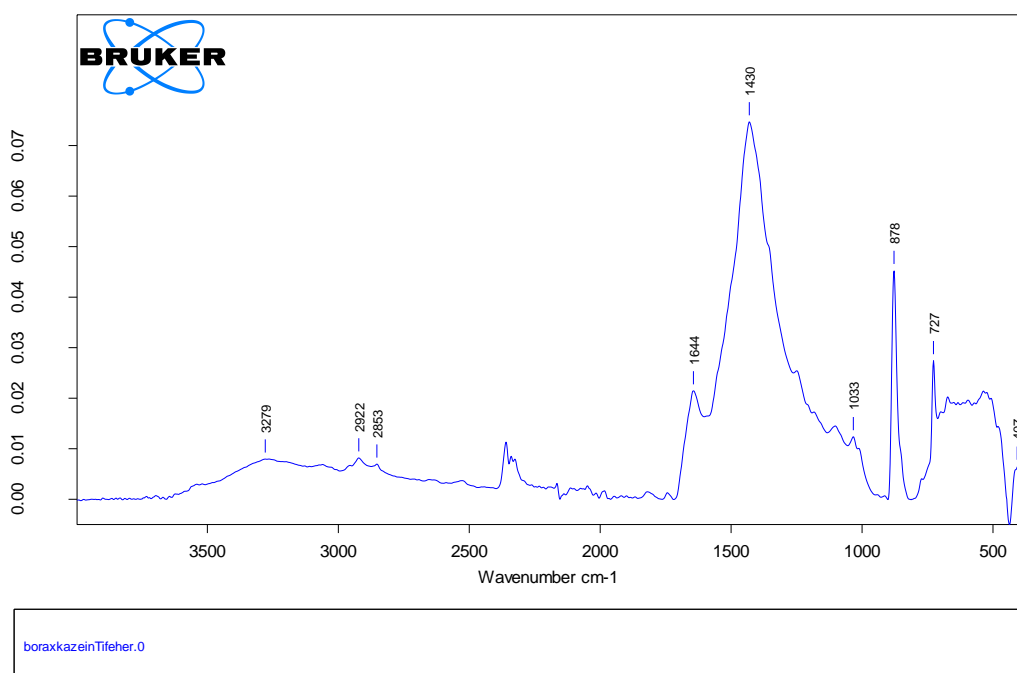


79. kép: Az A 3.6 jelű minta spektruma

A bórax kazein és ólomfehér keverékéből álló réteg spektrumában a legintenzívebb sávok a nátrium-tetraboráthoz tartozhatnak ( $3346\text{ cm}^{-1}$ ,  $1420\text{ cm}^{-1}$ ,  $1387\text{ cm}^{-1}$ ,  $1344\text{ cm}^{-1}$ ,  $1275\text{ cm}^{-1}$ ,  $1131\text{ cm}^{-1}$ ,  $1079\text{ cm}^{-1}$ ,  $998\text{ cm}^{-1}$ ,  $944\text{ cm}^{-1}$ ,  $823\text{ cm}^{-1}$ ,  $707\text{ cm}^{-1}$ ,  $462\text{ cm}^{-1}$ ). A  $774$  és  $679\text{ cm}^{-1}$ -nél jelentkező rezgések az ólomfehér pigmentet jelzik a rétegben. Az  $1650\text{ cm}^{-1}$ -nél látható abszorpció tartozhat a pigmenthez, de a nátrium-tetraborátnak is található egy gyengébb abszorpciója  $1660\text{ cm}^{-1}$  körül. A sáv válla  $1630\text{ cm}^{-1}$  körül jelezheti a fehérjét (amid I kötés). A szerves anyagra utaló sávok megjelennek  $2920\text{ cm}^{-1}$  és  $2852\text{ cm}^{-1}$ -nél, de kevésbé hangsúlyosan, a bórax  $3080\text{ cm}^{-1}$  körüli ellaposodó görbéje miatt. Az  $1420\text{ cm}^{-1}$  alatti sávok a szerves összetevőkhöz tartoznak, a további fehérje rezgésekkel átfednek, vagy kitakarják őket.

A bórax kazein és ólomfehér keverék rétegben a fehérjére jól elkülöníthetően nem utal egyetlen sáv sem.

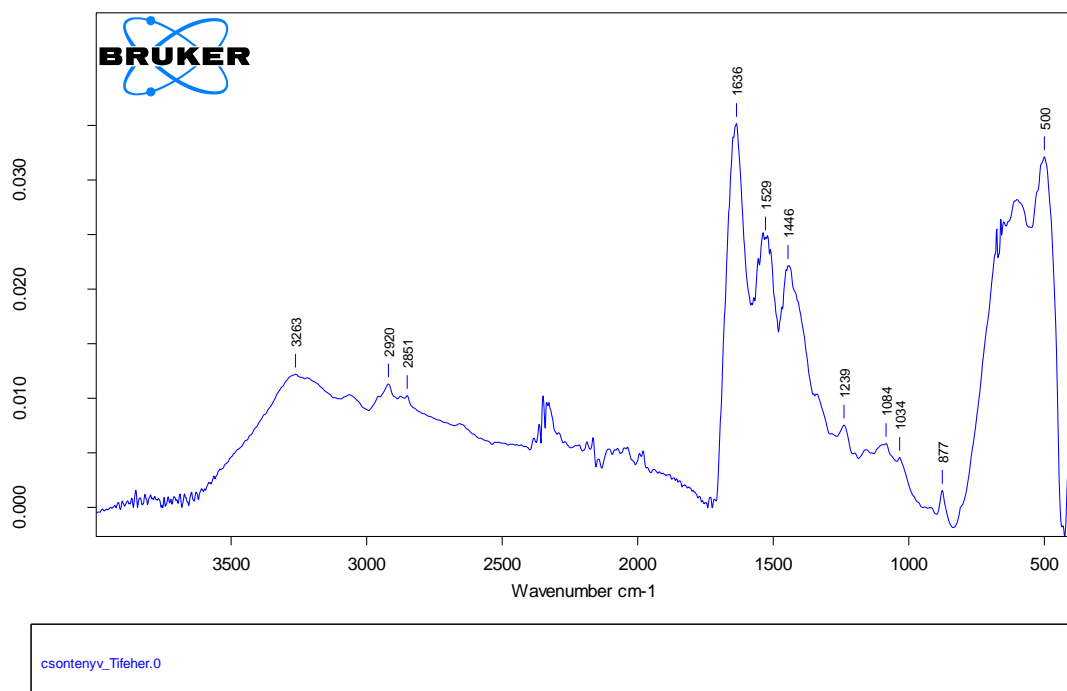
#### A 4.6: bórax-kazein + titánfehér festékréteg



80. kép: Az A 4.6 jelű minta spektruma

A titánfehérrel kevert bórax-kazein spektrumán a szerves anyagot jelző két sáv (2922 és 2853  $\text{cm}^{-1}$ ) kis intenzitású, a fehérje tartalomra az amid I sáv utal 1644  $\text{cm}^{-1}$ -nél, és az amid A sáv 3279  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható ellaposodó görbéje. Az 1430  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható erős szervesetlen anyag rezgés kitakarja a többi amid sávot. Ez valószínűleg az alapozóból származó kalcitához tartozhat, ugyanis a bórax-kazeines festékréteg vékonysága miatt a mintavételnél elképzelhető, hogy az alapozórétegből is került a kaparékba. Az előző spektrummal ellentétben itt nem látjuk a nátrium-tetraboráthoz tartozó sávokat.

### A 5.6: csontenyv + titánfehér festékréteg



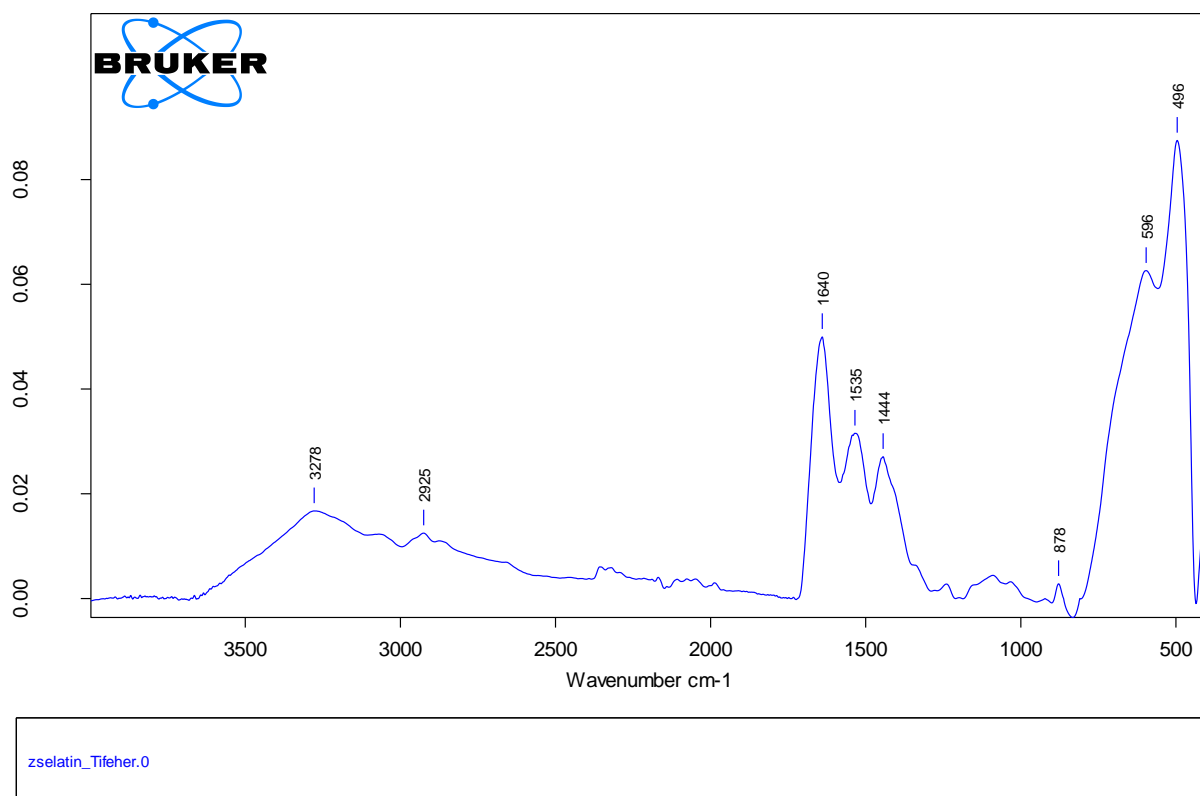
81. kép: Az A 5.6 jelű minta spektruma

A csontenyv kötőanyagú titánfehér festékréteg spektrumán szinte az összes enyvekre jellemző sáv jól látható. Az amid A rezgés  $3263\text{ cm}^{-1}$ -nél, a szerves anyagokra utaló metilén csoport sávjai  $2920$  és  $2851\text{ cm}^{-1}$ -nél láthatóak. Az amid I-III sávok  $1636$ ,  $1529$  és  $1239\text{ cm}^{-1}$ -nél jelentkeznek. Mivel a titánfehér áttetsző a közép infravörösben, a kisebb, kevésbé intenzív fehérje sávok is láthatóak.

A csontenyv titánfehérrel kevert festékrétegében tehát egyértelműen meghatározható a fehérje kötőanyag.



## A 6.6: zselatin + titánfehér festékréteg

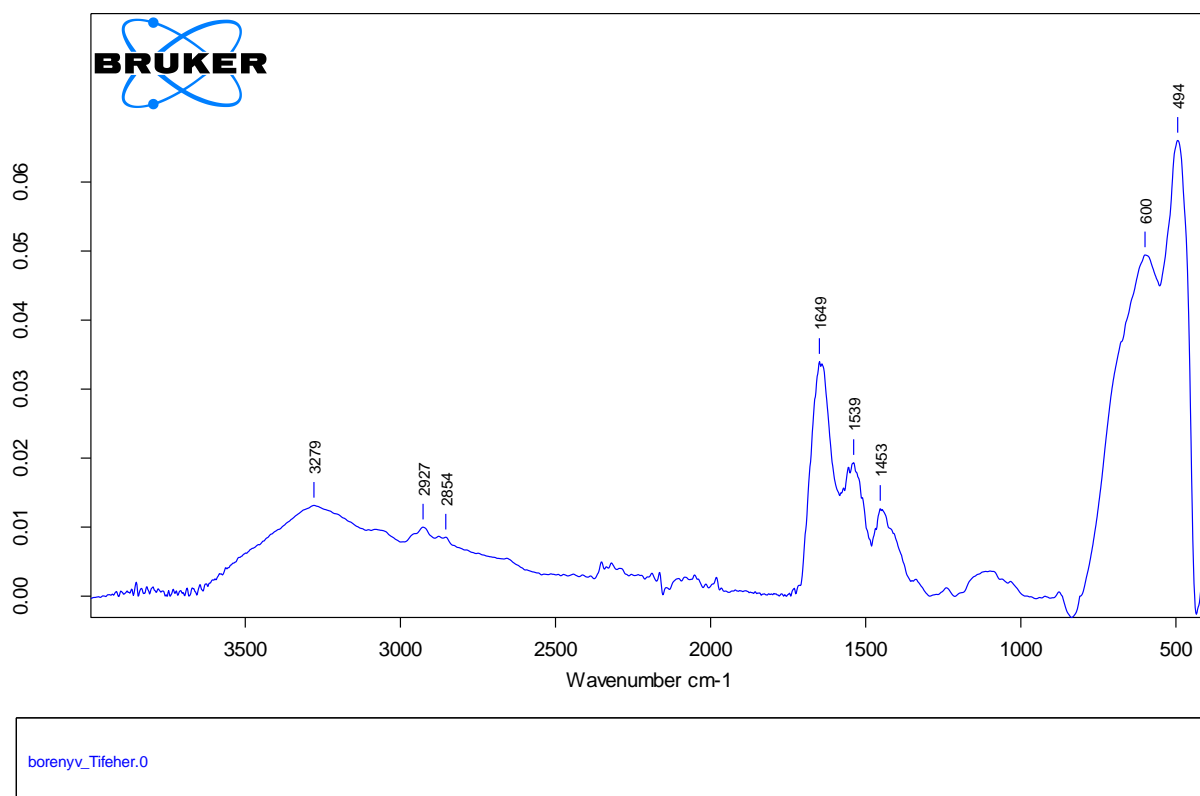


82. kép: Az A 6.6 jelű minta spektruma

A zselatin és titánfehér keverékéből álló réteg spektrumán szintén megfigyelhetjük az amid A rezgés göbójét  $3278\text{ cm}^{-1}$ -nél, a metilén csoportok sávjai ( $2925$  és  $2850$  körül) viszont kevésbé hangsúlyosak. Az amid I-II rezgések nagyon intenzívek  $1640$  és  $1535\text{ cm}^{-1}$ -nél. A  $1444\text{ cm}^{-1}$  körüli sáv elképzelhető, hogy szervesetlen anyaghoz, az alapozó kalcitjához tartozik. Erre nemcsak a sáv helyéből, de alakjából és intenzitásából is következtethetünk. Mivel a festékréteg elég vékony, elképzelhető, hogy a minátvételkor az alapozórétegből is kerülhetett a megmért kaparékba. A többi fehérjére utaló sáv kevésbé kivehető.

A zselatinnal kevert titánfehér festékrétegnél tehát a fehérje kötőanyag jól meghatározható az infravörös spektrumon.

### A 7.6: bőrenyv + titánfehér festékréteg

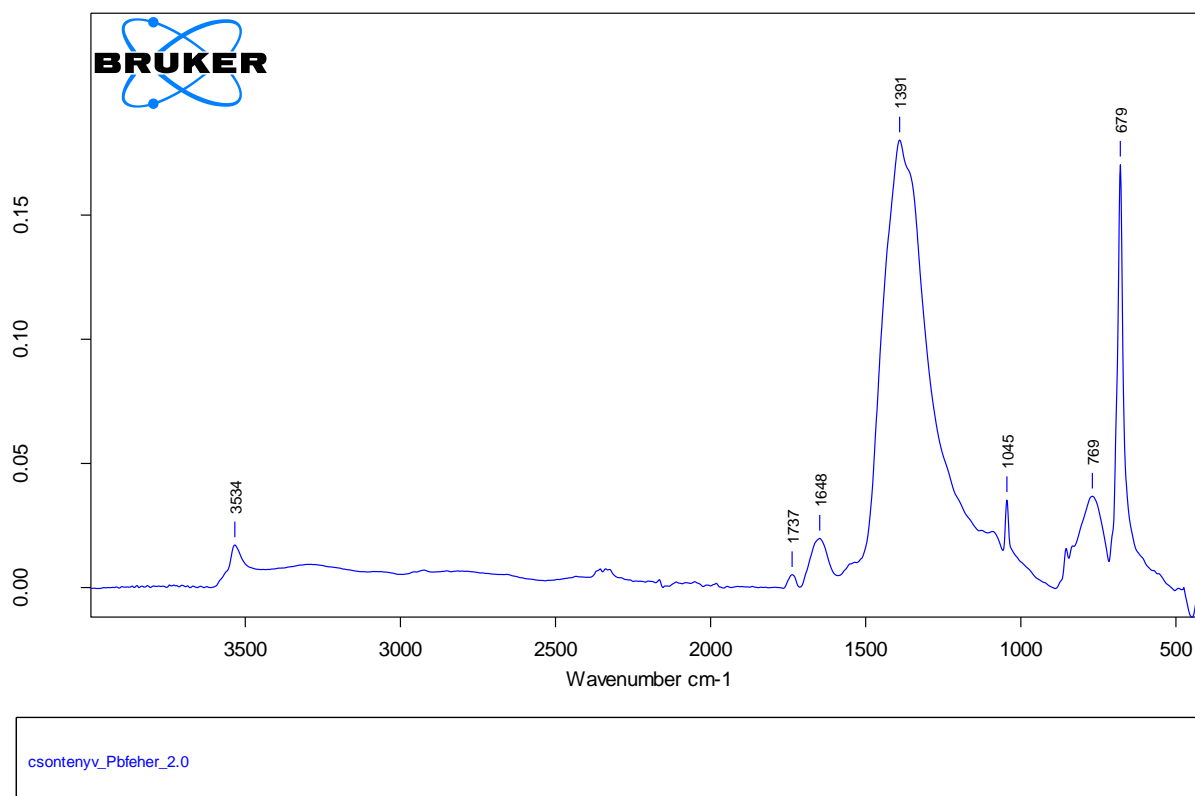


83. kép: Az A 7.6 jelű minta spektruma

A bőrenyvvel kevert titánfehér spektruma nagyon hasonlít a zselatinnal készített rétegéhez. A fehérjére utaló amid A rezgés  $3279\text{ cm}^{-1}$ -nél, és a kevésbé intenzív metilén csoport rezgések ( $2927$  és  $2854\text{ cm}^{-1}$ -nél) mellett az erős amid I-II kötés rezgései ( $1649$ ,  $1539$ ) és a C-H deformációs rezgés  $1453\text{ cm}^{-1}$ -nél láthatóak a spektrumon.

A bőrenyv és titánfehér keverékből álló festékrétegben is jól azonosítható a fehérje kötőanyag.

## A 8.6: csontenyv + ólomfehér festékréteg



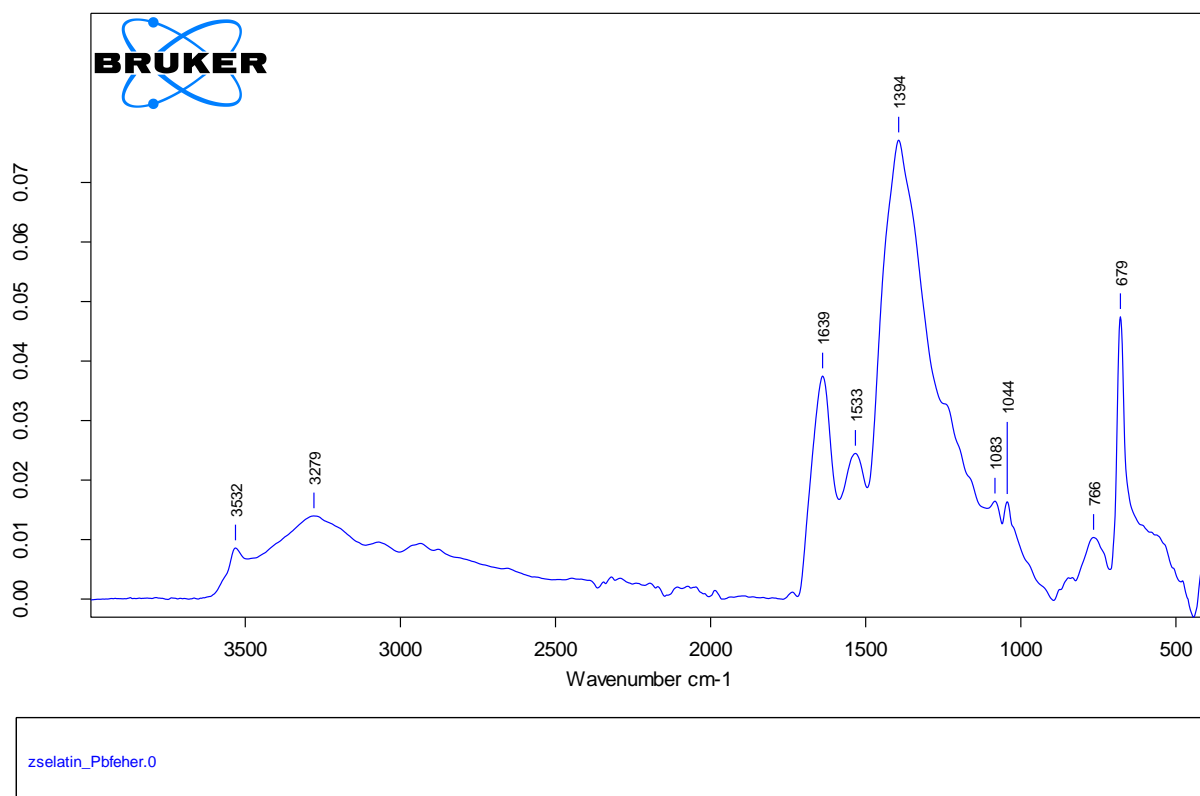
84. kép: Az A 8.6 jelű minta spektruma

A csontenyvvel kevert ólomfehér spektrumát az ólomfehér sávjai határozzák meg. A 3534 cm<sup>-1</sup>-nél látható sáv a pigmenthez tartozik. A szerves anyagra utaló metilén csoportok (2920 és 2850 körül) ezen a spektrumon nem láthatóak. Az ólomfehérnek gyenge rezgése található 1737 cm<sup>-1</sup>-nél, ami az olaj karbonil rezgésének sávjával (1740 cm<sup>-1</sup> körül) egybe eshet, ezért félreértelmezésekhez vezethet. Elképzelhető, hogy az amid I kötés sávját látjuk 1648 cm<sup>-1</sup>-nél – de az általunk használt ólomfehér pigment spektrumában is megtalálható ez az abszorpció, ezért nem egyértelmű, hogy ez a fehérje tartalmat jelzi-e. Az amid II-III sávokat elfedi a pigment intenzív sávja 1391 cm<sup>-1</sup>-nél. Ez az ólomfehérről nagyon erősen jelentkező rezgés nem összetévesztendő a fehérjékre jellemző gyenge 1350 cm<sup>-1</sup> körüli metilén abszorpcióval: a szerves anyag sávja széles burkológörbét hoz létre, míg a fehérje sávja nagyon kicsi, és általában nem különül el keverék anyagok esetén. Az 1045 cm<sup>-1</sup>-nél és 679 cm<sup>-1</sup>-nél látható abszorpciók szintén a pigmenthez tartoznak.

Az ólomfehérral kevert csontenyv spektruma nem olyan egyértelmű, mint ugyanennek a kötőanyagnak a titánfehérral keverté. A fehérje sávok közül talán egyedül az amid I abszorpció látható, de az általunk használt ólomfehér pigment spektrumán található egy hasonló elhelyezkedésű rezgés, ami átfedhet a kötőanyaggal. A pigment 1740 cm<sup>-1</sup> körüli

sávja is félreértésekhez vezethet. A biztos kötőanyag meghatározáshoz további mérések, vagy más technikával végzett vizsgálatok lennének szükségesek (pl. GC-MS).

#### A 9.6: zselatin + ólomfehér festékréteg

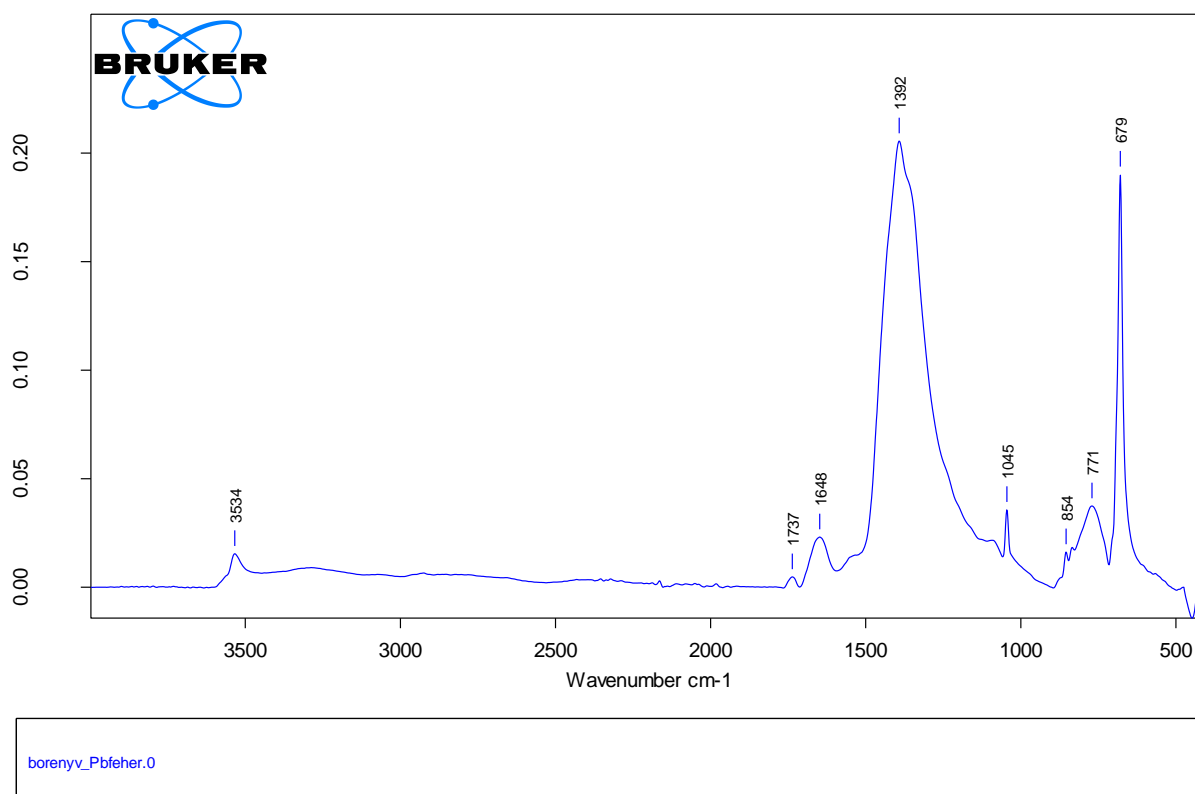


85. kép: Az A 9.6 jelű minta spektruma

A zselatinból és ólomfehérből álló réteg spektrumán is hangsúlyosak az ólomfehér pigment sávjai (3532 cm<sup>-1</sup>, 1394 cm<sup>-1</sup>, 679 cm<sup>-1</sup>). Az 1639 cm<sup>-1</sup>-nél látható sáv valószínűleg a fehérjéhez tartozik (amid I), de a standarként használt ólomfehér hasonló elhelyezkedésű rezgése (1650 cm<sup>-1</sup>) átfedhet vele. 1533 cm<sup>-1</sup>-nél valószínűleg az amid II sáv jelenik meg. Az 1445 cm<sup>-1</sup> és az 1350 cm<sup>-1</sup> körüli kötőanyagra utaló rezgéseket átfedi az ólomfehér intenzív sávja 1394 cm<sup>-1</sup>-nél. Szintén az enyvekre jellemző a gyengébb abszorpció 1080 körül, ami ezen a spektrumon elkülöníthető. A szerves anyagot jelző metilén csoportokat (2920 és 2850 cm<sup>-1</sup> körül) csak nagyon kicsi, ellaposodó sávok jelzik. A fehérje tartalmat erősíti még a 3279 cm<sup>-1</sup> körüli görbe is, ami az amid A abszorpció lehet.

A spektrum alapján a fehérje kötőanyag elég nagy valószínűséggel megállapítható a mintában.

## A 10.6: bőrenyv + ólomfehér festékréteg



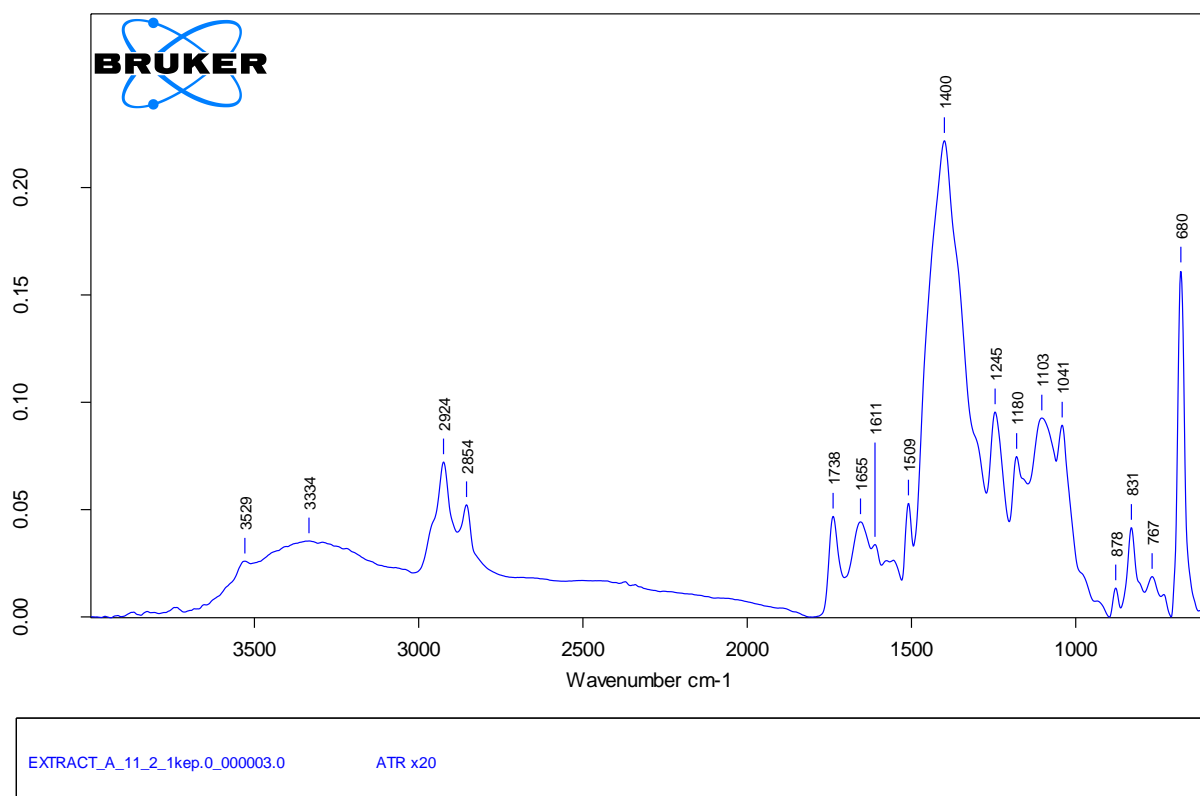
86. kép: Az A 10.6 jelű minta spektruma

A bőrenyv és ólomfehér keverékéből készült réteg spektrumát a pigment sávjai uralják. Az  $1650\text{ cm}^{-1}$  körüli sáv valószínűleg szintén az ólomfehérhez tartozik, és átfedi az amid I kötés rezgését. A széles, intenzív görbét adó rezgés  $1392\text{ cm}^{-1}$ -nél a további amid abszorpciókat is kitakarja, a sáv  $1550\text{ cm}^{-1}$  körüli apró vállát talán az amid II kötés okozza.  $1737\text{ cm}^{-1}$ -nél ismét láthatjuk a pigment gyenge sávját, a többi sáv szintén az ólomfehérhez tartozik. A szerves anyagot jelző metilén rezgések sávjai ( $2920$  és  $2850\text{ cm}^{-1}$  körül) teljesen hiányoznak a spektrumból.

A fent látható spektrum alapján nem lehet kijelenteni, hogy a réteg fehérjét tartalmaz. Ennek megerősítésére további mérések lennének szükségesek a mintából, előfordulhat ugyanis, hogy a szerves anyag mennyisége a mért kaparéokban rendkívül alacsony, így egy újabb próbálkozással elképzelhető, hogy intenzívebb sávokat kapnánk. Ha erre nincs mód, más technikával végzett vizsgálatok (pl. GC-MS) is célravezetőek lehetnek.

A következő spektrumokat (A 11.6 – A 18.6) epoxi műgyantába ágyazott keresztmetszet csiszolatokon mértük. A festett rétegek alapozója minden esetben bőrenyvből és krétából állt, szigetelésként bőrenyvet használtunk a rétegek alatt.

A 11.6: lenolaj + ólomfehér festékréteg

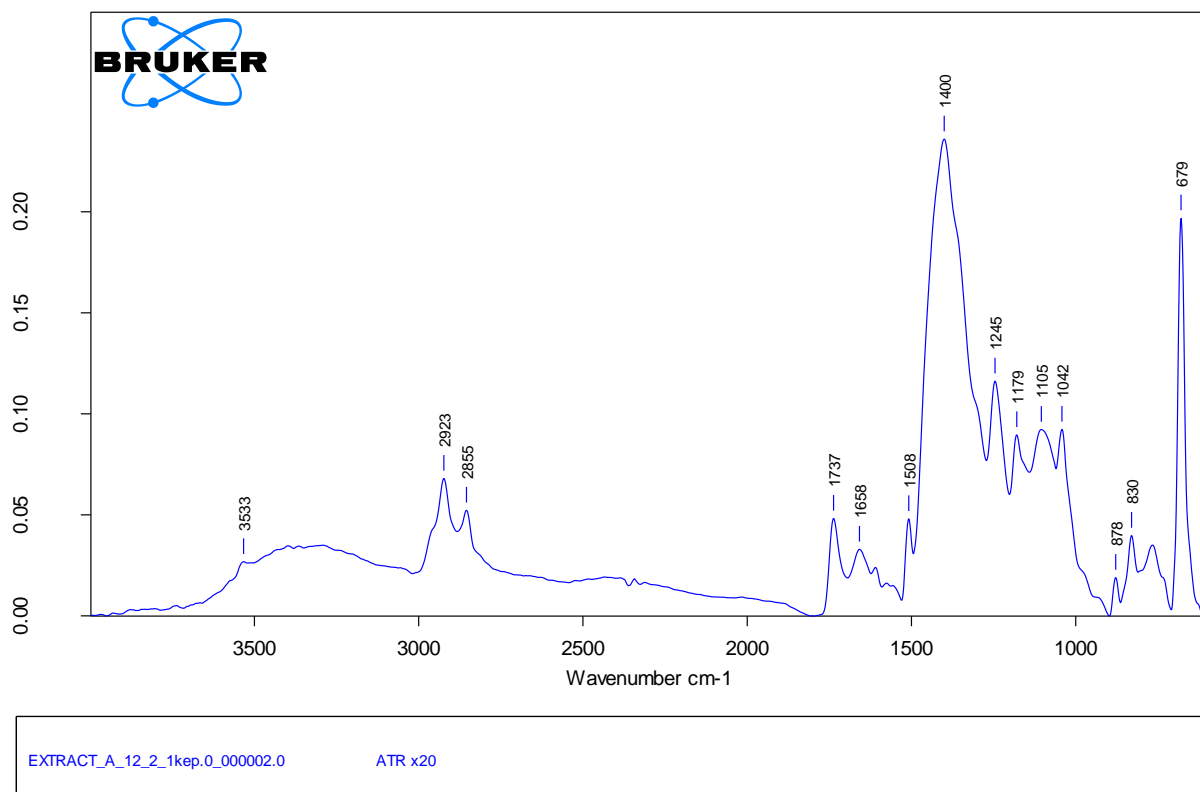


87. kép: Az A 11.6 jelű minta spektruma

A lenolaj és ólomfehér keverékéből álló réteg spektrumán a szerves anyagra jellemző metilén csoport sávjai intenzíven, jól kivehetően jelentkeznek. A széles, ellaposodó görbe 3334  $\text{cm}^{-1}$ -nél feltehetően az epoxi beágyazó gyantához (50. kép) tartozik, csakúgy, mint az abszorpciók 1611, 1509, 1245, 1180, 830 és 767  $\text{cm}^{-1}$ -nél. Az ólomfehér pigmentre utalhatnak az abszorpciók 3529, 1400, 1041, 680  $\text{cm}^{-1}$ -nél. Az 1738  $\text{cm}^{-1}$  körüli sáv a pigmenthez és az olaj kötőanyaghoz is köthető, mivel elég intenzív, valószínű, hogy összeadódott a szerves és a szervetlen anyag okozta rezgés. 1655  $\text{cm}^{-1}$ -nél szintén látunk egy elég hangsúlyos sávot, amit okozhat az ólomfehér pigment vagy esetleg az enyves kréta alapozó kötőanyaga.

A spektrum alapján a réteg kötőanyagának típusa biztosan nem határozható meg. A felfestett anyag valószínűleg túl vékony volt, esetleg a műszer pontatlansága és korlátai okán, a berendezés a beágyazó epoxi műgyantát, és esetleg az alapozó kötőanyagát is „belemérte” a spektrumba. Így az olajra és a fehérjére is jellemző sávok figyelhetők meg. Az ólomfehér gyenge sávja 1740  $\text{cm}^{-1}$  körül szintén befolyásolhatja az olaj kötőanyag meghatározását.

## A 12.6: lenolajkence + ólomfehér festékréteg

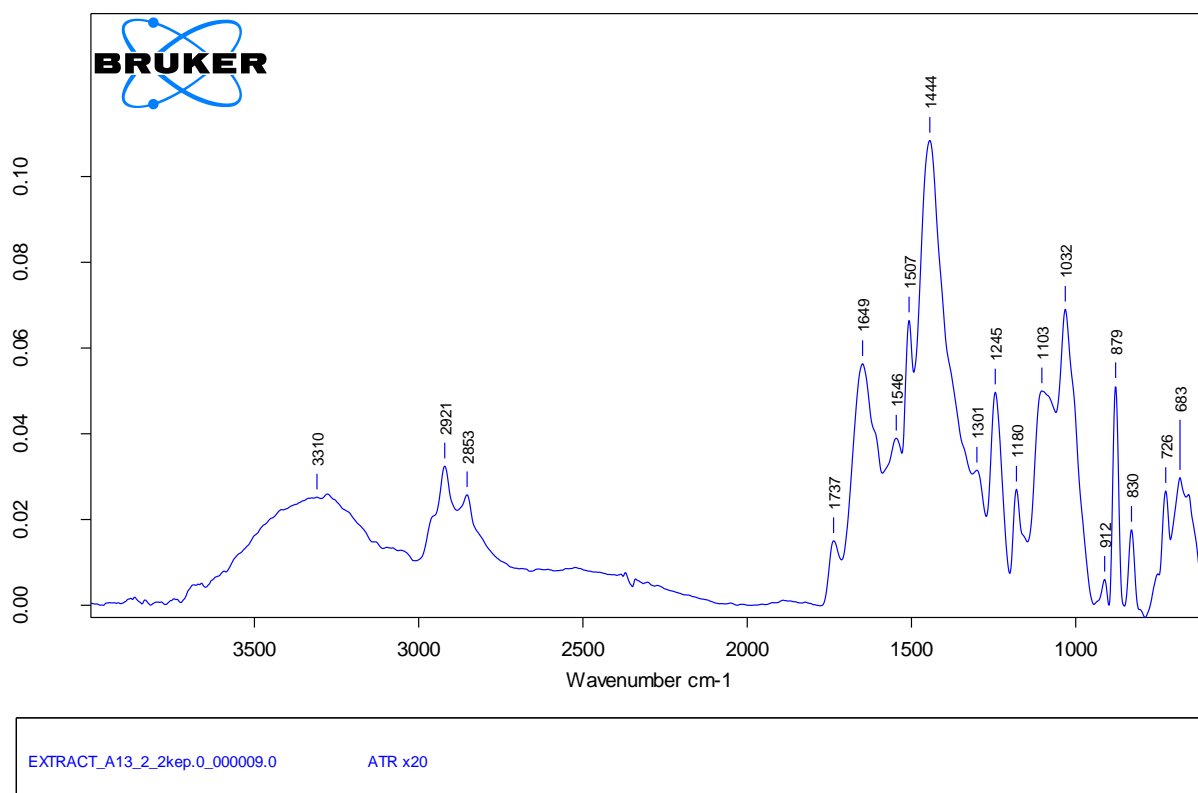


88. kép: Az A 12.6 jelű minta spektruma

A lenolajkence és ólomfehér pigment spektruma nagyon nagy hasonlóságot mutat az előző mérés eredményéhez. A szerves anyaghoz társítható sávok a 2923, 2855 cm<sup>-1</sup>-nél (metilén csoport) és 1737 cm<sup>-1</sup>-nél (olaj) jelentkező abszorpciók. Utóbbit befolyásolhatja az ólomfehér hasonló elhelyezkedésű gyengébb rezgése. Az epoxi beágyazó gyanta (1508, 1245, 1179, 830 cm<sup>-1</sup>) és az ólomfehér pigment sávjai (3533, 1400, 1042, 679 cm<sup>-1</sup>) mellett egy további szervesetlen anyag, valószínűleg az alapozóban található kalcium-karbonát rezgései is láthatóak 1105 és 878 cm<sup>-1</sup>-nél. Az 1658 cm<sup>-1</sup> körüli abszorpció valószínűleg szintén az ólomfehérhez tartozik.

Akárcsak az A 11.6-os mintánál, a lenolajkence és ólomfehér réteg spektrumán is bizonytalan a réteg kötőanyaga. A pontosabb eredményhez további mérések, más minta előkészítés (kaparék vizsgálata vagy infravörösben áttetsző beágyazó anyag), esetleg további műszeres tesztek (pl. GC-MS) vezethetnének.

### A 13.6: lenolaj + titánfehér festékréteg



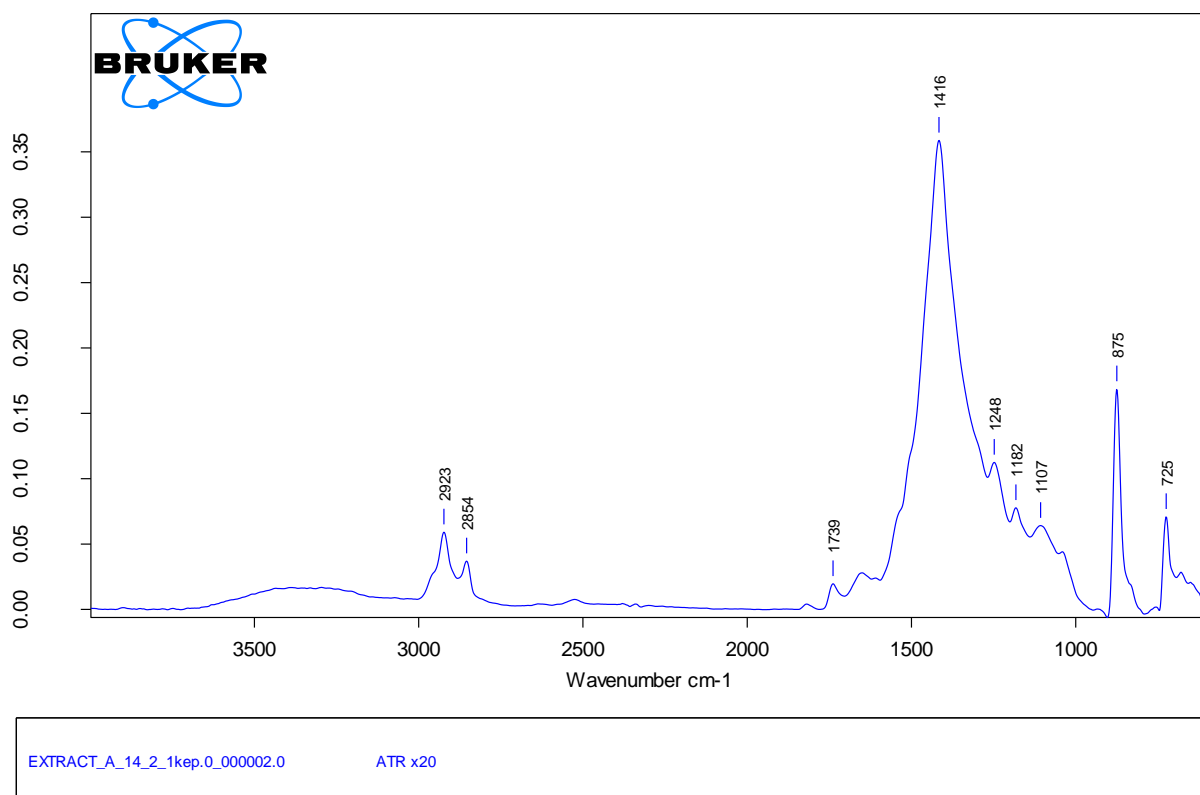
89. kép: Az A 13.6 jelű minta spektruma

A titánfehér pigmenttel kevert lenolaj réteg spektrumában a szerves anyag és epoxi műgyanta sávok mellett további szervetlen sávok (1444, 1103, 879  $\text{cm}^{-1}$ -nél) jelentkeznek, ami az alapozó töltőanyagából (kalcit, dolomit (?)) származhat. A metilén rezgések 2921 és 2853  $\text{cm}^{-1}$ -nél jól kivehetők, csakúgy, mint a karbonil sáv 1737  $\text{cm}^{-1}$ -nél, ami a titánfehér pigment mellett biztosan a lenolajhoz tartozik. A fehérje erős amid I sávja 1649  $\text{cm}^{-1}$ -nél, és amid II rezgése 1546  $\text{cm}^{-1}$ -nél szintén megjelenik, amit az alapozó kötőanyaga okozhat. A spektrum további sávjait az epoxi gyanta adja.

Bár a titánfehérnek nincsenek sávjai a közép infravörösben, így a lenolaj karakterisztikus sávját ez a pigment nem befolyásolja 1737  $\text{cm}^{-1}$ -nél, kizárólag a spektrum alapján nem lehetne kijelenteni, hogy a réteg csak olaj kötőanyagú. Az alapozó fehérje tartalma ezen a spektrumon még határozottabban látható, mint az előzőeken, ezért ismeretlen minta esetén akár keverék kötőanyagot (olaj és fehérje) is feltételezhetnénk.



#### A 14.6: lenolajkence + titánfehér festékréteg

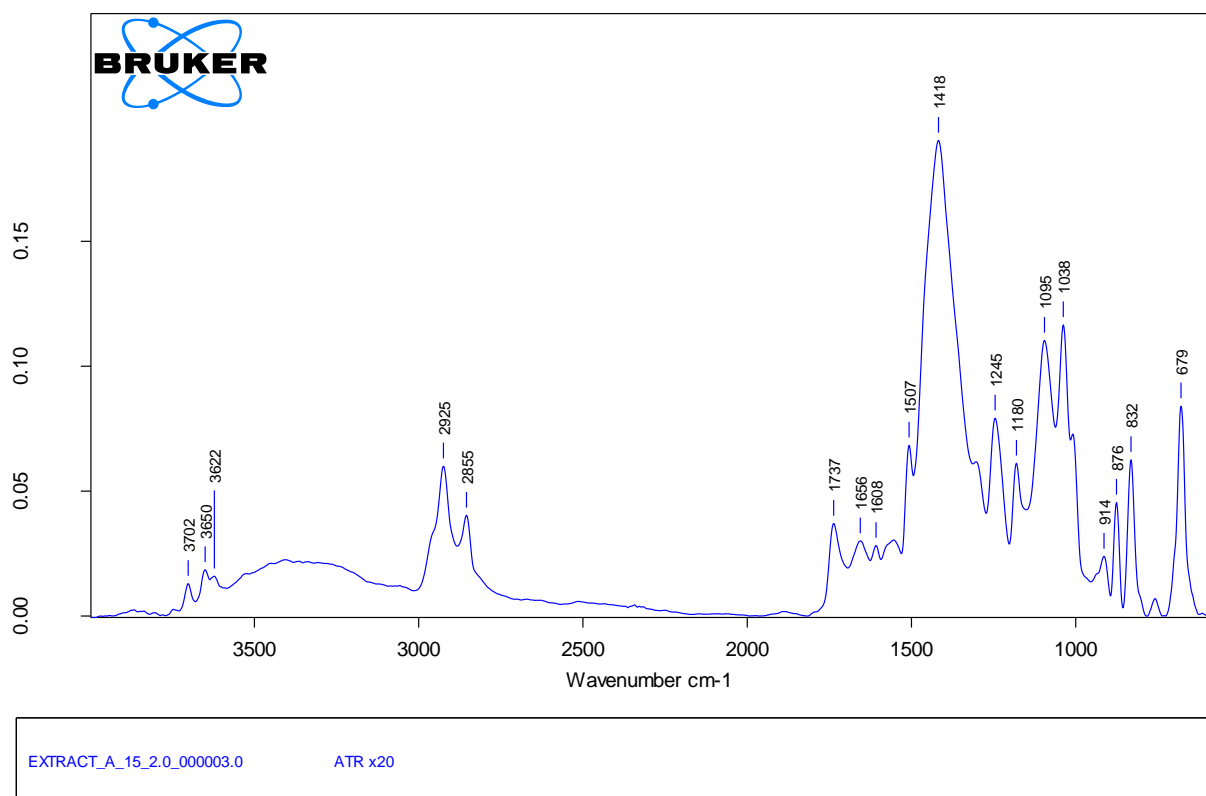


90. kép: Az A 14.6 jelű minta spektruma

A lenolajkence és titánfehér festékréteg spektrumán a legintenzívebb sávokat 1416 és 875  $\text{cm}^{-1}$ -nél láthatjuk, amelyek szervesetlen anyag, valószínűleg az alapozóban található kréta (esetleg dolomit?) rezgései lehetnek. Az alapozóréteg sávjai valószínűleg azért jelennek meg a festékréteg spektrumán, mert túl vékony a festékréteg. A szerves anyagra jellemző metilén sávok 2923 és 2854  $\text{cm}^{-1}$ -nél szintén hangsúlyosak, a karbonil rezgés is megjelenik 1739  $\text{cm}^{-1}$ -nél, bár kevésbé erősen. Mellette 1650  $\text{cm}^{-1}$  körül valószínűleg ismét az alapozó fehérjének amid I rezgését láthatjuk. A további sávok (1248, 1182  $\text{cm}^{-1}$ ) az epoxi műgyantához tartoznak.

A spektrum alapján ebben az esetben sem jelenthetjük ki, hogy a réteg kötőanyaga kizárólag olaj.

### A 15.6: lenolajkence + velencei terpentin + ólomfehér festékréteg

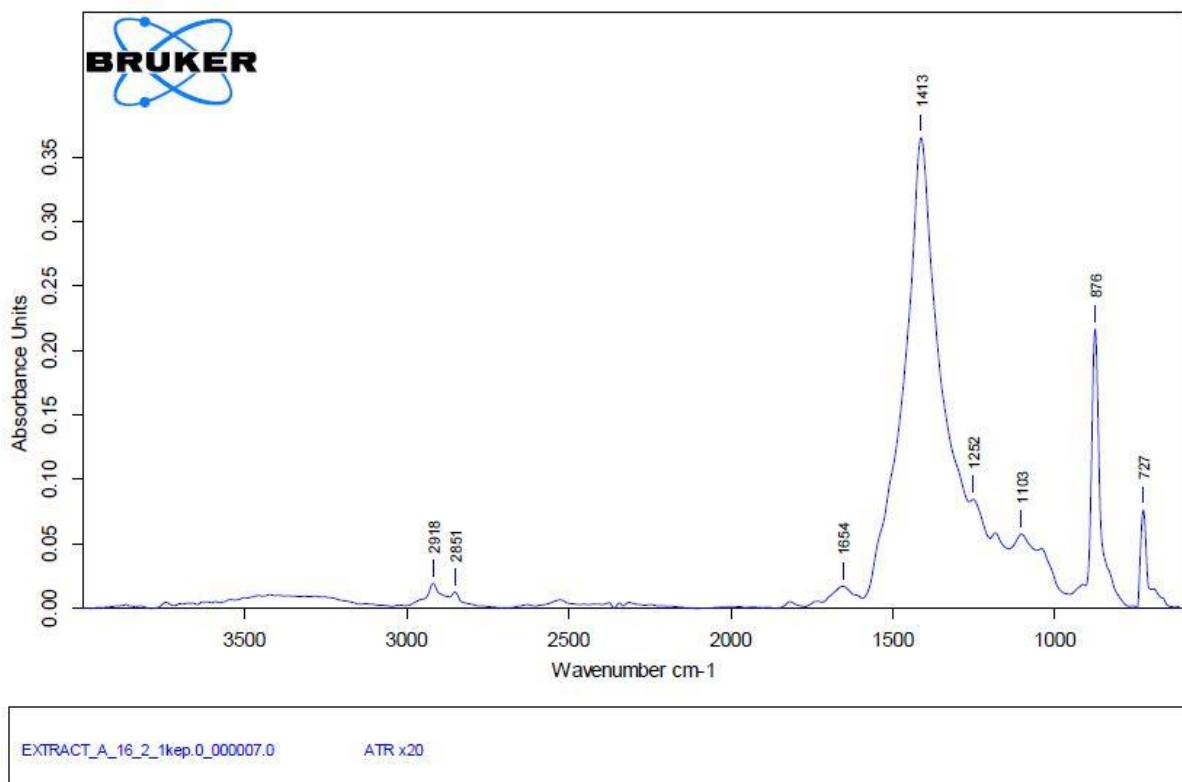


91. kép: Az A 15.6 jelű minta spektruma

A lenolajkence, velencei terpentin és ólomfehér pigment keverékéből álló réteg spektrumán a szerves anyagot jelző metilén rezgések ( $2925$  és  $2855$   $\text{cm}^{-1}$ ) intenzívek, a karbonil sáv  $1737$   $\text{cm}^{-1}$ -nél szintén hangsúlyos. Utóbbi ennél a rétegnél a lenolajhoz és a velencei terpentinhoz is tartozhat, ugyanis a gyantáknak szintén erős a karbonil kötés abszorpciójuk. Az ólomfehérnek szintén van ezen a területen egy gyenge rezgése, ami befolyásolhatja ezt a sávot. Az  $1656$   $\text{cm}^{-1}$  körül látható abszorpció tartozhat az ólomfehér pigmenthez, de a fehérje amid I rezgése is utalhat az alapozó kötőanyagából. Szintén az alapozóból (kréta) származhatnak a szervesetlen sávok  $1418$ ,  $1095$ ,  $879$   $\text{cm}^{-1}$ -nél. Az epoxi beágyazó gyanta sávjai ( $1608$ ,  $1507$ ,  $1245$ ,  $1180$ ,  $1038$ ,  $832$   $\text{cm}^{-1}$ ) ezen a spektrumon is szerepelnek. A gyanta tartalomra további sávok nem utalnak a felvételen.

A kötőanyag típusának biztos meghatározásához a spektrum nem elégséges. Az  $1737$   $\text{cm}^{-1}$ -nél található abszorpció több anyaghoz is tartozhat. Az alapozó kötőanyagára utaló sáv, az epoxi gyanta abszorpciói és a szervesetlen anyag sávjai mind megjelennek.

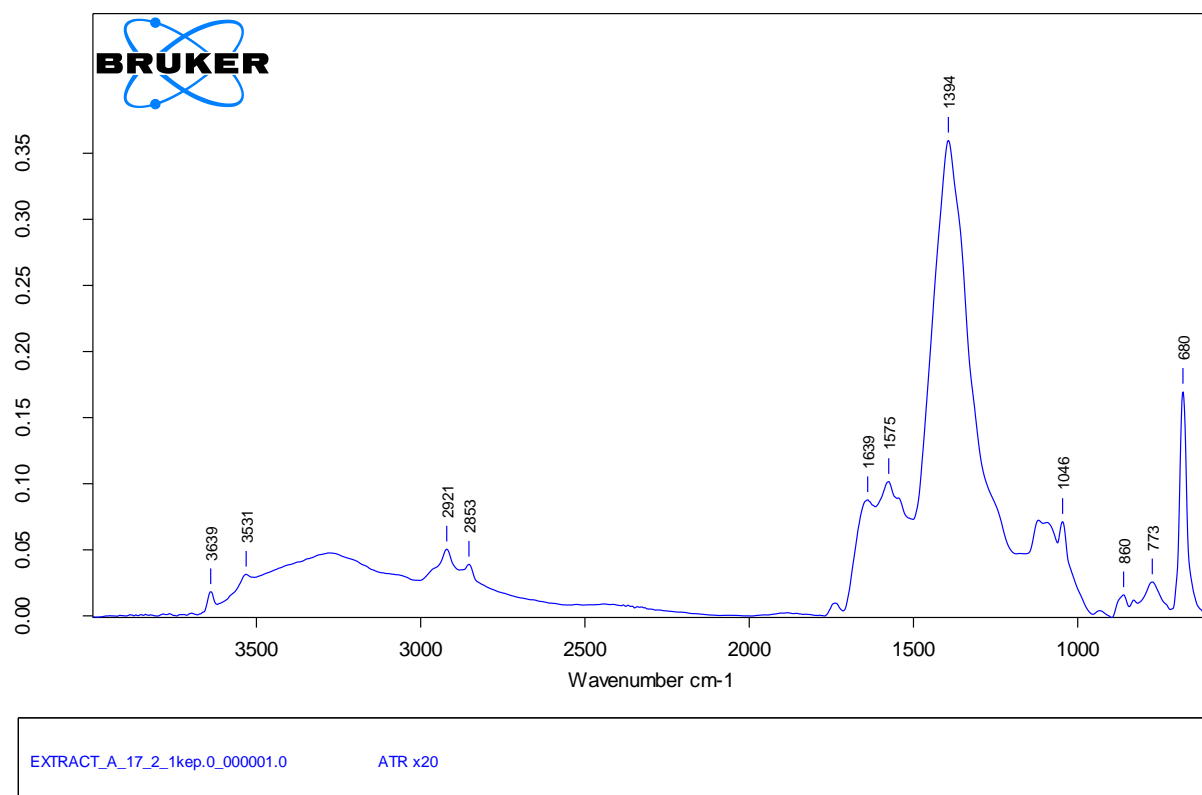
**A 16.6:** lenolajkence + velencei terpentín + titánfehér festékréteg



92. kép: Az A 16.6 jelű minta spektruma

A lenolajkence, velencei terpentín és titánfehér keverékéből álló réteg spektrumán egy nagyon intenzív szervesetlen rezgést láthatunk  $1413\text{ cm}^{-1}$ -nél, ami a hozzá tartozó rezgésekkel  $876$  és  $727\text{ cm}^{-1}$ -nél karbonátra, vagyis az alapozóréteg töltőanyagára utal. A szerves anyagra a gyenge metilén sávok  $2918$  és  $2851\text{ cm}^{-1}$ -nél utalnak, illetve az  $1650\text{ cm}^{-1}$  körüli sáv valószínűleg az alapozóban található fehérje amid I kötésére. A spektrumon nem találunk az olajra vagy gyantára jellemző sávokat, valószínűleg a műszer optikai beállításának pontatlansága, vagy a megméréendő réteg vékonysága miatt volt sikertelen a mérés.

### A 17.6: mész kazein + ólomfehér festékréteg

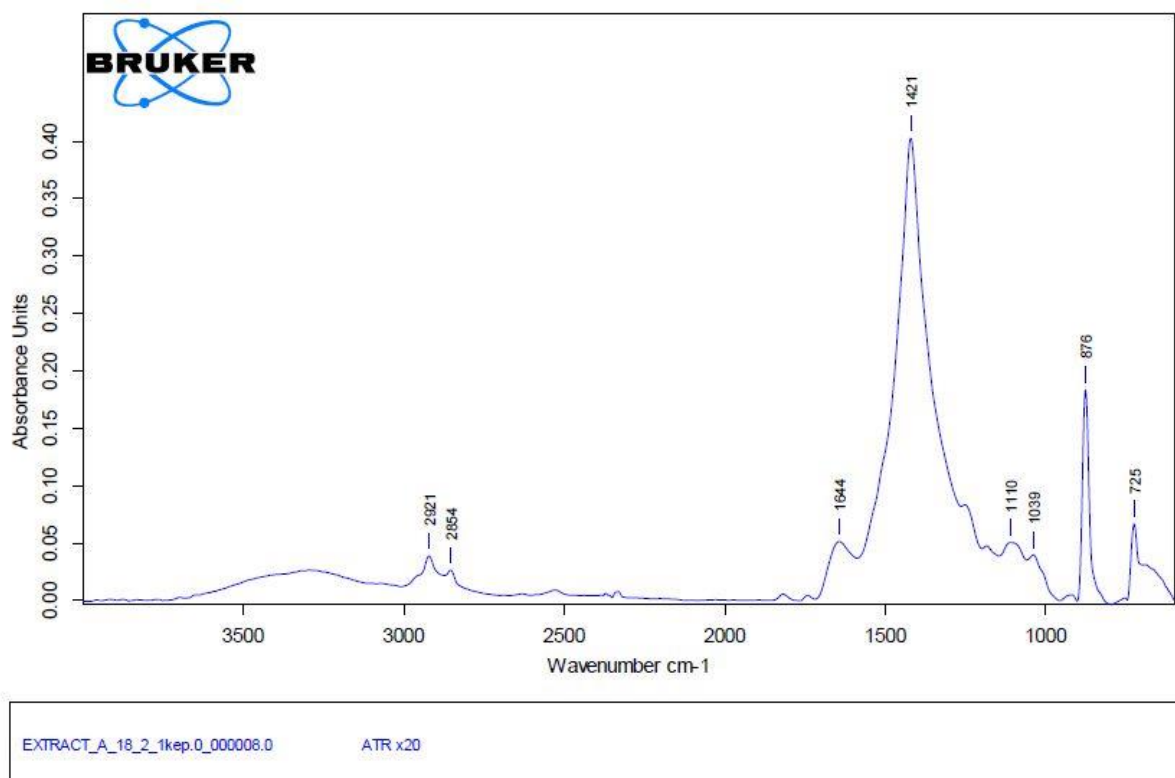


93. kép: Az A 17.6 jelű minta spektruma

A mész kazein és ólomfehér pigment keverékéből álló réteg spektrumán a szerves anyagot jelző metilén sávok (2921 és 2853  $\text{cm}^{-1}$ -nél) kevésbé intenzívek, mint a lenolaj tartalmú rétegek esetében. A fehérje tartalomra az amid I kötés rezgése 1639  $\text{cm}^{-1}$ -nél utalhat, de a standarként használt ólomfehér 1650  $\text{cm}^{-1}$  körüli abszorpciója átfedhet vele. Az 1575  $\text{cm}^{-1}$ -nél található sávot nem valószínű, hogy az amid II kötés rezgése okozza, inkább a sáv jobb oldali válla tartozhat ehhez az abszorpcióhoz. Az ólomfehér pigment intenzív 1394  $\text{cm}^{-1}$ -nél jelentkező rezgése a többi fehérje sávot kitakarja.

A spektrum alapján nem jelenthető ki biztosan, hogy a réteg kötőanyaga fehérje, ezért ennek alátámasztására további mérések, vagy más technikákkal végzett vizsgálatok szükségesek lennének.

**A 18.6:** mész kazein + titánfehér festékréteg



94. kép: Az A 18.6 jelű minta spektruma

A mész kazein és titánfehér pigment keverékének spektrumán a metilén sávok (2921 és 2854  $\text{cm}^{-1}$ ) gyengén jelentkeznek. Az ujjlenyomat tartományban 1421  $\text{cm}^{-1}$ -nél egy nagyon intenzív sáv található, ami valószínűleg az alapozóréteg egy szervesetlen összetevőjéhez (kalcium-karbonát, 51. kép) tartozik, mivel a titánfehér nem aktív a közép infravörösben. Ennek oka az lehet, hogy a festékréteg túl vékony a mintadarabokon, így az alapozó anyagai is megjelennek a festékréteg spektrumán. A fehérje tartalmat csak az 1644  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható sáv jelezheti, az amid II-III, és a további karakterisztikus rezgéseket kitakarja a szervesetlen összetevő.

## Az „A” jelű sorozat spektrumai, az eredmények összegzése

Az „A” jelű sorozat mintáinak felét beágyazatlanul, kaparék mintaként (A 1.6 – A 10.6 és A 17.6, A 18.6), másik felét (A 11.6 – A 16.6) epoxi műgyantába ágyazva, keresztmetszetként mértük meg. A beágyazott minták esetében az epoxi műgyanta sávok minden esetben jelentkeztek, csakúgy, mint az alapozó kötő- és töltőanyag sávjai. Ezt okozhatta, hogy a vizsgált rétegek túl vékonyak voltak (a műszer 10 mikron körüli átmérőjű területet mér), illetve a berendezés működéséből adódó pontatlanságok is szerepet játszhattak (a centrálás tökéletlensége), vagy a beágyazás során a műgyanta átítatta a rétegeket. A beágyazatlan mintákon is néhány esetben (A 4.6, A 6.6) megjelentek az alapozóréteghez tartozó sávok, de nagyrészt a festékrétegek összetevőihöz tartozó abszorpciókat láthattuk. Ennek oka a mintavétel tökéletlensége (szikével) lehetett túl vékony festékrétegek esetén.

A fehérje kötőanyagú minták titánfehérrel keverve könnyen értelmezhető spektrumot adtak. Mivel a pigmentnek nincsenek sávjai a közép infravörösben, a fehérje karakterisztikus sávjai jól azonosíthatóak. Az ólomfehérrel kevert rétegeknél problémásabb a kötőanyag meghatározása: a pigment intenzív abszorpciója  $1400\text{ cm}^{-1}$  körül kitakarja az amid II, és az  $1300\text{ cm}^{-1}$  körüli fehérje sávokat. Az általunk használt ólomfehér pigmentek  $1650\text{ cm}^{-1}$  körül található egy abszorpciója, ami átfedhet az amid I sávval. Ráadásul az ólomfehér gyenge sávja megjelenhet  $1740\text{ cm}^{-1}$  körül, amit tévesen olaj tartalomra utaló karbonil sávként is lehet értelmezni. A fehérje kötőanyagú spektrumokon a metilén csoportok rezgései  $2920$  és  $2850\text{ cm}^{-1}$  körül jellemzőbben kisebbek, mint az olajjal készült rétegeknél. A fehérje tartalmat erősíti még a néhány spektrumon látható amid A rezgés  $3280\text{ cm}^{-1}$  körül.

Az olaj kötőanyagú és ólomfehér pigment tartalmú festékrétegeknél átfedés lehet az  $1740\text{ cm}^{-1}$  körüli sávnál, ahogy azt már említettük. Az olaj tartalmat az intenzív metilén abszorpciók is jelezhetik, de az epoxi műgyanta is rendelkezik ezekkel a sávokkal. A keresztmetszeteknél minden esetben megjelent a fehérjét jelző amid I rezgés sávja is. A gyanta tartalmat (velencei terpentinnel kevert olajréteg) a vizsgálatokhoz használt beállításokkal és minta előkészítéssel nem tudtuk kimutatni. A titánfehér pigment az olaj kötőanyagú mintáknál sem befolyásolta a spektrumokat. Az epoxi műgyanta mellett minden esetben látható a karbonil ( $1740\text{ cm}^{-1}$ ) és az amid I ( $1650\text{ cm}^{-1}$ ) sáv, vagyis a beágyazó anyag ezeket az abszorpciókat nem takarta ki.

Összegezve elmondhatjuk, hogy a beágyazatlan minták esetében egyértelműbb eredményeket kaptunk, de a pigment típusa, vagy a kaparékba kerülő szerves anyag mennyisége nagyban befolyásolja ezt a mérési módot is. A beágyazott mintáknál a vizsgált

réteg vastagsága, a műszer beállításai, esetleges pontatlansága, és a beágyazó közeg is befolyásolják az eredményeket.

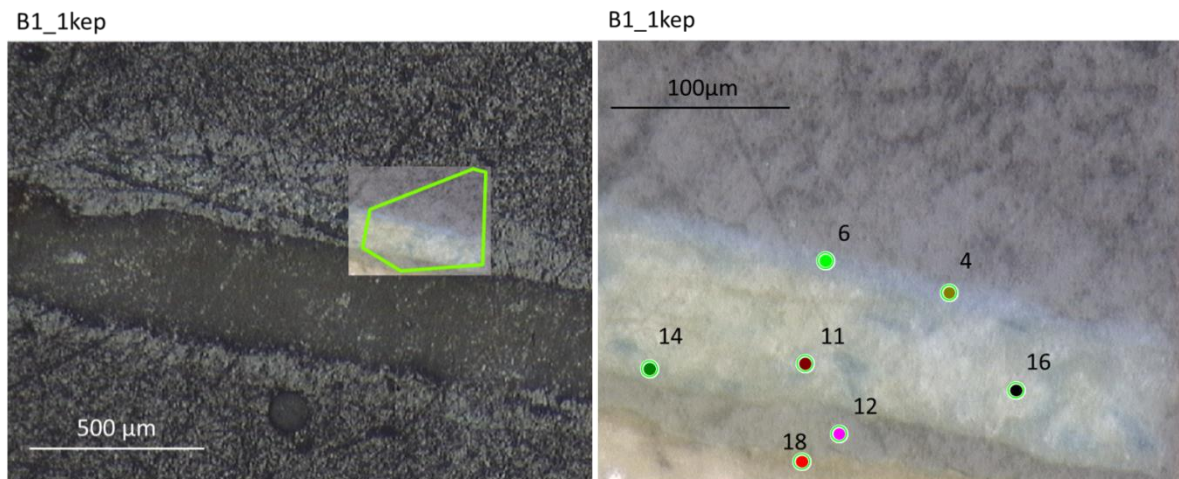
### ***V.2.3.2 Ismeretlen összetételű minták színezési eredményei***

Minden mintát epoxi műgyantába ágyazott keresztmetszet csiszolatként vizsgáltunk, ATR objektívvel. A mért területek 10 mikron körüli átmérőjű pontok, de a műszer pontatlansága miatt, vékony rétegek esetén a szomszédos rétegek anyagai is megjelenhetnek a spektrumban.

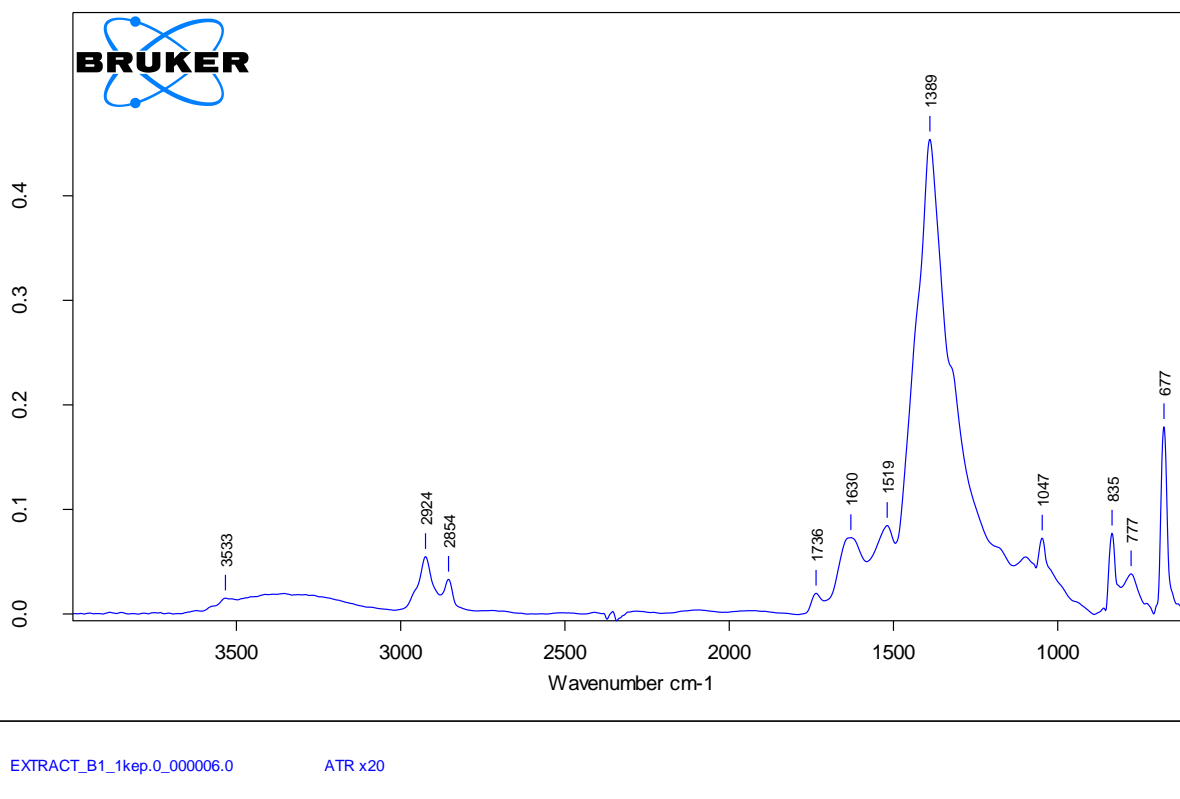
#### **B1**

**Antonio Boltraffio: Mária gyermekével, Keresztelő Szent Jánossal, Szent Sebestyénnel és Bassiano Da Ponte donátorral ("Lodi Madonna"); 1508 körül; fa, tempera (és olaj)**

KL vizsgálatai alapján: eredeti réteg: ólomfehér, azurit (XRD)



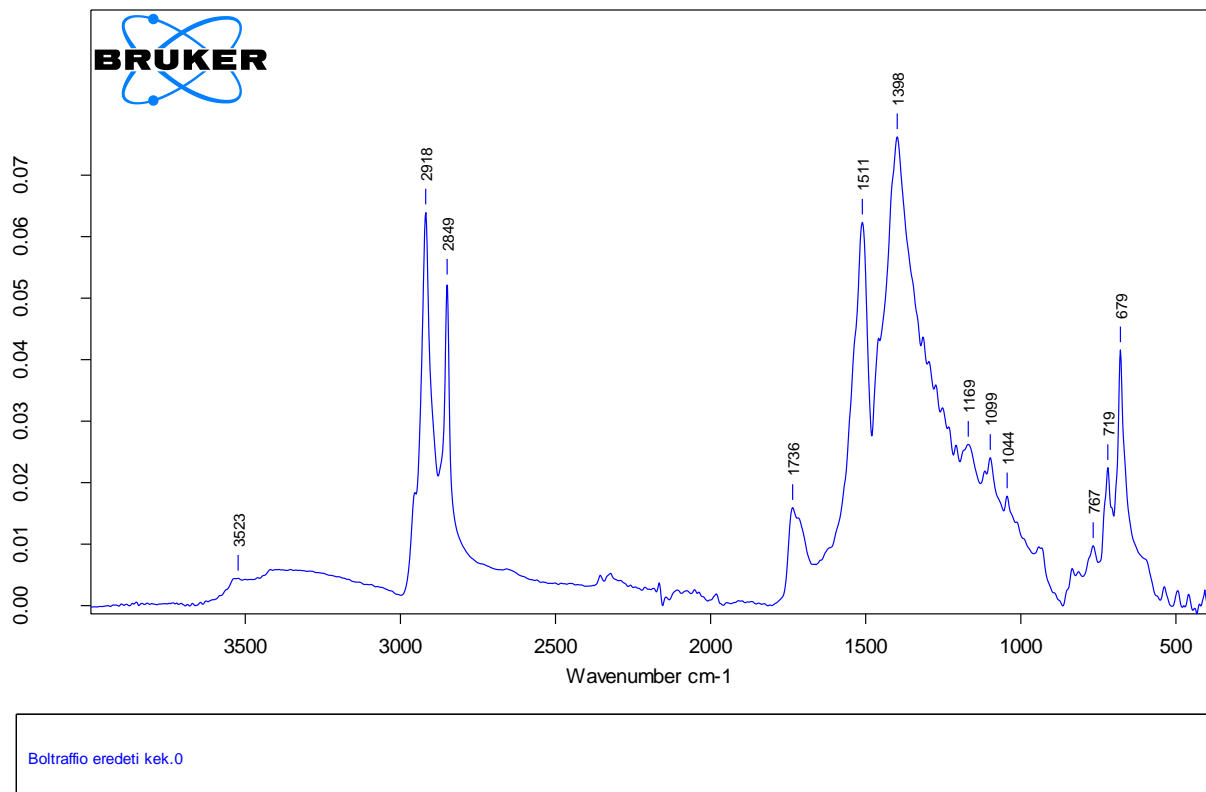
95. kép: A B1 jelű minta mérési pontjai



96. kép: A B1 jelű minta 6-os spektruma

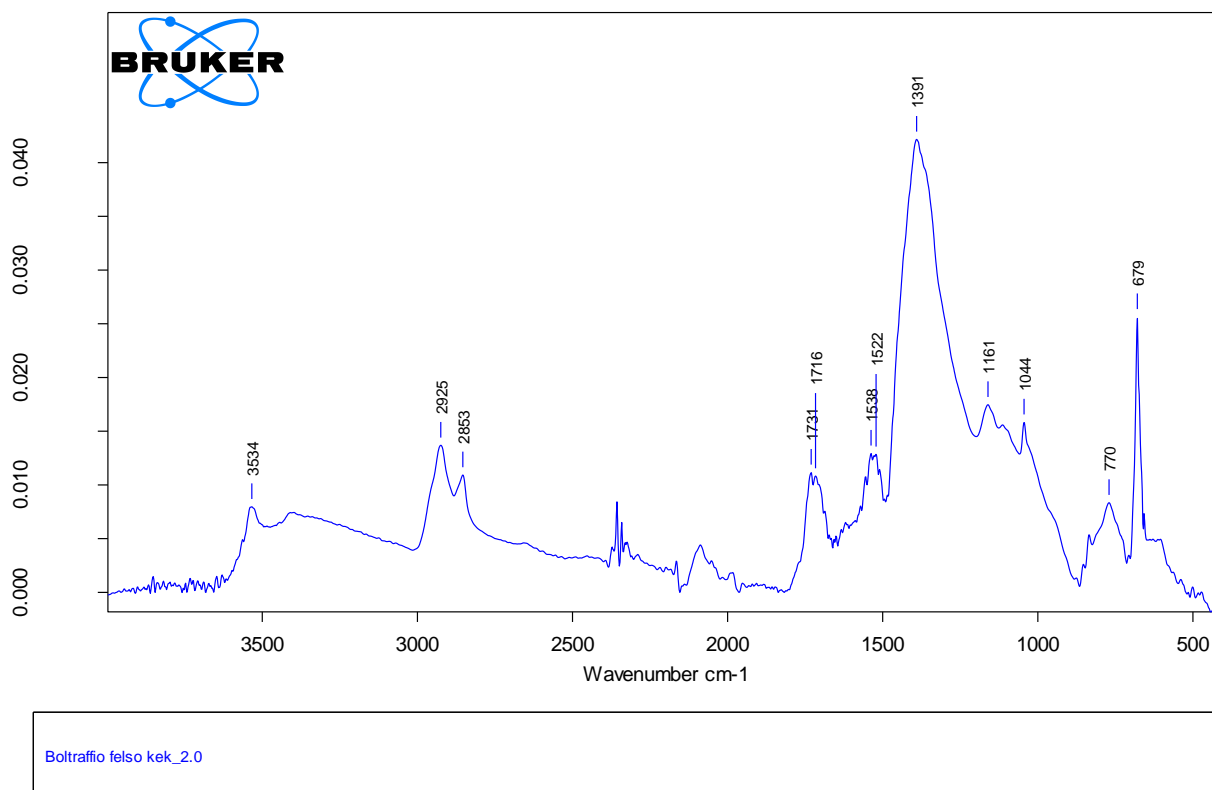
Az átfestés rétegből mért 6-os spektrumon nagyrészt ólomfehérre jellemző sávokat láthatunk (3533, 1389, 1047  $\text{cm}^{-1}$ ). A pigmentnek gyenge abszorpciója van 1737  $\text{cm}^{-1}$  körül, de az olaj tartalmat is jelezheti az 1736  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható sáv. A szerves anyag tartalomra utal a két metilén rezgés 2924 és 2854  $\text{cm}^{-1}$ -nél. Az 1630  $\text{cm}^{-1}$ -nél jelentkező sáv a fehérje amid I abszorpciója is lehet, de az ólomfehérnek is jelentkezhet 1650  $\text{cm}^{-1}$  körül sávja, ami átfedhet vele. További amid rezgéseket nem látunk, mert a szerves anyag karbonát rezgése (1389  $\text{cm}^{-1}$ ) és a beágyazó gyanta sávja (1519  $\text{cm}^{-1}$ -nél) átfedi ezt a tartományt.





97. kép: A B1 jelű minta 11-es spektruma

Az eredeti festékréteg spektrumán szerves anyagra utalnak a nagyon erős sávok 2918 és 2849  $\text{cm}^{-1}$ -nél. Az olajra jellemző rezgés intenzíven jelentkezik 1736  $\text{cm}^{-1}$ -nél, de mivel a réteg ólomfehéret tartalmaz (3523, 1398, 1044, 679  $\text{cm}^{-1}$ ) ebben a sávban a pigment abszorpciója is szerepelhet (*Melinuas et al. 1990*). Az epoxi 1511  $\text{cm}^{-1}$ -nél található rezgése szintén nagyon hangsúlyos, vagyis a beágyazó gyanta sávjai is szerepelhetnek a metilén abszorpciókban. A spektrumban fehérjére utaló sáv nem látható.



98. kép: A B1 jelű minta 4-es spektruma

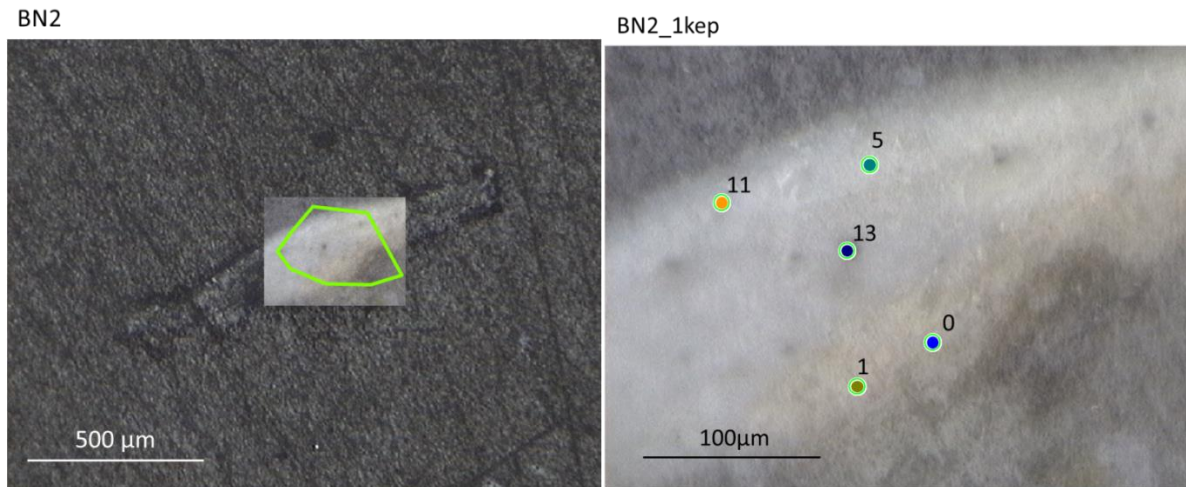
Az átfestés 2-es számú spektrumán az ólomfehér sávok mellett ( $3534$ ,  $1391$ ,  $1044$   $\text{cm}^{-1}$ ), az epoxi műgyantához ( $1522$   $\text{cm}^{-1}$ ) és szerves anyaghoz tartozó metilén abszorpciók ( $2925$ ,  $2853$   $\text{cm}^{-1}$ ) is láthatóak. Az  $1730$   $\text{cm}^{-1}$  körüli sáv kétfelé hasad, amit okozhat az olaj és ólomfehér tartalom. Valószínűleg a beágyazó gyanta abszorpciója látható  $1530$   $\text{cm}^{-1}$  körül, de a kettős sáv utalhat öregedett olaj és ólom tartalmú pigment esetén fémszappanra is (*Melinuas et al. 1990*). Az  $1161$   $\text{cm}^{-1}$ -nél található sáv utalhat még olaj tartalomra a rétegben.

A spektrumok alapján a „B” jelű minta alsó, eredeti festékrétege valószínűleg tartalmaz olajat. A mérések szerint az átfestés rétegben az olaj mellett fehérje is előfordulhat, de ennek alátámasztására más típusú vizsgálatok is szükségesek lennének (pl. GC-MS). Mindkét rétegben jelentkeztek a beágyazó anyag sávjai, és az ólomfehér pigmenté, amelyek átfedhetnek a kötőanyagok egyes jellemző sávjaival (karbonil és amid I sáv). A mintán végzett további mérések során kapott spektrumokon több esetben gipszre utaló sávok jelentek meg, amelyek teljesen kitakarták a kötőanyagok abszorpcióit.

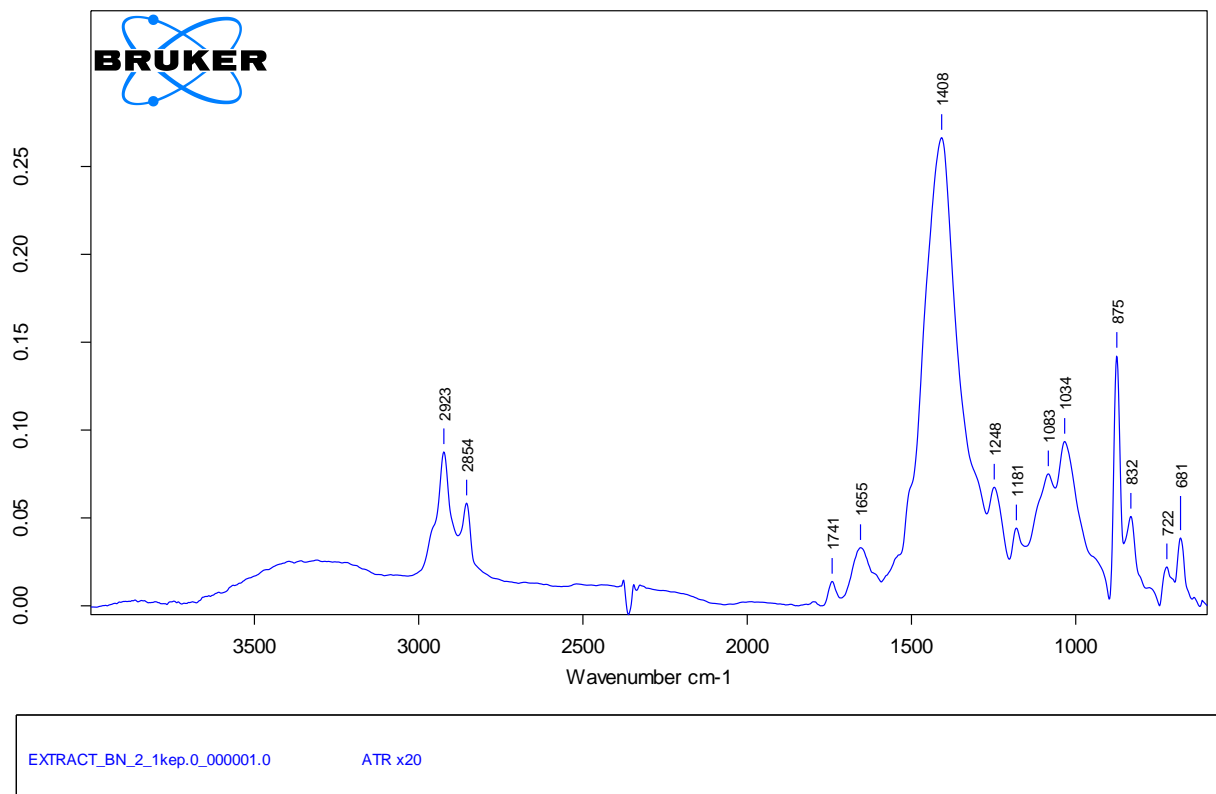
## BN 2

Györgyi (Giergl) Alajos: Báró Bajzáth Valéria portréja; 1862; vászon, olaj

BN vizsgálatai alapján: szürkésfehér festékrétegek: ólomfehér (mikrokémiai teszt)



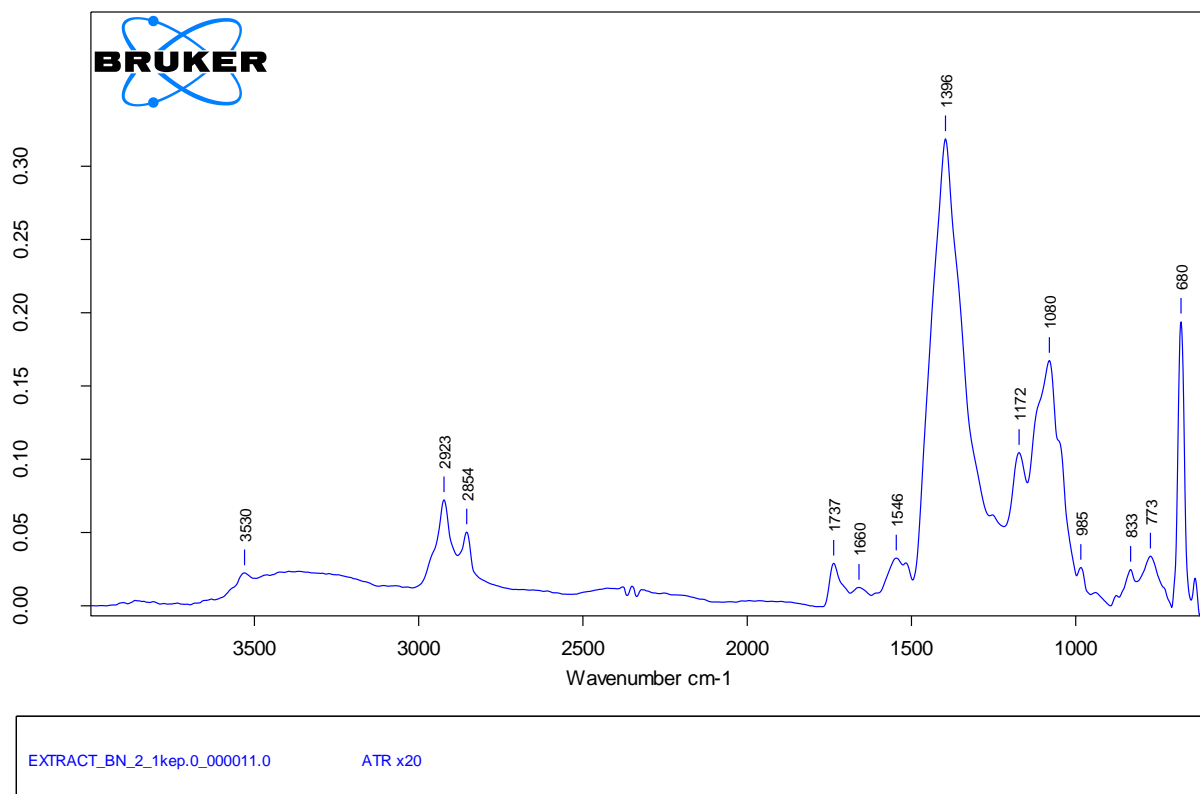
99. kép: A BN2 jelű minta mérési pontjai



100. kép: A BN2 jelű minta 1-es spektruma

Az 1-es spektrumot a minta alapozójáról vettük fel. A szerves anyagot jelző metilén csoportok 2923 és 2854  $\text{cm}^{-1}$ -nél jól láthatóak, 1741  $\text{cm}^{-1}$ -nél az olajra utaló rezgés abszorpciója jelentkezik. A spektrumon intenzív szervesetlen anyag sávok jelennek meg (1408,

1083, 875, 722 és 681  $\text{cm}^{-1}$ ), amelyek alapján valószínűleg ólomfehér és kalcium-karbonát található a rétegben. Ólomfehér esetén a pigment gyenge abszorpciója 1740  $\text{cm}^{-1}$  körül átfedhet az olaj tartalmat jelző sávval (1740  $\text{cm}^{-1}$  körül). 1655  $\text{cm}^{-1}$ -nél valószínűleg az amid I kötés rezgése látható, de az ólomfehér pigmentnek is előfordulhat itt rezgése. Az 1408  $\text{cm}^{-1}$ -nél jelentkező intenzív szervesetlen abszorpció kitakarja a tartományt, ahol a többi fehérje karakterisztikus sávja jelentkezhetne. Az epoxi műgyanta rezgései 1248, 1034 és 832  $\text{cm}^{-1}$ -nél láthatóak.



101. kép: A BN2 jelű minta 11-es spektruma

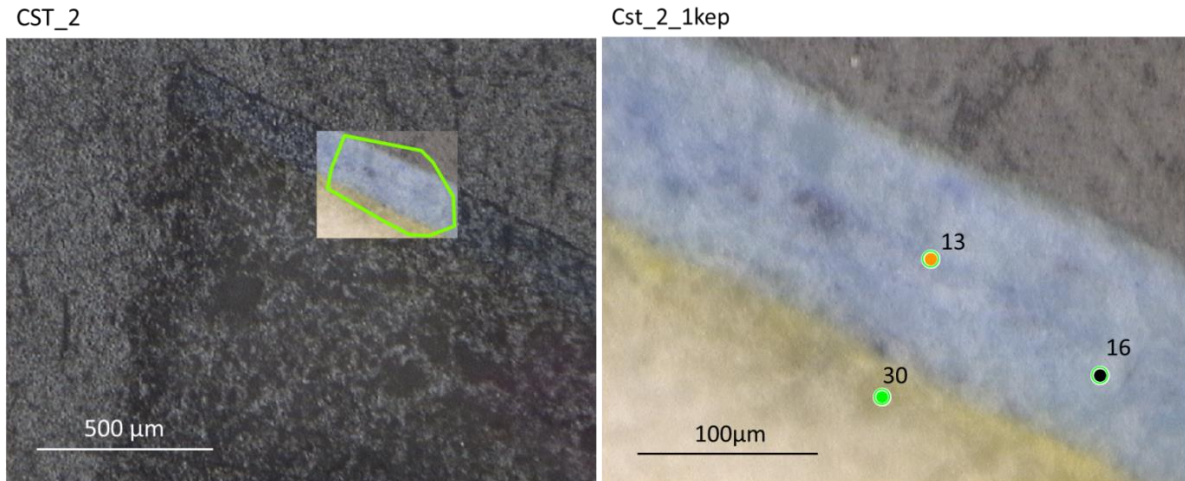
A 11-es spektrumot a felső szürkésfehér festékrétegről vettük fel.  $3530\text{ cm}^{-1}$ -nél megjelenik az ólomfehér abszorpciója, amihez két nagyon erős sáv is társul:  $1396$  és  $680\text{ cm}^{-1}$ -nél. Az  $1737\text{ cm}^{-1}$ -nél látható abszorpcióban valószínűleg a pigment rezgése is megjelenik, de az intenzitása, és a határozott metilén sávok miatt  $2923$  és  $2854\text{ cm}^{-1}$ -nél valószínűleg olaj is van a mintában. Az  $1660\text{ cm}^{-1}$ -nél látható sáv esetleg tartozhat az ólomfehérhez (lásd standardok), vagy utalhat fehérjére. Az  $1546\text{ cm}^{-1}$ -nél található rezgés jelezheti a rétegben található fémszappanokat (*Melinus et al. 1990*), amelyek ólom tartalmú pigment és száradó olaj használata esetén alakulnak ki az oxidációs folyamatok során. Az ólomtartalmú, olaj kötőanyagú festékréteg öregedésével az  $1740\text{ cm}^{-1}$  körüli sáv ellaposodik, és  $1620$ ,  $1545\text{ cm}^{-1}$  körül újak jelennek meg, amelyek a fémszappanokra utalnak. Az  $1510\text{ cm}^{-1}$  körüli váll valószínűleg a beágyazó gyantához tartozik, csakúgy, mint az abszorpciók  $1172$ ,  $1080$ ,  $833$  és  $773\text{ cm}^{-1}$ -nél.

A „BN” jelű minta spektrumai nagyon hasonlóak egymáshoz. A szerves anyagokat jelző metilén rezgések minden felvételen megjelennek (2920 és 2850  $\text{cm}^{-1}$  körül). A beágyazó epoxi műgyanta sávjai szintén jól azonosíthatóak. A minta ólomfehér pigment tartalmát alátámasztják a mérések. 1740  $\text{cm}^{-1}$  körül láthatóak sávok, amelyek tartozhatnak az olajhoz, de az ólomfehér tartalom miatt a pigment sávja átfedhet vele. Fehérjére jellemző abszorpciók is találhatóak a spektrumokban, ami az 1-es felvétel esetében az alapozónál indokolt lehet, a szürke festékrétegben viszont valószínűtlen: a festmény kora és megjelenése alapján olajfestmény lehet. Elképzelhető az ATR fej „szennyeződése” a mérés során, vagyis puha anyag esetén a kristály fején visszamaradhat anyag (ebben az esetben az alapozóból), aminek a sávjai a következő spektrumban is láthatóak lesznek (*Eva Svobodová szóbeli közlése*). Az 1660  $\text{cm}^{-1}$  körüli sáv az ólomfehér pigmenthez is köthető (lásd standardok). A 11-es felvételen az 1540  $\text{cm}^{-1}$  körüli sáv fémszappan tartalomra utalhat (*Melinuas et al. 1990*), ami megerősíti, hogy a réteg száradó olaj kötőanyagú. A kérdés tisztázásához azonban további vizsgálatok lennének szükségesek (pl. GC-MS).

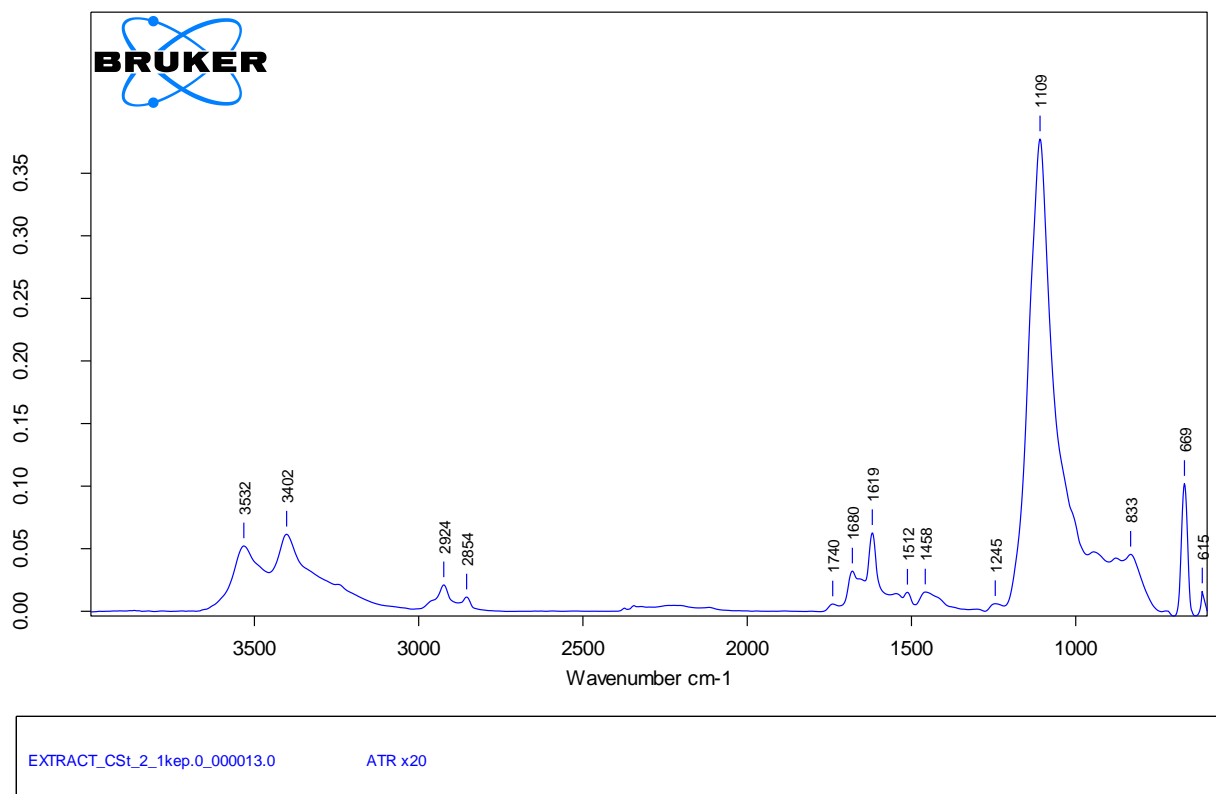
## Cst 2

**Ismeretlen orosz festő: Istenszülő ikon; 19. sz. vége, fatábla, olaj (?)**

SZCS vizsgálatai alapján; alapozó: gipsz, kék festékrétegek: ultramarin, poroszkék



102. kép: A Cst2 jelű minta mérési pontjai

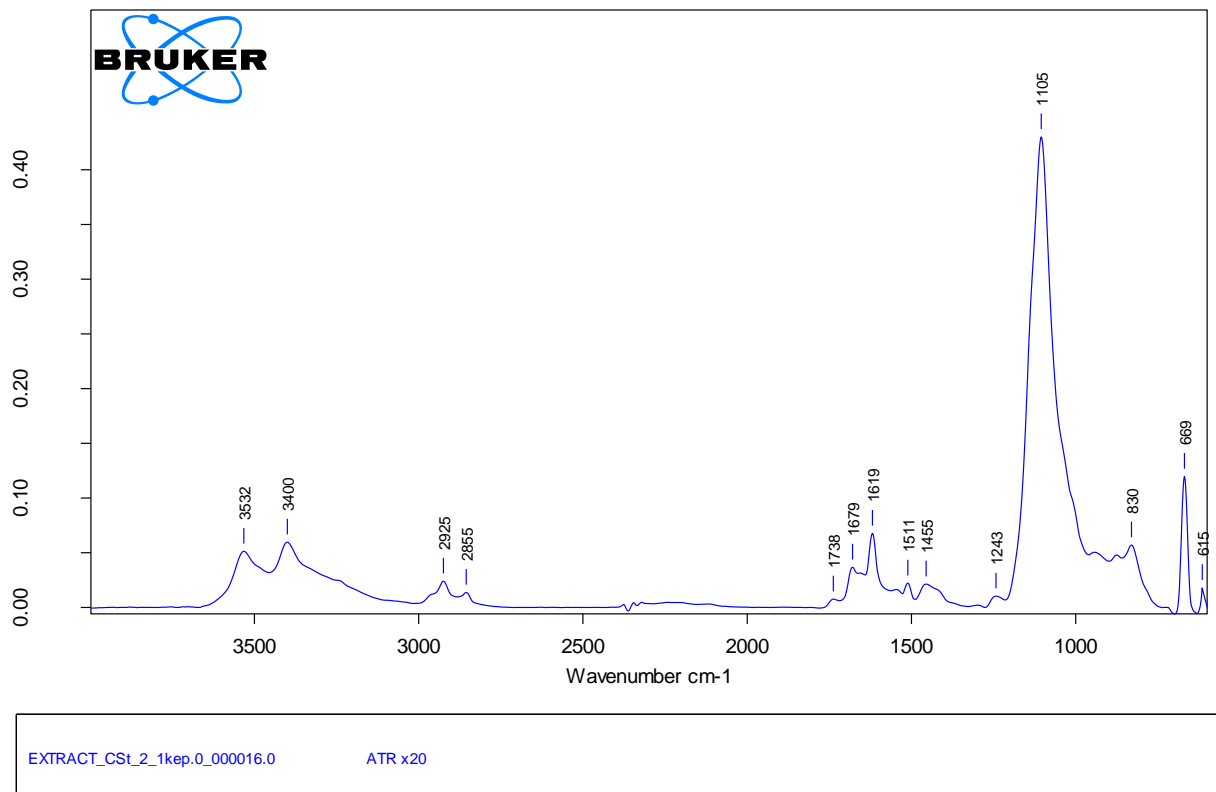


103. kép: A Cst2 jelű minta 13-as spektruma

A 13-as felvételen főleg ólomfehér pigment ( $3532, 669 \text{ cm}^{-1}$ ) és gipsz sávok ( $3402, 1680, 1619, 1458, 1109 \text{ cm}^{-1}$ ) láthatóak. Az epoxi műgyanta sávjai ( $1512, 1245, 833 \text{ cm}^{-1}$ ) gyengén jelennek meg. A szerves anyagot jelző metilén csoport rezgések kevésbé erősek, az

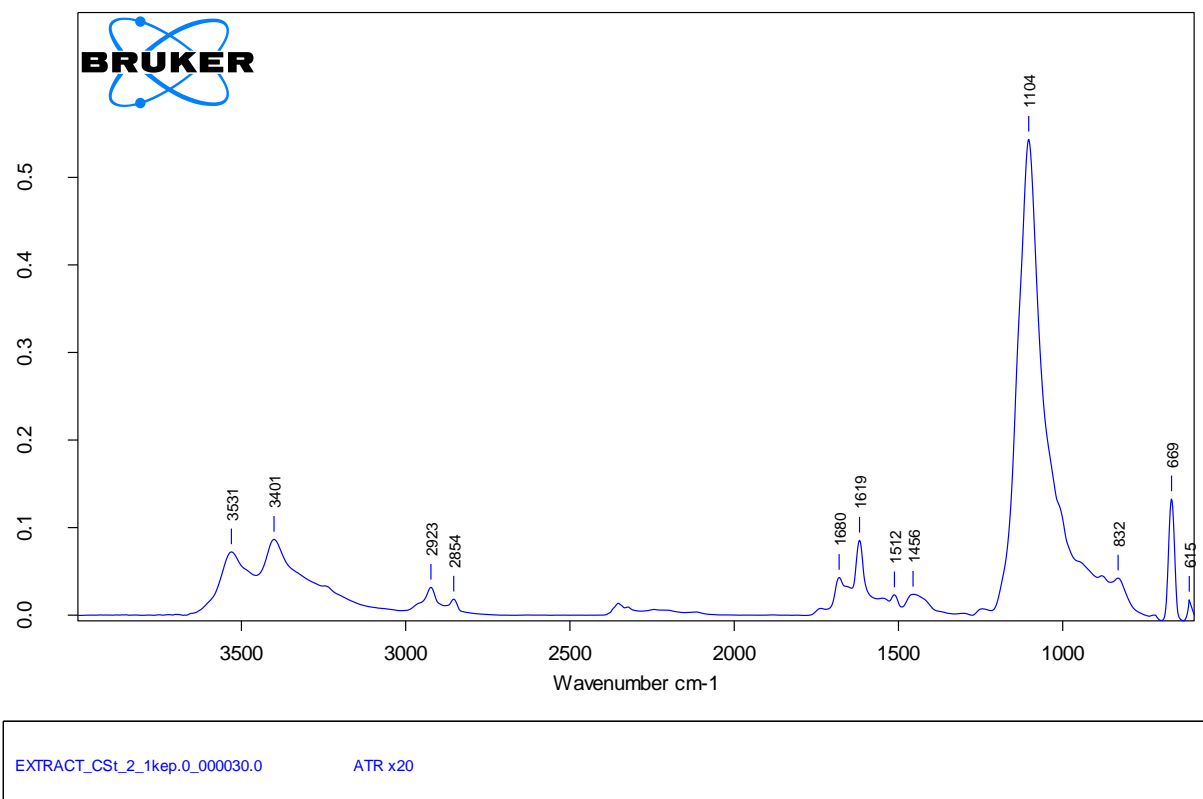
1740  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható sáv igen kicsi – ez vagy az ólomfehér abszorpciója, vagy olaj kötőanyagra utal. 1680 és 1619  $\text{cm}^{-1}$ -nél a gipsz sávjai láthatóak, az esetleges további, szerves anyagra jellemző rezgéseket ebben a régióban kitakarják.





104. kép: A Cst2 jelű minta 16-os spektruma

A 16-os számú spektrumon is az ólomfehér (3532, 669  $\text{cm}^{-1}$ ) és gipsz sávok (3400, 1679, 1619, 1455, 1105  $\text{cm}^{-1}$ ) dominálnak. A szerves anyagra utaló metilén sávok (2925 és 2855  $\text{cm}^{-1}$ ) itt is gyengén jelentkeznek, az ujjlenyomat régióban a szervesetlen és epoxi sávok kitakarják a kötőanyag rezgéseket, egyedül az 1738  $\text{cm}^{-1}$ -nél jelentkező kis sáv utalhat olaj tartalomra, de az ólomfehérhez is tartozhat.



105. kép: A Cst2 jelű minta 30-as spektruma

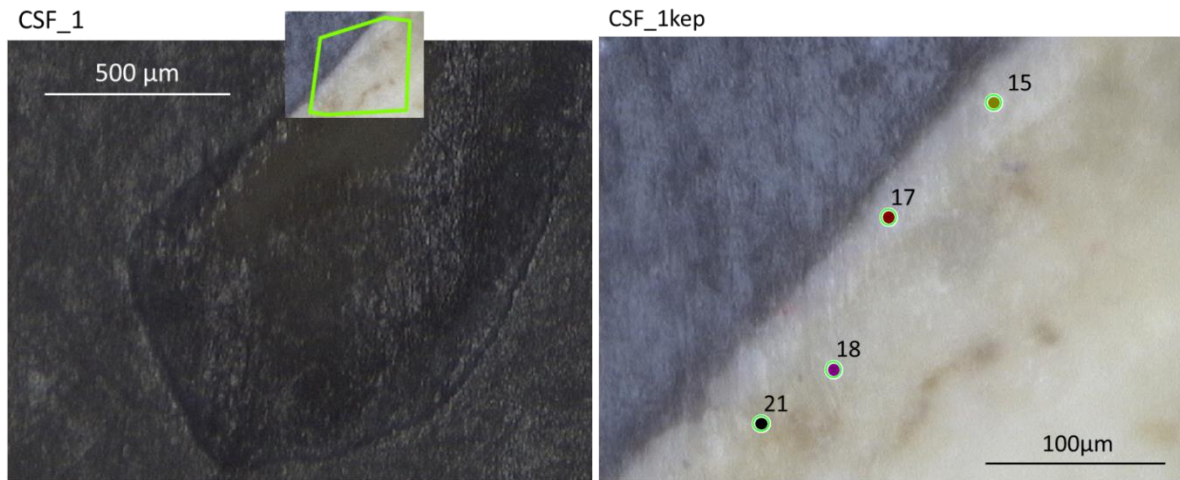
A 30-as spektrumon szintén ólomfehér pigment ( $3531, 669 \text{ cm}^{-1}$ ) és gipsz sávok ( $3401, 1680, 1619, 1456, 1104 \text{ cm}^{-1}$ ) jelennek meg intenzíven, néhány epoxi műgyantához tartozó abszorpcióval ( $1512, 832 \text{ cm}^{-1}$ ). A szerves anyaghoz tartozó metilén csoport rezgései ( $2923$  és  $2854 \text{ cm}^{-1}$ ) gyengén, de kivehetőek, az ujjlenyomat régióban látható sávok a gipszhez és az epoxi műgyantához köthetők. Olaj vagy fehérje karakterisztikus sávokat nem láthatunk a spektrumon.

A mintáról készült mérések alapján nem lehet egyértelműen kijelenteni, hogy a festékréteg tartalmaz-e olajat, az alapozó pedig fehérjét. Bár  $1740 \text{ cm}^{-1}$  körül jelentkezik az olajra jellemző sáv a festékrétegek spektrumaiban, de nagyon gyengén, és az ólomfehér abszorpciójával átfedhet. Az alapozás spektrumán a gipsz takarja ki a szerves anyag rezgéseket. A kötőanyag biztos meghatározásához más típusú vizsgálatokra (pl. GC-MS) lenne szükség.

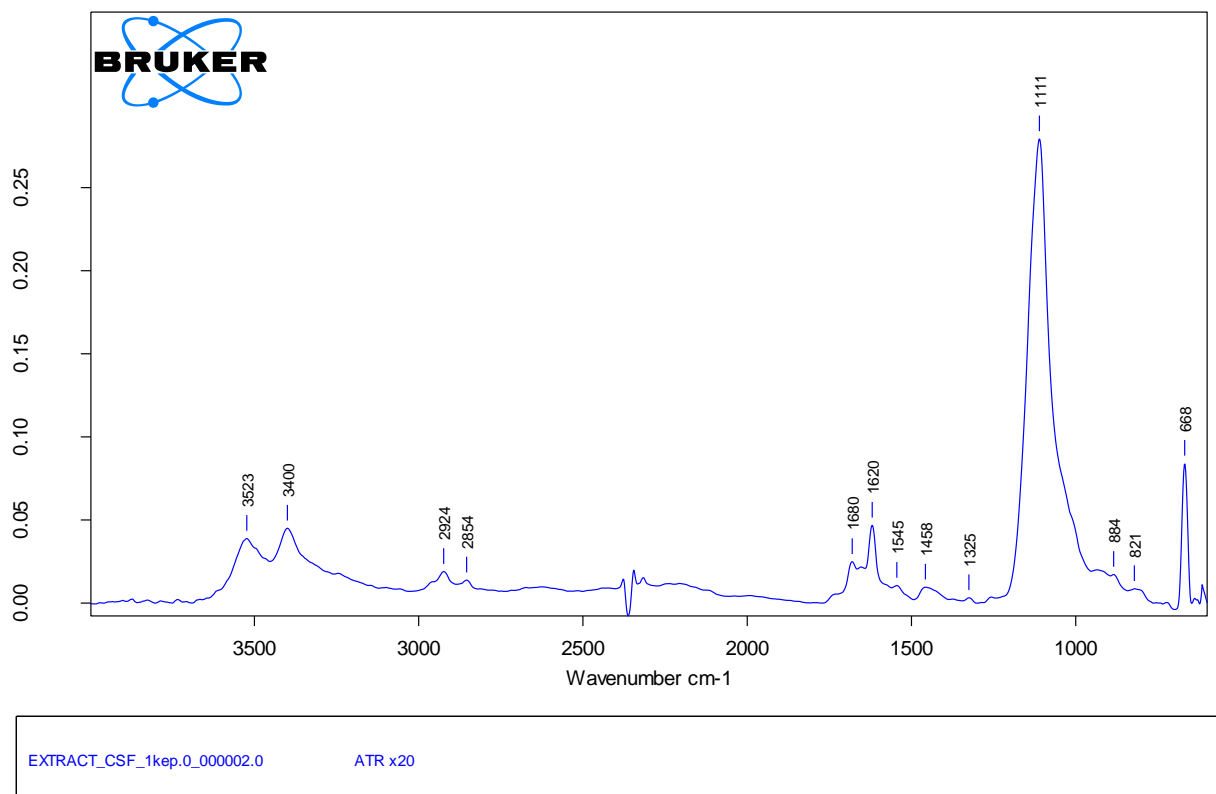
## CSF 1

Ismeretlen itáliai (?) festő: Rózsafüzér királynéja; 18. sz. eleje (?); fatábla, olaj (?)

CSF vizsgálatai alapján; alapozó: gipsz, festékréteg: ólomfehér



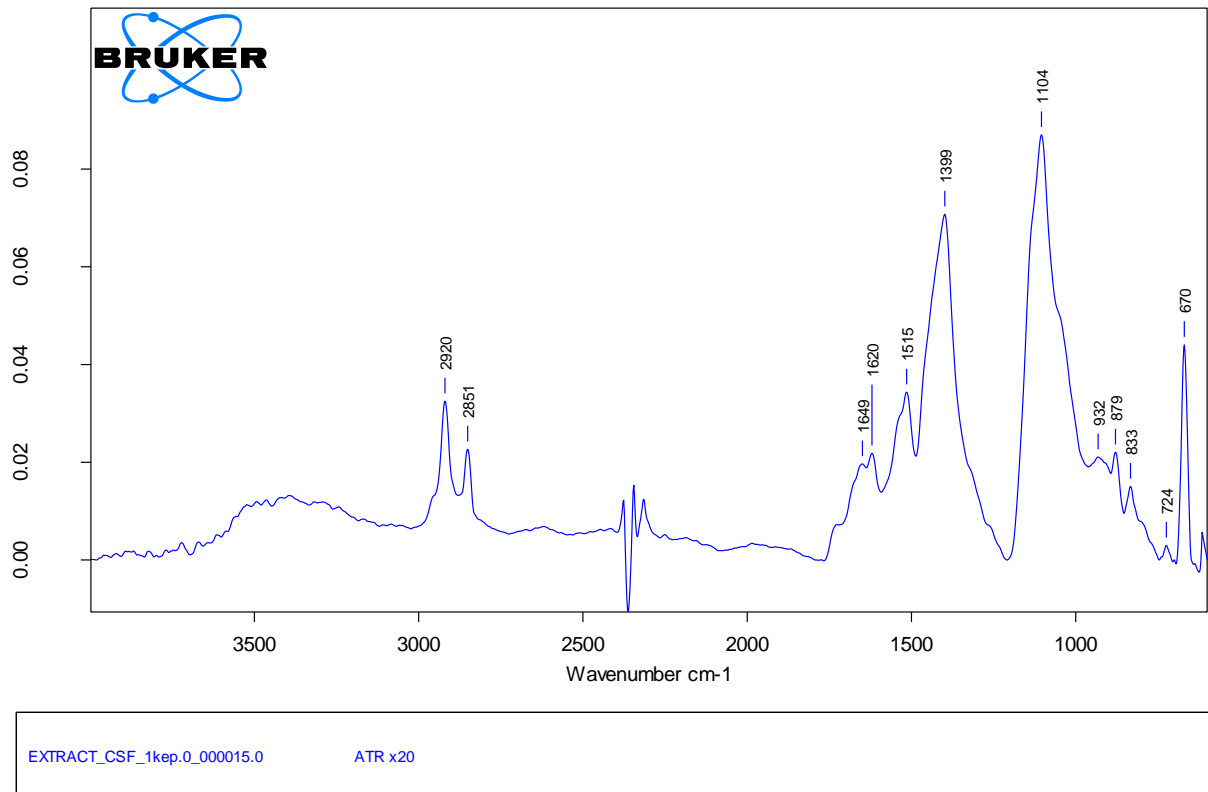
106. kép: A CSF1 jelű minta mérési pontjai



107. kép: A CSF1 jelű minta 2-es spektruma

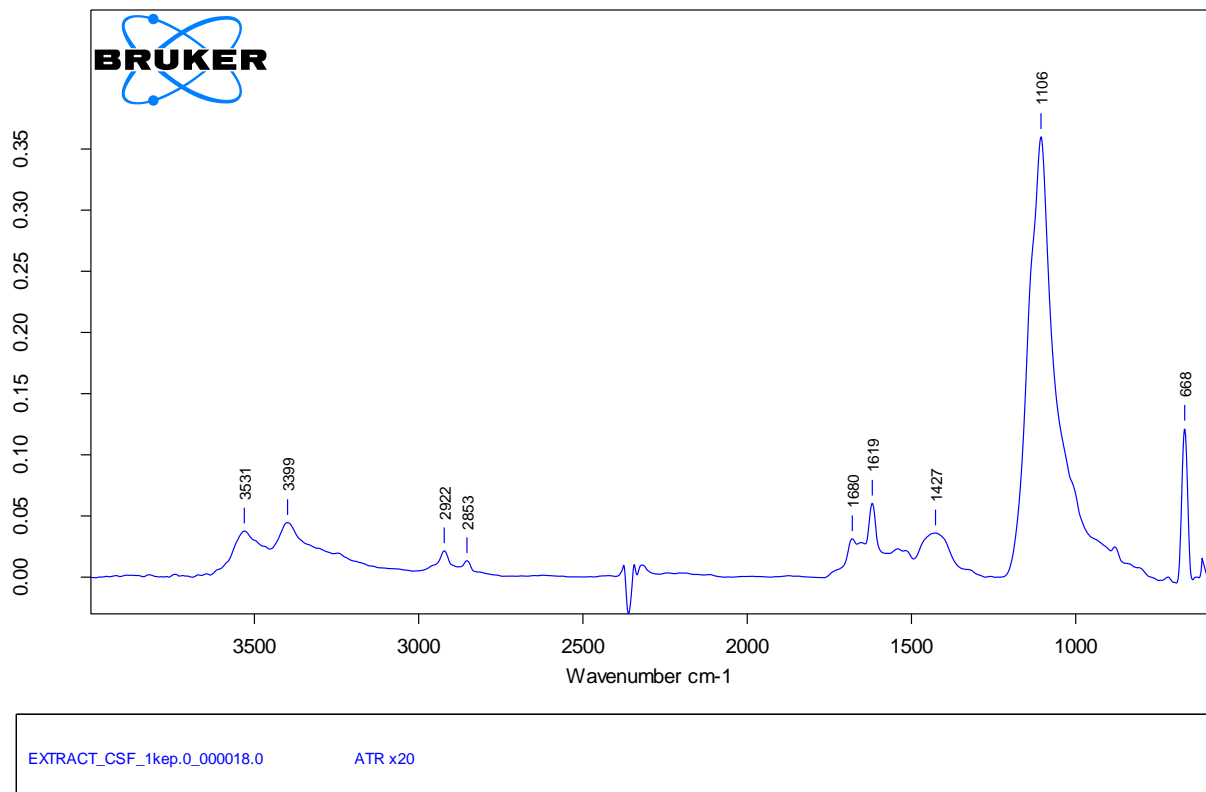
A spektrumon a legintenzívebb sávok a gipszhez ( $3400$ ,  $1680$ ,  $1620$ ,  $1104$   $\text{cm}^{-1}$ ) köthetők. A metilén abszorpciók ( $2924$  és  $2854$   $\text{cm}^{-1}$ ) gyengén jelennek meg, az ujjlenyomat régióban az  $1680$  és  $1620$   $\text{cm}^{-1}$ -nél látható sávok a gipszhez tartoznak. Az  $1545$ ,  $1458$  és  $1325$

$\text{cm}^{-1}$ -nél jelentkező nagyon gyenge abszorpciók utalhatnak fehérjére, de a legintenzívebb amid I rezgést ( $1650 \text{ cm}^{-1}$  körül) az erős szervetlen rezgések átfedik.



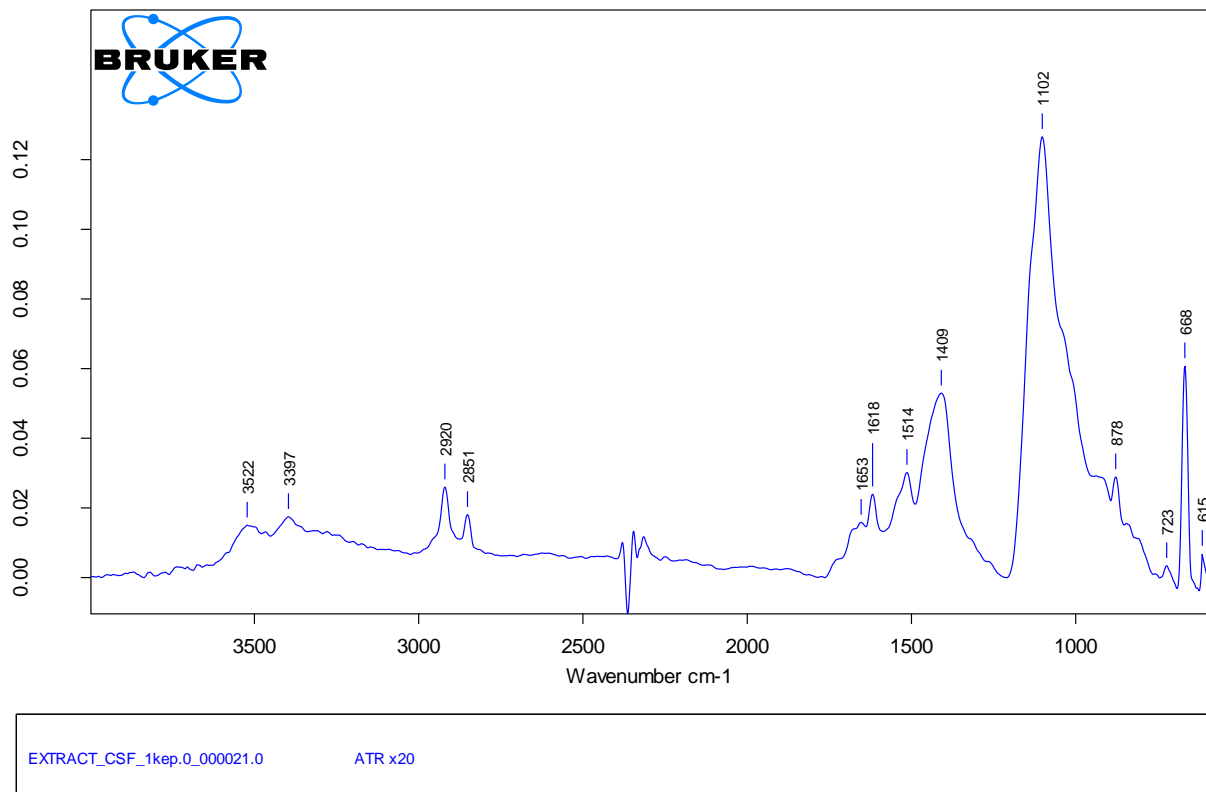
108. kép: A CSF1 jelű minta 15-ös spektruma

A festékrétegből felvett 15-ös spektrumon elég intenzíven jelentkeznek a szerves anyagra utaló metilén sávok ( $2920$  és  $2851 \text{ cm}^{-1}$ ), de az ujjlenyomat régióban a szervetlen összetevőkhöz (gipsz  $1620$ ,  $1104 \text{ cm}^{-1}$  és karbonát  $1399 \text{ cm}^{-1}$ ) tartozó abszorpciók, és az epoxi műgyanta sávjai ( $1515 \text{ cm}^{-1}$ ) dominálnak. A gipsz  $1620 \text{ cm}^{-1}$ -nél látható sávja mellett  $1649 \text{ cm}^{-1}$ -nél (amid I) található váll utalhat fehérjére, de az esetleges további amid sávokat kitakarják a gipsz és a műgyanta sávjai.



109. kép: A CSF1 jelű minta 18-as spektruma

Az alapozóról felvett 18-as spektrumon a gyengén jelentkező metilén abszorpciókat (2922 és 2853 cm<sup>-1</sup>) kivéve nem láthatunk szerves anyagot jelző sávokat. Az ujjlenyomat régióban a gipsz (1680, 1619, 1106 cm<sup>-1</sup>) és valószínűleg egy karbonátos összetevő (1427 cm<sup>-1</sup>) abszorpciói jelennek meg.



110. kép: A CSF1 jelű minta 21-es spektruma

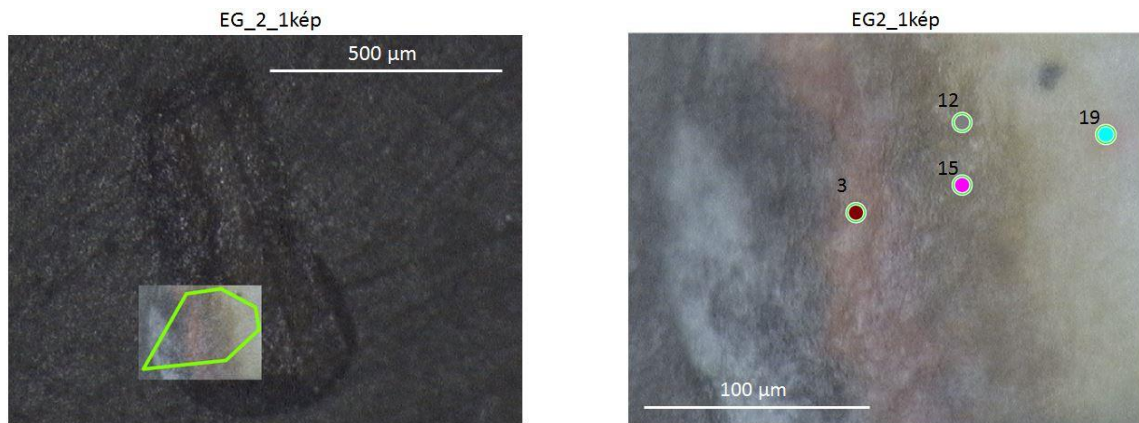
A szintén az alapozóról készített 21-es felvételen gipszre (3397, 1618, 1102  $\text{cm}^{-1}$ ), ólomfehérre (3522, 1409, 668  $\text{cm}^{-1}$ ) és karbonátos anyagra jellemző sávok (1409, 723  $\text{cm}^{-1}$ ) dominálnak. A szerves anyagokat jelző metilén rezgések (2920 és 2851  $\text{cm}^{-1}$ ) mellett az 1653  $\text{cm}^{-1}$ -nél található abszorpció a fehérje tartalomra utalhat, de az ólomfehérnek is előfordulhat itt rezgése (lásd standardok). Az 1620  $\text{cm}^{-1}$  alatti régióban már csak a szervesetlen összetevők és a beágyazó epoxi műgyanta (1514  $\text{cm}^{-1}$ ) rezgései láthatóak, további amid sávok nem.

A mérések alapján a minta alapozójában a fehérje tartalmat feltételezhetjük, de a gipsz és karbonát abszorpciók a legtöbb karakterisztikus sávot kitakarják. A festékrétegről készített spektrumokon a szervesetlen anyagok szintén kitakarták a kötőanyag sávokat, a fehérjére ebben az esetben is egyetlen rezgés utalhat. A rétegekben található ólomfehér pigment abszorpciói átfedhetnek a kötőanyagok karakterisztikus sávjaival (karbonil és amid I rezgés). Az eredmények megerősítéséhez más típusú vizsgálatok (pl. GC-MS) lennének szükségesek.

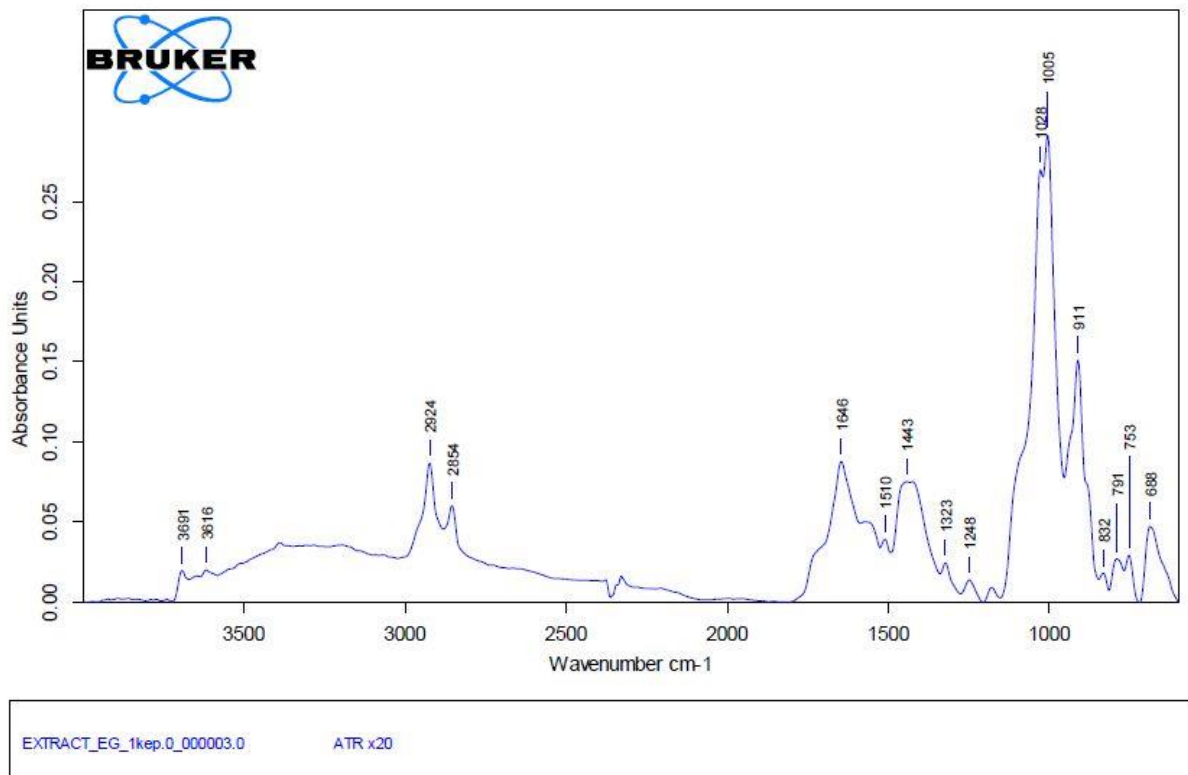
## EG1

**Josef Hauzinger: Mária Terézia, 1773, vászon, olaj**

EG és FD vizsgálatai alapján; alapozó: olaj (?), fehér pigment az 1-3. festék rétegben:  
ólmofehér, 4. festékréteg: cinkfehér



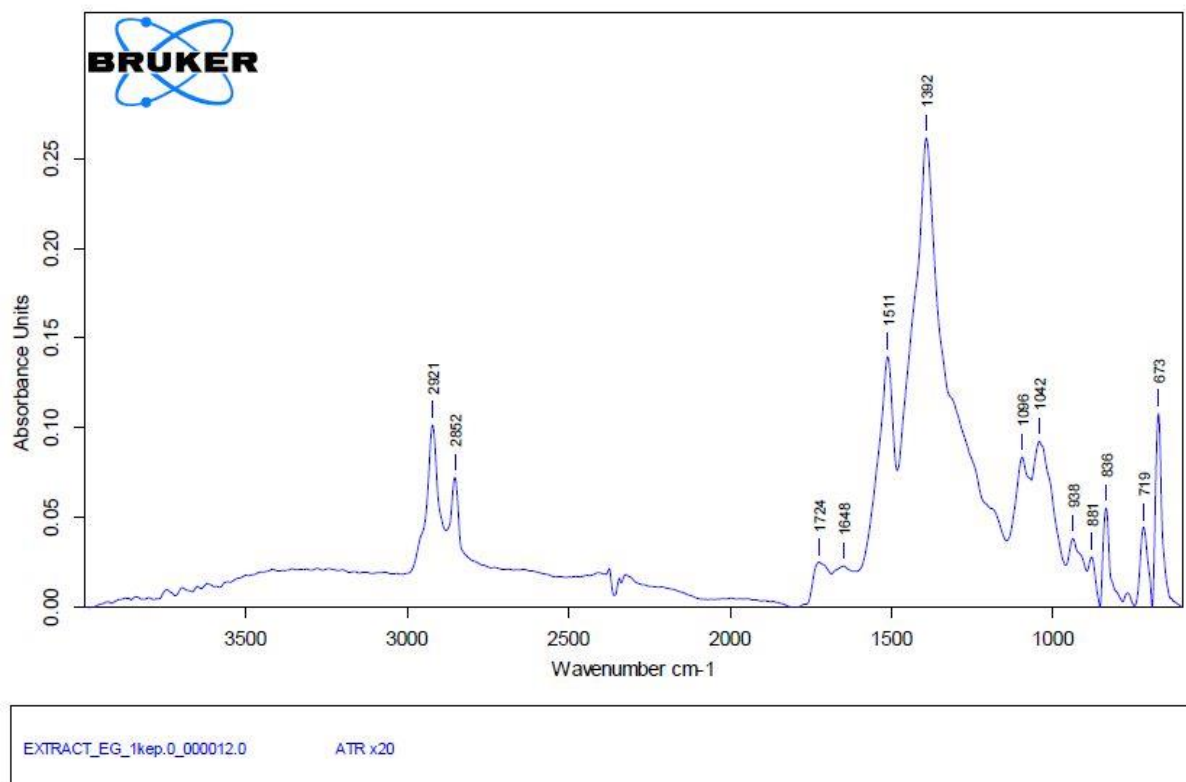
111. kép: Az EG1 jelű minta mérési pontjai



112. kép: Az EG1 jelű minta 3-as spektruma

A 3-as spektrumon elég erősen jelentkeznek a metilén sávok (2924 és 2854 cm<sup>-1</sup>), az 1646 és cm<sup>-1</sup>-nél látható abszorpciók utalhatnak fehérjére. Az epoxi műgyanta sávjai (1510,

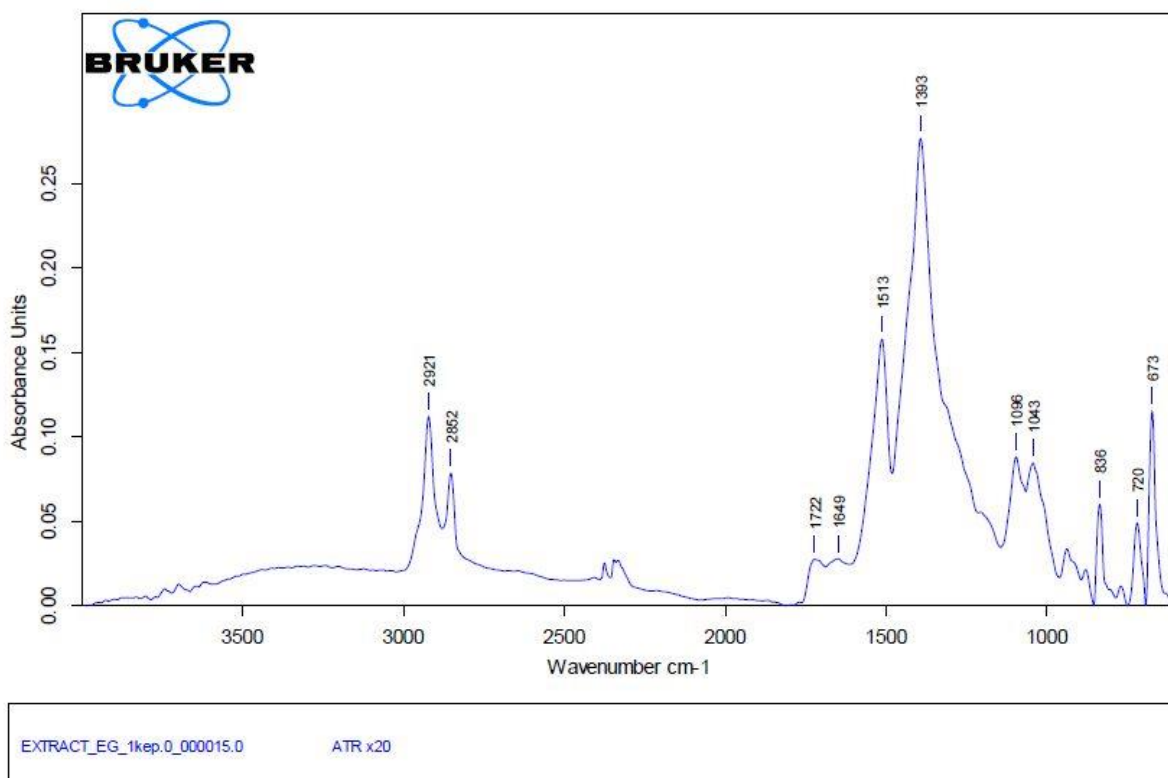
1248, 832  $\text{cm}^{-1}$ ) mellett szervesetlen anyag sávok jelentkeznek, a legintenzívebb abszorpciók talán gipszhez (1443 (?)  $\text{cm}^{-1}$ ) tartozhatnak, de valószínűleg valamilyen szilikát vegyület, például kaolinit (1028, 1005 (?), 911, 791, 753  $\text{cm}^{-1}$ ) is található a rétegben. Az esetleges fehérje tartalomra az 1646  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható sáv utal, de a további sávokat a szervesetlen anyagok rezgései kitakarják.



113. kép: Az EG1 jelű minta 12-es spektruma

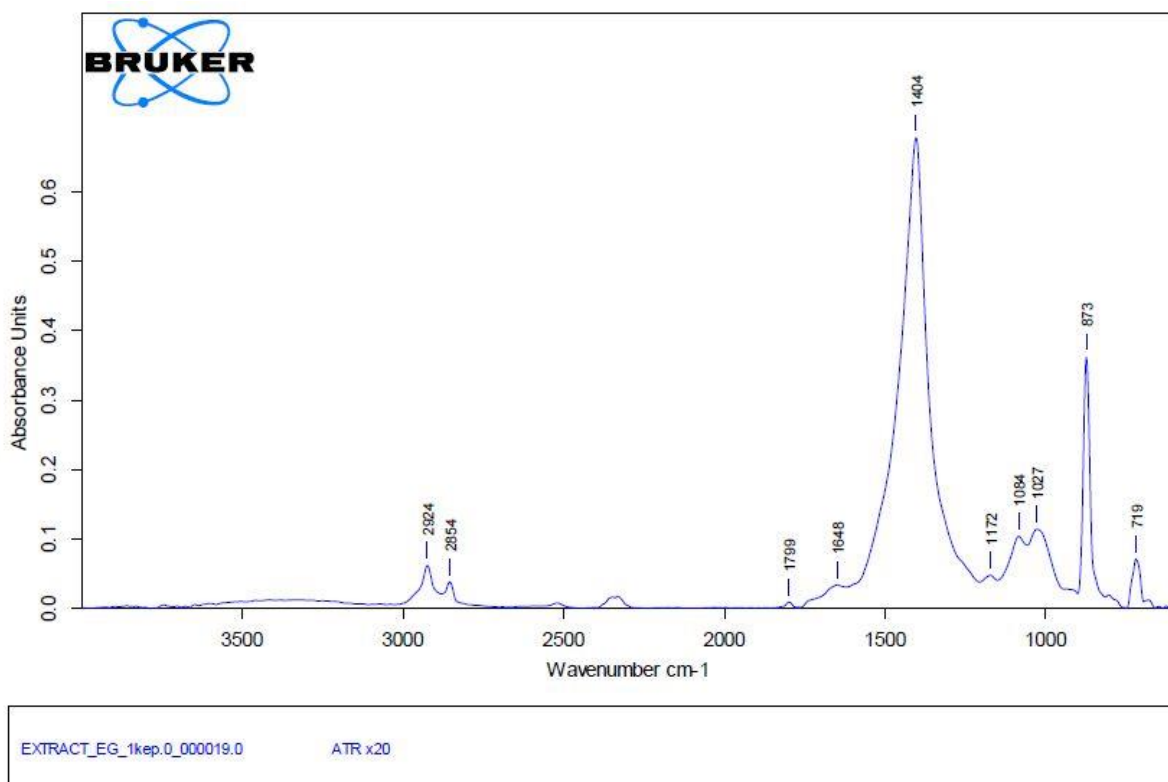
A 12-es spektrumon erősen jelentkeznek a metilén sávok (2921 és 2852  $\text{cm}^{-1}$ ), a kötőanyagra az 1724  $\text{cm}^{-1}$  (olaj) és 1648  $\text{cm}^{-1}$ -nél (fehérje) látható gyenge sávok utalhatnak. Az 1511  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható intenzív sáv a beágyazó anyaghoz tartozhat, az 1392  $\text{cm}^{-1}$ -nél és 673  $\text{cm}^{-1}$ -nél található abszorpció valószínűleg ólomfehéret jelez. Az ólomfehér pigmentnek előfordulhat 1740  $\text{cm}^{-1}$  és 1660  $\text{cm}^{-1}$  körül rezgése (lásd standardok), amik átfedhetnek a karbonil és az amid I sávval. Elképzelhető, hogy a réteg valamilyen szilikátot is tartalmaz (1096, 1042  $\text{cm}^{-1}$ ). A szervesetlen alkotórészek és az epoxi miatt az ujjlenyomat régióban további kötőanyag sávok nem láthatóak.





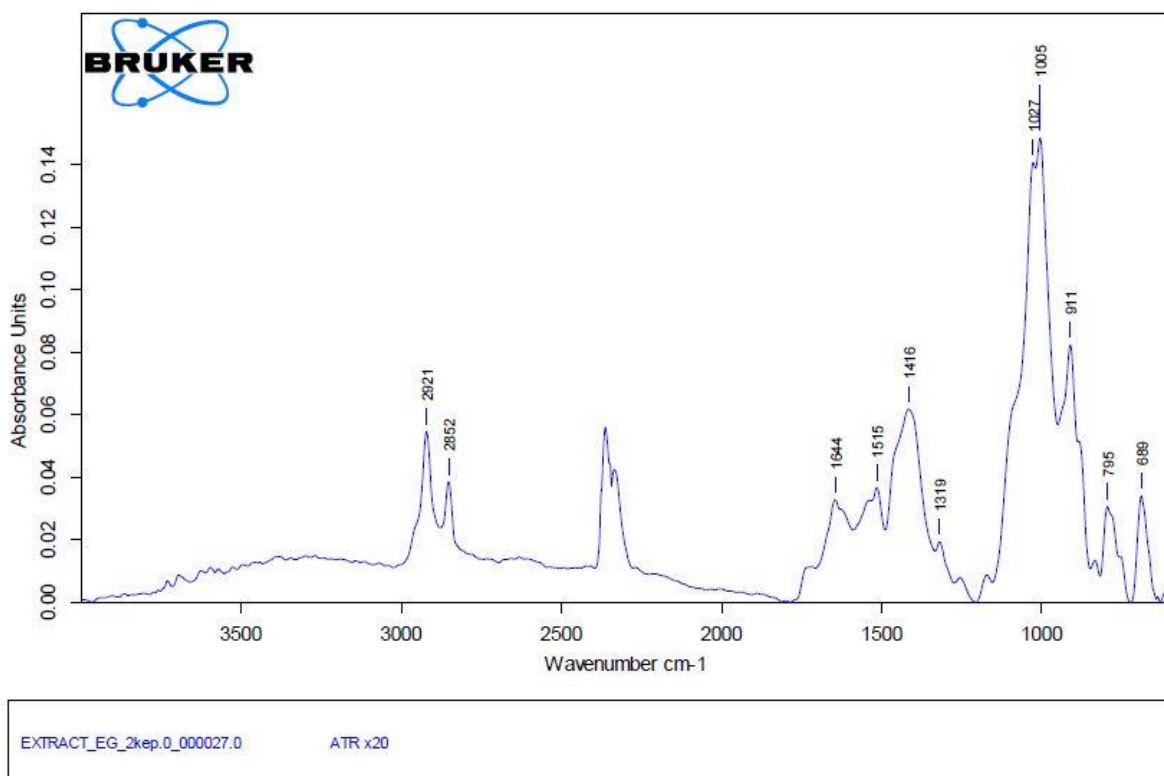
114. kép: Az EG1 jelű minta 15-ös spektruma

A 15-ös spektrumon olaj ( $1722\text{ cm}^{-1}$ ) és fehérje ( $1649\text{ cm}^{-1}$ ) tartalomra utaló két sáv jelentkezik a nagyon intenzív epoxi ( $1513\text{ cm}^{-1}$ ,  $836\text{ cm}^{-1}$ ) és szervesetlen abszorpciók mellett. A töltőanyag ólomfehér ( $1393$ ,  $673\text{ cm}^{-1}$ ) és valamilyen szilikát ( $1096$  és  $1043\text{ cm}^{-1}$ ) lehet. Az ólomfehér pigmentnek előfordulhatnak abszorpciói ( $1740$  és  $1650\text{ cm}^{-1}$  körül), amelyek átfedhetnek a kötőanyagokra jellemző sávokkal. Az  $1649\text{ cm}^{-1}$  körüli abszorpció az ólomfehérhez is köthető (lásd standardok).



115. kép: Az EG1 jelű minta 19-es spektruma

A 19-es spektrumon a szerves összetevőkre a metilén sávok utalnak (2924 és 2854  $\text{cm}^{-1}$ -nél). Az 1799  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható nagyon gyenge sáv a karbonáthoz tartozhat, aminek további sávjai erőteljesen jelennek meg (1404, 1027, 873  $\text{cm}^{-1}$ ). Az 1648  $\text{cm}^{-1}$ -nél jelentkező váll talán fehérjére utal, de a nagyon intenzív karbonát abszorpció (1404  $\text{cm}^{-1}$ ) kitakarja a további kötőanyag sávokat. A rétegben valamilyen szilikátra utalhat a két sáv 1084 és 1027  $\text{cm}^{-1}$ -nél.



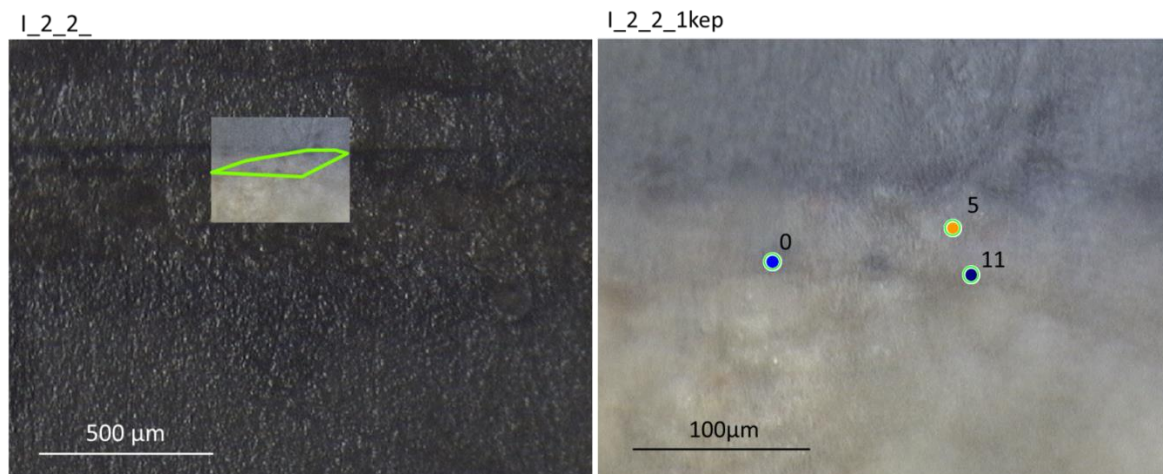
116. kép: Az EG1 jelű minta 27-es spektruma

A 27-es spektrumon a metilén sávok (2921 és 2852  $\text{cm}^{-1}$ ) intenzíven jelentkeznek, a kötőanyagra az 1644  $\text{cm}^{-1}$ -nél (fehérje) jelentkező abszorpció utalhat, az 1710  $\text{cm}^{-1}$  (olaj) körüli vállal. Az epoxihoz tartozhat az 1515  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható sáv, amelynek kis válla 1540 felé az amid II (fehérje) kötés rezgésére utalhat. Az esetleges fehérje tartalmat az 1319  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható sáv is megerősíti. A rétegben valószínűleg ólomfehér (1416, 689  $\text{cm}^{-1}$ ) és szilikát (kaolinit (?)) 1027, 1005, 911  $\text{cm}^{-1}$ ) vegyületek is találhatóak. Az ólomfehér pigment rendelkezhet gyengébb abszorpcióval 1740 és 1660  $\text{cm}^{-1}$  körül is, ami átfedhet az olaj karbonil és a fehérje amid I sávjával.

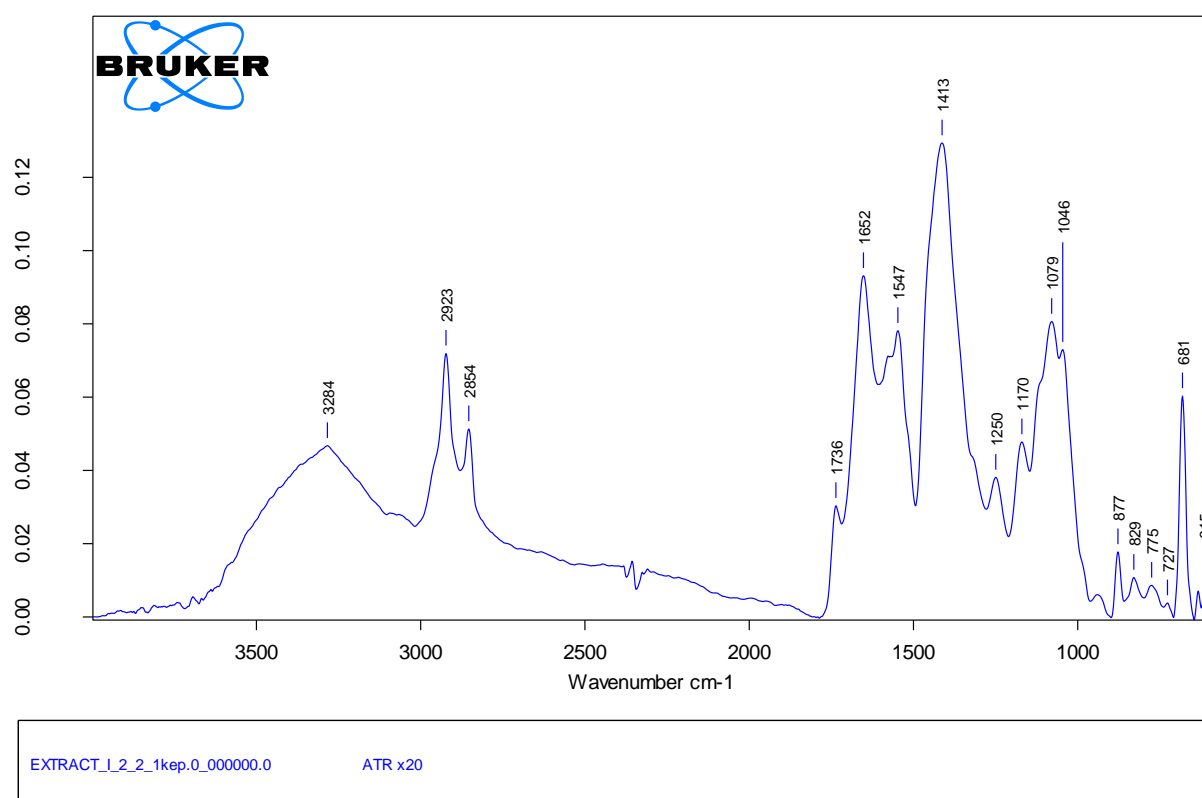
## I 2.2

Zsivkovits Mihály: Istenszülő; 1815, fatábla, tempera (?)

VT vizsgálatai alapján: alapozó: kréta, fehér pigment: ólomfehér, bárium-szulfát (?), fekete (szén?), sárga (vas tartalmú?)



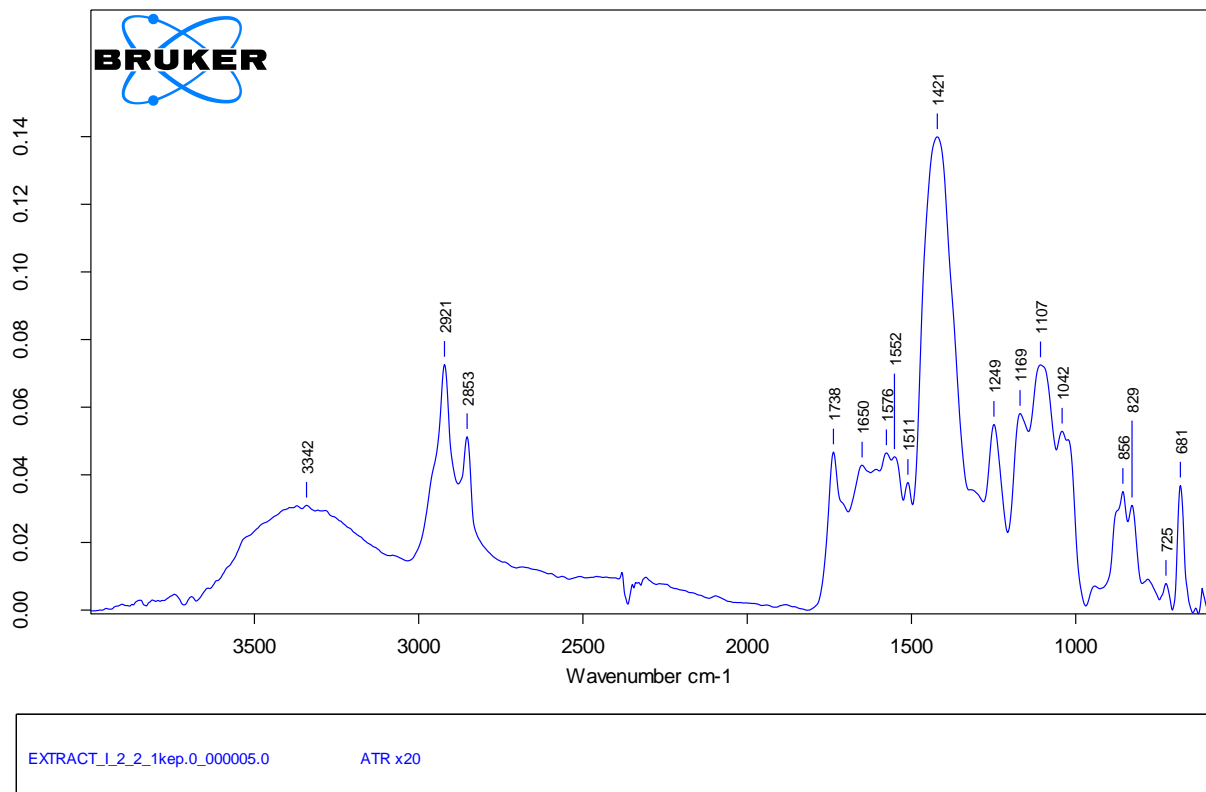
117. kép: Az I 2.2 jelű minta mérési pontjai



118. kép: Az I 2.2 jelű minta „0” jelű spektruma

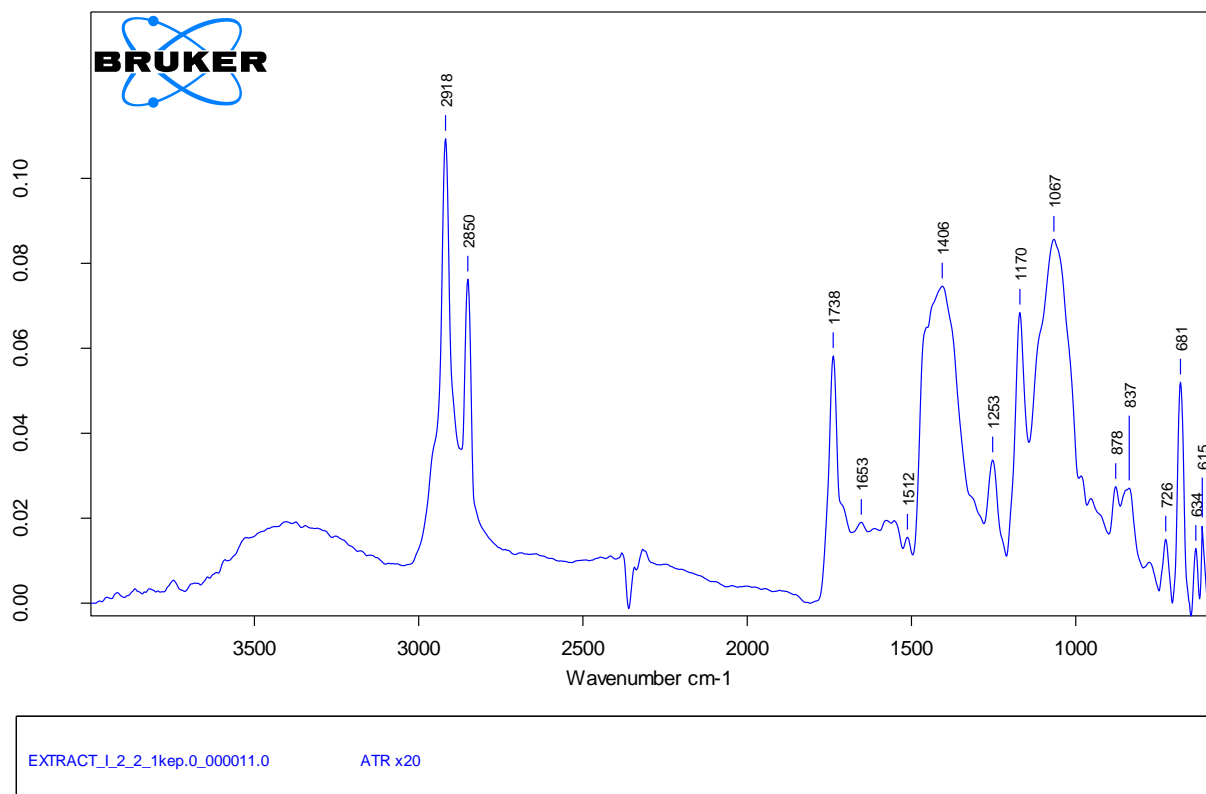
A spektrumon a 3284 cm<sup>-1</sup>-nél látható abszorpció fehérje tartalomra utalhat, ezt megerősítik az 1652 cm<sup>-1</sup>-nél és 1547 cm<sup>-1</sup>-nél jelentkező sávok. Az 1736 cm<sup>-1</sup>-nél látható sáv

olajat jelezhet, az erős metilén abszorpciók (2923 és 2854  $\text{cm}^{-1}$ -nél) is alátámasztják ezt. A rétegben ólomfehérre (1413, 1045, 681  $\text{cm}^{-1}$ ) és szilikátra (1070, 775, 615  $\text{cm}^{-1}$ ) utaló sávok is láthatóak, de a pontos szeretlen összetétel meghatározásához egyéb (SEM-EDS) vizsgálat lenne szükséges. Az ólomfehérnek előfordulhat rezgése 1740 és 1660  $\text{cm}^{-1}$  körül, ami befolyásolhatja a karbonil és az amid I rezgést. Néhány epoxi műgyantához tartozó sáv (1250, 829  $\text{cm}^{-1}$ ) szintén megjelenik.



119. kép: Az I 2.2 jelű minta 5-ös spektruma

A festékrétegről készített spektrumon a metilén csoportok ( $2921$  és  $2853\text{ cm}^{-1}$ ) mellett az olajra utaló sáv ( $1738\text{ cm}^{-1}$ ) is intenzíven jelentkezik. A fehérjére utaló sávok is láthatóak  $1650$  és  $1552\text{ cm}^{-1}$ -nél, valószínűleg az amid I és amid II abszorpciók jelennek meg. A spektrum további sávjai karbonát (ólomfehér  $1421$ ,  $681\text{ cm}^{-1}$ ) és szilikát ( $1069\text{ cm}^{-1}$ ) összetevőkre utalhatnak, de egyéb vizsgálatokkal lehetne a szervesetlen összetevőket (SEM-EDS) pontosan meghatározni. Az ólomfehér pigmentnek jelentkezhet sávja  $1740$  és  $1660\text{ cm}^{-1}$  körül, ami átfedhet az olaj karbonil és a fehérje amid I rezgésével. A beágyazó gyanta sávjai is megjelennek  $1511$ ,  $1249$  és  $829\text{ cm}^{-1}$ -nél.



120. kép: Az I 2.2 jelű minta 11-es spektruma

A 11-es spektrumon nagyon erősek a metilén ( $2918$  és  $2850\text{ cm}^{-1}$ ) sávok, és az olaj tartalomra utaló sáv  $1739\text{ cm}^{-1}$ -nél. A beágyazó gyanta sávjai is megjelennek  $1512$  és  $1253\text{ cm}^{-1}$ -nél.  $1650$  és  $1550\text{ cm}^{-1}$  körül gyenge abszorpciók láthatóak, amelyek jelezhetnek fehérjét. A további sávok karbonát és szilikát vegyületekre utalnak, de a pontosabb anyag meghatározáshoz egyéb műszeres vizsgálatokra (pl. SEM-EDS) is szükség lenne.

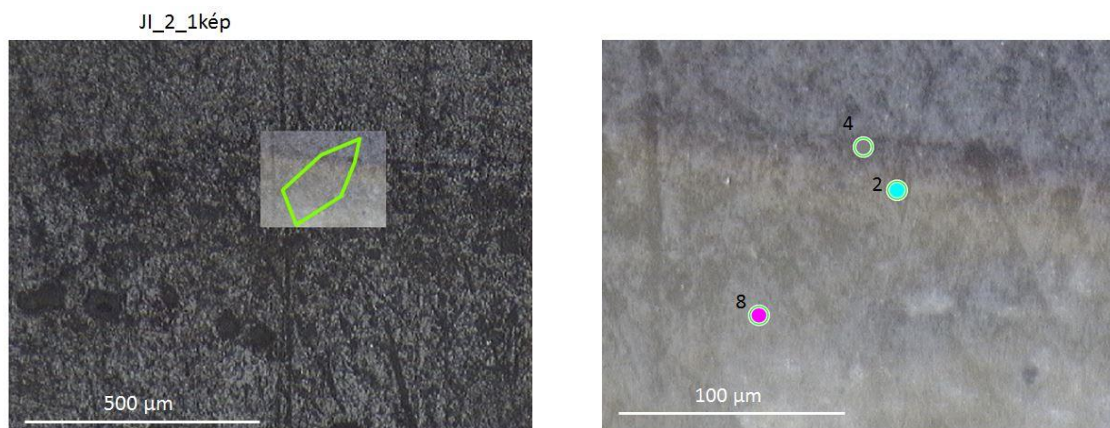
A festményről készített spektrumok szerint az alapozóban a fehérje mellett valószínűleg kisebb mennyiségű olaj is található, a festékréteg kötőanyaga pedig nagyrészt olaj, esetleg kevés fehérjével. Az ólomfehér pigment rendelkezhet olyan sávokkal, amelyek átfedhetnek a karbonil és az amid I rezgéssel. Mivel a mért pontok a szomszédos rétegekhez közel esnek, az is elképzelhető, hogy az alapozóban látható olaj és a festékrétegben látható fehérje tartalom oka a műszer beállításának pontatlanságából, vagy az ATR fej szennyeződéséből adódik a mérés közben. Az egyértelmű anyag meghatározáshoz más típusú vizsgálatok (pl. GC-MS) lennének szükségesek.

## Ji 2

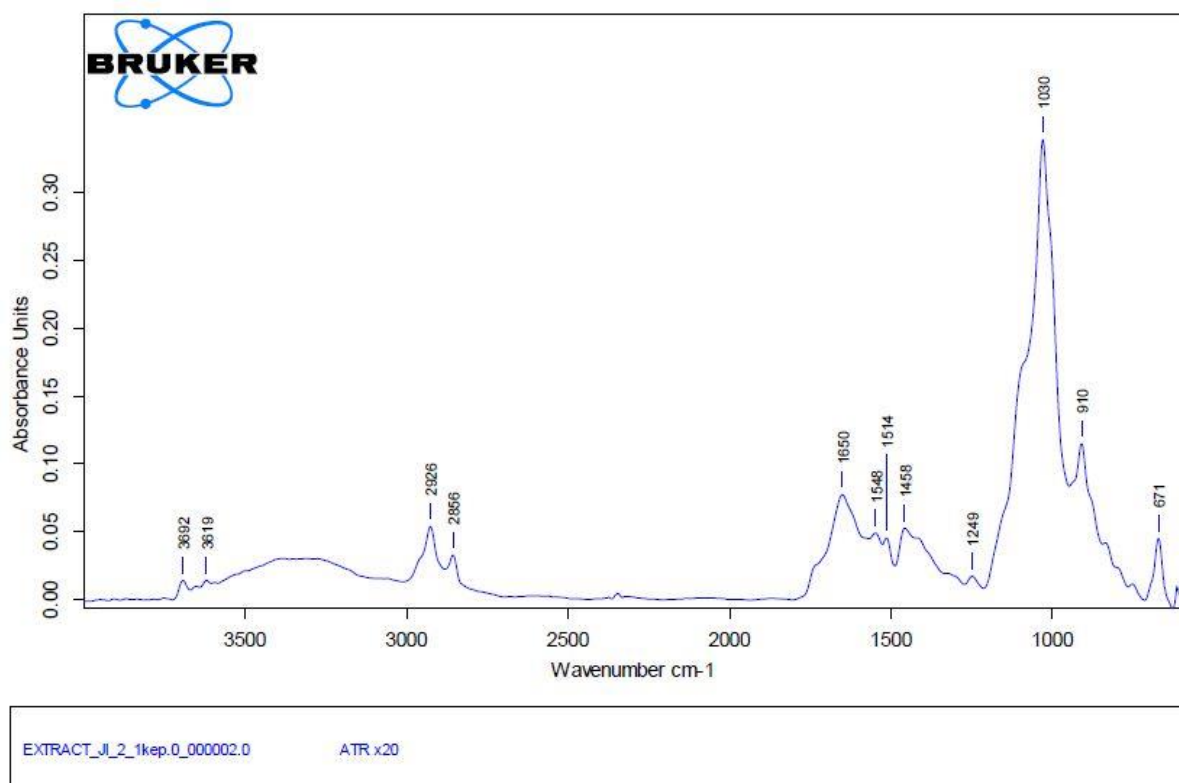
**Ismeretlen nyugat-ukrán vagy szerb ikonfestő: Naptárikon (május hónap), 18. sz.**

vége/19. sz. eleje, fatábla,

DJNY vizsgálatai alapján: alapozó: gipsz



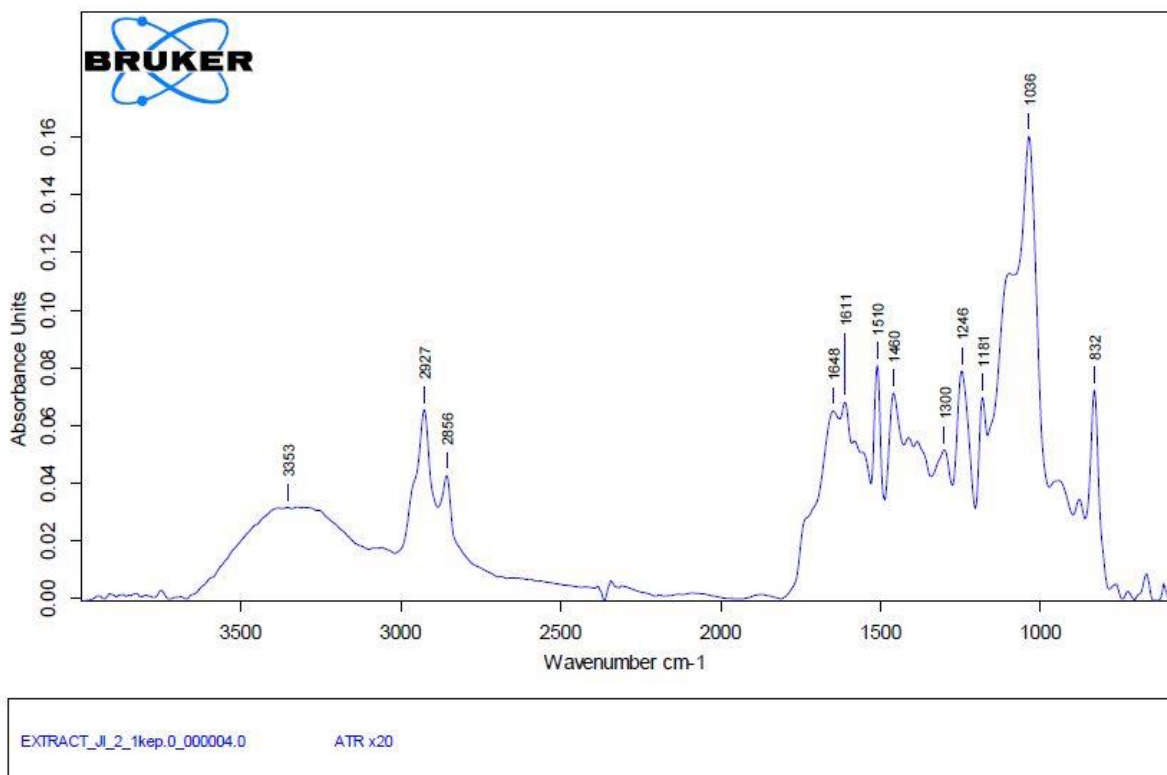
121. kép: A Ji 2 jelű minta mérési pontjai



122. kép: A Ji 2 jelű minta 2-es spektruma

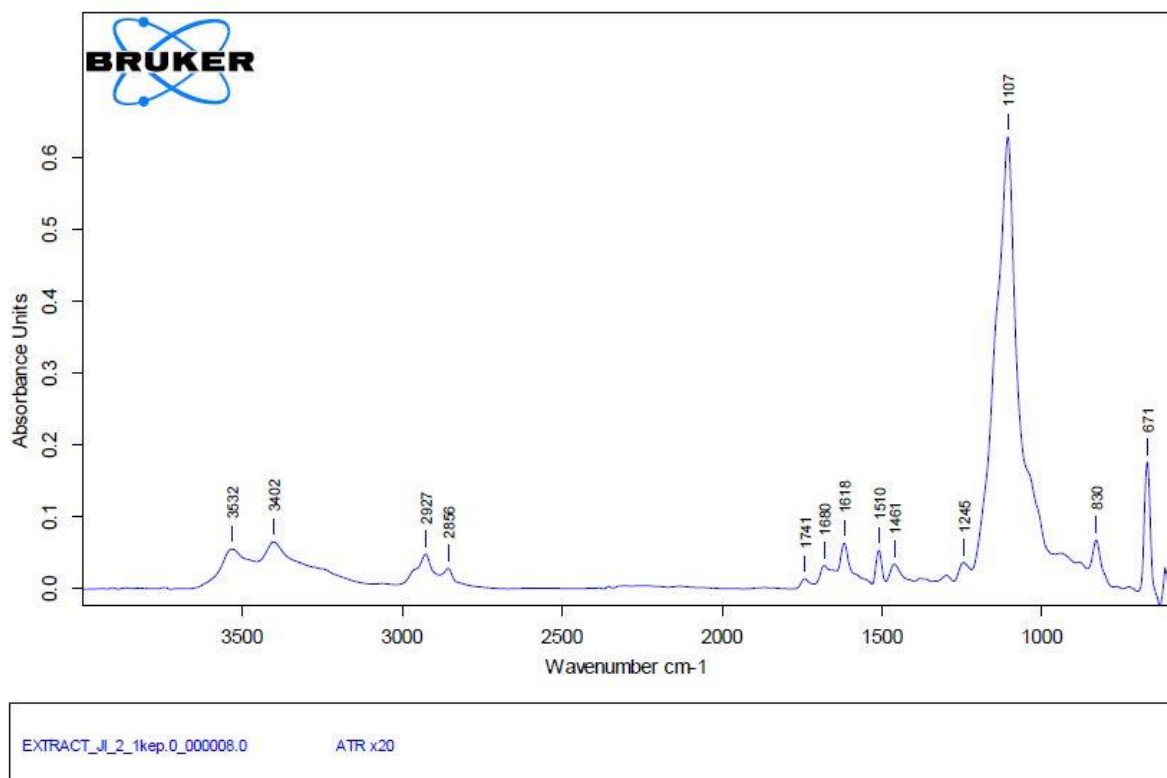


A 2-es spektrumon 3692 és 3619  $\text{cm}^{-1}$ -nél jelentkező gyenge abszorpciók agyagásvány jelenlétére utalhatnak, ezt megerősítik az éles sávok 1030 és 910  $\text{cm}^{-1}$ -nél (esetleg kaolinit?). A szerves összetevőket a kevésbé intenzív metilén sávok jelzik 2926 és 2856  $\text{cm}^{-1}$ -nél, valamint a 1650 és 1548  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható rezgések, amelyek valószínűleg a fehérjék amid I és II kötéseéhez tartoznak. 1514 és 1249  $\text{cm}^{-1}$ -nél a műgyanta sávjai jelennek meg, 1458  $\text{cm}^{-1}$ -nél vagy a fehérje karakterisztikus sávja, vagy egy szervesetlen összetevő sávja jelenik meg.



123. kép: A Ji 2 jelű minta 4-es spektruma

A 4-es spektrumon az 1648 és 1550  $\text{cm}^{-1}$  körül található vállak kivételével az összes sáv a beágyazó gyantához tartozik. Az említett abszorpciók fehérje jelenlétére utalhatnak.



124. kép: A Ji 2 jelű minta 8-as spektruma

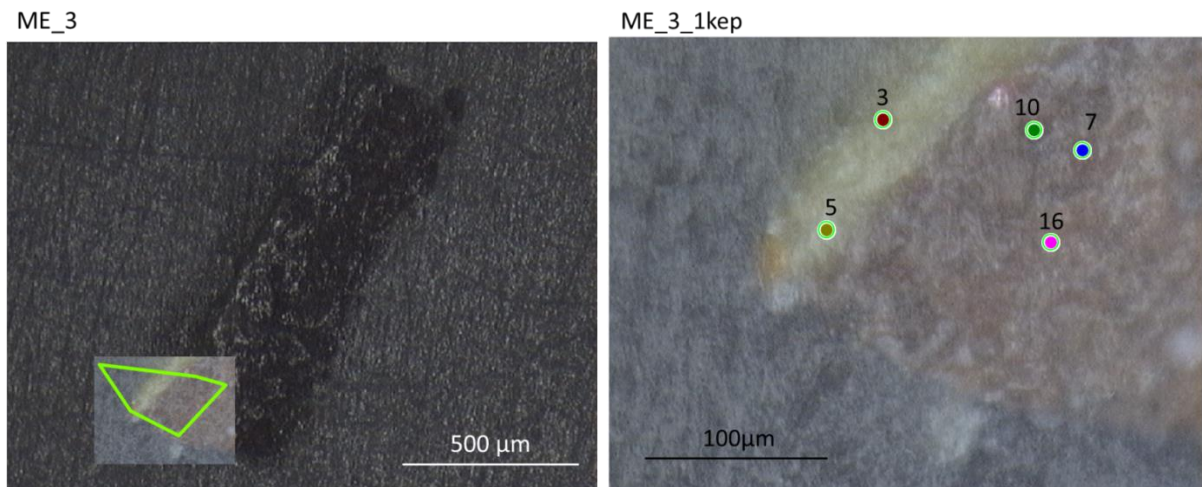
A 8-as spektrumon a gipsz ( $3532, 3402, 1680, 1618, 1107 \text{ cm}^{-1}$ ) sávok mellett az epoxi rezgések ( $1510, 1461, 1245, 830 \text{ cm}^{-1}$ ) dominálnak.  $1741 \text{ cm}^{-1}$ -nél jelentkezik a gyenge abszorpció, ami az olaj tartalomra utalhat.

A minta 2-es spektrumán az agyagásvány és epoxi sávok mellett fehérje kötőanyagra jellemző sávok találhatóak. A 4-es felvételen az epoxi mellett amid I és II kötés rezgések jelennek meg (fehérje), a 8-ason pedig nagyon gyenge olaj tartalomra utaló sáv. A biztos eredményekhez további mérések vagy más típusú tesztek (GC-MS) is szükségesek lennének.

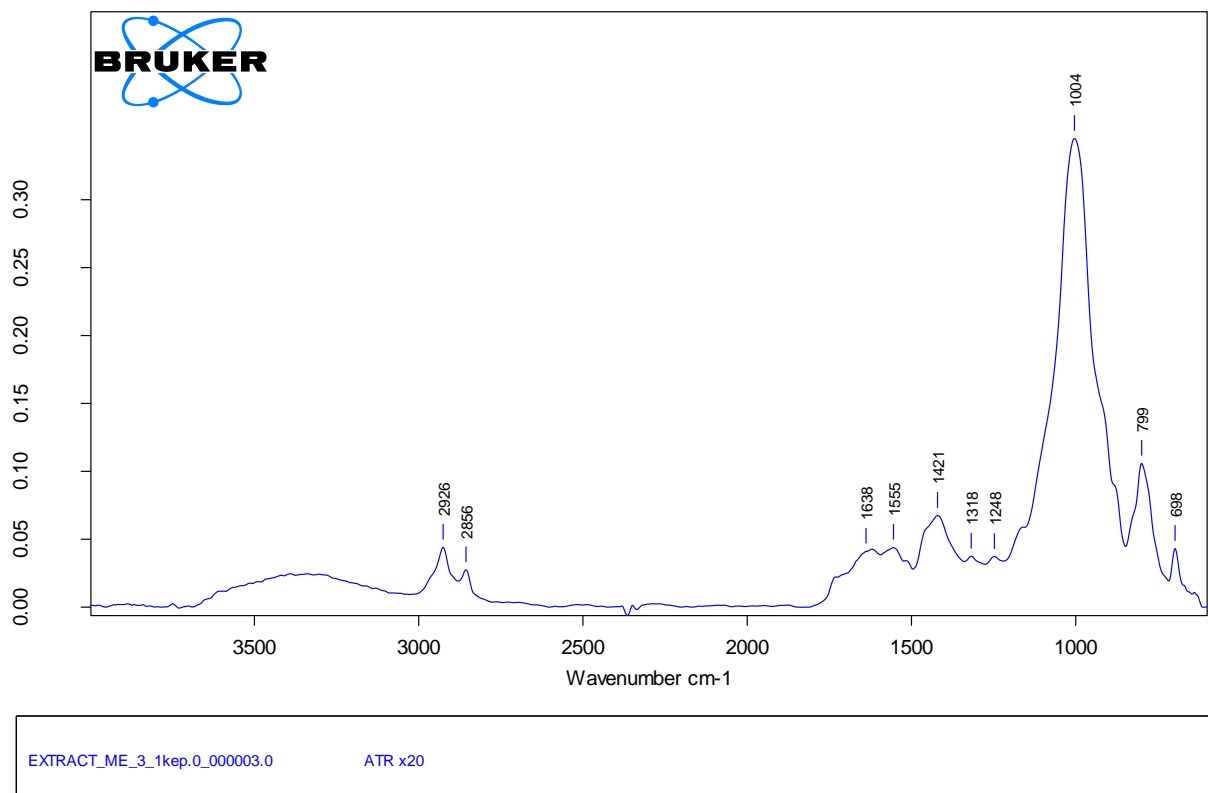
## ME 3

Ismeretlen festő: Ismeretlen próféta, 18. sz. vászon, olaj (?)

ME vizsgálata alapján: festékrétegekben: ólomfehér, ólom tartalmú sárga (?)



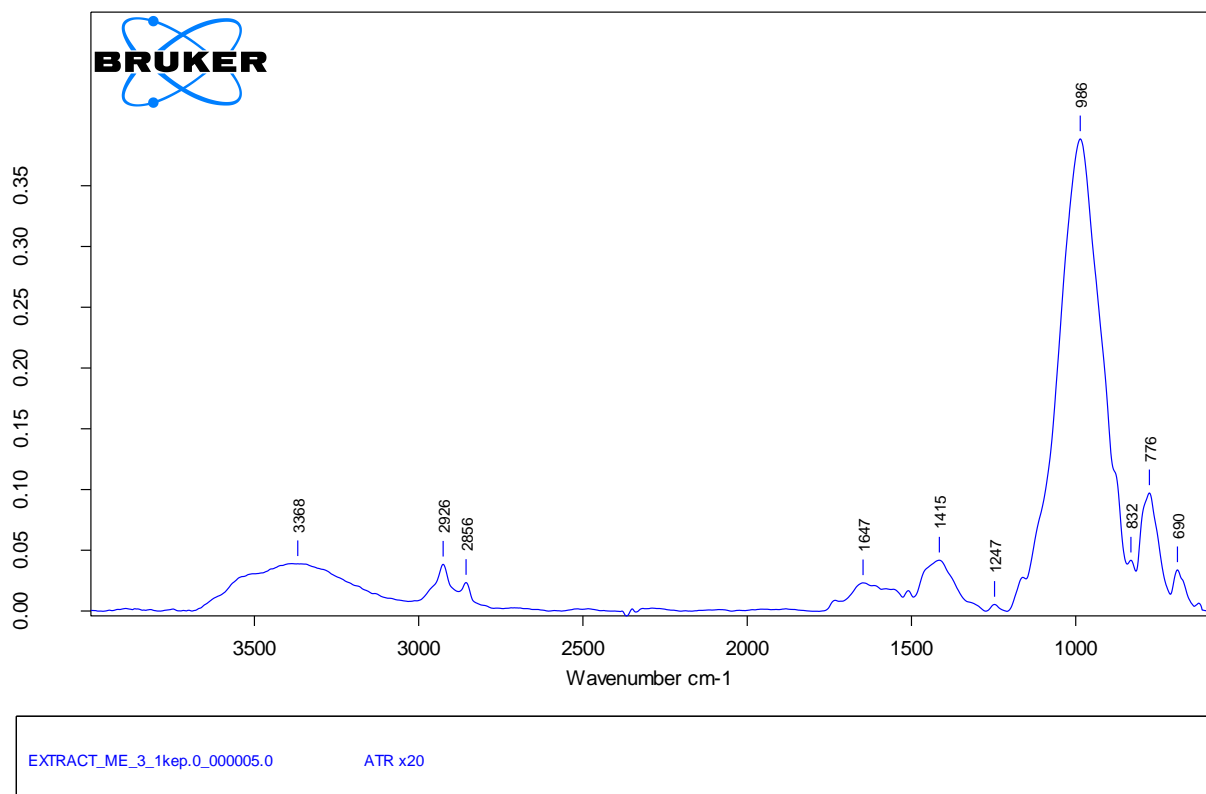
125. kép: Az ME 3 jelű minta 1. felvételének mérési pontjai



126. kép: Az ME 3 jelű minta 1. felvételének 3-as spektruma

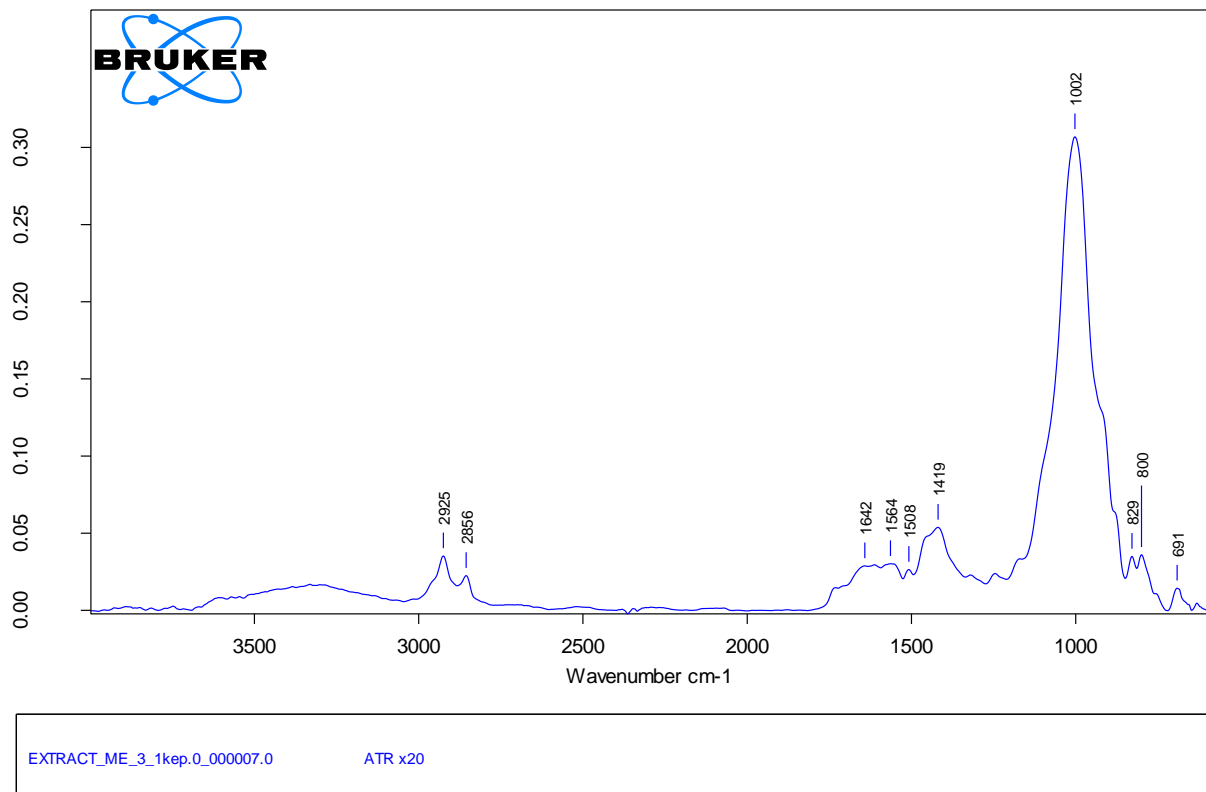
A minta festékrétegeről felvett 3-as spektrumon a metilén sávok ( $2926$  és  $2856\text{ cm}^{-1}$ ) szerves anyag tartalmat jeleznek, a gyenge sávok  $1638$ ,  $1555$  és  $1318\text{ cm}^{-1}$ -nél utalhatnak fehérje kötőanyagra. Az  $1421\text{ cm}^{-1}$  körüli erősebb abszorpció karbonátos anyagra jellemzők,

az intenzív 1004 és 799  $\text{cm}^{-1}$  körüli sávok pedig szilikát összetevőt jelezhetnek. Az epoxi 1248  $\text{cm}^{-1}$ -nél található sávja szintén megjelenik.



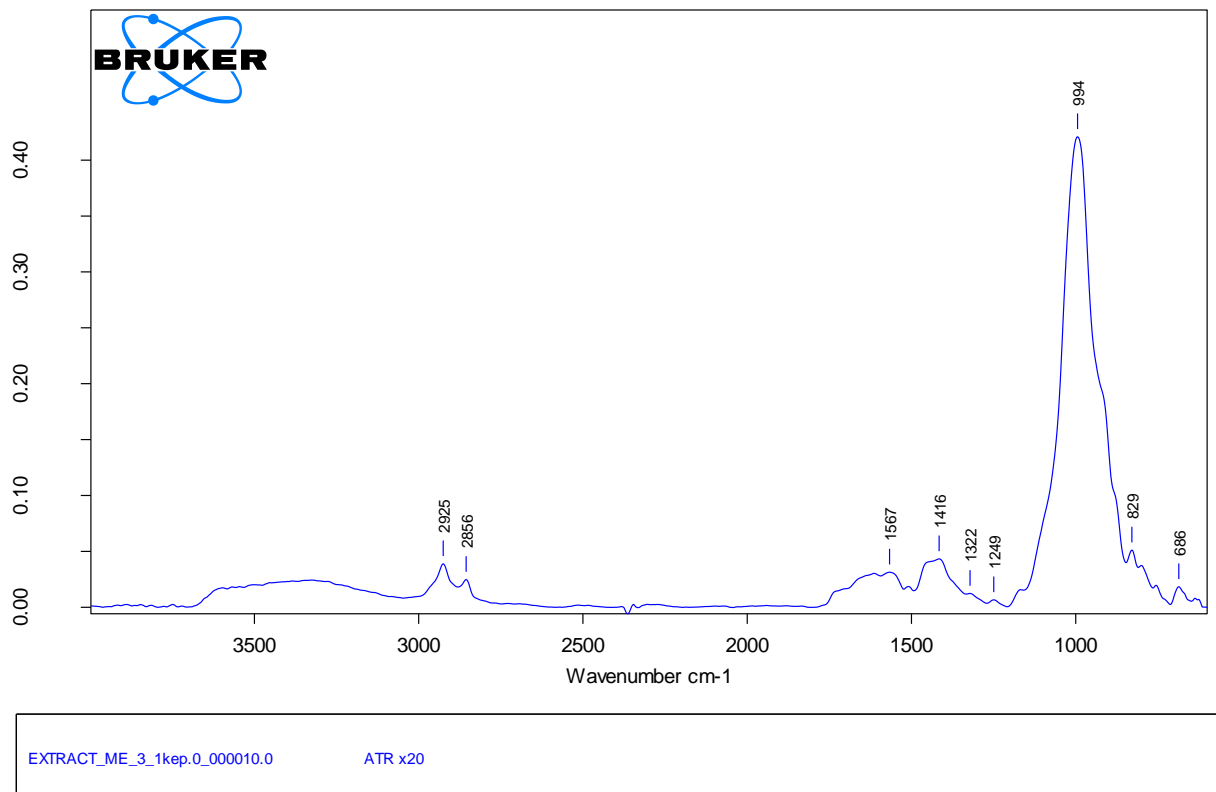
127. kép: Az ME 3 jelű minta 1. felvételének 5-ös spektruma

A szintén a festékrétegről készített 5-ös spektrumon a legerősebb abszorpciók (986, 776  $\text{cm}^{-1}$ ) ebben az esetben is valamilyen szilikátos anyaghoz társulnak. Karbonátokra jellemző sáv található 1415  $\text{cm}^{-1}$  körül, az epoxi néhány sávja (1247, 832  $\text{cm}^{-1}$ ) szintén megjelenik. A metilén sávok 2926 és 2856  $\text{cm}^{-1}$ -nél kevésbé élesek, az 1647  $\text{cm}^{-1}$  körül látható gyenge abszorpció utalhat fehérje tartalomra.



128. kép: Az ME 3 jelű minta 1. felvételének 7-es spektruma

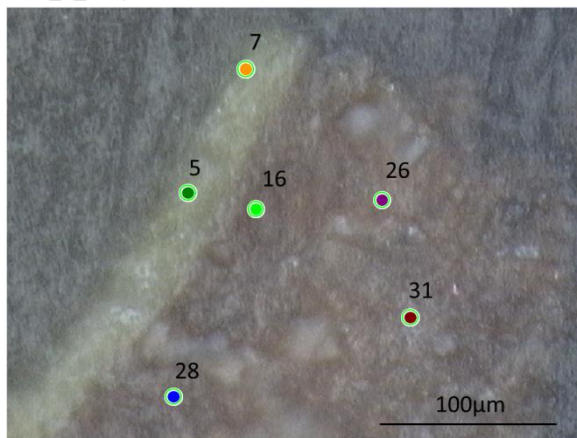
Az alapozóról felvett 7-es spektrumon a karbonát ( $1419, 691 \text{ cm}^{-1}$ ) és szilikát ( $1002, 800 \text{ cm}^{-1}$ ) összetevők mellett a szerves anyagokra a metilén csoportok ( $2925$  és  $2856 \text{ cm}^{-1}$ ) és az  $1642, 1564 \text{ cm}^{-1}$  (fehérje) körüli sávok utalnak. Az epoxi két sávja ( $1508$  és  $829 \text{ cm}^{-1}$ ) szintén látható a felvételen.



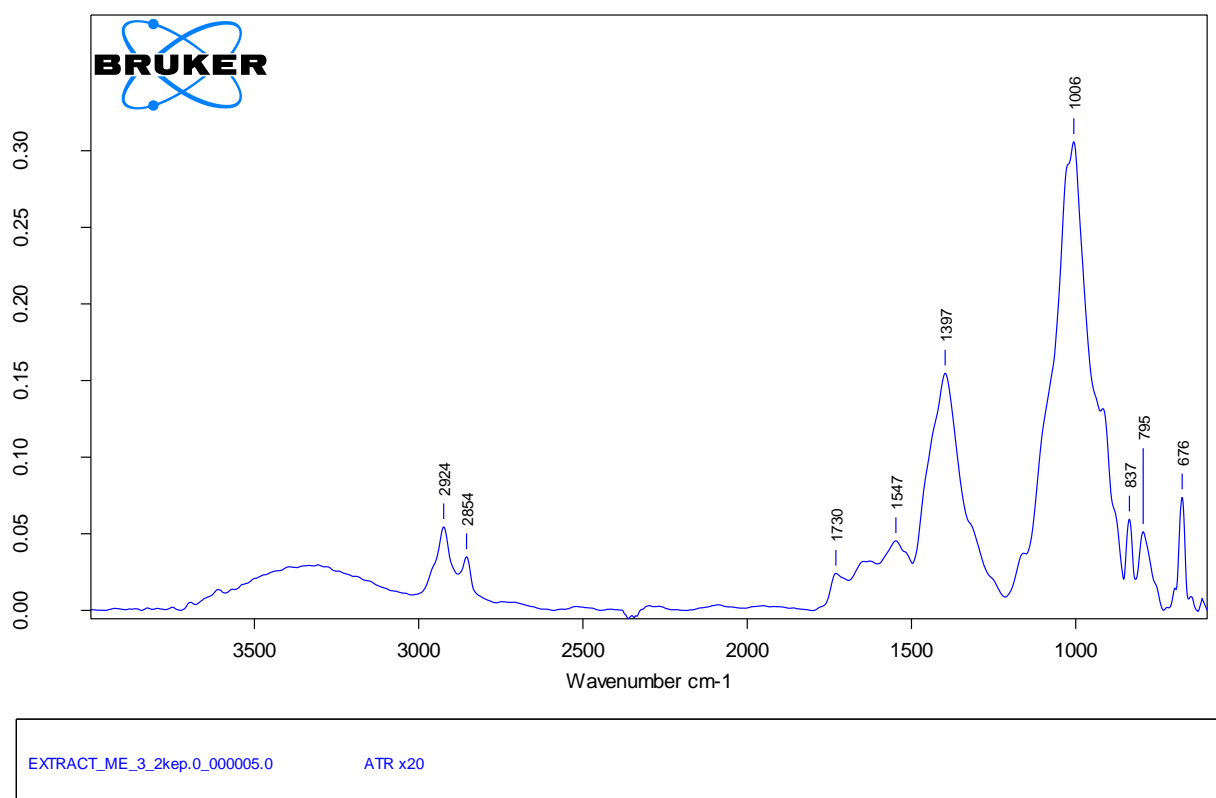
129. kép: Az ME 3 jelű minta 1. felvételének 10-es spektruma

Szintén az alapozóról készült a 10-es spektrum, amelyen a metilén abszorpciók gyengén jelentkeznek (2925 és 2856 cm<sup>-1</sup>), az epoxi két sávja 1249 és 829 cm<sup>-1</sup> körül megjelenik. Az 1416 és 686 cm<sup>-1</sup> körüli sáv karbonátra (ólomfehérre?), a 994 cm<sup>-1</sup>-nél jelentkező pedig talán szilikátra utal. Fehérje tartalmat jelezhet a gyenge abszorpció 1567 és 1322 cm<sup>-1</sup> körül.

ME\_3\_2kep

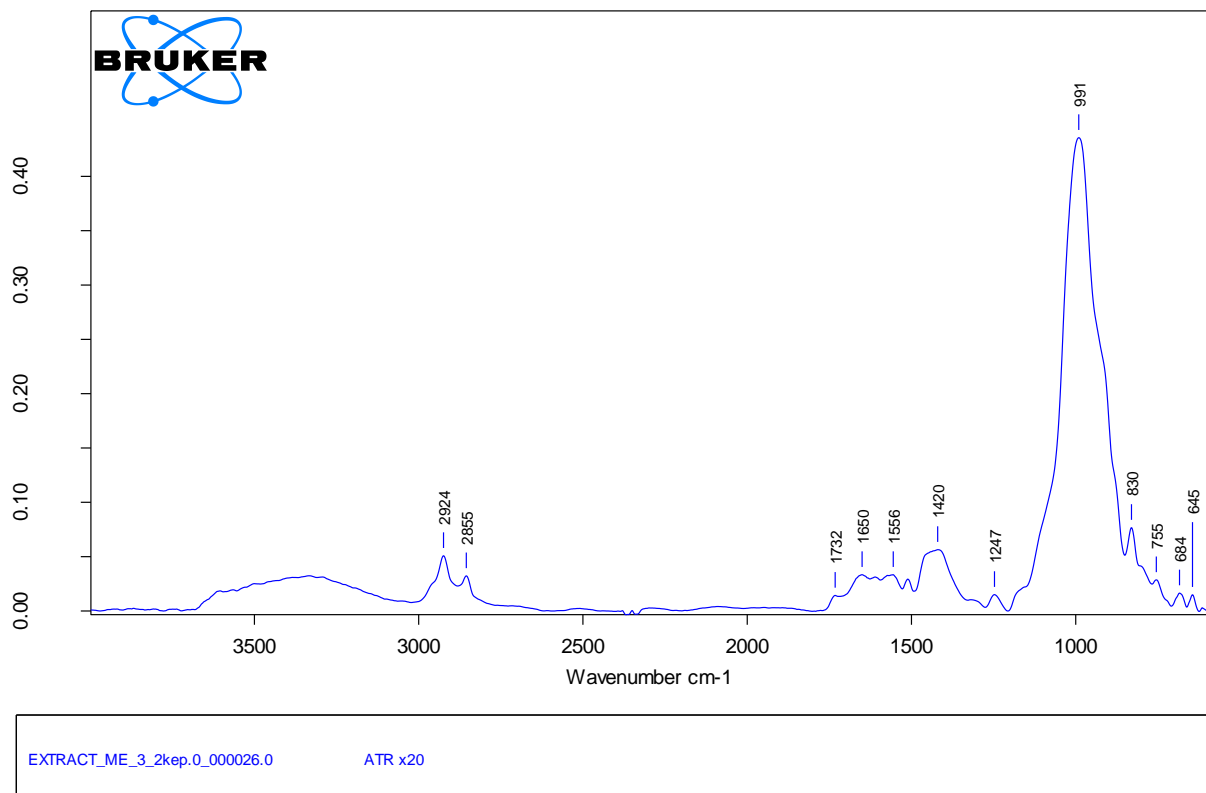


130. kép: Az ME 3 jelű minta 2. felvételének mérési pontjai



131. kép: Az ME 3 jelű minta 2. felvételének 5-ös spektruma

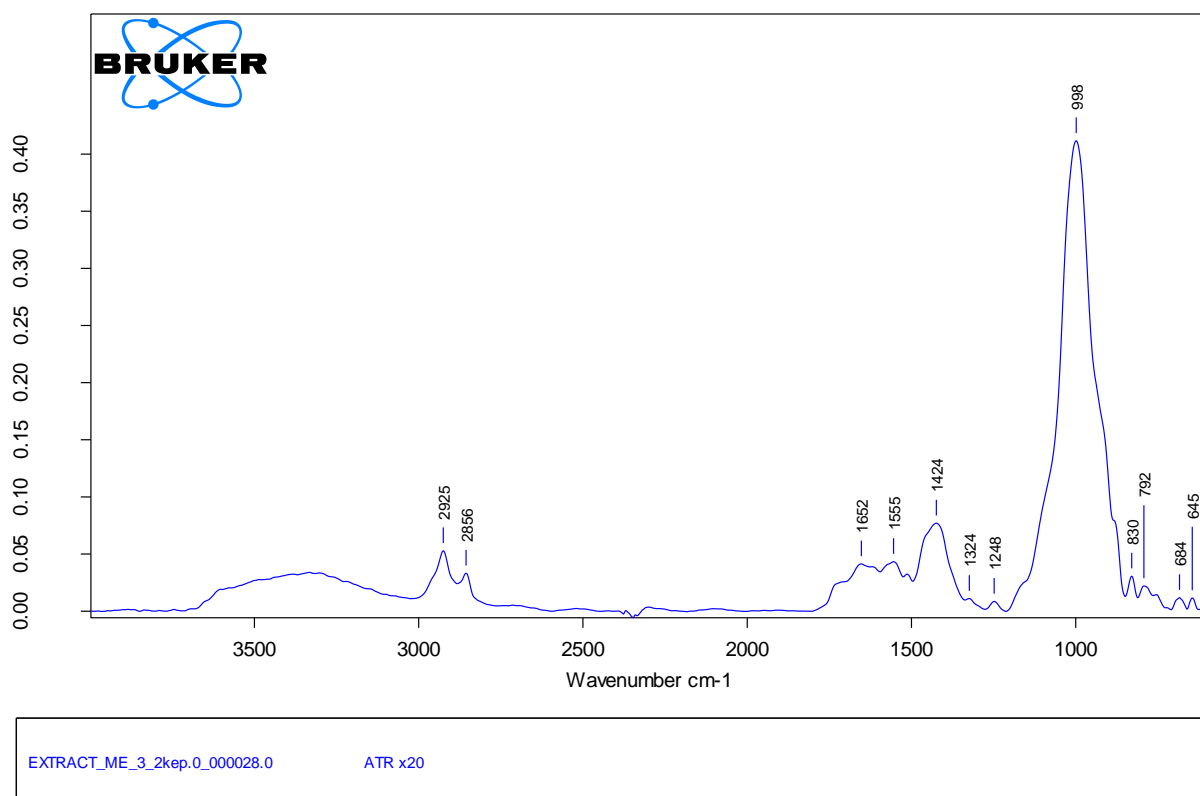
A mintáról egy második sorozat mérés is készült. A festékrétegről felvett 5-ös spektrumon az ólomfehérre ( $1397, 676 \text{ cm}^{-1}$ ) és szilikátra ( $1006 \text{ cm}^{-1}$ ) jellemző sávok mellett viszonylag erősek a metilén abszorpciók ( $2924$  és  $2854 \text{ cm}^{-1}$ ). Az olajat jelző sávon ( $1730 \text{ cm}^{-1}$ ) kívül  $1547 \text{ cm}^{-1}$ -nél is megjelenik egy sáv, ami ólom tartalmú pigment és öregedett száradó olaj esetén fémszappanra is utalhat a festékrétegben. Az  $1730 \text{ cm}^{-1}$  körüli sávnál a szerves anyag és az ólomfehér abszorpciója átfedhet.



132. kép: Az ME 3 jelű minta 2. felvételének 26-os spektruma

A 26-os spektrum a minta alapozórétegről készült. A szilikátra ( $991\text{ cm}^{-1}$ ) és ólomfehérre ( $1420, 684\text{ cm}^{-1}$ ) jellemző sávok mellett néhány epoxi sáv ( $1247, 830\text{ cm}^{-1}$ ) is jelentkezik. A szerves anyagokra a metilén sávok ( $2924$  és  $2855\text{ cm}^{-1}$ ) és az ujjenyomat régióban  $1732\text{ cm}^{-1}$ -nél látható nagyon gyenge abszorpció (olaj?), és az  $1650, 1556\text{ cm}^{-1}$  körüli kötésrezgések (fehérje?) utalnak. Az ólomfehér gyenge sávja  $1730\text{ cm}^{-1}$  körül átfedhet az olajhoz tartozó rezgéssel, valamint a pigmentnek jelentkezhet abszorpciója  $1650\text{ cm}^{-1}$  körül is, ami az amid I rezgést takarhatja ki.





133. kép: Az ME 3 jelű minta 2. felvételének 28-as spektruma

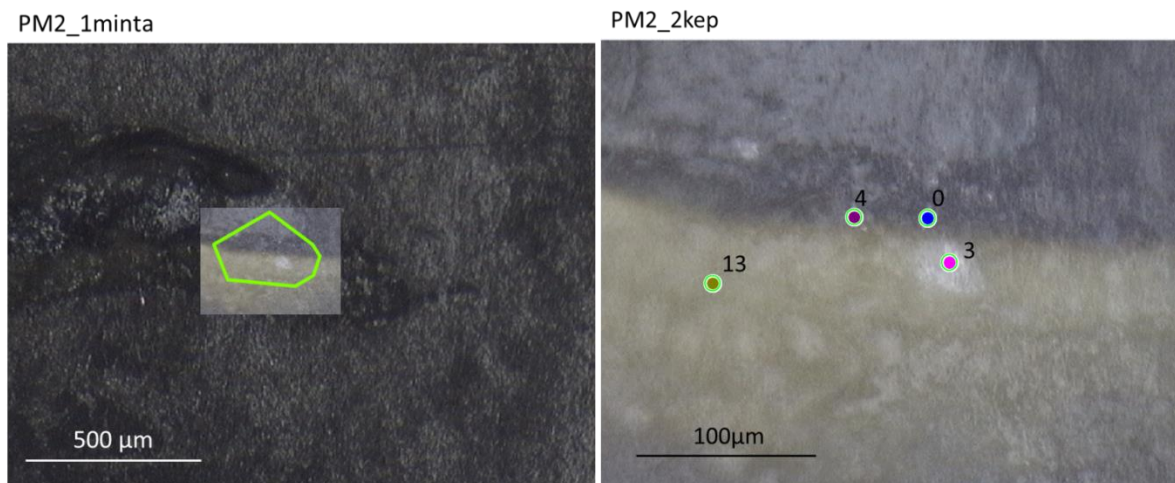
A 28-as spektrum szintén az alapozóról készült. Hasonlóan a 26-os spektrumhoz szilikátra ( $998\text{ cm}^{-1}$ ) és ólomfehérre ( $1424, 684\text{ cm}^{-1}$ ) jellemző szervesen sávok mellett a beágyazó anyag sávjai láthatóak  $1248$  és  $830\text{ cm}^{-1}$ -nél. A kötőanyagra a metilén sávok ( $2925$  és  $2856\text{ cm}^{-1}$ ) és az  $1652, 1555, 1324\text{ cm}^{-1}$  (fehérje?) körül látható gyenge abszorpciók utalnak.

A minta alapozó rétegében fehérjére utaló sávok találhatóak, de a karbonátos és szilikátos szervesen sávok miatt gyengén jelentkeznek a szerves alkotórészek abszorpciói. A festékrétegben az olaj tartalomra nagyon gyenge sávok utalnak, amelyek átfedhetnek az ólomfehér abszorpciójával. Néhány festékrétegről készített spektrumon fehérjére jellemző sávok is találhatóak, de ezek bizonytalanok. Az ólomfehér pigment rendelkezhet olyan sávval is ( $1650\text{ cm}^{-1}$  körül), ami a fehérje amid I abszorpciójával átfedhet. Mivel a festmény kora és megjelenése alapján olajfestmény lehet, ezért felmerül a műszer beállításának pontatlansága, vagy az ATR fej szennyeződése mérés közben. A 2. kép 5-ös spektrumán elképzelhető, hogy fémszappant jelző sáv található, ami megerősíti a száradó olaj használatát a festékrétegben. A beágyazó anyag sávjai az összes felvételen megjelennek. A pontosabb eredményekhez kiegészítő vizsgálatok (pl. GC-MS) lennének szükségesek.

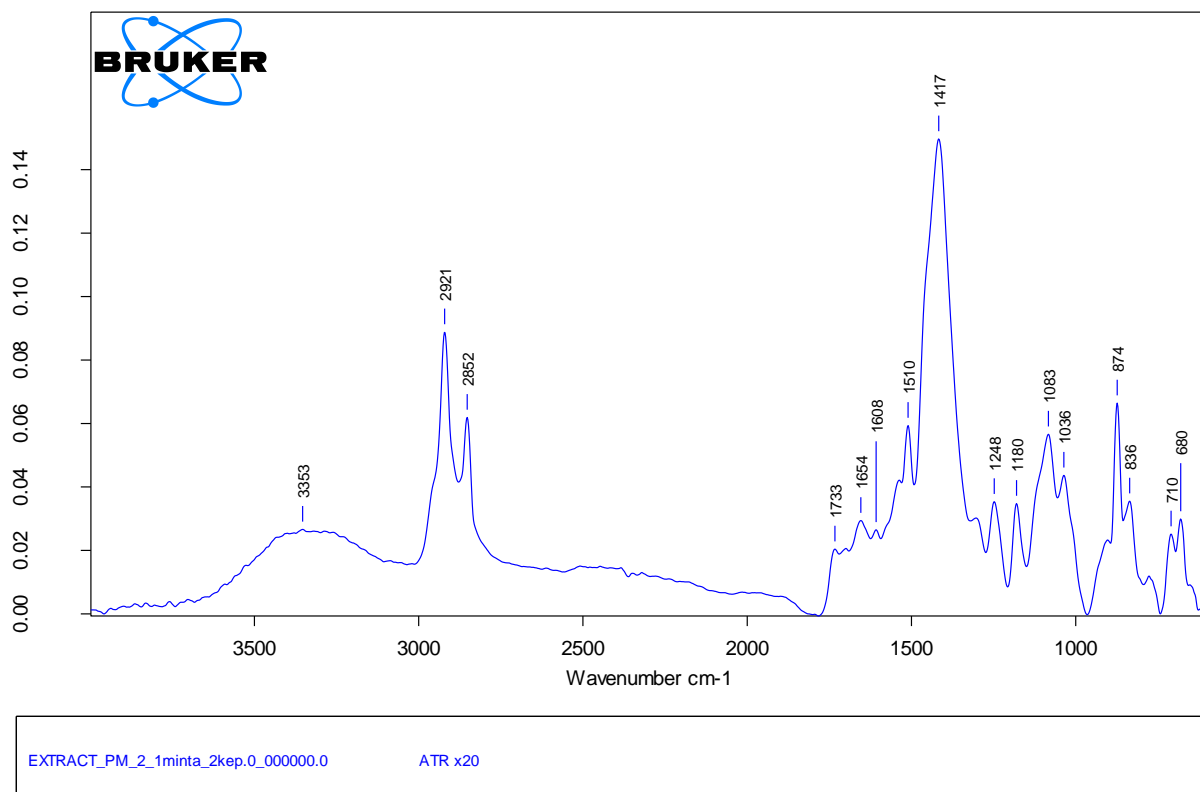
## PM

Ismeretlen festő: Fiala nő arcképe, 1845 körül, vászon, olaj (?)

PM vizsgálatai alapján: alapozó: ólomfehér (?), festékréteg: poroszkék (?)

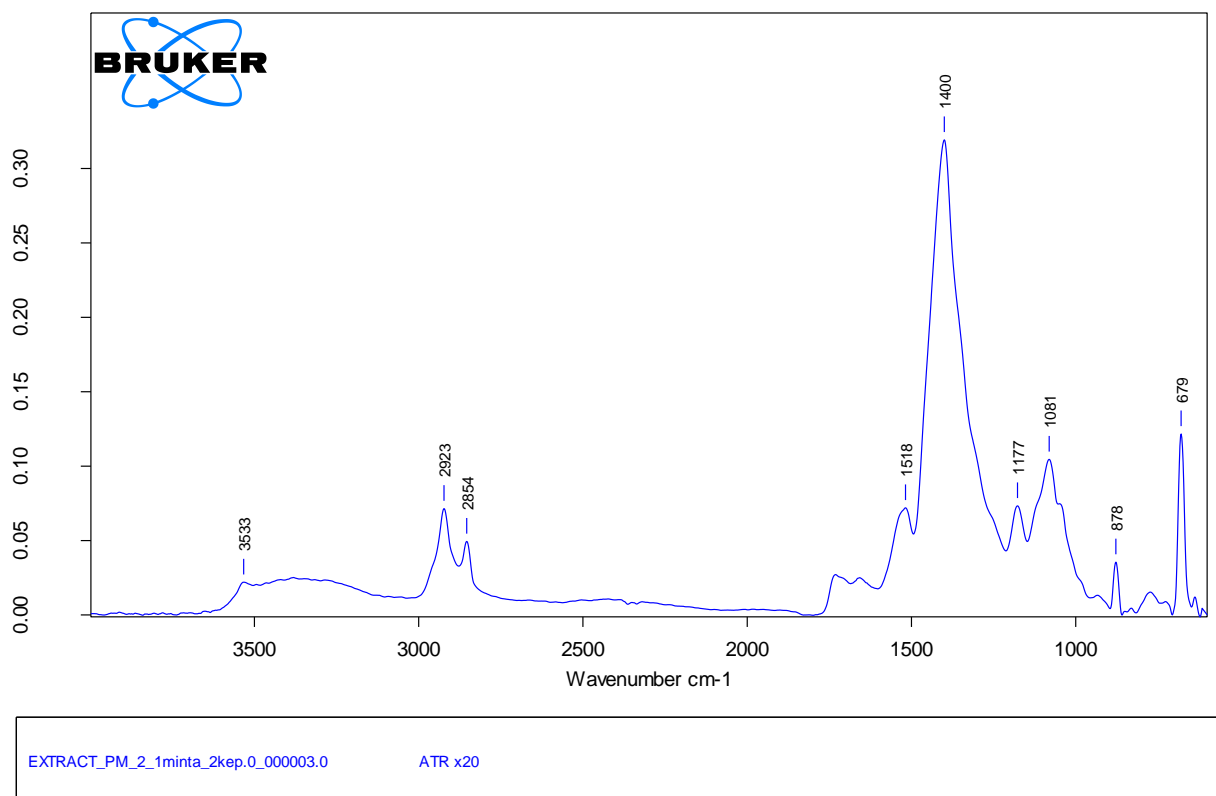


134. kép: Az PM 2 jelű minta mérési pontjai



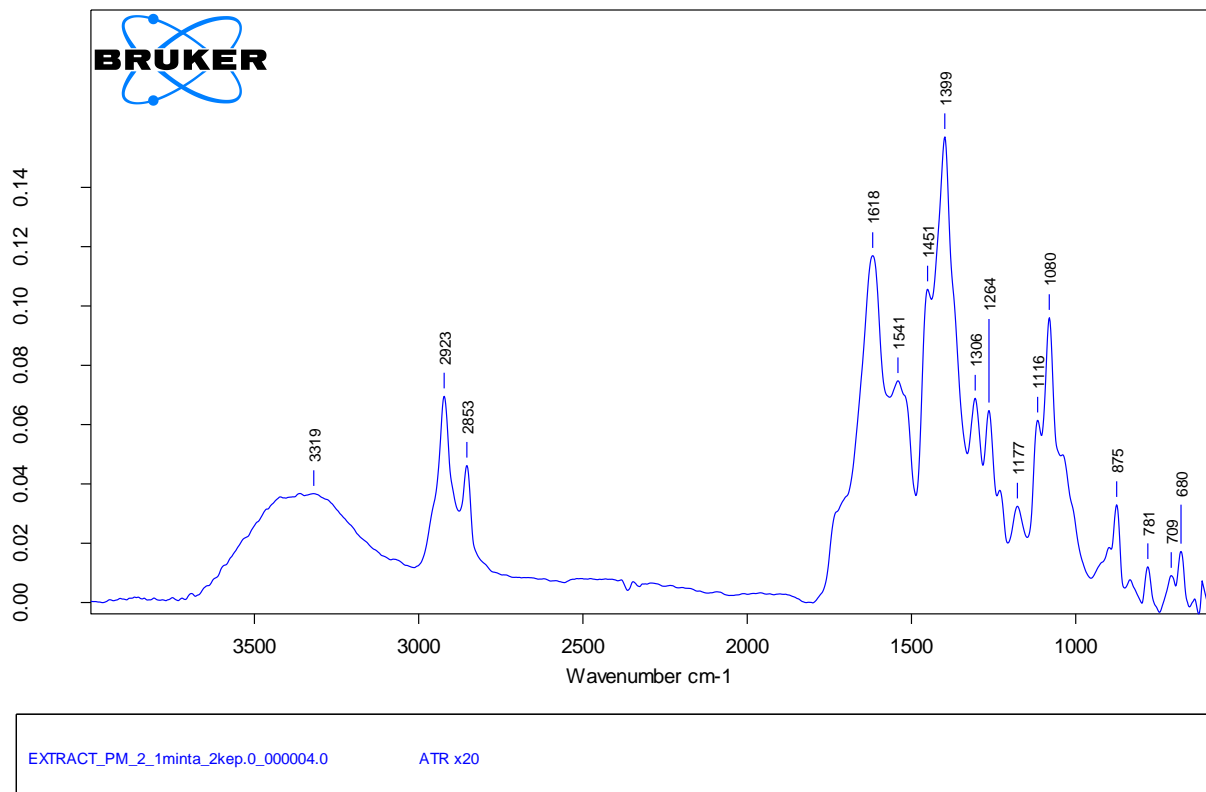
135. kép: Az PM 2 jelű minta „0” jelű spektruma

A festékrétegről készített spektrumon nagyon intenzívek a metilén sávok (2921 és 2852  $\text{cm}^{-1}$ ), valamint a beágyazó anyag sávjai (1608, 1510, 1248, 1180, 1036, 836  $\text{cm}^{-1}$ ). Karbonátokat (ólomfehér (?) 1417, 680  $\text{cm}^{-1}$  és kalcium karbonát (?) 1083, 874, 710  $\text{cm}^{-1}$ ) jelző sávok mellett 1654  $\text{cm}^{-1}$ -nél fehérjére utaló sáv jelenik meg, és 1733  $\text{cm}^{-1}$ -nél nagyon gyenge abszorpció, amit az olaj tartalomra jellemző. Az ólomfehér pigment rezgéseiben azonban mindkét kötőanyagra jellemző abszorpciót átfedhetik (lásd standardok).



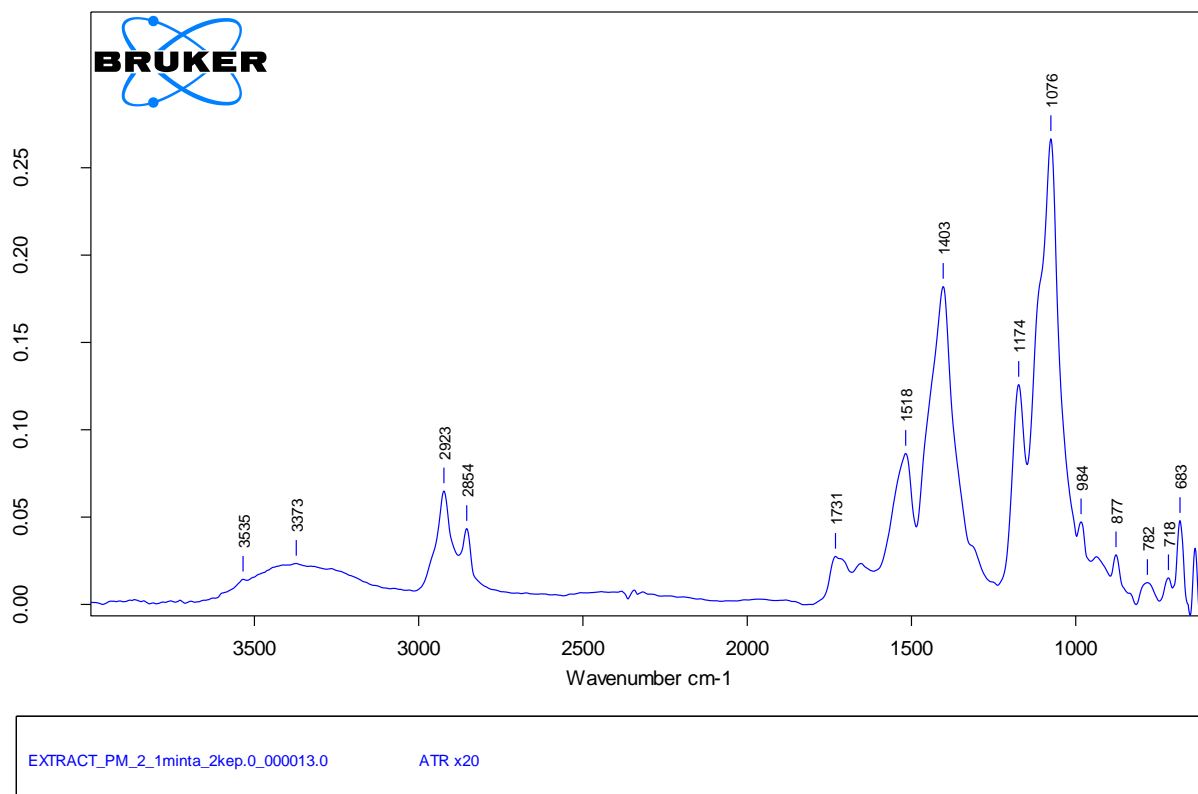
136. kép: Az PM 2 jelű minta 3-as spektruma

A 3-as spektrum az alapozóról készült, amelyen ólomfehérre (3533, 1400, 679  $\text{cm}^{-1}$ ) és egyéb karbonátra (1081, 878  $\text{cm}^{-1}$ ) jellemző sávokon kívül az epoxihoz (1518  $\text{cm}^{-1}$ ) tartozó sáv különíthető el. A szerves anyagokra a metilén abszorpciók (2923 és 2854  $\text{cm}^{-1}$ ) utalnak, 1700 és 1650  $\text{cm}^{-1}$  körül nagyon gyenge sávok jelentkeznek, amelyek a kötőanyaghoz, de az ólomfehérhez is köthetőek.



137. kép: Az PM 2 jelű minta 4-es spektruma

A festékrétegről készült a 4-es spektrum. Az intenzív szervesetlen összetevők karbonátok ( $1399, 1080, 875, 709, 680 \text{ cm}^{-1}$ ) lehetnek, talán gipsszel keverve ( $1618, 1116 \text{ cm}^{-1}$ ). Az epoxi sávok ( $1306, 1246, 1177 \text{ cm}^{-1}$ ) is erősen jelentkezik. Az  $1541 \text{ cm}^{-1}$ -nél látható sáv fehérje, esetleg fémszappan tartalomra utalhat.



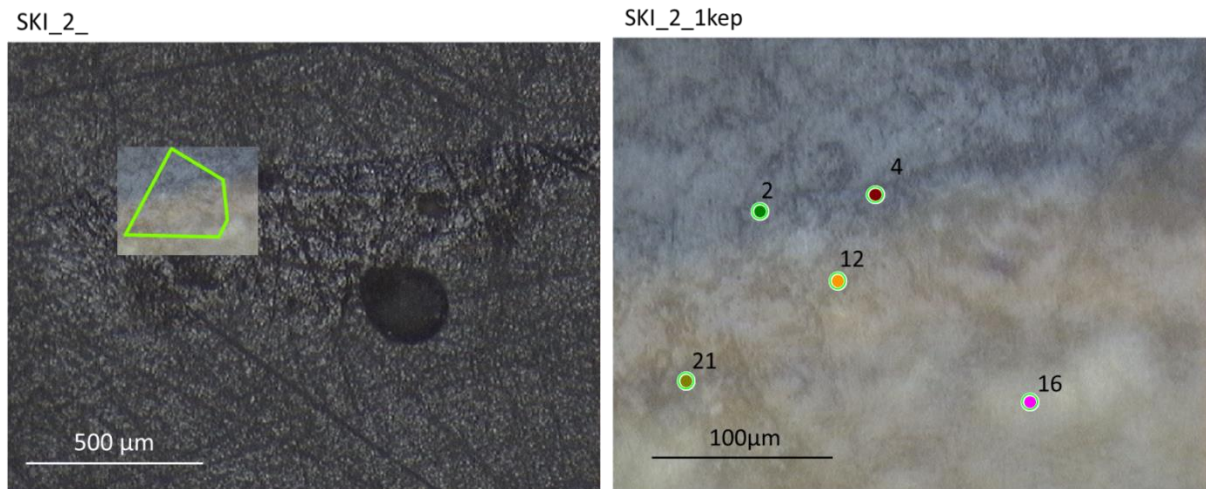
138. kép: Az PM 2 jelű minta 13-as spektruma

A 13-as spektrum szintén az alapozóról készült. A karbonátokra (ólomfehér (?)) 3535, 1403, 683 és kalcium-karbonát (?) 875, 718) jellemző szeretlen sávokon kívül a beágyazó gyanta sávjai (1518, 1174  $\text{cm}^{-1}$ ) is intenzíven jelentkeznek. Valamilyen egyéb szeretlen anyag (talán szilikát) is található a mintában, de ennek tisztázásához kiegészítő vizsgálatok (SEM-EDS) lennének szükségesek. 1731  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható az olaj tartalomra utaló sáv, a szerves anyag jelenlétét (olaj, beágyazó gyanta) a metilén abszorpciók (2923 és 2854  $\text{cm}^{-1}$ ) is alátámasztják. Az ólomfehér pigmentnek 1740  $\text{cm}^{-1}$  körül található gyenge rezgése, ami átfedhet a karbonil sávval.

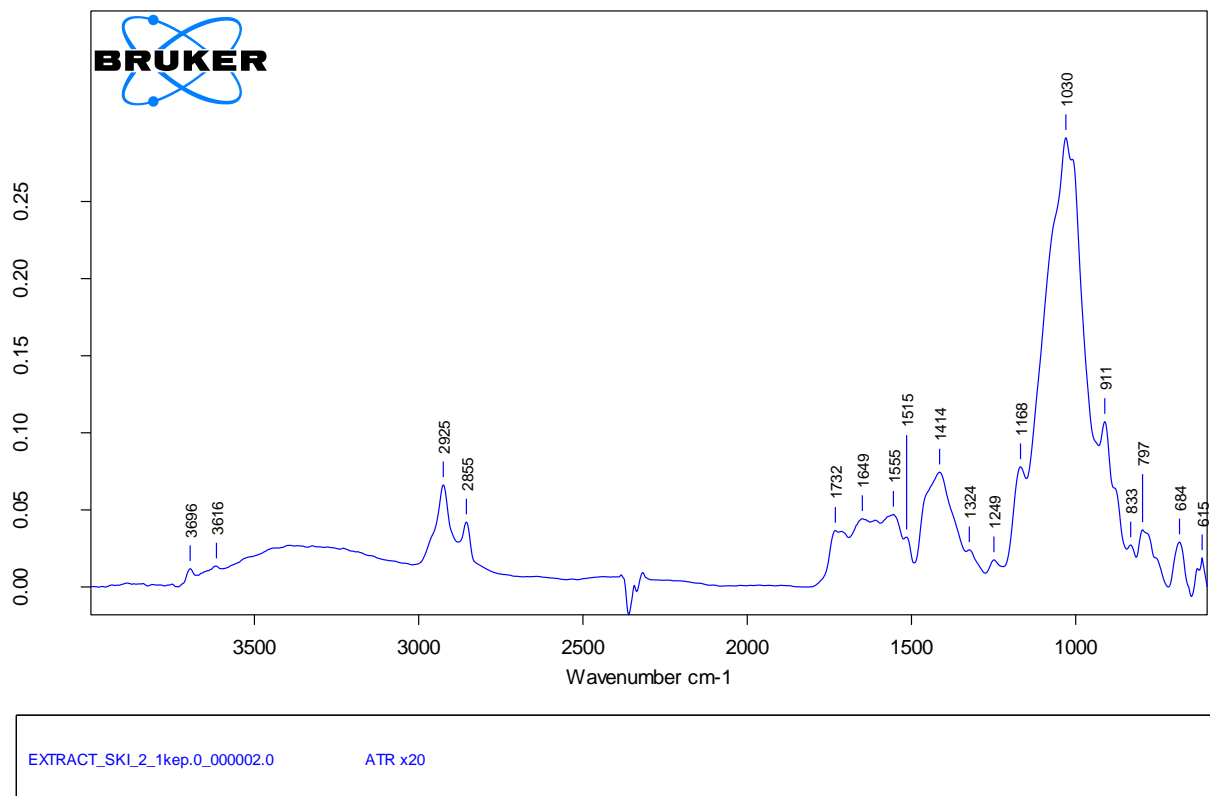
A minta festékrétegében nagyon gyengén jelentkeznek az olaj kötőanyagra utaló sávok, és a rétegben (vagy az alapozóban) található ólomfehér sávja átfedhet vele. Az alapozóban a felvett spektrumok alapján nem egyértelmű sem az olaj, sem a fehérje tartalom. Felvételenként egy-egy sáv jelenik meg, amelyek feltételezik a kötőanyag típusát, de az ólomfehér pigment abszorpciói befolyásolhatják ezeket. A pontos eredményekhez további mérések vagy kiegészítő vizsgálatok (GC-MS) lennének szükségesek.

## Ski 2

Alkotó: nincs adat, Cím: nincs adat, Keletkezés ideje: nincs adat, fatáblára festett ikon



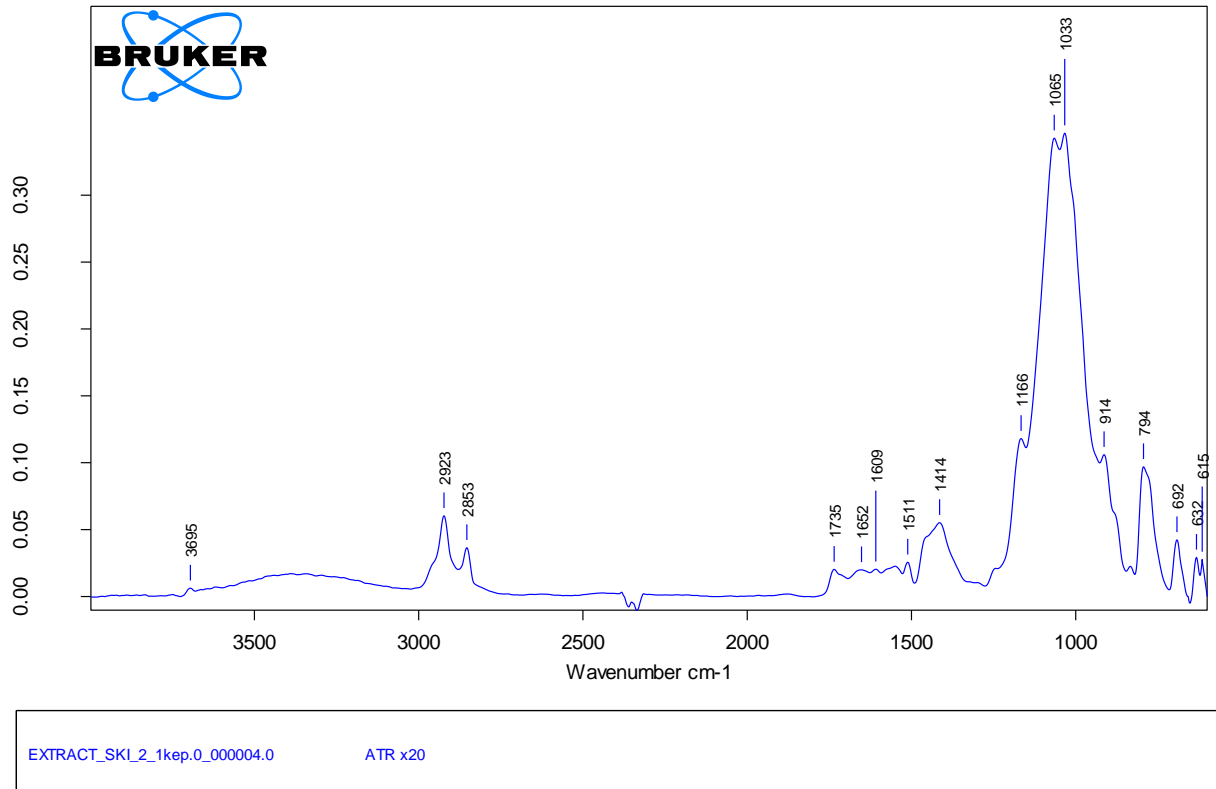
139. kép: Az Ski 2 jelű minta mérési pontjai



140. kép: Az Ski 2 jelű minta 2-es spektruma

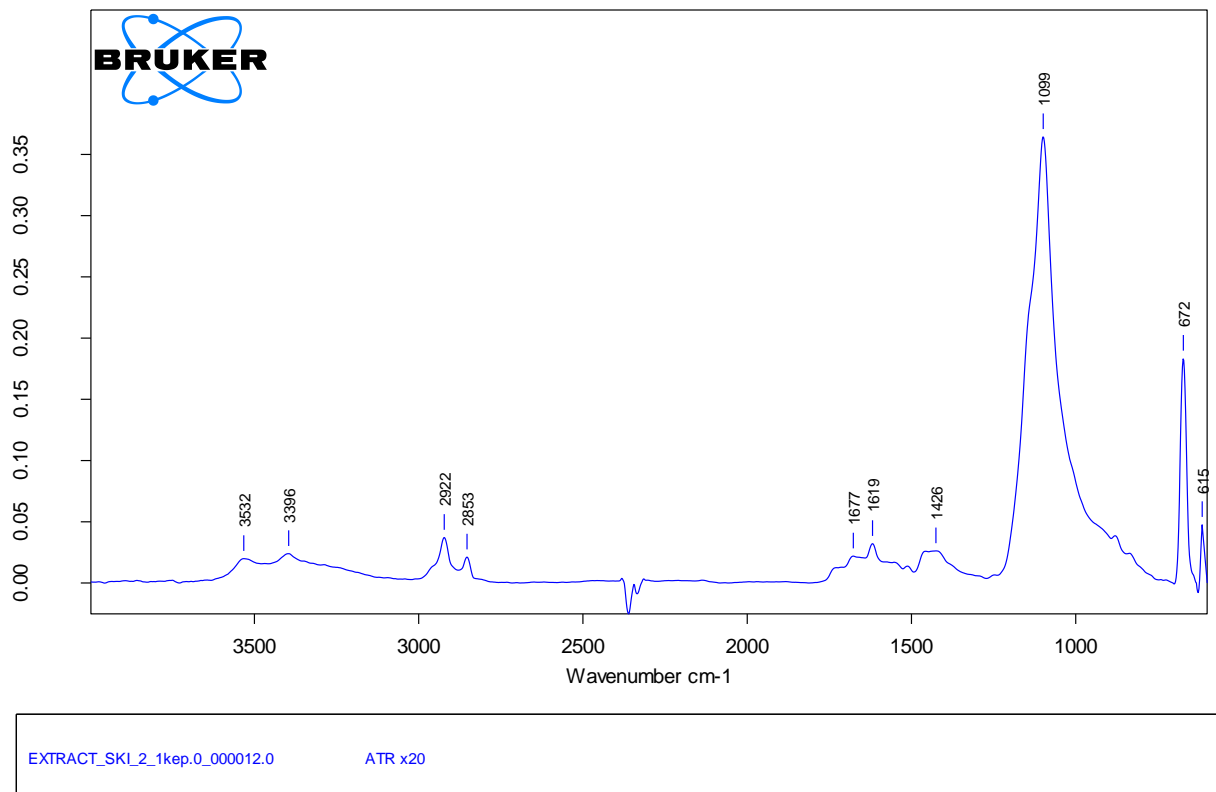
A festékrétegről készített 2-es spektrumon a szeretlen összetevők között karbonátokra (1414, 684  $\text{cm}^{-1}$  ólomfehér?) és szilikátokra (3696, 3616, 1030, 911, 615  $\text{cm}^{-1}$ ) jellemző sávokat láthatunk. A szerves sávok a metilén csoportok (2925, 2855  $\text{cm}^{-1}$ ), az epoxihoz

tartozó rezgések ( $1515$ ,  $1249$ ,  $833\text{ cm}^{-1}$ ), a karbonil abszorpció  $1732\text{ cm}^{-1}$ -nél (olaj), és  $1649$ ,  $1555\text{ cm}^{-1}$ -nél a fehérjére utaló amid I-II csoport vibrációi lehetnek. Ólomfehér tartalom esetén a pigment sávjai átfedhetnek a kötőanyag egyes sávjaival (karbonil és amid I).



141. kép: Az Ski 2 jelű minta 4-es spektruma

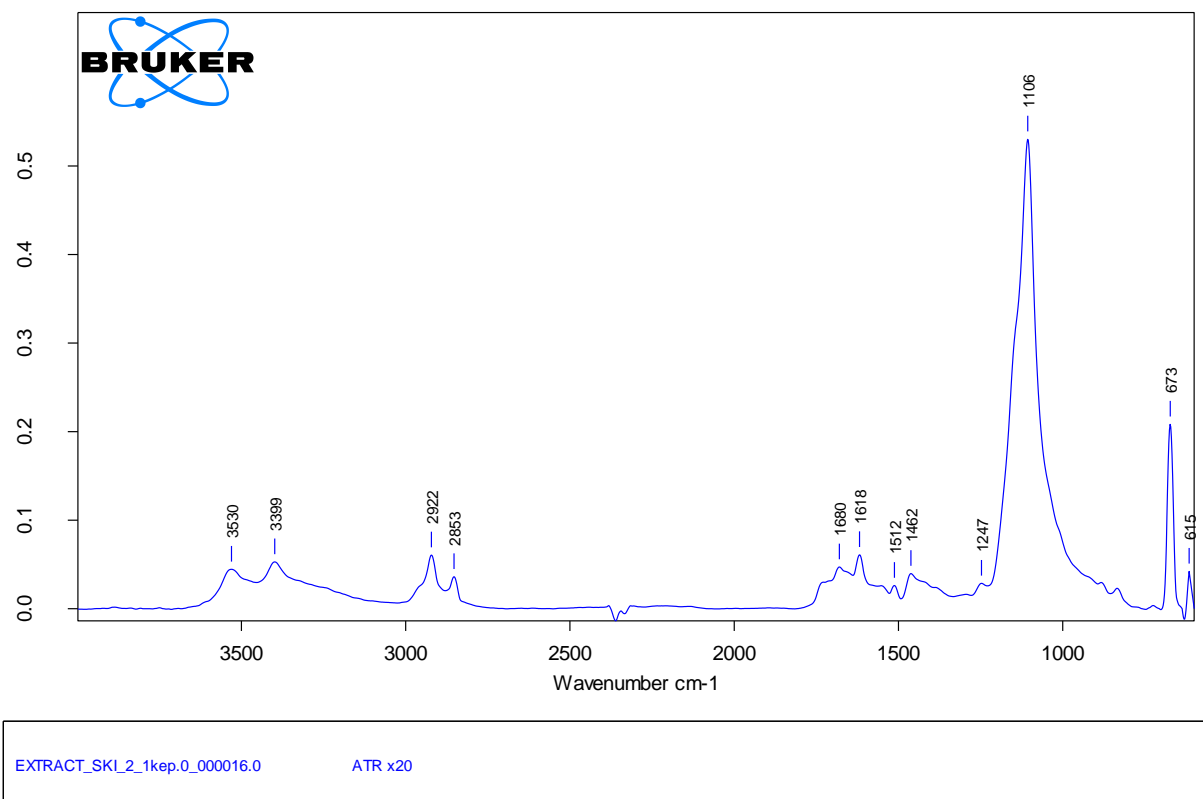
A 4-es spektrumot szintén a sötét festékrétegről vettük fel. A szerves sávok szintén karbonátra ( $1414\text{ cm}^{-1}$ ) és szilikátra ( $3695$ ,  $1166$ ,  $1065$ ,  $1033$ ,  $914$ ,  $615\text{ cm}^{-1}$ ) jellemzőek. Az epoxi néhány sávja szintén megjelenik ( $1609$ ,  $1511\text{ cm}^{-1}$ ). Olaj tartalomra utal a karbonil sáv  $1735\text{ cm}^{-1}$ -nél, a gyenge abszorpció  $1652\text{ cm}^{-1}$  körül esetleg fehérjére.



142. kép: Az Ski 2 jelű minta 12-es spektruma

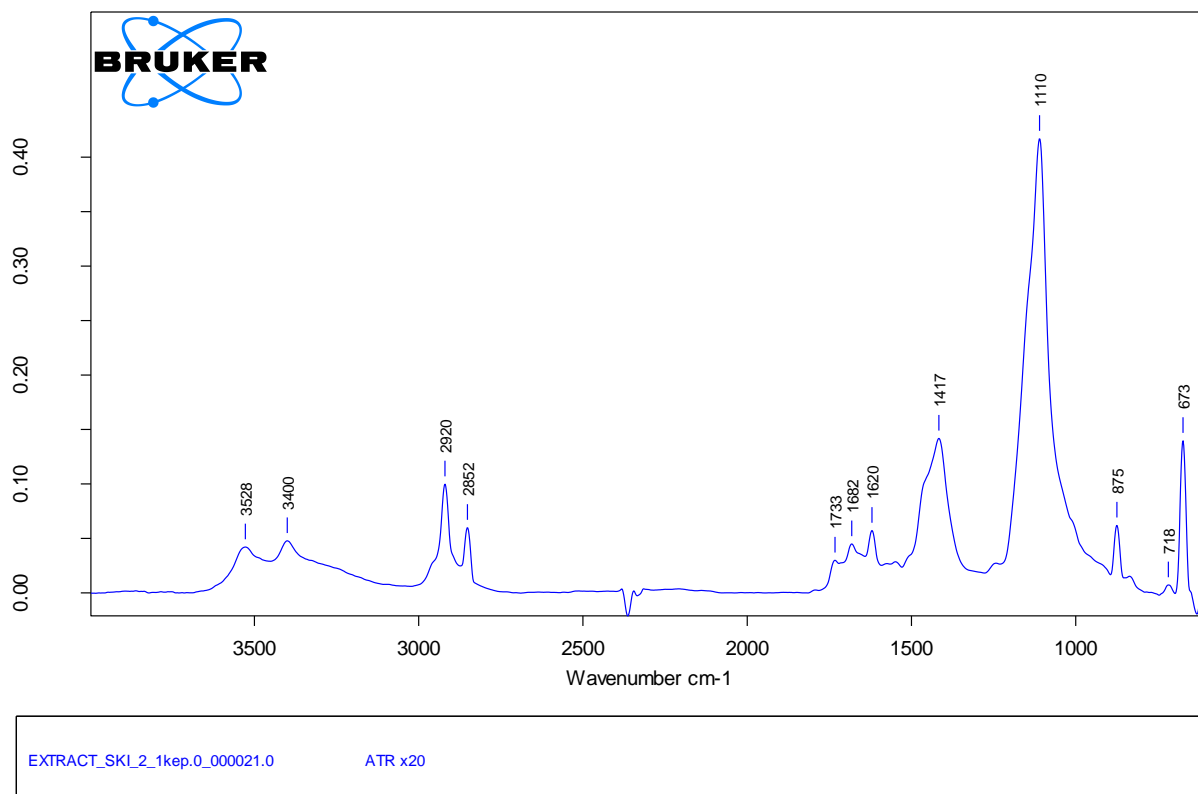
A 12-es spektrum a sárga rétegről készült. A spektrumon olajra vagy fehérjére utaló sáv nem látható, 1677 és 1619  $\text{cm}^{-1}$ -nél a gipsz sávjai jelentkeznek (3396 és 3532, 1099  $\text{cm}^{-1}$ -nél is). Az 1426  $\text{cm}^{-1}$  körüli sáv karbonátos anyagra jellemző. A metilén abszorpciók (2922 és 2853  $\text{cm}^{-1}$ ) kevésbé intenzívek.





143. kép: Az Ski 2 jelű minta 16-os spektruma

A 16-os alapozóról készült spektrumon a gipsz (3530, 3399, 1680, 1618, 1106, 673  $\text{cm}^{-1}$ ) sávokon kívül két epoxi sávot (1512, 1247  $\text{cm}^{-1}$ ) és a metilén rezgések abszorpcióit (2922 és 2853  $\text{cm}^{-1}$ ) látjuk. A kötőanyaghoz tartozó karakterisztikus sávokat kitakarják a szervetlen anyagokhoz és epoxi műgyantához köthető görbék.



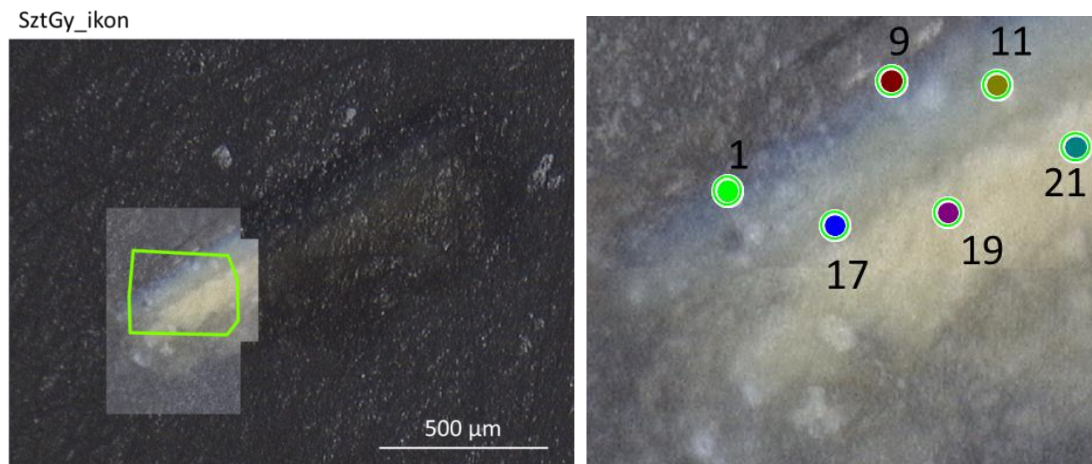
144. kép: Az Ski 2 jelű minta 21-es spektruma

A 21-es spektrum szintén az alapozóról készült. A gipsz sávok (3528, 3400, 1682, 1620, 1110  $\text{cm}^{-1}$ ) mellett karbonát sávok (1417, 875, 673  $\text{cm}^{-1}$ ) jelentkeznek. A szerves anyagot a metilén csoport rezgései (2920 és 2852  $\text{cm}^{-1}$ ) jelzik, valamint a gyenge abszorpció 1733  $\text{cm}^{-1}$ , ami talán olaj tartalmat jelez. Az esetleges fehérje sávokat a gipsz sávjai kitakarják.

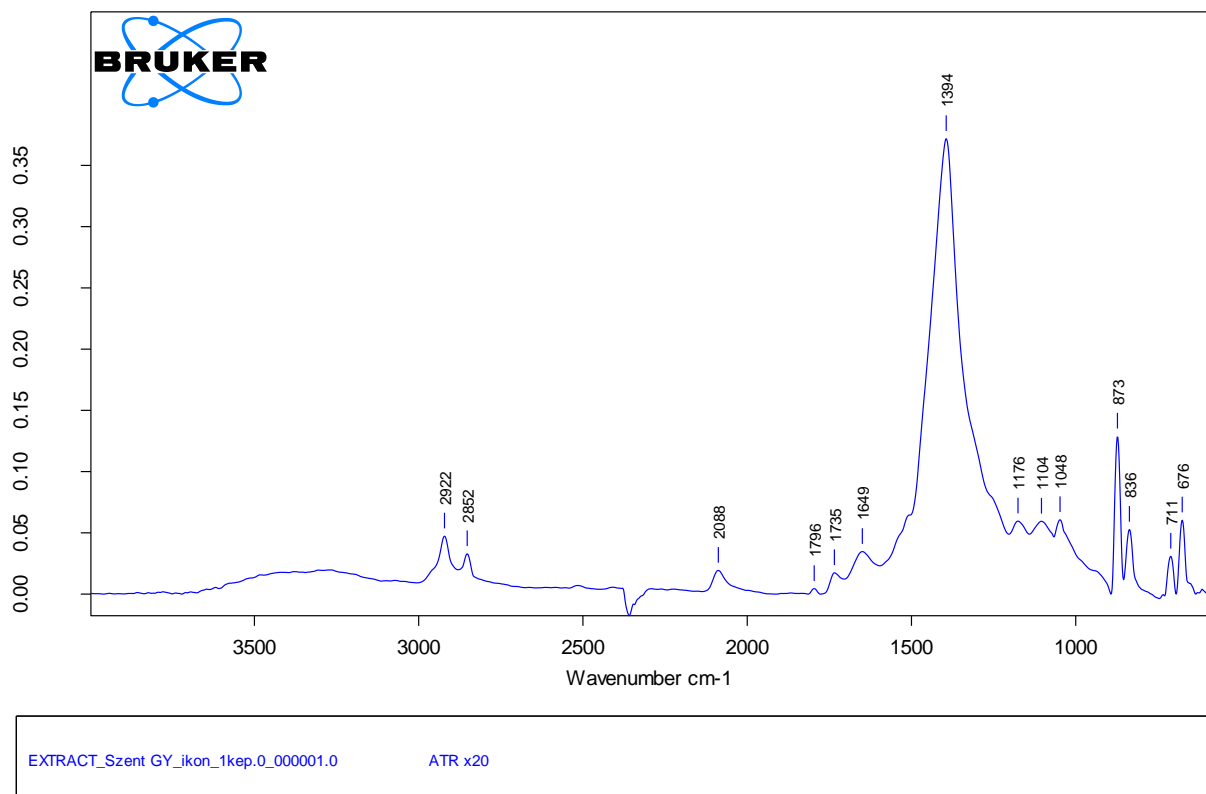
A minta alapozója gipsz töltőanyagú, az esetleges fehérje sávokat a nagyon erős szervetlen abszorpciók minden spektrumon kitakarták, egy esetben olajra utaló sávot figyelhettünk meg. A festékréteg valószínűleg olajat tartalmaz, és elképzelhető, hogy fehérjét is, de a szerves anyag sávok nagyon gyengék. Ólomfehér tartalom esetén a pigment sávjai átfedhetnek a kötőanyagok egyes rezgéseivel (karbonil és amid I sáv). A sárga rétegről készített spektrumon csak a gipsz abszorpciói láthatóak.

## Szi 1

**Ismeretlen görög ikonfestő: Sárkányölő Szent György, 1700-as évek eleje, fatábla, olaj**  
TA vizsgálatai alapján; alapozó: gipsz (?)



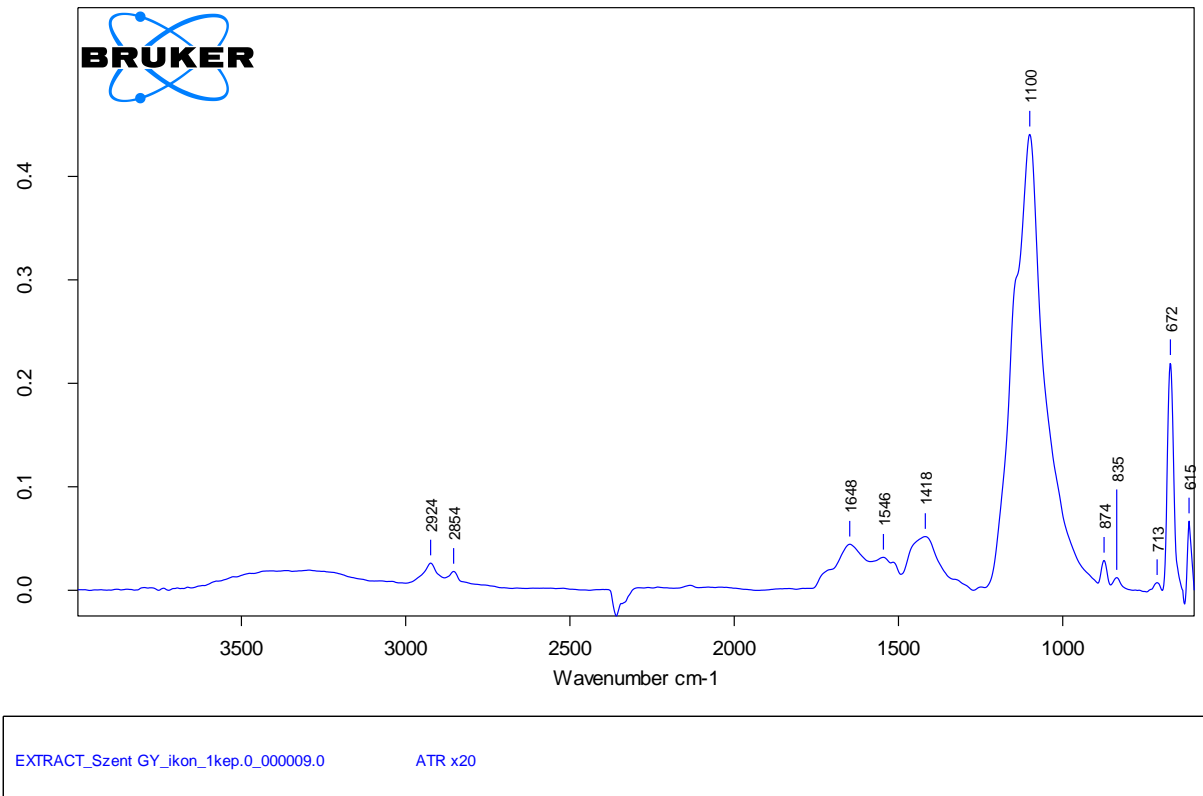
145. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének mérési pontjai



146. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének 1-es spektruma

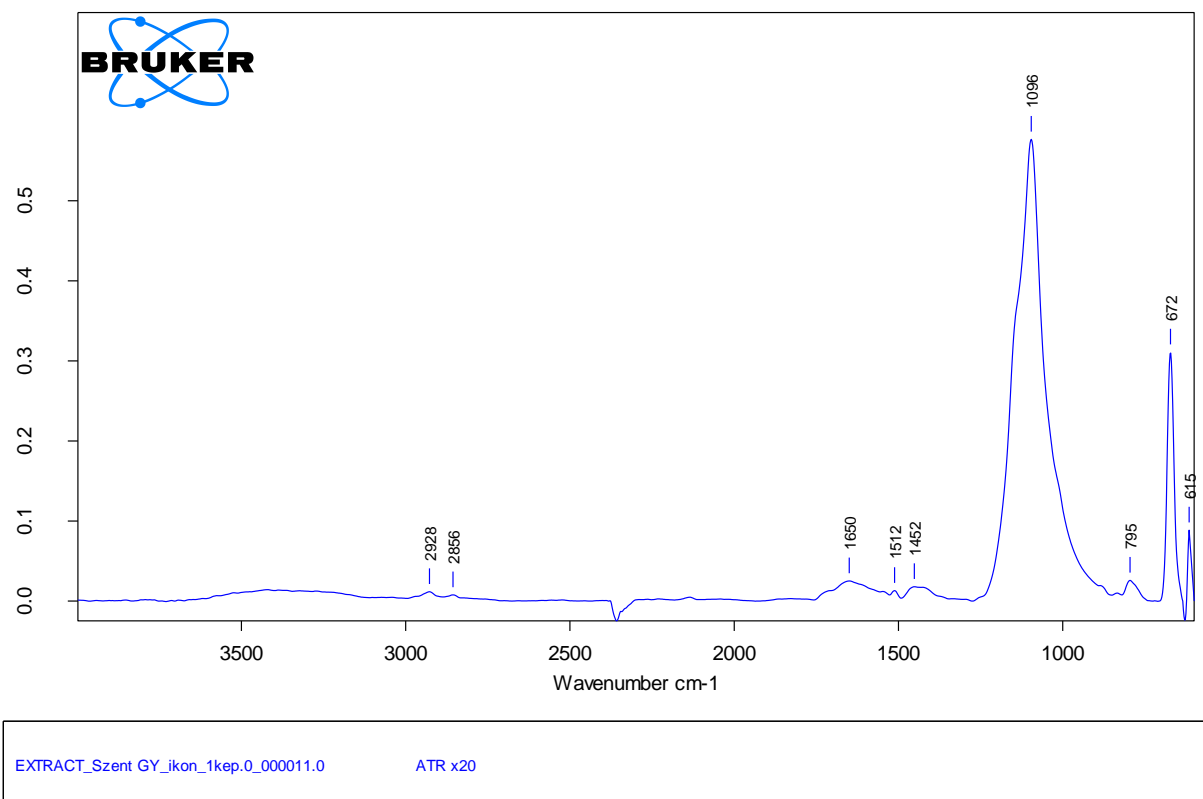
Az 1-es spektrum a legfelső, sötétkék festékrétegről készült. A  $2088 \text{ cm}^{-1}$ -nél látható sáv a pigment cianát rezgéséhez társítható a poroszkék pigmentben. A további szerves sávok nagyrészt karbonátos anyagokra (ólomfehér (?)  $1795, 1394, 873, 711, 676 \text{ cm}^{-1}$ ) jellemzőek. A szerves összetevőket a metilén abszorpciók ( $2922, 2852 \text{ cm}^{-1}$ ), a gyenge sáv

1735  $\text{cm}^{-1}$ -nél (olaj), és az 1649  $\text{cm}^{-1}$  körüli (fehérje?) sáv jelzi. Az ólomfehér pigment átfedhet a kötőanyagok egyes sávjaival (karbonil és amid I rezgés).



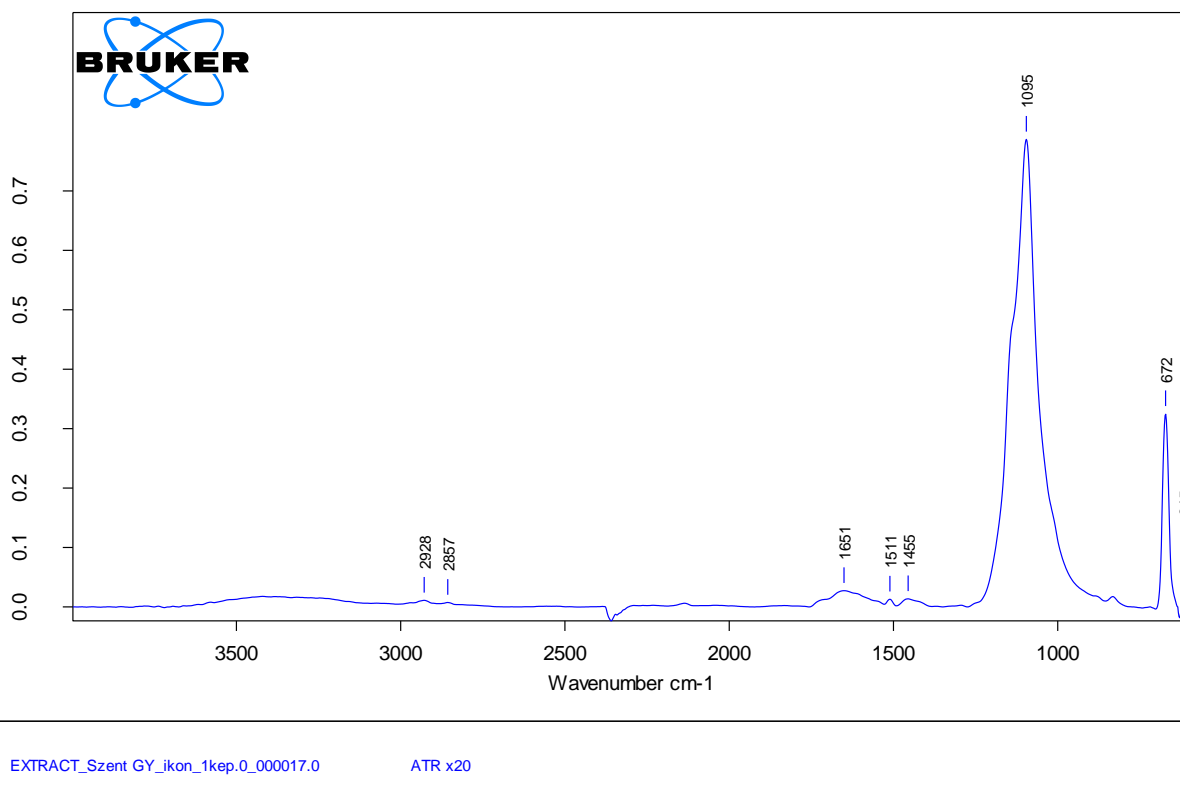
147. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének 9-es spektruma

Szintén a felső sötétkék festékrétegről készült a 9-es spektrum. A szervetlen sávok karbonátokhoz (ólomfehér (?)) 1418, 672  $\text{cm}^{-1}$ ) és gipszhez (1100, 874) tartozhatnak. A szerves alkotórészekhez a metilén csoport rezgései (2924, 2854  $\text{cm}^{-1}$ ) és az 1648, 1546  $\text{cm}^{-1}$  (fehérje?) körüli abszorpciók társulhatnak. Ólomfehér tartalom esetén a pigment rendelkezhet az amid I rezgést átfedő sávval.



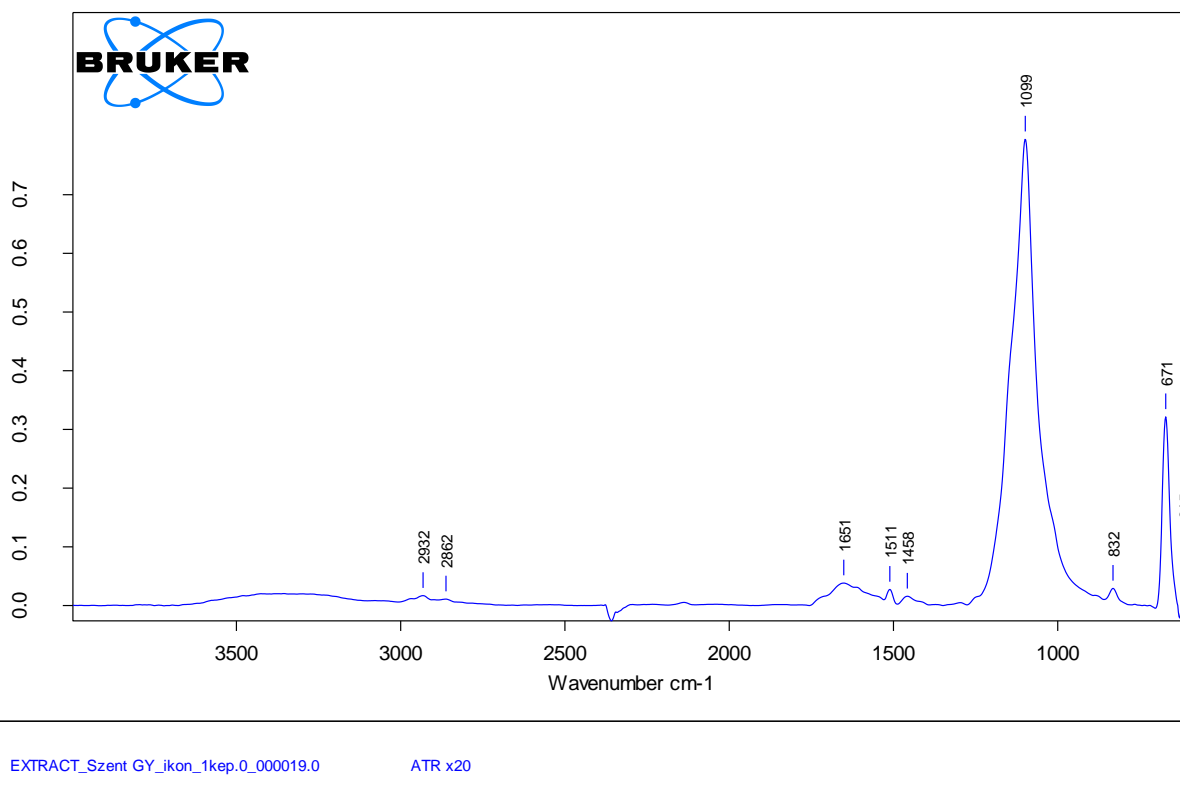
148. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének 11-es spektruma

A 11-es spektrum az alsó, világosabb kék festékrétegről készült. A metilén (2928, 2856  $\text{cm}^{-1}$ ) és valószínűleg amid I (1650  $\text{cm}^{-1}$ ) abszorpciók nagyon gyengén jelennek meg. Karbonátos anyag (1452  $\text{cm}^{-1}$ ) és talán gipsz vagy szilikát (1096, 672  $\text{cm}^{-1}$ ) sávok jelentkeznek a spektrumon. Az epoxi egy rezgése 1512  $\text{cm}^{-1}$ -nél szintén megtalálható.



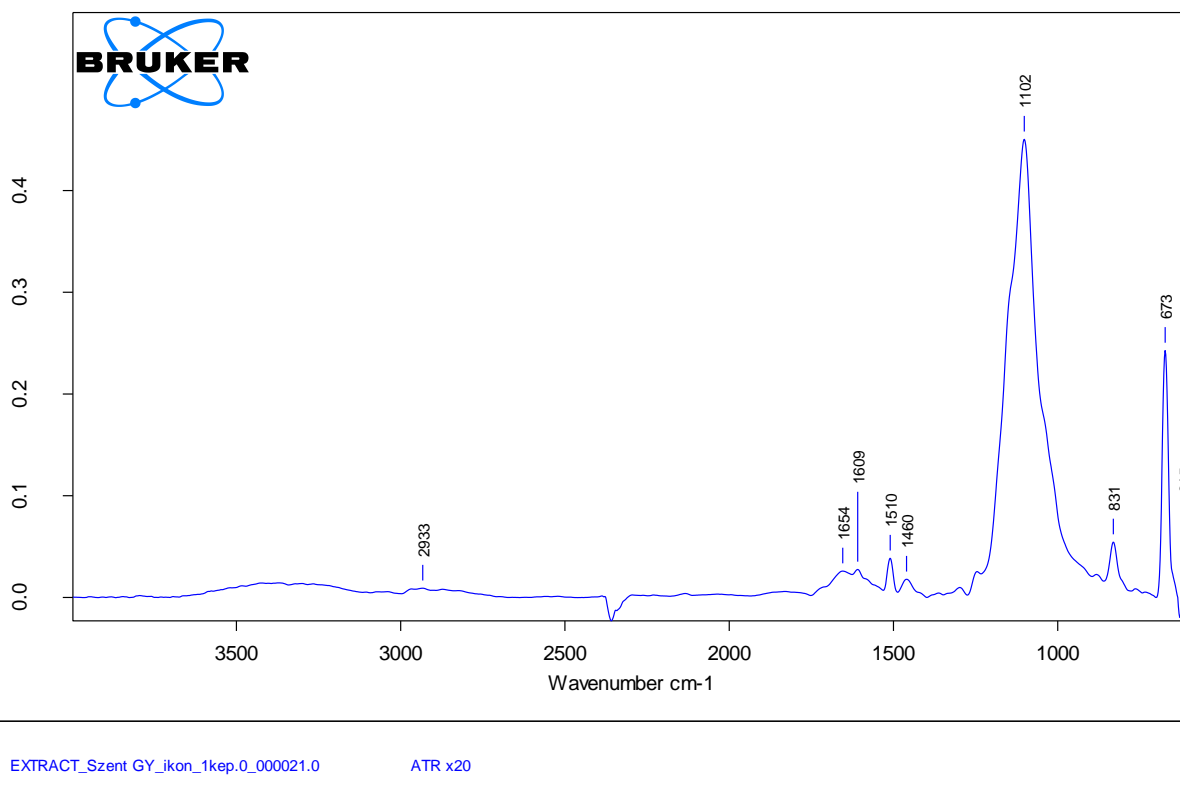
149. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének 17-es spektruma

A 17-es spektrum szintén az alsó, világosabb festékrétegről készült. A szerves anyag sávok alig érzékelhetőek (metilén: 2928, 2857  $\text{cm}^{-1}$ , fehérje: 1651  $\text{cm}^{-1}$ ). A spektrumot a szervesetlen összetevő abszorpciói határozzák meg 1095 és 672  $\text{cm}^{-1}$ -nél (gipsz (?) szilikát (?)).



150. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének 19-es spektruma

A 19-es spektrum nagyon hasonlít az előző két felvételhez (11, 17). A szerves anyagokat jelző sávok alig érzékelhetőek (metilén 2932, 2862  $\text{cm}^{-1}$  és amid I 1651  $\text{cm}^{-1}$ ). A meghatározó abszorpciók szerves anyaghoz (gipsz/szilikát (?)) tartoznak 1099 és 671  $\text{cm}^{-1}$ -nél. 1511  $\text{cm}^{-1}$ -nél a beágyazó anyag egy sávja is látható.

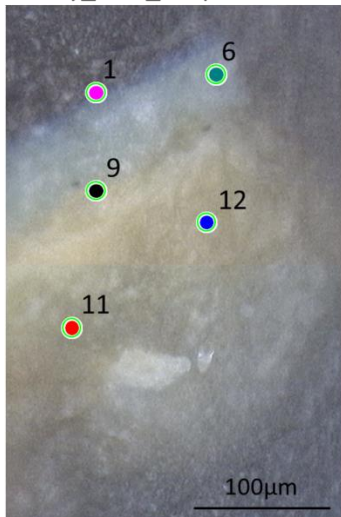


151. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének 21-es spektruma

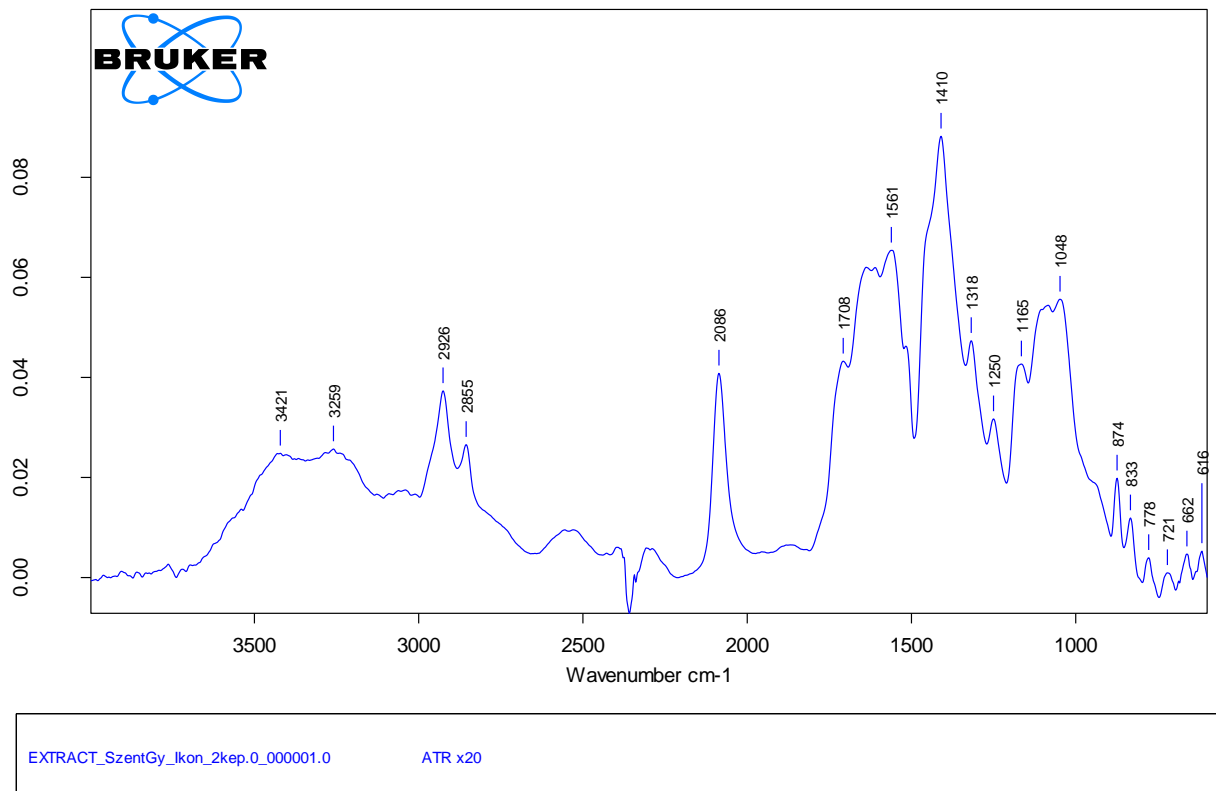
Szintén az alapozóról készült a 21-es spektrum. Az előző négy felvételhez nagyon hasonló, egy szervesetlen összetevő adja a legerősebb sávokat 1102 és 673  $\text{cm}^{-1}$ -nél. Az epoxinak három abszorpciója jelenik meg 1609, 1510 és 831  $\text{cm}^{-1}$ -nél. Egy nagyon gyenge abszorpció 1654  $\text{cm}^{-1}$ -nél talán utalhat fehérjére. A metilén csoport rezgése közül csak a 2933  $\text{cm}^{-1}$ -nél található látjuk.



SztGy\_ikon\_2kep



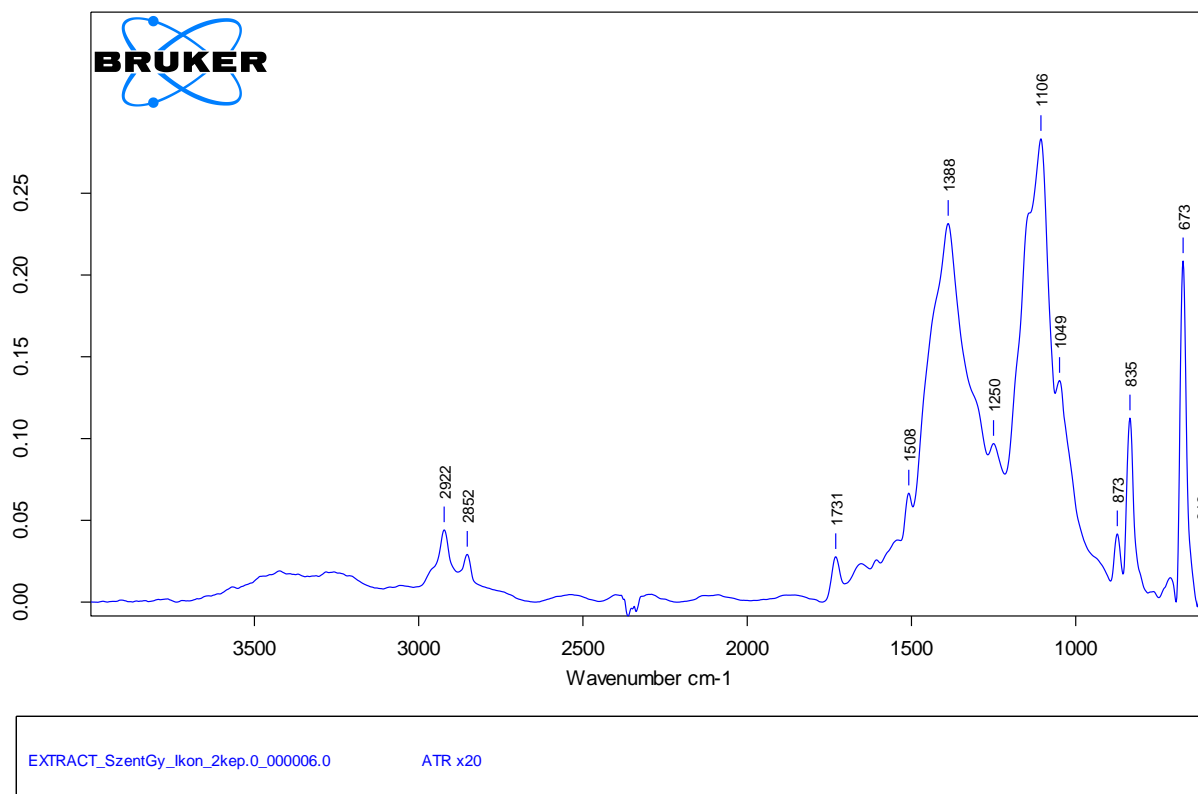
152. kép: Az Szi 1 jelű minta 2. felvételének mérési pontjai



153. kép: Az Szi 1 jelű minta 2. felvételének 1-es spektruma

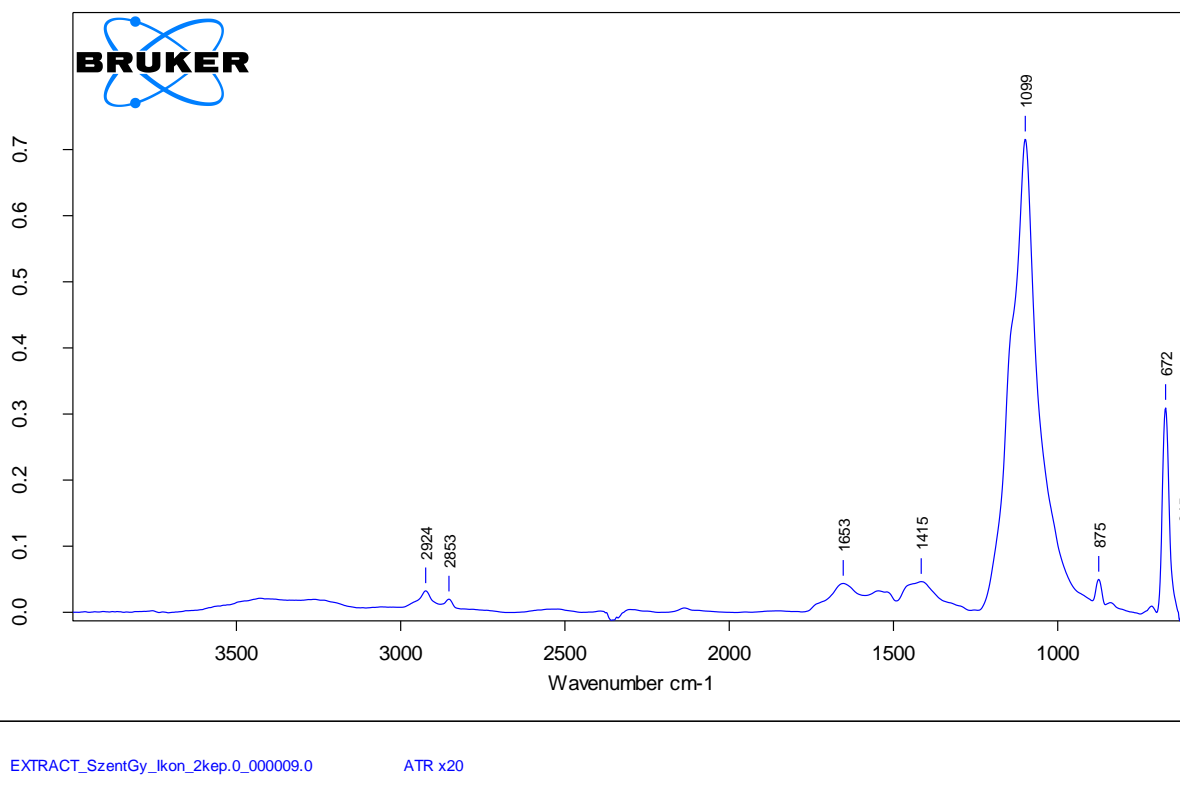
A festményről egy második sorozat mérés is készült. Az 1-es spektrumot a sötétebb felső festékrétegről vettük fel. A szerves sávok nagyrészt karbonátokra (ólomfehér (?))  $1388, 1049, 673 \text{ cm}^{-1}$ ) jellemzőek, de valószínűleg gipsz, vagy valamilyen szilikát ( $3421, 3259, 1165, 874 \text{ cm}^{-1}$ ) is található benne. A poroszkék cianát abszorpciója  $2086 \text{ cm}^{-1}$ -nél intenzíven jelentkezik. Néhány epoxi sáv is látható ( $1250, 833 \text{ cm}^{-1}$ ). A szerves anyagra a

metilén sávok ( $2926, 2855 \text{ cm}^{-1}$ ) mellett  $1708 \text{ cm}^{-1}$ -nél egy (olaj?) abszorpció utal, illetve az  $1561 \text{ cm}^{-1}$ -nél található rezgés (fehérje?) sávja.



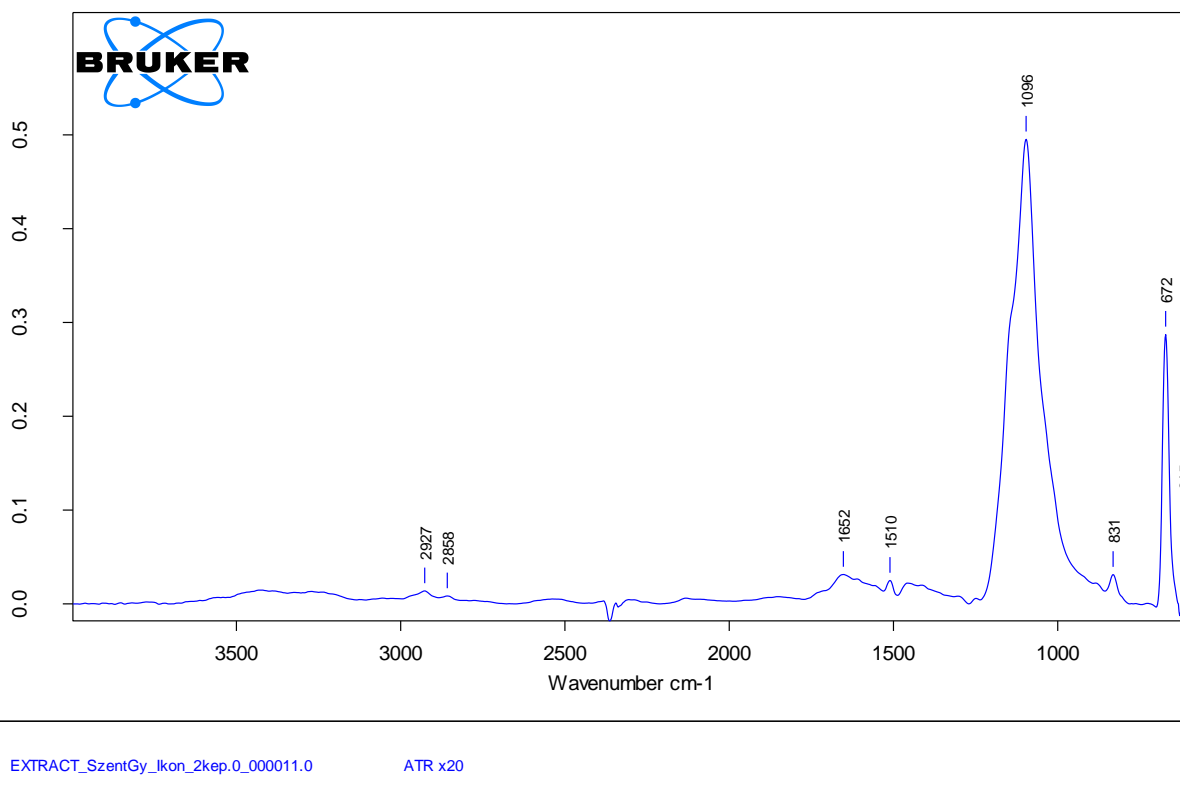
154. kép: Az Szi 1 jelű minta 2. felvételének 6-os spektruma

A 6-os spektrumot az alsó, világosabb festékrétegről készítettük. A szerves anyagok sávjai az előző mintához hasonlóan karbonátra (ólomfehér (?))  $1388, 1049, 673 \text{ cm}^{-1}$  és gipszre jellemzőek ( $1106, 873 \text{ cm}^{-1}$ ). Néhány epoxi sáv mellett ( $1508, 1250, 835 \text{ cm}^{-1}$ ) a szerves anyagra a metilén sávok ( $2922, 2852 \text{ cm}^{-1}$ ) és  $1731 \text{ cm}^{-1}$ -nél egy (olaj) abszorpció utal. Ólomfehér tartalom esetén az utóbbi sávnál a pigmentnek is lehet gyenge sávja, ami átfedhet a kötőanyag karbonil abszorpciójával.



155. kép: Az Szi 1 jelű minta 2. felvételének 9-es spektruma

A 9-es spektrum az alsó festékréteg és az alapozó határán készült. A szerves anyagra a metilén csoportok rezgései (2924 és 2853 cm<sup>-1</sup>) és egy gyenge abszorpció 1653 cm<sup>-1</sup>-nél utalhat, de gipsz tartalom esetén ez bizonytalan. A további sávok karbonátos anyagra (1415, 672 cm<sup>-1</sup>) és gipszre (1099, 875 cm<sup>-1</sup>) jellemzőek.



156. kép: Az Szi 1 jelű minta 2. felvételének 11-es spektruma

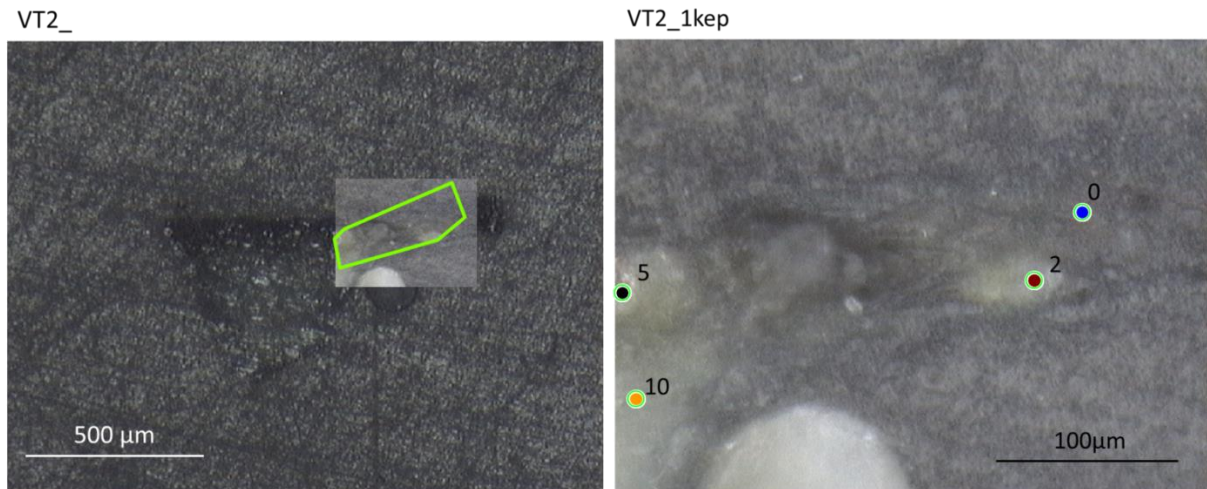
Az alapozóról készített 11-es spektrumon (csakúgy, mint az első mérés sorozat alapozóról felvett görbéin) a szerves anyag sávok nagyon gyengén jelentkeznek. A metilén csoport rezgései 2972 és 2858  $\text{cm}^{-1}$ -nél alig láthatóak, a fehérjére jellemző rezgések közül 1652  $\text{cm}^{-1}$  körül talán az amid I látható, de a gipsz tartalom miatt ez kérdéses. Az epoxi sávjai találhatóak 1510 és 831  $\text{cm}^{-1}$ -nél. A szervetlen töltőanyag valószínűleg gipsz (1096, 672  $\text{cm}^{-1}$ ).

A legfelső, sötétebb kék festékrétegben igazolható a poroszkék tartalom a cianát csoport rezgésével. Az alsó, világosabb rétegről készített spektrumokon ez az abszorpció nem látható. A festékrétegeknél megjelenik az olajra utaló sáv, néhol pedig mellette gyenge sávok az amid I kötés régiójában (1650  $\text{cm}^{-1}$  körül). Az alapozó kötőanyaga valószínűleg fehérje, de a gipsz töltőanyag, és a nagyon gyenge abszorpciók miatt 1650  $\text{cm}^{-1}$  körül ez nem egyértelműen kijelenthető.

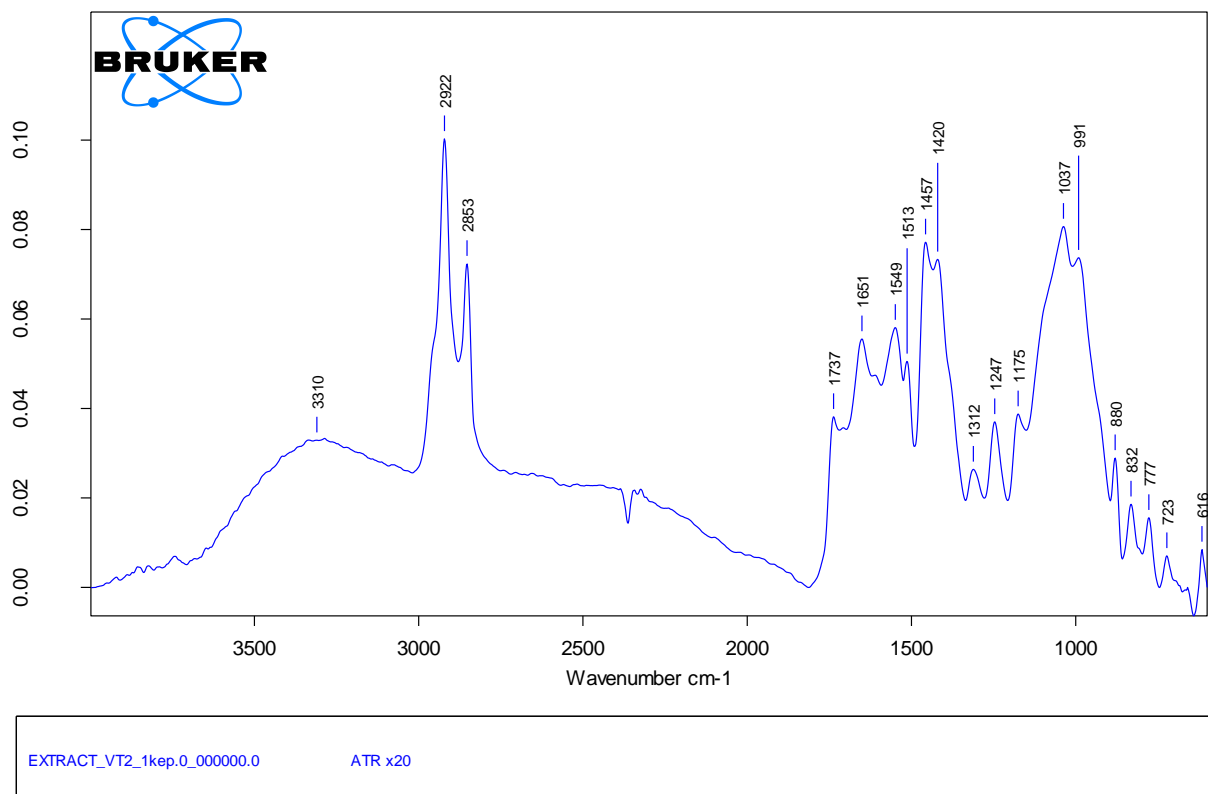
## VT 2

**Horváth I.: Szent István vértanú, 1880, vászon, olaj**

VT vizsgálatai alapján; alapozó: ólomfehér tartalmú



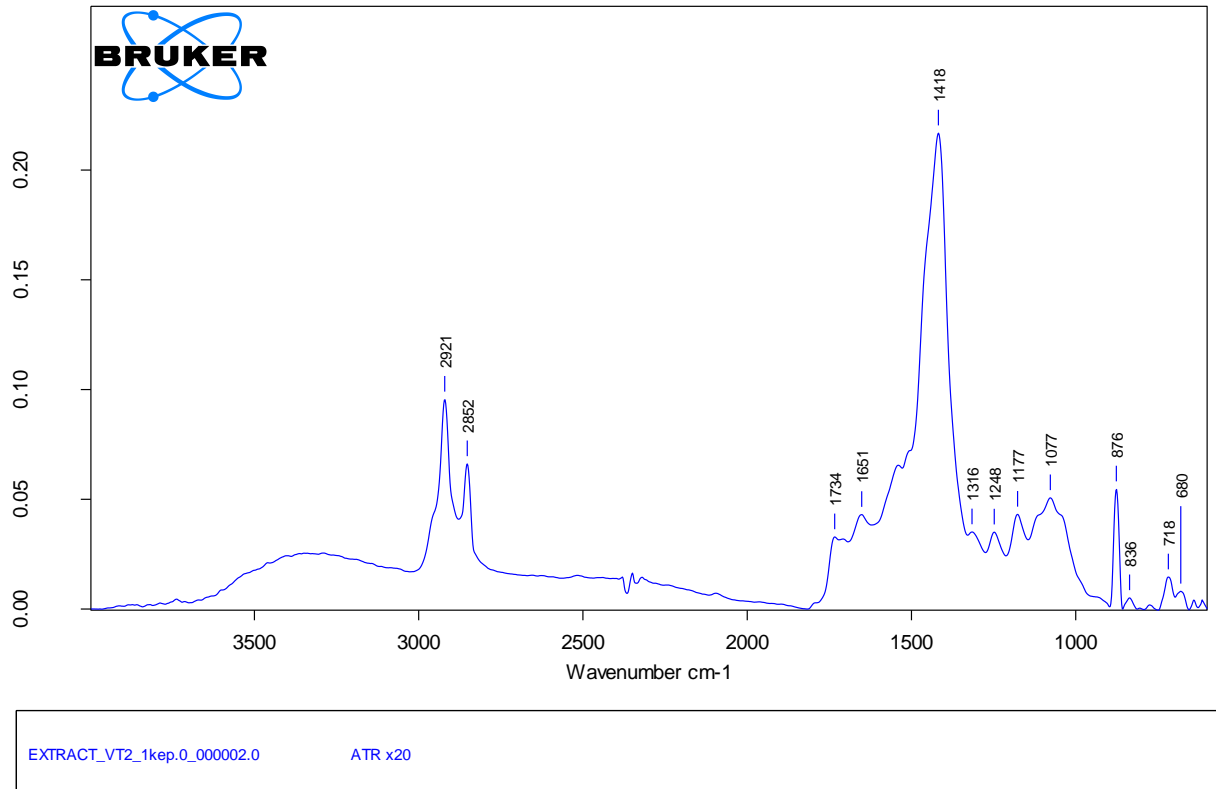
157. kép: A VT 2 jelű minta mérési pontjai



158. kép: A VT 2 jelű minta „0” jelű spektruma

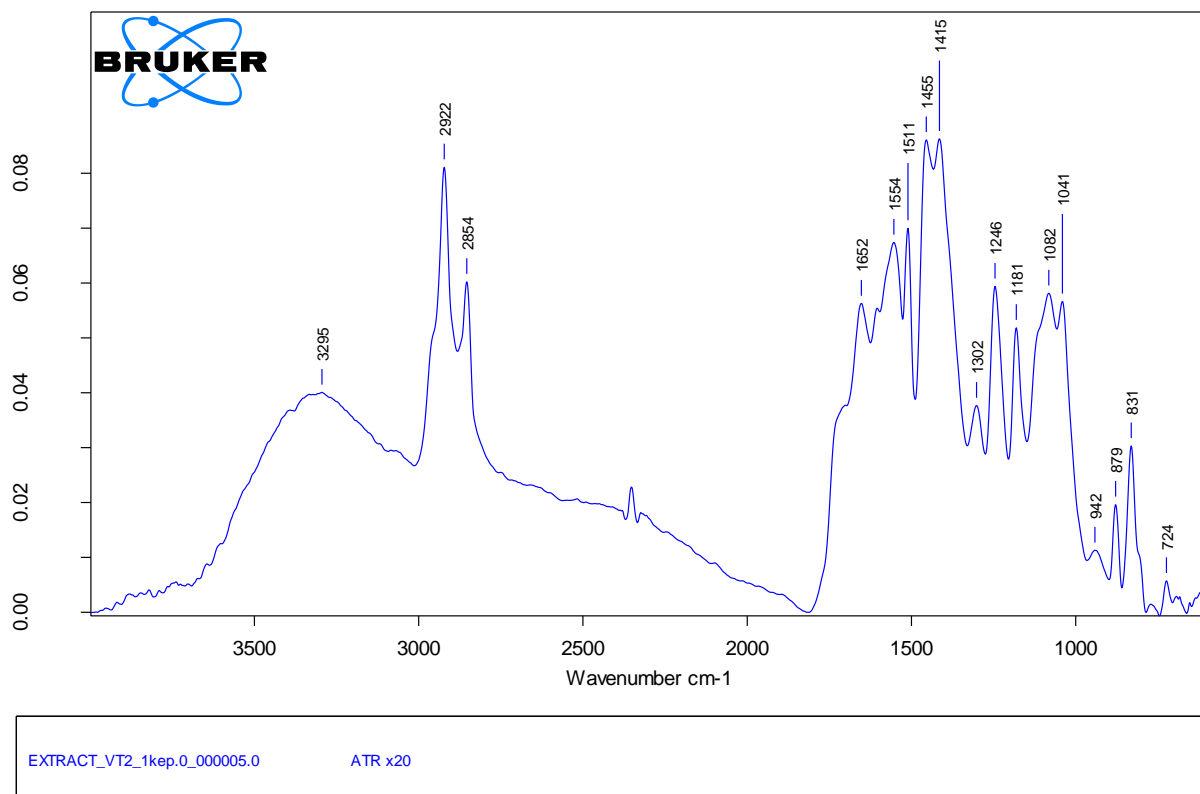
A „0” jelű spektrum a festékrétegről készült. A metilén ( $2922, 2853 \text{ cm}^{-1}$ ) és epoxi sávok ( $1513, 1457, 1247, 832 \text{ cm}^{-1}$ ) nagyon intenzíven jelentkeznek.  $1737 \text{ cm}^{-1}$ -nél olaj tartalomra utaló karbonil abszorpció található,  $1651$  és  $1549 \text{ cm}^{-1}$ -nél pedig fehérjére jellemző

sávok. A szervetlen összetevők karbonátos ( $1420\text{ cm}^{-1}$ ) vagy szilikátos ( $1037, 991\text{ cm}^{-1}$ ) anyagok lehetnek. Az ólomfehérnek előfordulhatnak a kötőanyag karbonil és amid I sávjával átfedő abszorpciói.



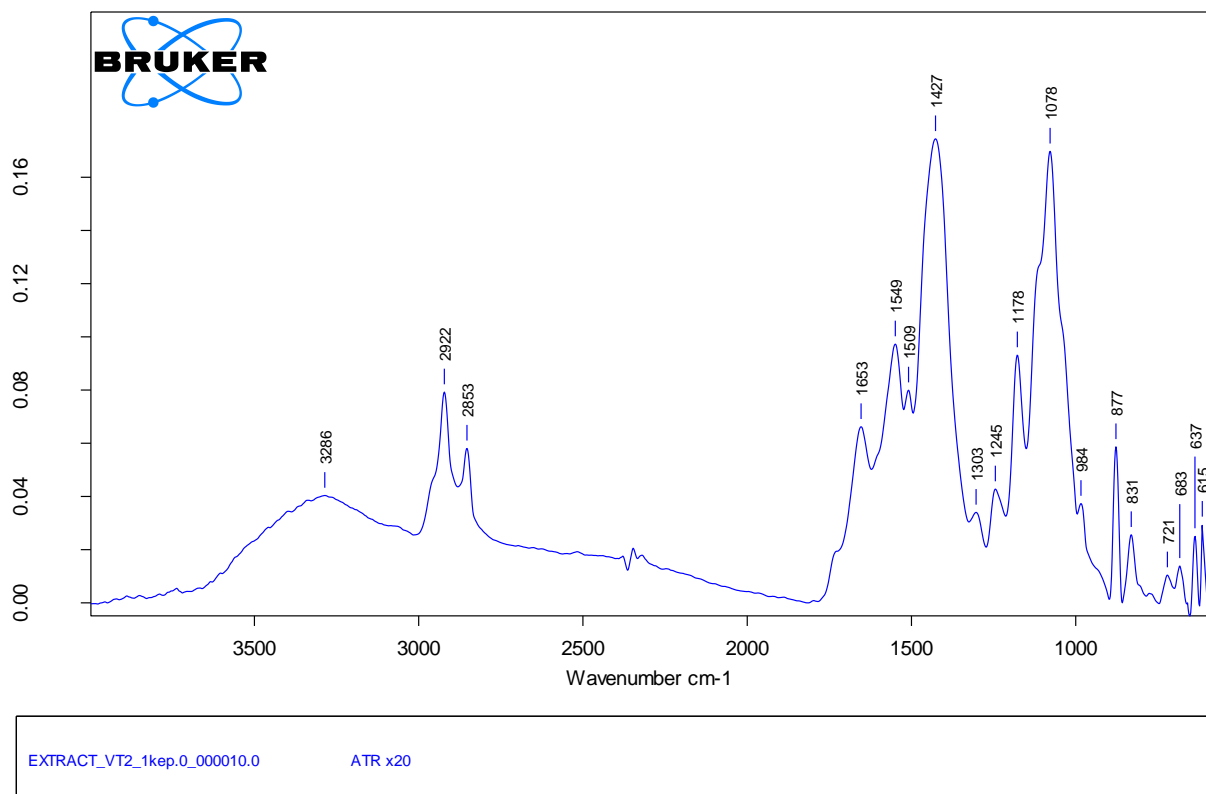
159. kép: A VT 2 jelű minta 2-es spektruma

A 2-es spektrum az alapozó és festékréteg határán készült. A szervetlen sávok nagyrészt karbonátra jellemzőek ( $1418, 1077, 718\text{ cm}^{-1}$ ). Az epoxi rezgései láthatóak  $1248$  és  $836\text{ cm}^{-1}$ -nél. A szerves anyagokat az intenzív metilén sávok ( $2921$  és  $2852\text{ cm}^{-1}$ ) jelzik,  $1734\text{ cm}^{-1}$ -nél egy abszorpció olaj tartalomra utal,  $1651\text{ cm}^{-1}$ -nél pedig egy másik valószínűleg fehérjére.



160. kép: A VT 2 jelű minta 5-ös spektruma

Az 5-ös spektrumot szintén az alapozó és a festékréteg határán vettük fel. A nagyon éles epoxi sávok (1511, 1455, 1246, 1182, 831  $\text{cm}^{-1}$ ) mellett 1652 körül talán a fehérjét jelző sáv is látható. Az 1554-nél látható sáv az intenzitása miatt bizonytalan, hogy szerves anyagot jelez-e. Az O-H rezgés abszorpciója 3295  $\text{cm}^{-1}$  körül talán szintén a fehérjéhez köthető (amid A). A metilén csoport rezgései is nagyon élesen jelentkeznek (2922 és 2854  $\text{cm}^{-1}$ ), valószínűleg a műgyanta átfedés miatt. A szervesetlen anyag valószínűleg karbonátos (ólomfehér? 1415, 1041  $\text{cm}^{-1}$ ), ebben az esetben a pigmentnek lehetnek olyan sávjai, amelyek átfednek a kötőanyagok karbonil és amid I rezgéseivel.



161. kép: A VT 2 jelű minta 10-es spektruma

A 10-es spektrumot az alapozóról készítettük. A legerősebb abszorpciók a szervesetlen összetevőkhöz kapcsolódnak (karbonátok  $1427$ ,  $1078$ ,  $721$ ,  $683$   $\text{cm}^{-1}$ ), de a metilén csoport sávjai ( $2922$  és  $2853$   $\text{cm}^{-1}$ ) is nagyon intenzívek, valamint az epoxi sávjai ( $1509$ ,  $1245$ ,  $1178$ ,  $831$   $\text{cm}^{-1}$ ). Valószínűleg fehérjére utal az abszorpció  $1653$   $\text{cm}^{-1}$ -nél. Az  $1549$   $\text{cm}^{-1}$ -nél található sáv az intenzitása miatt kérdéses, hogy amid II sáv-e.

A minta alapozójában valószínűleg fehérje található, de erre spektrumonként csak egy-egy sáv utal. A festékrétegben valószínűleg olaj a kötőanyag, de ólomfehér tartalomra utaló abszorpciók is megjelennek, így az olaj karakterisztikus sávjánál  $1740$   $\text{cm}^{-1}$  körül lehetnek átfedések a szerves és szervesetlen anyagok között.



## **A FTIR mérések eredményeinek összefoglalása a dolgozatban szereplő ismeretlen összetételű minták esetében**

A keresztmetszetek vizsgálatának előnye, hogy rétegenként tudjuk a mintát elemezni. Ugyanakkor a műszer beállításának esetleges pontatlansága (a mérési hely bizonytalansága), az ATR fej esetleges szennyeződése (a puha rétegekből a kristályra „tapadhat” anyag), vagy a túl vékony rétegek (5 mikron körül) a mérések megbízhatóságát befolyásolhatják.

Az epoxi beágyazó anyag aktív a közép infravörösben, vagyis vannak sávjai, amelyek átfedhetnek, vagy befolyásolhatják az olaj vagy fehérje kötőanyag sávokat. A metilén (CH<sub>2</sub>) csoport a műgyanta esetében is megjelenik, akárcsak az olaj és fehérje esetében, de 1510 és 1245 cm<sup>-1</sup> körüli sávjai a fehérje 1550 és 1320 cm<sup>-1</sup> körüli abszorpcióira is hatással lehetnek. Olajtartalomnál a karbonil (1740 cm<sup>-1</sup>) sávon kívül a metilén csoportok rezgése meghatározó lehet, de ha a beágyazó gyanta is rendelkezik itt abszorpciókkal, az értékelés bizonytalanná válik.

Az O-H kötések rezgéseit 3280 cm<sup>-1</sup> körül a kötőanyaghoz (fehérje, amid A) társíthatjuk, de az epoxi, gipsz, ólomfehér, vagy agyagásványok (szilikátok) abszorpciói szintén megjelenhetnek ebben a régióban. A széles, lapos görbék egyesülhetnek, és a legintenzívebb sáv lesz látható.

A szerves anyagok sávjai minden esetben intenzívebben jelennek meg a spektrumokon, mint a szerves összetevőké. Ennek egyik oka, hogy nagyobb mennyiségben találhatóak meg a rétegekben (kb. 1:3 arányban). Az alapozókban gyakran használt gipsz, karbonát és a festékrétegekre jellemző ólomfehér is befolyásolhatják a kötőanyag sávokat. A gipsz 1680 és 1620 cm<sup>-1</sup> körüli abszorpciói a fehérjék amid I sávjaival átfedhetnek, a karbonátoknak nagyon erős abszorpciójuk található 1400-1420 cm<sup>-1</sup> körül, ami az amid III és az 1320 cm<sup>-1</sup> körüli fehérje rezgést takarhatja ki. Az ólomfehér gyenge sávja 1737 cm<sup>-1</sup> körül átfedhet az olaj karbonil (1740 cm<sup>-1</sup>) sávjával. Ennek a pigmentnek előfordulhat egy rezgése 1650 cm<sup>-1</sup> körül is, ami a fehérje amid I abszorpcióját befolyásolhatja. Ólomfehér alkalmazásakor az öregedett rétegekben fémszappanokat jelző sávok is keletkezhetnek, amelyek megerősítik a száradó olaj használatát.

Összegezve kijelenthetjük, hogy a dolgozathoz minden megmért mintában rétegenként átlagosan egy, esetleg kettő sáv utalhat a kötőanyagra. A sávok általában gyengén jelentkeznek, és a szerves töltőanyag abszorpciók valamilyen mértékben átfedik vagy befolyásolják azokat. A mérési eredményeket ezért a pontosabb következtetésekhez célszerű kiegészíteni egyéb tesztekkel (pl. oldhatósági vizsgálat, GC-MS, ELISA a szerves

összetevőkre, SEM-EDS, XRD a szervetlen anyagokra stb.). A FTIR mérések hozzájárulnak a műtárgyak kötőanyagainak megismeréséhez, de egy vizsgálat sor részeként alkalmazva lehetnek a leghasznosabbak.

## VI. A KÉT ELJÁRÁS EREDMÉNYEINEK ÖSSZEHASONLÍTÁSA (FTIR MÉRÉSEK ÉS FLUORESZECCENS SZÍNEZÉSEK)

A dolgozatban szereplő ismeretlen összetételű mintákkal kapott eredmények alapján

### Értékelési szempontok

*A FTIR mérési eredmények és a színezésekkel kapott eredmények összehasonlítása*

- **teljesen egyezik:** a vizsgált réteg színezéssel kapott eredménye egyértelmű, és teljesen egyezik a mérés eredményével
- **részben egyezik:** a vizsgált réteg színezéssel kapott eredménye nem egyértelmű, de a mérések szerint a kötőanyag egyezik, vagy a mérések szerint keverék a kötőanyag és a színezés eredménye pozitív
- **egyezik valamilyen mértékben:** a színezésekkel kapott eredmények részben vagy teljesen egyeznek a mérési eredményekkel
- **nem egyezik:** a színezés szerint nem a méréssel megállapított kötőanyagot tartalmazza a réteg
- **nem értékelhető:** vagy a mérési eredményekből vagy a színezéses tesztből nem tudunk a kötőanyagra következtetni

### **RHODAMINE B**

A táblázat csak az ismeretlen összetételű mintáknak azokat a rétegeit tartalmazza, amelyekről FTIR mérés és színezéses teszt is készült (a Rhodamine B-vel ismeretlen összetételű minták megszínezéséről készített táblázat alapján)

	<b>FTIR mérés és színezés 1 (vízmentes reagenssel színezve)</b>	<b>FTIR mérés és színezés 2 (víz (5%) hozzáadásával a reagens oldathoz)</b>
<b><i>Számszerű eredmények</i></b>		
egyezik	4	2
részben egyezik	14	16
<b>egyezik valamilyen mértékben</b>	<b>18</b>	<b>18</b>
nem egyezik	4	4
nem értékelhető	5	5
<i>Összes vizsgált (megmért és megszínezett) réteg száma</i>	<b>27</b>	<b>27</b>
<b><i>Százalékos eredmények</i></b>		
egyezik	14,8%	8,6%

részben egyezik	51,8%	59,2%
<b>egyeznek valamilyen mértékben</b>	<b>66,6%</b>	<b>66,6%</b>
nem egyezik	14,8%	14,8%
nem értékelhető	18,5%	18,5%
<i>Összes vizsgált (megmért és megszínezett) réteg száma</i>	<b>100%</b>	<b>100%</b>

41. táblázat: A Rhodamine B reagenssel megszínezett ismeretlen összetételű minták és az FTIR mérések eredményeinek összehasonlító értékelése

A vízmentes színezések 14,8%-a, a víz hozzáadásával végzett teszteknek 8,6%-a egyezik teljesen a mérési eredményekkel.

A víz nélküli színezések 51,8%-a, a víz hozzáadásával kivitelezett teszteknek pedig az 59,2%-a egyezik részben a mérésekkel.

A víz hozzáadásával végzett és a vízmentes színezések egyaránt 66,6%-a szerint tartalmazzák a rétegek a mérésekkel megállapított kötőanyagot (kizárólag azt, vagy más kötőanyag mellett).

A víz hozzáadásával végzett színezéseknek és a víz nélküli teszteknek egyaránt a 14,8%-a nem egyezik a mérési eredmények szerinti kötőanyaggal.

Az összes réteg 18,5%-ánál nem tudunk a kötőanyagra következtetni.

## Összegzés

A színezéseket és a méréseket összevetve viszonylag alacsony a teljesen megegyező eredmények (egyértelmű pozitív elszíneződés és kizárólag olaj tartalom mérésével) száma, ez 10-15% körüli. Ezzel szemben a bizonytalan, vagy részben egyező adatok 50-60%-ot tesznek ki. Összességében a színezések kb. 66%-a egyezik valamilyen mértékben az FTIR mérések eredményével.

Tehát a Rhodamine B-vel végzett színezések eredményei a dolgozatban szereplő, ismeretlen kötőanyagú mintáknál kb. 66%-ban egyeznek az FTIR mérések eredményeivel.

## DICHLOROFLUORESCEIN

A táblázat csak a mintáknak azokat a rétegeit tartalmazza, amelyekről FTIR mérés és színezéses teszt is készült (a Dichlorofluorescein-nel ismeretlen összetételű minták megszínezéséről készített táblázat alapján)

	<b>FTIR mérés és színezés 1 (vízmentes reagenssel színezve)</b>	<b>FTIR mérés és színezés 2 (víz (5%) hozzáadásával a reagens oldathoz)</b>
<b><i>Számszerű eredmények</i></b>		
egyezik	3	3
részben egyezik	9	10
<b>egyezik valamilyen mértékben</b>	12	13
nem egyezik	5	4
nem értékelhető	-	-
<b>Összes vizsgált (mégmért és megszínezett) réteg száma</b>	<b>17</b>	<b>17</b>
<b><i>Százalékos eredmények</i></b>		
egyezik	17,6%	17,6%
részben egyezik	52,9%	58,8%
<b>egyezik valamilyen mértékben</b>	<b>70,5%</b>	<b>76,4%</b>
nem egyezik	29,4%	23,5%
nem értékelhető	-	-
<b>Összes vizsgált (mégmért és megszínezett) réteg száma</b>	<b>100%</b>	<b>100%</b>

42. táblázat: A 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel megszínezett ismeretlen összetételű minták és az FTIR mérések eredményeinek összehasonlító értékelése

A vízmentes és a víz hozzáadásával végzett teszteknek egyaránt 17,6%-a egyezik teljesen a mérési eredményekkel.

A víz hozzáadásával kivitelezett tesztek 58,8%-a, a víz nélküli színezések 52,9%-a egyezik részben a mérésekkel.

A víz hozzáadásával végzett színezések 76,4%-a, a víz hozzáadása nélküli színezések 70,5%-a szerint tartalmazzák a rétegek a mérésekkel megállapított kötőanyagot.

A víz hozzáadásával végzett színezéseknek a 23,5%-a nem egyezik a mérési eredmények szerinti kötőanyaggal, a víz nélküli teszteknek pedig a 29,4%-a.

Minden vizsgált réteget értékelni tudtunk.

## Összegzés

A színezéseket és a méréseket összevetve viszonylag alacsony a teljesen megegyező eredmények (egyértelmű pozitív elszíneződés és kizárólag olaj tartalom méréssel) száma, vagyis 18% körüli. Ezzel szemben a bizonytalan, vagy részben egyező adatok 50-60% közöttiek. Összességében a színezések kb. 70-76%-a egyezik valamilyen mértékben az FTIR mérések eredményével.

Tehát a 2,7 Dichlorofluorescein-nel végzett színezések eredményei a dolgozatban szereplő, ismeretlen kötőanyagú mintáknál 73%-ban egyeznek az FTIR mérések eredményeivel.

### *A Rhodamine B és a Dichlorofluorescein eredményeinek összehasonlítása a dolgozatban szereplő, ismeretlen kötőanyagú minták esetében az FTIR mérésekkel*

		<b>FTIR mérés és színezés 1</b> (vízmentes reagenssel színezve)	<b>FTIR mérés és színezés 2</b> (víz (5%) hozzáadásával a reagens oldathoz)
<b>RHOD</b>	egyeznek	14,8%	8,6%
	részben egyeznek	51,8%	59,2%
	<b>egyeznek valamilyen mértékben</b>	<b>66,6%</b>	<b>66,6%</b>
	nem egyeznek	14,8%	14,8%
	nem értékelhető	18,5%	18,5%
<b>DCF</b>	egyeznek	17,6%	17,6%
	részben egyeznek	52,9%	58,8%
	<b>egyeznek valamilyen mértékben</b>	<b>70,5%</b>	<b>76,4%</b>
	nem egyeznek	29,4%	23,5%
	nem értékelhető	-	-

43. táblázat: A Rhodamine B és a Dichlorofluorescein eredményeinek összehasonlítása a dolgozatban szereplő, ismeretlen kötőanyagú minták esetében az FTIR mérésekkel

A Rhodamine B-vel végzett színezések mindkét módon kb. 66%-ban egyeztek valamilyen mértékben az FTIR mérések eredményeivel, ugyanez az adat a Dichlorofluorescein esetében 70-75% körüli.

## FLUORESCAMINE

A táblázat csak a mintáknak azokat a rétegeit tartalmazza, amelyekről FTIR mérés és színezéses teszt is készült (*a Fluorescamine-nal ismeretlen összetételű minták megszínezéséről készített táblázat alapján*)

	<b>FTIR mérés és színezés 1</b> <i>(előkezelés nélkül színezve)</i>	<b>FTIR mérés és színezés 2</b> <i>(előkezelést követően színezve)</i>
<b><i>Számszerű eredmények</i></b>		
egyezik	8	4
részben egyezik	8	9
<b>egyezik valamilyen mértékben</b>	<b>16</b>	<b>13</b>
nem egyezik	10	8
nem értékelhető	7	12
<i>Összes vizsgált (megmért és megszínezett) réteg száma</i>	<b>33</b>	<b>33</b>
<b><i>Százalékos eredmények</i></b>		
egyezik	24,2%	12,1%
részben egyezik	24,2%	27,2%
<b>egyezik valamilyen mértékben</b>	<b>55%</b>	<b>39,3%</b>
nem egyezik	30,3%	24,2%
nem értékelhető	21,2%	36,3%
<i>Összes vizsgált (megmért és megszínezett) réteg száma</i>	<b>100%</b>	<b>100%</b>

44. táblázat: A Fluorescamine reagenssel megszínezett ismeretlen összetételű minták és az FTIR mérések eredményeinek összehasonlító értékelése

Az előkezelés nélküli tesztek 24,2%-a, előkezelést követő színezések 12,1%-a egyezik teljesen a mérési eredményekkel.

Az előkezelést követő tesztek 27,2%-a, az előkezelés nélküli színezések 24,2%-a egyezik részben a mérésekkel.

Az előkezelés nélküli tesztek 55%-a, az előkezeléssel végzett színezések 39,3%-a szerint tartalmazzák a rétegek a mérésekkel megállapított kötőanyagot.

Az előkezeléssel végzett színezéseknek a 24,2%-a nem egyezik a mérési eredmények szerinti kötőanyaggal, az előkezelés nélküli teszteknek pedig a 30,3%-a.

Az előkezelés nélküli tesztek 21,2%-ánál, az előkezelést követő színezések 36,3%-ánál nem tudunk a kötőanyagra következtetni.

## Összegzés

A színezéseket és a méréseket összevetve a teljesen megegyező eredmények (egyértelmű pozitív elszíneződés és kizárólag olaj tartalom mérésével) száma 12-24% körüli. A bizonytalan, vagy részben egyező adatok száma előkezelés hatására kismértékben nőtt. Összességében a színezések kb. 40-55%-a egyezik valamilyen mértékben az FTIR mérések eredményével.

Tehát a Fluorescamine-nal végzett színezések eredményei a dolgozatban szereplő, ismeretlen kötőanyagú mintáknál kb. 40-55%-ban egyeznek az FTIR mérések eredményeivel.

## TRITC

A táblázat csak a mintáknak azokat a rétegeit tartalmazza, amelyekről FTIR mérés és színezéses teszt is készült (a Tetramethyl Rhodamine Isothiocyanate-tal ismeretlen összetételű minták megszínezéséről készített táblázat alapján)

	<b>FTIR mérés és színezés 1</b> <i>(előkezelés nélkül színezve)</i>	<b>FTIR mérés és színezés 2</b> <i>(előkezelést követően színezve)</i>
<b><i>Számszerű eredmények</i></b>		
egyezik	3	2
részben egyezik	12	10
<b>egyezik valamilyen mértékben</b>	<b>15</b>	<b>12</b>
nem egyezik	7	9
nem értékelhető	8	9
<b><i>Összes vizsgált (megmért és megszínezett) réteg száma</i></b>	<b>30</b>	<b>30</b>



<i>Százalékos eredmények</i>		
egyeznek	10%	6,6%
részben egyeznek	40%	33,3%
<b>egyeznek valamilyen mértékben</b>	<b>50%</b>	<b>40%</b>
nem egyeznek	23,3%	30%
nem értékelhető	26,6%	30%
<i>Összes vizsgált (mégmért és megszínezett) réteg száma</i>	<b>100%</b>	<b>100%</b>

45. táblázat: A Tetramethyl Rhodamine Isothiocyanate reagenssel megszínezett ismeretlen összetételű minták és az FTIR mérések eredményeinek összehasonlító értékelése a feltételezett kötőanyaggal

Az előkezelés nélküli tesztek 10%-a, előkezelést követő színezések 6,6%-a egyezik teljesen a mérési eredményekkel.

Az előkezelés nélküli színezések 40%-a, az előkezelést követő tesztek 33,3%-a egyezik részben a mérésekkel.

Az előkezelés nélküli tesztek 50%-a, az előkezeléssel végzett színezések 40%-a szerint tartalmazzák a rétegek a mérésekkel megállapított kötőanyagot.

Az előkezelés nélküli tesztek 23,3%-a nem egyezik a mérési eredmények szerinti kötőanyaggal, az előkezeléssel végzetteknek pedig a 30%-a.

Az előkezelés nélküli tesztek 26,6%-ánál, az előkezelést követő színezések 30%-ánál nem tudunk a kötőanyagra következtetni.

### **Összegzés**

A színezéseket és a méréseket összevetve a teljesen megegyező eredmények (egyértelmű pozitív elszíneződés és kizárólag olaj tartalom méréssel) száma 6-10% körüli. A bizonytalan, vagy részben egyező adatok száma előkezelés hatására csökkent, de nőtt a nem egyező és nem értékelhetőek száma is. Összességében a színezések kb. 40-50%-a egyezik valamilyen mértékben az FTIR mérések eredményével.

Tehát a TRITC-vel végzett színezések eredményei a dolgozatban szereplő, ismeretlen kötőanyagú mintáknál kb. 40-50%-ban egyeznek az FTIR mérések eredményeivel.

**LISSA**

A táblázat csak a mintáknak azokat a rétegeit tartalmazza, amelyekről FTIR mérés és színezéses teszt is készült (a Lissamine Rhodamine sulfonyl chloride-dal ismeretlen összetételű minták megszínezéséről készített táblázat alapján)

	<b>FTIR mérés és színezés 1</b> (előkezelés nélkül színezve)	<b>FTIR mérés és színezés 2</b> (előkezelést követően színezve)
<b><i>Számszerű adatok</i></b>		
egyezik	3	4
részben egyezik	12	13
<b>egyezik valamilyen mértékben</b>	<b>15</b>	<b>17</b>
nem egyezik	8	6
nem értékelhető	7	7
<i>Összes vizsgált (megmért és megszínezett) réteg száma</i>	<b>30</b>	<b>30</b>
<b><i>Százalékos eredmények</i></b>		
egyezik	10%	13,3%
részben egyezik	40%	43,3%
<b>egyezik valamilyen mértékben</b>	<b>50%</b>	<b>56,6%</b>
nem egyezik	26,6%	20%
nem értékelhető	23,3%	23,3%
<i>Összes vizsgált (megmért és megszínezett) réteg száma</i>	<b>100%</b>	<b>100%</b>

46. táblázat: A Lissamine Rhodamine sulfonyl chloride reagenssel megszínezett ismeretlen összetételű minták és az FTIR mérések eredményeinek összehasonlító értékelése a feltételezett kötőanyaggal

Az előkezelést követő színezések 13,3%-a, az előkezelés nélküliek 10%-a egyezik teljesen a mérési eredményekkel.

Az előkezelést követő tesztek 43,3%-a, az előkezelés nélküliek 40%-a egyezik részben a mérésekkel.

Az előkezeléssel végzett színezések 56,6%-a, az előkezelés nélküli tesztek 50%-a szerint tartalmazzák a rétegek a mérések szerinti kötőanyagot.

Az előkezelés nélküli tesztek 26,6%-a nem egyezik a mérési eredmények szerinti kötőanyaggal, az előkezeléssel végzetteknek pedig a 20%-a.

Az összes réteg 23,3%-ánál nem tudunk a kötőanyagra következtetni.

## Összegzés

A színezéseket és a méréseket összevetve a teljesen megegyező eredmények (egyértelmű pozitív elszíneződés és kizárólag olaj tartalom méréssel) száma 10-13% körüli. A bizonytalan, vagy részben egyező adatok száma előkezelés nélkül és előkezeléssel is közel ugyanannyi (40-43%). A nem egyező eredmények száma az előkezelést követő színezésekkel valamivel alacsonyabb (27-20%). Összességében a színezések kb. 50-57%-a egyezik valamilyen mértékben az FTIR mérések eredményével.

Tehát a LISSA-val végzett színezések eredményei a dolgozatban szereplő, ismeretlen kötőanyagú mintáknál 50-56%-ban egyeznek az FTIR mérések eredményeivel.

### *A Fluorescamine, Tetramethyl Rhodamine Isothiocyanate és Lissamine Rhodamine sulfonyl chloride eredményeinek összehasonlítása a dolgozatban szereplő, ismeretlen kötőanyagú minták esetében az FTIR mérésekkel*

		FTIR mérés és színezés 1 (előkezelés nélkül színezve)	FTIR mérés és színezés 2 (előkezelést követően színezve)
FLUR	egyeznek	24,2%	12,1%
	részben egyeznek	24,2%	27,2%
	<b>egyeznek valamilyen mértékben</b>	<b>55%</b>	<b>39,3%</b>
	nem egyeznek	30,3%	24,2%
	nem értékelhető	21,2%	36,3%
	<i>Összes vizsgált (mégmért és megszínezett) réteg száma</i>	<b>100%</b>	<b>100%</b>
TRITC	egyeznek	10%	6,6%
	részben egyeznek	40%	33,3%
	<b>egyeznek valamilyen mértékben</b>	<b>50%</b>	<b>40%</b>
	nem egyeznek	23,3%	30%

	nem értékelhető	26,6%	30%
	<i>Összes vizsgált (megmért és megszínezett) réteg száma</i>	<b>100%</b>	<b>100%</b>
LISSA	egyeznek	10%	13,3%
	részben egyeznek	40%	43,3%
	<b>egyeznek valamilyen mértékben</b>	<b>50%</b>	<b>56,6%</b>
	nem egyeznek	26,6%	20%
	nem értékelhető	23,3%	23,3%
	<i>Összes vizsgált (megmért és megszínezett) réteg száma</i>	<b>100%</b>	<b>100%</b>

47. táblázat: A Fluorescamine, Tetramethyl Rhodamine Isothiocyanate és Lissamine Rhodamine sulfonil chloride eredményeinek összehasonlítása a dolgozatban szereplő, ismeretlen kötőanyagú minták esetében az FTIR mérésekkel

Mindhárom reagens, mindkét módon kivitelezve kb. 40-55%-ban egyezett valamilyen mértékben az FTIR mérések eredményeivel.

## VII. ÖSSZEGZÉS

A színezékek közül a FLUR és TRITC fehérje reagensekkel kaptunk pontosabb eredményeket az ismert összetételű standard mintákon (50%-os igaz-hamis arány a FLUR és a TRITC esetében). Az olaj kimutatására használt DCF és RHOD B, illetve a szintén fehérje azonosítására ajánlott LISSA esetében sokkal magasabb volt a hibás reakciók száma (87,5%-90%-100%). Összegezve még az 50-50%-os arány sem tekinthető elég specifikusnak az anyag meghatározás céljából.

A szakirodalmi forrásokban javasolt módosításoknak köszönhetően csupán egy színezéknél (DCF) javult az igaz-hamis eredmények aránya, de nem olyan mértékben, hogy a reagens jól működőnek tekinthető legyen.

Az ismert összetételű minták FTIR mérései igazolták, hogy amennyiben a réteg pigmentje vagy töltőanyaga aktív a közép infravörösben (pl. ólomfehér) a kötőanyagra átlagosan csupán egy-egy sáv utal a spektrumokon. Sokkal megbízhatóbb információkhoz jutunk a szerves anyagokra vonatkozóan azokban az esetekben, ha a réteg szervesetlen összetevői inaktívak a vizsgált régióban (pl. titánfehér).

Az epoxi műgyantába ágyazott keresztmetszet csiszolatok spektrumain a műgyanta sávok szinte minden esetben megjelentek, de mellettük láthatóak voltak a rétegek kötőanyag sávjai is. A túl vékony réteg mérése viszont bizonytalanabb eredményeket adott, a szomszédos szigetelő- vagy alapozó rétegek sávjai gyakran megjelentek a spektrumokon.

Az ismeretlen összetételű minták FTIR mérési és színezési eredményeit összehasonlítva a standardokon tapasztaltaktól eltérő adatokat kaptunk. A DCF reagens módosított változata egyezett a legnagyobb arányban a műszeres mérés adataival (76%), majd a RHOD B (66%). A fehérje reagensek közül a LISSA és a FLUR tesztjei közel azonos (56-55%) százalékban volt az FTIR vizsgálatokkal összhangban, a legrosszabb arányt a TRITC (50%) adta.

A RHOD B és a DCF olaj színezékek az ismeretlen összetételű, öregedett mintákon megbízhatóbbnak tűnnek, mint a néhány éves standardokon. A fehérje színezékek közül a LISSA sokkal jobb eredményeket adott, mint az ismert összetételű mintákon, FLUR és a TRITC a műtárgyakból vett mintákon is 50% körüli pontossággal működött.

Az ismeretlen összetételű műtárgyak esetében a feltételezett kötőanyagokat a színezési tesztek eredményei nem (vagy nagyon rossz arányban), az FTIR mérések viszont alátámasztották, ezért a reagensek kötőanyag meghatározására történő használata megkérdőjelezhető.

A fentiek alapján kijelenthetjük, hogy a fluoreszcens színezéses eljárások nem adnak elég megbízható eredményeket a kötőanyag típusára vonatkozóan, az irodalomban javasolt módosításokat alkalmazva sem. Ezért a kötőanyagok meghatározására önmagukban, egyedüli tesztként nem használhatóak, legfeljebb kezdő, tájékozódó lépésként végezhetőek el, amit más típusú vizsgálatok kell, hogy kövessenek. Mivel kizárólag a színezésekkel, különösen az olaj reagensek esetében, hamis következtetéseket is levonhatunk, talán javasolható, hogy elsősorban a fehérje reagenseket alkalmazzuk, és azok negatív eredménye után az olajszínezékeket. Viszont újra kiemelendő, hogy a reagensekkel kapott eredményeket csak előzetes tájékozódás céljából használjuk, további tesztekkel vagy műszeres módszerekkel mindképpen tovább kell vizsgálni a kötőanyagokat.

Az FTIR mérésekkel annak ellenére is sokkal megbízhatóbb információkhoz jutottunk a kötőanyagra vonatkozóan, hogy a technikának is vannak bizonyos korlátai. A mérési eredmények viszont pont ezek miatt szintén nem tekinthetőek tökéletes pontosságú, végleges megállapításoknak. Az így kapott adatok csak a rétegek kiértékelésének pontos leírásával együtt, a festett rétegek összes komponensének figyelembe vételével használhatóak.

## VIII. KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Köszönetemet szeretném kifejezni témavezetőmnek, Galambos Évának, ösztönzéséért és támogatásáért. Kriston Lászlónak a konzultációkért, és a hasznos észrevételekért. Az MTA CSFK Geokémiai Kutatóintézet munkatársainak, akik lehetővé tették számomra a műszeres vizsgálatokat, és segítségemre voltak az eredmények értelmezésében: Bajnóczi Bernadettnek, Judik Katalinnak, Kesjár Dórának és Tóth Máriának. A mestermunka elkészítésének lehetőségéért, és a vizsgálatok kivitelezésében nyújtott útmutatásokért Karol Bayer-nak, és a Pardubice Egyetem (Univerzita Pardubice) Restaurátor Tanszékének laborjában dolgozóknak. A dolgozat lektorálásáért hálával tartozom Sándorné Kovács Juditnak. Továbbá minden kollégámnak, és egyetemi hallgatóknak, akik mintákkal, irodalommal, jó tanáccsal segítették a munkámat.

## IX. KÉPJEGYZÉK

1. kép: Pentóz jelenlétének kimutatása Bial's reagenssel – a zöld szín növényi gumi alkalmazására utal *A szerző felvétele*
2. kép: Szövetteni metszet PAS festése *László et al Szövetteni és sejtbiológiai vizsgálómódszerek*  
[https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop412A/20110073\\_szovettani\\_sejttani\\_vizsgalo\\_modszerek/ch02s06.html#id522846](https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop412A/20110073_szovettani_sejttani_vizsgalo_modszerek/ch02s06.html#id522846)
3. kép: Hibás pozitív eredmény (balra) olaj színezéssel (RHOD B) fehérje tartalmú anyagokon, és hibás negatív eredmény (jobbra) olaj színezéssel (DCF) olaj tartalmú festékrétegen *A szerző felvétele*
4. kép: A szövettani metszeten jól elkülönülő sejtek és szövetek, a festett rétegek keresztmetszetén a kötő- és töltőanyag nem elkülöníthető *László et al Szövetteni és sejtbiológiai vizsgálómódszerek és a szerző saját felvétele*  
[https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop412A/20110073\\_szovettani\\_sejttani\\_vizsgalo\\_modszerek/ch02s06.html#id522846](https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop412A/20110073_szovettani_sejttani_vizsgalo_modszerek/ch02s06.html#id522846)
5. kép: A festékrétegen a polírozás okozta karcolásokba beülő reagens *A szerző felvétele*
6. kép Fehérje alapú anyagok színezésének folyamata savas színezéssel
7. kép: Savas fukszinnal (balra) és Ponceau S-sel (jobbra) megszínezett keresztmetszet *A szerző felvétele*
8. kép: Szudán feketével (balra) és Oil red O-val (jobbra) keresztmetszetek *A szerző felvétele*
9. kép: FITC-vel megszínezett szövet  
<https://www.thermofisher.com/hu/en/home/life-science/cell-analysis/fluorophores/fluorescein.html>
10. kép: Fluorokróm abszorpciója és emissziója a fluoreszkálás közben  
<http://flowbook.denovosoftware.com/chapter-3-fluorescence-fluorochromes>
11. kép: Egy fluoreszcens színezék emissziós és abszorpciós spektrumainak átfedése  
<https://www.chroma.com/knowledge-resources/about-fluorescence/introduction-to-fluorescence/fluorochrome-spectra>



12. kép: A szűrőblokkok működési elve

<http://zeiss-campus.magnet.fsu.edu/articles/basics/fluorescence.html>

13. kép: A fotoelhalványulás jelensége

<https://www.thermofisher.com/content/dam/LifeTech/global/life-sciences/cellanalysis/Images/1014/photobleaching.jpg>

14. kép: FLUR-ral (balra) és TRITC-vel (jobbra) megszínezett keresztmetszetek *A szerző felvétele*

15. kép: RHOD B-vel (balra) és DCF-vel (jobbra) megszínezett keresztmetszet *A szerző felvétele*

1. kép: Az antitestek és antigének kötése

<https://courses.lumenlearning.com/boundless-biology/chapter/adaptive-immune-response/>

2. kép: A monoklonális és poliklonális antitestek működése

<http://ruo.mbl.co.jp/bio/e/support/method/images/polymono-ketsugou.png>

18. kép: Kármin pigment tojásfehérjével keverve, kazeines alapon, FITC-vel megszínezve *Ramírez-Barat, de la Vina, Studies in Conservation, 2001*

19. kép: Hematit és tojástempera festékréteg megszínezése IFM technikával *Pinna et al. Scientific Examination for the Investigation of Paintings: A Handbook for Conservators-restorers, 2010*

20. kép: Az ELISA működése festészeti mintán (balra) és az ELISA tálca [http://www.getty.edu/conservation/our\\_projects/science/antibody/index.html](http://www.getty.edu/conservation/our_projects/science/antibody/index.html)

21. kép: A Szent János szobor, mintái és az ELISA teszt eredménye *Schultz et al., The Metropolitan Museum of Art Bulletin, 2009*

22. kép: Kees van Dongen: Reclining nude, és az ELISA vizsgálat eredményei *Albertson et al., e-Preservation Science, 2009*

23. kép: Giovanni Bevilacqua: Maria, das kind anbetend című képe, és az ELISA valamint GC-MS vizsgálatok eredményei *Herm et al. ZKK, 2008*

24. kép: Gázkromatográffal kapcsolt tömegspektrométer képe és vázlatos rajza  
<https://orgspectroscopyint.blogspot.com/2014/11/gas-chromatography-mass-spectrometry-gc.html>

25. kép: Cimabue egy festményén végzett GC-MS vizsgálat kromatogramja és eredményei  
*Pinna et al. Scientific Examination for the Investigation of Paintings: A Handbook for Conservators-restorers, 2010*

3. kép: Pompeo Mariani festményéből vett minta kromatogramja és eredményei  
*Pinna et al. Scientific Examination for the Investigation of Paintings: A Handbook for Conservators-restorers, 2010*

27. kép: Mark Rothko: Number 7 című alkotása (balra) és a vizsgálata során kapott kromatogramok, *kromatogramok: Shibayama et al 1999*  
foto a festményről: [https://imgcs.artprintimages.com/img/print/print/mark-rothko-no-7-or-no-11-1949\\_a-l-13393304-0.jpg](https://imgcs.artprintimages.com/img/print/print/mark-rothko-no-7-or-no-11-1949_a-l-13393304-0.jpg)

28. kép: RAMAN mikrospektroszkóp és egy hordozható RAMAN  
<https://chem.uiowa.edu/grassian-research-group/raman-microspectroscopy>  
hordozható RAMAN képe: Colombari, Mancini 2013 <https://www.mdpi.com/2076-0752/2/3/111/htm>

29. kép: Zsírsavakat tartalmazó (balra) és fehérje jellegű (jobbra) anyagok RAMAN spektrumai  
Vandenabeele et al. 15th World Conference on Nondestructive Testing Roma, 2010 <https://www.ndt.net/article/wcndt00/papers/idn164/idn164.htm>

30. kép: Master of the Litoměřice Altarpiece, St Catherine Altarpiece – St Catherine before the Emperor Maxentius c. festményéből vett minták RAMAN spektrumai  
*Sefcu et al., Heritage Science Journal, 2015*

31. kép: Az elektromágneses spektrum  
[https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop412A/2010-0012\\_eghajlatvaltozas/ch02s02.html](https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop412A/2010-0012_eghajlatvaltozas/ch02s02.html)

32. kép: Az infravörös spektrum  
<http://www.lotusgemology.com/images/library/articles/gemologyarticles/ftir-intrigue/infrared-spectrum.jpg>

33. kép: FTIR spektroszkóp és a hozzá tartozó mikroszkóp  
<https://www.bruker.com/products/infrared-near-infrared-and-raman-spectroscopy/ft-ir-microscopes-raman-microscopes/hyperion/overview.html>
34. kép: Az FTIR működési vázlatja *Mink, Pannon Egyetem, jegyzet, 2016*
35. kép: A sugárzás útja a mintában transzmissziós módban *Derrick et al., Infrared Spectroscopy in Conservation Science, 1999*
36. kép: Kálium-bromid pasztillák, a készítéséhez szükséges eszközökkel  
<http://spectrochemistry.blogspot.com/2017/04/sample-preparation-ir-spectroscopy.html>
37. kép: Gyémánt cellák <https://lot-qd.de/en/products/spectroscopy/ftir-accessories-gas-solid-cells/product/diamond-compression-cell-beam-condensor/>
38. kép: A sugárzás útja a diffúz és a belső reflexiós módokban *Derrick et al., Infrared Spectroscopy in Conservation Science, 1999*
39. kép: Beágyazatlan kaparéék (por) minta mérése  
<https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=6106>
40. kép: ATR objektív fotója (balra) és sematikus rajza (jobbra)  
<https://www.es.utoronto.ca/magmatic/wp-content/uploads/2015/10/ATR.png>  
<https://shimadzu.com.au>
41. kép: Lenolaj transzmissziós (fent) és abszorpciós (lent) módban felvett spektruma  
transzmissziós spektrum: [http://lisa.chem.ut.ee/IR\\_spectra/paint/binders/linseed-oil/](http://lisa.chem.ut.ee/IR_spectra/paint/binders/linseed-oil/)  
abszorpciós spektrum: *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
42. kép: Alapvonal korrekció az Opus programban  
[https://www.bruker.com/fileadmin/user\\_upload/1-Products/Infrared\\_Spectroscopy/OPUS/1\\_Baseline2.jpg](https://www.bruker.com/fileadmin/user_upload/1-Products/Infrared_Spectroscopy/OPUS/1_Baseline2.jpg)
43. kép: A spektrális régiókra jellemző kötés rezgések  
<https://www.masterorganicchemistry.com/wp-content/uploads/2016/11/Table-of-IR-absorptions-e1479497782852.png>
44. kép: Körülbelül 20 éves, megszáradt lenolaj minta spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

45. kép: Körülbelül 20 éves nyúlböreynv minta spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

46. kép: Körülbelül 20 éves dammár minta spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

47. kép: Körülbelül 20 éves sellak minta spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

48. kép: Körülbelül 20 éves gumiarábikum spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

49. kép: Körülbelül 20 éves fehéritett méhviasz spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

50. kép: Epoxi műgyanta spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

51. kép: Kalcium-karbonát ( $\text{CaCO}_3$ ) spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel: MTA-CSFK*

52. kép: Ólomfehér ( $2\text{PbCO}_3 \cdot \text{Pb(OH)}_2$ ) spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

53. kép: Gipsz ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

54. kép: Okker pigment spektruma, kaolinit és goethit keveréke *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

55. kép: Hegyi kréta és enyv keverékének spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

56. kép: Hegyi kréta, enyv és lenolaj keverékének spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

57. kép: a Rhodamine B molekulaszervezete

<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/substance/rhodamineb479018188911?lang=hu&region=HU>

58. kép: A Rhodamine B színezési folyamata *Wolbers, Cleaning painted surfaces (Aqueous methods) 2000*
59. kép: A Dichlorofluorescein molekul szerkezete  
<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/d6665?lang=hu&region=HU>
60. kép: A Fluorescamine molekul szerkezete  
<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/substance/fluorescamine278263818312911?lang=hu&region=HU>
61. kép: A Fluorescamine színezési folyamata *Wolbers, Cleaning painted surfaces (Aqueous methods) 2000*
62. kép: A Tetramethyl Rhodamine Isothiocyanate molekul szerkezete  
<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/87918?lang=hu&region=HU>
63. kép: A Tetramethyl Rhodamine Isothiocyanate színezési folyamata *Wolbers, Cleaning painted surfaces (Aqueous methods) 2000*
64. kép: A Lissamine Rhodamine Sulfonyl Chloride molekul szerkezete  
<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/86186?lang=hu&region=HU>
65. kép: A Lissamine Rhodamine Sulfonyl Chloride színezési folyamata *Wolbers, Cleaning painted surfaces (Aqueous methods) 2000*
66. kép: A titánfehér transzmissziós módban felvett spektruma, közép infravörös tartomány  
[http://lisa.chem.ut.ee/IR\\_spectra/paint/pigments/titanium-white/](http://lisa.chem.ut.ee/IR_spectra/paint/pigments/titanium-white/)
67. kép: A titánfehér transzmissziós módban felvett spektruma, távoli infravörös tartomány  
[http://lisa.chem.ut.ee/IR\\_spectra/paint/pigments/titanium-white/](http://lisa.chem.ut.ee/IR_spectra/paint/pigments/titanium-white/)
68. kép: Ólomfehér spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
69. kép: Nátrium-tetraborát spektruma <http://rruff.info/Borax>
70. kép: Lenolaj spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
71. kép: Böre nyv spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
72. kép: Csontenyv spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

73. kép: Zselatin spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
74. kép: Kazein spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
75. kép: Tojássárgája transzmissziós módban felvett spektruma  
[http://lisa.chem.ut.ee/IR\\_spectra/paint/binders/egg-yolk/](http://lisa.chem.ut.ee/IR_spectra/paint/binders/egg-yolk/)
76. kép: Tojásfehérje transzmissziós módban felvett spektruma  
[http://lisa.chem.ut.ee/IR\\_spectra/paint/binders/egg-white/](http://lisa.chem.ut.ee/IR_spectra/paint/binders/egg-white/)
77. kép: Az A 1.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
78. kép: Az A 2.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
79. kép: Az A 3.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
80. kép: Az A 4.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
81. kép: Az A 5.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
82. kép: Az A 6.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
83. kép: Az A 7.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
84. kép: Az A 8.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
85. kép: Az A 9.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
86. kép: Az A 10.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
87. kép: Az A 11.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
88. kép: Az A 12.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
89. kép: Az A 13.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
90. kép: Az A 14.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
91. kép: Az A 15.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
92. kép: Az A 16.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
93. kép: Az A 17.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*
94. kép: Az A 18.6 jelű minta spektruma *A szerző által készített minta, felvétel:MTA-CSFK*

95. kép: A B1 jelű minta mérési pontjai *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
96. kép: A B1 jelű minta 6-os spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
97. kép: A B1 jelű minta 11-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
98. kép: A B1 jelű minta 4-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
99. kép: A BN2 jelű minta mérési pontjai *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
100. kép: A BN2 jelű minta 1-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
101. kép: A BN2 jelű minta 11-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
102. kép: A Cst2 jelű minta mérési pontjai *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
103. kép: A Cst2 jelű minta 13-as spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
104. kép: A Cst2 jelű minta 16-os spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
105. kép: A Cst2 jelű minta 30-as spektruma
106. kép: A CSF1 jelű minta mérési pontjai
107. kép: A CSF1 jelű minta 2-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
108. kép: A CSF1 jelű minta 15-ös spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

109. kép: A CSF1 jelű minta 18-as spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
110. kép: A CSF1 jelű minta 21-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
111. kép: Az EG1 jelű minta mérési pontjai *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
112. kép: Az EG1 jelű minta 3-as spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
113. kép: Az EG1 jelű minta 12-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
114. kép: Az EG1 jelű minta 15-ös spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
115. kép: Az EG1 jelű minta 19-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
116. kép: Az EG1 jelű minta 27-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
117. kép: Az I 2.2 jelű minta mérési pontjai *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
118. kép: Az I 2.2 jelű minta „0” jelű spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
119. kép: Az I 2.2 jelű minta 5-ös spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
120. kép: Az I 2.2 jelű minta 11-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
121. kép: A Ji2 jelű minta mérési pontjai *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*



122. kép: A Ji 2 jelű minta 2-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
123. kép: A Ji 2 jelű minta 4-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
124. kép: A Ji 2 jelű minta 8-as spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
125. kép: Az ME 3 jelű minta 1. felvételének mérési pontjai *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
126. kép: Az ME 3 jelű minta 1. felvételének 3-as spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
127. kép: Az ME 3 jelű minta 1. felvételének 5-ös spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
128. kép: Az ME 3 jelű minta 1. felvételének 7-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
129. kép: Az ME 3 jelű minta 1. felvételének 10-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
130. kép: Az ME 3 jelű minta 2. felvételének mérési pontjai *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
131. kép: Az ME 3 jelű minta 2. felvételének 5-ös spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
132. kép: Az ME 3 jelű minta 2. felvételének 26-os spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
133. kép: Az ME 3 jelű minta 2. felvételének 28-as spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
134. kép: Az PM 2 jelű minta mérési pontjai *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

135. kép: Az PM 2 jelű minta „0” jelű spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

136. kép: Az PM 2 jelű minta 3-as spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

137. kép: Az PM 2 jelű minta 4-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

138. kép: Az PM 2 jelű minta 13-as spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

139. kép: Az Ski 2 jelű minta mérési pontjai *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

140. kép: Az Ski 2 jelű minta 2-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

141. kép: Az Ski 2 jelű minta 4-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

142. kép: Az Ski 2 jelű minta 12-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

143. kép: Az Ski 2 jelű minta 16-os spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

144. kép: Az Ski 2 jelű minta 21-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

145. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének mérési pontjai *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

146. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének 1-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

147. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének 9-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

148. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének 11-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
149. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének 17-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
150. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének 19-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
151. kép: Az Szi 1 jelű minta 1. felvételének 21-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
152. kép: Az Szi 1 jelű minta 2. felvételének mérési pontjai *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
153. kép: Az Szi 1 jelű minta 2. felvételének 1-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
154. kép: Az Szi 1 jelű minta 2. felvételének 6-os spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
155. kép: Az Szi 1 jelű minta 2. felvételének 9-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
156. kép: Az Szi 1 jelű minta 2. felvételének 11-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
157. kép: A VT 2 jelű minta mérési pontjai *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
158. kép: A VT 2 jelű minta „0” jelű spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
159. kép: A VT 2 jelű minta 2-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*
160. kép: A VT 2 jelű minta 6-os spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

161. kép: A VT 2 jelű minta 10-es spektruma *A szerző rendelkezésére bocsátott minta, felvétel:MTA-CSFK*

## X. TÁBLÁZATOK

1. táblázat: Az infravörös spektrum felosztása *Német, PTE TTK jegyzet 2018*
2. táblázat: A molekulán belüli rezgések típusai *Derrick et al. 1999 és Kissné 1974 alapján készítette a szerző*
3. táblázat: A funkciós csoportok jellemző hullámszámainak összesítő ábra. A pontos elhelyezkedésüket a fizikai állapotuk és a molekuláris környezetük határozza meg *Derrick et al., Infrared Spectroscopy in Conservation Science, 1999*
4. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat megszínezése Rhodamine B reagenssel *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
5. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat vízmentes Rhodamine B reagenssel megszínezett mintáinak eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
6. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat víztartalmú Rhodamine B reagenssel megszínezett mintáinak eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
7. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat vízmentes és víztartalmú Rhodamine B reagenssel megszínezett mintáinak összesítő eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
8. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat megszínezése 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
9. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat vízmentes 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel megszínezett mintáinak eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
10. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat víztartalmú 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel megszínezett mintáinak eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
11. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat vízmentes és víztartalmú 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel megszínezett mintáinak összesítő eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
12. táblázat: Igaz és hamis eredmények az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintáin az olaj (RHOD B és 2,7 DCF) színezékek esetében, víz hozzáadása nélkül, és víz (5%) hozzáadásával *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*

13. táblázat: Igaz és hamis eredmények %-os arányai az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintáin az olaj (RHOD B és 2,7 DCF) színezékek esetében, víz hozzáadása nélkül, és víz (5%) hozzáadásával *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
14. táblázat: A kizárólag fehérjét tartalmazó rétegek (28/24) igaz-hamis eredményeinek arányai az „A” jelű mintákon, az olaj színezékekkel (RHOD B, DCF) *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
15. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat megszínezése Fluorescamine reagenssel *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
16. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Fluorescamine reagenssel, előkezelés nélkül megszínezett mintáinak eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
17. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Fluorescamine reagenssel, előkezelést követően megszínezett mintáinak eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
18. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Fluorescamine reagenssel előkezelés nélkül és előkezelést követően megszínezett mintáinak összesítő eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
19. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat megszínezése Tetrarhodamine isothyocianate reagenssel *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
20. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Tetrarhodamine isothyocianate reagenssel, előkezelés nélkül megszínezett mintáinak eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
21. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Tetrarhodamine isothyocianate reagenssel, előkezelést követően megszínezett mintáinak eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
22. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Tetrarhodamine isothyocianate reagenssel előkezelés nélkül és előkezelést követően megszínezett mintáinak összesítő eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*
23. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat megszínezése Lissamine rhodamine sulfonil chloride reagenssel *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*

24. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Lissamine rhodamine sulfonyl chloride reagenssel, előkezelés nélkül megszínezett mintáinak eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*

25. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Lissamine rhodamine sulfonyl chloride reagenssel, előkezelést követően megszínezett mintáinak eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*

26. táblázat: Ismert összetételű, „A” jelű sorozat Lissamine rhodamine sulfonyl chloride reagenssel előkezelés nélkül és előkezelést követően megszínezett mintáinak összesítő eredményei *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*

27. táblázat: Igaz és hamis eredmények az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintáin a fehérje színezékek (FLUR, TRITC, LISSA) esetében, előkezelés nélkül és előkezelést követően színezve *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*

28. táblázat: Igaz és hamis eredmények %-os arányai az ismert összetételű, „A” jelű sorozat mintáin a fehérje színezékek (FLUR, TRITC, LISSA) esetében, előkezelés nélkül és előkezelést követően színezve *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*

29. táblázat: A fehérjét nem tartalmazó rétegek (6) igaz-hamis eredményeinek arányai az „A” jelű mintákon, a fehérje színezékekkel (FLUR, TRITC, LISSA) *A mintákat és a táblázatot készítette a szerző*

30. táblázat: Ismeretlen összetételű minták megszínezése Rhodamine B reagenssel *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*

31. táblázat: Rhodamine B reagenssel megszínezett, ismeretlen összetételű minták eredményeinek összegzése *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*

32. táblázat: Ismeretlen összetételű minták megszínezése 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*

33. táblázat: 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel megszínezett, ismeretlen összetételű minták eredményeinek összegzése *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*

34. táblázat: Ismeretlen összetételű minták megszínezése Fluorescamine reagenssel *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*
35. táblázat: Fluorescamine reagenssel megszínezett, ismeretlen összetételű minták eredményeinek összegzése *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*
36. táblázat: Ismeretlen összetételű minták megszínezése Tetrahydroamine isothiocyanate reagenssel *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*
37. táblázat: Tetrahydroamine isothiocyanate reagenssel megszínezett, ismeretlen összetételű minták eredményeinek összegzése *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*
38. táblázat: Ismeretlen összetételű minták megszínezése Lissamine rhodamine sulfonyl chloride reagenssel *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*
39. táblázat: Lissamine rhodamine sulfonyl chloride reagenssel megszínezett, ismeretlen összetételű minták eredményeinek összegzése *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*
40. táblázat: Ismeretlen összetételű, műtárgyakból vett minták színezési eredményeinek összehasonlító értékelése, FLUR, LISSA és TRITC reagensekkel *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*
41. táblázat: A Rhodamine B reagenssel megszínezett ismeretlen összetételű minták és az FTIR mérések eredményeinek összehasonlító értékelése *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*
42. táblázat: A 2,7 Dichlorofluorescein reagenssel megszínezett ismeretlen összetételű minták és az FTIR mérések eredményeinek összehasonlító értékelése *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*
43. táblázat: A Rhodamine B és a Dichlorofluorescein eredményeinek összehasonlítása a dolgozatban szereplő, ismeretlen kötőanyagú minták esetében az FTIR mérésekkel *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*



44. táblázat: A Fluorescamine reagenssel megszínezett ismeretlen összetételű minták és az FTIR mérések eredményeinek összehasonlító értékelése *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*

45. táblázat: A Tetramethyl Rhodamine Isothiocyanate reagenssel megszínezett ismeretlen összetételű minták és az FTIR mérések eredményeinek összehasonlító értékelése *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*

46. táblázat: A Lissamine Rhodamine sulfonyl chloride reagenssel megszínezett ismeretlen összetételű minták és az FTIR mérések eredményeinek összehasonlító értékelése *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*

47. táblázat: A Fluorescamine, Tetramethyl Rhodamine Isothiocyanate és Lissamine Rhodamine sulfonyl chloride eredményeinek összehasonlítása a dolgozatban szereplő, ismeretlen kötőanyagú minták esetében az FTIR mérésekkel *A szerző rendelkezésére bocsátott minták, a táblázatot készítette a szerző*

## XI. BIBLIOGRÁFIA

**ALBERTSON, R. P, KLAUSMEYER, P. A., SCHMIDT, M.R., WOODLAND R. T., BLEWETT M.:** Analysis and treatment of a painting by Kees van Dongen: FTIR and ELISA as complementary techniques in the analysis of art materials, paper based on IRUG presentation, Austria 2008, e-Preservation Science 2009

**ANTUS, S., MÁTYUS, P.:** Szerves kémia, Digitális Tankönyvtár, Nemzedékek Tudása Tankönyvkiadó, 2014  
[https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop425/2011\\_0001\\_519.../index.html](https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop425/2011_0001_519.../index.html) 2017.11.12.

**ARSLANOGLU, J., SCHULTZ, J., TAVZES, C., PETERSEN, K.:** Immunological Techniques: A Different Approach for the Analysis of Proteins in Cultural Heritage. ZKK, 23 Jg 2009, Heft 1, S129-139

**BALLA, J.:** Tömegspektrometria (Vázlat), Budapesti Műszaki Egyetem, Szervetlen és Analitikai Kémia Tanszék, (egyetemi jegyzet) 2016

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

**BOROS, B., BUFA, A., CSÓKA, B., DÖRNYEI, Á., FARKAS, N., FELINGER, A., KISS, I., KILÁR, A., KILÁR, F., LAMBERT, N., MAKSZIN, L., PÁGER, Cs., PETZ, A.:** Gyakorlati jegyzet BSc hallgatók számára, (internetes tananyag), Pécsi Tudományegyetem, 2010 <http://ttk.pte.hu/analitika/letoltesek/jegyzet/ch07.html> 2017. 03.10

**BOT, Gy.:** A szerves kémia alapjai, Budapest, Medicina könyvkiadó, 1980, pp. 142-145.

**BURGIO, L., CLARK, R.J.H.:** Library of FT-Raman spectra of pigments, minerals, pigment media and varnishes, and supplement to existing library of Raman spectra of pigments with visible excitation, Spectrochimica Acta Part A 57 (2001) 1491-1521

**CENTENO, S. A., GUZMAN M. I., YAMAZAKI-KLEPS, A., VÉDOVA, C. O. D.:** Characterization by FTIR of the effect of lead white on some properties of proteinaceous binding media, JAIC 2004, Volume 43, Number 2, pp. 139-150

**COLOMBAN, P., MANCINI, D.:** Lacquerware Pigment Identification with Fixed and Mobile Raman Microspectrometers: A Potential Technique to Differentiate Original/Fake Artworks, Arts 2013, 2 (3), 111-123 <https://www.mdpi.com/2076-0752/2/3/111/html> 2017.04.24.

**DERRICK, M. R., STULIK, D., LANDRY, M, J.:** Infrared Spectroscopy in Conservation Science, The Getty Conservation Institute, Los Angeles, 1999

**HEGINBOTHAM, A., MILLAY, V., QUICK, M.,:** The Use of Immunofluorescence Microscopy (IFM) and Enzyme-linked Immunosorbent Assay (ELISA) as Complementary Techniques for Protein Identification in Artists' Materials, Journal of the American Institute for Conservation, Vol. 45, No. 2 (Summer, 2006), pp. 89-105

**HERM, C., KRUG, S., MAZUREK, J., SCHILLING, M.:** Giovanni Ambrogio Bevilacqua: „Maria, das kind anbetend” – Painting Material Analysis, ZKK, Heft 1, 2008

**JOHNSON, Meryl, PACKARD, Elisabeth:** Methods used for the identification of the binding media in italian paintings of the fifteenth and sixteenth centuries, Studies in Conservation, 1971, Vol. 16., pp. 145-164.

**JONES, Peter, Lloyd:** Some observations on methods for identifying proteins in paint media, Studies in Conservation, 1962, Vol. 7., pp. 10-16

**KISSNÉ ERŐSS, K.:** Az infravörös spektroszkópia analitikai alkalmazása, Műszaki Könyvkiadó, Budapest 1974

**KOCKAERT, GAUSSET, P, DUBI-RUCQUOY, M:** Detection of Ovalbumin in Paint Media by Immunofluorescence, Studies in Conservation, Vol. 34, No. 4 (Nov., 1989), pp. 183-188

**KOPECKÁ, I., SVOBODOVÁ, E.:** Methodology for infrared spectroscopy analysis of sandwich multilayer samples of historical materials, Heritage Science, 2014 <http://www.heritagesciencejournal.com/content/2/1/22>

**KOVÁCS I., UDVARDI B., FALUS Gy., FÖLDEVÁRI M., FANCSIK T., KÓNYA P., BODOR E., MIHÁLY J., NÉMETH Cs., CZIRJÁK, G., ÓSI A. , VARGÁNÉ B. Zs., BHATTOA, H. P., SZEKANECZ Z., TURZA S.:** Az ATR FTIR spektrometria gyakorlati alkalmazása néhány - elsősorban földtani - esettanulmány bemutatásával, Földtani Közlöny, 145/2, 173–192., Budapest, 2015

**KRUTSAY, M.:** Szövetteni technika, Medicina Könyvkiadó, Budapest 1980

**LÁSZLÓ L. (szerk.), CSIKÓS Gy, LÁSZLÓ L., KOVÁCS A. L., MOLNÁR K., PÁLFIA Zs., ZBORAY G.:** Szövetteni és sejtbológiai vizsgálómódszerek

[http://tktamop.elte.hu/onlinetananyagok/szovettani\\_es\\_sejtbiologiai\\_vizsgalomodszerek/ch02s06.html#d0e2386](http://tktamop.elte.hu/onlinetananyagok/szovettani_es_sejtbiologiai_vizsgalomodszerek/ch02s06.html#d0e2386) 2017.03.20.

**LOW, M. J. D., BAER, N. S.:** Application of Fourier Transform Infrared Spectroscopy to problems in conservation, *Studies in Conservation*, Volume 22, 1977, pp. 116-128

**MASON, WT (szerk.):** Fluorescent and luminescent probes for Biological activity, A practical guide to technology for quantitative real-time analysis, second edition, *Biological techniques series*, Academic press 1999

**MASSCHELEIN-KLEINER, L.:** Analysis of paint media, varnishes and adhesives, *PACT*, 1986, pp. 185-189.

**MASSCHELEIN-KLEINER, L.:** Contribution to the study of aged proteinaceous media, *IIC Congress on Conservation of Paintings and the Graphic Arts*, Lisbon, 1976, 84-88

**MAZUREK, J.:** Antibodies and Art: Characterization of albumen and gelatin on paper, *International Preservation News*, No. 50, May 2010, pp. 17-20

**MAZUREK, J., SVOBODA, M., MAISH, J., KAWAHARA, K., FUKAKUSA, S., NAKAZAW, T., TANIGUCHI, Y.:** Characterization of binding media in egyptian romano portraits using enzyme-linked immunosorbant assay and mass spectrometry, *e-Preservation Science*. (2014) 11, pp. 76-83

**MELIUNAS, R. J., BENTSEN J. G., STEINBERG A.:** Analysis of aged paint binders by FTIR spectroscopy, *Studies in Conservation* Volume 35, 1990 pp. 33-51

**MILLS, J., WHITE, R.:** [Organic Mass-Spectrometry of Art Materials: Work in Progress](#), *National Gallery Technical Bulletin* Volume 6, 1982

**MILLS, J., WHITE, R.:** Analyses of paint media, *National Gallery Technical Bulletin* Volume 9, 1985

**MINK, J.:** Az infravörös és a Raman spektroszkópia alapjai (Vázlat), Pannon Egyetem, Analitikai Kémia Tanszék, (egyetemi jegyzet), 2016

**NAGY, A.:** Az optikai mérés technika alapjai IV, Pécsi Tudományegyetem, (jegyzet) 2012  
[http://titan.physx.u-szeged.hu/tamop411c/public\\_html/HU%20-](http://titan.physx.u-szeged.hu/tamop411c/public_html/HU%20-)

[%20Optikai%20alapotok%20az%20ELI-ALPS%20t%C3%BCkr%C3%A9ben%20I.%20-%20Msc%20\(e-learning\)/az\\_optikai\\_mrstechnika\\_alapjai\\_iv.html](#) 2018.03.03.

**NÉMET, B.** Környezet diagnosztika fizikai módszerei-6; Infravörös spektroszkópia.; PTE FI-10; (jegyzet)

**NEUMÜLLER, O-A./RÖMPP, Hermann:** Vegyészeti lexikon, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1981

**OXFORD - Kémiai kislexikon, szerkesztette: Sarkadi Livia,** Typotex Elektronikus kiadó Kft. 2007

<https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s04.html> 2017.05.12.

**PALMIERI, M., VAGNINI, M., PITZURRA, L., BRUNETTI, BG., CARTECHINI, L.:** Identification of animal glue and hen-egg yolk in paintings by use of enzyme-linked immunosorbent assay (ELISA). Anal Bioanal Chem. 2013 Jul; 405 (19):6365-71. doi: 10.1007/s00216-013-7045-4. Epub 2013 May 31.

**PILC, J., WHITE, R.:** The Application of FTIR-Microscopy to the Analysis of Paint Binders in Easel Paintings, National Gallery Technical Bulletin, 1995, volume 16, pp. 73-84

**PINNA, D., GALEOTTI, M., MAZZEO R.:** *Scientific Examination* for the Investigation of Paintings: A Handbook for Conservators-restorers, Centro Di, 2010, 168-172

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

**RAMÍREZ-BARAT, B., DE LA VINA, S.:** Characterization of Proteins in Paint Media by Immunofluorescence. A Note on Methodological Aspects, Studies in Conservation, Vol. 46, No. 4 (2001), pp. 282-288

**SANDU, I. C. A., ROQUE, A. C. A., KUCKOVA, S., SCHAEFER, S., CARREIRA R. J.:** The Biochemistry and Artistic studies:a novel integrated approach to the identification of proteinaceous binders in polychrome artifacts, Estudos de conservação e restauro, 2009  
[https://www.researchgate.net/publication/276243659\\_The\\_Biochemistry\\_and\\_Artistic\\_studies\\_a\\_novel\\_integrated\\_approach\\_to\\_the\\_identification\\_of\\_proteinaceous\\_binders\\_in\\_polychrome\\_artifacts](https://www.researchgate.net/publication/276243659_The_Biochemistry_and_Artistic_studies_a_novel_integrated_approach_to_the_identification_of_proteinaceous_binders_in_polychrome_artifacts) 2018.04.10

**SANDU, I. C. A., ROQUE, A. C. A., MATTEINI, SCHAEFER, S., AGATI, G., CORREIA, C. R., FERNANDES J. F., VIANA P.:** Fluorescence Recognition of Proteinaceous Binders in Works of Art by a Novel Integrated System of Investigation, Microscopy research and technique, Volume 75, Issue 3, 2011

**SCHAEFER, S.:** Fluorescent staining techniques for the characterization of binding media within paint-cross sections and digital image processing for the quantification of staining results, Early Italian Paintings Techniques and Analysis, Symposium, Maastricht, 9-10 October, 1996, Limburg Conservation Institute

**SCHULTZ, J., ARSLANOGLU, J.:** Immunology and art: Using antibody-based techniques to identify proteins and gums in binding media and adhesives, The Metropolitan Museum of Art Bulletin, New Series, Vol. 67, No. 1, Scientific Research in The Metropolitan Museum of Art (summer 2009), pp. 40-45

**ŠEFCU, R., CHLUMSKÁ, Š., HOSTAŠOVÁ, A.:** An investigation of the lead tin yellows type I and II and their use in Bohemian panel paintings from the Gothic period, Heritage Science Journal, 2015

**SHIBAYAMA, N., LOMAX, S.Q., SUTHERLAND, K., DE LA RIE, E. R.:** Atmospheric pressure chemical ionization liquid chromatography mass spectrometry and its application to conservation: analysis of triacylglycerols, Studies in Conservation, 1999, Vol. 44., pp. 253-267

**TÍMÁRNÉ, B., Á.:** Műtárgyak szerves anyagainak felépítése és lebomlása, Magyar Nemzeti Múzeum, 1993

**VANDENABEELE, P., MOENS, L., EDWARDS, H., DE REU, M., VAN HOOYDONK, G.:** Identification and Classification of Natural Organic Binding Media and Varnishes by Micro-Raman Spectroscopy, 15th World Conference on Nondestructive Testing Roma (Italy) 15-21 October 2000 <https://www.ndt.net/article/wcndt00/papers/idn164/idn164.htm> 2017.03.22.

**VARGA, T.:** Metszetszínezési eljárások Savas fukszin, Ponceau S, Oil red O, Amido Feketék, Titán sárga, szakdolgozat, 2012

**WEISS N. R., BIEMANN, K.:** Application of massspectrometric techniques to differentiation of paint media, IIC Congress on Conservation of Paintings and the Graphic Arts, Lisbon, 1976, 84-88

**WOLBERS, R., LANDREY, G.:** The Use of Direct Fluorescent Dyes for the Characterization of Binding Media in Cross Sectional Examinations, AIC Preprints, 1987, pp. 1-4.

**WOLBERS, R., MESSINGER II, J. M., WEST FITZHUGH, E.:** Letters to the editor, Ultraviolet fluorescence microscopy, Journal of the American Institute for Conservation, Vol. 32, No. 1 (Spring, 1993), pp. 93-98.

**WOLBERS, R.:** Cleaning painted surfaces (Aqueous methods), Archetype Publications, 2000, pp. 167-183

*internetes oldalak:*

**SZEDEDI TUDOMÁNYEGYETEM, ORVOSI BIOLÓGIAI INTÉZET**

[http://web.med.u-szeged.hu/mdbio/hun/anyagok/2011-2012/I.felev/smgg/2/MIKROSZKOPIA\\_kieg.pdf](http://web.med.u-szeged.hu/mdbio/hun/anyagok/2011-2012/I.felev/smgg/2/MIKROSZKOPIA_kieg.pdf) 2017.04.10.

**SIGMA-ALDRICH**

<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/substance/rhodamineb479018188911?lang=hu&region=HU>

<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/d6665?lang=hu&region=HU>  
2017.06.01.

<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/substance/fluorescamine278263818312911?lang=hu&region=HU> 2017.06.01.

<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/87918?lang=hu&region=HU>  
2017.06.01.

[https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/86186?lang=hu&region=HU&gclid=Cj0KCQjw08XeBRC0ARIsAP\\_gaQCPsMkZO2CCfxNnj4MZwgtfE5VaBncNQfQNwXujgxQ N8TUKNnTw5HgaAtWSEALw\\_wcB](https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/86186?lang=hu&region=HU&gclid=Cj0KCQjw08XeBRC0ARIsAP_gaQCPsMkZO2CCfxNnj4MZwgtfE5VaBncNQfQNwXujgxQ N8TUKNnTw5HgaAtWSEALw_wcB) 2017.06.01.

## **XII. MELLÉKLETEK**

Ismeretlen összetételű, műtárgyakból vett minták adatai és rétegrendje

Rhodamine B-vel (RHOD B) megszínezett keresztmetszet csiszolatok

2,7 Dichlorofluorescein-nel (DCF) megszínezett keresztmetszet csiszolatok

Fluorescamine-nal (FLUR) megszínezett keresztmetszet csiszolatok

Tettrahodamine isothyocianate-tal (TRITC) megszínezett keresztmetszet csiszolatok

Lissamine rhodamine sulfonyl chloride-dal (LISSA) megszínezett keresztmetszet csiszolatok