



MARMARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



Tarihi Tekstillerdeki Boyarmadde ve Metallerin
Karakterizasyonlarının Belirlenmesi
İçin Yöntem Geliştirilmesi

Nilgün Kahraman

Doktora Tezi

Kimya Anabilim Dalı

Analitik Kimya Programı

Danışman

Prof .Dr.Recep Karadağ

İSTANBUL, 2017

T.C
MARMARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Tarihi Tekstillerdeki Boyarmadde ve Metallerin
Karakterizasyonlarının Belirlenmesi
İçin Yöntem Geliştirilmesi

NİLGÜN KAHRAMAN

720410001

DOKTORA TEZİ

KİMYA ANABİLİM DALI
ANALİTİK KİMYA PROGRAMI

DANIŞMAN
Prof.Dr. Recep KARADAĞ

İSTANBUL, 2017

T.C.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KABUL ve ONAY BELGESİ

Nilgün KAHRAMAN'ın **Tarihi Tekstillerdeki Boyarmadde ve Metallerin Karakterizasyonlarının Belirlenmesi İçin Yöntem Geliştirilmesi** başlıklı Lisansüstü tez çalışması, M.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 04.12.2017 tarih ve 2017/ 26-39 sayılı kararı ile oluşturulan jüri tarafından Kimya Anabilim Dalı Analitik Kimya Programında DOKTORA Tezi olarak Kabul edilmiştir.

Danışman : Prof. Dr. Recep KARADAĞ (Marmara Üniversitesi)

1. Üye : Prof. Dr. Ece KÖK YETİMOĞLU (Marmara Üniversitesi)

2. Üye : Yrd. Doç. Dr. Sabahattin DENİZ (Marmara Üniversitesi)

3. Üye : Prof. Dr. Kubilay GÜÇLÜ (İstanbul Üniversitesi)

4. Üye : Doç. Dr. Sevgi KOCAOBA (Yıldız Teknik Üniversitesi)

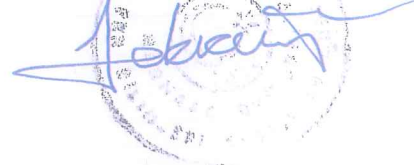
Tezin Savunulduğu Tarih:

ONAY

M.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 22.02.2018 tarih ve 2018/02-02 sayılı kararı ile.....Nilgün KAHRAMAN.....'ın Kimya.....
Anabilim Dalı Analitik Kimya.. Programında Doktora (Dr, PhD.) derecesi alması onanmıştır.

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Prof. Dr. Bülent EKİCİ



ÖNSÖZ

Tarihi tekstil çalışmaları kültürel mirasın tanımlanmasında, kültürel değişim ile ilgili hipotezlerin kurulmasında ve ekonominin anlaşılmasında yardımcıdır. Bu bağlamda Topkapı Sarayı Müzesi bizim kültürümüzün eşsiz yegâne eserlerini barındırmaktadır. Çalışmamızda Topkapı Sarayı Müzesi'ndeki eserlerden klapdanlı kumaş ve kaftanlardaki klaptan iplikleri incelenmiştir. Klaptan yapımında kullanılan metallerin analizleri ve tekstil eserlerinde kullanılan boyarmaddeler saptanmıştır. Uyguladığımız bir metodla klaptan ipliklerde genellikle gümüş üzerine altın ile kaplandığı ve bu kaplamanın kalınlığı ölçülmüştür. Bu ölçüm sonuçları, eserlerin tarihlendirmesi ile ilgili olarak bir yöntem olarak da kullanılabilir.

Doktora çalışmamla ilgili her türlü desteğini esirgemeyen tez hocam Prof. Dr. Recep KARADAĞ'a, yine ders dönemimdeki emeklerinden dolayı M.Ü. Fen-Edebiyat Fakültesi Analitik Kimya Anabilim Dalı Başkanı hocam Prof. Dr. Ece KÖK YETİMOĞLU'na, tezimle ilgili her türlü yardımından dolayı sevgili arkadaşım Dr.Oya AYDIN URUCU'ya, tezle ilgili deneysel çalışmalarımı sürdürdüğüm Türk Kültür Vakfı Kültürel miras ve Doğal Boya Laboratuvarı (TCF Cultural Heritage Reservation and Natural Dye Laboratory) çalışanları Emine Torgan ve Canan Aydın'a teşekkürlerimi sunarım.

Bana bu süreç boyunca sabırla tüm desteklerini veren sevgili annem Müzeyyen ATÇI'ya ve sevgili eşim Cengiz KAHRAMAN'a şükranlarımı sunarım.

İÇİNDEKİLER

SAYFA NO

ÖNSÖZ.....	i
ÖZET.....	viii
ABSTRACT.....	ix
YENİLİK BEYANI.....	x
SEMBOLLER LİSTESİ.....	xi
KISALTMALAR LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİLLER LİSTESİ	xvi
TABLolar LİSTESİ	xxxiv
EK 1: SEM-EDX ile kalitatif element analizi metod validasyonunda her bir elementin varlığını kanıtlayan grafikler ve değerleri listesi.....	xxxv
EK 2: HPLC-DAD İle Organik Boyar Madde ve Pigment Analizi Metod Validasyonunda elde edilen kromatogramlar ve spektrumlar listesi.....	xxxvii
BÖLÜM 1.....	1
GİRİŞ	1
AMAÇ.....	6
BÖLÜM 2.....	7
GENEL BİLGİLER.....	7
2.1.TARİHİ TEKSTİLLERDE KULLANILAN TELLER	7
2.1.1. Gümüş ve altın kaplamalı tellerin üretimi.....	7
2.1.2.Osmanlı dönemi saray tekstilleri.....	11
2.1.3.Osmanlı Döneminde Kullanılan Klapdanlı Tekstiller.....	12
2.1.4. Klabdan telinin yapımı	12
2.2. BOYARMADDELERİN TARİHSEL SÜREÇ İÇİNDE KULLANIMI.....	15
2.2.1.Osmanlı Döneminde Tekstillerde Kullanılan Boyarmaddeler.....	17
2.2.2.Doğal Boyarmaddelerin Sınıflandırılması.....	19

2.2.2.1.Flavonoidler.....	19
2.2.2.2.İndigoidler.....	21
2.2.2.3.Kinonlar.....	21
2.2.2.4.Kırmızı renk boyarmaddeleri.....	22
2.2.2.5.Mavi renk boyarmaddeleri.....	27
2.2.2.6.Sarı renk boyarmaddeleri.....	29
2.2.2.7.Mor renk boyarmaddeleri.....	35
2.2.2.8.Siyah-kahverengi renk boyarmaddeleri.....	36
2.3. KLAPDANLARDA METAL VE ALAŞIMLARIN ANALİZİ.....	39
2.3.1.Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılım Spektrometresi Yöntemi ve Prensipleri (SEM-EDX).....	39
2.3.2. Metal ve alaşımların analizinde kullanılan diğer yöntemler.....	43
2.3.2.1. Optik Mikroskop.....	43
2.3.2.2. X Işınlari Flüoresansı (XRF).....	43
2.3.2.3. İkincil İyon Kütle Spektrometresi (SIMS).....	44
2.3.2.4. Uçuş Zamanlı İkincil İyon Kütle Spektrometresi (TOF-SIMS).....	44
2.3.2.5. X-Işınlari foto elektron spektrometresi (XPS).....	45
2.3.2.6. Auger Elektron Spektroskopisi (AES).....	46
2.3.2.7. Parçacık Tesirli X Işınlari Emisyonu (PIXE).....	46
2.3.2.8. Rutherford Geri Saçılım Spektrometresi (RBS).....	47
2.3.2.9. Nötron Aktivasyon Analizi (NAA).....	48
2.3.2.10. Atomik Absorpsiyon Spektrometresi (AAS).....	49
2.3.2.11. İndüktif Eşleşmiş Plazma (ICP).....	49
2.4. Boyarmadde Analizleri.....	50
2.4.1. Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi (HPLC).....	51
2.4.1.1. Çözücü haznesi ve çözücü.....	52
2.4.1.2. Pompa sistemi.....	52
2.4.1.3. Örneğin verildiği sistem (Enjeksiyon Sistemi).....	53
2.4.1.4. Kolonlar.....	54
2.4.1.5. Dedektörler.....	54
2.4.1.6. Örneğin Hazırlanması.....	55
2.4.1.7. Normal faz ve ters faz dolgu maddeleri.....	55
2.4.2. Diğer Kromatografik Yöntemler.....	56

2.4.2.1. Sıvı Kromatografisi	56
2.4.2.2. Gaz Kromatografisi	57
2.4.3. Spektroskopik Yöntemler.....	58
2.4.3.1. Raman Spektrometresi.....	58
2.4.3.2. FT-IR Mikroskobu ve Taşınılabilir FT-IR Spektrometresi.....	58
2.4.3.3. Ultraviyole-Görünür Bölge Spektrofotometresi (UV-Vis)	59
2.4.3.4. Nükleer Manyetik Rezonans (NMR).....	59
2.4.3.5. Kütle Spektrometresi.....	60
2.4.3.6. Elektron Prob Mikro Analiz (EPMA).....	60
3. Materyal ve Yöntem.....	63
3.1. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılım	
Spektrometresi (SEM-EDX) Çalışmaları.....	63
3.1.1. Kullanılan Cihazlar.....	63
3.1.2. Kullanılan Kimyasal Maddeler ve Örnekler.....	63
3.1.3. SEM-EDX İle Kalitatif Element Analizi Metod Validasyonu.....	63
3.1.4. Standartların ve Örneklerin Hazırlanması	64
3.1.5. Standartların SEM-EDX Analizleri.....	64
3.1.6. Eserlerin SEM-EDX Analizleri.....	64
3.2. KROMATOĞRAFİK ÇALIŞMALAR.....	64
3.2.1. Kullanılan Cihazlar.....	64
3.2.2. Kullanılan Kimyasal Maddeler.....	64
3.2.3. HPLC-DAD ile Organik Boyarmadde ve Pigment Analizi	
Metod Validasyonu.....	65
3.2.4. Eserlerin HPLC-DAD Analizleri.....	65
4. SONUÇLAR.....	67
4.1. SEM-EDX yöntemi ile yapılan analizler.....	67
4.1.1. SEM-EDX Yöntemi ile Kalitatif Element Analizi Metod	
Validasyonu Sonuçları.....	67
4.1.2. Standartların SEM-EDX Analiz Sonuçları.....	68
4.1.3. Eserlerin SEM-EDX Analiz Sonuçları.....	74
4.1.3.1. Topkapı Sarayı Müzesi 13/466 Envanter Numaralı Eserdeki	
Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	74

4.1.3.2. Topkapı Sarayı Müzesi 13/574 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	79
4.1.3.3. Topkapı Sarayı Müzesi 13/512 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	83
4.1.3.4. Topkapı Sarayı Müzesi 13/501 Envanter Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	87
4.1.3.5. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1025 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	88
4.1.3.6. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1031 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	93
4.1.3.7. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1037 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	95
4.1.3.8. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1573 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	97
4.1.3.9. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1588 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	101
4.1.3.10. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1646 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	104
4.1.3.11. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1721 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	108
4.1.3.12. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1794 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	112
4.1.3.13. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1806 (1) Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	114
4.1.3.14. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1806 (2) Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	117
4.1.3.15. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1909 Envanter Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	118
4.1.3.16. Topkapı Sarayı Müzesi 13/360 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	122
4.1.3.17. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1919 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	125

4.1.3.18. Topkapı Sarayı Müzesi 13/37 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	129
4.1.3.19. Topkapı Sarayı Müzesi 13/41 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	132
4.1.3.20. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1049 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi.....	135
4.2. Boyarmadde Analiz sonuçları.....	137
4.2.1. HPLC-DAD İle Organik Boyarmadde ve Pigment Analizi Metod Validasyon Sonuçları.....	137
4.2.2. Eserlerdeki Boyarmaddelerin HPLC-DAD Analiz Sonuçları.....	138
4.2.2.1. Topkapı Sarayı Müzesi 13/466 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	138
4.2.2.2. Topkapı Sarayı Müzesi 13/574 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	142
4.2.2.3. Topkapı Sarayı Müzesi 13/512 numaralı eserin HPLC –DAD Analizleri.....	143
4.2.2.4. Topkapı Sarayı Müzesi 13/501 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	144
4.2.2.5. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1025 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	148
4.2.2.6. Topkapı Sarayı Müzesi 13/360 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	152
4.2.2.7. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1794 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	159
4.2.2.8. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1031 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	161
4.2.2.9 Topkapı Sarayı Müzesi 13/1037 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	163
4.2.2.10 Topkapı Sarayı Müzesi 13/1573 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	165
4.2.2.11. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1646 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	169

4.2.2.12. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1721 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	173
4.2.2.13. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1806 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	175
4.2.2.14. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1909 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	181
4.2.2.15. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1919 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	183
4.2.2.16. Topkapı Sarayı Müzesi 13/37 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	184
4.2.2.17. Topkapı Sarayı Müzesi 13/41 numaralı eserin HPLC-DAD Analizleri.....	188
4.2.3. Boyarmaddelerin Tahmin Edilen Doğal Kaynakları.....	189
5. SON DEĞERLENDİRME VE ÖNERİLER.....	192
KAYNAKLAR.....	198
EK 1 SEM-EDX ile kalitatif element analizi metod validasyonunda her bir elementin varlığını kanıtlayan grafikler ve değerleri.....	212
EK 2 HPLC-DAD ile organik boyar madde ve pigment analizi metod validasyonunda elde edilen kromatogramlar ve spektrumlar.....	221
EK 3 Tablo 1 Tarihi eser envanter numarasına göre HPLC-DAD analizlerinde tespit edilen renk bileşenleri ve onların kaynakları.....	237
ÖZGEÇMİŞ.....	242

ÖZET

TARİHİ TEKSTİLLERDEKİ BOYARMADDE VE METALLERİN KARAKTERİZASYONLARININ BELİRLENMESİ İÇİN YÖNTEM GELİŞTİRİLMESİ

Bu çalışmada, İstanbul, Topkapı Sarayı Müzesi'nde bulunan 16.ve 19.yüzyıllar arasında Osmanlı Saray mensuplarının kullandığı bazı tarihi tekstillerin, örneğin klaptanlı ipek kumaş ve kaftanların karakterizasyonları bilimsel olarak belirlendi.

Tarihi ve arkeolojik eserlerin karakterizasyonu için duyarlı, seçici, güvenilir, mikro ve tahribatsız analitik yöntemler geliştirilmesi gerekmektedir. Çünkü sanat eserleri ve arkeolojik kalıntılardaki mikro numunelerin karakterizasyonunda, örnek hem hedef analitlerle hem de türetilmiş matrislerle birlikte bulunabilir. Çalışmada Taramalı Elektron Mikroskobu Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (SEM-EDX) ile klaptan (metal) analizleri; Diod- Dedektörlü, Yüksek Performanslı Sıvı Kromatogramı (HPLC-DAD) ile de boyarmadde analizleri yapılmıştır.

Eserlerde ilk olarak klaptan ipliklerin analizleri yapılmıştır. Klaptan ipliklerin hangi elementlerden yapıldığı, genişliği ve şekli incelenmiş, kaplama mı, alaşım mı olduğu anlaşılmaya çalışıldı. Uygulanan yeni bir yöntemle kaplama kalınlıkları belirlenmiştir. Ölçüm sonuçları aynı zamanda eserlerin tarihlendirmesi ile ilgili yapılan tespitlerin doğruluğu hakkında bilgi vermiştir. Aynı zamanda tarihi tekstillerde kullanılan boyarmadde analizleri yapılmış ve kullanılan maddelerin tespitinde yine eserin tarihlendirilmesinde ve konservasyon çalışmalarına katkı sağlaması amaçlanmıştır.

ABSTRACT

DEVELOPMENT OF METHOD FOR DETERMINATION OF CHARACTERISTICS OF DYESTUFF AND METALS IN HISTORICAL TEXTILES

In this study, the characterization of some historical textiles used by the Ottoman sultans during the 16th and 19th centuries in Istanbul, Topkapi Palace, such as clipped silk fabrics and caftans, was scientifically determined.

Sensitive, selective, reliable, micro- and non-destructive analytical methods for the characterization of historical and archeological artifacts need to be developed. Because in the characterization of micro-samples in artifacts and archaeological remains, the sample can be found both with the target analytes and the derived matrices. Analysis of metal threads by Scanning Electron Microscopy (SEM-EDX) in the study; dyestuff analysis was also performed by High Performance Liquid Chromatogram (HPLC).

The first analysis of metal threads was done, in the works. The elements made of the metal yarns have been studied, the width and shape are examined and it was tried to understand is it coating or alloy. Coating thicknesses were determined with a new method applied. The measurement results also provided information on the correctness of the determinations made regarding the dating of the works. Also, analyzes of dyestuffs used in historical textiles have been made and in the determination of the materials used, it is aimed to contribute to conservation studies and dated work.

YENİLİK BEYANI

TARİHİ TEKSTİLLERDEKİ BOYARMADDE VE METALLERİN KARAKTERİZASYONLARININ BELİRLENMESİ İÇİN YÖNTEM GELİŞTİRİLMESİ

Taramalı elektron mikroskobu ve buna bağlı enerji dağılım spektrometresi kullanıldığı metotta yeni bir yaklaşım uygulanarak tarihi eserlerdeki kaplama kalınlıklarının ölçümü yapılabilmektedir. Uyguladığımız metotta öncelikle standart olarak farklı kalınlıklarında altın kaplamalı gümüş şeritler hazırlandı. Bu kaplamalı şeritlerin periyodik olarak artan voltajlarda EDX ölçümleri alındı. Her bir kalınlığa karşılık altın kütlece yüzde bileşimleri grafikleri elde edildi. Bu grafiklerin denklemleri çalıştığımız tarihi tekstillerdeki klapdanların kaplama kalınlıklarının hesaplanmasında kullanıldı. Klaptan ipliklerin hangi elementlerden yapıldığı, genişliği ve şekli incelenmiş, kaplama mı, alaşım mı yoksa alaşım üzeri kaplama mı anlaşılmaya çalışılmıştır. Ayrıca eserlere ait tekstillerin boyarmadde analizleri de yapılmıştır. Böylece Topkapı Sarayı Müzesi koleksiyonuna ait bu eserlerin her yönüyle ilk kez karakterizasyonu yapılmıştır.

DANIŞMAN
Prof. Dr. RECEP KARADAĞ

Aralık , 2017

NİLGÜN KAHRAMAN

SEMBOLLER LİSTESİ

$\lambda_{\max}$	: Maksimum dalga boyu	In	: İndiyum
K	: Kelvin derece	P	: Fosfor
%	: Yüzde	AgCl	: Gümüşklorür
°C	: Santigrad derece	Ag	: Gümüş
IR	: İnfrared	Pd	: Paladyum
M	: Molarite	Cl	: Klor
R_f	: Alıkonma faktörü	Au	: Altın
wd	: Wild distance	Zn	: Çinko
SiO ₂	: Silikajel	Te	: Tellür
Al ₂ O ₃	: Alüminyumoksit	HgTe	: Civa(II)tellür
As	: Arsenik	Cu	: Bakır
Sb	: Antimon	Cu ₂ O	: Bakır(I)oksit
Pb	: Kurşun	F	: Flor
Hg	: Civa	NaF	: Sodyumflorür
Mn	: Mangan	Co	: Kobalt
Fe	: Demir	N	: Azot
Sr	: Stronsiyum	FeN	: Demir(III)nitür
Zn	: Çinko	Bi	: Bizmut
C	: Karbon	HNO ₃	: Nitrikasit
O	: Oksijen	Ag ₂ S	: Gümüş sülfür
Na	: Sodyum	InP	: İndiyumfosfor
Be	: Berilyum	TFA	: Triflorasetikasit
Cd	: Kadmiyum		
S	: Kükürt		
CdS	: Kadmiyumsülfür		

n	: Analiz edilen element için analiz değeri
X_i	: Her element için kütlece yüzde değeri
$\bar{X}$	: Aritmetik ortalama
S	: Standart sapma
R^2	: Regrasyon katsayısı



KISALTMALAR LİSTESİ

m	: Metre
cm	: Santimetre
mm	: Milimetre
µm	: Mikrometre
nm	: Nanometre
pm	: Pikometre
kg	: Kilogram
g	: Gram
mg	: Miligram
mL	: Mililitre
µL	: Mikrolitre
tabaka / m	: Tabaka / metre
cm³ / dakika	: Santimetre küp / dakika
ml / dakika	: Mililitre / dakika
kV	: Kilovolt
eV	: Elektrovolt
keV	: Kiloelektrovolt
MeV	: Megaelektrovolt
kHz	: Kilohertz
MHz	: Megahertz
mA	: Miliamper
mmHg	: Milimetreciva
UV	: Ultraviyole
AAS	: Atomic Absorption Spectrometer (Atomik absorpsiyon spektrometresi)
AES	: Auger Elektron Spektroskopisi (Auger elektron mikroskobu)
A.Z.	: Alıkonma Zamanı
BSE	: Geri dağılımlı elektron (detektörü)
C.I.	: Color Index
CIELAB	: International Commision on Illumination L*a*b*

CT	: Yoğunlaştırılmış Tannin
EC	: Electrochemical
FID	: Flame Ionization Detector alev iyonizasyon dedektörü
FT-IR	: Fourier Transform Infrared Spectrometry (Fourier Dönüşümlü Kızıl Ötesi Spektroskopisi)
GC	: Gas Chromatography (Gaz kromatografisi)
GC– MS	: Gas Chromatography – Mass Spectrometry (gaz kromatografisi-kütle spektrometrelisi)
GC-LC-MS	: Gas Chromatography -Liquid Chromatography – Mass Spectrometry (gaz kromatografisi- sıvı kromatografisi-kütle spektrometrelisi)
HPLC	: High Performance Liquid Chromatography (Yüksek performanslı sıvı kromatografisi)
HPLC – MS	:High Performance Liquid Chromatography - Mass Spectrometry (Yüksek performanslı sıvı kromatografisi-Kütle Spektrometresi)
HPLC–DAD-MS	:High Performance Liquid Chromatography–Diode Array Detector
HT	: Hidrolizlenebilir Tannin
İ.Ö.	: İsa dan önce
ICP-MS	: Inductively Coupled Plasma-Mass Spektrometre (İndüktif Eşleşmiş Plazma-Kütle spektrometresi)
ICP-OES	: Inductively Coupled Plasma (İndüktif Eslesmis Plazma- Optik Emisyon Spektroskopisi)
IR	: Infrared Spectrometry (Kızılötesi)
İTK	: İnce tabaka kromatografisi
LC-DAD	: Liquid Chromatography- Diod İyod Dedection (İyod dedektörlü Sıvı kromatografisi)
LOD	: Limit of Dedection (Gözlenebilme Sınırı)
LOQ	: Limit of Quantitation (Tayin Sınırı)
MÖ	: Milattan Önce
M.S.	: Milattan sonra
MS	: Mass Spectrometry (Kütle spektrometresi)
NAA	: Neutron Activation Analysis Nötron aktivasyon analizi
NMR	: Nucleer Magnetic Resonans (Nükleer Manyetik Rezonans)

No	: Numara
PIXE	: Particle-induced X-ray emission (Parçacık Tesirli X Işınları Emisyonu)
PDA	: Foto İyod Algılama
PMT	: Foton çarpma tüpü
Py-GC-MS	: Pyrolysis – Gas Chromatography-Mass Spectrometry (piroliz-gaz kromatografi-kütle spektrometresi)
RBS	: Rutherford Backscattering Spectroscopy (Rutherford geri saçılım spektrometresi)
RP-HPLC	: Reversed – Phase High Performance Liquid Chromatography (Ters fazlı yüksek performanslı sıvı kromatografisi)
SE	: İkincil elektron detektörü
SEM-EDX	: Scanning Electron Microscope-Electron Dispersive X-Ray (Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılım Spektrometresi)
TLC	: Thin – Layer Chromatography (İnce Tabaka Kromatografisi)
TOF-SIMS	: Uçuş Saatli İkincil İyon Kütle Spektrometresi
UV –Vis	: Ultraviyole Visible
WDS	: Dalgaboyu yayılımı spektrometresi
Wt%	: Kütlece yüzde
XPS	: X ışınları foto elektron spektrometresi
XRF	: X-Ray Floresans (X Işınları Flüoresansı)
yy	: yüzyıl
ppm	: Part per million

Şekil Listesi

Şekil Listesi

Şekil 2.1	Tel çekme tezgahı.....	8
Şekil 2.2	XVI. yüzyılda tel çekme işlemi için kurulan üç düzenek(33).....	9
Şekil 2.3	Tel eğirme yönünün S ve Z formunun gösterimi(27).....	9
Şekil 2.4	İndigo yapısı.....	21
Şekil 2.5	İndikan yapısı.....	21
Şekil 2.6	Alizarin; 1,2-dihidroksi antrokinon.....	24
Şekil 2.7	Purpurin açık yapı formülü.....	25
Şekil 2.8	Karminik asitin açık yapı formülü.....	25
Şekil 2.9	İndigotin maddesinin açık yapı formülü.....	27
Şekil 2.10	İndoksil bileşiğinden indigo ve indirubin oluşum şeması.....	28
Şekil 2.11	Isatis tinctoria bitkisi.....	28
Şekil 2.12	İndirubin maddesinin açık yapı formülü.....	29
Şekil 2.13	Reseda luteola L. Bitkisi.....	31
Şekil 2.14	Apigenin maddesinin açık yapı formülü.....	31
Şekil 2.15	Naringenin maddesinin açık yapı formülü.....	32
Şekil 2.16	Luteolin maddesinin açık yapı formülü.....	32
Şekil 2.17	Emodin maddesinin açık yapı formülü.....	33
Şekil 2.18	Rhamnetin maddesinin açık yapı formülü.....	33
Şekil 2.19	Fisetin maddesinin açık yapı formülü.....	34
Şekil 2.20	Sulfuretin maddesinin açık yapı formülü.....	34
Şekil 2.21	Quercetin maddesinin açık yapı formülü.....	35
Şekil 2.22	Elajik asit maddesinin açık yapı formülü.....	37
Şekil 2.23	Gallik asit maddesinin açık yapı formülü.....	38
Şekil 2.24	Taramalı elektron mikroskobunun şematik gösterimi.....	39
Şekil 2.25	Taramalı elektron mikroskobunda ikincil ve geri saçılan elektronların toplanmasının şematik gösterimi.....	42
Şekil 2.26	Şekil 2.26 a-geri saçılmış elektron görüntüsü;b-ikincil elektronların görüntüsü	42
Şekil 2.27	Atomda enerji seviyeleri arası elektron geçişlerinin gösterimi.....	43

Şekil 2.28 Yüksek performanslı sıvı kromatografisinin temel parçaları.....	52
Şekil 4.1 10 nm kalınlığındaki kaplamanın 10 kV, 15 kV, 20kV, 25kV ve 30 kV voltajlardaki altın ve gümüş metallerinin EDX görüntüleri.....	69
Şekil 4.2 a,b,c,d,e: Standartların taramalı elektron mikroskopunda farklı voltajlarda (10,15,20,25 ve 30 kV) altın kaplama kalınlığına karşı kütlece altın yüzdesi grafiği.....	72
Şekil 4.3 13/466 Envanter numaralı eserin fotoğrafı.....	74
Şekil 4.4 13/466 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	74
Şekil 4.5 a-13/466 envanter numaralı eserdeki çekirdekli klapdanın SEM görüntüsü(SEM-EDX 15 kVx 617); b- 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın iç ve dış görüntüsü(SEM-EDX 30 kV,13.88 mm wd); c- klapdanın genişliği, d- klapdanın kalınlığı.....	75
Şekil 4.6 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın bütün elementlerinin SEM EDX spektrumu.....	75
Şekil 4.7 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın iç yüzeyinin SEM görüntüsü .	76
Şekil 4.8 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın iç yüzeyindeki tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu.....	76
Şekil 4.9 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	76
Şekil 4.10 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	77
Şekil 4.11 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	77
Şekil 4.12 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	77
Şekil 4.13 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	78
Şekil 4.14 13/574 Envanter numaralı eserin fotoğrafı.....	79
Şekil 4.15 13/466 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	79
Şekil 4.16 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın genişliği	79
Şekil 4.17 a-13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü; b- 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın kalınlığı c- klapdanın iç kısmının SEM görüntüsü.....	80

Şekil 4.18 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu.....	80
Şekil 4.19 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	81
Şekil 4.20 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	81
Şekil 4.21 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	81
Şekil 4.22 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	82
Şekil 4.23 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	82
Şekil 4.24 13/512 Envanter numaralı eserin fotoğrafı.....	83
Şekil 4.25 13/512 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü	83
Şekil 4.26 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın genişliği (186.04 μm).....	83
Şekil 4.27 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın ölçümünün alındığı yer.....	84
Şekil 4.28 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın kalınlığı (23.94 μm).....	84
Şekil 4.29 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX Spektrumu.....	85
Şekil 4.30 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	85
Şekil 4.31 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	85
Şekil 4.32 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	86
Şekil 4.33 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	86
Şekil 4.34 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	86
Şekil 4.35 13/501 envanter numaralı eserin Fotoğrafı	87
Şekil 4.36 13/501 envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	87
Şekil 4.37 13/501 envanter numaralı eserin kol pervazının fotoğrafı.....	87

Şekil 4.38 13/501 envanter numaralı eserdeki klapdanın kalınlığının fotoğrafı	88
Şekil 4.39 13/501 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX Spektrumu.....	88
Şekil 4.40 13/1025 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	88
Şekil 4.41 a-13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü; b- klapdanın genişliğinin SEM görüntüsü (192.37 μm) c- klapdanın kalınlığı SEM görüntüsü (7.97 μm).....	89
Şekil 4.42 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü.....	89
Şekil 4.43 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanda dış kısmın tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu.....	89
Şekil 4.44 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü.....	89
Şekil 4.45 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın iç yüzeyindeki tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu.....	90
Şekil 4.46 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	91
Şekil 4.47 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	91
Şekil 4.48 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	91
Şekil 4.49 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	92
Şekil 4.50 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	92
Şekil 4.51 13/1031 Envanter numaralı eserin fotoğrafları.....	93
Şekil 4.52 13/1031 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	93
Şekil 4.53 a-klapdanın genişliğinin SEM görüntüsü; b-klapdanın kalınlığı SEM görüntüsü ; c- 13/1031 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü.....	93
Şekil 4.54 13/1031 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü.....	94

Şekil 4.55 13/1031 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerin SEM-EDX Spektrumu.....	94
Şekil 4.56 13/1037 Envanter numaralı eserin desenin klabdan arkası fotoğrafı	95
Şekil 4.57 13/1037 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	95
Şekil 4.58 13/1037 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	95
Şekil 4.59 a-13/1037 envanter numaralı eserdeki klapdanın kalınlığı; b- klapdanın genişliği c- klapdanın gümüş bileşiklerinin SEM görüntüsü.....	96
Şekil 4.60 13/1037 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü.....	96
Şekil 4.61 13/1037 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerin SEM-EDX Spektrumu.....	96
Şekil 4.62 13/1573 Envanter numaralı eserin fotoğrafları.....	97
Şekil 4.63 13/1573 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	97
Şekil 4.64 a-13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın genişliği; b- klapdanın kalınlığı.....	97
Şekil 4.65 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu	98
Şekil 4.66 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın iç yüzeyine ait tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu.....	98
Şekil 4.67 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	99
Şekil 4.68 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	99
Şekil 4.69 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	99
Şekil 4.70 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	100
Şekil 4.71 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	100
Şekil 4.72 13/1588 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	101
Şekil 4.73 a-13/1588 envanter numaralı eserdeki klapdanın genişliği;	

b-klapdanın kalınlığı.....	101
Şekil 4.74 13/1588 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerin SEM-EDX Spektrumu.....	101
Şekil 4.75 13/1588 envanter numaralı eserdeki klapdanın sadece metallerin SEM-EDX Spektrumu.....	102
Şekil 4.76 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	102
Şekil 4.77 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	103
Şekil 4.78 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	103
Şekil 4.79 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	103
Şekil 4.80 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	103
Şekil 4.81 13/1646 Envanter numaralı eserin fotoğrafları.....	104
Şekil 4.82 13/1646 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	104
Şekil 4.83 13/1646 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	104
Şekil 4.84 a-13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın kalınlığı; b- klapdanın kenarının kalınlığı; c- klapdanın genişliği.....	105
Şekil 4.85 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın yakından SEM görüntüsü.....	105
Şekil 4.86 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanda iç kısmın tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu.....	105
Şekil 4.87 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanda dış kısmın tüm elementlerin SEM-ED spektrumu.....	106
Şekil 4.88 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	106
Şekil 4.89 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	106
Şekil 4.90 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	107
Şekil 4.91 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV	

hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	107
Şekil 4.92 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	107
Şekil 4.93 13/1721 Envanter numaralı eserin fotoğrafları.....	108
Şekil 4.94 13/1721 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	108
Şekil 4.95 13/1721 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	109
Şekil 4.96 a-13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın genişliği; b- klapdanın farklı bir kenar kalınlığı; c- klapdanın dikey görüntüsü; d- ölçümün yapıldığı bölge; e- klapdanın bir kenar kalınlığı.....	109
Şekil 4.97 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu.....	110
Şekil 4.98 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın sadece metallerin SEM-EDX spektrumu.....	110
Şekil 4.99 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	110
Şekil 4.100 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	111
Şekil 4.101 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	111
Şekil 4.102 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	111
Şekil 4.103 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	112
Şekil 4.104 13/1794 Envanter numaralı eserin fotoğrafları.....	112
Şekil 4.105 13/1794 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	112
Şekil 4.106 13/1794 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	113
Şekil 4.107 a-13/1794 envanter numaralı eserdeki klapdanın kenar kalınlığı; b- klapdanın içinin SEM görüntüsü.....	113
Şekil 4.108 13/1794 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu.....	113
Şekil 4.109 13/1806 Envanter numaralı eserin fotoğrafları.....	114
Şekil 4.110 13/1806 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	114
Şekil 4.111 13/1806 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	114

Şekil 4.112 a-13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın kenarının dik görüntüsü;b- klapdanın ölçümünün yapıldığı alan; c- klapdanın kalınlığı.....	115
Şekil 4.113 13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu.....	115
Şekil 4.114 13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	116
Şekil 4.115 13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	116
Şekil 4.116 13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	116
Şekil 4.117 13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	117
Şekil 4.118 a ve b -13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü; c- klapdanın ölçümünün yapıldığı alan.....	117
Şekil 4.119 13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın (gümüş) tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu.....	118
Şekil 4.120 13/1909 Envanter numaralı eserin zemin Fotoğrafi	118
Şekil 4.121 13/1909 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	118
Şekil 4.122 a-13/1909 envanter numaralı eserdeki klapdanın EDX ölçümünün yapıldığı bölge ; b- klapdanın kalınlığı.....	119
Şekil 4.123 13/1909 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu.....	119
Şekil 4.124 13/1909 envanter numaralı eserdeki klapdanda iç kısmın tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu.....	120
Şekil 4.125 13/1909envanter numaralı eserdeki klapdanın 10 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	120
Şekil 4.126 13/1909envanter numaralı eserdeki klapdanın 15 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	120
Şekil 4.127 13/1909envanter numaralı eserdeki klapdanın 20 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	121
Şekil 4.128 13/1909envanter numaralı eserdeki klapdanın 25 kV	

hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	121
Şekil 4.129 13/1909 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30 kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	121
Şekil 4.130 13/360 Envanter numaralı eserin altın (a) ve gümüş (b) bukleleri.....	122
Şekil 4.131 envanter numaralı eserdeki klapdandanın tüm elementlerinin	
SEM-EDX spektrumu.....	122
Şekil 4.132 13/360 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10 kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	123
Şekil 4.133 13/360 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15 kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	123
Şekil 4.134 13/360 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	123
Şekil 4.135 13/360 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	124
Şekil 4.136 13/360 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	124
Şekil 4.137 13/1919 Envanter numaralı eserin fotoğrafları.....	125
Şekil 4.138 13/1919 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	125
Şekil 4.139 13/1919 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	125
Şekil 4.140 a, b, c ve d-13/1919 Envanter numaralı eserdeki klapdanın	
üzerindeki kirlilikler.....	126
Şekil 4.141 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış yüzeyinin kabartı	
SEM-EDX spektrumu.....	126
Şekil 4.142 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış yüzeyinin	
sadece metallerin SEM-EDX spektrumu.....	127
Şekil 4.143 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanda iç kısmın	
tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu.....	127
Şekil 4.144 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	127
Şekil 4.145 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	128
Şekil 4.146 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV	
hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	128

Şekil 4.147 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	128
Şekil 4.148 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	129
Şekil 4.149 37 Envanter numaralı eserin fotoğrafları.....	129
Şekil 4.150 37 Envanter numaralı eserdeki klapdanın genişliğinin SEM görüntüsü.....	129
Şekil 4.151 37 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.....	130
Şekil 4.152 37 Envanter numaralı eserdeki klapdanın farklı bir bölgenin genişliğinin SEM görüntüsü.....	130
Şekil 4.153 37 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX Spektrumu.....	130
Şekil 4.154 37 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	131
Şekil 4.155 37 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	131
Şekil 4.156 37 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	131
Şekil 4.157 37 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	132
Şekil 4.158 37 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	132
Şekil 4.159 41 Envanter numaralı eserin pervaz fotoğrafları.....	132
Şekil 4.160 41 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	133
Şekil 4.161 41 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu.....	133
Şekil 4.162 41 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	133
Şekil 4.163 41 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	134

Şekil 4.164 41 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	134
Şekil 4.165 41 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.....	134
Şekil 4.166 13/1049 envanter numaralı eserdeki klapdan SEM görüntüleri.....	135
Şekil 4.167 13/1049 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu.....	136
Şekil 4.168 13/1049 envanter numaralı eserdeki klapdanın sadece metallerin SEM-EDX spektrumu.....	136
Şekil 4.169 13/466 envanter numaralı eserdeki lacivert ipliğin kromatogramı.....	138
Şekil 4.170 13/466 envanter numaralı eserdeki lacivert ipliğin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi.....	138
Şekil 4.171 13/466 envanter numaralı eserdeki lacivert ipliğin spektrumunun ve indirubin standardının birlikte gösterimi.....	138
Şekil 4.172 13/466 envanter numaralı eserdeki lacivert saçağın kromatogramı.....	139
Şekil 4.173 13/466 envanter numaralı eserdeki lacivert saçağın spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi.....	139
Şekil 4.174 13/466 envanter numaralı eserdeki lacivert saçağın spektrumunun ve indirubin standardının birlikte gösterimi.....	139
Şekil 4.175 13/466 envanter numaralı eserdeki altın bantların sarı ipliğin kromatogramı.....	140
Şekil 4.176 13/466 envanter numaralı eserdeki sarı ipliğin kromatogramındaki 10.676 alıkonma zamanlı bilinmeyen pik 1'in spektrumu.....	140
Şekil 4.177 13/466 envanter numaralı eserdeki sarı ipliğin kromatogramındaki 19.789 alıkonma zamanlı bilinmeyen pik 2'nin spektrumu.....	140
Şekil 4.178 13/466 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramı.....	140
Şekil 4.179 13/466 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumu ve karminik asit standardının birlikte gösterimi.....	141
Şekil 4.180 13/466 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumu ve elajik asit standardının birlikte gösterimi.....	141

Şekil 4.181 13/466 envanter numaralı eserdeki sarı ipliğin kromatogramındaki 19.170 alıkonma zamanlı bilinmeyen pikin spektrumu.....	141
Şekil 4.182 13/574 envanter numaralı eserdeki sarı rengin kromatogramı.....	142
Şekil 4.183 13/574 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve naringenin standardının birlikte gösterimi.....	142
Şekil 4.184 13/574 envanter numaralı eserdeki 23.176 alıkonma zamanlı naringenin maddesinin türevinin spektrumu.....	142
Şekil 4.185 13/574 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve isorhamnetin standardının birlikte gösterimi.....	142
Şekil 4.186 13/574 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve rhamnetin standardının birlikte gösterimi.....	143
Şekil 4.187 13/574 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve emodin standardının birlikte gösterimi.....	143
Şekil 4.188 13/512 envanter numaralı eserdeki mavi rengin kromatogramı.....	143
Şekil 4.189 13/512 envanter numaralı eserdeki mavi rengin kromatogramındaki 31.845 alıkonma zamanlı bilinmeyen pikin spektrumu.....	144
Şekil 4.190 13/501 envanter numaralı eserdeki mor rengin kromatogramı.....	144
Şekil 4.191 13/501 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun ve lakkain asit B standardının birlikte gösterimi.....	144
Şekil 4.192 13/501 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun ve lakkain asit C standardının birlikte gösterimi.....	145
Şekil 4.193 13/501 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi.....	145
Şekil 4.194 13/501 envanter numaralı eserdeki turuncu rengin kromatogramı.....	145
Şekil 4.195 13/501 envanter numaralı eserdeki mor rengin kromatogramındaki 18.853 alıkonma zamanlı bilinmeyen pikin spektrumu.....	146
Şekil 4.196 13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramı.....	146
Şekil 4.197 13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve lakkain asit A standardının birlikte gösterimi.....	146
Şekil 4.198 13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve lakkain asit B standardının birlikte gösterimi.....	146
Şekil 4.199 13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun	

ve lakkain asit C standardının birlikte gösterimi.....	147
Şekil 4.200 13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve flavokermesik asit standardının birlikte gösterimi.....	147
Şekil 4.201 13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve lakkain asit türevi standardının birlikte gösterimi.....	147
Şekil 4.202 13/501 envanter numaralı eserdeki 28.704 alıkonma zamanlı. emodin maddesinin türevinin spektrumu.....	148
Şekil 4.203 13/1025 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramı.....	148
Şekil 4.204 13/1025 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramındaki 19.236 alıkonma zamanlı bilinmeyen pikin spektrumu	148
Şekil 4.205 13/1025 envanter numaralı eserdeki sarı rengin kromatogramı.....	149
Şekil 4.206 13/1025 envanter numaralı eserdeki luteolin maddesinin spektrumu.....	149
Şekil 4.207 13/1025 envanter numaralı eserdeki apigenin maddesinin spektrumu.....	149
Şekil 4.208 13/1025 envanter numaralı eserdeki siyah rengin kromatogramı.....	150
Şekil 4.209 13/1025 envanter numaralı eserdeki Luteolin maddesinin spektrumu.....	150
Şekil 4.210 13/1025 envanter numaralı eserdeki apigenin maddesinin spektrumu.....	152
Şekil 4.211 13/1025 envanter numaralı eserdeki mor rengin kromatogramı.....	151
Şekil 4.212 13/1025 envanter numaralı eserdeki mor rengin kromatogramındaki 19.232 alıkonma zamanlı bilinmeyen pikin spektrumu.....	151
Şekil 4.213 13/1025 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin kromatogramı.....	151
Şekil 4.214 13/1025 envanter numaralı eserdeki Luteolin maddesinin spektrumu.....	151
Şekil 4.215 13/1025 envanter numaralı eserdeki apigenin maddesinin spektrumu.....	152
Şekil 4.216 13/360 envanter numaralı eserdeki mavi rengin kromatogramı.....	152
Şekil 4.217 13/360 envanter numaralı eserdeki mavi rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi.....	152
Şekil 4.218 13/360 envanter numaralı eserdeki pervazdaki kırmızı rengin kromatogramı.....	153
Şekil 4.219 13/360 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve karminik asit standardının birlikte gösterimi.....	153
Şekil 4.220 13/360 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve ellajik asit standardının birlikte gösterimi.....	153
Şekil 4.221 13/360 envanter numaralı eserdeki astardaki yeşil rengin kromatogramı.....	154
Şekil 4.222 13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun	

ve luteolin standardının birlikte gösterimi.....	154
Şekil 4.223 13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve apigenin standardının birlikte gösterimi.....	154
Şekil 4.224 13/360 envanter numaralı eserdeki kumaş bitimindeki kırmızı rengin kromatogramı.....	155
Şekil 4.225 13/360 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve karminik asit standardının birlikte gösterimi.....	155
Şekil 4.226 13/360 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve ellajik asit standardının birlikte gösterimi.....	155
Şekil 4.227 13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramındaki 18.377 alıkonma zamanlı bilinmeyen pikin spektrumu.....	156
Şekil 4.228 13/360 envanter numaralı eserdeki sarı rengin kromatogramı.....	156
Şekil 4.229 13/360 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi.....	156
Şekil 4.230 13/360 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve apigenin standardının birlikte gösterimi.....	157
Şekil 4.231 13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin kromatogramı.....	157
Şekil 4.232 13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi.....	157
Şekil 4.233 13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve apigenin standardının birlikte gösterimi.....	158
Şekil 4.234 13/360 envanter numaralı eserdeki kumaş bitimindeki yeşil rengin (350 nm de) kromotogramı DMF.....	158
Şekil 4.235 13/360 envanter numaralı eserdeki indigotin maddesinin spekturumu...	158
Şekil 4.236 13/1794 envanter numaralı eserdeki kumaş bitimindeki pembe rengin kromatogramı.....	159
Şekil 4.237 13/1794 envanter numaralı eserdeki kumaş bitimindeki mor rengin kromatogramı.....	159
Şekil 4.238 13/1794 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun ve fuksin standardının birlikte gösterimi.....	159
Şekil 4.239 13/1794 envanter numaralı eserdeki zemindeki mor rengin kromatogramı.....	160
Şekil 4.240 13/1794 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun	

ve fuksin standardının birlikte gösterimi.....	160
Şekil 4.241 13/1794 envanter numaralı eserdeki zemindeki mavi rengin kromatogramı.....	161
Şekil 4.242 13/1794 envanter numaralı eserdeki tanımlanamayan spektrum.....	161
Şekil 4.243 13/1031 envanter numaralı eserdeki krem rengin kromatogramı.....	161
Şekil 4.244 13/1031 envanter numaralı eserdeki tanımlanamayan spektrum.....	161
Şekil 4.245 13/1031 envanter numaralı eserdeki astardaki yeşil rengin kromatogramı.....	162
Şekil 4.246 13/1031 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve Luteolin standardının birlikte gösterimi.....	162
Şekil 4.247 13/1031 envanter numaralı eserdeki luteolin glikozitinin maddesinin spektrumu.....	162
Şekil 4.248 13/1037 envanter numaralı kahverengi rengin kromatogramı.....	163
Şekil 4.249 13/1037 envanter numaralı eserdeki kahverengine ait spektrumunun ve fuksin standardının birlikte gösterimi.....	163
Şekil 4.250 13/1037 envanter numaralı eserdeki zemindeki koyu yeşil rengin kromatogramı.....	163
Şekil 4.251 13/1037 envanter numaralı eserdeki koyu yeşil rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi.....	164
Şekil 4.252 13/1037 envanter numaralı eserdeki koyu yeşil rengin spektrumunun ve apigenin standardının birlikte gösterimi.....	164
Şekil 4.253 13/1037 envanter numaralı eserdeki zemindeki koyu yeşil rengin (DMF)kromatogramı	164
Şekil 4.254 13/1573 envanter numaralı eserdeki siyah rengin kromatogramı.....	165
Şekil 4.255 13/1573 envanter numaralı eserdeki siyah rengin spektrumunun ve gallik asit standardının birlikte gösterimi.....	165
Şekil 4.256 13/1573 envanter numaralı eserdeki siyah rengin spektrumunun ve gallik asit türevi standardının birlikte gösterimi.....	165
Şekil 4.257 13/1573 envanter numaralı eserdeki siyah rengin spektrumunun ve ellajik asit standardının birlikte gösterimi.....	166
Şekil 4.258 13/1573 envanter numaralı eserdeki siyah rengin spektrumunun ve alizarin standardının birlikte gösterimi.....	166
Şekil 4.259 13/1573 envanter numaralı eserdeki siyah rengin spektrumunun	

ve purpurin standardının birlikte gösterimi.....	166
Şekil 4.260 13/1573 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramı.....	167
Şekil 4.261 13/1573 envanter numaralı eserdeki karminik asit türevinin.....	167
Şekil 4.262 13/1573 envanter numaralı eserdeki karminik asit maddesinin spektrumu.....	167
Şekil 4.263 13/1573 envanter numaralı eserdeki sarı rengin kromatogramı	168
Şekil 4.264 13/1573 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve sulfuretin standardının birlikte gösterimi.....	168
Şekil 4.265 13/1573 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve alizarin standardının birlikte gösterimi.....	168
Şekil 4.266 13/1573 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve purpurin standardının birlikte gösterimi.....	169
Şekil 4.267 13/1646 envanter numaralı eserdeki sarı renginin kromatogramı.....	169
Şekil 4.268 13/1646 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve Fisetin standardının birlikte gösterimi.....	169
Şekil 4.269 13/1646 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve sülfüretin standardının birlikte gösterimi.....	170
Şekil 4.270 13/1646 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi.....	170
Şekil 4.271 13/1646 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve apigenin standardının birlikte gösterimi.....	170
Şekil 4.272 13/1646 envanter numaralı eserdeki yeşil renginin kromatogramı.....	171
Şekil 4.273 13/1646 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi.....	171
Şekil 4.274 13/1646 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve apigenin standardının birlikte gösterimi.....	171
Şekil 4.275 13/1646 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi.....	172
Şekil 4.276 13/1646 envanter numaralı eserdeki mavi renginin kromatogramı.....	172
Şekil 4.277 13/1646 envanter numaralı eserdeki mavi rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi.....	173
Şekil 4.278 13/1721 envanter numaralı eserdeki sıklamen renginin kromatogramı....	173
Şekil 4.279 13/1721 envanter numaralı eserdeki sıklamen rengin spektrumunun	

ve fuksin standardının birlikte gösterimi.....	173
Şekil 4.280 13/1721 envanter numaralı eserdeki sıklaşma rengin spektrumunun ve Fuksin standardının birlikte gösterimi.....	174
Şekil 4.281 13/1721 envanter numaralı eserdeki sıklaşma rengin spektrumunun ve Fuksin standardının birlikte gösterimi.....	174
Şekil 4.282 13/1721 envanter numaralı eserdeki sıklaşma rengin spektrumunun ve Fuksin standardının birlikte gösterimi.....	174
Şekil 4.283 13/1806 envanter numaralı eserdeki mavi rengin kromatogramı.....	175
Şekil 4.284 13/1806 envanter numaralı eserdeki mavi rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi.....	175
Şekil 4.285 13/1806 envanter numaralı eserin klapdan ipinin sarı rengin kromatogramı	176
Şekil 4.286 13/1806 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve rhamnetin standardının birlikte gösterimi.....	176
Şekil 4.287 13/1806 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve kaempferol standardının birlikte gösterimi.....	176
Şekil 4.288 13/1806 envanter numaralı eserdeki Flavonoid türevinin spektrumu	177
Şekil 4.289 13/1806 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve emodin standardının birlikte gösterimi.....	177
Şekil 4.290 13/1806 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramı.....	177
Şekil 4.291 13/1806 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve Carminic acid – dCl standardının birlikte gösterimi.....	178
Şekil 4.292 13/1806 envanter numaralı eserdeki dCl maddesinin spektrumu	178
Şekil 4.293 13/1806 envanter numaralı eserdeki dCl maddesinin spektrumu.....	178
Şekil 4.294 13/1806 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve flavokermesik asit standardının birlikte gösterimi.....	179
Şekil 4.295 13/1806 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin kromatogramı.....	179
Şekil 4.296 13/1806 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve Ellajik asit standardının birlikte gösterimi.....	179
Şekil 4.297 13/1806 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi.....	180

Şekil 4.298 13/1806 envanter numaralı eserdeki Flavonoid türevinin spektrumu.....	180
Şekil 4.299 13/1806 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve İndigotin standardının birlikte gösterimi.....	180
Şekil 4.300 13/1909 envanter numaralı eserdeki pervazdaki sarı renginin kromatogramı.....	181
Şekil 4.301 13/1909 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve Luteolin standardının birlikte gösterimi.....	181
Şekil 4.302 13/1909 envanter numaralı eserdeki zemindeki kırmızı renginin kromatogramı.....	182
Şekil 4.303 13/1909 envanter numaralı eserdeki Karminik asit maddesinin spektrumu.....	182
Şekil 4.304 13/1909 envanter numaralı eserdeki Ellajik asit maddesinin spektrumu.....	182
Şekil 4.305 13/1909 envanter numaralı eserdeki lacivert renginin kromatogramı.....	182
Şekil 4.306 13/1909 envanter numaralı eserdeki indigotin maddesinin spektrumu.....	183
Şekil 4.307 13/1919 envanter numaralı eserdeki kırmızı renginin kromatogramı.....	183
Şekil 4.308 13/1919 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve alizarin standardının birlikte gösterimi.....	183
Şekil 4.309 13/1919 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve purpurin standardının birlikte gösterimi.....	184
Şekil 4.310 13/37 envanter numaralı eserdeki kırmızı renginin kromatogramı.....	184
Şekil 4.311 13/37 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve karminik asit standardının birlikte gösterimi.....	184
Şekil 4.312 13/37 envanter numaralı eserdeki mor renginin kromatogramı.....	185
Şekil 4.313 13/37 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun ve karminik asit standardının birlikte gösterimi.....	185
Şekil 4.314 13/37 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi.....	185

Şekil 4.315 13/37 envanter numaralı eserdeki yeşil renginin kromatogramı.....	186
Şekil 4.316 13/37 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi.....	186
Şekil 4.317 13/37 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi.....	186
Şekil 4.318 13/37 envanter numaralı eserdeki sarı renginin kromatogramı.....	187
Şekil 4.319 13/37 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi.....	187
Şekil 4.320 13/41 envanter numaralı eserdeki kırmızı renginin kromatogramı.....	188
Şekil 4.321 13/41 envanter numaralı eserdeki karminik asit maddesinin spektrumu.....	188
Şekil 4.322 13/41 envanter numaralı eserdeki püskülün sarı renginin kromatogramı.....	188
Şekil 5.1 Altın kaplama kalınlığının 10-90 nm olarak hazırlanan bütün standartların taramalı elektron mikroskopunda farklı voltajlarda ölçülen kütlece altın yüzdesine karşın altın kaplama kalınlıklarının grafiği.....	192

Tablo Listesi

Tablo 2.1 Eski ve Günümüz Ölçü Birimleri.....	13
Tablo 2.2 Her çeşitte bulunması gereken gümüş miktarları.....	13
Tablo 2.3 1800 lü yıllarda tellerde bulunan altın yüzdeleri.....	14
Tablo 2.4 Doğal boyarmaddeler ve yaygın kaynakları.....	16
Tablo 2.5 Flavonoidlerin açık yapı formülleri, bileşikleri ve elde edildiği yerler.....	20
Tablo 2.6 Antrokinon kırmızıları ve açık yapı formülleri.....	26
Tablo 2.7 Flavon ve flavonol sarıların açık yapı formülleri.....	30
Tablo 3.1 HPLC için kullanılan gradiyent elüsyon değerleri.....	66
Tablo 3.2 Referans boyarmaddelerin alıkonma süresi ve maksimum absorbanası....	66
Tablo 4.1 Validasyonu yapılan elementlerin kabul edilen LOD değerleri.....	67
Tablo 4.2 10 nm kalınlığındaki kaplamanın 10 kV, 15 kV, 20kV, 25kV ve 30 kV voltajlardaki altın ve gümüş metallerinin kütlece yüzdeleri.....	68
Tablo 4.3 Hızlandırıcı voltajlara göre standartlardaki altın ve gümüşün kütlece yüzdesi ve gümüşün altına oranı.....	73
Tablo 4.4 Tarihi eserlere ait klapdanlardaki hesaplanan altın kaplama kalınlıkları...	137
Tablo 4.5 Tarihi eserlerdeki HPLC analiz sonuçlarına göre tespit edilen boyarmadde kaynakları, tespit edilen boyarmaddeler.....	191
Tablo 5.1 Hızlandırıcı voltajlara göre tarihi eserlerdeki altın ve gümüşün kütlece yüzdesi ve hesaplanan altın kaplama kalınlığı.....	195
Tablo 5.2 Tarihi eserlere ait klapdan kalınlıkları ve klapdan genişlikleri.....	197

EK 1: SEM-EDX ile kalitatif element analizi metod validasyonunda her bir elementin varlığını kanıtlayan grafikler ve değerleri listesi.

Şekil 1. Kadmiyum sülfid(CdS) bileşiğindeki Cd ve S elementlerinin EDX grafiği (analiz1)	212
Tablo 1. CdS bileşiğindeki Cd elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	212
Tablo 2. CdS bileşiğindeki S elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	212
Şekil 2. Karbon(C) elementinin EDX grafiği (analiz1).....	213
Tablo 3. C elementi için aritmetik ortalama,standart sapma ve LOD değeri.....	213
Şekil 3. İndiyum fosfor(InP) bileşiğindeki In ve P elementlerinin EDX grafiği (analiz1).....	213
Tablo 4. InP bileşiğindeki P elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	214
Şekil 4. Kobalt(Co) elementinin EDX grafiği (analiz1).....	214
Tablo 5. Co elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	214
Şekil 5. Demir III nitrür (FeN) bileşiğindeki Fe ve N elementlerinin EDX grafiği (analiz1).....	214
Tablo 6. FeN bileşiğindeki N elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	215
Şekil 6. Alüminyum (Al) elementinin EDX grafiği (analiz 1)	215
Tablo 7. Al elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	215
Şekil 7. Bakır(I) oksit(Cu_2O) bileşiğindeki Cu ve O elementlerinin EDX grafiği (analiz 1).....	215
Tablo 8. Cu_2O bileşiğindeki Cu elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	216
Tablo 9. Cu_2O bileşiğindeki O elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	216
Şekil 8. Çinko(Zn) elementinin EDX grafiği (analiz1).....	216
Tablo 10. Zn elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	216

Şekil 9. Altın(Au) elementinin EDX grafiği (analiz 1)	217
Tablo 11. Au elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	217
Şekil 10. Paladyum(Pd) elementinin EDX grafiği (analiz1).....	217
Tablo 12. Pd elementi aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	217
Şekil 11. Gümüş klorür (AgCl) bileşiğindeki Ag ve Cl elementlerinin EDX grafiği (analiz1)	218
Tablo 13. AgCl bileşiğindeki Ag elementi aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	218
Tablo 14. AgCl bileşiğindeki Cl elementi aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	218
Şekil 12. Civa tellürid (HgTe) bileşiğindeki Hg ve Te elementlerinin EDX grafiği (analiz 1)	218
Tablo 15. HgTe bileşiğindeki Hg elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	219
Şekil 13. Sodyum florür(NaF) bileşiğindeki Na ve F elementlerinin EDX grafiği (analiz1).....	219
Tablo 16. NaF bileşiğindeki Na elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	219
Tablo 17. NaF bileşiğindeki F elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	219
Şekil 14. Bizmut (Bi) elementinin EDX grafiği (analiz1).....	220
Tablo 18. Bi elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri.....	220

EK 2: HPLC-DAD İle Organik Boyar Madde ve Pigment Analizi Metod Validasyonunda elde edilen kromatogramlar ve spektrumların listesi.

Şekil 1 Gallik asit standardının kromatogram analiz 1.....	221
Şekil 2 Gallik asit standardının spektrumu analiz 1.....	221
Tablo 1 Gallik asit için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri.....	221
Tablo 2 Konsantrasyonu 30 mg/L olan Gallic acid için Sinyal/Gürültü.....	222
Şekil 3 Gallik asit, <i>karminik asit</i> , ellajik asit, alirazin red S sodyum salt ve aleo emodin boyarmaddelerin toplu kromotogramı analiz 1.....	222
Şekil 4 <i>Karminik asit</i> standardının spektrumu analiz 1	223
Tablo 3 Karminik asit için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri.....	223
Şekil 5 Gallik asit, karminik asit, <i>ellajik asit</i> , alirazin red S sodyum salt ve aleo emodin boyarmaddelerin toplu kromotogramı analiz 1.....	224
Şekil 6 Ellajik asit standardının spektrumu analiz 1.....	224
Tablo 4 Ellajik asit için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri.....	224
Şekil 7 Alizarin red S sodium salt standardının spektrumu analiz 1.....	257
Tablo 5. Alizarin red S sodyum tuzu için konsantrasyona göre en yüksek olan değer için LOD değeri.....	225
Şekil 8 Aleo emodin standardının spektrumu analiz 1.....	226
Tablo 6 Aleo Emodin için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri.....	226
Şekil 9. Quercetin hidrat ve berberin chlorid hidrat standartlarının birlikte kromatogramı analiz1.....	227
Şekil 10. Quercetin hidrat standardının spektrumu analiz 1.....	227
Tablo 7 Quercetin hidrat için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri.....	228
Şekil 11 Morin hidrat, quercetin 3 arabinosid, <i>luteolin</i> ve naringenin standartlarının birlikte kromatogramı analiz 1.....	228

Şekil 12 Luteolin standardının spektrumu analiz 1	229
Tablo 8 Luteolin için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri.....	229
Şekil 13 Naringenin standardının spektrumu analiz 1	230
Tablo 9 Naringenin için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri.....	230
Şekil 14 Alirazin, purpurin ve emodin standarlarının birlikte kromatogramı analiz 1	231
Şekil 15 Alirazin standardının spektrumu analiz 1	231
Tablo 10 Alirazin için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri.....	231
Şekil 16 Purpurin standardının spektrumu analiz 1	232
Tablo 11 Purpurin için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri.....	232
Şekil 17 Emodin standardının spektrumu analiz 1	233
Şekil 18 Fisetin standardının kromatogramı analiz 1	233
Tablo 12 Emodin için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri.....	233
Şekil 19 Fisetin standardının spektrumu analiz 1	234
Tablo 13 Fisetin için konsantrasyona göre en yüksek olan değer için LOD değeri.....	234
Şekil 20 Apigenin standardının kromatogramı analiz 1	235
Şekil 21 Apigenin standardının spektrumu analiz 1	235
Tablo 14 Apigenin için konsantrasyona göre en yüksek olan değer için LOD değeri.....	236

EK 3: Tablo 1.Tarihi eser envanter numarasına göre HPLC analizlerinde tespit edilen renk bileşenleri ve onların kaynakları.....	237
--	-----

BÖLÜM 1.

GİRİŞ

Toplumun kültür yapısının belirlenmesi için önemli bilgi kaynaklarından biri olan tarihsel kumaşlar, öncelikli olarak teknik ve boyarmaddeleri açısından analiz edilmelidir. Tekstil ürünleri organik yapıya sahip olduğu için ömürleri kısadır. Müzelerdeki tekstillerin doğru bir yöntemle korunup gelecek kuşaklara kültürel miras olarak aktarılabilmesi için eserlerin yapısal verilerine uygun analizler yapılmalıdır. Organik yapıda olan kumaşlar sonsuza dek aynı özellikleriyle korunamayacak olsalar da, doğru analizler sayesinde elde edilen bilgiler restorasyon ve konservasyon açısından değerlendirildiğinde eserin ömrünü uzatacaktır, ve tarihsel bir ürünün kimlik kartı oluşturabilecektir.

Tarihi ve arkeolojik eserlerinden alınacak mikro örneklerin karakterizasyonu için duyarlı, seçici, güvenilir, mikro ve tahribatsız analitik yöntemler geliştirilmesi gerekmektedir. Bu nedenle çalışmamıza ışık tutacağını düşündüğümüz yöntemlerle ilgili aşağıda örneklerini sunacağımız literatür araştırması yapılmış ve aynı döneme ait örneklerle ön deneysel çalışmalardan yararlanılmıştır.

Topkapı Sarayı Müzesi'nden tekstil koleksiyonlarında yapılan önceki çalışmalar göstermiş ki tarihsel tekstil eserlerinin zenginleştirilmesinde değerli metaller farklı tekstil lifler ile birlikte kullanımının yanı sıra doğrudan metal tel olarak da kullanılmıştır. Yaygın olarak kullanılan metaller altın, gümüş, bakır ve bunların alaşımlarıdır [1]. Doğal bitki kökenli boyaların orijinleri: alizarin, purpurin, pseudopurpurin, luteolin, apigenin, ellagic acid, tanin olarak; böcek orijinli boyalarında karminik asit, kermesik asit ve laccain asit olarak bulunmuştur [2].

İncelenen örneğin durumu materyalin kalitesine, doğal yaşlanma proseslerine, fiziksel, kimyasal ve biyolojik durumlara ve de kirleticilere göre değişir. Toz, toprak parçası, yağ, kireçli sular ve alaşım elementlerinin korozyon ürünleri tarihi tekstilleri kirletir ve zarar verir [3]. Bu etkenler kimyacıların örnekle ilgili kalitatif analizlerinde doğru sonuca ulaşmalarını zorlaştırdığı gibi konservatörler için de en önemli kısımdır. Bütün temizleme işlemlerinde en büyük kaygı sıvı maddeler metal filamentlerin içine dönüşü olmayan organik maddeler üretebilir, alaşım bileşenindeki en küçük değişiklik materyalin özelliğinde büyük etki yapar.

İlk olarak Eski Mısırlılar altın süslemeleri ilk kullanan toplumdur. Altın işine ait bilgi ancak tarihi mücevherlerin analiz edilmesiyle edinilmiştir. Tel çekme işleminin bu şekilde edinilen bilgiler doğrultusunda İ.Ö. 1350 yılında Kıbrıs Adası'nda yapıyor olduğu anlaşılmıştır. İpeğin ve metalik ipliklerin kullanımı ilk olarak Çin'de olmuştur. Daha sonra ipek yolu vasıtasıyla Batı'ya doğru yayılır. M.S. 700 lü yıllarda Mısırlılar düşük saflıkta altın teller kullanmışlardır [4]. Bu arada bazı toplumlar örneğin Bizanslıların hayvan bağırsağı ve derisinden elde ettikleri şeritlere altını kaplayıp ipeğin etrafına sardıkları anlaşılmıştır. Çinliler aynı işlemi papirus altını denen kâğıda uygulayarak keten veya kenevirin etrafına sarmışlardır. 16.yüzyılda yeniden sadece metal olan tellerin kullanıma başlandığı görülmüştür. Dokumacılık Osmanlılarda 15.yüzyıldan itibaren ithal edilen ipek için ticaret merkezi haline dönüşen Bursa da gelişir. Özellikle saray eşrafi için altın ve gümüş alaşımlı tellerin kullanıldığı işlemeli kumaşlar üretilmeye başlanmıştır [5].

Klapdanlı dediğimiz metal tel sargılı tekstillerdeki metal analizi tekstilin menşegini bulmak açısından çok önemlidir. Bundan dolayı altın, gümüş ve bakırın mikro analizi belirleyicidir. Örneğin Osmanlı ipeklilerinde altın ve gümüş alaşımlı klaptanlar kullanılırken İtalyan ipeklilerinde bakırı çok olan gümüş klaptan kullanılmıştır [6]. Başka bir örnek yine Osmanlı da kullanılan gümüşün bakıra oranı Avrupa'ya göre daha fazladır [7]. Yine İtalya'da bir tekstilde kullanılan telin saf altın olması eserin muhtemelen 15.yy öncesine dayandığının bir göstergesidir.

Günümüze kadar birçok tarihi eserin araştırmasında çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Uygulanan yöntemler, tahrip edici olmamalı ve küçük örnek miktarlarında eser elementleri algılayacak kadar hassas olmalıdır. Bu alanda en çok beğenilen yöntemler: uçuş zamanlı ikincil iyon kütle spektrometresi (TOF-SIMS), indüktif olarak eşleşmiş plazma-optik emisyon spektrometresi (ICP) ve taramalı elektronik mikroskop budur (SEM). İndüktif olarak bağlanmış plazma-optik emisyon spektrometresi, örnek özümlerdeki metallerin yüksek oranda hassaslıkla çok elementli belirlenmesi için bir seçenek olarak önerilebilir. Son zamanlarda, bazı metal ipliklerin katman yapısını karakterize etmek için Auger elektron spektroskopisi uygulanmıştır, ancak ultra yüksek vakum gerektiren rahatsızlıktan dolayı yıkıcı bir tekniktir [8]. Son zamanlarda atomik emisyon spektrometreside (Atomic emission spectroscopy - AES) bazı metal liflerin yüzey yapılarının karakterizasyonu için uygulanır. Fakat yüksek vakum istemesinden dolayı tahrip edicidir. Dış diferansiyel - proton kaynaklı X ışını emisyonu (PIXE) tekniği, eski metal ipliklerinin yapısının karakterizasyonu için etkili

ve tahribatsız bir araç olarak da önerilir. Bu metot, enerji dağılımı – x ışınları mikro analizi (energy-dispersive X-ray micro analysis- EDX) ve x ışınları flüoresansına (x-ray fluoresans- XRF) göre yüzey dedeksiyonu için kullanılabilir. AES'e göre de tahrip edici değildir. Taramalı elektronik mikroskop-Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (SEM-EDS), tahribatsız bir yöntem olarak uygulanabilir ve analiz sonrasında numunenin orijinal materyaline döndürülmesine izin verilir [9,10]. Sevim Akyuz, 2014 tarafından Antik Ainos'dan (Enez - Türkiye) kazılan tarihi tekstiller araştırmaları için SEM-EDX analizleri de kullanılmıştır. Tekstildeki metal süslemeler ağırlıklı olarak Cu ve Ag'dan oluşmaktadır [11]. Iva ve Lidija Curković, tarihi tekstiller üzerine çalışmalarında, tarihsel Hırvat tekstillerindeki metalleri incelemiştir. Çalışmada özel metaller için hızlı ve basit ölçümler için en uygun prosedürün tanımlanması amaçlanmıştır. Örneğin yüzey kompozisyonu için tahribatsız teknik taramalı elektron mikroskobu ve enerji dağılım spektrometresi (scanning electron microscope-electron dispersive x-ray-SEM-EDX) metodu; iç yüzeyin ortalama kimyasal kompozisyonu için de indüktif eslesmiş plazma- (inductively coupled plasma- ICP-OES) ve atomik absorpsiyon spektrometresi (atomic absorption spectrometer-AAS) kullanıldı. Fakat bu ikili kombinasyon örneğe oldukça tahribat verdiği anlaşılmıştır. SEM-EDX tahrip edici olmaması bakımından uygulanabilir bir yöntemdir. SEM-EDX örnek yüzeyinin sadece spesifik kısmının ortalama kimyasal kompozisyonu gösterir. Bunun yanında bu bilgi bütün materyalin karakterizasyonunda, yüzey kompozisyonun kavranmasında, örneğin morfolojisi ve topolojisinde; korozyon işlemleri için yararlıdır. SEM-EDX ve ICP-OES kombinasyonu farklı metallerin analizleri için uygulandı fakat şuana kadar tarihi metal lifleri için uygulanmamıştır [12]. Bu iki analitik yöntem (ICP-OES ve AAS)arasındaki önemli fark, ICP-OES yöntemi hassas bir şekilde numunedeki birçok elementin analiz edebilirken AAS tek element yöntemidir [13]. İkinci olarak, tarihsel örneklerde çok küçük miktarlarda bulunan eser elementlerin sınırların belirlenmesinde ICP-OES, AAS göre oldukça yavaş yapar ki bu son derece önemlidir. Bu nedenle, ICP-OES ön tarama için en iyi seçenektir fakat daha sonra özel bir element tayini gerekiyorsa bu AAS tarafından da yapılabilir. Daha önce de belirtildiği gibi analitik metotlar arasında (AAS, GF-AAS, ICP-OES) bir kontrast olarak detektörü ile donatılmış taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDX) örnek analizinde tam bir kimyasal performans sağlıyor.

Tekstil ipliğindeki boyarmaddelerle ilgili yapılan çalışmalar incelenmiştir. Çalışmalardan birinde tarihsel objelerdeki koşinil antrakininonların yapıları nükleer manyetik rezonans (nuclear magnetic resonance-NMR) ve kütle spektrometresi (mass

spectrometry- MS) ile aydınlatılmıştır [14]. Boyalı elyaftaki yeni bileşikler diod iyod dedektörlü sıvı kromatografisi (Liquid Chromatography- Diod Iyod Dedection- LC-DAD) ve kütle spektrometreli sıvı kromatografisi (liquid chromatography – mass spectrometry-LC-MS) kullanılarak tespit edildi. HPLC ile kromatografik ayırma işlemlerinden sonra, bilinen bileşikler karminik asit, kermesik asit ve flavokermesik asit ile altı yeni antrakinonon tespit edildi.. Numunelerdeki yeni bileşiklerin analizi kimyasal kültürel miras eserlerinin kendi kimlik açısından önemli veriler sunmuştur. Bir diğer çalışmada Arraiolos tarihindeki yün ve elyafda bulunan doğal boya bileşiklerinin tanımlanması için bir diod dedektörlü yüksek performanslı sıvı kromatografisiyle ve kütle spektrometre (HPLC-DAD-MS) yöntemi kullanılmıştır [15]. Farklı bir çalışmada eski İpek yolu üzerinde Sincan mezarlıktan kazılan tekstiller üzerinde yapıldı [16]. Batı ve Doğu arasında antik çağda kültür alışverişi ve tekstil ticaret anlayışını daha iyi bir tanımlama için arkeolojik elyaf ve boyalar araştırılmıştır. Çalışmada tekstil nesneleriyle ilgili analizler HPLC-DAD, SEM-EDX, OM (optik mikroskop) ve FT-IR gibi birçok analitik teknik kullanılmıştır. Arkeolojik dokuz tekstil örneğinde boyarmadde olarak alizarin, purpurin, indigotin ve luteolin karakterize edilmiştir. Luteolin tabanlı bitkilerden elde edilen sarı boyarmaddelerin Ortadoğu ve Batı Asya arasında İpek yolu üzerinden Çin'e ithal edilmiş olduğu görülmüştür. Fiber bozulma, antik elyafların OM la yapılan kesit ve boyuna görüntülerinin keskinliğini büyük ölçüde gizledi. Bu durumda, SEM uygulanması gerekli oldu. FT-IR spektroskopisi sadece fiber tanımlama için değil aynı zamanda protein liflerindeki bozulmayı tahmin etmek için güçlü bir araç olmuştur. Boyaların tanımlanması ince tabakası kromatografisi (TLC), yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC), absorpsiyon spektroskopisi (AAS) ve titreşim spektroskopisinin (IR) gibi gelişmiş teknikler tarafından yürütülmüştür. TLC daha çok safran, çivit, lac boya, zerdeçal gibi doğal boyalar kimyasal bileşenlerden ayırmak için sık sık kullanılmıştır. Ancak, düşük çözünürlük ve zayıf görüntü kalitesi kullanışlılığını sınırlar. Pigmentler, anthraquinones, flavone, indol, vb doğal boyar maddelerin tespitinde avantajı nedeniyle daha sonra fotodiyot algılama (PDA) ile donatılmış HPLC ve kütle spektrometresi (MS) kullanıldı. Yine aynı bölgede yapılan bir diğer çalışmada da aynı yöntemler kullanılarak kök türü bitkiler kırmızı ve kahverengi boya kaynağı olarak tespit edilmiştir [17]. Bu alanda yapılan bir başka çalışmada da , daha önceleri kullanılan zaman alıcı ve yıkıcı spektrofotometrik ve kromatografik yöntemlerden kaçınmak için uçuş saatli ikincil iyon kütle spektrometresi (TOF-SIMS) yöntemi tekstil boyaları belirlemek için kullanılmıştır [18]. Curcumin, krosin, carthamin, purpurin,

alizarin, brazilin, shikonin ve indigo içeren bitki kaynaklı boyarmaddeler araştırıldı. Referans tekstil örnekleri boya bitki özleri ile hazırlanmıştır ve TOF-SIMS tarafından karakterize edildi. TOF-SIMS spektra ile boyalı tekstillerdeki metalik mordanların element iyonları, özel parça iyonları ve organik boyar maddelerdeki düşük moleküler iyonları tespit edildi. Her ne kadar kötü bir şekilde bozulmuş olsa da antik tekstil örnek lifinde, indigo varlığını açıkça gösterdi. Test sonuçlarına göre çoğu bitki boya TOF-SIMS yöntemi ile belirlenebildiği için bu yöntemin arkeoloji alanı için çok umut verici bir teknik olduğu sonucuna varıldı. Tarihi tekstillerdeki doğal boyalarla yapılan bir diğer çalışmada boya analizleri, iki yöntem kullanılarak yapıldı: köklü sıvı kromatografisi-diyot dizi algılama (LC-DAD) ve yeni geliştirilen sıvı kromatografisi-kütle spektrometresi (LC-MS). LC-MS'in (tek kademeli ve tandem MS) küçük ölçekli örneklerde boya tanımlanması için değerli bir araç olduğu gösterilmiştir [19,20].

AMAÇ

Çalışmamızda İstanbul, Topkapı Sarayı Müzesi'nde bulunan 16.ve 19.yüzyıllar arasında Osmanlı Saray mensuplarının kullandığı bazı tarihi tekstillerin, örneğin klaptanlı ipek kaftanların karakterizasyonlarının bilimsel olarak belirlenmesi, tarihlendirmenin doğruluğunun araştırılması, eserin gelecek nesillere aktarılması için yapılacak restorasyon ve konservasyon çalışmalarına katkılar sunması amaçlanmıştır.

İncelediğimiz tarihi eserler klaptanlı saray mensuplarının kullandığı tekstillerdir. Tekstillerdeki klaptan ve metal tellerin analizi SEM-EDX metodu ile ipliklerdeki boyarmadde analizi de HPLC-DAD metodu ile yapılmıştır. Topkapı Sarayı Müzesi koleksiyonuna ait bu eserlerin her yönüyle ilk kez karakterizasyonu yapılmıştır. Çalışmada aynı zamanda klaptanlardaki kaplama kalınlığının ölçümü ile ilgili olarak SEM-EDX analiz yöntemi kullanılarak bir yöntem geliştirilmiştir.



BÖLÜM 2

GENEL BİLGİLER

2.1. TARİHİ TEKSTİLLERDE KULLANILAN TELLER

2.1.1.Gümüş ve Altın Kaplamalı Tellerin Üretimi

Modern tel üretimi bir metal kalıptan daha ince çaplı bir telin mekanik güç uygulanarak çekilmesi ile gerçekleştirilir. Bu yöntem yaklaşık 1200 yıldan beri uygulanmaktadır. Hâlbuki metalik tellerin ilk kullanımı milattan çok öncesine gider. Eski çağlarda teller iki şekilde üretiliyordu;

1. metal plakaların önce dövülüp ardından şeritler halinde kesilmesi,
2. haddelendikten sonra çekme yöntemiyle tel haline getirilmesi.

Dövme işleminde malzemeden önce ergitilerek bir çubuk elde edilir ve örs üzerinde dövülür. İç gerilmenin olmaması için devamlı tavlama yapılır. Her dövme işleminde malzeme biraz daha sertleşir [21]. Sonra haddeleme işlemi yapılır yani yarım mm kalınlığında levhalar elde edilir. Birinci dövmeden sonra altın çubuk iki çelik merdane arasından geçirilir. Altın varaklar her defasında daha hafif çekiçler kullanılarak dört etapta dövülür. Sonra istenilen ölçüde kare parçalar şeklinde kesilir. Altın kaplama gümüş çubukların yapımında ise ergitilip çekiçe düzleştirilmiş gümüş çubuk ile altın varak dövme işlemi ile bir araya getirilir.

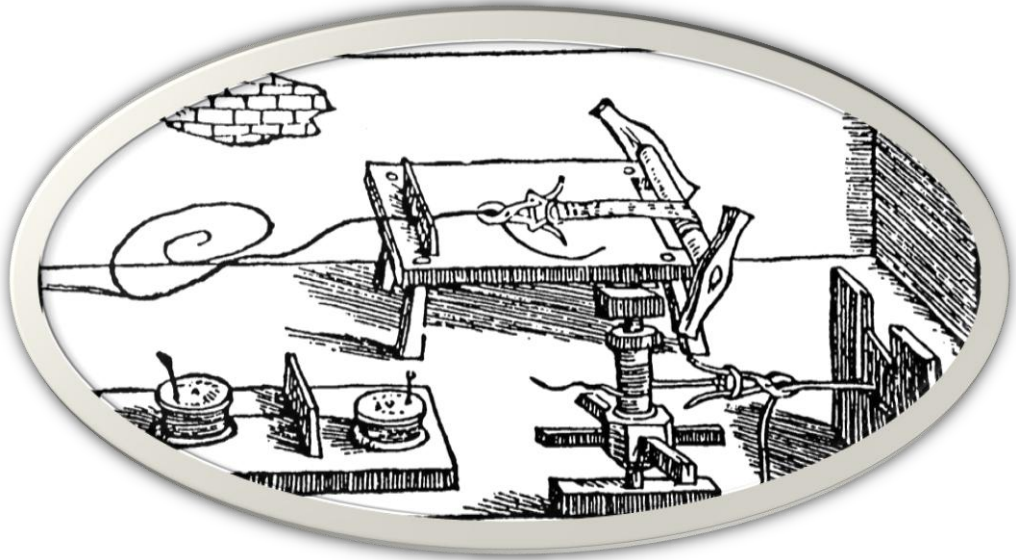
Metal teller çekme yöntemiyle üretilir. Çekme işleminden etkilenmediği için 12.yüzyıldan sonra saf altın yerine kaynak yöntemiyle elde edilen altın kaplamalı gümüş teller de kullanılmaya başlanmıştır. Bu şekilde maliyet daha ucuza da getirilmiştir. Çünkü kaplamada kullanılan altın kolay dövülebilirliği ve kaplama özelliğinin iyi olması nedeniyle çok az harcanıyordu. 16.yüzyılda (Biringuccio ya göre)



Şekil 2.1 Tel çekme tezgahı [22]

tel çekme işleminde önce metal kalıpta malzeme çok ince olacak şekilde dövülür. Şekil 2.1 de görüldüğü üzere dikey duran standart deliklere sahip levhadan tel yatay çubuk yardımıyla çekilir. Daha başka yöntemler de toplu halde şekil 2.2 de gösterilmektedir. Bir masaya delikli levha sabitlenir ve inceltilecek tel ordan bir maşa yardımıyla çekilir. Maşa halatla ya da kemerle insan eliyle döndürülen bir makaraya tutturulur. Maşanın ağzında çekilen tel tutturulur. Daha da ince tel (70 mikron civarı) elde edilmek istenen teller için makara düzeneğinde kullanılanlar arasındaydı. Makaralar masaya tutturulur araya delikli levha konur. İstenilen incelikde tel bir makaradan diğer makaraya sarılır [22, 23, 24]. Çekme teller iki silindir altından geçerek yassı hale dönüştürülerek de kullanılmıştır ki bunlara pul adı verilmiştir.

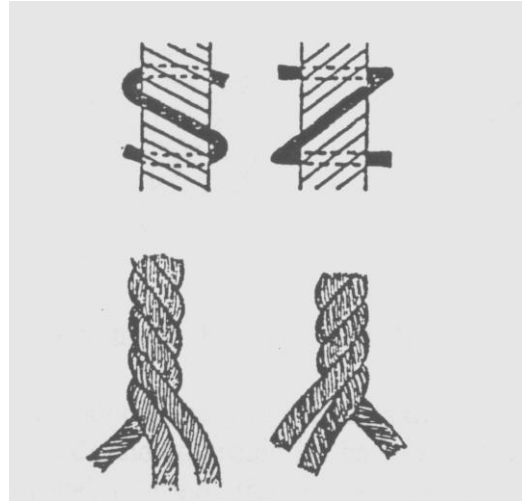
Eğer bir metalik telin kenarları yuvarlak hatlıysa bu çekme ve ardından haddeleme yöntemiyle elde edildiğini gösterir. Diğer yandan telin kenarları girintili çıkıntılıysa



Şekil 2.2 XVI. yüzyılda tel çekme işlemi için kurulan üç düzenek [23].

kesme tekniği ile üretilmiştir.

Metalin herhangi bir malzemenin etrafına sarılması işlemine sarım denir. Sarma işlemi tarihte eğirmen yardımıyla yapılırdı. Telin sağdan ya da soldan eğdirilmiş olması S formu ve Z formu şeklinde sınıflandırılmasını sağlar ki bu da o tekstil hakkında önemli bir bilgidir. Bu sarılma yönü sarılan maddeye (çekirdek) göre değişir. Örneğin şekil 2.3 de görüldüğü gibi hayvan membranlarından yapılmış şeritler S şeklinde, deri şeritler ise Z formunda sarılır [25].



Şekil 2.3 Tel eğirme yönünün S ve Z formunun gösterimi [25]

Tel çekme ile ilgili batı kaynaklı ilk yazılı bilgiler Theophilus tarafından MS 1122’de verilmiştir [26]. Şekil 2.1., MS 1389 yılında yayınlanan ve tarihte tel çekme operasyonunu gösteren ilk resimdir. MS 1540’da Biringuccio zamanının tel çekme

uygulamasını kitabı Pirotechnia da resimli olarak tanıtmış. Şekil 2.2’de tel çekme işlemi için kullanılan çekme tezgahının ilk örneği görülmektedir.

Metalik teller 1748 yılında, Savary ve des Bruslon a göre dört gruba ayrılır [24]:

Altın tel (altın kaplamalı gümüş tel); gümüş tel (bazen bakır veya altınla alaşımlandırılmış); önce gümüş sonra altınla kaplanmış bakır tel ve gümüşle kaplanmış bakır tel şeklinde. Tek taraflı kaplama 9 ve 10. yüzyılda başlamışken yapılan araştırmalarda saf altın yerine 16. yüzyıl itibariyle çift taraflı altın kaplı gümüş veya bakır kullanılmaya başlandığı belirtilmiştir [23]. Sebep olarak da maliyet ve malzemenin daha hafiflemesi gösterilmiştir. Aynı zamanda altın-bakır alaşımında bakırın altına dayanıklılık kattığı dövülme işlemlerinde gözlemlenmiştir. 12. yüzyılda yaşamış olan Theophilus, altın kaplı gümüşü üretmek için ağırlıkça 1’e 12 gümüş kullanılmasını önermişken [27,28], 16. yüzyılda Biringuccio Pirotechnia adlı eserinde 3,4 g altın için 340 gram gümüşün yeterli olduğunu ifade etmiştir.

Tellerin veya şerit denilen hayvansal veya bitkisel membranların kaplanması eski tarihlerde mekanik yöntem veya cıvayla sıcak amalgama yöntemi ile yapıldığı ortaya çıkmıştır [26].

Mısırlıların keşfettiği mekanik yöntemde kaplanacak malzeme yüksek sıcaklığa kadar ısıtılır sonra altın varak denilen ince altın levhayla üzerine bastırılarak kaplanır. Ardından dövme işlemi gerçekleşir. Önceleri altın varak yerine folyo kullanılmıştır ki çok daha kalındır (60-100 mikrometre) [29-33]. Sadece mekanik olarak yüzeyi kaplar ve kalın olduğu için yüzeydeki tüm detayları yok ediyordu. Altın varak alt yüzey metalse ısı etkisiyle iyi tutunur. Çünkü özellikle altın gümüşle iyi tutunur. Metalik bağ oluşur ve komşu atomların elektronları birbiri içinde rahat dolaşır. Bu aynı zamanda alaşımlarda homojenliği de sağlar. Uygulanan ısı difuzyonu da artırır. Her iki atomun birbirlerine doğru göçü sözkonusudur. Gümüş bakır içinde % 4,9 oranında bakır gümüşün içinde % 14,1 oranında çözünür. Bu kısmi çözünme yüzeyde homojenliği sağlayamadığı için bakırın üzerine yapılan gümüş kaplama tekrar altınla kaplanır ki yüzey pürüzsüz olsun. Ayrıca altın ve bakırın birbiri içinde iyi çözünmelerine karşın düşük sıcaklıkta ayrışmalar gözlemlenmiştir.

Cıva ile kaplama olayı Çin de İ.Ö. 300 yılında başlamış olup elektrolitik kaplama bulununcaya kadar devam etmiştir [32]. Özellikle bakır ve bakır alaşımları için uygulanan bir yöntemdir. Cıva altının özellikle alt yüzeye tutunması için bağlayıcı

görevini görür. Soğuk ve sıcak olmak üzere iki uygulama yöntemi mevcuttur.

Soğuk cıva kaplamada: bakır yüzeyi cıva ile silinir ve ince bir bakır-cıva amalgamı oluşur. Sonra altın varak basınç etkisiyle kaplanır.

Sıcak cıva kaplamada: altın veya gümüşün sıcak cıva içine atılarak amalgamı oluşturulur. % 10-20 aralığında altın % 80-90 aralığında cıva içeren Au_2Hg taneciklerinden oluşan bir hamurumsu pasta elde edilir [32]. Bu pastayla oksiti temizlenmiş bakır yüzeyi kaplanır. 250-300 °C’de birkaç dakika bekletilir (Cıva -39 °C’da sıvı hale 357 °C’de gaz haline geçer). Altın kaplama gözenekli yapıdadır. Pastanın rengi kül renginden mat sarıya dönüştüğünde işlem tamamlanmıştır, artık kaplama parlatılabilir. Cıva Au_2Hg den sublime olur. Eğer işlem sırasında ısıtma işlemi çok yapılırsa bakır oksitlenir ve bu kara renkli tabaka pullanmaya sebep olur. Gümüşün altınla bu yöntemle kaplanması işleminde 10-15 mikron kalınlığında gümüş amalgam gümüş üzerine sürülür sonra altın kaplanır. Yine sıcaklık aynı şekilde 250-300 °C de fakat bu sefer 10-15 dakika ısıtma işlemi sürer. Altın varaklı kaplamada 0,1-0,4 mikron kaplama kalınlığı elde edilirken bu metodda kaplama kalınlığı 2-10 mikron arasında değişir. Çünkü diğer işlemde difüzyon olayının gerçekleşmesi kaplamayı inceltmiştir [33].

2.1.2. Osmanlı Dönemi Saray Tekstilleri

Topkapı Sarayı Müzesi, padişah ve ailesine ait giysilerin hatıra olarak saklanması geleneği ile oluşmuştur. Saray eşrafının giyim kuşamı halkınkinden çok daha ihtişamlı ve gösterişliydi. Sarayda giyim kuşam belli kurallara bağlıydı. Kumaş cinsine ve desenlerine büyük titizlik gösterilmesi, saray tezgâhlarının gelişmesini sağlamıştır. 16.yüzyılda önce Bursa tezgâhları sonra İstanbul tezgâhları gün geçtikçe gelişmiştir. Fransa, İtalya gibi ülkelerde Osmanlı dokumacılığı ün salmıştır. Saray ve padişah giysilerinin dokuma ve malzeme çeşidi yönünden aldığı isimler: Seraser, kemha canfes, çatma, serenk, atlas, selimiye ve gezidir. Aralarında en değerlisi seraserdir ve İstanbul atelyesinde dokunmaktaydı. Seraserlerde dokuma altın alaşımlı gümüş tel veya gümüş tel kullanılarak yapılırdı. İnce ipekten sık dokunmuş olan atlas kumaşından yapılan padişah giysileri de göz alıcı renklerinden, sert ve parlak oluşundan dolayı dikkat çekicidir [34].

2.1.3. Osmanlı Döneminde Kullanılan Klapdanlı Tekstiller

Osmanlı döneminde simkeşhane: sarayın kontrolü altında klapdan ve tel çekme işleminin yapıldığı yerdir. İstanbul, Bursa ve Selanik’ te açılmıştır. 16.yy’da İstanbul’da Simkeşhane sayısı 4’ü bulmuştur. İstanbul’daki 1903 yılına kadar çalışmıştır. Osmanlı İmparatorluğu’nda kemha ve seraser kumaşlarda klabdan ve metal tellerin kullanılması çok itibar görmesi sebebiyle Bursa’da Simkeşhane açılmıştır ve 19.yüzyılın ilk yarısına kadar üretim sürmüştür. Selanik Simkeşhanesi Osmanlı Simkeşhanesinin üçüncüsüdür. Topkapı Sarayı Müzesi Koleksiyondaki Sakız adasından gelen kemhada kullanılan klabdanların muhtemelen burada üretilmiştir.

2.1.4. Klabdan Telinin Yapımı

Klabdan yapımında kullanılan altın önce saflaştırma işleminden geçirilirdi. Safsızlık içeren altın önce kurşunla karıştırılarak potada eritilirdi. Erimiş alaşım üzerinden hava geçirilir. Kurşun oksitlenerek cüruf oluşturulur ve köpük halinde yüzeye çıkarılır. Yüzeyden cüruf devamlı alınır. Potanın dibinde saf altın kalırdı. Eğer altının yanında gümüş te karışımda bulunuyorsa potanın dibinde altın-gümüş alaşımı kalırdı.

Klabdanda kullanılan tel altın ile kaplanarak ve yaldızlama işlemi yapılarak sırma haline getirilirdi. Yaldızlama: altın küçük parçalar halinde potada buharlaşma noktasına getirilmiş olan civanın içine atılır ve altın malgama oluşturulurdu. Kaplanacak metal önce asitle temizlenir, yıkanır ve kurutulurdu. Sonra yüzey civa ile kaplanır ve üzerine fırça ile malgama sürülürdü. Bu işlemin akabinde metal tel ısıtılarak civa buharlaştırılırdı. En son kaplama mumu sürülüp altının gerçek rengi açığa çıkarılırdı. Klabdanlarla ilgili yapılan analizlerde civa metali bulunamamıştır. Tamamen uzaklaşmış olabileceği gibi civa zamanla da buharlaşıp gitmiş olduğundan günümüze kadar gelemediği düşünülmektedir.

Osmanlı döneminde üretilen sırma ve tel belli kurallara göre imal ediliyordu. 1650 tarihlerinde 1 dirhem (3,207 g) gümüşten 100 kulaç (182 m) çekilmekteydi (1g gümüşten yaklaşık 57 m tel çekiliyor) (Tablo 2.1). Belirlenenden az gümüş içeriyorsa tel çabuk

Tablo 2.1 Eski ve Günümüz Ölçü Birimleri

Ağırlık Birimleri	Uzunluk Birimleri
1 Dirhem = 3,2073625 g.	1 Arşın (Zira) = 0,757738 m.
1 Miskal = 4,5819464 g.	1 Parmak (1/24 zira) = 0,031572 m.
7 Miskal (10 Dirhem) = 32,073625 g.	1 Hat (1/12 parmak) = 0,002631 m.
1 Tefe (5000 Dirhem) = 16,035 kg	1 Nokta (1/12 hat) = 0,000219 m.

kopuyor bu tele de ince deniliyordu. Daha sonra bu tel sıkı iki silindir arasından geçirilerek bir şerit haline getirilmektedir.

Kollab denilen eğirme çıkırığı ile ipek iplik üzerine sırma ve telin sarılmasıyla elde edilen ipliğe klabdan denmektedir. Klabdana sarılı ipek mutlaka iki katlı Bursa ipeği olmalıydı. Yapılan ölçümlerde görülmüştür ki ipek bükümleriyle klabdanların sarımı açılma olmaması için aynı yönde yapılmıştır. Klabdanlar belli şekilde kullanılıyordu. Örneğin altınlı klabdan (sarı klabdan) sarı ipeğe gümüşlü klabdan (beyaz klabdan) beyaz ipeğe sarılmalıydı. Bazen esnaf bu kurala uymayıp sarı klabdanı beyaz ipliğe sarıyordu ki bu da kötü bir görüntü oluşturuyordu. Sırma ve tel çeşitli kalitede imal edilmekteydi. Ağır altınlı üç yaldızlı sırma en kaliteli üründü. Saf altından yapıldığı söylenmekteydi. Yapılan analizlerde hiç birinde saf altın çıkmamıştır (Tablo 2.2) Gümüş üzerine kaplama olduğu sonucuna varılmıştır.

Klabdanlar (1787 tarihinde) ala, evsat ve edna olmak üzere üç kalitede imal edilmekteydi (Tablo 2.3)

Tablo 2.2 Her çeşitte bulunması gereken gümüş miktarları.

Klaptan türü	Kütlece gümüş yüzdesi
Ala	60,6
Evsat	55,3
Edna	51,0

Tablo 2.3 1800 lü yıllarda tellerde bulunan altın yüzdeleri

Klaptan türü	Kütlece altın yüzdesi
Ağır altınlı	1,79
Sarı sırma	0,81
Sarı klaptan	1,12

Klabdan için daha düşük kalitede ve kalın ipek iplikler kullanılırdı. Sarı klabdan yapımında iplik sarıya boyanmaktaydı. Kullanılan boyaların kaliteli olmasına dikkat ediliyordu. Sarı boya için kullanılan muhabbet çiçeği (*Reseda luteola* L.) bitkisi boyarmadde olarak luteolin ve apigenin içermekteydi. Eğer limonlu suda bekletilen boyalı iplik solarsa güneşe karşı dayanıklı anlamına geliyordu. Çünkü içerdiği boyarmaddeler güneşe dayanıklı olmasına karşın asidik ortamda renk değiştirir [35].

Osmanlılarda metalik tellerin üretimi, zanaatkârlık isteyen bir işti. Gümüşlü tel üreten yerlere simkeşhane, altınlı tel üreten yerlere ise sirmakeşhane denirdi ve bu mesleklerin mensupları için İstanbul’ da çeşitli loncalar kurulmuştu. 1754-57 arasında Fransız Devlet Sekreteri Baron de Rouille’e verilen bir rapora göre altın yaldızlı gümüş teller şu şekilde üretilirdi [36]. Gümüş, tel çekilecek tava gelinceye kadar ısıtılırdı. Potaya konan 5000 dirhem (16,035 kg) gümüş simkeş dilinde bir tefe sayılırdı. Bir tefe 600 dirhem (1,924 kg) fire verir ve geriye kalan 4400 dirhem (14,111 kg) gümüş çubuk haline getirilirdi ki buna da simkeşler “halka”derlerdi. Altın yaldızlı tel üretmek için ise gümüş altın levha ile kaplanırdı. Kaplama için 100 dirhem gümüşe 1,1 dirhem altın kullanılırdı. Buna göre ağırlıkça altının gümüşe oranı 1: 91 kalınlık oranı ise 1: 168 idi. Bu değerler Biringuccio’nun önerilerine uygundur. Tel, bu halkaların gittikçe daha ince deliklerden geçirilerek çekilmesiyle elde edilirdi. Telin en ince şekilde çekilebilmesi için altının 24 ayar, gümüşün ise 100 ayar olması gerekir. Yani kullanılan malzeme tamamen saf olmalı idi. 1520 tarihli Bursa Şehri Belediye Kanununda ise 100 dirhem (320 g) gümüşe 1 miskal (4,5819 g) Frengi Klorini kullanılması bahsedilir. Buna

göre bu tellerdeki altının gümüşe ağırlıkça oranı 1: 70, kalınlıkça oranı ise 1:129 dur [37].

2.2. BOYARMADDELERİN TARİHSEL SÜREÇ İÇİNDEKİ KULLANIMI

İnsanoğlunun boyarmaddelerle uğraşı hemen hemen tekstil tarihi kadar eskidir. [38]. Çünkü insanoğlu doğal boyarmaddeleri çevresinde bulunan bitki ve hayvan türlerinden kolaylıkla elde edebilmiştir [39]. Tablo 2.4’de doğal boyarmaddelerin bazı elde edildiği kaynaklar gösterilmiştir. Doğal boyamacılığın MÖ 4000 yıllarında Hindistan’ da ve Mezopotamya’da başlamış olduğu bilinmektedir. Doğal boya ile ilgili en eski veri 19.yüzyılın ilk yarısının sonlarında Pakistan sınırları içerisinde bulunan İndus Vadisin’de yapılan arkeolojik kazılardan birinde MÖ 3500 yıllarına ait indigo boyarmaddesidir. Aynı bölgede MÖ 3000 yılına ait iki adet kırmızı renkli para kesesi de bir diğer veridir. Bir başka veri olarak Eski Mezopotamya’da MÖ 3000 yıllarına ait kermes böceği ile boyanmış kırmızı renk boyamalar kil tabletlerde gözlenmiştir [40]. Kırmızı renk boya kaynağı olarak MÖ 1500 yıllarında Hindistan’da lak böceğininde kullanıldığı bilinmektedir. MÖ 500 yılına ait olan ve dünyanın en eski halısı olan Pazırık halının boyarmadde analizlerinde Polonya kermesi (*Porphyrophora Polonica* L.) ve kökboya kullanılığı anlaşılmıştır. Bazı kaynaklarda deniz kabuklularından elde edilen mor renk boyarmaddelerin MÖ. 1500 yıllarda Girit ve çevresindeki adalarda, MÖ 1800 ile 1600’lerde Akdeniz Sahillerinde başladığı söylenmektedir. MÖ 13. yüzyıla ait Knosos’ta bulunan tablet de ilk kez “Kraliyet moru” ifadesine rastlanmıştır. MÖ 1000’li yıllarda Meksika yerlileri tarafından boyamalarda Koşinil böceği (*Dactylopius coccus* Costa) kullanıldığı ortaya çıkmıştır. Daha sonraları 16. yüzyılın başlarında Amerika kıtasından Avrupa’ya sonra da Asya’ya getirilerek yaygın olarak kullanılmaya başlamıştır. Doğal boyaların kullanımı 19. yüzyılın ikinci yarısında sentetik boyarmaddelerin üretilmesinden sonra giderek azalmıştır [40]. Ancak bazı üretilen sentetik boyarmaddelerin toksik ve kanserojen olması, çevre kirliliğine neden olmalarından dolayı 1980’lerden sonra doğal boyarmaddelerin kullanımlarını yeniden revaçtadır.

Tablo 2.4 Doğal boyarmaddeler ve yaygın kaynakları

Boyarmaddeler	Yaygın doğal kaynakları
Sarı renk boyarmaddesi	muhabbet çiçeği (<i>Reseda luteola</i> L.), boyacı sumağı (<i>Cotinus coggyria</i> Scop.), boyacı katırtırnağı (<i>Genista tinctoria</i> L.), ve bazı cehri (<i>Rhamnus petiolaris</i> Boiss) türleri [40].
Kırmız renk boyarmaddesi	lak böceği (<i>Kerria lacca</i> Kerr), Amerikan koşinili (<i>Dactylopius coccus</i> Costa), kermes (<i>Kermes vermilio</i> Planchon), ekin koşinil (<i>Porphyrophora tritici</i> Bod.), Polonya kermesi (<i>Porphyrophora Polonica</i> L.) dir Bitkisel olarak kökboya (<i>Rubia tinctorum</i> L.) bitkisinin kökleri [40-43].
Mavi renk boyarmaddesi	Çivit otu (<i>Indigofera tinctoria</i> L. veya <i>Isatis tinctoria</i> L.)
Yeşil renk boyarmaddesi	Önce çivit otu ardından muhabbet çiçeği kullanılarak elde edilmiş.
Turuncu renk boyarmaddesi	Önce muhabbet çiçeği ardından bir miktar kökboya ilavesi ile oluşturulmuş [40].
Mor renk boyarmaddesi	Kabuklu deniz hayvanı purpura ve Akdeniz yumuşakçası (<i>Murex brandaris</i> , <i>Murex trunculus</i> ve <i>Purpura haemastoma</i>).
Siyah -kahverengi renk boyarmaddesi	Mazı meşesi (<i>Quercus infectoria</i> Olivier) ve boyacı sumağı (<i>Cotinus coggyria</i> SCOP) bitkileri.

2.2.1. Osmanlı Döneminde Tekstillerde Kullanılan Boyarmaddeler

Yapılan çalışmalardan birinde [44], Topkapı Sarayı Müzesi Koleksiyonuna ait iki kaftanda (13/738 ve 13/739 envanter numaralı eserler) HPLC-DAD analizine göre boya maddeleri ve biyolojik kaynakları ve kaftanda metal ipliklerin tanımlanması, yüzey morfolojisi ve kimyasal kompozisyon için SEM-EDX kullanılmıştır. 13/738 envanter numaralı eserde boyarmadde olarak indigotin, fisetin, kaemferol, emodin, chrysofonik asit ve karminik asit olduğu tespit edilirken diğer eser 13/739 da ellajik asit, karminik asit, kermesik asit, indigotin ve flavokermesik asit gözlemlenmiştir. Eserlerle ilgili yapılan metal analiz sonuçlarına göre iki eserin aynı döneme ait olduğu yanlış tarihlendirmeye kimliğinin çıkartıldığı sonucuna varılmıştır.

Bir başka incelemede [44] bitki kökenli doğal boya olarak elajik asit, gallik asit indigotin, luteolin, apigenin, fisitin ve tannin türevleri; böcek kaynaklı olarak da karminik asit bulundu.

Yapılan bir diğer çalışmada [46] kırk altı post-Bizans ve elli Osmanlı tekstilden alınan örnekler, yüksek performanslı sıvı kromatografisi kullanılarak analiz edildi. Bu çalışmada ki amaç, Bizansta Athos Dağı'nın tekstil ürünleri boyalarla (16. Yüzyıldan 20. yüzyılın başlarına kadar). Topkapı Sarayı Müzesinde korunan Osmanlıda (on altıncı ila on sekizinci yüzyıl) kullanılan organik renklendiriciler karşılaştırılmasıydı. Yüzyıllar boyu Bizans kültürünün manevi merkezi olan Athos Dağı, Osmanlı İmparatorluğu sınırları içerisindeydi (Osmanlı dönemi). İki tekstil için bildirilen sonuçlarda farklılıklardan daha fazla benzerlik gözlemlenmektedir. Post-Bizans ve Osmanlı tekstillerinin her ikisinde de boyarmadde kaynağı olarak koşinil (*Dactylopius coccus* Costa = *Cossus cati* Auct), lak (*Kerria lacca* Kerr), genç fustik, çavdar çilek, indigo / woad ve taninler saptanmıştır. Öte yandan, çözünebilir redwood (*Caesalpinia echinata* Lam), eski fustik (*Maclura tinctoria* L. ve logwood (*Haematoxylum campechianum*) sadece post-Bizans dokumalarında bulunurken Papatya (*Anthemis* sp.) ve Polygonaceae (*Rumex* sp.) türleri yalnızca birkaç Osmanlı eserlerinde saptanmıştır. Post-Bizans ve Osmanlı tekstillerindeki koşinil, en sık kullanılan kırmızı boyadır. Bizans ya da Osmanlı tekstillerinde kermes bulunamadı. Her iki tür tekstilde mavi renk kaynağı olarak indigoid boyalar (woad / indigo) saptanmıştır. Sarı renk veren flavonoid boya, Doğu ve Batı Kiliselerinin dinsel tekstilinde seçkin bir role sahip olabileceği saptanmıştır. Bu sonuç, Bizans ve Osmanlı temsil eden tekstillerin stil ve motiflerinde belirgin farklılıkların farklı renklerin kullanılmasına eşlik etmediğini göstermektedir. Aksine, İstanbul'u kaybedişlerinden sonra bu iki toplum boyama endüstrisinin geliştiği

bu yere ait aynı renkte iplikleri kullanyorlardı. Bir kumaşın üretimi sırasında kültürel kimliği stil, tasarım ve motifin yaratılmasıyla verildi.

Yine bazı Osmanlı dönemi tarihi tekstil örneklerle yapılan bir çalışmanın [47] HPLC-DAD analizlerinde sarı renkli iplik örneklerinde apigenin, elajik asit, luteolin, fisetin, berberin ve gallik asit (tanen türevleri) bulunmuştur. Mavi renkli iplik örneklerinde bitki kaynaklı boyalardan indigotin bulunurken, kırmızı renkli iplik örneklerinde bitki kaynaklı boya olarak alizarin, purpurin, psödopurpurin bulunmuş olup karminik asit, kermesik asit, flavokermesik asit, ve lakkaik asit gibi böceklerden elde edilen boyalar tespit edilmiştir [48, 45, 49, 50]. Bu çalışmadaki eserlerin tarihlendirmesi 15.yy ortaları olarak yapılmıştır. Karminik asitin miktarı Ararat kermes ve Meksika koşinil böceğinde yaklaşık aynıdır. Meksika koşinili Avrupa ve Asya'ya 16. yüzyıldan sonra getirildiği için bu kaftandaki kırmızı rengin Ağrı Dağı çevresinde bulunan Ararat kermes böceği (*Porphyrophora hameli* Brand) ile elde edildiği düşünülmüştür.

Topkapı Sarayı Müzesi koleksiyonunda müze envanter kayıtlarında Sultan II. Bayezid (1481-1512) ve Sultan II. Mustafa'ya (1695-1703) ait olduğu belirtilen iki kaftanla ilgili yapılan renk ölçümleri ve boyarmadde analizlerinden elde edilen veriler sonucunda; renklerin boyarmadde kaynaklarının aynı olduğu, dokuma teknik ve desen rapor analizinin aynı olduğu tespit edilmiştir [51]. Hindistan çividi bitkisi (*Indigofera tinctoria* L.) ve koşinil böceğinin (*Dactylopius coccus* Costa) birlikte kullanılması ile mor rengin elde edildiği anlaşılmıştır. Gerek tespiti yapılan koşinil böceğinin 16.yüzyılın ilk yarısında kullanılmış olması, gerekse dokuma tekniği ve desen üslubu kayıtlarda tarihlendirme ile ilgili bir karışıklık olduğunu gösterir. Oysaki analiz sonuçları, dokuma tekniği ve karşılaştırmalı tarihlendirme ile yapılan değerlendirme de, bu iki kaftan 16. yüzyılın üçüncü çeyreğine tarihlendirilmiştir. Osmanlı dönemi tekstilleriyle ilgili çalışmalar göstermiştir ki kullanılan renkler arasında en önemli olan kırmızı ve tonlarıdır. Asırlar boyu solmama özelliğine sahip bu rengin bazı tonlarının sırrı hâlâ çözülememiştir. Kırmızıdan sonra en çok kullanılan renkler mavi, yeşil, siyah, bej, beyaz, bazı yerlerde altın rengini ifade edecek tatlı sarı ve bal rengidir.

2.2.2. Doğal Boyarmaddelerin Sınıflandırılması

Doğal boyaların karmaşık bir kimyasal yapısı vardır. Sentetik boyaların aksine Genellikle tek bir varlık değil, yakından ilişkili kimyasal bileşiklerin bir karışımıdır. Önemli kimyasal bileşenler temelinde, bunlar şu şekilde gruplandırılır.

1-Flavonoidler

2-İndigoidler

3-Antrakınonlar

4-Tanninler

2.2.2.1. Flavonoidler

Kimyasal yapısı 15 karbon atomu içerir ve 2-fenil-1,4-benzopiron olarak bilinir [52, 53]. Flavonoidler bitkiler tarafından sentezlenen fenolik bileşiklerin bir sınıfıdır [54]. Flavonoidler çiçekli bitkilerde bulunurlar [55]. Flavonoidler Satyridae, Lycaenidae ve Papilionidae gibi kelebek türünün kanatlarında da bulunur. Sarı doğal boyaların çoğunun bir hidroksil veya metoksi grubu olan flavon yapısı vardır.

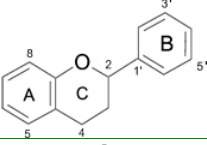
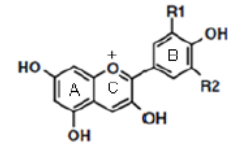
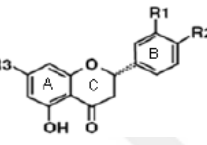
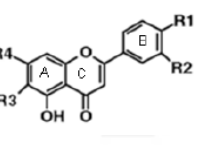
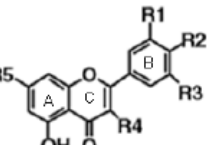
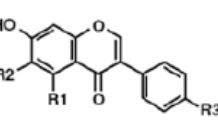
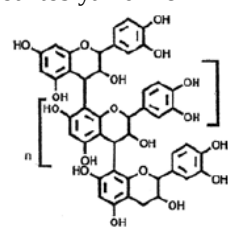
Flavonoidler'in Sınıflandırılması:

Flavonoidler başlıca 7 sınıfa ayrılabilir [56]. Antosiyanidinler, antosiyaninler, proantosiyanidinler, flavanonlar, flavonlar, flavonoller, isoflavonlar olarak sınıflandırılabilirler.

Flavanonlar C halkasında doymamış bir karbon - karbon bağına sahiptirler. Doğal sarı boyaların çoğu flavonlar A ve B halkasında -OH, -OCH₃ ve şeker gruplarına sahiptirler [57]. Dihidropiren flavon yapısıyla ilişkilidir. Hematin ve onun löko formu hematoksilin logwood daki ana renklendiricilerdir. Brazil wood ve Sappan wooddan elde edilen boya da bu gruba aittir. Aynı zamanda da yapılarında 3 pozisyonunda bir hidrojen içerirler [58]. Flavonlar, flavonoidlerin diğer sınıflarından çok daha az bulunurlar. Flavonoller 3 pozisyonunda bir hidroksil grubuna (R₄) bağlanmış flavonlardır. Marigold çiçeği bir flavonol boya querçetagetol içerir. Flavonollerin renk haslıkları flavonlardan daha fazladır [55]. Isoflavonoidler olarak da adlandırılan isoflavonlar yapı olarak flavonlara oldukça benzerdirler. Tablo 2.3.da flavonoidlerin yapıları, bileşikleri ve elde edildiği yerler gösterilmiştir.

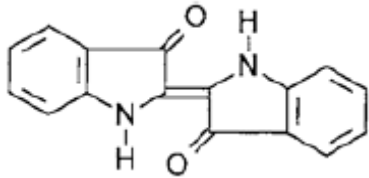
Tablo 2.5 Flavonoidlerin açık yapı formülleri, bileşikleri ve elde edildiği yerler

Flavonoidler Grubu

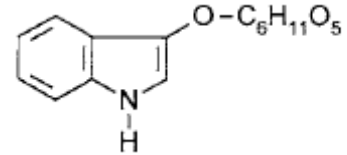
	Bileşikleri	Elde edildiği yerler
		
Antosiyonidin	Siyanidin Delfinidin Malvidin Pelargonidin Petunidin Peonidin	Ebegümece , kiraz,çilek ve üzüm
		
Flavanon	Didyimin Eriositrin Eriodiktol Hesperetin Hesperidin Naringenin Naringin Narirutin Neeriositrin Prunin	Çehri, portakal kabuğu, limon suyu, üzüm suyu
		
Flavon	Apigenin Baicalcin Chrysin Genkwanin Luteolin	Muhabbet çiçeği, papatya, civanperçemi
		
Flavonollar	Isorhamnetin Kaempferide Kaempferol Myricetin Quercetin Rhamnetin	Çehri, kökboya, sumak, sarı soğan, kıvrıcık lahana, pırasa, çeri domatesi, brokoli,elma, siyah ve yeşil çay, siyah üzüm, yabanmersini, safran,
		
Isoflavonlar	Biochanin Daidzein Formononetin Genistein Glycitein Daidzin Genistin Glisitin	Boyacı katırtırnağı, soya, soya fasulyesi,
		
Proantosiyanidinler	Catechin Gallocatechin Epicatechin Epigallocatechin Epicatechin-3galleate Epigallocatechin-3galleate	Fasulye,şeftali, böğürtlen, siyah ve yeşil çay
		

2.2.2.2. İndigoidler

İndigo, doğal boyalar arasında olduğu kadar bu sınıftaki en önemli boyadır. Neredeyse her zaman mavi rengin birincil kaynağıdır. Kimyasal olarak indigotindir (Natural Blue1, C.I. 75780). İki indoksil molekülünün birleşmesinden türetilmiş olan bir aromatik bileşiktir (Şekil 2.4) [59]. En yoğun olarak Indigofera türlerinden *Indigofera tinctoria*, *Indigofera erecta* ve *Indigofera sumatrananin* yapraklarında da bulunur. İndigo suda çözünmez. İndigo bitkisinin tarımı Hindistan’ da 4000 yıldan beri yapılmaktadır. İndigo bir pigment olarak XII. yüzyılda Avrupa’ya ihraç edilmiş, Marco Polo tarafından XII. yüzyıl sonunda bir boyarmadde olarak tanıtılmıştır. XVI. yüzyılda Avrupa’ya getirilmiş ve çok yaygınlaşmıştır. Hindistan çividi (*Indigofera tinctoria*) bitkisinin yapraklarında indoksil’in glikoz ile oluşturduğu ve “indikand” adı verilen bir glikozit vardır (Şekil 2.5). Hidrolizlenen indikandan oluşan indoksil, hava oksijeni tarafından indigoya yükseltgenir. Oluşan indigo fermantasyon ortamı tarafından açık sarı renkli löko-indigoya indirgenir. Daha sonra elyaf üzerine tutunmuş olan sarı renkli indirgenme ürünü hava oksijeni tarafından hızla mavi renkli indigoya yükseltgenir [16]. Doğal indigo ile boyanan tekstiller zengin kırmızı ton veren indirübini de içerir. Purpura ve Murex türlerinin Akdeniz yumuşakçalarından elde edilen Tyrian mor mükemmel ve sağlamlık özelliklerine sahip başka bir indigoid boyadır. Kimyasal olarak indigo'nun 6, 6 'dibromo türevidir.



Şekil 2.4 İndigo yapısı



Şekil 2.5 İndikan yapısı

2.2.2.3. Kinonlar

Kinonlar temel yapısı, aromatik monosiklik ya da polisiklik bileşikten türeyen doymamış bir siklik ketondan meydana gelir. Renklendirici bileşiklerin çoğunluğunu kinonlar meydana getirir. Kinonlar yapılarına göre benzokinonlar, naftakinonlar ve antrakinonlar olarak sınıflara ayrılırlar.

Antrokinonlar: Emodin doğal kinonların en geniş grubunu oluşturan antrakinon sınıfındandır. bitkileri kinonlardan emodini içerir. Emodin başlıca Fabaceae (*Cassia*

sp.), Polygonaceae (*Rheum* sp., *Rumex* sp. ve *Polygonum* sp.), Rhamnaceae (*Rhamnus* sp.ve *Ventilago* sp.), Çehri (*Rhamnus petiolaris* Boiss) ve Frangula Alnus (*Rhamnus frangula*) bitki türlerinde bulunmaktadır. [60,61]. Endüstriyel seviyede gıda renklendiricisi olarak kullanılan en önemli kinonlar koşinil (*Dactylopus coccus* Costa)' in Meksika türlerinden elde edilen karminik asit, kermesik asit ve flavokermesik asit ve lak böceği (*Laccifer lacca* Kerr)' nden elde edilen lakaik asitler (lakaik asit A, lakaik asit B, lakaik asit C ve lakaik asit D) antrokinonlarıdır [62]. Bugüne kadar yaklaşık 36 antrakinon çeşitli araştırmacılar tarafından kökboyada (*R. Tinctorum*) da saptanmıştır [63]. Bu doğal boyarmaddelerden bazıları alizarin, pseudopurpurin, purpurin, munjistin, rubiadin, ksantopurpurin, purpuroksantin, lusidin, chinizarin, christofin ve antragalloldur [38].

Benzokinonlar: Çok sayıda doğal boya, özellikle kırmızı renk üreten boyalar bu kategoriye girer. Bu kategorideki en ünlü doğal boya alizarindir (*Rubia tinctorum*). Diğer boyalar lac, koşinil, noni (*Morinda citrifolia*) ve mançeşit / manjeet (*Rubia cardifolia* L.) içerir. Aspir (*Carthamus tinctorius* L.) çiçeklerinden alınan karnamin, benzokinon yapısına sahip eski bir geleneksel kırmızı boyadır. İpek ve pamukta kiraz kırmızı ve pembe tonlar verir, ancak haslık özellikleri iyi değildir.

Naftakinonlar

Bu kategoriye ait doğal boyaların bazıları kına (*Lawson inermis* L.), ceviz (*Juglan regia* L. ve türlerinin) kabuklarıdır. Kınanın renk maddesi 2-hidroksi naftokinon, ceviz kabuğu ise juglon içerir ki 5-hidroksi naftokinondur. Bu boyalar ayrıca, antrakinon boyaları gibi turuncu, kırmızı veya kırmızımsı kahverengi tonlarda renk verirler.

2.2.2.4. Kırmızı renk boyarmaddeleri

Antrokinon kırmızılar

Antik çağda kullanılan en kararlı kırmızılar alizarin olarak bilinen 1,2-dihidroksi antrakinon kromoforudur (Şekil 2.6). Antrakinon içeren boyalar (Tablo 2.6 da gösterilmiştir) ve türevleri ışık kaynaklı solmaya karşı en dayanıklı olanlardır [64]. Bu boyalar, ünlü kermes (*Kermes vermilio*) gibi parazit böceklerden ya da kökboya (*Rubiaceae*) türlerine ait bitkilerin köklerinden elde edildi ve Avrupa'nın boya pazarlarına egemen olan kırmızılardan biriydi [65, 66]. Alizarin ve purpurin (Şekil 2.7), kökboya (*Rubia tinctorum*)'daki ana kromoforlardır. Pers ve Hindistan'da, hayvan kökenli diğer kırmızı boyalar da kullanılmıştır. Bilinen en iyi örnekler parazit

böceklerden, lak, kermes ve koşinil elde edilen lakkaik asitler, kermesik asit ve karminik asite dayanan kırmızılardır [64]. Dişi lak böcekleri kırmızı bir reçine salgırlar. Hem koşinil (*Dactylopius coccus*) hem de kermes (*Kermes vermilio*) den kırmızı renk doğal boyarmaddeler böceklerin dişi türlerinden elde edilmiştir ve bu nedenle böceklerin en yüksek boya içeriğine sahip olduğu aşamaya karşılık gelen hasat mevsimlerinde dişi böcekler yumurtalarını bırakmadan önce toplatılmalarıdır. Daha belirgin ve daha hızlı bir boya ürettiği için kermes (*Kermes vermilio*) Avrupa'da böcek boyarmaddelerinden en önemlilerden biridir [65,67]. Kırmızı veya kırmızı saç boyalarının diğer önemli tarihi böcek kaynakları *Porphyrophora* sp., ör. Polonya koşinili (*P. Polonica* L.) ve Ağrıdaki kermesi (*P. hamelii*). türlerinden üretilenlerdir. Bu kaynakların çoğu Avrupa'da, 16. yüzyılda Amerikan koşinil (*Dactylopius coccus*) ile değiştirildi. Yeni Dünyanın yerli halkları ve İspanyol İmparatorluğu tarafından ticarileştirildi. Her ne kadar çeşitli *Porphyrophora* türleri de karminik asit (Şekil 2.8) içeriyor olsa da, Ağrıdaki kermesi ve Polonya koşinili % 0.8 ve % 0.6 oranında daha fazla içerir. *Dactylopius coccus*'un kurutulmuş örnekleri boyanın çok daha yüksek bir içeriğine (% 15-20) sahiptir [64,65].

Redwood (*Caesalpinia echinata* Lam): Eskiçağda bakkam olarak da bilinen bu ağacın gövde kabuğu [68,69] doğal boyaların ve doğal organik pigmentlerin kaynağı olarak kullanılmıştır [64, 67]. Ağacın kabuğundan elde edilen kırmızılar, daha önce tarif edilen böcek ve kökboya antrakınon kırmızısı kadar haslık değerleri yüksek değildir ancak çok daha hesaplıydı ve boyama ve ortaçağ minyatür boyama [70, 67] ve kozmetikte yaygın olarak kullanıldılar. Cennino Cennini, kitabında [69], kırmızımsı mavi tonda saflaştırılmış lapis lazuli vurgulamak için iyi bir verzino (brazilwood) kullanılmasını önerir..

Flavylium/Antosiyanin Kırmızıları Antosiyaninler, doğal fenolik bileşikler grubudur. Çiçekler ve meyvelere etkileyici kırmızı ve mavi renkleri verebilen ve suda çözünebilen. Renklendiricilerdir [71]. Yapıdaki hidroksil grubu arttıkça renk maviye; glikosil ve metil grubu arttıkça kırmızıya döner. Doğal flavyli kırmızılar Aglycone ataları olabilir. Bu materyallerin kullanımı, Roma İmparatorluğu'ndan (ünlü mimar Vitruvius tarafından tarif edilmiştir) Maya uygarlığının resimlerine kadar çeşitlilik göstermektedir [72]. 15. yüzyılda Cennino Cennini tarafından anlatıldığı gibi, kumaş / suluboya [69] üretmek ve tekstil boya yapmak için antosiyaninler kullanılmıştır [64, 73, 74]. Antosiyaninler ile renk alanı kırmızıdan maviye değişir, ancak doğal flavyli boyalar

sarı-kırmızı ile sınırlıdır. Doğal bir flavyli kırmızıya ait en ünlü örneklerden biri ejderha kanı olarak bilinen bitkisinde bulunabilir. Ejderha kanı, çeşitli ağaçlardan, yani *Liliaceae* ailesine ait olan *Dracaena draco* ve *Dracaena cinnabari*'den elde edilen derin, zengin kırmızı renge sahip olan doğal bir reçinedir. Reçine, bitkinin yaralı bölgelerinde görülür ve çeşitli tıbbi ve sanatsal amaçlar için yüzyıllardır kullanılmıştır [75]. Bu reçineler sadece kırmızı kromoforları değil aynı zamanda ilave flavonoidleri ve steroidleri de içerir.

Koşinil böceği (*Dactylopius coccus* Costa): Böcek yırtıcılarından korunmak için bu böcek karminik asit üretir. Boya dişi böceklerin vücutlarından ve yumurtasından elde edilir. Kızıl, turuncu ve diğer kırmızı tonları elde edilir. Hasat edilen böcekler, sıcak suya daldırılarak, buharda pişirilerek veya bir fırında pişirilerek öldürülürdü. Daha sonra kurutulur ve ezilir. Bu yöntem Orta ve Kuzey Amerika'daki Aztek ve Mayalar tarafından geliştirildi. 16. yüzyılın sonlarına doğru İspanyollar tarafından Avrupa'ya getirilmiştir. >% 95 oranında karminik asit, az miktarlarda kermesik asit ve flavokermesik asit içerir [76-81]. Elde edilen renk ışık, ısı ve oksitlenme gibi etkilere karşı dayanıklıdır.

Polonya koşinili (*Porphyrophora polonica* L.): Orta Avrupa'da ve Avrasya'nın diğer bölgelerinde bulunan çeşitli otların üzerinde yaşarlar. Kermes böceğinin yerine kullanılırdı. Yoğun karminik asit ve % 30 kermesik asit içerir. Meksika koşinilinin bilinmesinden sonra kullanımı azalmıştır [76, 79].

Alizarin

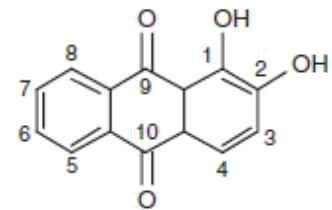
Molekül Formülü: C₁₄H₈O₄

Molekül Kütlesi: 240.21

Kütlece yüzde kompozisyonu: C 70.00%, H 3.36%, O 26.64%

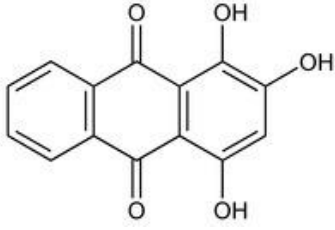
Erime noktası: 289 ° C,

Çözünürlük: heksan ve kloroform içinde çözünür



Şekil 2.6 Alizarin; 1,2-dihidroksi antrokinon.

Purpurin



Şekil 2.7 Purpurin maddesinin açık yapı formülü

Molekül formülü: $C_{14}H_8O_5$

Molekül ağırlığı: 256.21

Kütlece yüzde bileşimi: C %65.63, H %3.15, O %31.22

Erime noktası: 253-256 °C

Çözünürlük: Suda az çözünür.

Maksimum Absorbans(nm): 204, 256, 294, 480

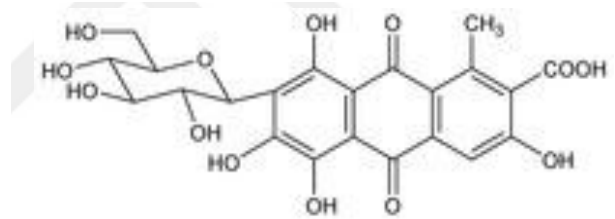
Karminik Asit

Adı:Karminik Asit

Molekül Formülü: $C_{22}H_{20}O_{13}$

Molekül Ağırlığı: 492.39

Kütlece yüzde bileşim: C %53.67, H %4.09, O %42.24

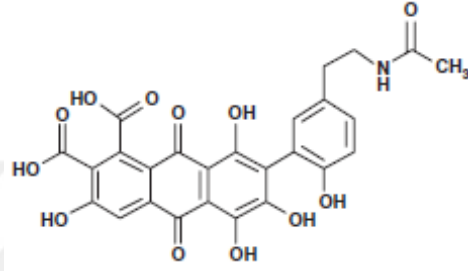


Şekil 2.8 Karminik asitin açık yapı formülü

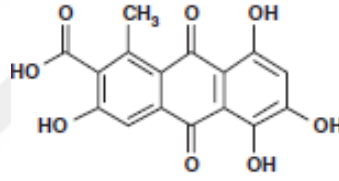
Tablo 2.6 Antrokinon kırmızıları ve açık yapı formülleri

Antrokinon Kırmızıları

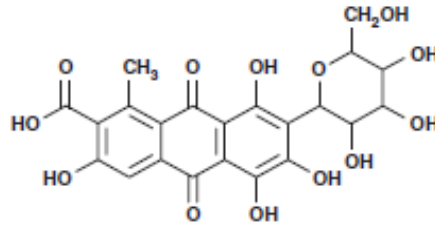
Lakkaik asit (*Kerria lacca*)



Kermesik asit (*Kermes vermillio*)



Karminik asit (*Dactylopius coccus*)



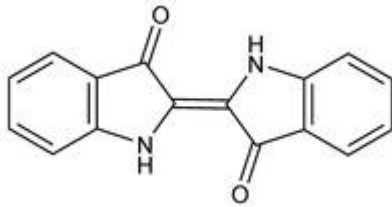
Kermes (*Kermes vermillio* Planchon): Kermes böceği ile boyamanın kaynağı Sümerlilere kadar gider. Yakın Doğu ve Güney Avrupa’da kermes ile boyama çok önemliydi. Başlıca kermesik asit (>% 75) ve flavokermesik asit (lakkaik asit D) içerir.

Ağrıdaki kermesi (*Porphyrophora hamelii* Brandt): Bu böcekle boyamanın tarihi M.Ö. 8. yüzyıla kadar uzanır. Ağrı Dağı/Türkiye, İran, Ermenistan ve Kafkasya'da bulunur. Yüksek oranda karminik asit (>% 95), az miktarlarda flavokermesik asit ve kermesik asit taşır.

Lak (*Kerria lacca* Kerr): 18.yüzyılın sonuna doğru Avrupa'ya getirilmiştir. Hindistan ve Uzak Doğuda kullanılmaya başlanmıştır. Başlıca lakkaik asit A (> % 70) ve lakkaik asit B(< % 20) taşır (76, 80, 79, 82).

2.2.2.5. Mavi renk boyarmaddeleri:

İndigo (*Isatis tinctoria* L.ve *Indigofera tinctoria* L.) mavisi , insanlar tarafından bilinen en eski ve en popüler boyarmaddelerden biriydi. Indigo, adından da anlaşılacağı gibi, kökeni antik Hindistan'dır. MÖ 4000 lerde kullanıldığı belirlenmiştir. Büyük uygarlıklarda Mısır, Yunanistan ve Roma'da nakliye maliyetleri çok pahalı olsa da bir boya olarak kalitesinden dolayı ödüllendirildi [83]. İndigo kaynakları tüm dünyada bulunur ve birçok bitki antik çağda muhtemelen kullanılmıştır. Avrupa, Kuzey Afrika, Batı Asya'da *Isatis tinctoria* L. (çivit otu), Hindistan ve yarıtropikal ülkelerde *Indigofera tinctoria* L. görülmektedir.. İndigofera türleri ortaçağ aydınlatmalarında kullanılan yüksek kaliteli bir indigo üretti [84]. İndigoda en hafif kararlı organik boyalardan biridir, sadece antik çağda ve pre-modern alanda geniş kullanımını değil, aynı zamanda uzun ömürlü bir renklendiricidir [85].



Şekil 2.8 İndigotin maddesinin açık yapı formülü

Molekül Formülü: C₁₆H₁₀N₂O₂

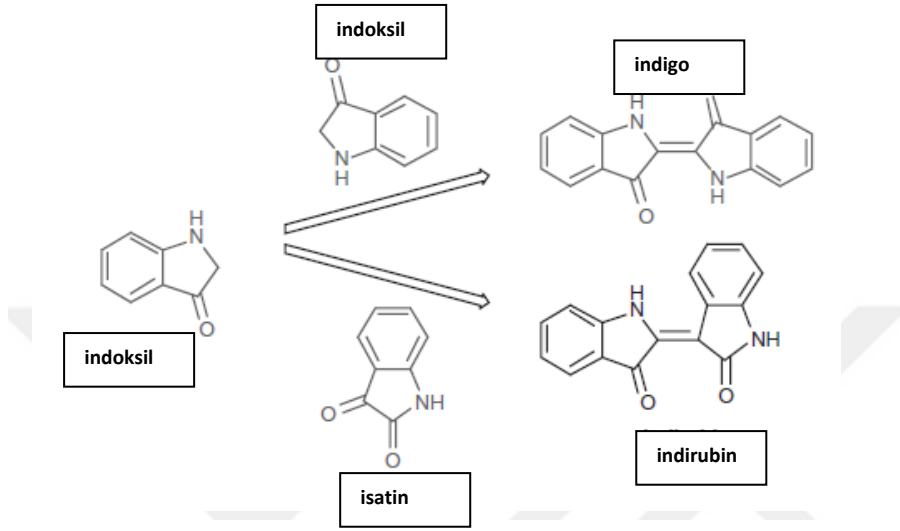
Molekül Kütlesi: 262,27

Kütlece yüzde kompozisyonu: C 73,27%, H 3,84%, N 10,68%, O 12,20%

Erime noktası: 300 ° C

İndigo maddesini bitki direkt sentezleyemez. İndigo (indigotin: Şekil 2.8) tamamen bitkilerden çıkarılabilir. İndoxyl glükozit ve indikan maddesinin sulu çözeltisinin ekstraktı fermantasyon yoluyla hidroliz edilir ve indoksil oluşur (Şekil 2.10). Bu molekül başka bir indoksil molekülüyle birleşirse indigotin; isatinle birleşirse indirubin oluşturur [64, 86]. İndigo türevleri genel olarak vat boyaları olarak bilinirler

ve okside formlarında suda çözünmezler [64]. Bitkiden elde edilen başlıca boya indigotindir (Şekil 2.11) ve az miktarda indirubin (Şekil 2.12) elde edilir bu nedenle tekstil örneklerinde ana komponent olarak indigotin bulunur [87, 88, 89, 90]. İndigo, kırmızı ile mor renk, sarı ile yeşil renk ve sarı ve kırmızı ile de siyah renk verir.



Şekil 2.10 İndoksil bileşiğinden indigo ve indirubin oluşum şeması.



Şekil 2.11 *Isatis tinctoria* L. bitkisi Foto: R. Karadağ [39].

İndirubin

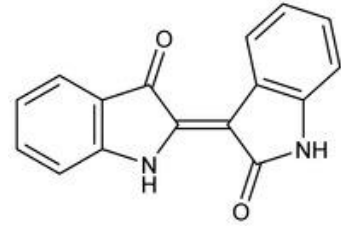
Molekül Formülü: C₁₆H₁₀N₂O₂

Molekül Kütlesi: 262,27

Kütlece yüzde kompozisyonu: C 73,27%, H 3,84%, N 10,68%, O 12,20%

Erime noktası: 203,5 °C

Çözünürlük : Su ve etanolde çözünür.



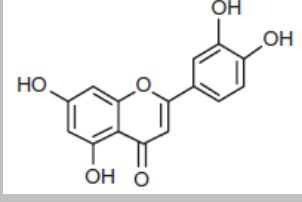
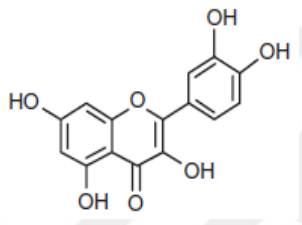
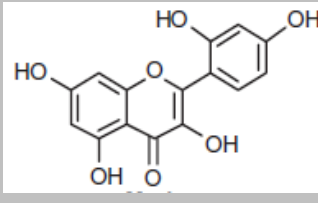
Şekil 2.12 İndirubin maddesinin açık yapı formülü

Kabuklu deniz salyangozlarından (madya) elde edilen mor renk boyarmaddeler indigotin türevleridir. Kabuklu deniz hayvanlarının hipobranşiyal bezlerinde bulunan prekürsörün enzimatik hidrolizi ve bunu takiben fotokimyasal dönüşüm ile mor renk meydana gelir. Tyrian purple olarak isimlendirilen gerçek mor boya başlıca 6,6'-dibromoindigotin olmak üzere diğer bromlu indigotin ve indirubin türevlerini içerir [76, 90, 91-93].

2.2.2.6 Sarı renk boyarmaddeleri:

Bitkilerin çoğu flavonoidlerden dolayı sarı renk veren bileşikler içerir. Flavonoid sarı boyaların kaynağı *Reseda luteola* L., *Cotinus coggygia* Scop., *Genista tinctoria* L., *Anthemis tinctoria* L. ve *Rhamnus spp.* gibi farklı türlerde görülmektedir. Muhabbet çiçeği (*Reseda luteola* L.) tekstil reçetelerinde daha çok görülen türdür. Taşıdığı luteolin ve apigenin flavonları nedeniyle alüminyum mordan ile parlak sarı renkler vermektedir. *Reseda luteola* L. indigo ile birlikte boyamada kullanılarak ışık haslığı değeri yüksek olan yeşil renk verir [87, 76, 88]. Sarı renkli boyarmaddelerin ışık haslıkları kırmızı renk veren boyarmaddelere göre biraz daha düşüktür. Bundan dolayı birçok eski duvar resimlerinin renkleri maviye (ve kırmızı) olmasının nedenlerinden biride, kullanılmış olan sarı renklerin solmasıdır. Flavon kromoforuna dayalı sarı kromoforlar, iki büyük gruba ayrılabilir: üç konumda hidroksil grubu olan ve olmayan gruplar şeklindedir (Tablo 2.7) [94, 95].

Tablo 2.7 Flavon ve flavonol sarıların açık yapı formülleri.

Flavon ve flavonol Sarılar	
Muhabbet çiçeği <i>Reseda luteola</i>	 Luteolin 5,7,3',4'-OH-flavone
Cehri <i>Rhamnus spp.</i>	 Quercetin 3,5,7,3',4'-OH-flavone
Old fustic <i>Chlorophora tinctorio</i>	 Morin 3,5,7,2',4'-OH-flavone

Birinci grup apigenin ve luteolin gibi önemli kromoforlar aittir. Bunlar, bitkide glikozitler olarak, hidroksil pozisyonlarından birine veya daha fazlasına bağlanmış şeker kalıntılarına sahip gibi görünürler. Luteolin (Şekil 2.13) ve şeker türevleri en sabit sarılar arasında sayılır ve bu nedenle boyama için yaygın olarak kullanılırlar. Luteolin türevleri için belki de en çok kullanılan bitki kaynağı welddir (*Reseda luteola*)[67]. İkinci grupta olanlar flavonoller (3-hidroksi flavonları) , yaygın olarak antioksidan özellikleri ile bilinen, örneğin querçetin, kaemferol ve rhamnetin ve ayrıca morin, myrecetin ve fisetin, sadece birkaç isimdir. Bu sarılar, cehri (*Rhamnus spp.*), genç fustik

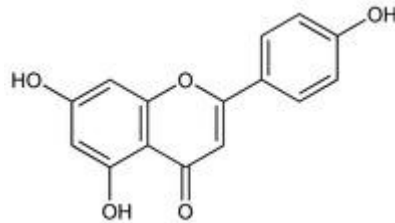
(*Cotinus coggygia*), eski fustik (*Chlorophora tinctoria*) ve *Solidago virgaurea* de dahil olmak üzere çeşitli bitkilerde bulunur. *Cotinus coggygia* L., koyu sarı, turuncu-sarı ve koyu kırmızı-kahverengi renklerin elde edilmesinde kullanılır. Başlıca fisetin ve sulfuretin içerir [88, 82].

Diğer kaynaklar soğan kabukları (*Allium cepa*), *Serratula tinctoria*, boyacı katırtırnağı (*Genista tinctoria*), dağlama (*Ghysanthemo spp.*), papatya (*Anthemis tinctoria*), defne (*Daphne gnidium*) vb. [64] 'dir.



Şekil 2.13 *Reseda luteola* L. bitkisi (Foto: R. Karadag)[39]

Apigenin



Şekil 2.14 Apigenin maddesinin açık yapı formülü

Molekül Ağırlığı: $C_{15}H_{10}O_5$

Molekül Kütlesi: 270,24

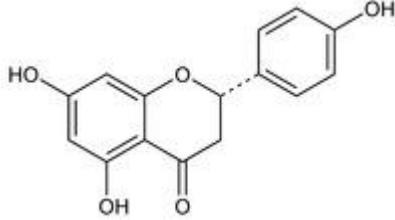
Kütlece yüzde kompozisyonu: C %66,67, H %3,73, O %29,60

Erime noktası: 256-258 ° C

Maksimum Absorbans(nm): 251, 283, 328, 429

Apigenin (Şekil2.14), flavon sınıfına aittir. Kimyasal olarak 4,5,7-trihidroksi flavon olarak bilinir. Çarkıfelek –fırıldak çiçeği(*Pasiflora incamata*) yüksek oranda apigenin içerir. Ayrıca *Reseda luteola* da apigenin içerir. Suda çözünmez, alkolde orta derecede, seyreltik KOH ve DMSO da yüksek oranda çözünür [94].

Naringenin



Şekil 2.15 Naringenin maddesinin açık yapı formülü

Molekül formülü: C₁₅H₁₂O₅

Molekül Ağırlığı:272,26

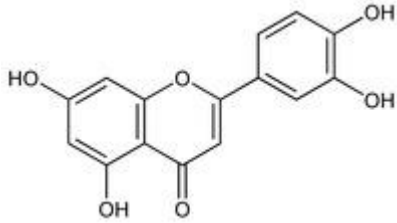
Kütlece yüzde bileşimi:C %,66,17 H %,44, O %,29,38

Erime noktası: 251 ° C

Çözünürlük: Alkol, eter ve benzende çözünür. Suda neredeyse çözünmez.

Maksimum Absorbans(nm): 500-600

Luteolin



Molekül Formülü: C₁₅H₁₀O₆

Molekül Kütlesi: 286,24

Kütlece yüzde kompozisyonu: C 62,94%, H 3,52%, O 33,54%

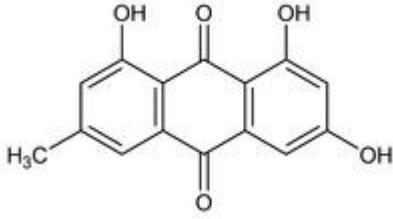
Erime noktası: 328-330 °C.

Maksimum Absorbans(nm): 208,254,266,348

Şekil 2.16 Luteolin maddesinin açık yapı formülü

Luteolin (Şekil 16) bakımından zengin bitkiler kekik, papatya çayı, havuç, zeytinyağı, nane, biberiye, kekik, fesleğen, maydanoz, karahindiba ve limondur. Suda az çözünür.

Emodin



Şekil 2.17 Emodin maddesinin açık yapı formülü

Molekül formülü: $C_{15}H_{10}O_5$

Molekül ağırlığı: 270,24

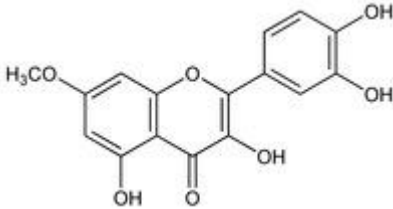
Kütlece yüzde bileşimi : C %66,67, H %3,73, O %29,60

Erime noktası: 321-322 °C

Çözünürlük: Suda çözünmez, piridin içinde çözünen sodyumbikarbonat çözeltisi, az miktarda etanol, benzen, amonyak taklidi, eter ve petrol eterinde çözünür.

Maksimum Absorbans(nm): 264, 287, 440

Rhamnetin



Şekil 2.18 Rhamnetin maddesinin açık yapı formülü

Molekül formülü: $C_{16}H_{12}O_7$

Molekül ağırlığı: 316,27

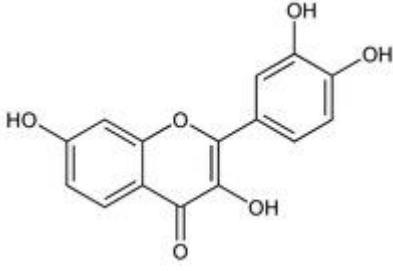
Kütlece yüzde bileşimi: C %60,76, H %3,82, O %35,41

Erime noktası: 295 °C

Çözünürlük: Sıcak su, metanol ve asetonda çözünür.

Maksimum Absorbans(nm): 255, 299, 371

Fisetin



Şekil 2.19 Fisetin maddesinin açık yapı formülü

Molekül formülü: $C_{15}H_{10}O_6$

Molekül ağırlığı: 286,24

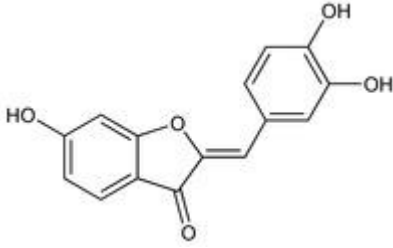
Kütlece yüzde bileşimi: C %62,94, H %3,52, O % 33,54

Erime noktası: 330° C

Çözünürlük: etanol, DMSO, DMF de çözünür.

Maksimum Absorbans(nm): 207, 250, 320, 364

Sulfuretin



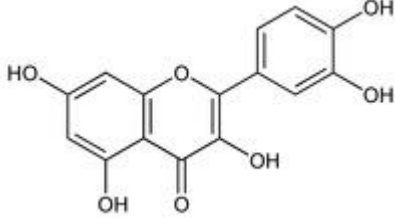
Şekil 2.20 Sulfuretin maddesinin açık yapı formülü

Molekül formülü: $C_{15}H_{10}O_5$

Molekül ağırlığı 270,24

Kütlece yüzde bileşimi: C %66,67, H %3,73, O %29,60

Çözünürlük: etanol, metanol ve asetonda çözünür..

Querçetin:**Molekül formülü:** C₁₅H₁₀O₇**Molekül ağırlığı:** 302,24**Kütlece yüzde bileşimi:** C %59,61, H %3,34, O %37,05**Erime noktası:** 314 °C**Çözünürlük:** Etanol ve asetikasit. Suda hemen hemen çözünmez.**Maksimum Absorbans(nm):** 258, 375**Şekil 2.21** Querçetin maddesinin açık yapı formülü

Querçetin (Şekil 2.21) adı 3,3',4',5,7 pentahidroksiflavon olan flavon kromofor üzerindeki hidroksi sübstitüsyonlardan türetilen fenolik bileşiklerdir [96]. Şekil 2.20'de görüldüğü gibi 3, 3', 4' ve 5,7 pozisyonlarında OH grubu bağlıdır . Querçetin genellikle farklı flavonoidlerle birlikte bulunur. Querçetin koyu sarı renkli alkolde çözünen ve erime noktası 314 °C olan bir maddedir. Querçetin; greyfurt, elma gibi meyvelerde siyah çay, bazı yapraklı yeşil sebzelerde bulunur Doğal boyama prosesinde genellikle demir, alüminyum, kalsiyum ve magnezyum gibi mordan metalleri kullanılır [97,98].

Flavon bazlı bileşikler metal katyonlarla daha kararlı kompleksler oluşturur. Örneğin şap (KAl(SO₄)₂. 12H₂O) parlak renkler elde etmek için yaygın olarak kullanılır [96].

2.2.2.7. Mor renk boyarmaddeleri:

Geçmişte doğal veya sentetik olan diğer renklerle mor-boyalı tekstillerin yüksek statüsü ile karşılaştırılamazdı. Mor rengin ticari ve ekonomik geçmişi vardır, aynı zamanda kültürel ve derin politik ve dini etkileri vardır [64, 99, 100]. Mor renk, Roma imparatorlarının yanı sıra gelecek yıllarda ortaya çıkan iktidarın güçlü temsilcileri olan Katolik Kilisesi için bir statü simgesi idi. MÖ 9. yüzyıl gibi erken bir tarihte, Pers hükümdarı, kraliyetin resmi markasını mor renk yapmıştı. İsrail kralları da mor giymişlerdi. Mor Mesih'in kurbanında kullandığı manto rengindeydi. Böylece o, kurbanının sembolüdür, aynı zamanda onun yüceliği, insanoğlunun kendisini feda ettiğinde bulduğu ihtişamdır [99]. İlk gerçek mor renk olan Tyrian mor, Akdeniz'deki kabuklu deniz hayvanlarından Purpura cinsinden [101] elde edildi. Akdeniz Mor yumuşakçası, *Murex brandaris*, *Murex trunculus* ve *Purpura haemastoma* adları

Bolinus brandaris, *Hexaplex trunculus* ve *Stramonita haemastoma* şeklinde değiştirilince bu renkle ilgili tarihsel anılar iptal edilmiş oldu [100]. Fenikeliler mor renkli olanları lüks eşya ticareti olarak yapıyorlardı. Bu yüzden Fenike şehri Tire moru olarak anılır (Tyrian purple).

.2.2.2.8. Siyah-kahverengi renk boyarmaddeleri:

Siyah renk doğal bir şekilde elde edilmesi zor bir renktir [102]. Herhangi bir iyi siyah pigment, ışığı tüm görünür ışık tayfı boyunca eşit olarak emmesi gerekir. Bu kimyasal olarak oldukça zordur. Geniş ve tek emme bandı ile bir moleküler kromofor (ışık emici bileşen) bulmak veya tasarlamak neredeyse imkansızdır. Bu nedenle birçok siyah renk verici madde boyaların kombinasyonundan üretilir. Mazı meşesi (*Quercus infectoria* Olivier), palamut meşesi (*Quercus ithaburensis* Decaisne) ve sumak (*Rhus coriaria* L.) bitkileri siyah- kahverengi renk için kullanılmıştır. Mazı meşesi, yüksek miktarda (%70) tannin bileşikleri ve türevlerini içerdiğinden dolayı iyi bir kaynaktır. Mazı meşesi, Sümerler tarafından deri boyamacılığı ve mürekkep üretiminde 13. yüzyılda Selçuklu halılarında, 15-20. yüzyıllarda Osmanlı tekstil kumaş boyamalarında kullanılan bir bitkidir. Mazı meşesi, demir sülfat mordanı ile birlikte hızlı bir şekilde siyah boya verir. Palamut meşesi ise Türkiye'nin batısında; mazı meşesi, Doğu Akdeniz'de yayılım gösterir [77,88,79,80,89,82]. Siyah renk ile ilgili tarihi bir gelişme de, 16. yüzyıl İspanyollarının Meksika'daki logwood'u keşfetmesiydi. Bu bitkiden elde edilen boya, mavi ve griler üretmekle kalmayıp aynı zamanda bir krom mordantın ve fustik gibi sarı bir boya ile birleştirilmesiyle gerçek bir jet-siyah da üretebilmekteydi [103].

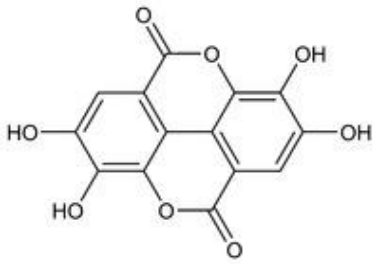
Ellajik asit

Molekül formülü: C₁₄H₆O₈

Molekül ağırlığı: 302,19

Kütlece yüzde bileşimi: C %55,65, H %2,00, O %44,35

Erime noktası: 360 °C



Çözünürlük: Alkol ve suda çok çözünmez.

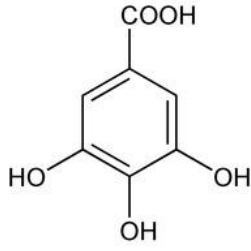
Maksimum Absorbans(nm):
254,366

Şekil 2.22 Ellajik asit maddesinin açık yapı formülü.

Ellajik asitin sistematik adı 2,3,7,8-tetrahidroksil 1 benzapiranoldür. Şekil 2.14 de yapısı da görüldüğü gibi [104] bir polifenoldür. Mazı meşesi ve sumakta bunun yanında böğürtlen pek çok taneli meyvede bulunur [105]. Ellagitanninler çeşitli bitkilerde asidik koşullarda elajik aside hidrolizlenirler [106].

Tannin: Tanninler bitki fenolikleridir. Bitkilerde en yaygın bulunan bileşenlerin en kompleks grubudur [107]. Taninler protein bağlayabilme ve çözünür veya çözünmez tannin-protein kompleksleri oluşturabilme ile karakterize edilirler [108]. Tanninler kabuk, yaprak, tomurcuk, çiçek kısmı, tohumlar ve köklerde bulunur. Bitkilerde 2 farklı tip tannin bulunur. Hidrolizlenebilir tanninler (HT) ve proantosiyanidinler (yoğunlaşmış tanninler, CT). HT'ler ise genellikle angiospermelerde ve bazı yeşil alglerde bulunur. HT'ler gallotannin veya ellagitannin olarak sınıflandırılırlar. Gallotannin veya ellagitannin hidrolizi ile gallik ve ellajik asit oluşur.. Tanninlerin metal kompleksleri oluşturması ayırt edici özelliştir.

Gallik asit



Molekül formülü: C₁₄H₈O₅

Molekül ağırlığı: 256,21

Kütlece yüzde bileşimi: C %65,63, H %3,15, O %31,22

Erime noktası: 253-256 °C

Çözünürlük: Suda az çözünür

Maksimum Absorbans(nm): 204, 256, 294, 480

Şekil 2.23 Gallik asit ve yapısı.

Gallik asit (Şekil 2.23) mazı meşesi kabuğu, çay yaprağı, sumak ve diğer bitkilerde serbest halde ve tannin molekülünün bir parçası olarak bulunur. Gallik asit birbirleriyle bir ester olan digallik asit oluşturmak üzere reaksiyona girerler. Tannik asidin sülfirik asit ile hidrolizi sonucu elde edilir [108].

2.3. KLAPDANLARDA METAL VE ALAŞIMLARIN ANALİZLERİ

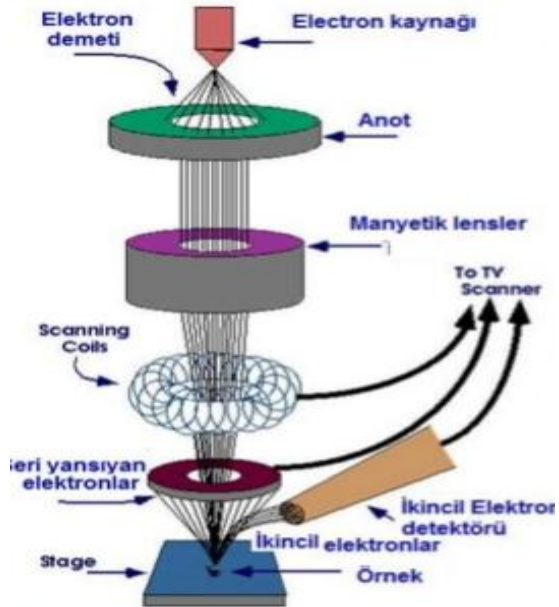
Tarihi klapdanlı tekstillerin analizi ile hangi malzemelerin kullanıldığı, telin nasıl ve nerede üretildiği, telin ve çekirdeğin sarım yöntemi, membran şerit kullanılıyorsa organik malzemenin ne olduğu anlaşılır. Analizin doğru yapılabilmesi için birden fazla yöntemin kullanılması gerekebilir. Ayrıca tarihi tekstillerin analizi sonuçları yaşlanma ve iyi muhafaza edilmeme gibi sebeplerden dolayı farklı çıkabilir.

2.3.1. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılım Spektrometresi Yöntemi ve Prensipleri (SEM-EDX)

Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılım Spektrometresi Yöntemi ve Prensipleri (SEM-EDX) metalurji, jeoloji, biyoloji ve tıp alanlarında yaygın olarak kullanılan, malzemelerin incelenmesinde güçlü bir tekniktir. SEM (Şekil 2.24 cihazın şematik gösterimi), yüksek enerjili bir elektron demetinin bir örneği tarayarak örnekten saçılan elektronların algılanıp görüntü haline getirilmesi şeklinde uygulanan bir tür elektron mikroskopudur. Elektronlar, numuneyi oluşturan atomlarla etkileşime girerek, numunenin yüzey topoğrafyası [nesnenin yüzey özellikleri (sertlik, yansıtma. vb.)], morfolojisi [parçacıkların şekli ve boyutu (süneklik, mukavemet, şekil. vb.)], kompozisyonu ve kristalografik bilgi (nesnede atomların nasıl düzenlendiği) ve elektriksel iletkenlik gibi diğer özellikler hakkında bilgi içeren sinyaller üretir.

Mikroskobun Kısımları

Elektron Tabancası
Saptırma Bobinleri
EM Lensler
Aperture
Örnek Tutucu
Dedektörler
Vakum çemberi



Şekil 2.24 Taramalı elektron mikroskobunun şematik gösterimi [109]

Elektron Tabancası: Bir elektron demeti üretir. Elektronlar, filamentin yüksek sıcaklıkta (yaklaşık 2800 °K) ısıtılarak ince bir tungsten telden (yaklaşık 0.1mm) yapılmış bir filamentten (katot) yayılır. Bu elektronlar, anottan (pozitif voltaja doğru) bir elektron demeti olarak akar.

Manyetik Mercek Sistemi: Kondenser mercek, elektron tabancasının hemen altına yerleştirilen bir lensdir ve gereksinime göre elektron demetinin genişliğini ayarlamak için kullanılır. Kondenser mercek, numuneye ulaşan elektron demetinin yoğunluğunu denetler. Nesnel lens, elektron demetini numuneye odaklanmaya getirir. Tarama bobinleri, elektron demetini numune yüzeyi üzerinde yatay ve dikey olarak saptırır. Buna rasterleştirme denir. SEM için daha iyi performans için ince bir elektron demeti gerekir.

Örnek Bölmesi: Numuneyi alır ve destekler. Numune kademesi, yatay ve dikey hareketleri sorunsuz yapabilmelidir. Yatay hareket, alan seçimi için kullanılırken, dikey hareket görüntü çözünürlüğünü değiştirmek için kullanılır.

İkincil elektron dedektörü: Numuneden çıkan ikincil elektroni bulmak için kullanılır. İkincil elektron, yüksek voltaja (10 kV) çekilir ve ardından sintilatöre (flüoresan madde) vurduğunda ışık üretir. Bu ışık bir ışık kılavuzu yardımıyla bir foton çarpma tüpüne (PMT) yönlendirilir. Işık elektronlara dönüştürülür ve bunlar bir elektrik sinyali olarak çoğaltılır.

Görüntü Görüntüleme Ünitesi: İkincil elektron dedektörünün çıkış sinyalleri PMT ile yükseltilir ve daha sonra bir SEM görüntüsü oluşturan ekran ünitesine aktarılır.

Vakum Sistemi: Elektron optik sistemi ve numune odası, 103 ila 104 Pa arasındaki yüksek bir vakumda tutulmalıdır. Numuneye ulaşmadan önce elektron demetinin saçılmasını en aza indiren yüksek vakum önemlidir çünkü elektron demetinin saçılması prob boyutunu artırır ve çözünürlüğü azaltır.

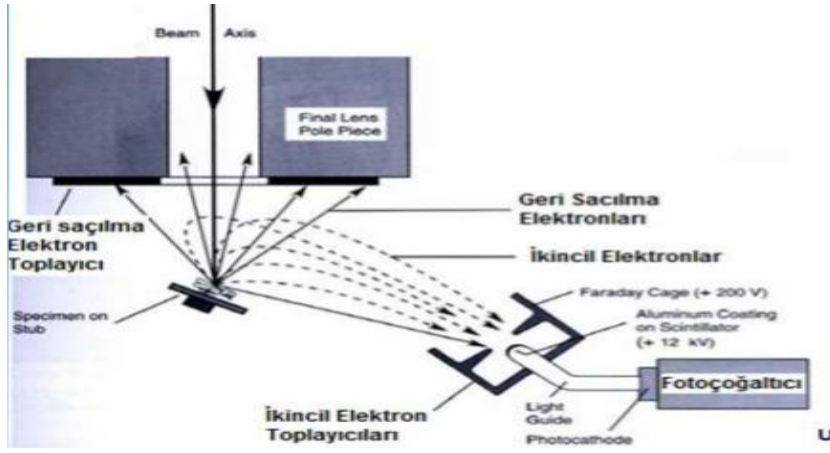
Çalışma prensibi: bir elektron demeti, uygun bir kaynak, tipik olarak bir tungsten filament veya bir alan emisyon tabancası tarafından üretilir. Elektron ışını, yüksek voltaj (örneğin 20 kV) ile hızlandırılır, yoğunlaştırıcı elektromanyetik merceklerle toplanır, objektif merceklerle odaklanır. Elektron demeti, elektromanyetik saptırıcı bobinlerle örnek yüzeyinde tarama işlemini gerçekleştirir. Elektronlar, taramalı kirişin etkisi ile numuneden çıkarılır ve uygun şekilde konumlandırılmış bir dedektör tarafından toplanır. Görüntü oluşumu, elektron demetinin örnek yüzeyinde yaptığı elastik ve elastik olmayan çarpışmalar sonucunda

ortaya çıkan sinyallerin toplanması ve incelenmesi prensibine dayanır. Şekil 2.25 de gösterilmiştir.

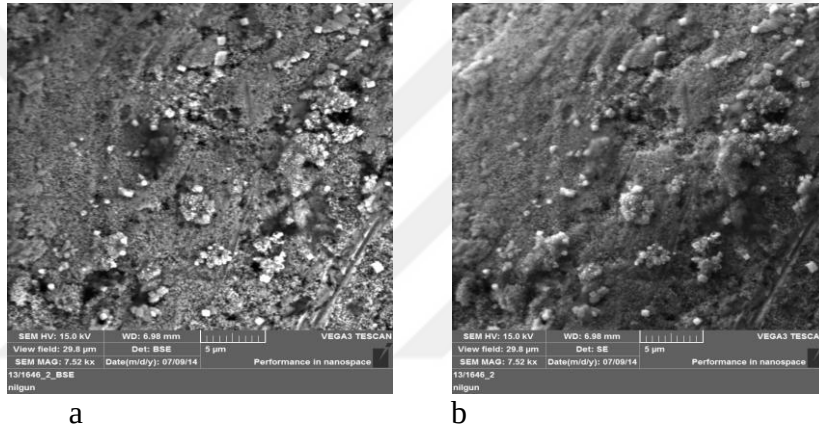
Elektron ışını, numuneye çarptığında ne olur? Numune elektron ışını ile bombardıman edildiğinde, örnekteki atomun iç yörüngesinden bir elektron kopmasına neden olur. Elastik olmayan saçılma, atomu uyarılmış hale getirir. Bir üst yörüngedeki elektron bu seviyeye geçer ve geçerken de ortama bir karakteristik X ışını yayar. Bu X ışını dedektörle algılanır, ortaya çıkan sinyal yükselticiye, oradan çok kanallı analizöre ve daha sonra da SEM sisteminin bilgisayarına gönderilir. Sonuçta ortaya çıkan karakteristik X ışını, SEM’de incelenen malzemenin element bakımından içeriğinin nitel ve nicel olarak tespit edilmesine sağlar.

Elektron detektörü ekrandaki noktanın parlaklığını kontrol eder. Dedektör belirli bir bölgeden daha fazla elektron görürse monitördeki nokta daha parlak olur. Resmin büyütülmesi, ekranın boyutunun, numunede taranan alanın boyutuna oranıdır. Ekran 300 mm çapındaysa ve numunedeki taranmış alan 3 mm çapındaysa, büyütme $\times 100$ ’tür. Daha yüksek bir büyütme için, operatör daha küçük bir alanı tarar; Taranan alan 0,3 mm çapındaysa büyütme $\times 1000$ olur, vb. Farklı elektron görüntüsü türleri vardır. En yaygın olanı, İkincil elektron görüntüsü ve geri saçılmış elektron görüntüsü. İkincil elektron görüntüsü elektron demetindeki elektronların, malzemedeki atomlarla yapmış olduğu elastik olmayan çarpışma sonucu ortaya çıkar, çoğunlukla kırılma yüzeylerini görüntülemek için kullanılır ve yüksek çözünürlüklü bir görüntü verir, bölgenin 3 boyutlu görüntüsü elde edilir. Bu elektronlar örnek yüzeyinin yaklaşık 10 nm’lik bir derinliğinden ortaya çıkarlar ve bunların tipik enerjileri en fazla 50 eV civarındadır [110].

Geri saçılma elektronları, yüzeyin derin bölgelerinden (yaklaşık 300 nm’ye kadar) gelen daha yüksek enerjili elektronlardır. Yüksek enerjiye sahip olduklarından, genellikle quadrant foto dedektörlerle yardımıyla tespit edilir. Örnekteki yüksek atom numarasına sahip bir atomdan saçılan elektronun enerjisi küçük atom numaralınıninkine göre daha yüksektir. Geri saçılmış elektron görüntüsünün parlaklığı, numunenin atom numarasıyla doğru orantılıdır Bileşikler için ortalama atom numarasıyla orantılıdır. Örneğin kurşun demirden daha parlak görünür ve kalsiyum oksit kalsiyum karbonattan daha parlak görünür. Geri saçılmış elektron görüntüsü, numune yüzeyinin bir atom numarası haritasıdır. Tüm SEM görüntüleri siyah beyaz renktedir.

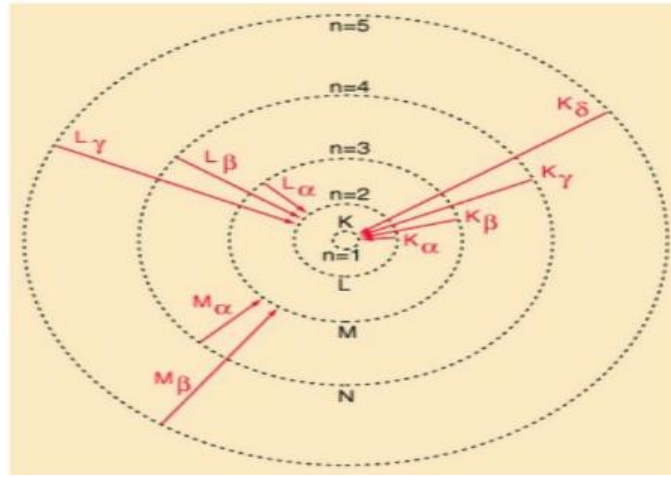


Şekil 2.25 Taramalı elektron mikroskopunda ikincil ve geri saçılan elektronların toplanmasının şematik gösterimi [109].



Şekil 2.26 a-geri saçılmış elektron görüntüsü;b-ikincil elektronların görüntüsü

EDX spektrumu, her enerji seviyesi için ne kadar sıklıkla bir X-ışının alındığının bir çizimidir. Bir EDX spektrumu, normal olarak, en X-ışınlarının alındığı enerji seviyelerine karşılık gelen zirveleri gösterir. Bu zirvelerlerin her biri bir atoma özeldir ve bu nedenle tek bir elemente karşılık gelir. Bir spektrumda bir tepe ne kadar yüksekse, element daha konsantre hale getirilir. EDX spektrum grafiği sadece tepe noktasının karşılık geldiği elementi tanımlamakla kalmaz aynı zamanda karşılık gelen röntgen ışını türünü de tanımlar. Örneğin, K-kabuğuna inen L-kabuğundaki bir elektrondan yayılan X-ışınlarının sahip olduğu enerjinin miktarı karşılık gelen bir K_{α} zirvesi olarak tanımlanır. K kabuğuna giden M kabuk elektronlarından çıkan X-ışınlarına karşılık gelen zirve bir K_{β} zirvesi olarak tanımlanır (Şekil 2.27).



Şekil 2.27 Atomda enerji seviyeleri arası elektron geçişlerinin gösterimi

2.3.2. Metal veya Alaşımların Analizinde Kullanılan Diğer Yöntemler

2.3.2.1. Optik mikroskop

Optik mikroskopta, 10-30x büyütme ile klapdanın türü, korozyona uğrayıp uğramadığı, çekirdek malzemesinin durumu ve sarım yönü incelenir. Örnek önce zımparalanır ve parlatılır. Sonra tane yapısının mikroskopta görülmesi için nitrik asit ve hidroklorik asit kullanılarak dağlanır. Tane boyutu ve şekli, metalin tavlama öncesi ve sonrası ne kadar soğuk işleme tabi tutulduğu hakkında bilgi verir [24, 29]. Metalik ipliğe ait kimyasal bileşim analizi yapılır. Telin üzerine 1:1 oranında nitrik asit (HNO_3) : su seyreltik çözeltisi damlatılır. Optik mikroskop yardımıyla değişiklikler incelenir. Numunenin alaşımı, kaplamamı ya da saf olup olmadığı anlaşılır.

2.3.2.2. X ışınları flüoresansı (X-Rays Fluorescence – XRF)

X-ışınları floresans (XRF) spektroskopisi metalik ipliklerin kaplamalarının kalınlıkları ve elementel kompozisyonu belirlenmesinde kullanılır. Bir X-ışını kaynağından üretilen ışın analiz edilecek maddenin yüzeyine çarptırılarak bir atomun iç yörüngelerinden elektron koparılır, dış yörüngeden elektronlar burayı hızlıca doldurur. Bu sırada her atom atom numarasına bağlı olarak ikincil ya da florörens X ışını yayar. Bu x-ışınının detektör ile analizi gerçekleştirilerek analizi yapılacak örnekteki elementlerin miktarları belirlenmiş olur içindeki elementlere özgü bir x-ışını yayılır. Atom numarası 10'dan küçük elementler

için uygun yöntem değildir. Uygulama alanları jeoloji ve mineroloji, boya endüstrisi, gıda kimyası, tarım, arkeoloji ve sanat tarihi uygulamalarıdır.

2.3.2.3. İkincil iyon kütle spektrometresi (secondary ion mass spectrometry – SIMS)

İkincil iyon kütle spektrometresi (SIMS), katı yüzeylerin moleküler ve atomik kompozisyonun tayininde kullanılır [79]. SIMS ile ppm-ppb mertebelerinde elementer analiz yapılabilir. Derinlik çözünürlüğü 2 nm–100 µm, yanal çözünürlük ise 50 nm–2 µm’ dir. Numunenin yüzeyi enerji yüklü birincil taneciklerle (oksijen, sezyum veya argon iyonu) bombardımana uğrar. Taneciklerin enerjileri 1 ila 20 keV arasında değişmektedir. Çarpışmalar sonucunda, birincil tanecikler ile yüzeydeki atomlar arasında bir enerji transferi olur. Yüzeyden nötr ve yüklü parçacıkların kopmasıyla saçılma adı verilen bir proses gerçekleşir. İkincil iyonlardan alınan verilerle, değişik elementer veya moleküler şiddetlerde, numuneye ait kimyasal bilgiler edinilebilir. Birincil iyon ışımasıyla da yüzey hakkında bilgi alınır. Elementer analizinin yanı sıra, bu yöntemle kimyasal bağ ve moleküler yapısı hakkında bilgi edinilir [111, 112]. SIMS, yüzeyden kopardığı tanecikler nedeniyle hasarlı bir yöntemdir. Bu sayede, elementer veya moleküler izotoplar için şiddet-zaman değişimine göre derinlik profili grafikleri çizilebilir. Metalik ipliklerde özellikle korozyon ürünlerinin tespitinde yararlı bir yöntemdir. SIMS ile kimyasal bağ ve moleküler yapıda tespit edilebildiğinden, kütle spektrometresi ve derinlik profillerinden örneğin gümüşün korozyon ürünü olan gümüş klorür ve gümüş sülfür ürünleri ve miktarları saptanabilir. İpeğin elementer olarak yüzey analizinin yanısıra SIMS’ den elde edilen görüntülerle de metalik ipliklerin üretim yöntemleri hakkında bilgi sahibi olunabilir [111, 113].

2.3.2.4. Uçuş Zamanlı İkincil İyon Kütle Spektrometresi (TOF-SIMS),

Birçok endüstriyel ve araştırma uygulamaları için iyi bilinen, çok hassas bir yüzey analitik tekniğidir. Teknik yüzey, ince tabakalar, numunelerin arayüzleri hakkında ayrıntılı elemental ve moleküler bilgiler sağlar ve tam bir üç boyutlu analiz verir. Yarı iletkenler, polimerler, boya, kaplamalar, cam, kağıt, metaller, seramik, biyomalzemeler, ilaçlar ve organik dokular da dahil olmak üzere yaygın kullanımı vardır. Uçuş zamanlı ikincil iyon kütle spektrometresi (TOF-SIMS) analizi için katı bir yüzey bazı keV enerjisinin birincil iyonlarıyla bombardıman edilir. Birincil iyon enerjisi atomik çarpışmalar vasıtasıyla hedef atomlara aktarılır ve çarpışma basamaklı olarak adlandırılan bir olay meydana gelir.

Enerjinin bir kısmı, yüzey atomlarının ve moleküler bileşiklerin yüzey bağlama enerjisinden kurtulmasına izin vererek yüzeyine geri taşınır. SIMS, yüzey için çok hassas bir yöntemdir. Çünkü yayılan parçacıklar en üstteki bir veya iki mono tabakadan kaynaklanmaktadır. Yayılan parçacıkların çoğu nötr haldedir, ancak küçük bir oran da pozitif veya negatif yüklüdür. Yayılan iyonların daha sonraki uçuş zaman kütle analizi, yüzeyin elementel ve moleküler kompozisyonu hakkında ayrıntılı bilgi sağlar. TOF kütle spektrometresi, aynı enerjiyle fakat farklı kütlelerde bulunan iyonların farklı hızlarla hareket etmesi üzerine kuruludur.

Bir elektrostatik alan, üretilen iyonları ortak bir enerjiye doğru ivmelendirir. Hızlandırılmış iyonlar daha sonra bir kayma yolundan dedektöre gider. Daha hafif iyonlar daha yüksek bir hızda uçarlar ve daha ağır iyonlardan önce dedektöre ulaşırlar. Her bir iyon için uçuş süresinin ölçülmesi onun kütlelerinin belirlenmesine izin verir. Bu döngü, 50 kHz'e kadar bir tekrarlama oranı ile tekrarlanır. Modern TOF analizörleri, yüksek kütle çözünürlüğünü elde etmek için başlangıç enerjisindeki ve açındaki küçük farklılıkları telafi etmektedir. Doğrusal bir kayma yolunun ve bir iyon ayna (reflectron) kombinasyonu, 18.000'in üzerinde olan kütle çözünürlüğüne izin verir. Bu yaklaşımın dörtlü kutuplu ve manyetik alan tipi analiz cihazları üzerindeki başlıca avantajları son derece yüksek iletim, tüm kitlelerin paralel tespiti ve sınırsız kütle aralığıdır.

2.3.2.5. X ışınları foto elektron spektrometresi (x-ray photoelectron spectroscopy – XPS)

X ışınları foto elektron spektrometresi (XPS) yöntemi 20 yıldır yüzey analizinde kullanılmaktadır. Bu teknik önceleri İsveçli Fizikçi K. Siegbahn tarafından elektron spektroskopisi olarak adlandırılmıştır. Yüzey hassasiyeti oldukça yüksektir. XPS, hidrojen ve helyum dışındaki 3–5 nm' lik derinliğe kadar fiber çekirdeğinde ve metal yüzeyinde bulunan tüm elementleri tespit edebilir. Atomik bileşim, incelenen elementin ait olduğu bileşiklerin yapısı ve elementlerin oksidasyon basamağı hakkında da bilgi verir. Genel olarak hasarsız olmasına karşın X-ışınlarına duyarlı malzemelerde ışın numuneye bir takım hasarlar verebilir. Ayrıca, numune vakumlu ortama da dayanıklı olmalıdır [112, 114, 115]. XPS spektrometresi, yüksek enerjili bir fotonla en dış kabuktan koparılan elektronlara ait piklerin kuvvetlerinin ölçümüne dayanır. XPS analizi sonucunda bu elementlere ait veriler, bağlanma enerjilerinin yer aldığı noktalarda foto elektron pikleri olarak gözlemlenir. XPS spektrumları 20- 1000 eV bölgesindeki bir kaç karakteristik pikten

oluşur. Yüzey bileşimi hakkında hem kalitatif hem de kantitatif bilgi de edinilir [115]. XPS tekniğiyle, ipek fiberinin yüzeyinin elementer olarak da kimyasal analizi yapılır.

2.3.2.6. Auger elektron spektroskopisi (Auger electron spectroscopy – AES)

Auger elektron spektroskopisi (AES) iki basamaklı bir analiz yöntemidir. AES 'de, uyarıcı olarak kimi zaman X ışınları kimi zaman da elektron demeti kullanılır. Birinci basamakta yeterli enerjiye sahip birincil elektronlar malzeme yüzeyine gönderilip iyonizasyon sağlanır. Bir elektron tabancası sayesinde numunenin yüzeyine argon iyonları çarptırılarak yüzeyde bir oyuk oluşturulur ve bu oyuktan numuneye ait elementer bileşim alınır. Bu işleme derinlik profili denir [116, 114, 118]. Auger spektrumları da, 20- 1000 eV bölgesindeki karakteristik piklerden oluşur. Bu yöntemle elde edilen sonuçlarla XPS yönteminden elde edilenler benzerlik gösterir, bu yüzden bu iki yöntem birbirinin tamamlayıcısıdır. Yalnız, AES düşük atom numarasına sahip elementlere (C,O gibi), XPS ise daha yüksek atom numarasına sahip elementlere duyarlıdır. Birincil elektronların numunenin yüzeyine X ışınlarına göre daha hassas olarak odaklanabilmesinden dolayı AES, katı yüzeylerin detaylı bir şekilde incelenmesine olanak sağlar [114]. Auger elektronları, yüzeyden 4–5 atomik katman derinliğinden çıkarak analiz cihazına ulaşabilirler. Elde edilen grafik, sıçratma derinliğine bağlı olarak atomik konsantrasyondaki yüzdelik değişimi verir Bu yüzden, Auger spektrumu numunenin yüzeyine ait gerçek bileşimi verir. Nord ve Tronner'a göre, kaplamalı gümüş seritler en iyi ve en kolay şekilde AES ile analiz edilebilir [116].

2.3.2.7. Parçacık tesirli X- ışınları emisyonu (Particle-induced X-ray emission – PIXE)

Parçacık tesirli X- ışınları emisyonu (PIXE) yöntemi ile metalik ipliklerin yapısı ve kimyasal bileşimi hasarsız, hızlı ve verimli saptanabilir. Hemen hemen tüm elementler tespit edilebilir [118]. AES'e alternatif bir yöntemdir. Analizler açık atmosferik basınç altında veya helyum atmosferinde gerçekleştiği için büyük, kırılğan nesneler, numune hazırlama işlemlerine ve vakuma gerek kalmadan oldukları yerde analiz edilebilirler. Yapıdaki elementlerin konsantrasyonu karakteristik X ışınlarının yayınmasıyla elde edilir. PIXE'nin en büyük avantajı, düşük miktardaki (10 ppm' den az) kalıntı elementlerin (As, Sb, Pb, Hg gibi) analizinin mümkün olmasıdır. Kalıntı elementlerin tespiti önemlidir çünkü numunenin yaşı ve nereden geldiğiyle ilgili bilgi verir [119]. PIXE, yüzeyden itibaren

yaklaşık birkaç mikron derinliğe ait elementer analiz yapar. Numunenin yüzeyine gelen iyonlar MeV luk enerjiye sahip protonlardır. EDX ve XRF'e göre artışı, numuneye ait tabaka yapısını ortaya çıkarabilmesidir ki metalik iplikler genelde tabaka yapılıdır. Bu yöntemin eksi tarafı ise sadece atomik konsantrasyonla ilgili bilgi alınılabilir, atomların kimyasal yapısıyla ilgili bir inceleme yapılamaz [120,121].

PIXE' den aynı zamanda biyoloji ve tıp alanlarında da yararlanılır. Metallerde olduğu gibi organik numunelerde de, 0,1–1 ppm'e kadar analiz yapmaktadır. %2–10 arasında bir kararlılığa sahiptir. PIXE ile kalıntı analizi de gerçekleştirilebilir. Örneğin çekirdek malzemesi olan ipeğin incelenmesi sırasında, analize geçmeden önce ipeğin çeşitli işlemlerden geçirilmesi ve analize hazır hale getirilmesi gerekir [122]. Analiz sonucunda, ipek fibroinin yapısında kalsiyum elementi silisyum, fosfor, kükürt, mangan, demir, bakır, çinko ve stronsiyum gibi bulunan diğer elementlerin yanında yapıda en fazla bulunur. Yabani ipekte evcil ipeğe üç kat daha fazla kalsiyum bulunur. Yine zamksız evcil ipekte ise, zamklı ipeğe göre iki kat daha fazla kalsiyum bulunur. Bu demek oluyor ki, serisinde hiç kalsiyum yoktur. Her ne kadar ipeğin yapısında bakırın miktarı az olsa da, ipeğe sarı rengi verenin bakır olduğu düşünülür. Bakır, yabani ipekte ve zamksız ipeğin fibroininde daha fazla bulunur. Bu yüzden bakırdan dolayı bunların rengi daha sarıdır. Yani serisin, fibroine göre daha az bakır içerir. Evcil ipeğin fibroinindeki Mn, Fe, Sr ve Zn miktarı ise zamklı ipeğinkine göre daha çoktur. Dolayısıyla, serisinde bu elementler az bulunur. Öte yandan, silisyuma bakıldığında, serisin içerisinde çok fazla, evcil, zamksız ipekte ise az olduğu gözlemlenir [122].

2.3.2.8. Rutherford geri saçılım spektrometresi (Rutherford Backscattering Spectroscopy – RBS)

Daha fazla kantitatif bilgi almak için PIXE ile birlikte Rutherford geri saçılım spektrometresi (RBS) de kullanılır. RBS ile yüklü parçacıklar, derinlik dağılımına ait ilave bilgiler verirler. Genellikle vakum altında analiz yapılır. PIXE'de olduğu gibi iyon ışımasına dayanan bir analiz yöntemidir. Harici mikro ışın kullanılarak telin şeklinden, boyutlarından ve ışının yanal dağılımından kaynaklanan hataları önlenir [122, 121]. Çapları 100 – 2000 mikron arasındaki değişen boyutlardaki ışınlar kağıt, mürekkep, camlar ve korozyona uğramamış metallerin analizini yapabilir. Bu yöntemle derinlik profili çıkarılabilir. RBS ile hafif elementlerin de analizi (C, O) mümkündür [123]. Dezavantajı numunelerin son derece homojen olması gerektiğidir.

2.3.2.9. Nötron aktivasyon analizi (Neutron Activation Analysis – NAA)

Nötron aktivasyon analizi (NAA) kimya biliminde yarı iletkenler gibi yüksek saflıktaki malzemelerde ve eser miktardaki safsızlıkların tayininin yanı sıra biyoloji, jeokimya, kriminoloji ve arkeoloji gibi çeşitli bilim dallarında da bu yöntemden yararlanılmaktadır. Element analizi için kullanılan kararlı olmayan yapının yayınladığı gama ışınlarını ölçme prensibine dayanan bir tekniktir. Radyoaktif olmayan atomun çekirdeği yüksek enerjili nötronlar tarafından bombardıman edilir. Kararsız radyoaktif izotoplar oluşur. Daha sonra bunlar nötronlarla kararlı izotoplara gama ışınları yayarak dönüşürler. Elementin konsantrasyonu yayınladığı gama ışın miktarına bağlıdır [124]. Miller ve Reagan, çalışmalarında NAA yöntemini kullanarak ipek dokumalarındaki metalik elementleri incelemiş; bir çok numunede kirletici olarak %0,01–0,15 arası alüminyum ve %0,01-0,63 arası demir, yarısına yakınında ağırlaştırıcı ve matlaştırıcı olarak kullanılan %0,01–1,68 arasında baryum, bütün numunelerde sodyum ve klor, ipeklerde geleneksel olarak ağırlaştırma işleminde kullanıldığından en çok kalay, %0,05-2,45 arasında potasyum, <%0,01 den az Cu, <%0,01-0,13 den az arsenik tespit etmişlerdir. NAA bazı eksikliklerinden dolayı atomik absorpsiyon ve X ışınları flüoresansı ile kombine olarak çalışır [125].

NAA hızlı, ekonomik, kolay güvenilir ve numuneyi tahrip etmeyen bir yöntemdir. NAA yöntemi ile aynı numuneden aynı anda birden fazla elementin nitel ve nicel analizi yapılabilir. Ancak ışınlanmış kurşun izotopları kararlı ve radyoaktif hale gelemediği için kurşun elementi tespit edilememektedir. Aynı zamanda kalıntı elementleri ölçmede hassas değildir. Bu yöntemde kullanılan nötron kaynakları nükleer reaktörler ve nötron jeneratörleri eser miktarda element analizi için uygun olup özellikle C, N, O gibi elementlerin mikro ve orta seviyeli analizlerinde kullanılırlar. İzotopik nötron kaynakları ise daha çok makro ve orta seviyeli analizlerde kullanılmakla beraber, Au gibi bazı elementlerin mikro seviyede analizlerini de yapmaya imkân verirler [126].

2.3.2.10. Atomik absorpsiyon spektrometresi (Atomic Absorption Spectrometer – AAS)

Atomik absorpsiyon spektrometresi (AAS) yöntemi eser miktardaki metallerin kantitatif analizi için kullanılmaktadır. AAS yöntemi, analitik numunelerde tek element tayini yapar. Hassasiyeti yüksektir ve eser miktarda madde analizi yapılabilir. Dezavantajı, metal kaplı ipliklerde kaplama tabakasıyla ilgili hiçbir bilgi verememesidir. Çünkü çözelti hazırlanırken yapıdaki tüm metaller çözünür [24]. Metalik olmayan elementlerin rezonans çizgileri genellikle 200 nm’ nin altında bulunur. Ametallerin absorpsiyon hattı vakum UV bölgeye düştüğünden bu elementler bu metotla analiz edilemez. Analizi yapılacak metalin oyuk katot lambası cihaza takılır. Analizi yapılacak örneğin çözeltisi hazırlanır, sulu numune bir alev içine yükseltgen gaz karışımı ile püskürtülür. Sonra buharlaştırılır. Kaynaktan gelen ışın demetine maruz bırakılır ve ışınları absorplar. Yayıdığı ışığın şiddeti dedektör sayesinde ölçülür ve hangi element olduğu anlaşılır. AAS cihazı tarafından çoğu elementin görülebilirlik sınırı 0,001 – 0,020 ppm aralığında bulunur [114]. Bu yöntem, başta metal analizleri olmak üzere, kan, idrar analizlerinde, boya analizlerinde, her türlü su analizinde, çeşitli meyvesuyu ve içki analizinde, ilaç analizinde ve toksik safsızlık analizinde kullanılır.

2.3.2.11. İndüktif Eşleşmiş Plazma (Inductively Coupled Plasma – ICP)

Çok sayıda elementi aynı anda analiz edebilme özelliği sayesinde nicel ve nitel analizlerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Kayaç ve mineral analizinde çok yaygın olarak kullanılır. Örnekteki elementler ICP de iyonlaştırıldıktan sonra kütle spektroskopisine gönderilirler ve burada kütle/yük (m/z) oranlarına göre ayrılarak ölçülürler. İndüktif Eşleşmiş Plazma-Kütle Spektrometresi (ICP-MS), tarihi ve arkeolojik metal, seramik, cam, taş, kağıt vb. inorganik ve organik yapıdaki eserlerin kantitatif element analizini gerçekleştirmek için kullanılan oldukça yüksek hassasiyete sahip bir analitik yöntemdir. Bu teknikle, birçok element eş zamanlı olarak analiz edilerek, ppb ve ppt düzeyindeki derişimlere inilebilmektedir. Özellikle eser miktarda bulunan elementlerin tayin edilmesi, tarihi eserlerin üretildikleri hammadde kaynaklarına ışık tutarak, köken analizinin temelini oluşturmaktadır. Bu teknikle miligram seviyesindeki örneklerin dahi analizinin gerçekleştirilebilmesi, kültür varlıkları ve sanat eserlerinin neredeyse tahribatsız olarak

incelenmesine olanak sağlaması açısından önemlidir. ICP-MS ile ayrıca elementlerin bağımsız izotopları ve izotop oranları da tespit edilebilmektedir.

Örnek öncelikle uygun çözücülerde çözülür. Argon gazının iyonize edilerek 10000 Kelvin dereceli plazma alevinin üzerine örnek püskürtülür. Çözelti içerisindeki element atomlarının elektronları bulundukları enerji düzeylerinden daha yüksek enerji düzeylerine çıkarlar. Temel enerji düzeylerine dönerlerken yaydıkları ışınlar dalga boylarına ayrılarak elementler karakterize edilir. ICP’de ışınımın şiddetleri ile element konsantrasyonları arasındaki bağlantı kurularak kantitatif analiz yapılır [127].

ICP de AAS gibi bir yaş analizi tekniğidir. Çeşitli üstünlüklerinden dolayı AAS yönteminden daha verimli olduğu söylenebilir. Birincisi, analiz sırasında uygulanan yüksek sıcakların doğrudan bir sonucu olarak, elementler arası girişim daha düşüktür. Ancak kalibrasyonunun çok iyi yapılması gerekir. İkincisi, aynı anda tek değil düzinelerce elementin spektrumunun kaydedilebilmesidir. Bu özellik, çok küçük numunelerde, bir sürü elemente bakılacaksa oldukça önem kazanır. O yüzden, AAS, ICP yanında daha yetersiz kalır. Fakat AAS cihazı da daha basit ve daha ucuz, daha düşük çalışma maliyeti olduğundan ICP’ ye göre tercih edilmektedir. ICP ile milyarda bir mertebesinde çok çok düşük konsantrasyonlara sahip elementler saptanabilir. Ayrıca, klor, brom, iyot ve kükürt gibi ametallerin tayini de yapılabilir. ICP ile birçok element 10 ppb veya daha az düzeyde tayin edilebilmektedir.

2.4. BOYARMADDE ANALİZLERİ

Çeşitli tekstil malzemelerinin renklendirilmesinde kullanılmış olan doğal boyaların pek çoğunu **kromatografik ve spektroskopik** yöntemlerle analiz etmek mümkündür. Bu yöntemlerle, indigo ve flavon boyarmaddeler analiz edilebildiği gibi kökboya, kermes, lak gibi antrakınon grubu mordanlı boyarmaddeler de analiz edilebilir [28].

Bileşenleri ayırmak için kullanılan kromatografik yöntemler ince tabaka kromatografisi (TLC), yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC), gaz kromatografisi (GC) ve piroliz-gaz kromatografi-kütle spektrometresidir (Py-GC-MS) [128]. Maliyeti düşük ve yapılması kolay olduğu için nicel analizlerde ince tabaka kromatografisi yaygın olarak kullanılır. Fakat sonuçlarının güvenilirliğinde sınırlamalar bulunur. Ters fazlı yüksek performanslı sıvı kromatografisi (RP-HPLC) doğal malzemelerden ekstraktların analizlerinde iyi sonuçlar vermektedir. Gıda maddelerindeki renklendiriciler ve tarihsel sanat ürünlerinin boyarmaddeleri, HPLC analizleri ile tanımlanmaktadır [129].

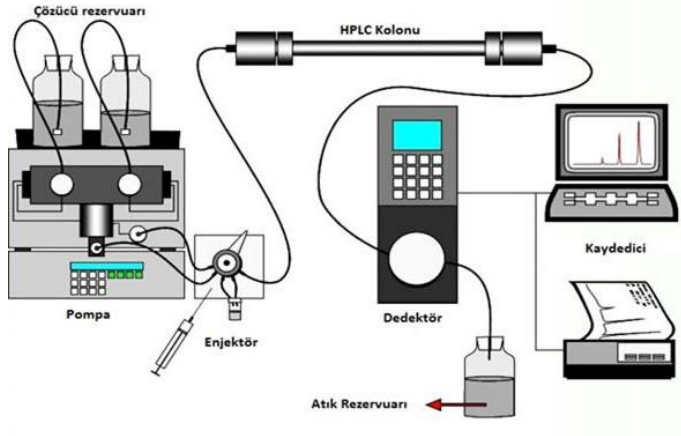
. Örneğin kökboyanın içerdiği hidroksi antrakinonlar ince tabaka kromatografisi ve yüksek performanslı sıvı kromatografisi ve ters fazlı yüksek performanslı sıvı kromatografisi ile tanımlanabildiği gibi [130-132] sıvı kromatografisi-kütle spektrometresi (LC-MS) çifti ile de aydınlatılabilmektedir [133,134]. Her bir boyarmaddenin analizi en sağlıklı biçimde kromatografik karşılaştırma yoluyla sağlanır. Karşılaştırmaların yapılabilmesi için bilinen tüm boyarmaddelerin mümkün olan en saf durumdaki halleri, boya bitkileri veya bu bitkilerin ekstraktları ve bu boyarmaddelerin kullanılması suretiyle gerçekleştirilmiş boyamalar gereklidir [135].

Kromatografi İle Ayırma: Kromatografi, bileşenlerinin ayrılması güç karışımlar için uygulanan verimi yüksek bir metottur. Özellikle boya karışımlarını ayırmak için idealdir. Biri sabit öteki hareketli olan iki faz arasında gerçekleşir. Hareketli faz, sıvı, gaz ve süperkritik bir akışkan; sabit faz ise katı ya da sıvı olabilir. Kromatografi esas olarak adsorbsiyon (yüzeyde tutma) ve partisyon (dağılma) mekanizmaları üzerinden yürür [136].

2.4.1. Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi (HPLC)

Yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC), 1960’larda çok geliştirilmiş olup komplike karışımların ayrılması ve miktarı az olan maddelerin miktar tayinlerinde kullanılan kuvvetli ayırma gücüne sahip bir yöntemdir. HPLC ile aminoasit, protein, nükleik asit, hidrokarbon, karbonhidrat, ilaç, pestisit, organometalik bileşik ve inorganik bileşik gibi birçok türde maddenin analizi yapılabilir.

HPLC, duran faz olarak kullanılan mikropartiküllü (3-10 μm ’lik dolgu maddesi) maddeler hareketli fazın akışına direnç gösterir. Bu nedenle için hareketli faz birkaç yüz atmosferlik gibi bir yüksek basınç altında pompalanır. Akış hızı 1-5 $\text{cm}^3/\text{dakika}$ arasındadır. HPLC’de örnek büyüklüğü gram-nanogram arasında değişen büyüklüklerde olabilir [137, 138]. Bir HPLC cihazının ana parçaları şematik olarak Şekil 2.28’de gösterilmiştir.



Şekil 2.28 Yüksek performanslı sıvı kromatografisinin temel parçaları.

2.4.1.1.Çözücü Haznesi ve Çözücü

Her cihazda en az bir tane 500 ml lik bir çözücü haznesi bulunur. Camdan veya paslanmaz çeliktendir. Özellikle pH=8'in üzerinde paslanmaz çelik kaplar kullanılmalıdır. Üzerini kapatmak için alüminyum folyo gibi uygun bir materyal kullanılmalıdır. Cihazda çözücüde çözünmüş gazları uzaklaştırmak için bir de sistem bulunur. Uzaklaştırılmazlarsa bu gazlar dedektörü olumsuz yönde etkiler. Homojenliği sağlamak için hareketli faz sürekli karıştırılmalıdır. Çözücü kabının hava akımlarından ve gün ışığından korunması gerekir. Çözücü kabı, çözücüyü sisteme veren pompa sisteminden yukarıda tutulmalıdır. Kabın üzerine çözücü bileşimi ve hazırlanma tarihi mutlaka yazılmalıdır. Bir numunenin bileşenlerine ayrılması sadec bir çözücü kullanılarak yapılırsa buna isokratik elüsyon, birden fazla çözücü kullanılarak yapılırsa buna da dereceli elüsyon denir. Modern cihazlarda çoğu zaman iki veya daha fazla çözücüyü karıştırabilen bir sistem ihtiva eder.

2.4.1.2. Pompa sistemi

Bu metotta pompa sistemi yüksek basınçta çalışılması, dakikada 0,1-10 ml arasında değişen bir akış hızı ihtiyacını karşılaması zorunluluğu ve pulsuz bir çıkış olması gereğinden dolayı çok önemlidir. Bir HPLC pompası sabit ve kesintisiz bir akış sağlamalıdır. Hareketli fazın kolayca değiştirilebilmesine olanak sağlamalıdır. HPLC pompaları genel olarak ikiye ayrılır:

- 1) Silindir yollu pompalar (sabit akışlı pompalar): bir inert gaz vasıtasıyla hareketli faza basınç verilerek çalışılır.
- 2) Sabit basınçlı (pnömatik) pompalar: en çok kullanılanları silindir yollu pompalardır. Çözücü silindir içinde ileri ve geri hareket eden bir piston vasıtasıyla pompalanır. Dezavantajı pulslu bir akış meydana getirmesidir. Avantajları ise çok küçük hacimdeki çözücülerini kısa aralıklarla gönderir, dereceli elüsyona uygundur, sabit bir akış hızı temin eder, çıkış basıncı yüksek olur, kolonun karşı basıncından ve çözücü viskozitesinden etkilenmez.

2.4.1.3. Örneğin Verildiği Sistem (Enjeksiyon Sistemi)

Numune enjeksiyonu yüksek basınçta yapılır. Numune yüksek basınçta hareket eden hareketli faza karışır ve kolonun üstüne hareketli fazda çözünmüş halde ulaşır. Hareketli faz sıvısının büyük bir kısmı yan geçişten yoluna devam ederken çok az bir kısmı numuneyle karışıp ana hareketli fazla birleşir. Böylece numune fazla seyrelmeden kolona ulaşır. Seyrelirse dedektörden istenmeyen pikler elde edilir. Örneğin verildiği enjeksiyon sisteminde önemli olan husus duyarlılık ve tekrarlanabilirliktir. Enjeksiyonda yapılan hata kolonun aşırı yüklenmesinden meydana gelen bant genişlemesiyle daha da belirgin hale gelir. Enjeksiyonlar numune ilave etme halkası denilen bir cihazla 5-500 µl arasında istenilen hacimde enjekte edilebilir. İki tür sistem kullanılmaktadır.

- a) Şırınga enjektörler: Bunlarda örnek hareketli faz akışına bir septum vasıtasıyla verilir.

Şırınga enjektörlerin bir tipi olan akış durdurmalı şırınga enjektörlerinde 1200-1500 psi basınçta akış durdurularak kolon basıncı atmosfer basıncına getirilir ve normal basınca uygun bir şırınga ile örnek doğrudan doğruya kolona enjekte edilir.

Hareketli faz akışı, sistemde kolonun üzerindeki bir valfin çevrilmesiyle veya pompanın kapatılmasıyla durdurulur. İşlem bittikten sonra aynı valfler kullanılarak akış sağlanır [139].

- b) Valfler (Örnek Loop'lu Enjeksiyon Sistemleri): Yüksek basınçlarda kullanılırlar. En iyi tekrarlanabilir sonuçlar bunlarla alınır. Bu valf sistemi içine, örneği belirli bir miktarda alır. Hacimler 0.1 µl – 2.0 ml arasındadır. Bu sistemde kullanılan enjektörler şırınga-septum enjektörlerden farklıdır. Hacimleri 10-20 µl olabilir [137].

2.4.1.4 Kolonlar

Kolon türü yapılacak işe göre değişir. Kolon verimi; kolonun iç çapı ve kolonun iç yüzeyinin geometrisi, kolon dolgu maddesi, ortalama parçacık çapı, kolonu doldurmak için kullanılan teknikler gibi pek çok faktör tarafından tayin edilir. Kolon paslanmaz çelikten yapılır. İç yüzeyi cam veya teflonla kaplanırsa daha iyi sonuç verir. Tipik bir HPLC kolonunun çapı 3-4 mm, uzunluğu 10-40 cm dir. En çok kullanılanları 4,4 mm iç çapında ve 25 cm boyunda olanlardır. Böyle bir kolonda tabaka sayısı 40000-50000 arasında değişir. Son zamanlarda çapı 1-4,6 mm, boyu 5-7,7 cm olan kolonlarda yapılmaktadır. Böyle kolonlarda tabaka sayısı 100000 e kadar çıkmakta olup daha az çözücüyle işlem daha kısa zamanda gerçekleşmektedir. Yapılan araştırmalar sonucunda doğal boyalarla yapılan çalışmalarda genellikle C-18 türü; 3,2-4,6 mm iç çapa sahip 150-250 mm uzunluktaki kolon tipleri kullanıldığı saptanmıştır [141-143]. Hareketli fazın kirlerinden arındığı koruyucu kolonlar vardır. Hareketli faz çok değerli analitik kolonlara gelmeden buradan geçirilirler.

İyi bir kolon dolgu maddesi kararlı olmalıdır. Hem hareketli faz çözücülerine hem de örnek çözeltilere karşı inert ve hareketli faza kolay erişebilir açık yapısal yüzeye sahip olmalıdır. Dolgu maddesi olarak boncuk şeklinde iki tip madde kullanılır. Birinci tip maddeler gözenekli olmayan cam veya bir polimerden yapılır. Yüzeylerine gözenekli yapıda silika, alümina veya iyon değiştirme reçinesi kaplanır. Çapları genel olarak 30-40 µm dir. İkinci tip olanlar gözenekli olup 3-10 µm olan mikro parçacıklardır. Bunlar silika, alümina veya iyon değiştirme reçinesinden yapılır. En çok silikadan yapılan kullanılır. SiOH grupları nedeniyle zayıf asidik özellik gösteren silikajel, bazik özellik gösteren bileşikler bazlık kuvvetlerine göre tutar [139].

2.4.1.5. Dedektörler

HPLC’de genel ve özel amaçlı olmak üzere iki tip dedektör kullanılır. Dedektör sistemi, analizi yapılacak numunenin cinsine uygun olmalıdır [138]. Genel amaçlı dedektörler, hareketli fazın kırma indisini dielektrik sabitini, yoğunluğunu ölçen dedektörlerdir. Özel amaçlı dedektörler, bir maddenin UV absorpsiyonunu, floresansını, difüzyon hızını ölçer. Yaygın olarak kullanılan dedektörler ultraviyole-görünür alan (UV-Vis) dedektörleridir. UV absorbans dedektörleri kromatografi kolonundan gelen elüantın absorbansını ölçen cihazlardır. Ekstra bant genişlemesini önlemek için dedektör hücresinin hacmi mümkün olduğunca küçük tutulur. Numune hacmi genel olarak 1-10 µl, ışın yolu da 2-10 mm kadardır. Hücrelerin basıncı en çok 40 atm olmalıdır. Bu yüzden

çözeltilinin basıncı hücreye girmeden düşürülür. Birçok bileşik ultraviyole bölgede adsorpsiyon yapar ve optik sistem, gelişmiş bir sistemdir. Hareketli fazın kullanılan dalga boyunda adsorpsiyon yapmaması ayrıca maddenin hangi dalga boyunda adsorpsiyon yaptığının bilinmesi gerekir. Diğer dedektörler; kırma indisi dedektörleri, ışın dağıtma dedektörleri, refraktometre, floresans, elektrokimyasal (EC), infrared (IR), alev iyonizasyon dedektörü (FID), kütle spektrometresi (MS), atomik absorpsiyon, alev fotometresi, termal iletkenlik, geçirgenlik, evaporatif analizleyici, indüktif çiftlenmiş plazma (ICP) ve azot dedektörleridir.

2.4.1.6. Örneklerin Hazırlanması

- a) Katı Örnekler: Örneğin hareketli fazla çözünmesi kolonda çökme olmaması ve çözücünden gelen pikin minimize edilmesi sebeplerinden en uygun koşulu sağlar. Hareketli faz olarak bir çözücü karışımı kullanılıyorsa, örneğin önce en çok çözünen çözücü bileşeninde çözülmesi sağlanır. Daha sonra mümkün olduğunca hareketli fazın karışım oranlarında tamamlanır.
- b) Sıvı Örnekler: Sıvı örnekler, ya direkt ya da buharlaştırılıp uygun bir çözücüde çözüldükten sonra enjekte edilir [133].

2.4.1.7. Normal-Faz ve Ters-Faz Dolgu Maddeleri

Normal-faz dağılma kromatografisinde durgun faz polar, hareketli faz ise apolardır. Ters-faz dağılma kromatografisinde ise durgun faz apolar, hareketli faz ise polardır. Normal-faz kromatografide polarlığı en az olan bileşen kolondan ilk önce çıkar. Ters-faz tekniğinde ise, polarlığı en çok olan bileşen kolondan ilk önce çıkar. Normal-faz kromatografide durgun faz olarak daha çok trietilen glikol ve su gibi polaritesi yüksek maddeler kullanılmaktadır. Hareketli faz ise daha çok hekzan veya propil eter gibi nispeten apolar çözücüler kullanılmaktadır. HPLC ile yapılan ayırma işlemlerinin çoğunda oktil-veya oktildesilsiloksan bağlı dolgu maddesi bulunduran ters-faz kromatografi ile yapıldığı söylenebilir. Çünkü dengeye ulaşma ters faz kromatografide daha hızlıdır ve normal faz kromatografide polar maddelerin elüsyonu çok yavaştır, yayvan piklere sebep olur.

Bu dolgu maddeleri ile kullanılan hareketli faz ise, genellikle çeşitli konsantrasyonlarda metanol, asetonitril veya tetrahidrofuran gibi çözücülerini içeren sulu çözeltilerdir.

2.4.2. Diğer Kromatografik Yöntemler

2.4.2.1. Sıvı Kromatografisi

Kağıt Kromatografisi

Kağıt kromatografisi genellikle süzgeç kağıtları kullanılarak yapılır. Dağılma mekanizmasının önemli olduğu bu yöntemin uygulaması basittir ve bu yüzden en çok kullanılan yöntemlerden biridir. Özel süzgeç kağıdı sabit fazın yerini alır. Süzgeç kâğıdının yapısında doğal olarak bir miktar su bulunur. Karışımın bileşenlerine ayrılması, kâğıt üzerinde hareket eden çözücüyle kâğıdın içerdiği su arasındaki dağılma farkına bağlıdır. Analizi yapılacak madde çözelti halinde olmalı. Karışım özel kromatografi kâğıdına damlatılır. Uygun çözücü seçilir. Çözücü kâğıt üzerinde ilerlerken bileşenleri farklı seviyelere taşır. Renkli bileşenler kolay görülür. Maddeler renkli değilse U.V. lambası altında bakılır veya renk verecek özel ayıraçlar kâğıda püskürtülür veya. Her madde hareketli faz ile farklı noktalara sürüklenir. Sürüklenme derecesi veya alıkonma faktörü R_f ile gösterilir.

$R_f = \text{Maddenin ilerlediği uzaklık (cm)} / \text{Çözücünün ilerlediği uzaklık(cm)} = a / b$
Önceden belirlenen R_f değerleri ile çözelti içerisinde hangi maddelerin bulunduğu belirlenebilir [136].

İnce Tabaka Kromatografisi

İnce tabaka kromatografisinde (İTK), sabit faz olarak, silikajel, alüminyumoksit ve toz selüloz gibi maddeler kullanılır. Özel olarak hazırlanmış cam, alüminyum veya plastik levhalar bu maddelerle adsorban olarak kaplanır. Analizin cinsine göre adsorblayıcı tabakanın kalınlığı 0.25-2 mm arasında olur. Plakalar kullanılmadan önce 110°C deki etüvde 2 saat kurutularak aktifleştirilir ve hemen kullanılır. Örnekler plakalara damlatılır ve geliştirme işlemi aşağıdan yukarıya doğru yapılır [136]. Hareket başladığında polarite farkından dolayı plaka üzerinde farklı lekeler gösterir. Ekstraktların bileşenleri bilinen bileşiklerin R_f değerinin karşılaştırılması ile tanımlanır [144].

Kolon Kromatografisi

Hareketli faz olarak su ve bütün organik çözücüler; sabit faz olarakta silikajel, alümina, kömür, kalsiyum karbonat, poliamitler, nişasta, toz şeker ve talk kullanılabilir. Karışım çözünmüş halde hareketli faza ilave edilir. Hareketli faz bir kolon içinde yerçekimi kuvvetiyle ya da basınçla kolondaki sabit faz içinden aşağıya doğru indirilir. Bu sırada karışımdaki maddelerde sabit fazdaki maddeler arasında fiziksel ve kimyasal çekim kuvvetleri oluşur. Bütün maddeler için bu kuvvetler farklıdır. Bundan dolayı maddelerin geçiş hızları farklı olur ve kolonun altına farklı zamanlarda ulaşırlar [139]. Böylece bileşenler birbirinden ayrı ayrı toplanır.

İyon Değiştirme Kromatografisi

Bir katı maddenin yapısında bulunan iyonları çözeltide bulunan aynı yüklü iyonlarla değiştirmesi özelliğine dayanır. Bu amaçla kullanılan katı maddeler çözelti ortamında çözünmeyen büyük moleküllü maddelerdir. İnorganik olarak killer ve zeolitler; organik olarak da reçineler kullanılır. Bu yöntemle ayrılması güç bazı iyonları ve asitleri ayırmak mümkündür. Metot bir çok ön ayırma içinde kullanılır [139]

2.4.2.2. Gaz Kromatografisi

Gaz kromatografisinde diğerlerine göre sonuçlar daha hızlı sonuç verir ve ucuzdur. Diğer kromatografi dallarında olan aksine karışımdaki maddelerle hareketli faz arasında hiçbir etkileşim olmaz. Hareketli faz sadece maddeleri taşır. Sabit faz katı veya bir katı yüzeyine kaplanmış bir sıvı olabilir.

a-Gaz-Katı Kromatografisi: Bu kromatografi zayıf adsorpsiyon olaylarına dayanır. Oldukça az kullanılan bir yöntemdir. Sabit faz olarak silikajel, alümina, aktif kömür gibi maddeler kullanılır. Hareketli faz olarak genellikle helyum, neon, argon ve azot gazı kullanılır.

b-Gaz-Sıvı Kromatografisi: Burada sabit faz, gaz –katı kromatografisindeki geniş yüzeyli dolgu maddelerine emdirilmiş bir sıvı(yüksek mol kütleli polimerler); hareketli faz helyum, neon, argon ve azot gazıdır. Bu kromatografi türünde kapiler kolonlar kullanılır. Sabit fazı özel bir sıvıyla kaplanmış olan kolonlar ve iç yüzeyi özel bir sıvıyla kaplanmış olanlar şeklinde iki türdür. Hareketli olan faz yüzeyi sıvıyla kaplanmış gözenekli katı faz üzerinden rahatça geçer. Karışımdaki bileşenler iki faz arasında dağılır.

Gaz kromatografi sistemi 5 kısımdan oluşur. Karışım, enjeksiyon kısmına enjekte edilir. Karışım buharlaştırılır ve taşıyıcı gaz ile birlikte kolona girer. Sabit faz ile etkileşimine,

molekül büyüklüğüne ve kaynama noktasına bağlı olarak bileşenler kolonda farklı hızlarla taşınarak kolondan çıkarlar. Kolondan çıkan herbir bileşen dedektöre girer. Her bileşik alıkonma zamanı ile belirlenir. Bu süre her bileşik için belirli olup farklıdır. Sonuçlar karşılaştırılır ve hangi bileşik olduğu bulunur.

2.4.3. Spektroskopik Yöntemler

2.4.3.1. Raman Spektrometresi

Raman spektrometresi ile kültür varlıkları ve sanat eserlerine ait inorganik ve organik malzemelerin karakterizasyonu, tahribatsız ve hızlı bir şekilde yapılarak etkin sonuçlar alınmaktadır. Raman spektroskopisi, genellikle bir lazer kaynağından gelen monokromatik ışığın elastik olmayan dağılımına dayanan bir spektroskopik tekniktir. Bu teknik boyar madde ve pigmentlerin analizine izin verir fakat en önemli sorunu analit miktarının örneklerde çok az oluşudur. İkinci zorluk kromofor grupların özelliği olan görünür bölge ışığının absorpsiyonudur. Bu fenomen zayıf Raman sinyali bozan ve çakışan floresansından sorumludur. İlâveten örneğin biyolojik bileşenlerinin kirliliklerinin floresansıda sorumludur. Bu metod örneğin metal nanopartiküllerle özellikle Ag kolloidleri ile etkileşimini ister. Bu etkileşim kimyasal ve elektromagnetik Raman sinyalini 10^{15} kat zenginleştirir. Hem floresans etkisinden sakınmak hemde Raman Rönesans etkilerini almak için farklı lazer dalga boylarında çalışılması yöntemin iyi yanlarından olmasına karşın Raman spektroskopinde boyarmadde sinyalleri oldukça zayıf ve diğer biyolojik kirliliklerin sinyalleriyle çakışabilir [145]. Çözücü olarak suyun kullanılabilir olması avantajdır. 532, 785 ve 1064 nm gibi farklı dalga boylarına sahip lazerlerin kullanılması, farklı tipteki malzemelerin daha etkili bir şekilde analiz edilmesine olanak sağlamaktadır. 1064 nm lazeri, floresans etkiyi önemli ölçüde azaltabilmek için kullanılmaktadır [127].

2.4.3.2. FT-IR Mikroskobu ve Taşınabilir FT-IR Spektrometresi

Fourier Dönüşüm-Kırmızı altı (FT-IR) spektroskopisi, moleküler bağ karakterizasyonu ile malzemelerin içeriğinin ve miktarının belirlendiği bir kimyasal analitik yöntemdir. FTIR spektrometresinde ışığın her dalga boyunun şiddetini değiştirmek için bir interferometre kullanılır [146]. İnterferometre ışın demetlerini yaklaşık eşit güçte iki demete ayırıp, iki demetin ışık yolları farkının fonksiyonu olarak demetin şiddet değişimleri ölçülebilecek şekilde yeniden birleştirilmesini sağlayan bir düzendir. Optik

kaynak, sabit ayna, hareketli ayna ve dedektördür interferometrenin kısımlarıdır. Işın bölücü ayna, infrared kaynağından gelen ışığı birbirine eşit iki demete ayırır. Böylece farklı iki optik yol oluşur. Işınlardan biri sabit aynaya kadar yol alır ve buradan yansıyan ışın bölücü aynaya gelir. Buraya gelen ışının bir bölümü yansıyarak kaynağa giderken diğer kısmı da dedektöre ulaşır. Diğer optik yolu izleyen ışın ise ileri geri hareket edebilen ama daima kendisine paralel durumda kalan hareketli aynadan yansıtılır. Işın bölücü aynaya gelen ışığın bir kısmı kaynağa geri dönerken diğer kısmı da dedektöre ulaşır. Dedektöre ulaşan enerji bu iki ışının enerjisinin toplamına eşittir.

Maddelerin infrared spektrumlarının alınmasında Fourier dönüşümlü spektrometreleri birçok sebepten dolayı kullanılır. Çok az optik eleman kullanıldığı için dedektöre ulaşan ışınların şiddeti, dispersif cihazlara oranla daha büyük olmakta ve daha büyük sinyal gözlenebilmektedir. Ayırım güçleri büyük ve dalga boyu tekrarlanabilirliğinin iyidir. Numunedeki bütün elementlerin sinyallerinin dedektöre eş zamanda gelir [147].

Bu yöntem, sanat eserlerinin içerdikleri organik ve inorganik kimyasalların yapısının aydınlatılmasında yaygın olarak kullanılmaktadır. Eserlerin içerdikleri protein, yağ gibi organik maddeler, inorganik koruyucu malzemeler ve pigmentler tahribatsız olarak belirlenebilmektedir [148].

2.4.3.3.Ultraviyole-Görünür Bölge Spektrofotometresi (UV-Vis)

Organik bileşikler farklı dalga boylarında elektromanyetik ışınları mor ötesi ve görünür bölgede absorplar. UV-Vis spektrofotometresi ile absorblanan elektromanyetik dalganın miktarından hareketle tarihi eserlerde bulunabilecek boyar madde, bağlayıcı ve sağlamaştırıcı gibi organik bileşenlerin kimyasal yapısı aydınlatılmaktadır. Ayrıca bu yöntemle, malzemelerin renk tayini yapılabilmekte ve farklı malzemeler arasındaki renk farkı hesaplanabilmektedir. Bu yöntemde görünür bölgede renksiz kirlilikler girişim yapmaz. Temel boyarmaddeler örneğin indigo,mor, koşinil ve kök boya için çok basit bir yöntemdir. Absorbans spektrumu için boyanın iplikten ekstrakte edilmesi gerekir. Boyarmadde uygun reaktantlarla (alüminyum, magnezyum, çinko) yerdeğştirir [126].

2.4.3.4. Nükleer Manyetik Rezonans (NMR)

Rezonans spektrumu yüksek manyetik ve radyofrekansın uygulanarak moleküllerin belirlenmesidir. Nükleer magnetik rezonans spektrumu bir bileşikteki bir elementin çekirdeği tarafından değişik enerjilerde absorplanan pikler serisidir. Farklı kimyasal

gruplarda deęişik elementler farklı manyetik güçteki enerjileri absorplar. Dolayısıyla her bir bileşik karakteristik spektrum verir [126].

2.4.3.5. Kütle Spektrometresi (MS)

Pozitif iyon veya molekül oluşumuna dayanan bir tekniktir. Bir bileşik, bir lazerin yüksek konsantrasyonlu ışık huzmelerinden gelen elektron akışı ile bombardıman edildiğinde, bileşik elektron kaybeder pozitif yüklü iyon ya da yine pozitif yüklü küçük yapılar elde edilir. Her bileşik, bir dizi pozitif yük iyonu meydana getirir. Bu iyonlar diğerlerinden ayrılır ve kütle spektrometresinde ölçülür. Pozitif iyonlar kütle spektrometresindeki manyetik alanla yönlendirilir ve kendi ağırlığıyla ilgili olarak yol izler. Kütle spektrumunda iyonların bağıl kütlelerine bağılı olarak farklı yükseklikte pikler elde edilir [126].

2.4.3.6. Elektron Prob Mikro Analiz (EPMA)

Bir elektron probu mikro-analiz cihazı, katı numunelerin tahribatsız kimyasal analizi için kullanılan bir mikrodalga aletidir. EPMA'nın önemi, öncelikle dalga boyu dağılımlı spektroskopi (WDS) ile çok küçük boyutlarda (1-2 mikron gibi küçük) hassas, niceliksel elementel analizler yapabilmesidir. Bu özelliği, örneğin ayrıntılı görüntülerini oluşturma yeteneğiyle birleştğinde tek fazdaki karmaşık kimyasal değişimi analiz etmeyi mümkün kılar özellikle jeolojik materyalleri (camlar ve mineraller). Bir elektron probu aslında bir SEM ile aynı araçtır, ancak yüksek duyarlılıkta kantitatif kimyasal analiz (WDS) sağlayacak bir dizi kristal spektrometre ile donatılmış olması farklı yanıdır. Elektron problemleri, araştırmacının, yüzey analizi ve iç kompozisyon yapısını görüntülemesine olanak tanıyan bir dizi görüntüleme detektörüne (SEI, BSE ve CL) sahiptir. EPMA üstten alta doğru dört ana bileşenden oluşur: Bir elektron kaynağı (tungsten filament katot); kaynaktan çıkan elektron demetini yoğunlaştırmak ve odaklamak için aletin sütununda bulunan bir dizi elektromanyetik mercekle; gaz ve buhar moleküllerinin, elektron ışınının numuneye giderken müdahale etmesini önlemek için bir vakum altında hareketli numune kademesi olan bir numune haznesi; numuneden çıkan x-ışınları ve elektronları toplamak için kullanılan örnek odasının etrafında düzenlenmiş çeşitli dedektörler. Çoğu EPMA kimyasal analizi, elektron ışını ve ışınlanan X ışınlarıyla karışmanın minimal olduğu, ince ve hafif C tarafından kaplanan numuneler üzerinde yapılır. Dalgaboyu yayılımı (WDS) ve enerji yayılımı (EDX) prensiplerine dayalı iki tip

X- ışını detektörü vardır. Karmaşık spektrumlardaki zayıf çizgilerin duyarlı bir şekilde birbirlerinden ayrılabilmesi WDS ile daha kolay gerçekleştirilmektedir. Doğruluk derecesi dalgaboyu yayılımı spektrometrelerinde enerji yayılımı spektrometrelerine göre daha büyüktür. EDX ise tüm enerji spektrumu elde edildiği için aynı anda hemen hemen tüm elementlerin analizleri yapılabilirken, WDS ile aynı anda sadece bir element analizi yapılabilir. Kantitatif EPMA analizi, jeolojik malzemelerin küçük ölçeklerinin kimyasal analizinde en çok kullanılan yöntemdir. Çoğu durumda, EPMA, fazların ayrı ayrı analiz edilmesi gerektiği durumlarda (örn., Magmatik ve metamorfik mineraller) veya malzemenin küçük boyutlu veya başka nedenlerle değerli olduğu durumlarda seçilir (örneğin deneysel çalışma ürünü, sedimanter çimento, volkanik cam , bir meteorit matrisi, seramik sır ve aletler gibi arkeolojik eserler).

Boyarmadde analizlerinde ayrıca XRF, ICP ve AAS yöntemleri de kullanılmaktadır. Bu metodların çalışma prensipleri 2.3. bölümde anlatılmıştır.





3.MATERYAL-YÖNTEM

3.1. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılım Spektrometresi Çalışmaları (SEM-EDX Çalışmaları)

3.1.1.Kullanılan Cihazlar

Numune morfolojisi izlenmesi ve başlıca örnek bileşenlerinin belirlenmesi için kullanılan Taramalı Elektron Mikroskobu Tescan Vega 3 Easy Probe olup, yazılım için de Bruker tarafından uyumlu 410-M ve Esprit 1.9 EDX dedektörüdür. SEM-EDX enstrümantal parametreleri: toplama süresi 30 s, dedektör mesafeli çalışma 15 mm, hızlandırıcı enerji 10, 15, 20, 25 ve 30 kV, 2500-3500x büyütme şeklindedir.

3.1.2. Kullanılan Kimyasal Maddeler ve Örnekler

SEM-EDX cihazı ile eserlerdeki kaplama kalınlıklarını bulmak için referans olarak kullanılacak gümüş metal parçaları [Kremer Pigments \(Munich, Germany\)](#) Şirketi'nden edinilmiştir. 16. ile 19. yüzyıllar arasında sanat tarihçileri tarafından tarihlendirilmiş, araştırmalarını yaptığımız örnekler Topkapı Sarayı Müzesi'nden temin edilmiştir. Eserlerin zarar görmüş bölgelerinden 1 ile 3 mikrogram örnekler alınmıştır.

3.1.3. SEM-EDX İle Kalitatif Element Analizi Metod Validasyonu

Taramalı Elektron Mikroskobu ve buna bağlı olarak çalışan enerji dağılımlı X ışınli spektroskopisi ile katı numunelerde elementlerin kalitatif analizlerinin validasyonu yapıldı.

Her bir element için LOD değeri aşağıdaki formülle hesaplanmıştır. Ölçüm sonuçları Ek 1'de verilmiştir.

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

S: Standart sapma

X_i : Her element için kütlece yüzde değeri

X : Aritmetik ortalama

n : Analiz edilen element için analiz değeri

LOD= Sx3

3.1.4. Standartların ve Örneklerin Hazırlanması

Kremer Pigment' ten sağlanan 9 adet gümüş telden 9 parça yapıldı. Bu gümüş teller 10 nm, 20 nm, 30 nm, 40 nm, 50 nm, 60 nm, 70 nm, 80 nm, 90nm kalınlıklarda altın ile kaplatıldı. Bunlar referans olarak kullanıldı.

Eserlerden alınan örnekler ve satandartların hepsi önce propanolle temizlenip sonra azot gazı ile kurutulup ölçümleri yapılmıştır.

3.1.5. Standartların SEM-EDX Analizleri

Öncelikle standart olarak hazırlanan altın kaplama gümüş şeritlerin SEM-EDX ölçümleri yapılmıştır. Her bir kalınlıktaki altın kaplamalı gümüş şeritin 10, 15, 20, 25 ve 30 kV hızlandırılmış voltajda altın ve gümüş elementlerinin kütlece yüzdeleri ölçüldü.

3.1.6. Eserlerin SEM-EDX Analizleri

Eserlerden alınan klapdanların yüzey morfolojisi, klapdan genişliği ve kalınlığı hakkında bilgi almak için SEM görüntüleri alınmış olup, EDX bölümüyle de telin iç ve dış yüzeylerinin metal kompozisyonu ve korozyon ürünleri hakkında bilgi alınmıştır. Klapdanların iç ve dış yüzey ölçümleri yapıldığı gibi altın bulunan örneklerin ayrıca değişik hızlandırıcı voltajlarda SEM-EDX ölçümleri yapılmıştır.

3.2.KROMOTOGRAFİK ÇALIŞMALAR

3.2.1.Kullanılan Cihazlar

Kromatografik ayrılmalar, bir G1329A ALS otomatik örnekleyicisi, bir G1322A vakum Degazörü, bir G1316A termostatlı kolon bölmesi ve bir G1315A diyot dizisi detektöründen oluşan bir Agilent 1200 serisi sistem (Agilent Technologies, Hewlett-Packard, Almanya) kullanılarak gerçekleştirildi. Kromatogramlar, örneğin 2 nm çözünürlük ile 191 ila 799 nm arasında taranmasıyla elde edildi. Veriler, Agilent Chemstation yazılımı kullanılarak analiz edildi. Aynı materyal ile doldurulmuş bir koruyucu kolon ile korunan bir Nova-Pak C18 analitik kolon (3.9 x 150 mm, 4 um parçacık boyutu; parça no WAT 086344; Waters, İrlanda) kullanıldı.

3.2.2.Kullanılan Kimyasal Maddeler

HPLC cihazında mobil faz olarak kullanılan saf su, bir Milli-Q (Millipore, Bedford, MA, USA) sisteminden geçirilmesiyle elde edildi. Standart malzemeler, farklı ticari kaynaklardan elde edilerek referans olarak kullanıldı. Sigma (Steinheim, Almanya) 'dan gelen elajik asit (% 99,9), karminik asit (% 99,5), HCl (% 37-38); Porphyrphora hameli markasından flavokermesik asit ekstraktları; Merck'den (Germany), metil alkol (% 99,9), trifluoroasetik asit (TFA), asetonitril (CH₃CN), Roth'dan (Karlsruhe, Almanya) luteolin,

apigenin, emodin, rhamnetin ve isoharmnetin, doğal Kremer Pigment GmbH & Co.dan KG (Munich, Germany) indigo ve indirubin edinildi. Boya standartları olarak alizarin, purpurin, luteolin, apigenin, karminik asit, elajik asit, fisetin, emodin, indirubin kullanıldı. Tüm çözücüler HPLC dereceli ve tüm kimyasallar analitik derecedir.

3.2.3. HPLC-DAD ile organik boyarmadde ve pigment analizi metod validasyonu

HPLC-DAD ile örneklerde organik boyarmaddelerin kalitatif analizinin validasyonu yapılmıştır. Organik boyar maddelerin analizi katı numuneler için 0,1 mg ile 15 mg aralığında olan numunelere ve sıvı numuneler için en az 100 µL hacimdeki numunelere uygulanmaktadır.

Validasyona katılan boyarmaddeler 4 ana gruba ayrılmaktadır. Bunlar antrokinon, flavonoid, tannik asit grupları ile indigoid yapıdaki boyarmaddelerdir. Tannik asit grubu için gallik asit, antrokinon yapıdaki boyarmaddeler için alizarin, flavonoid yapıdaki boyarmaddeler için querçetin hidrat ve indigoid yapıdaki boyarmaddeler için ise indigo boyarmaddesi seçilmiş olup bu boyarmaddelerin yüksek konsantrasyondan başlayarak seyreltme ile LOD değerinin 10'un altına düştüğü konsantrasyon değeri belirlenmiştir. Her bir referans malzemeye metodun tekrarlanabilirliği için çalışmalar yapılmıştır. Ölçüm sonuçları Ek 2'de verilmiştir.

3.2.4. Eserlerin HPLC-DAD Analizleri

Alınan tarihi eser örnekleri öncelikle 100 °C su banyosunda, metanol, su ve % 37 lik hidroklorik asitli (1:1:2; v/v/v; 400 µl) çözücü karışımında 10 dk tüplerde hidroliz edildi. Soğutma işleminin ardından çözelti santrifüjde çöktürüldü. Üstte kalan kısım alınarak 0.2 µm lik filtre kullanılarak süzüldü. Azot akışı altında 50 – 65 °C su banyosunda kuruyuncağa kadar buharlaştırıldı. Kalan katı madde 200 µl metanol su (2:1; v/v) karışımında çözülerek HPLC cihazına enjekte edildi. Hidroliz edilmiş örneklerin kromatografik ayırma işlemi mobil fazlı bir gradiyent elüsyon programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir: çözücü A: H₂O–0.1% triflorasetik asit (TFA) ve çözücü B: asetonitril (CH₃CN)–0.1% triflorasetik asit. HPLC için kullanılan gradiyent elüsyon değerleri Tablo 3.1'da gösterilmiştir.

Tablo 3.1 HPLC için kullanılan gradiyent elüsyon değerleri

Zaman (dk.)	Akış hızı (mL/dk.)	H ₂ O-%0.1 TFA (trifluoroasetik asit) (v/v)	CH ₃ CN(astonitril)- %0.1 TFA (v/v)
0.0	0.5	95	5
1.0	0.5	95	5
20	0.5	70	30
25	0.5	40	60
28	0.5	40	60
33	0.5	5	95
35	0.5	5	95
40	0.5	95	5
45	0.5	95	5

Topkapı Sarayı Müzesi Koleksiyonuna ait eserlerden alınan örnekler yukarıda açıklandığı gibi cihaz için hazırlandı ve boyarmadde analizleri HPLC-DAD yöntemi ile yapıldı. Boyarmadde bileşenlerinin tespiti için bilinen bileşenlerin spektrumları kullanılmıştır.

Tablo 3.2 Referans boyarmaddelerin alıkonma süresi ve maksimum absorbansı.

No	Boyarmaddeler	Alıkonma zamanı (dk.)	Maksimum Absorbans (nm)
1	Luteolin	23.637	259, 293, 348
2	Apigenin	28.322	251, 283, 328, 429
3	Alizarin	30.296	253, 294, 455, 480, 514
4	Purpurin	23.059	257, 396
5	Isorhamnetin	27.9	255, 297, 371
6	Rhamnetin	29.6	255, 299, 371
7	Emodin	31.701	264, 287, 440
8	Carminic acid	16.715	223, 274, 310, 348, 476, 495,532
9	Flavokermesic acid	26.370	220, 283, 343, 431
10	Ellagic acid	17.593	252, 300, 367
11	Indigotin	29.754	243, 285, 331, 609
12	Indirubin	30.684	240, 289, 362, 541

4.SONUÇLAR

4.1. SEM-EDX yöntemi ile yapılan analizler

4.1.1. SEM-EDX Yöntemi ile Kalitatif Element Analizi Metod Validasyonu Sonuçları

Referans malzemelerle yapılan tekrarlanabilirlik analizlerinde her bir elementin varlığı gözlemlenmiştir. Her bir elementin varlığını kanıtlayan grafikler Ek 1'deki gibidir.

Tablo 4.1'de her bir elementin karşısında yazılı olan LOD değerleri olarak hesaplanan en yüksek değer alınmıştır. Yapılan değerlendirmede katı numunelerde SEM-EDX ile yapılan analizlerde elementlerin kalitatif tayininin yapılabilirliği teyit edilmiştir.

Tablo 4.1 Validasyonu yapılan elementlerin kabul edilen LOD değerleri

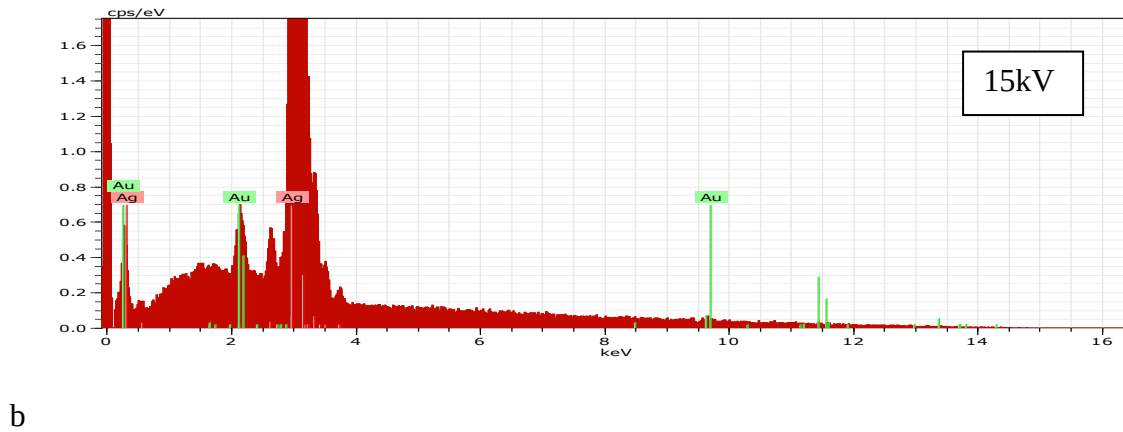
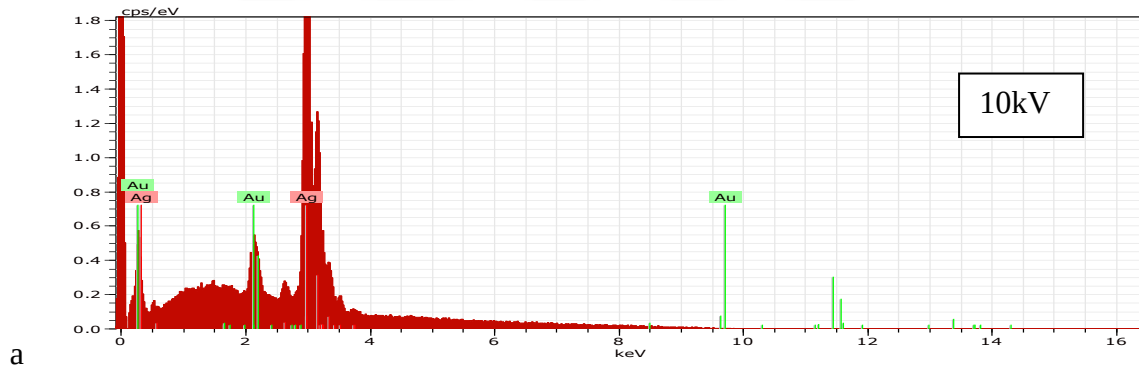
Sıra Numarası		LOD değerleri(ppm)
1	Cd	0,280
2	S	0,370
3	P	0,428
4	Na	0,337
5	F	0,415
6	N	0,481
7	Al	0,370
8	C	0,100
9	Cu	0,300
10	O	0,352
11	Zn	0,340
12	Bi	0,420
13	Au	0,379
14	Pd	0,340
15	Hg	0,431
16	Ag	0,277
17	Cl	0,253

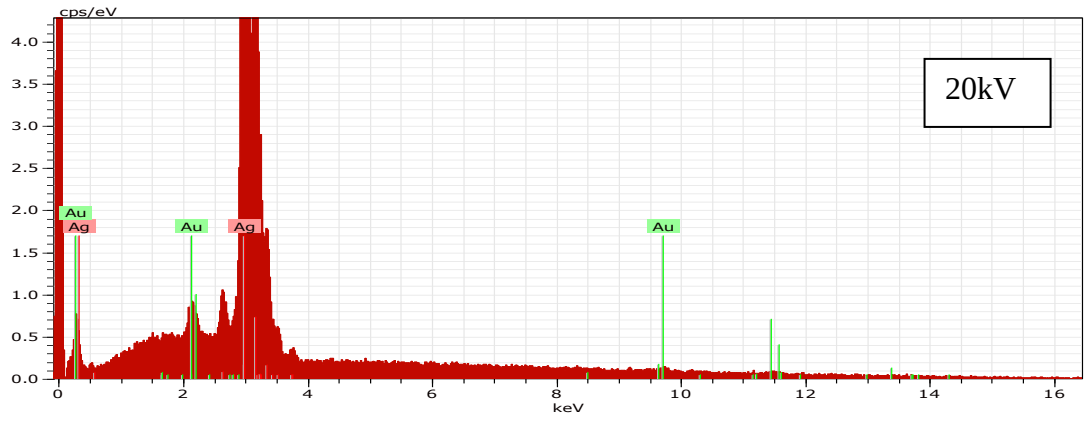
4.1.2. Standartların SEM-EDX Analiz Sonuçları

10, 15, 20, 25 ve 30 kV gibi değişik hızlandırıcı voltajlar kullanılarak standartlardaki kütlece altın ve gümüş yüzdeleri ölçülmüştür. Ölçümler 10 kez validasyon için tekrarlanmıştır. Aşağıda örnek olarak 10 nm altın kaplamalı standarttın değişik voltajlarda SEM-EDX ölçümleri tablo ve grafikte gösterilmiştir.

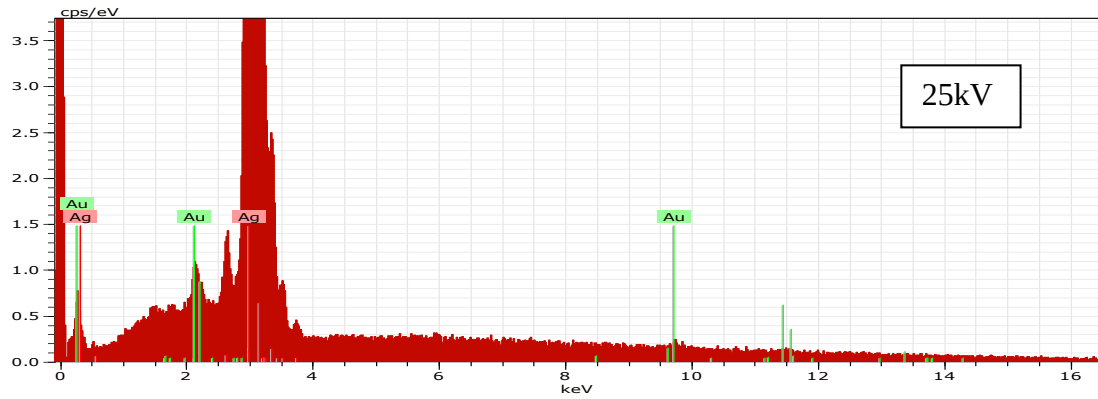
Tablo 4.2 10 nm kalınlığındaki kaplamanın 10 kV, 15 kV, 20kV, 25kV ve 30 kV voltajlardaki altın ve gümüş metallerinin kütlece yüzdesi

10 nm kalınlığındaki standart	10 kV	15 kV	20 kV	25 kV	30 kV
Au(%)	6,9	3,54	3,28	2,02	0,83
Ag(%)	93,05	96,46	96,72	97,98	99,17
Ag/Au	13,48	27,24	29,48	48,50	119,48

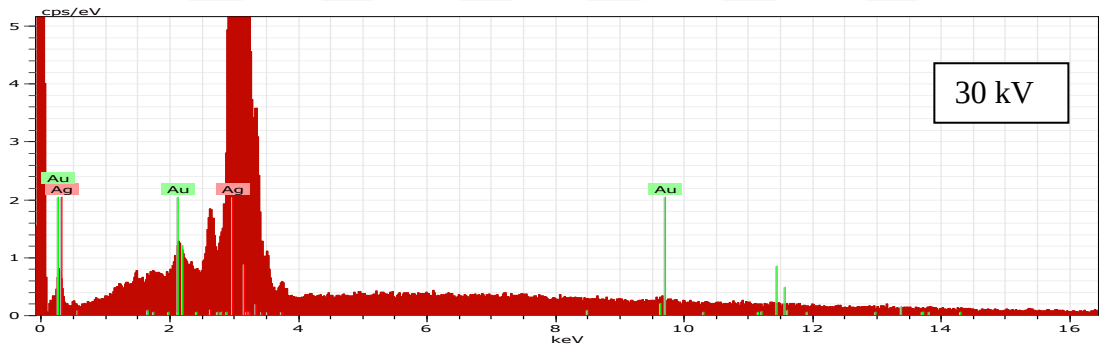




c



d



e

Şekil 4.1 10 nm kalınlığındaki kaplamanın 10 kV, 15 kV, 20kV, 25kV ve 30 kV voltajlardaki altın ve gümüş metallerinin EDX görüntüleri

Bütün standartlara ait altın ve gümüşün kütlece yüzdeleri Tablo 4.3’de gösterilmiştir

Standart olarak hazırlanan 10, 15, 20, 25 ve 30kV aralığında EDX ile ölçülen kaplamaların altın yüzdeleri ve kaplama kalınlığı(nm) arasındaki ilişkiyi gösteren koordinasyon grafikleri elde edildi. Çalıştığımız tarihi eserlerden alınan örneklerdeki klapdan kalınlığının hesaplanabilmesi için, standart grafiklerinden elde edilen denklemler bulundu. Örnek olarak 15 kV'luk voltajda kaplama kalınlığına karşın ölçülen kütlece altın yüzdesi grafiğinin denkleminin hesaplanması gösterilmiştir. Her voltaj için bulunan denklemler tarihi eserlerdeki klapdan tellerinin kaplama kalınlıkları için kullanıldı.

Hazırlanan standart kalibrasyon eğrisi üzerinde, gösterilen doğrusal ilişkiyi bulmanın en yaygın yolu olan en küçük kareler yöntemi kullanılır. Regresyon analizi ile bu iki değişken arasındaki ilişkinin varlığı ispatlanmaya gidildi. En küçük kareler yöntemiyle elde edilen regresyon katsayısı, $r^2 \geq 0,95$ olmalıdır. Standart eğri ise, 5-8 standart nokta içermeli ve tekrarlanabilir olmalıdır.

X: bağımsız değişken

y: bağımlı değişken

b: X =0 iken regresyon doğrusunun Y eksenı üzerindeki başlangıç noktası (Analitik yöntemde sabit hata ölçüsüdür).

$y = mx + b$ iki değişken arasındaki doğrusal fonksiyon

m:eğim (Analitik yöntemde oransal hata ölçüsü)

Doğrunun eğiminin (m) ve b noktasının istatisti ki hesaplanması için: S_{xx} , S_{xy} ve S_{yy} ile gösterilen üç terimin bilinmesi gerekir. Bunlar, derişim (x) ve ölçülen değere (y) bağılıdır. , $\bar{x}$ ve $\bar{y}$ 'de değişkenlerin ortalama değerleridir.

S_{xx} = tek tek x değerlerinin ortalama değerinden farklarının karelerinin toplamıdır

S_{yy} = hata kareler toplamı

R^2 :Determinasyon katsayısı

Standart olarak hazırlanan kaplamaların EDX sonuçlarına göre 15 kV hızlandırıcı voltajda elde edilen grafiğın denklem hesabı şu şekilde yapılmıştır.

$$x=50$$

$$S_{xx}=\sum(x_i-\bar{x})^2$$

$$S_{xx}= 1600+900+400+100+100+400+900+1600=6000$$

$$y= 33,56$$

$$S_{yy}= \sum (y_i-\bar{y})^2$$

$$S_{yy}=901,6+ 575,52+ 151,29+ 68,22+ 17,72+ 37,45+ 167,70+ 708,62+ 1098,92=3727,04$$

$$S_{xy} = \sum (x_i - \bar{x}) \cdot (y_i - \bar{y})$$

$$S_{xy} = 1200,8 + 719,7 + 246 + 82,6 + 61,2 + 259 + 798,6 + 1326$$

$$m = \frac{S_{xy}}{S_{xx}} = 0,7823$$

$$y = mx + b$$

$$b = \bar{y} - m\bar{x}$$

$$b = 33,56 - 0,7823 \cdot 50$$

$$= -5,55$$

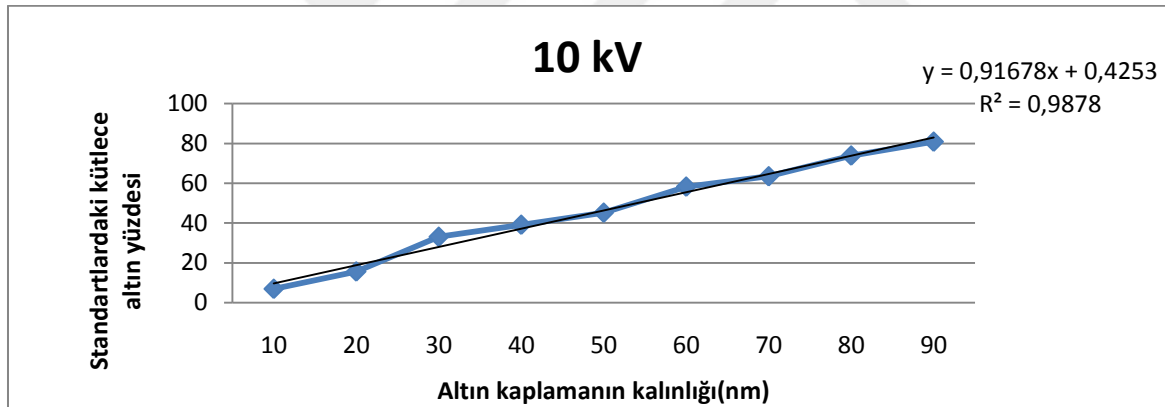
$$R^2 = \frac{\left(\frac{S_{xy}}{S_{xx}}\right)^2}{\frac{S_{yy}}{S_{xx}}} = 0,9852$$

$$y = ax + b$$

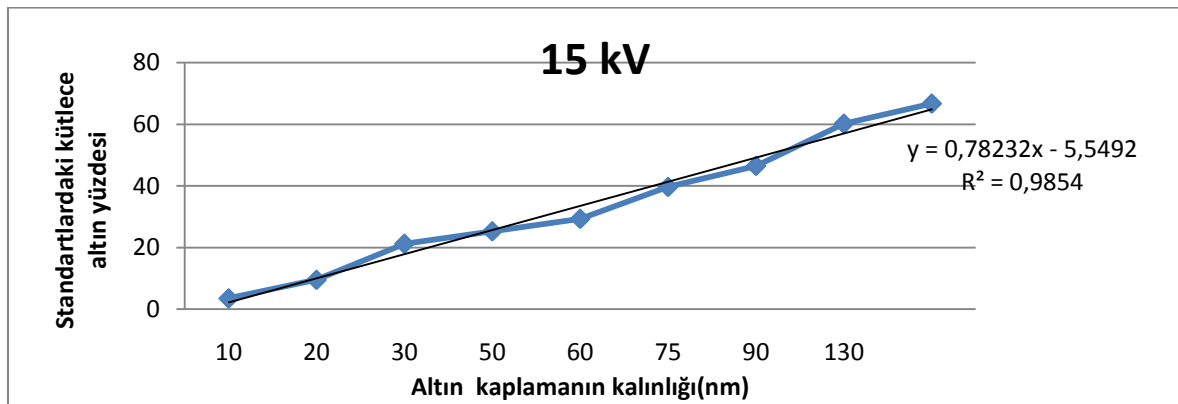
$$= 0,7823x - 5,55$$

Her bir voltaj için yukarıdaki yöntemle denklemler elde edildi. Bu denklemler grafiklerle birlikte gösterilmiştir.

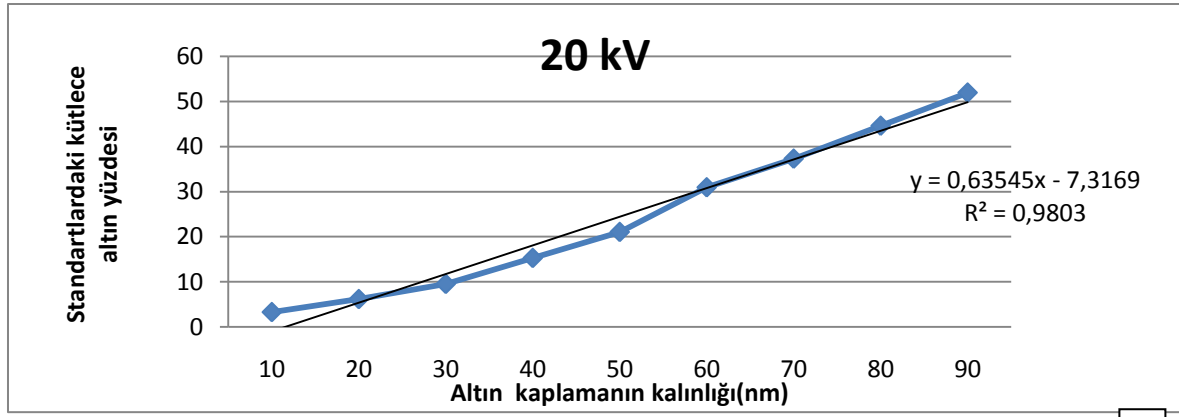
Grafikler ve elde edilen denklemleri:



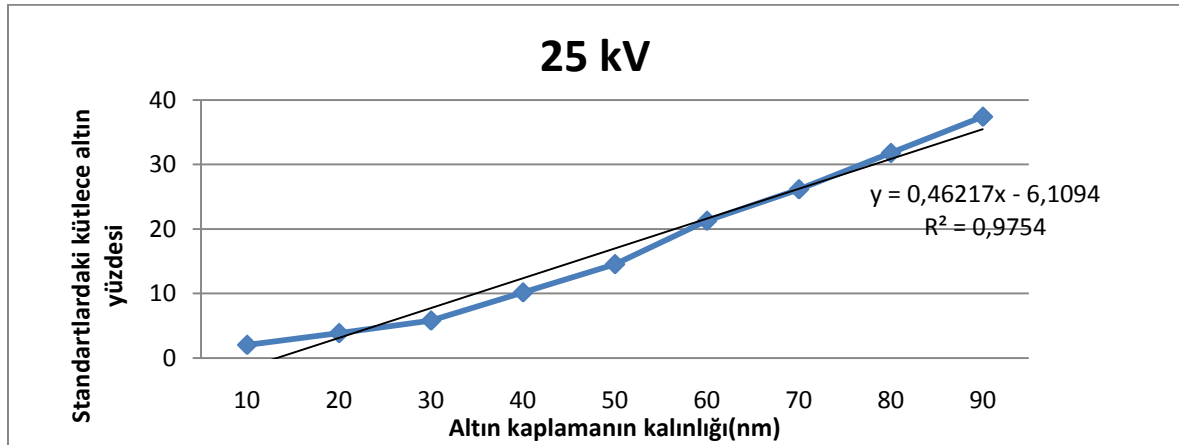
a



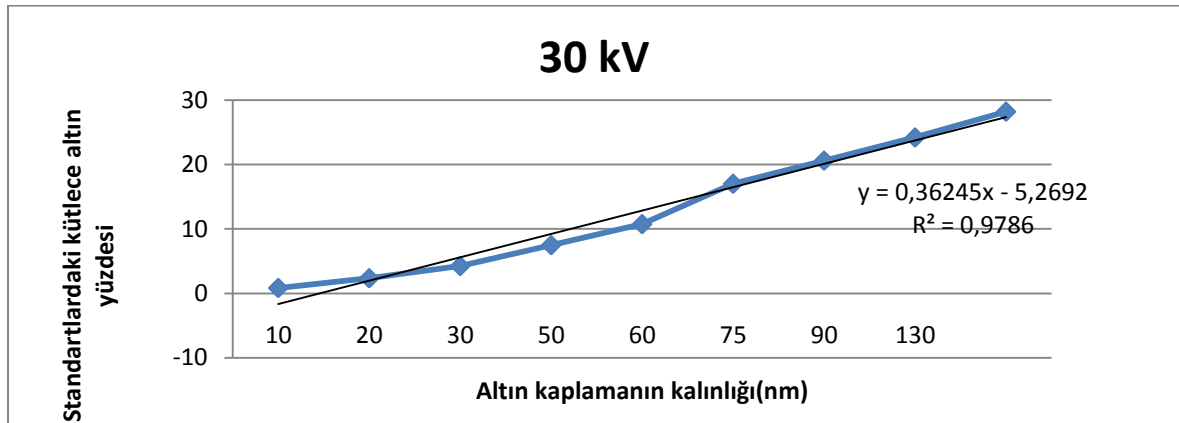
b



c



d



e

Şekil 4.2 a,b,c,d,e: Standartların taramalı elektron mikroskopunda farklı voltajlarda (10,15,20,25 ve 30 kV) altın kaplama kalınlığına karşı küttele altın yüzdesi grafiği.

Tablo 4.3'de ölçüm sonuçları olarak her bir kalınlıkta ölçülen standartlardaki altın ve gümüşün küttele yüzdesi ve gümüşün altına oranı hızlandırıcı voltajlara göre belirtilmiştir.

Tablo 4.3 Hızlandırıcı voltajlara göre standartlardaki altın ve gümüşün kütlece yüzdesi ve gümüşün altına oranı.

Altın Kaplamanın											
Kalınlığı		10nm	20 nm	30 nm	40 nm	50nm	60 nm	70 nm	80 nm	90 nm	
Hızlandırılmış Voltaj	10	Au(%)	6,9	15,65	33,07	39,12	45,18	58,26	63,46	73,86	80,83
	kV	Ag(%)	93,05	84,35	66,93	60,88	54,82	41,74	36,54	26,14	19,17
		Ag/Au	13,48	5,38	2,02	1,55	1,21	0,71	0,57	0,35	0,23
	15	Au(%)	3,54	9,57	21,26	25,30	29,35	39,68	46,51	60,18	66,71
	kV	Ag(%)	96,46	90,43	78,74	74,70	70,65	60,32	53,49	39,82	33,29
		Ag/Au	27,24	9,45	3,70	2,95	2,4	1,52	1,15	0,66	0,49
	20	Au(%)	3,28	6,16	9,52	15,28	21,05	30,95	37,30	44,60	51,96
	kV	Ag(%)	96,72	93,84	90,48	84,72	78,95	69,05	62,70	55,40	48,04
		Ag/Au	29,48	15,23	9,50	5,54	3,75	2,23	1,68	1,24	0,92
	25	Au(%)	2,02	3,84	5,79	10,16	14,54	21,27	26,16	31,79	37,42
	kV	Ag(%)	97,98	96,16	94,21	89,84	85,46	78,73	73,84	68,21	62,58
		Ag/Au	48,50	25,04	16,27	8,84	5,87	3,70	2,82	2,14	1,67
	30	Au(%)	0,83	2,34	4,23	7,48	10,74	17,02	20,61	24,21	28,22
	kV	Ag(%)	99,17	97,66	95,77	92,52	89,26	82,98	79,39	75,79	71,78
		Ag/Au	119,48	41,73	22,64	12,36	8,31	4,87	3,85	3,13	2,54

Aşağıda sırayla eserlerden alınan örneklerin önce SEM görüntüleri daha sonra da değişik voltajlarda EDX ölçümleri yapılmıştır. Özellikle altın saptanan örneklerde 10-30 kV aralığında değişen hızlandırıcı voltajlarda nicel ve nitel analiz yapıldı.

4.1.3. ESERLERİN SEM-EDX ANALİZ SONUÇLARI

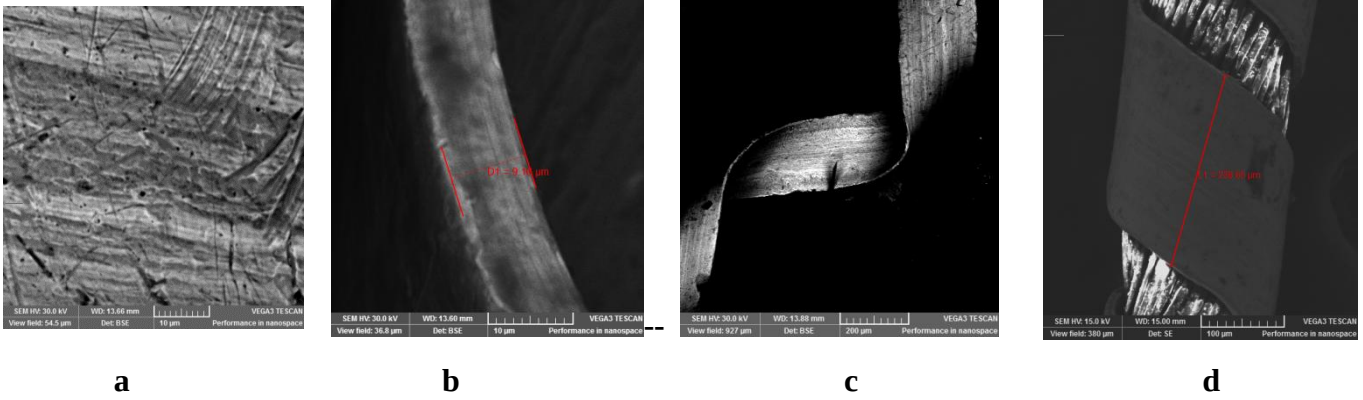
4.1.3.1.Topkapı Sarayı Müzesi 13/466 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



Şekil 4.3 13/466 Envanter numaralı eserin fotoğrafı

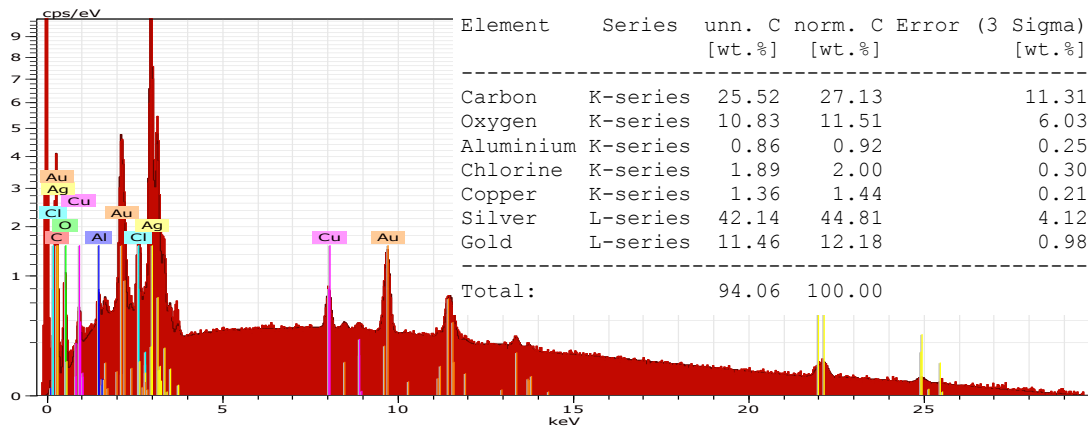
Şekil 4.4 13/466 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü

13/466 Envanter no lu eserin klapdanının SEM görüntülerine göre durumunun çok kötü olmadığı gözlemlenmiştir. Tel çekme işleminin izleri açık bir şekilde görülmektedir. Telin genişliği 238,65 μm , klapdan kalınlığı ise 9,16 μm ölçülmüştür. Kirlilikten çok değişik yönde ki çizikler tel şekli verilirken olduğunu düşündürmektedir. Ayrıca tel kanarlarının girintili çıkıntılı olmaması şeritler halinde kesilmeyip haddeleme yöntemiyle elde edildiğini gösterir.

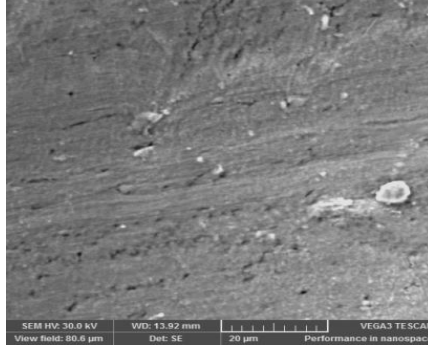


Şekil 4.5 a-13/466 envanter numaralı eserdeki klapdan telin dış yüzeyinin SEM görüntüsü; b-13/466 envanter numaralı eserdeki klapdan telin iç ve dış görüntüsü; c- klapdan telin genişliği, d- klapdanın kalınlığı

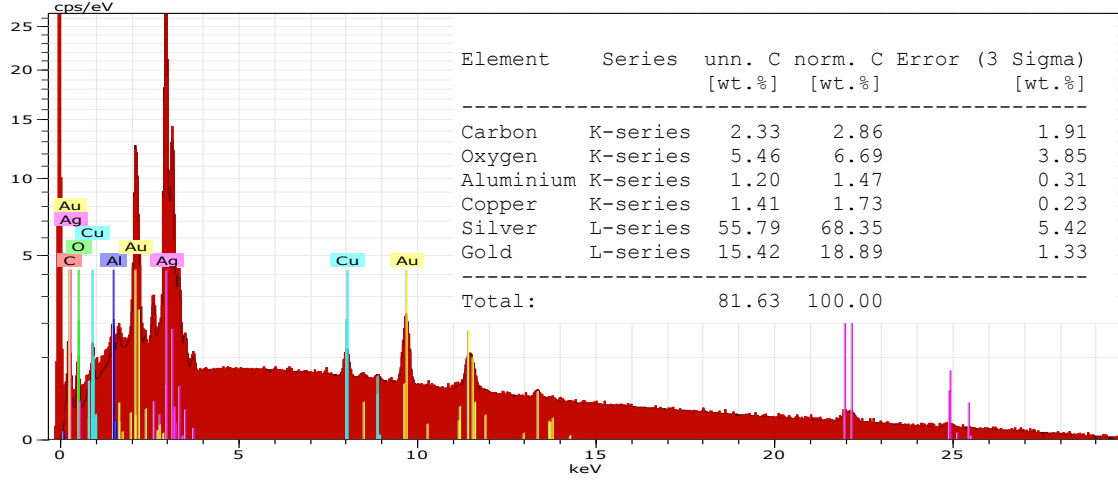
Klapdanın iç ve dış kısımlarından alınan değişik voltajlarda alınan EDX sonuçlarına göre telde kütlece Ag/Au oranı yaklaşık 3/1 civarındadır. Kütlece en yüksek element Ag tür (kütlece % 45-60 oranında alınan değişik yerlere göre değişmektedir). Klapdanın analizinde az miktarda Cu (% 1,44) ve az miktarda Cd tespit edilmiştir. Kirlilik olarak da Al ve Cl tespit edilmiştir.



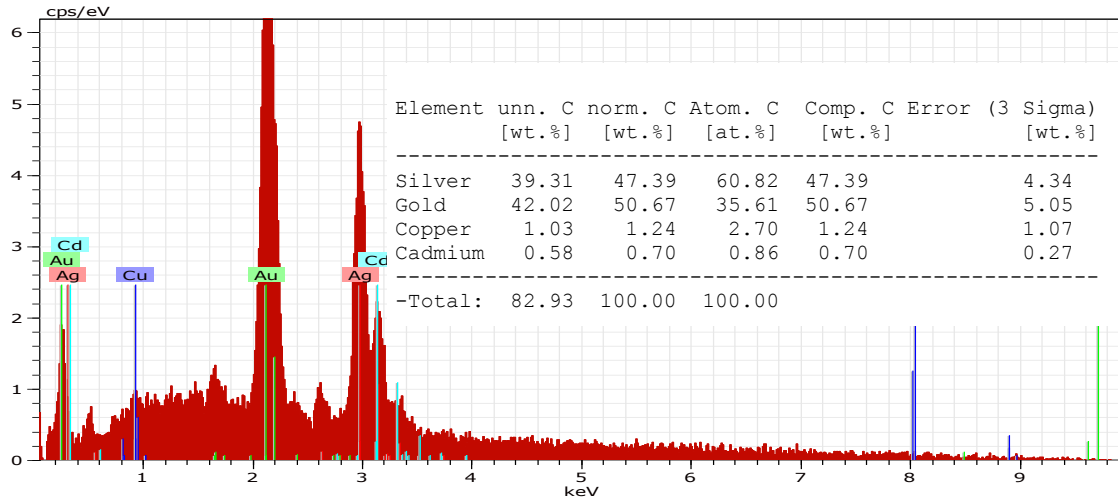
Şekil 4.6 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın bütün elementlerinin SEM-EDX spektrumu



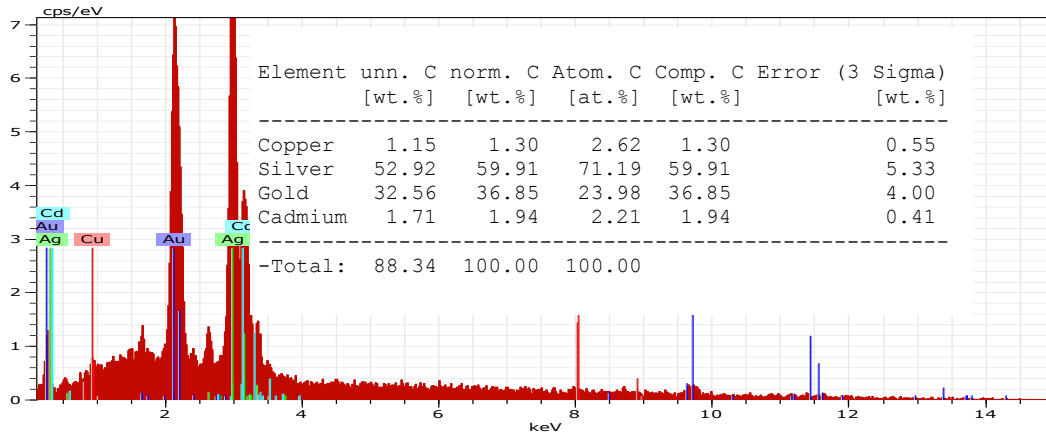
Şekil 4.7 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın iç yüzeyinin SEM görüntüsü



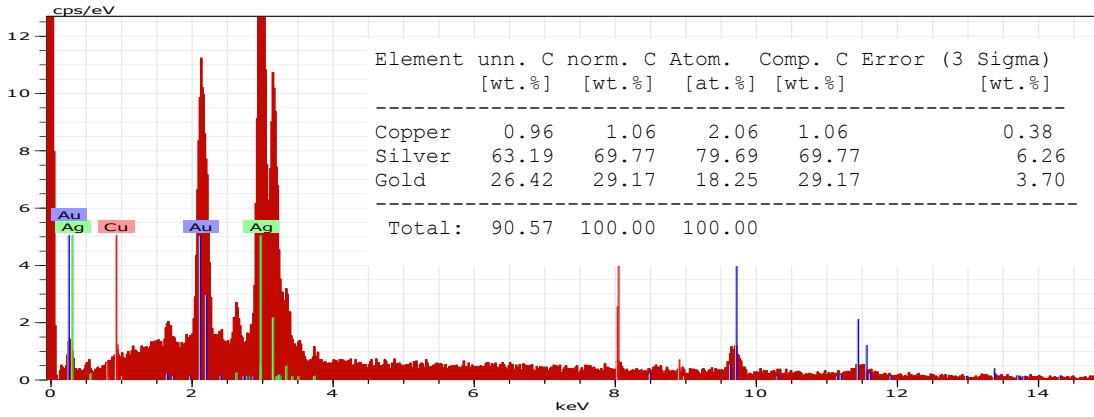
Şekil 4.8 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın iç yüzeyindeki tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu



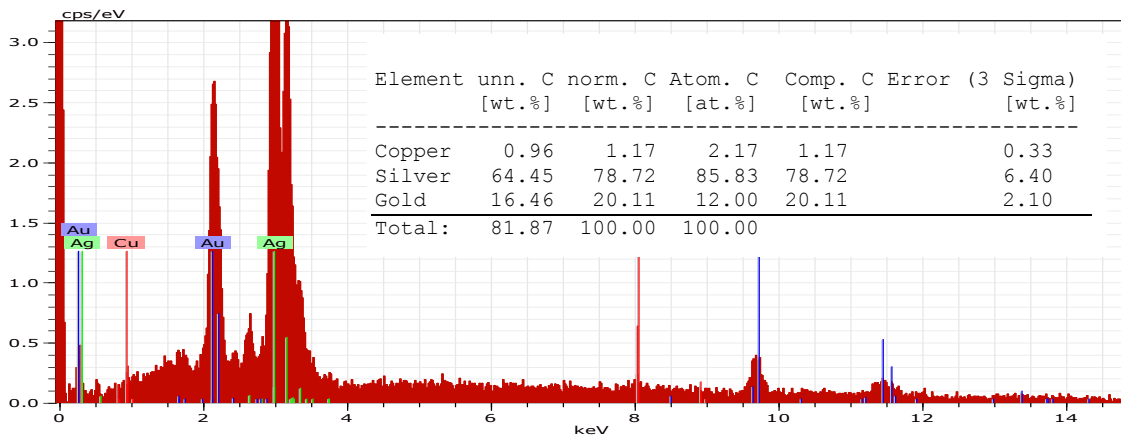
Şekil 4.9 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



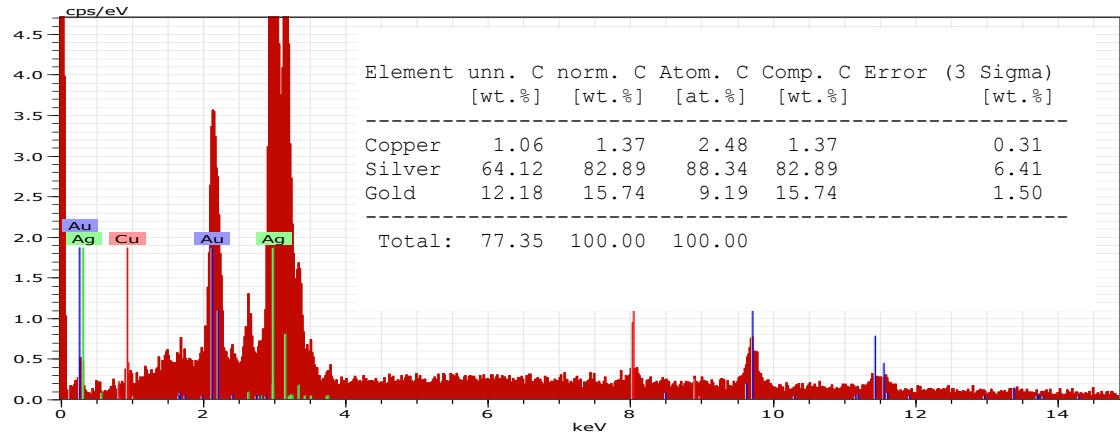
Şekil 4.10 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.11 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.12 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

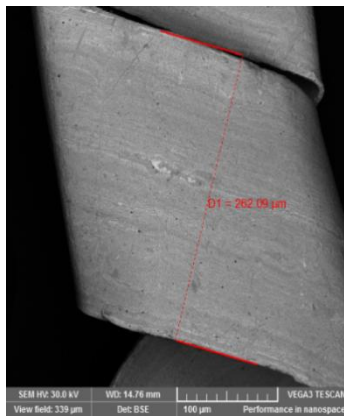


Şekil 4.13 13/466 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

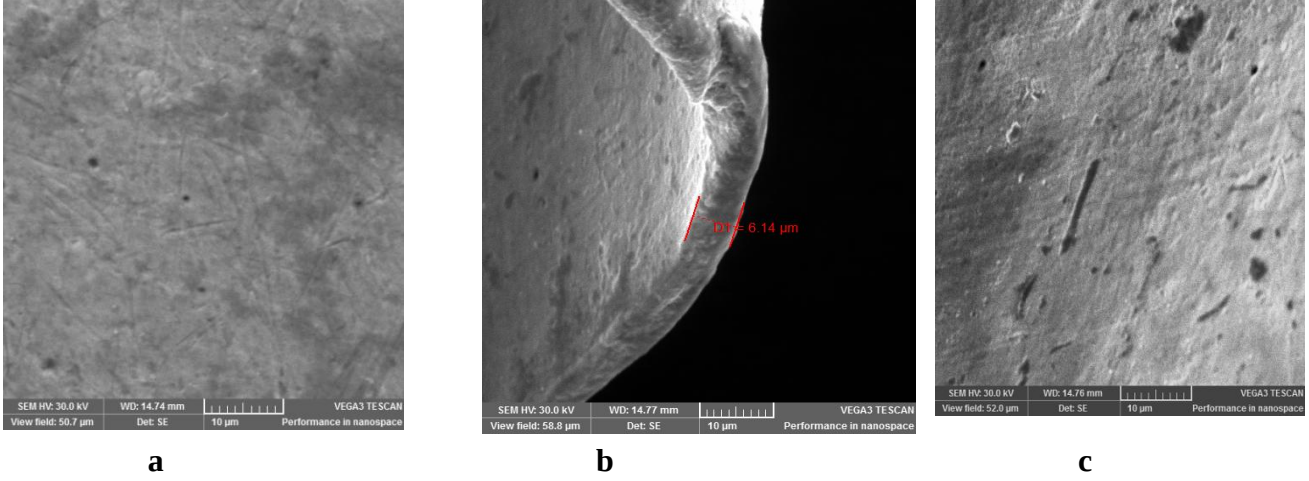
Kaplama olup olmadığının anlaşılabilmesi için farklı voltajlarla yapılan analizlerde kütlece altın yüzdesinin 10 kV 50,67 iken 30 kV lık hızlandırılmış voltajda bu miktarın 15,74 ölçülmesi klapdanın altın kaplama olduğunu bize göstermiştir. Ayrıca iç ve dış kısmın birbirine yakın element kompozisyonu içermesi çift taraflı kaplamalı bir tel olduğuna işarettir.

The image displays a historical garment, a green and gold robe, laid flat on a white surface. The robe features a wide, flared skirt and a long, narrow front panel with a decorative, possibly embroidered, border. A small, dark, rectangular object, likely a metal clasp or fastener, is visible on the front panel. An inset image in the bottom right corner provides a close-up view of a metal clasp, showing its intricate, twisted design and the way it fits into a slot on a dark, textured surface.

Şekil 4.15 13/574 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü

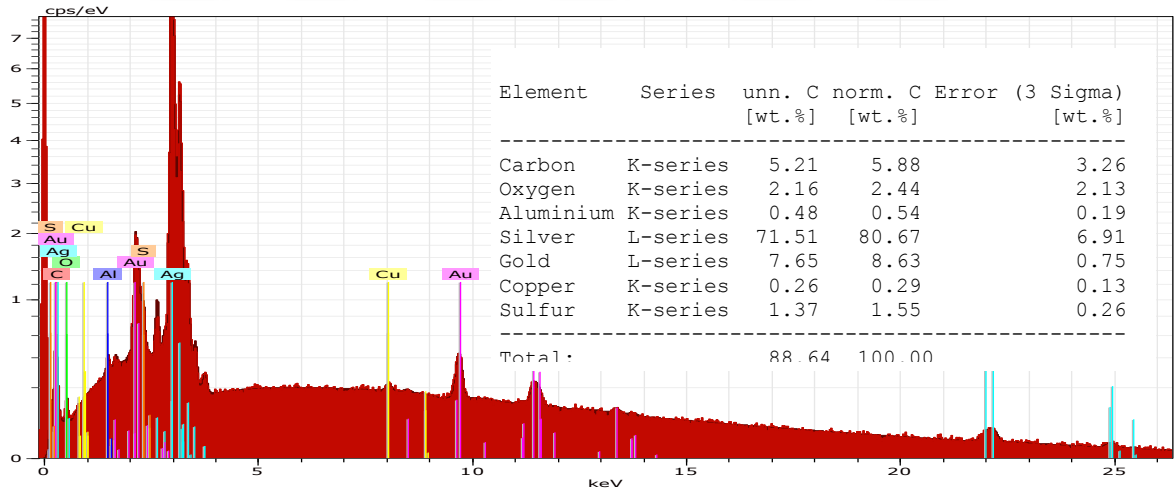


Şekil 4.16 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın genişliği (262,09 μm)



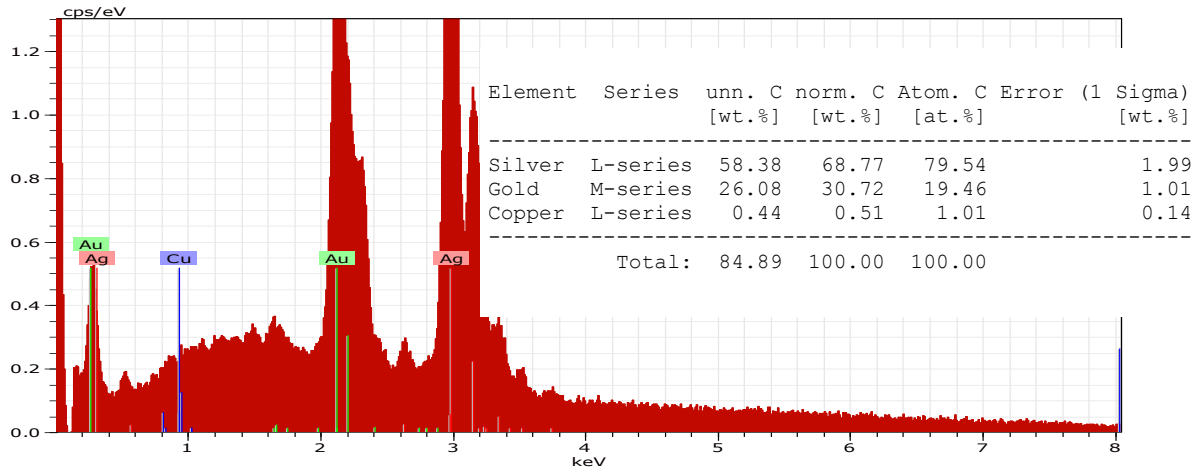
Şekil 4.17 a-13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü; b- 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın kalınlığının görüntüsü; c- klapdanın iç kısmının SEM görüntüsü.

Dış kısım ölçümlerinden birinde kütlece Ag miktarı 80,67, Au miktarı da 8,63 olarak ölçülmüştür. Ölçümlerde çok az kütlece 0,29 gibi bakır belirlenmiştir. Kirlilik olarak yine oksitlerinden kaynaklı sülfür ve az miktarda Al bulunmuştur.

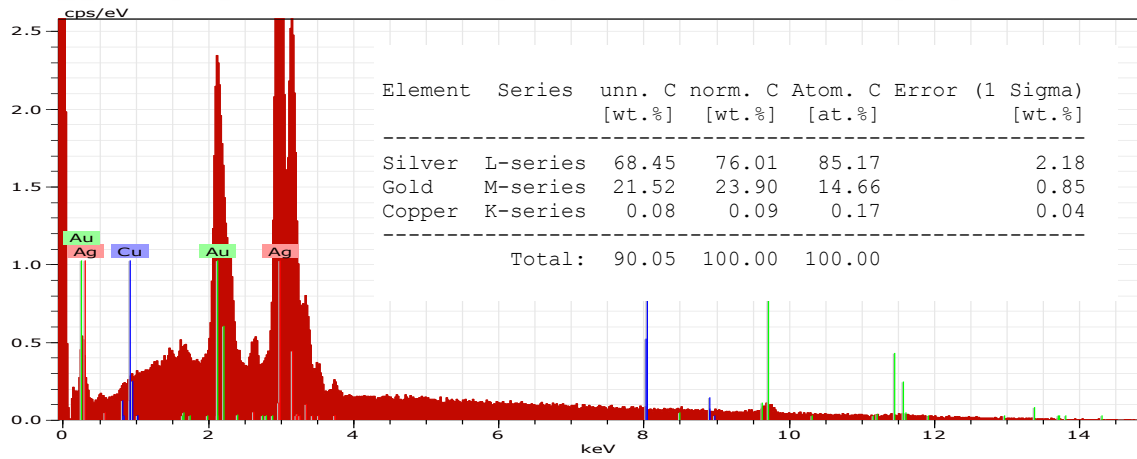


Şekil 4.18 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu

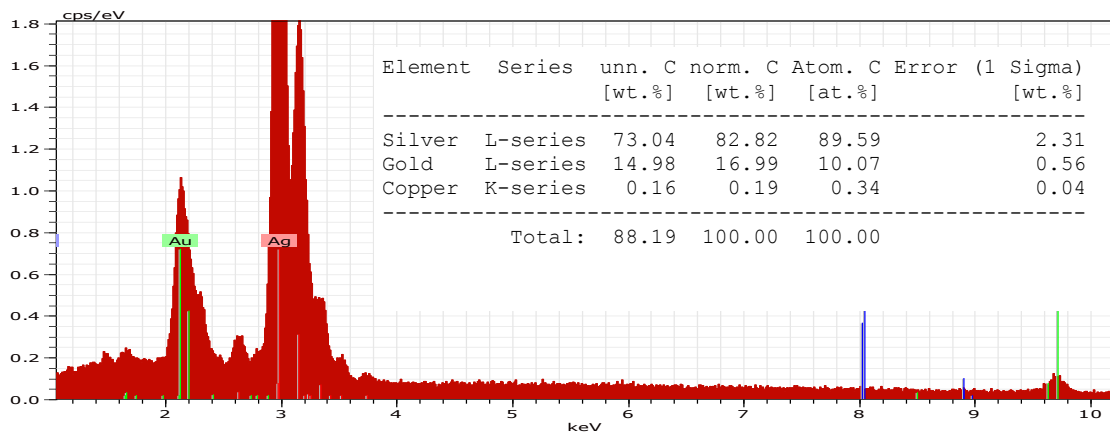
Farklı voltajlarda klapdanın EDX ölçümleri göstermiştir ki kütlece altın yüzdesi 10 kV da 30.72 olarak belirlenirken 30 kV lık hızlandırılmış voltajda kütlece 8.44 e kadar inmiştir.



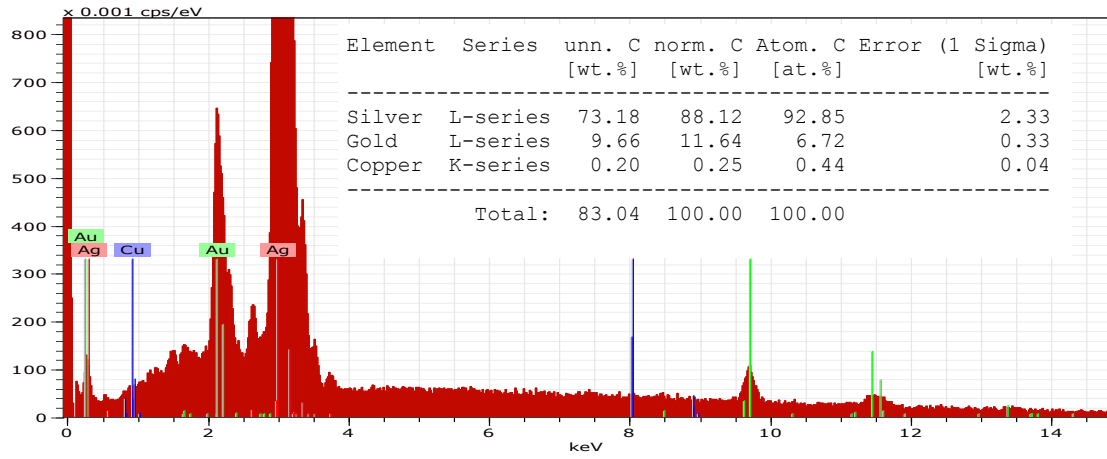
Şekil 4.19 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



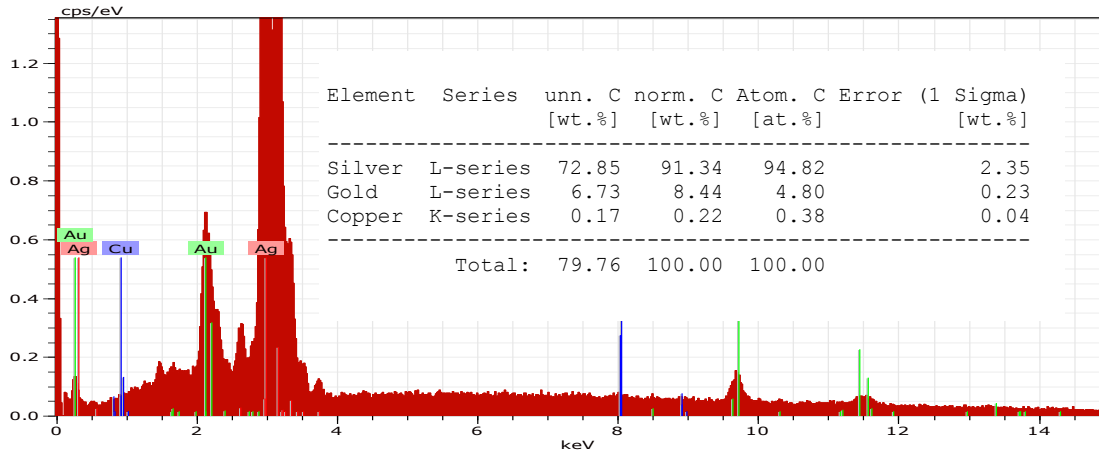
Şekil 4.20 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.21 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

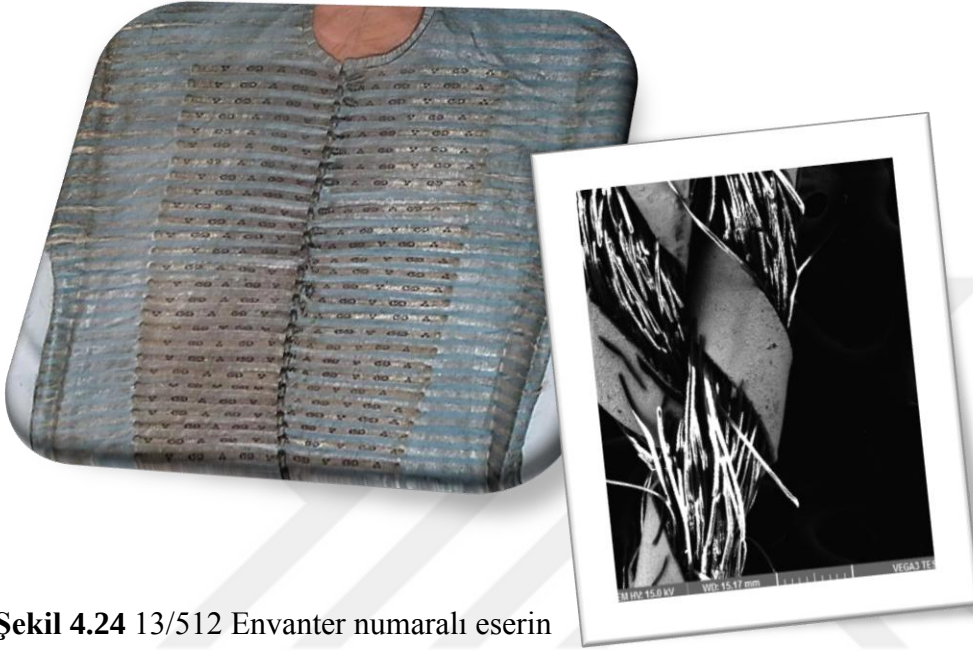


Şekil 4.22 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



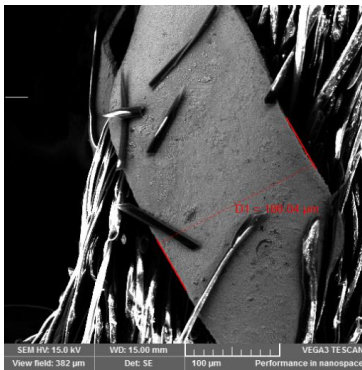
Şekil 4.23 13/574 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

4.1.3.Topkapı Sarayı Müzesi 13/512 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



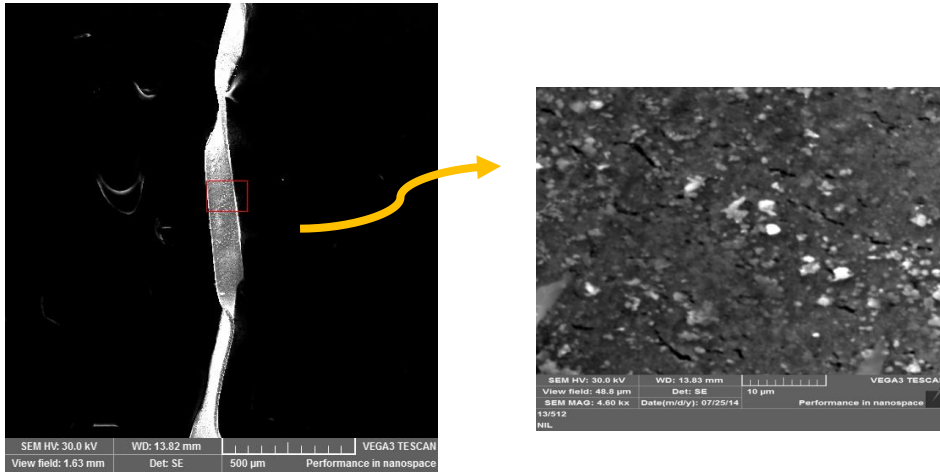
Şekil 4.24 13/512 Envanter numaralı eserin fotoğrafı

Şekil 4.25 13/512 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü



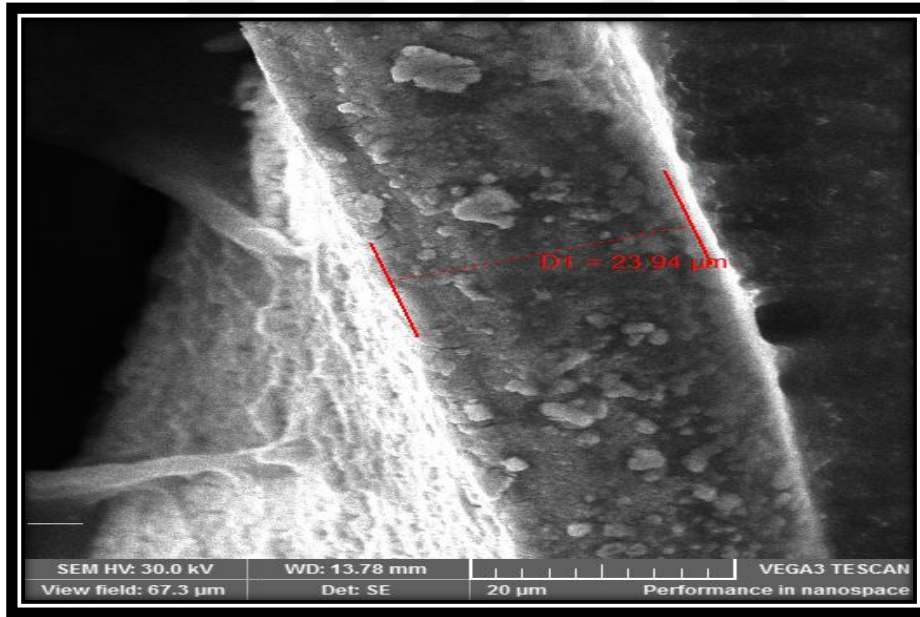
13/512 Envanter No lu eserin çift taraflı SEM görüntüsüne göre klapdan oldukça korozyona uğramıştır. Kirlilik oldukça fazladır. Genişliği 186,04µm, kalınlığı ise 23,94 µm olarak ölçülmüştür. Dış kısımda çatlaklarda bir hayli fazladır. Telin kenarları ovaldir, tel kesme olmadığını gösterir.

Şekil 4.26 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın genişliği 186,04 µm olarak ölçüldü.

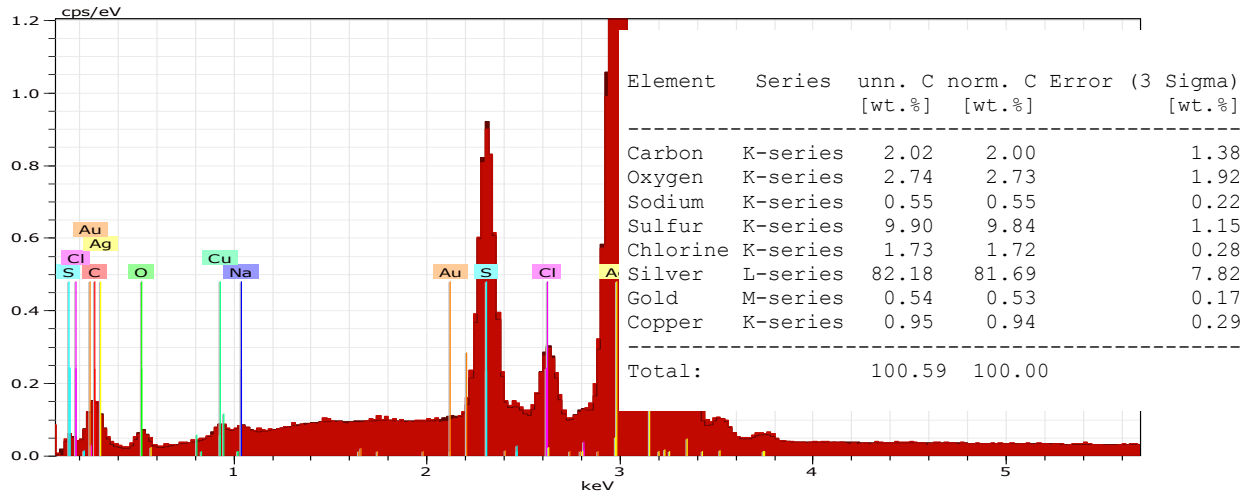


Şekil 4.27 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın ölçümünün alındığı yer

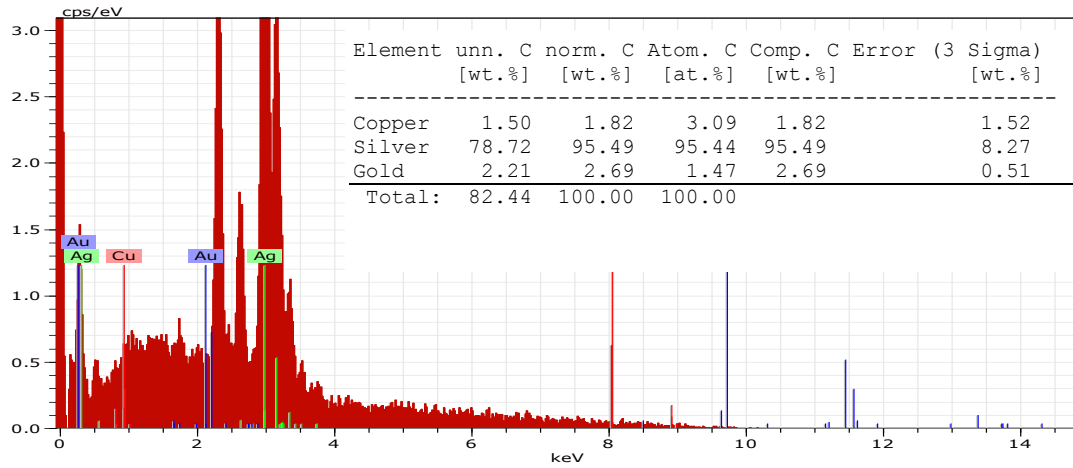
Eserin EDX sonuçlarına bakıldığında altın miktarının az olduğu, bakır miktarının biraz daha az olduğu telin Ag den yapıldığı gözlemlenmiştir. Kirlilik olarak sülfür miktarının çok fazla oluşu yüzeydeki Ag_2S bileşiklerinden kaynaklanmaktadır.



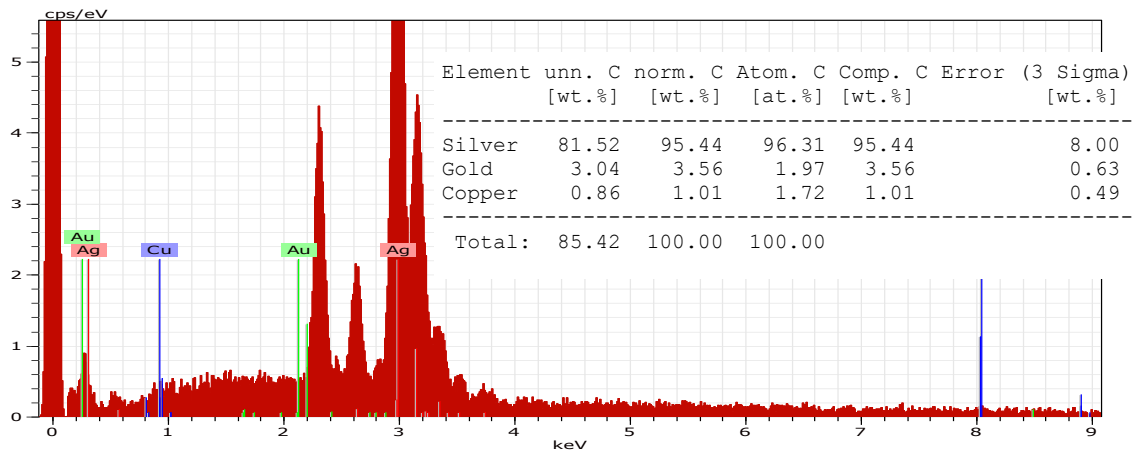
Şekil 4.28 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın kalınlığı 23,94 µm ölçüldü.



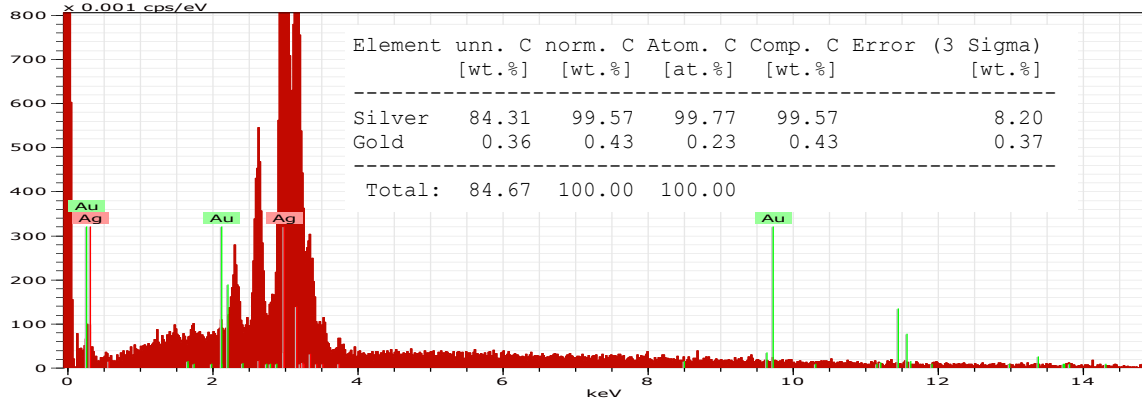
Şekil 4.29 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu



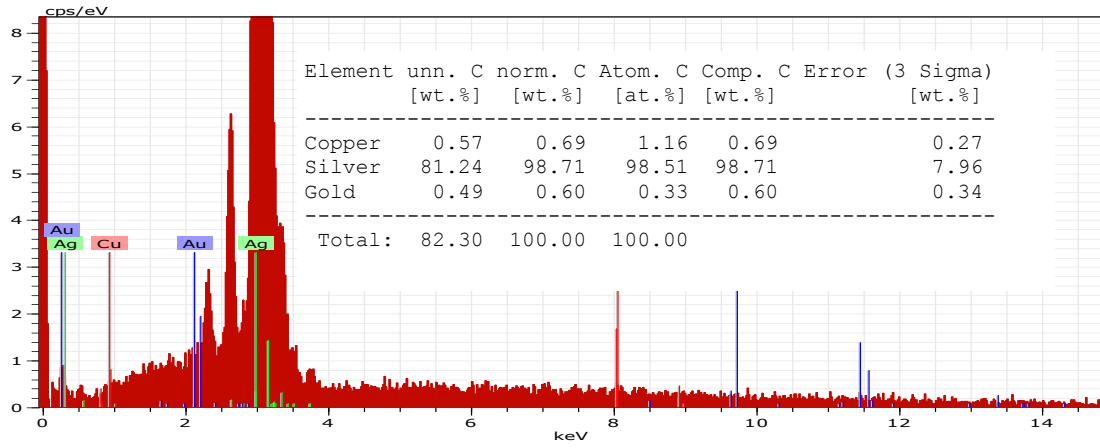
4.30 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



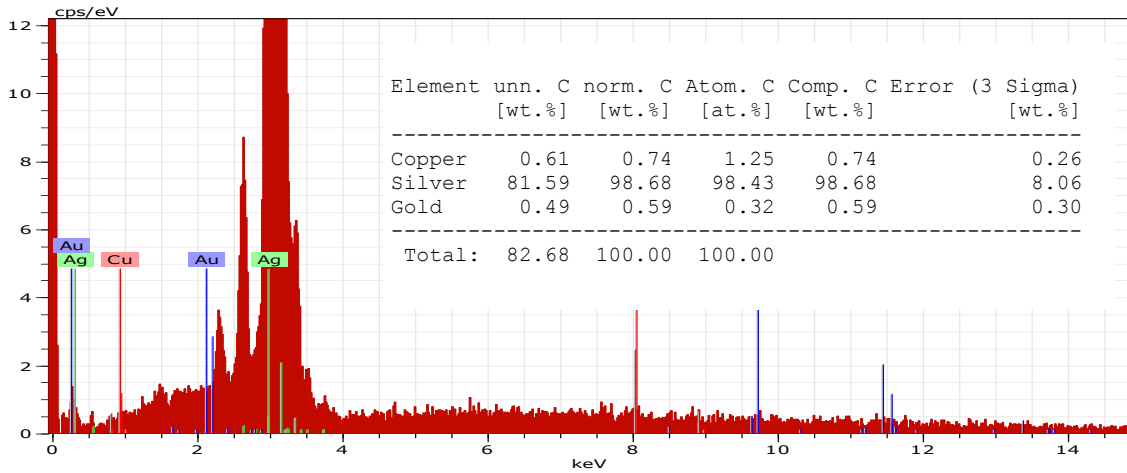
Şekil 4.31 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.32 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.33 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



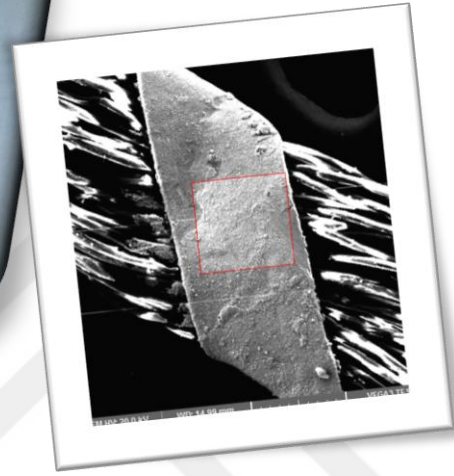
Şekil 4.34 13/512 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

Kaplama olup olmadığının anlaşılabilmesi için farklı voltajlarla yapılan analizlerde kütlece altın yüzdesinin 10 kV 2,69 iken 30 kV lık hızlandırılmış voltajda bu miktarın 0,59 ölçülmesi klapdanın altın kaplama olduğunu bize göstermiştir.

4.1.3.4.Topkapı Sarayı Müzesi 13-501 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



Şekil 4.35 13/501 Envanter numaralı eserin fotoğrafı

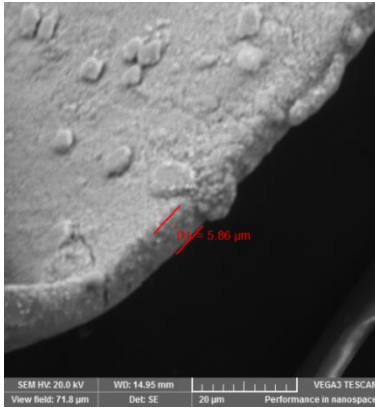


Şekil 4.36 13/501 Envanter numaralı eserin klapdanın SEM görüntüsü



Şekil 4.37 13/501 envanter numaralı eserin kol pervazının fotoğrafı

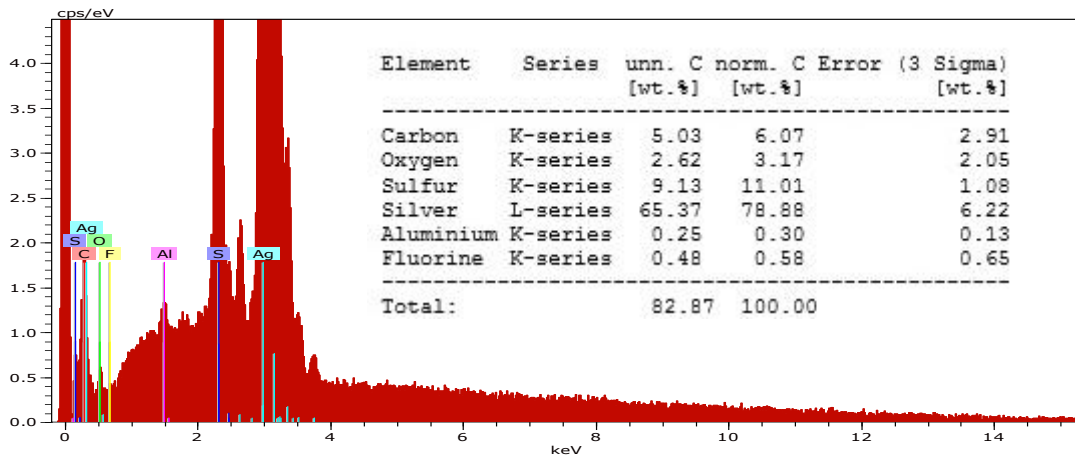
13/501 Envanter numaralı eserin klapdanının SEM görüntülerine göre klapdanın yüzeyinin oldukça korozyona uğradığı gözlemlenmiştir. Telin kalınlığı ise 5,86 μm ölçülmüştür.



Telin iç ve dış kısım analizinde telin gümüşten yapıldığı anlaşılmıştır. Gümüş haricinde telde çok az alüminyum bulunmuştur. Sulfür miktarının çok olması kirlilik olarak gümüş sülfür bileşiklerinin oldukça çok olduğunu göstermiştir. Özellikle kabartılardan birinin analizi bunu doğrulamaktadır.

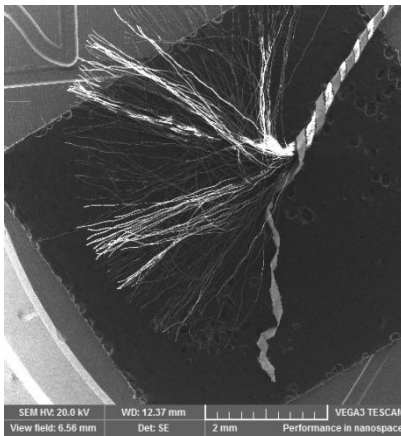
Şekil 4.38 13/501 envanter numaralı eserdeki

klapdanın kalınlığının fotoğrafı



Şekil 4.39 13/501 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu

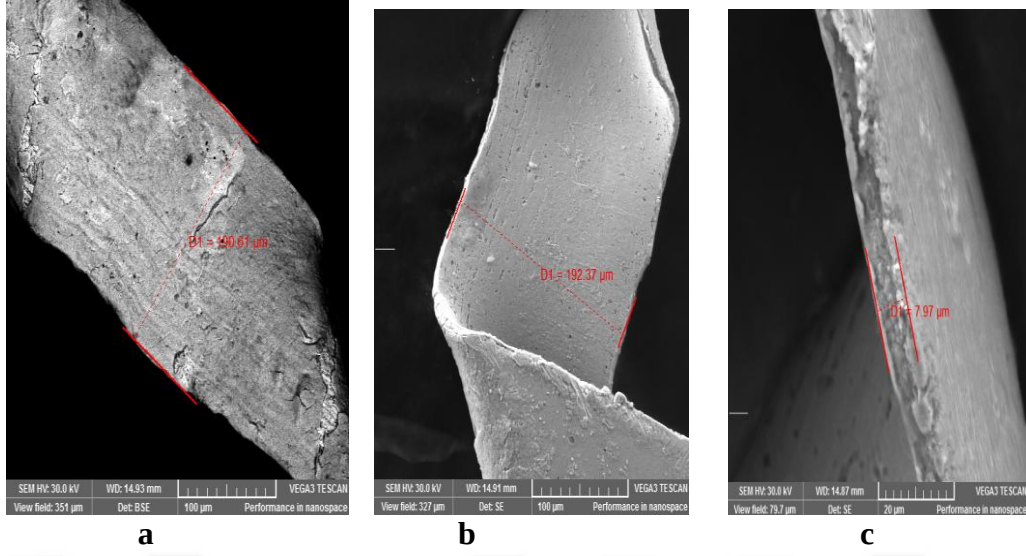
4.1.3.5. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1025 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



SEM görüntülerine bakıldığında bu eserdeki klapdanın oldukça yıpranmış olduğu gözlenmiştir. Telin kenarlarından ve yüzeydeki çizgilerden tel çekme işleminin uygulandığını gösterir. Klapdanın üst yüzeyinde kabuklanma ve çatlaklar gözlenmiştir. Telin genişliği 190,61 µm, kalınlığı ise 7,57 µm dir.

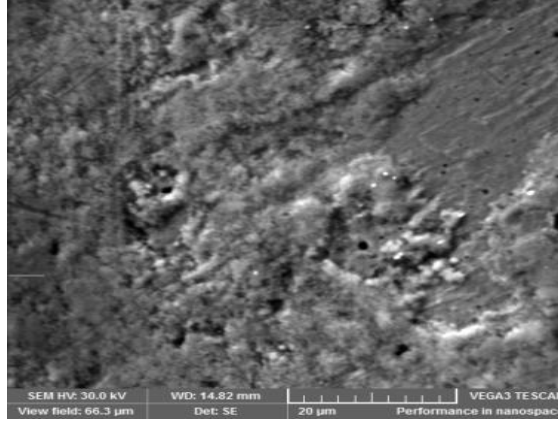
Şekil 4.40 13/1025 Envanter numaralı

eserdeki klapdanın SEM görüntüsü

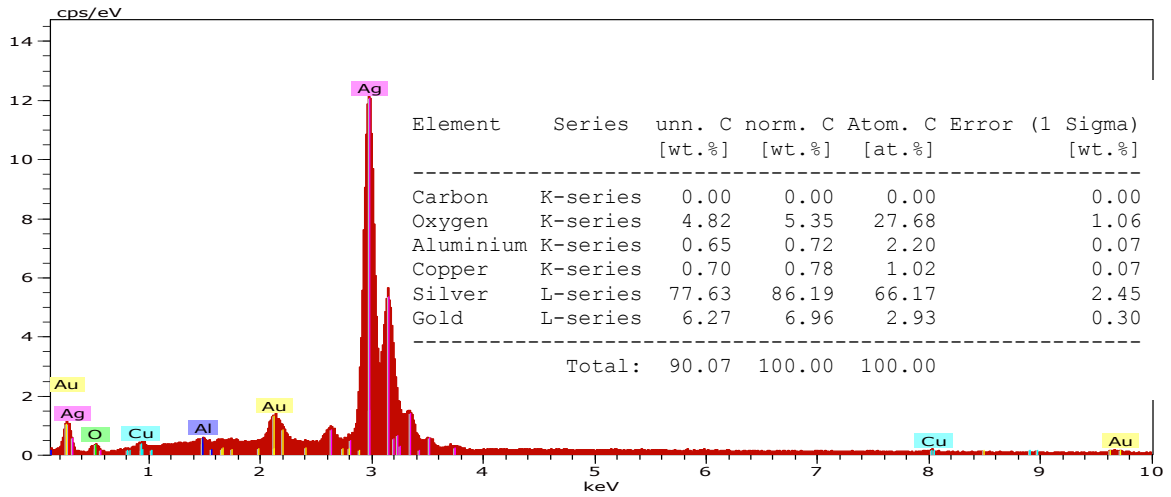


Şekil 4.41 a-13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü;
b- klapdanın genişliğinin SEM görüntüsü (192,37 µm) c- klapdanın kalınlığı SEM görüntüsü (7,97 µm)

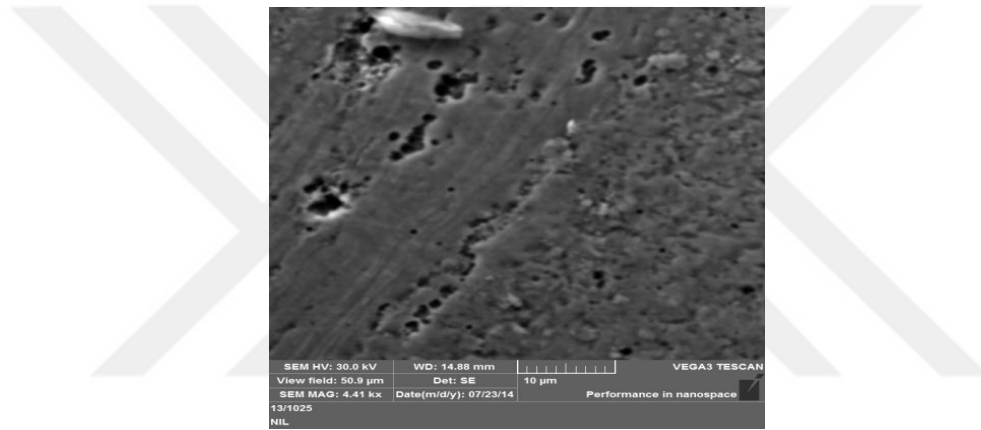
Klapdanın EDX analizlerine göre telde büyük oranda Ag (kütlece % 88,79) çok az miktarda Au (kütlece % 3,59) bulunmuştur. Eser miktarda da Cu (kütlece % 1,17) tespit edilmiştir. İç kısmın analizinde metal yüzdesininin dış kısma göre fazla olduğu dış kısımda da C ve O miktarının daha fazla olduğu belirlenmiştir.



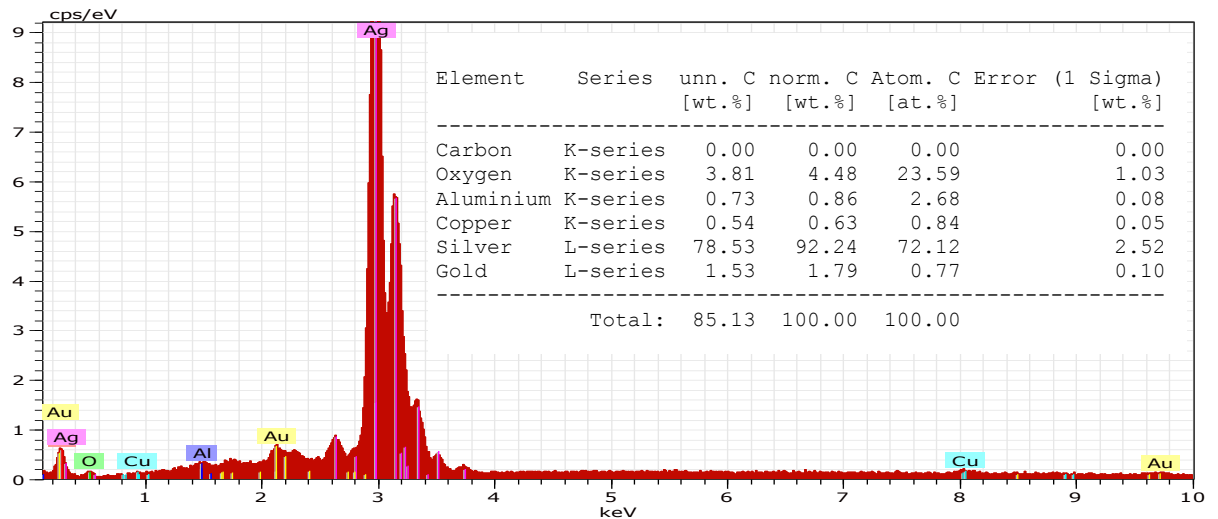
Şekil 4.42 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü



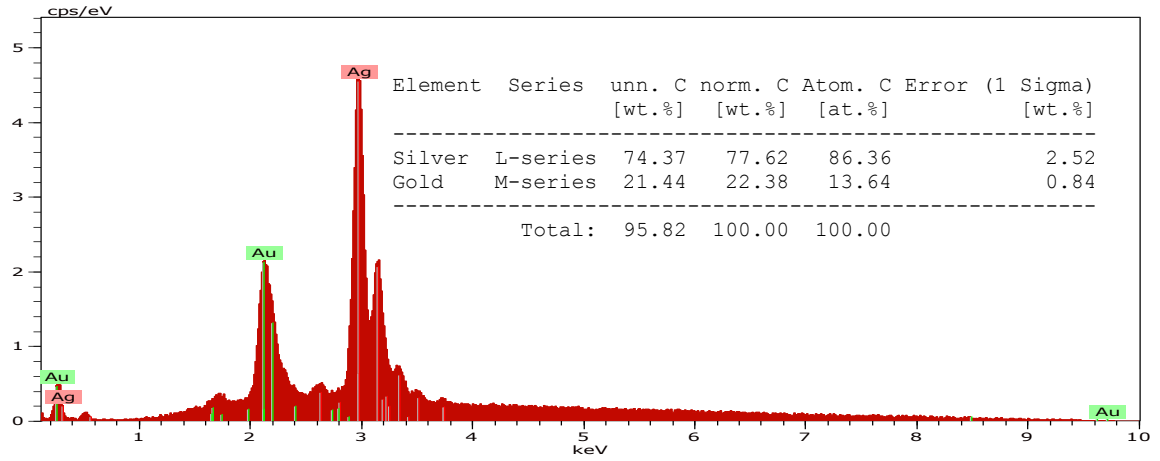
Şekil 4.43 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanda dış kısmın tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu



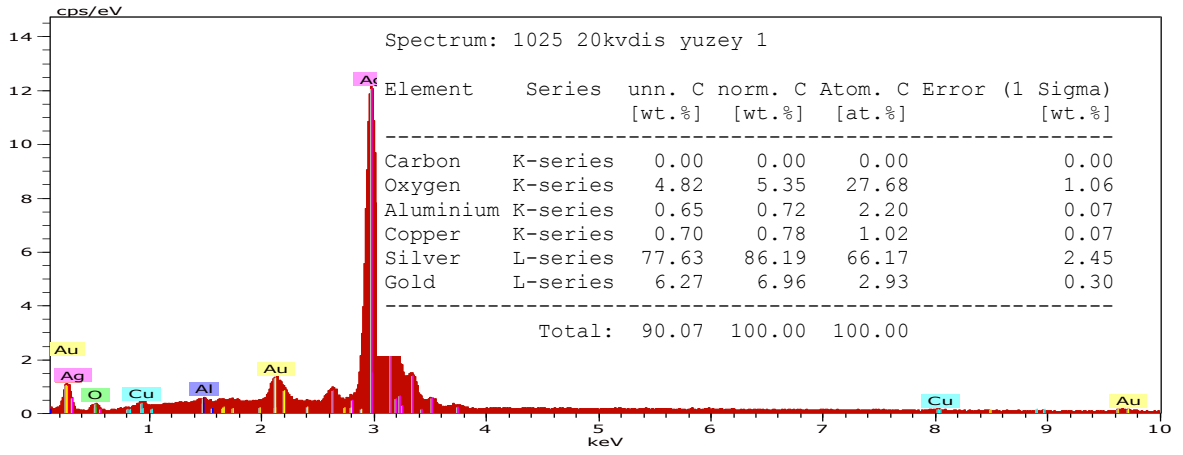
Şekil 4.44 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü



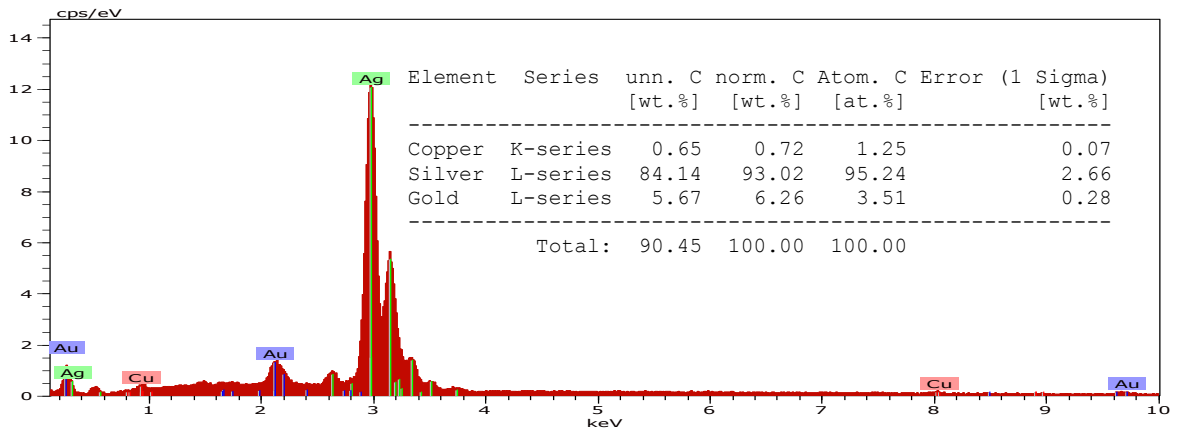
Şekil 4.45 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın iç yüzeyindeki tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu



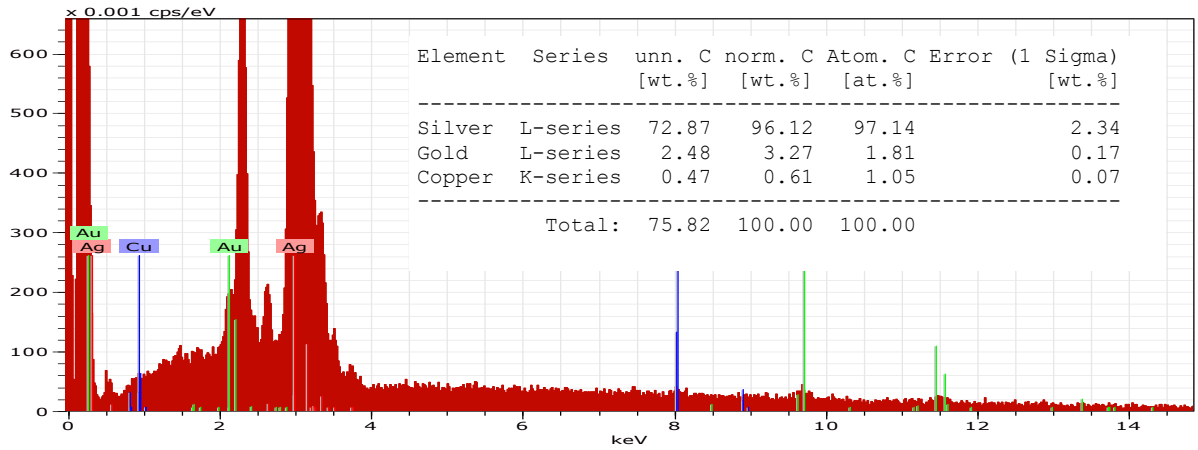
Şekil 4.46 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



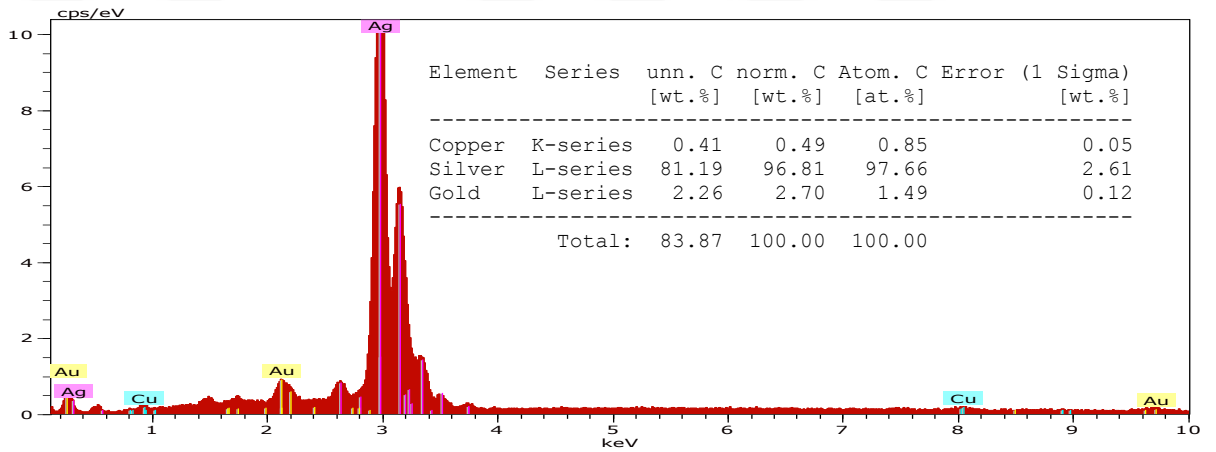
Şekil 4.47 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.48 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



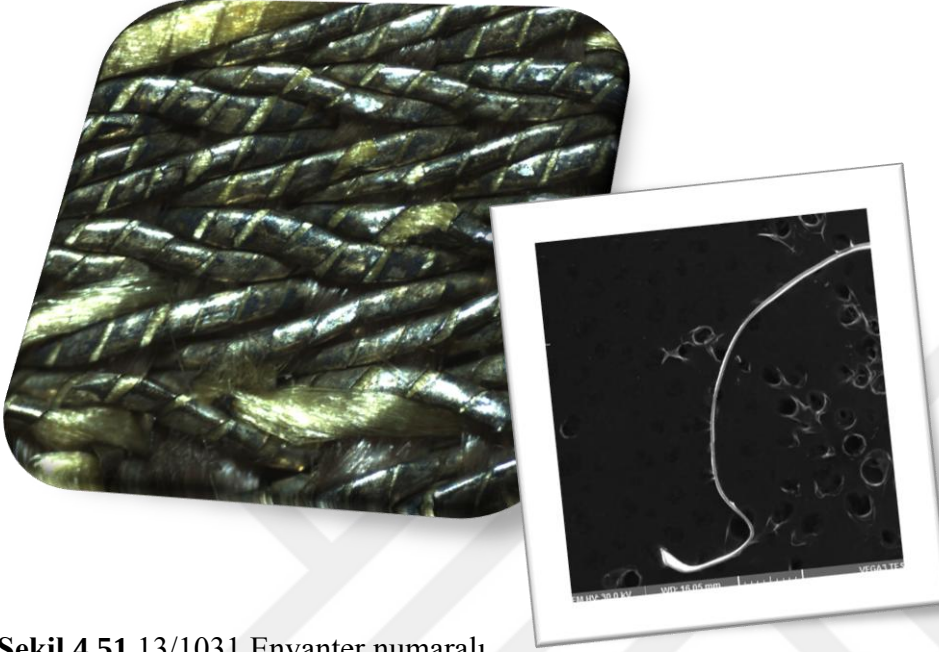
Şekil 4.49 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.50 13/1025 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

Kaplama olup olmadığının anlaşılabilmesi için farklı voltajlarla yapılan analizlerde kütlece altın yüzdesinin 10 kV 22,38 iken 30 kV lık hızlandırılmış voltajda bu miktarın 2,70 ölçülmesi klapdanın altın kaplama olduğunu bize göstermiştir. Ayrıca iç ve dış kısmın birbirine yakın element kompozisyonu içermesi çift taraflı kaplamalı bir tel olduğuna işaretir.

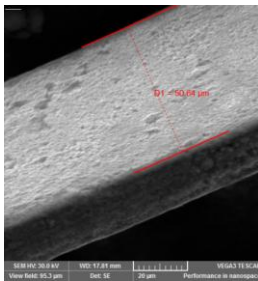
4.1.3.6.Topkapı Sarayı Müzesi 13/1031 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



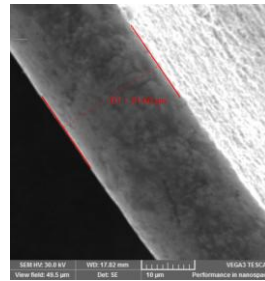
Şekil 4.51 13/1031 Envanter numaralı eserin fotoğrafı

Şekil 4.52 13/1031 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü

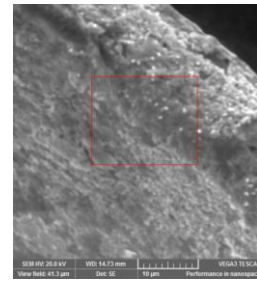
13/1031 Envanter No'lu eserdeki telin SEM görüntüleri analizinde kirliliğin yani korozyon ürünlerinin bir hayli fazla olduğu belirlenmiştir. Telin genişliğinin 50,64 μm , kalınlığının ise 21,60 μm olarak ölçülmüştür. Bu tel diğer eserlerdekine göre daha dar olup kenarları oldukça düzgündür.



a



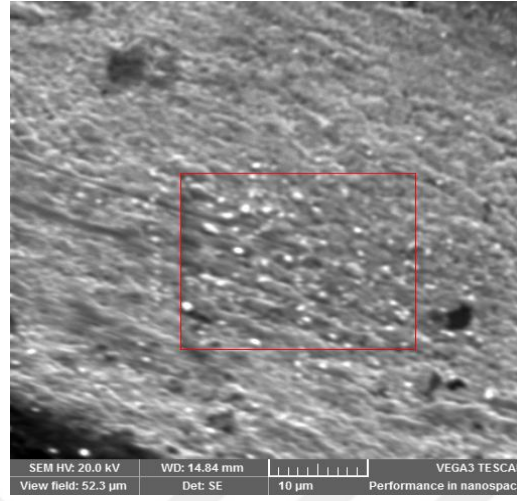
b



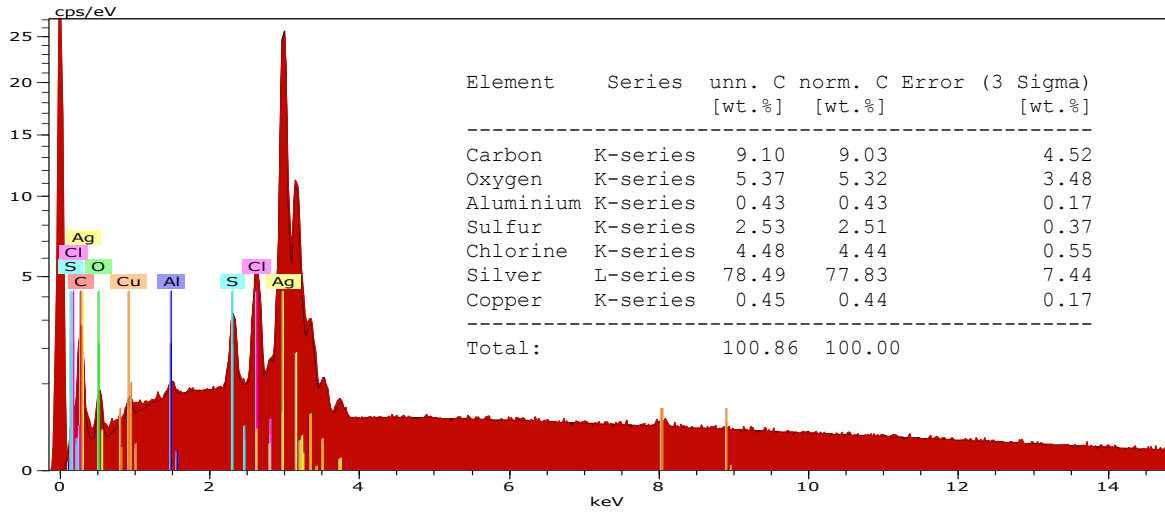
c

Şekil 4.53 13/1031 envanter numaralı eserdeki a-klapdanın genişliği; b-klapdanın kalınlığı; c- klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü

Telin iç ve dış EDX analizinden gümüşten yapıli bir tel olduđu analřılımtır. Büyük oranda kirlilik olarak S, Cl, C ve O tepit edilmiřtir.

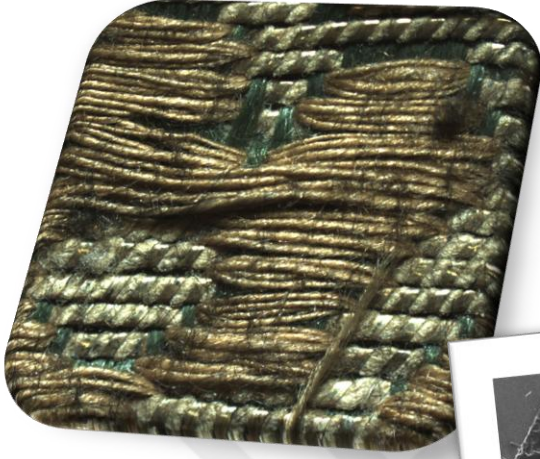


řekil 4.54 13/1031 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü

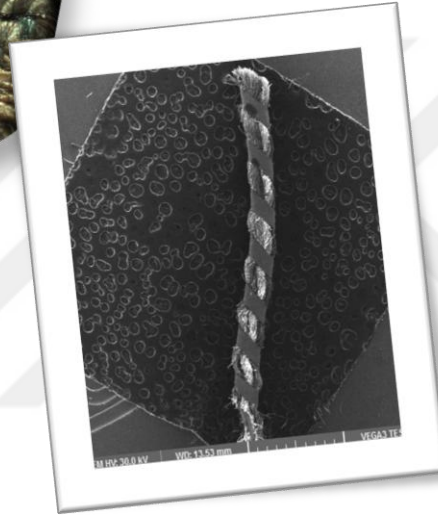


řekil 4.55 13/1031 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu

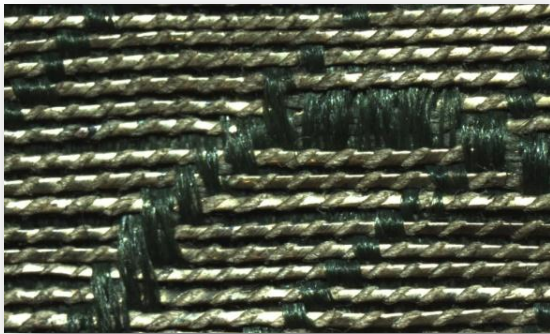
4.1.3.7.Topkapı Sarayı Müzesi 13/1037 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



Şekil 4.56 13/1037 Envanter numaralı eserdeki desenin klabdan arkası fotoğrafı



Şekil 4.57 13/1037 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü

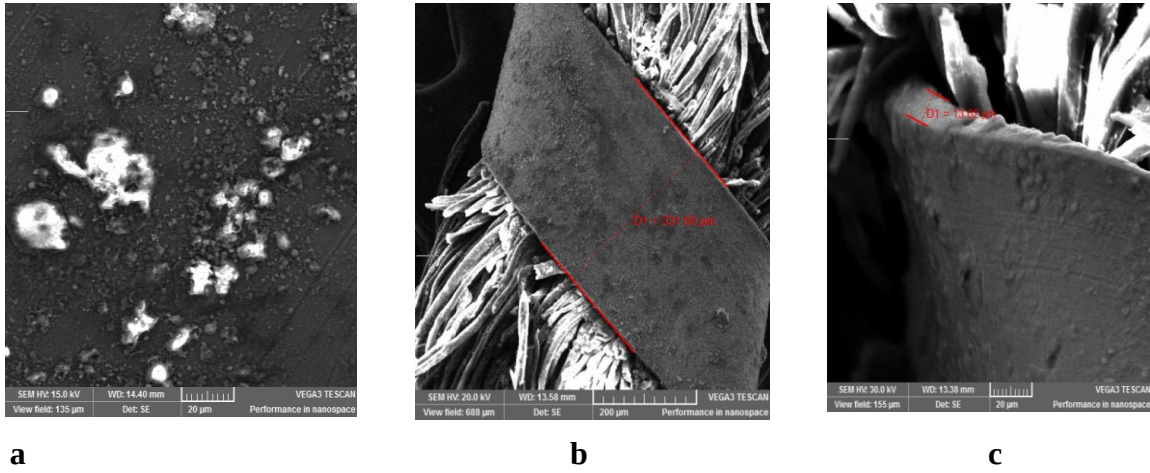


Şekil 4.58 13/1037 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü

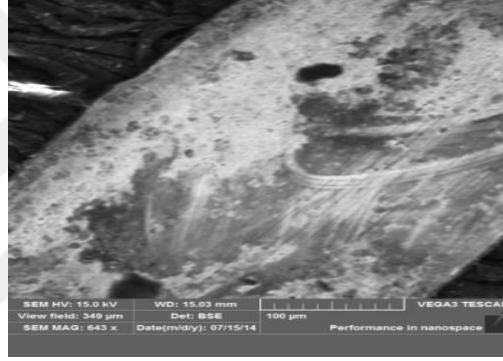
13/1037 Envanter No'lu eserin SEM görüntülerine bakıldığında eserin oldukça korozyona uğradığı gözlenmiştir. Klapdanın genişliği 331,60µm, kalınlığı da 13,62µm olarak ölçülmüştür. Telin kenarları ovaldir, tel kesme olmadığını gösterir.

Bu eserde bulunan metal tel bakırdan yapılmıştır. Bakır haricinde eserde çinko

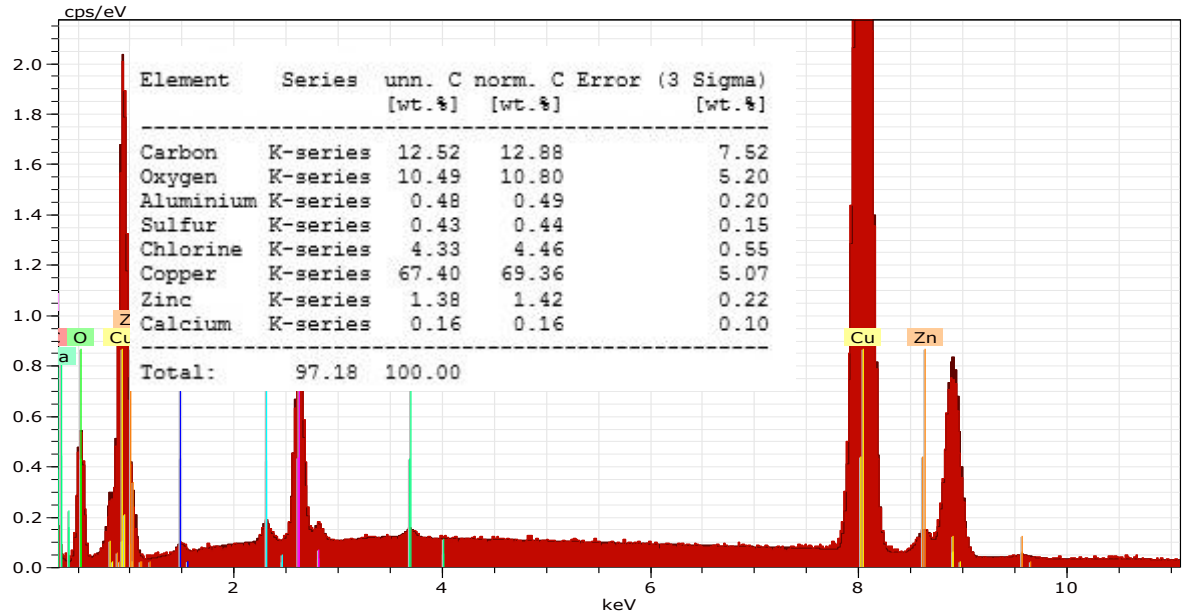
elementine rastlanmıştır. Telde yüksek oranda C,O ve Cl kirlilik saptanmıştır. Yüzeyde tutunan bakır bileşikler rahatlıkla gözlenmektedir.



Şekil 4.59 a-13/1037 envanter numaralı eserdeki klapdanın kalınlığı; b- klapdanın genişliği c- klapdanın gümüş bileşiklerinin SEM görüntüsü



Şekil 4.60 13/1037 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü



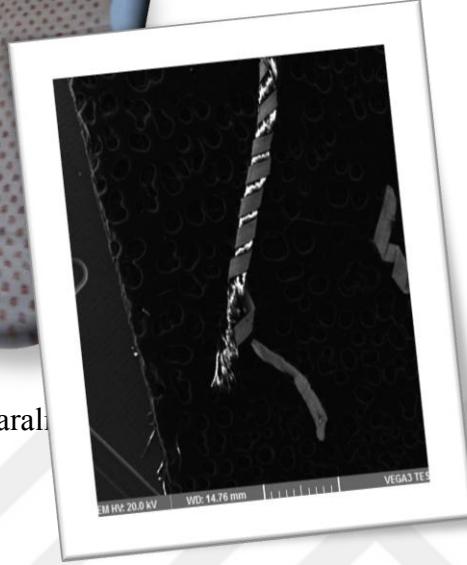
Şekil 4.61 13/1037 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu

4.1.3.8.Topkapı Sarayı Müzesi 13/1573 Envanter Numaralı SEM-EDX ile Elementel Analizi

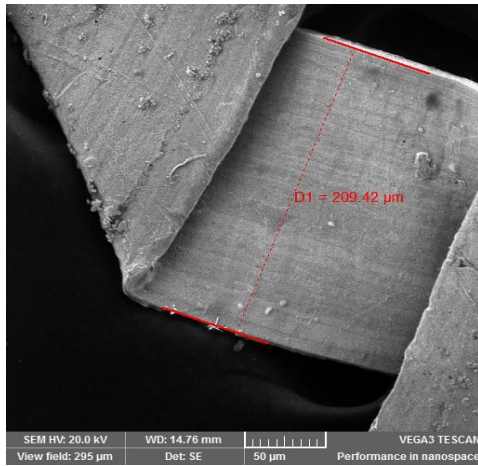
Eserdeki Klapdanın



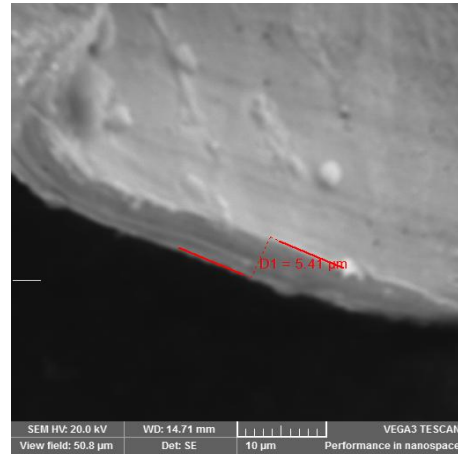
Şekil 4.62 13/1573 Envanter numaralı
eserin fotoğrafları



Şekil 4.63 13/1573 Envanter numaralı
eserdeki klapdanın SEM görüntüsü



a

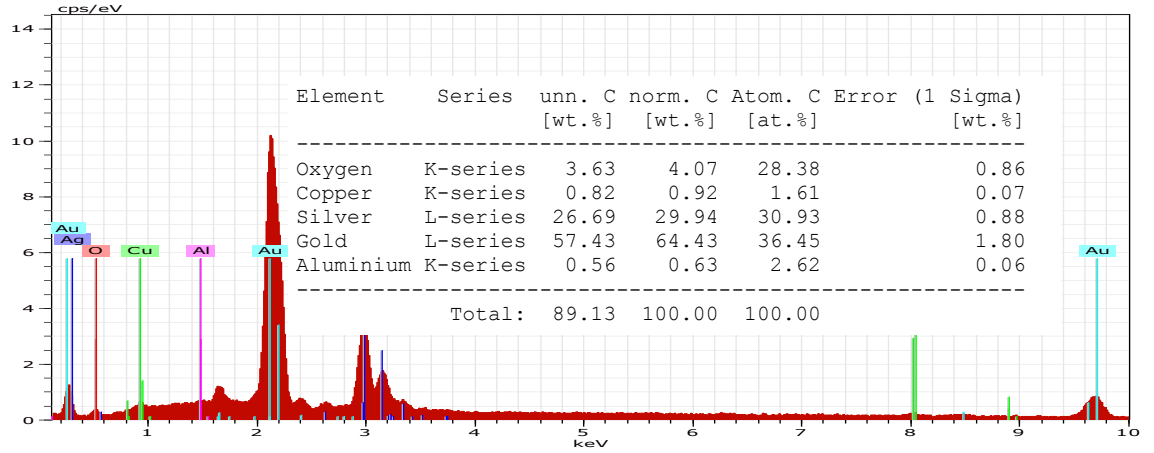


b

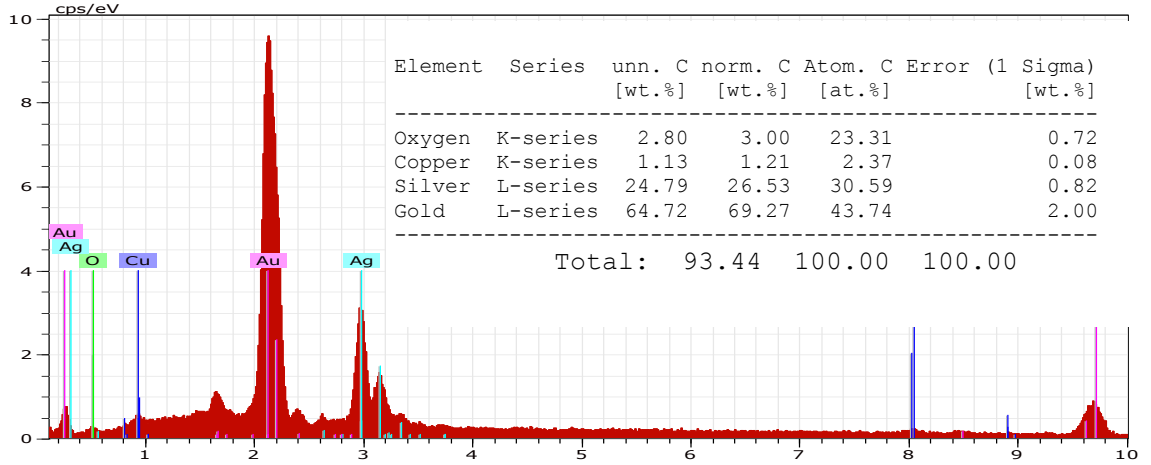
Şekil 4.64 a-13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın genişliği; b- klapdanın kalınlığı

13/1573 Envanter numaralı eserin çift taraflı SEM görüntüleri incelenebilmiştir. Telin genişliği 209,42 µm, kalınlığı ise 8,44 µm olarak ölçüldü. SEM görüntülerinden telin çekme yöntemiyle yapıldığı anlaşılmaktadır. Dış yüzeyde daha fazla korozyon ürünleri

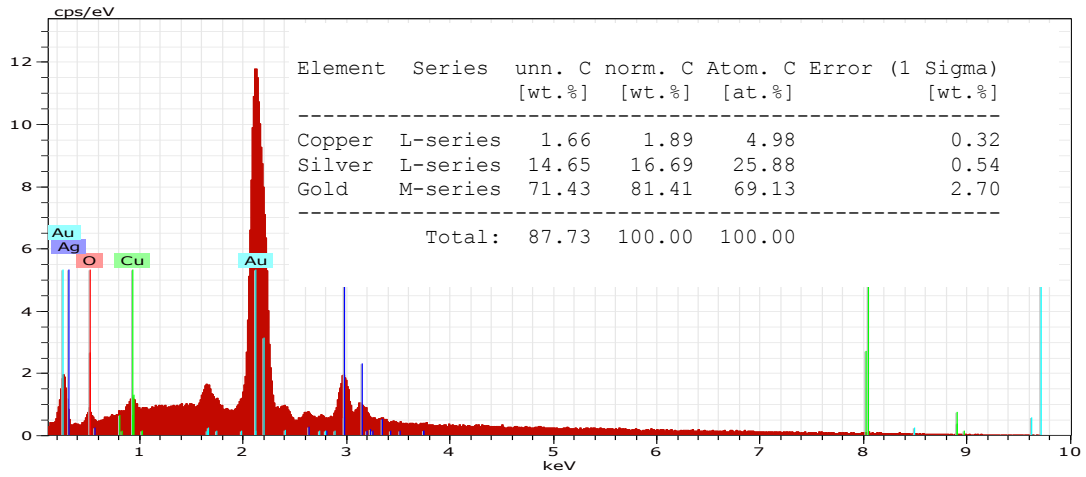
gözlenmiştir. Bu da havadaki oksijenden dolayı bir hayli oksitli bileşik varlığını gösterir. Telin kenarlarındaki görüntü kaplamanın çekme işleminden etkilendiğini düşündürmektedir.



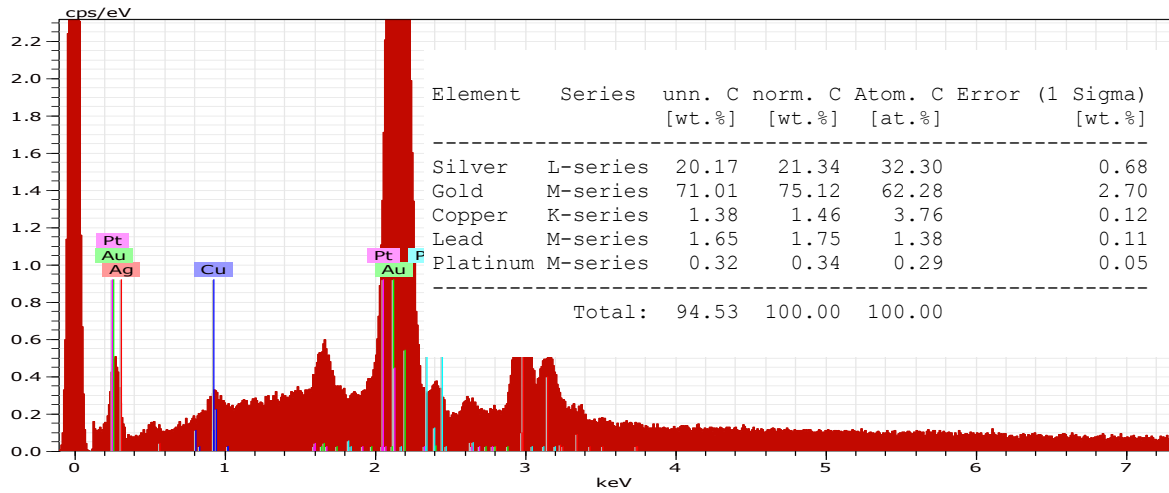
Şekil 4.65 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerin SEM-EDX



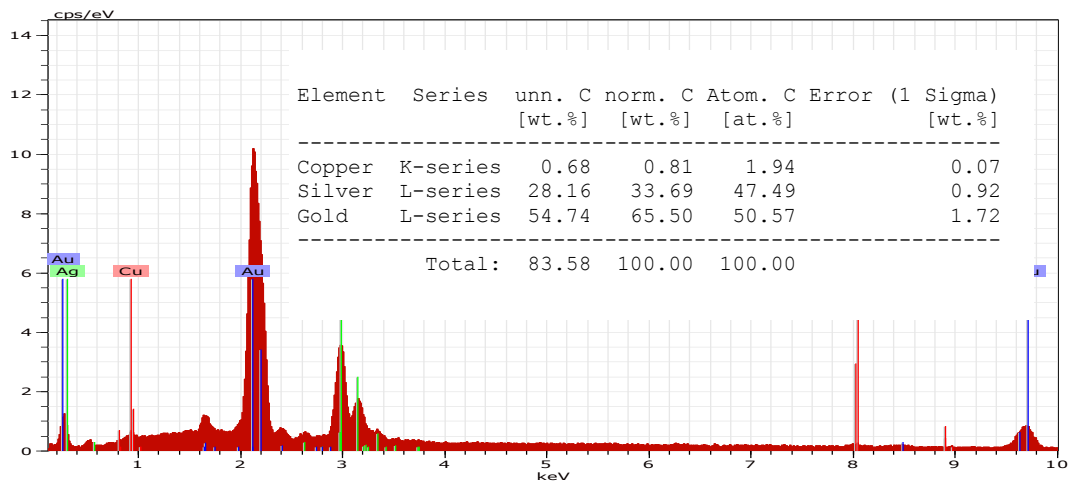
Şekil 4.66 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın iç yüzeyine ait tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu



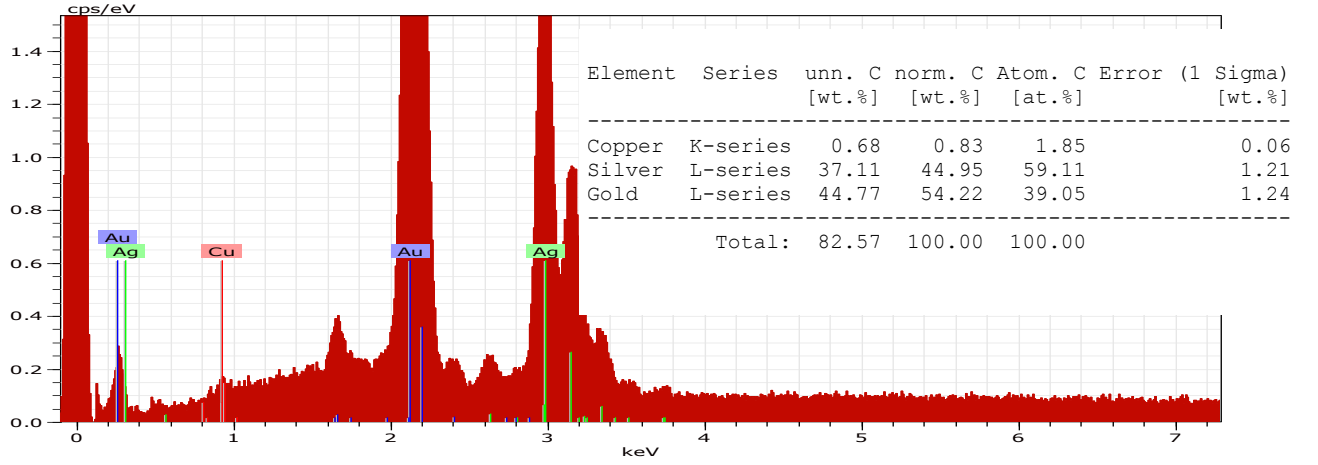
Şekil 4.67 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



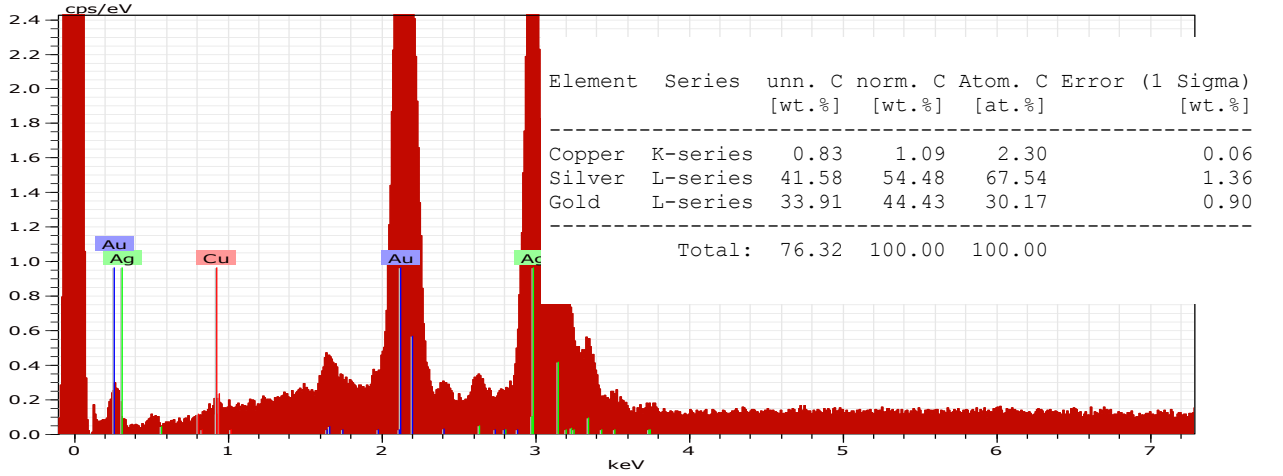
Şekil 4.68 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.69 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.70 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.71 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

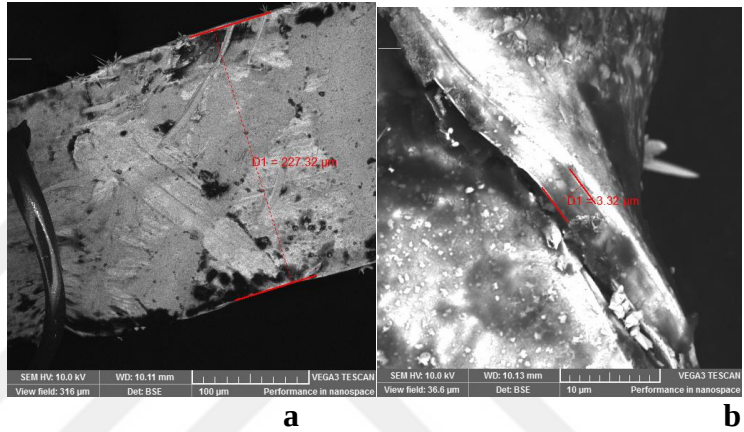
Eserle ilgili yapılan EDX sonuçlarına göre klapdan çift taraflı altın kaplamalı gümüşten oluşmaktadır. Klapdanla ilgili farklı voltajlarla yapılan çalışmada 10kV da altın miktarının kütlece yüzdesi 81,41'dan 30 kV'da 44,43'e kadar düşmesi klapdanın kaplama olduğunu ispatlar. İç ve dış kısımların EDX ölçümleri alınmıştır. Au ve Ag ün yanısıra klapdanda gözardı edilmeyecek şekilde Cu ve Pb saptanmıştır. Pt elementi EDX sonuçlarında gözlenmesine karşın Au'la girişim yaptığı şeklinde yorumlandı. Bunun yanısıra C, O, Al, Cl kirlilik olarak tespit edilmiştir.

4.1.3.9.Topkapı Sarayı Müzesi 13/1588 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



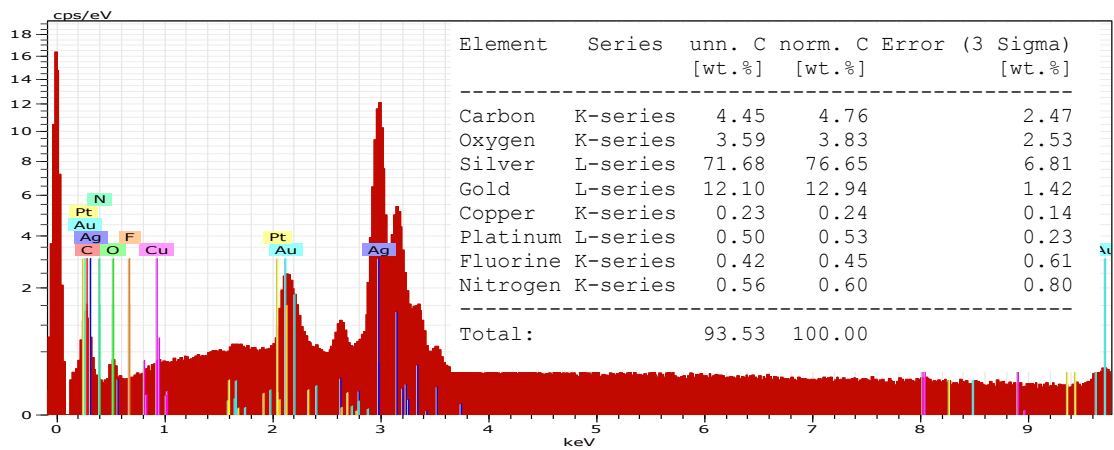
Şekil 4.72 13/1588 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü

13/ 1588 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntülerine bakıldığında oldukça yıpranmış olduğu gözlenmiştir. Farklı formda kristalik yapılar saptanmıştır. Klapdanın genişliği 227,32 µm, kalınlığı ise 3,32 µm olarak ölçülmüştür.

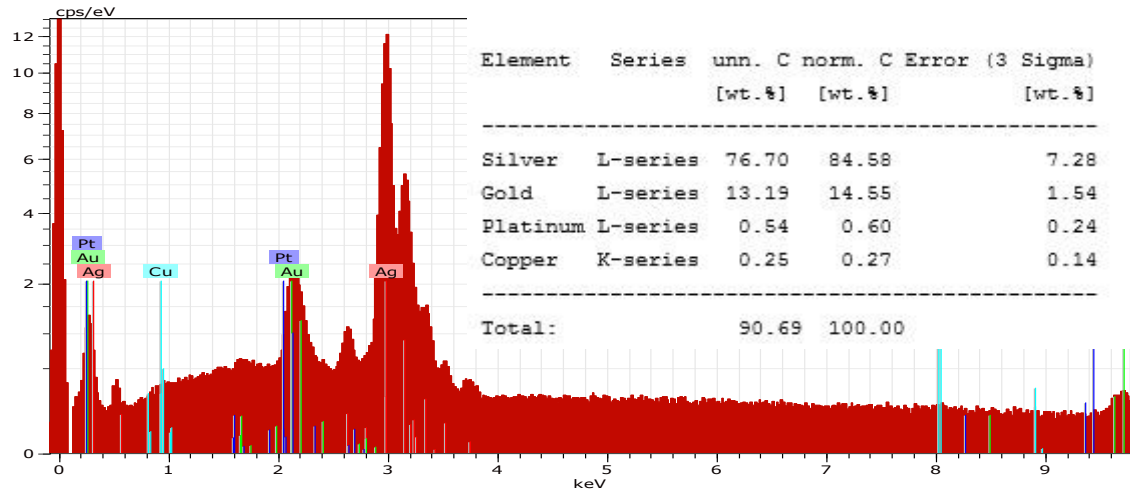


Şekil 4.73 a-13/1588 envanter numaralı eserdeki klapdanın genişliği; b-klapdanın kalınlığı.

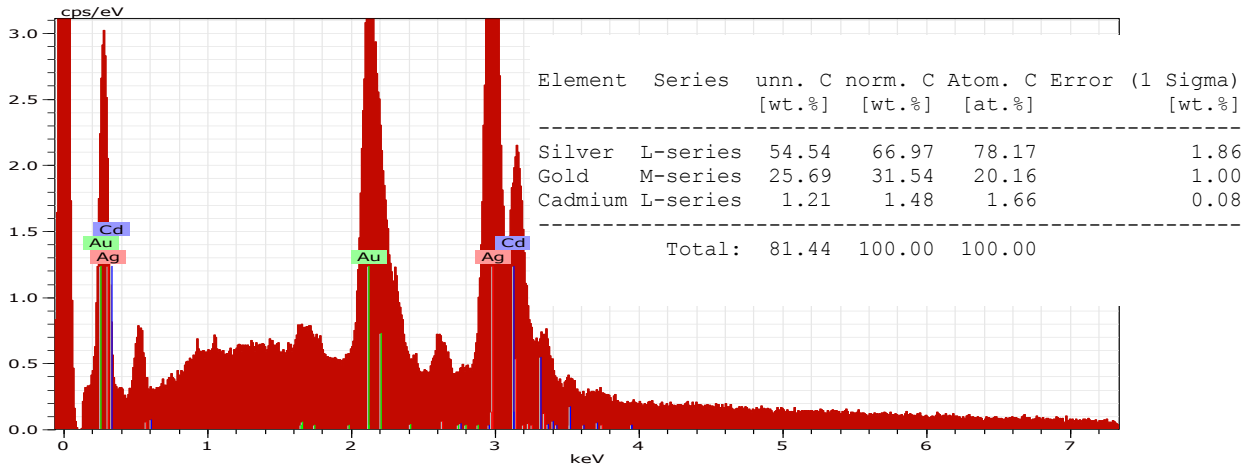
Ölçümler çift taraflı yapılmıştır. Çok az miktarda gözlenen platinin altına girişim yaptığı için ölçümde gözükmediği düşünülmektedir. Kirlilik olarak C, O, F ve Cl belirlenmiştir.



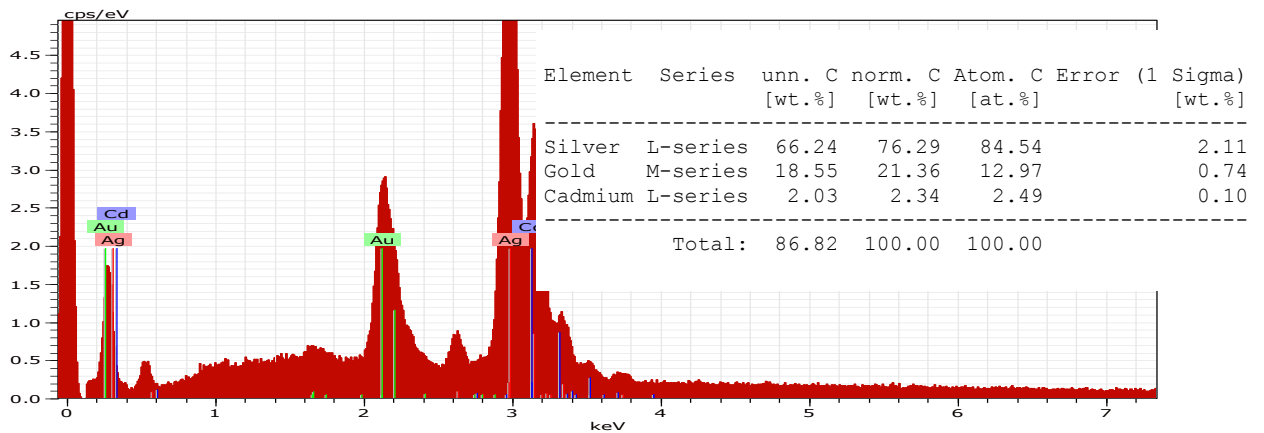
Şekil 4.74 13/1588 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu



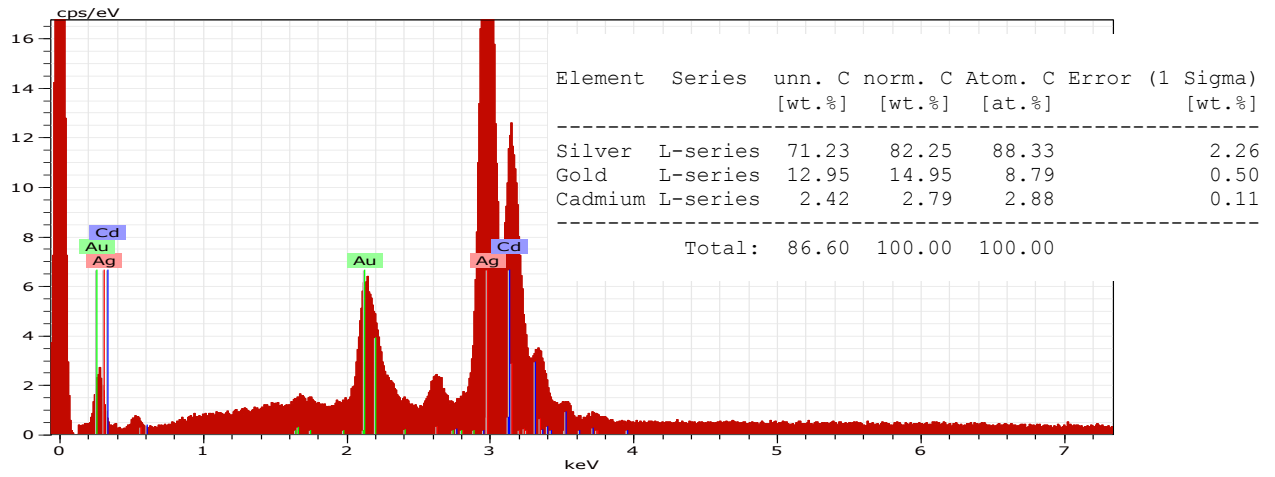
Şekil 4.75 13/1588 envanter numaralı eserdeki klapdanın sadece metallerin SEM-EDX spektrumu



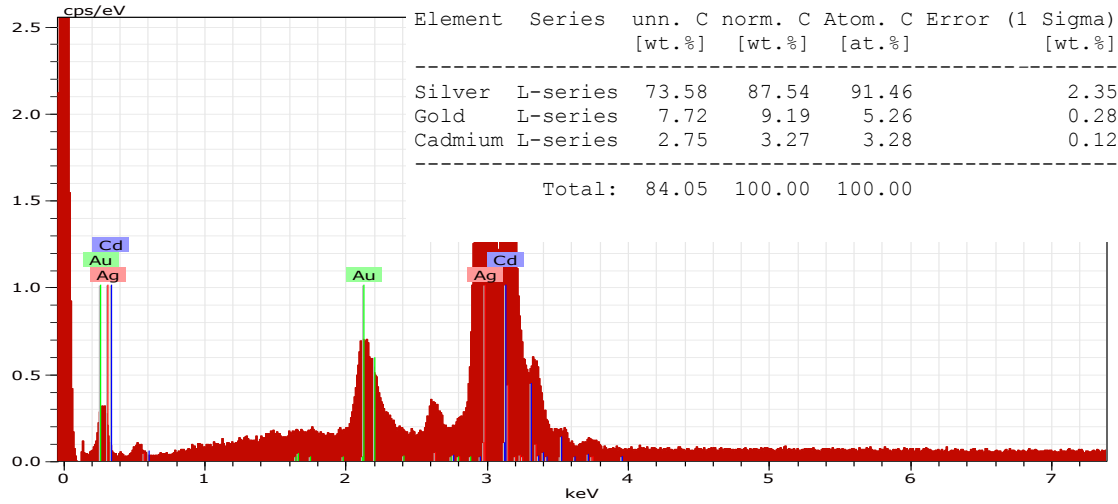
Şekil 4.76 13/1588 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



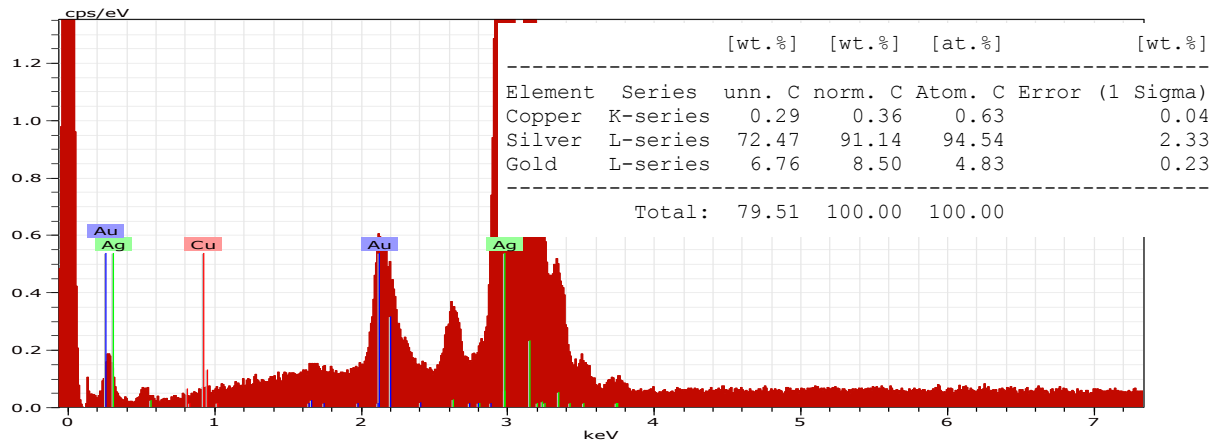
Şekil 4.77 13/1588 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.78 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.79 13/1588 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.80 13/1588 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

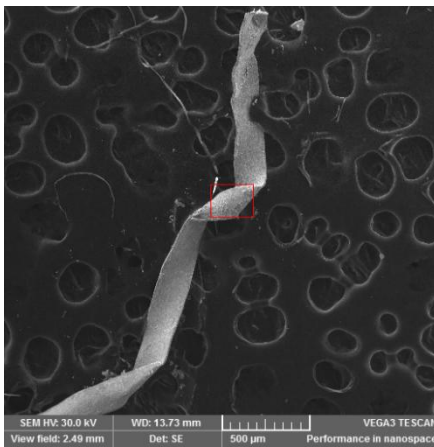
Klapdanının EDX analizinde altın kaplamalı olduğu anlaşılmıştır. 10 kV voltajda kütlege altın yüzdesi 31,54 voltajı 30 kV yaptığımızda kütlege altın yüzdesi 8,50 olarak ölçülmüştür.

4.1.3.10.Topkapı Sarayı Müzesi 13/1646 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



Şekil 4.81 13/1646 Envanter numaralı eserin fotoğrafları.

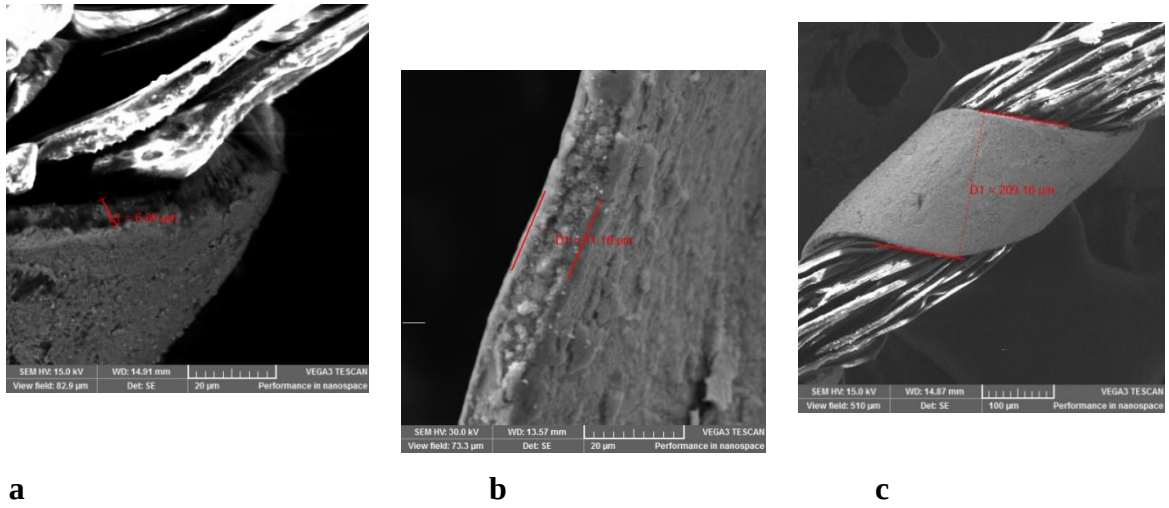
Şekil 4.82 13/1646 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.



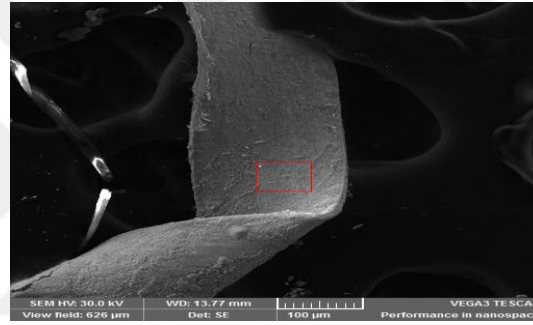
13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntülerine bakıldığında çok deforme olduğu gözlemlendi. Klapdanın genişliği 209,10 µm, kalınlığı 11,18 µm olarak ölçülmüştür.

Klapdanın çift taraflı EDX ölçümleri alınmıştır. Klapdan gümüş üzerine altın kaplamalı olanlardandır. Dış yüzeyde altın yüzdesi fazladır. Eserin analizinde kirlilik olarak S oranı C, O ve Cl'a göre oldukça yüksektir.

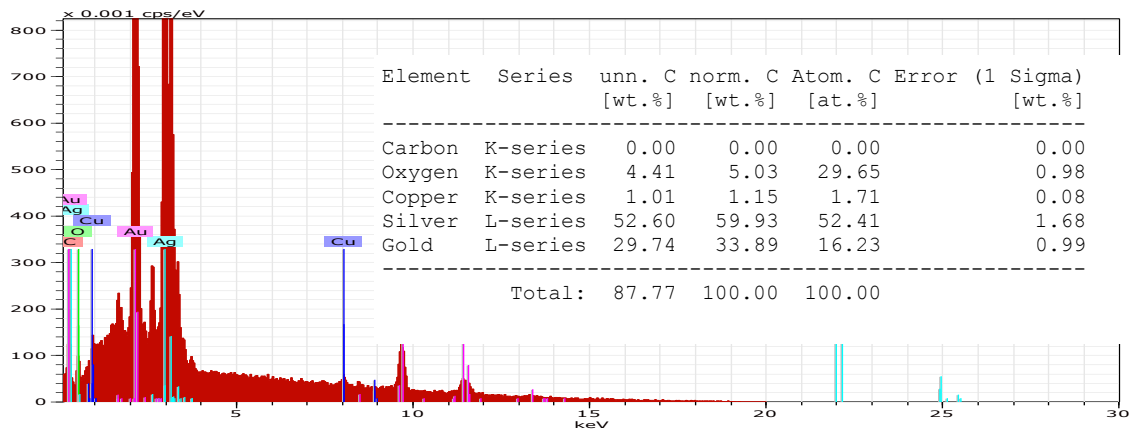
Şekil 4.83 13/1646 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.



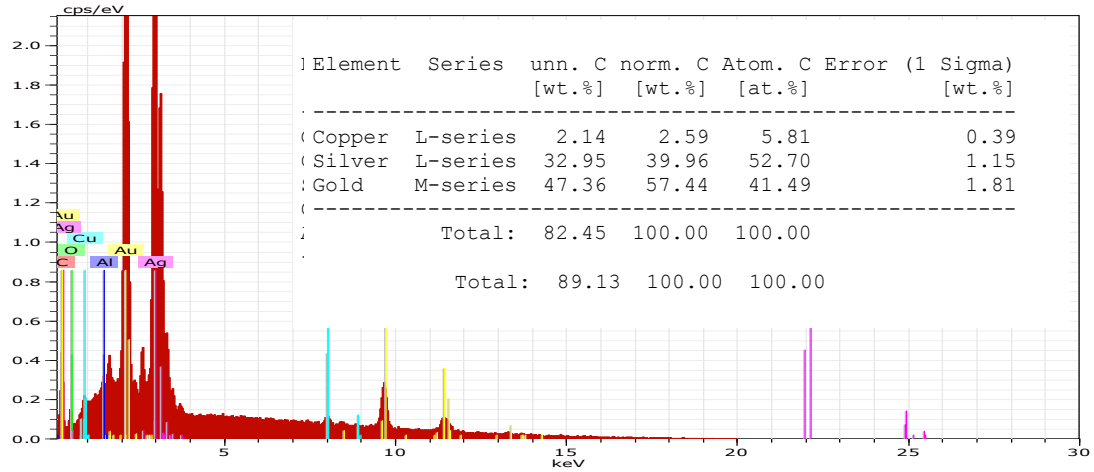
Şekil 4.84 a-13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın kalınlığı; b- klapdanın kenarının kalınlığı; c- klapdanın genişliği



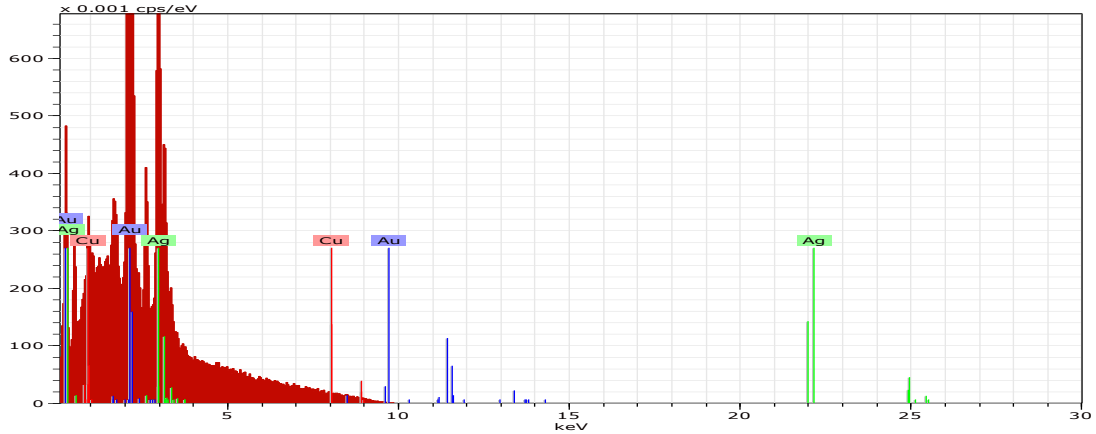
Şekil 4.85 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın aşağıda ölçümü verilen iç bölgenin SEM görüntüsü



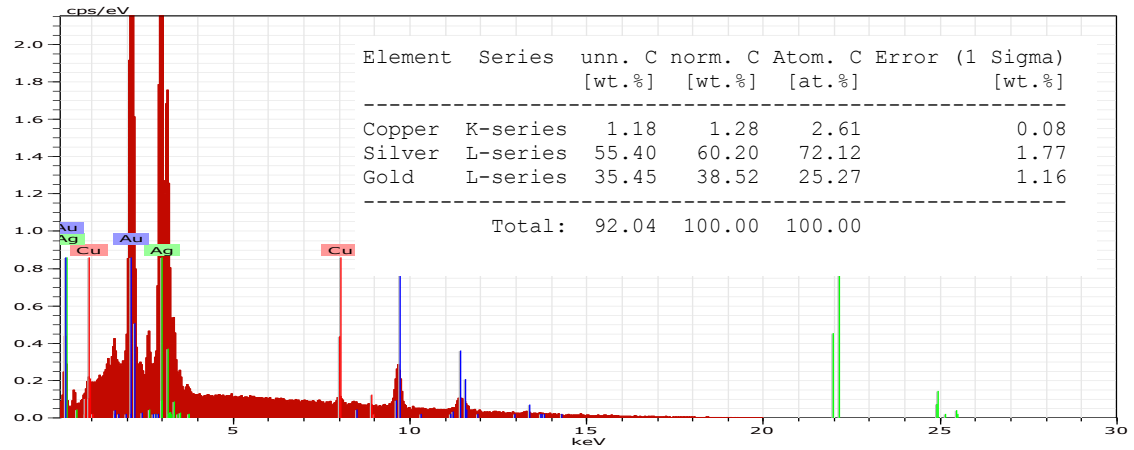
Şekil 4.86 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanda iç yüzeye ait tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu.



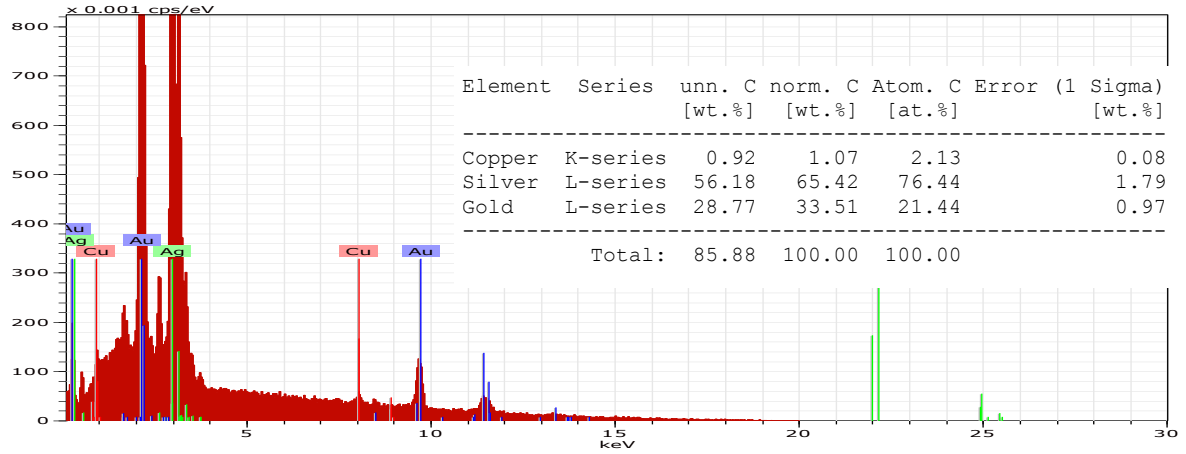
Şekil 4.87 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanda dış kısmın tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu



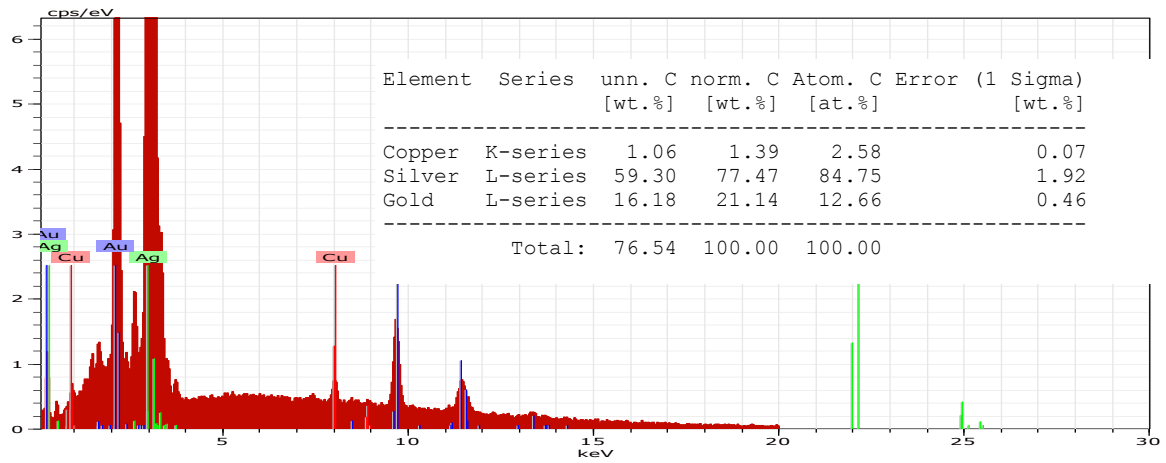
Şekil 4.88 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



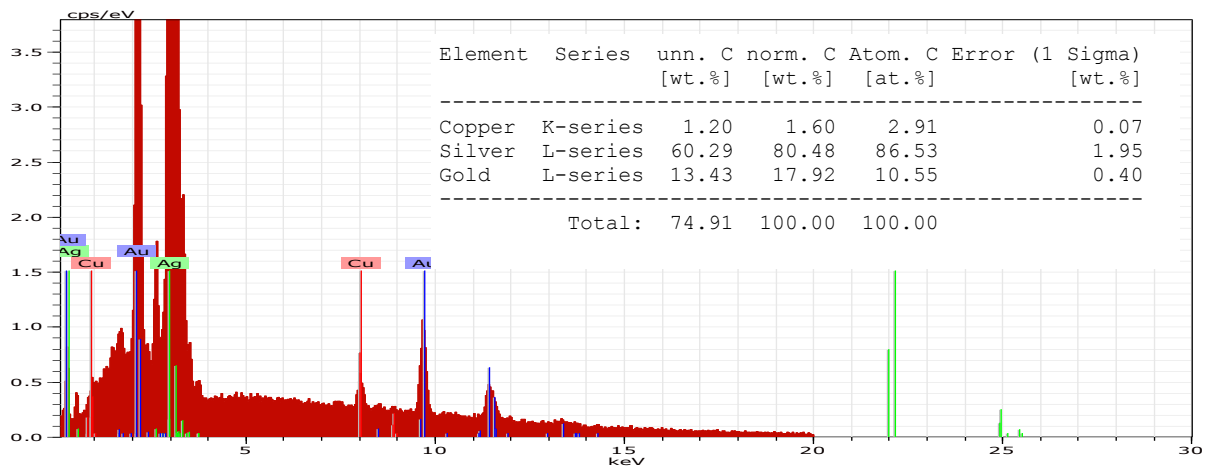
Şekil 4.89 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.90 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



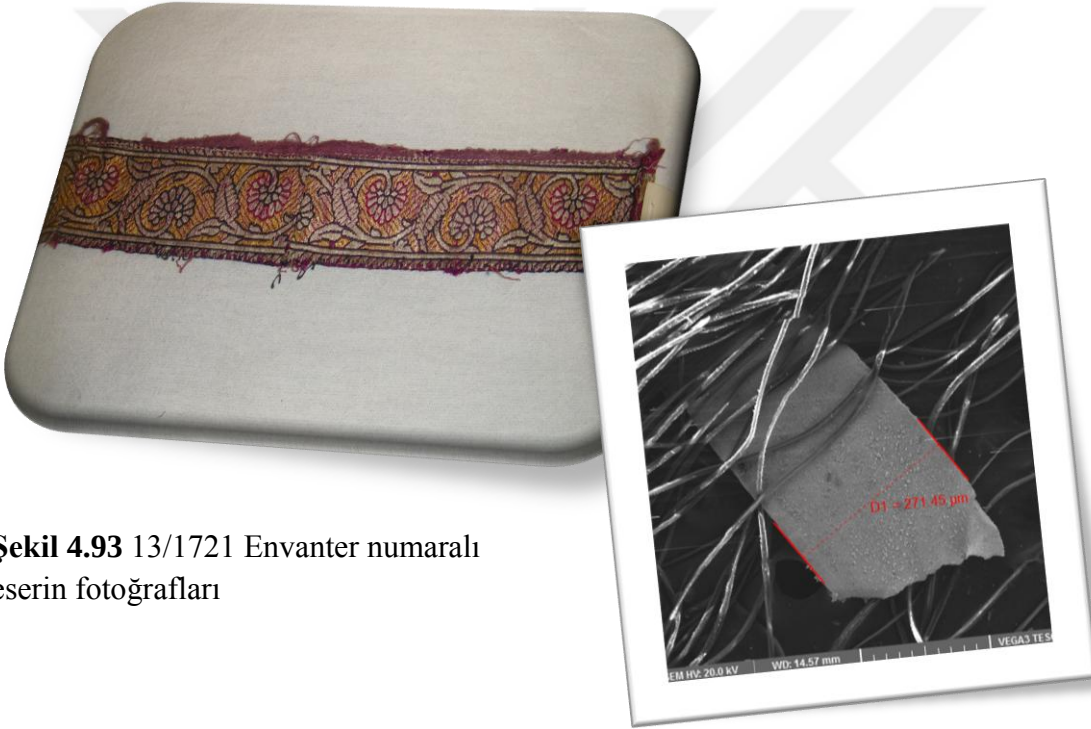
Şekil 4.91 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.92 13/1646 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.

Klapdanının EDX analizinde altın kaplamalı olduğu anlaşılmıştır. 10 kV voltajda kütlece altın yüzdesi 57,44, voltajı 30 kV yaptığımızda kütlece altın yüzdesi 17,92 olarak ölçülmüştür. Klapdanın gümüş üzerine altın kaplamalı olduğu tespit edilmiştir. Bakır her voltajda hemen hemen aynı yüzdede çıkmıştır. Bakırın metallerin muhteviyatından kaynaklandığı düşünülmektedir.

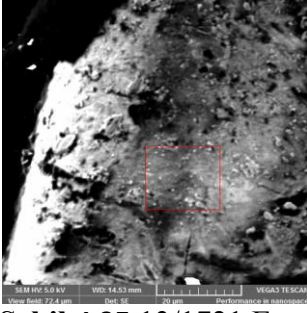
4.1.3.11 Topkapı Sarayı Müzesi 13/1721 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



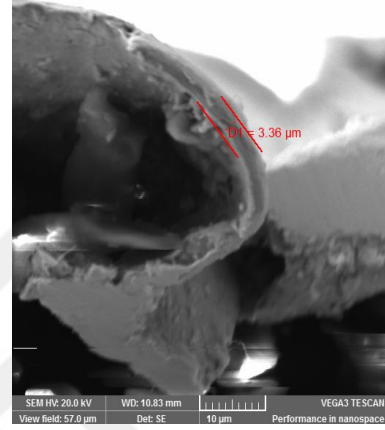
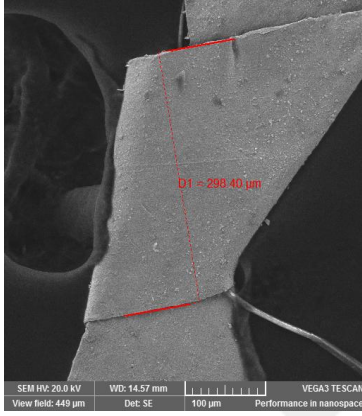
Şekil 4.93 13/1721 Envanter numaralı eserin fotoğrafları

Şekil 4.94 13/1721 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü

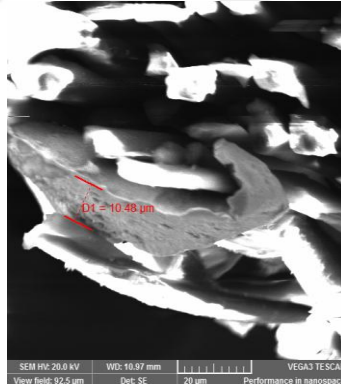
13/1721 Envanter No'lu eserin çift taraflı SEM görüntüleri incelenebilmiştir. Telin genişliği 298,40 µm, kalınlığı ise 10,48 µm olarak ölçüldü. Dış yüzeyde çok fazla korozyon ürünleri gözlenmiştir. Bu da havadaki oksijenden dolayı bir hayli oksitli bileşik varlığını gösterir.



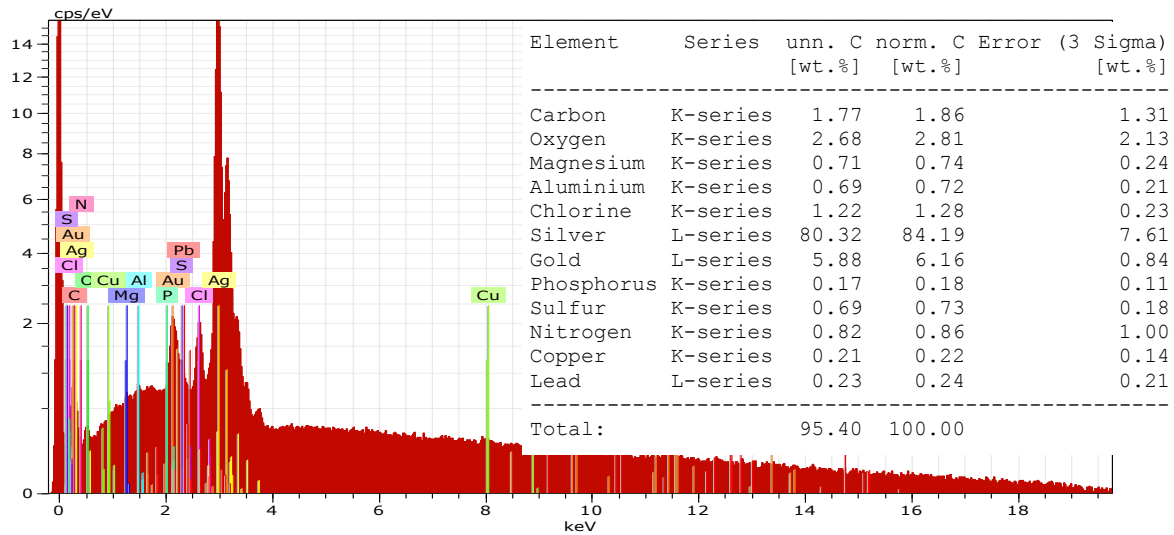
Şekil 4.95 13/1721 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM SEM görüntüsü



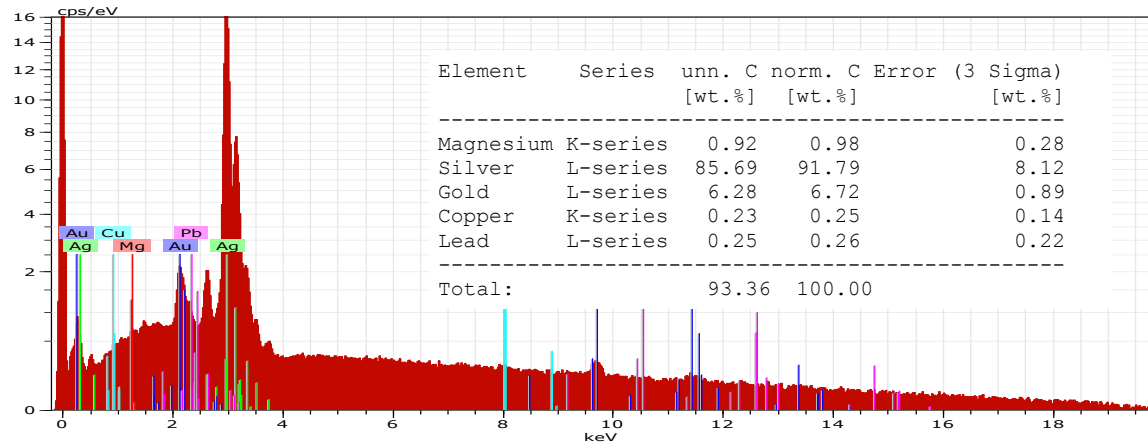
a



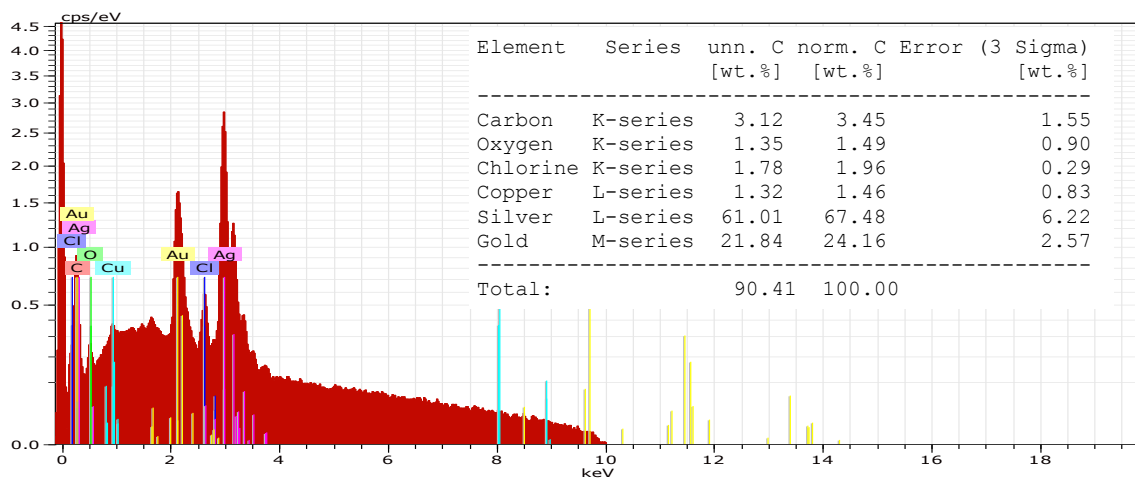
Şekil 4.96 a-13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın genişliği; b- klapdanın dikey görüntüsü; c- klapdanın farklı bir kenar kalınlığı -; d- ölçümün yapıldığı bölge; e- klapdanın bir kenar kalınlığı.



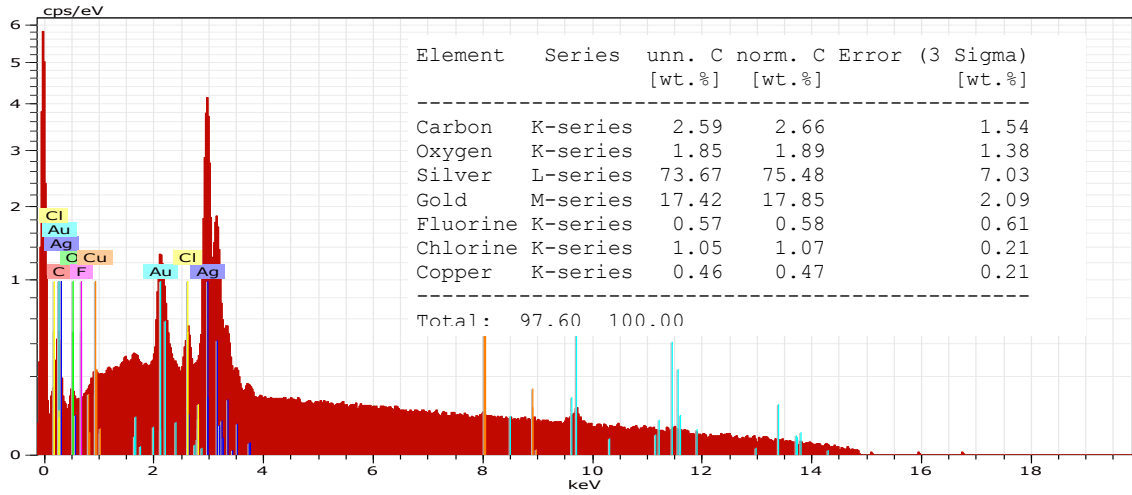
Şekil 4.97 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu



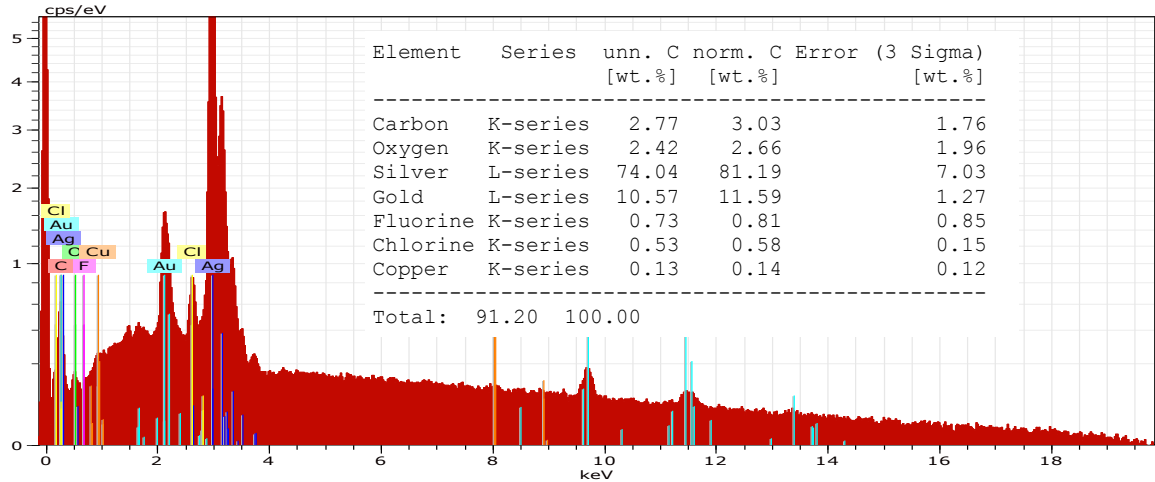
Şekil 4.98 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın sadece metallerin SEM-EDX spektrumu



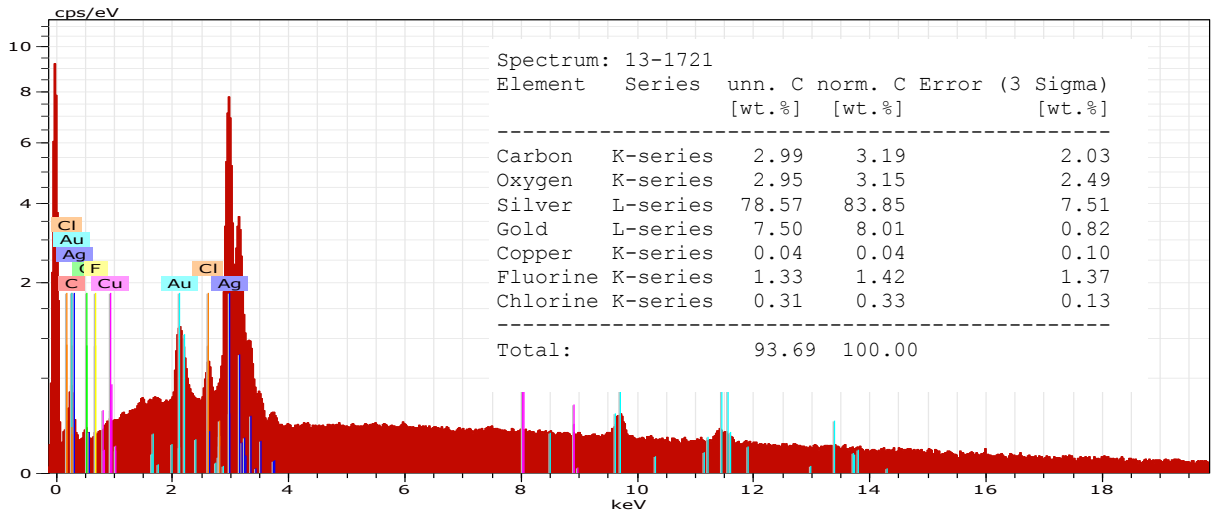
Şekil 4.99 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



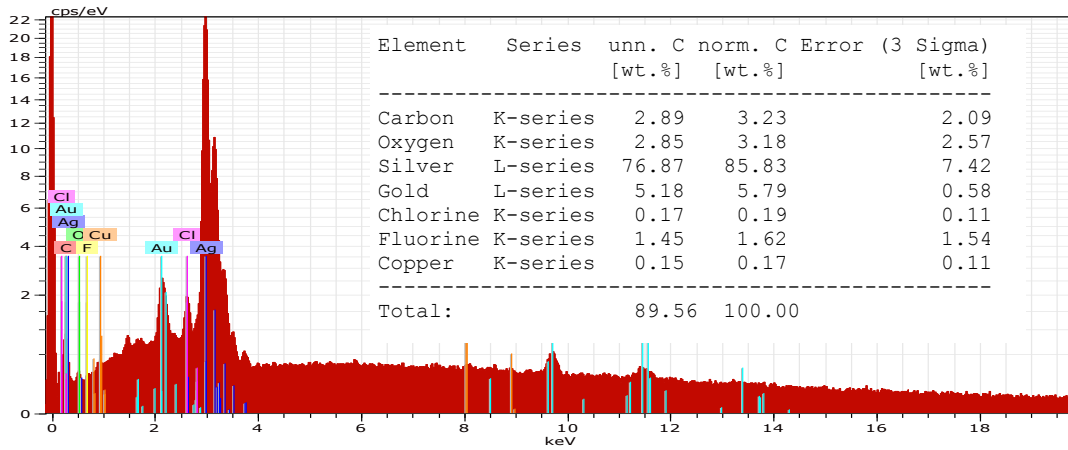
Şekil 4.100 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.101 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.102 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



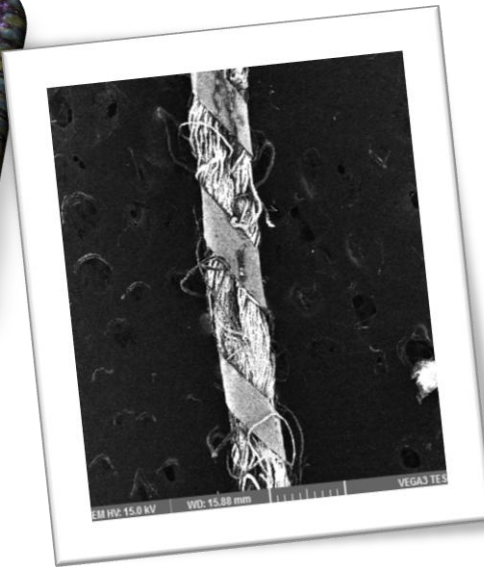
Şekil 4.103 13/1721 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

Eserin klapdanındaki kütlece altın yüzdesi 10 kV voltajda 24,16 dan 30 kV 5,79'a kadar inmiştir. Bu da klapdanın ince de olsa altın kaplamalı olduğunu gösterir. Klapdanda ayrıca kirlilik olarak C, O, N, S, Mg ve Al da belirlenmiştir.

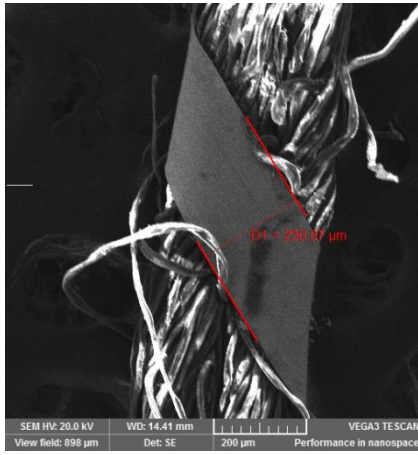
4.1.3.12.Topkapı Sarayı Müzesi 13/1794 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



Şekil 4.104 13/1794 Envanter numaralı eserin fotoğrafları.



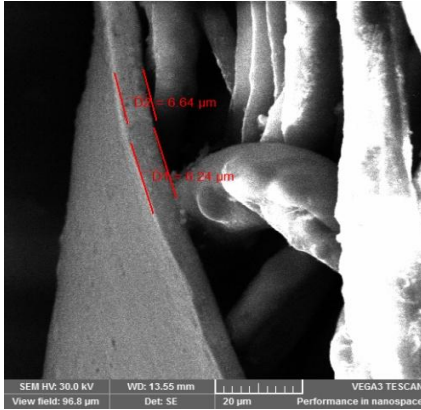
Şekil 4.105 13/1794 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.



Şekil 4.106 13/1794 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü

13/1794 envanter numaralı eserdeki metal şeritin SEM görüntülerine bakıldığında şeridin çok yıpranmadığı görülmekte. Klapdanın genişliği 230,07 µm, kalınlığı ise 6,24 µm olarak ölçüldü. Tel çekme işleminin izleri görülmektedir. Şerit çift ipek çekirdeği üzerine sarılmıştır.

Bu eserdeki klapdanın EDX analizinde metal olarak Ag ve Cu bulunmuştur. Klapdan gümüş kaplı bakırdır. Bir diğer gözlenen metal alüminyumdur. Ölçülen karbon miktarı oldukça fazladır.

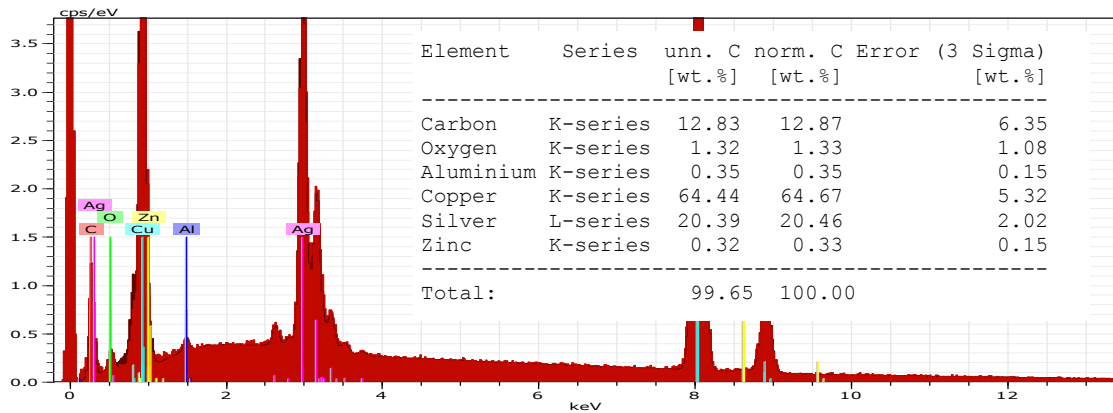


a



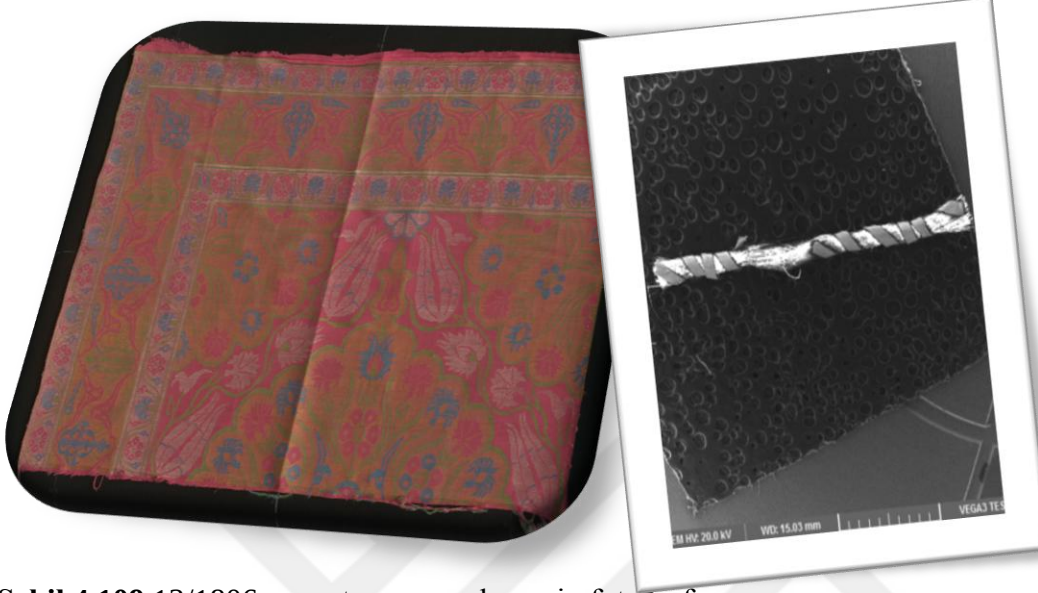
b

Şekil 4.107 a-13/1794 envanter numaralı eserdeki klapdanın kenar kalınlığı; b- klapdanın içinin SEM görüntüsü



Şekil 4.108 13/1794 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu

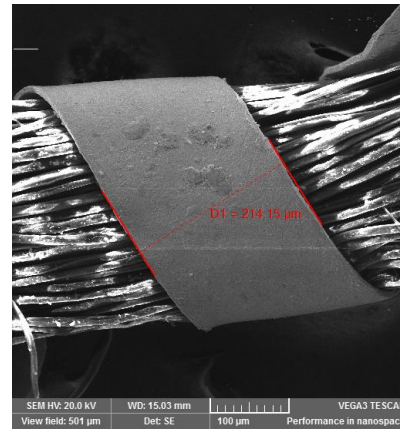
4.1.3.13.Topkapı Sarayı Müzesi 13/1806 (1) Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



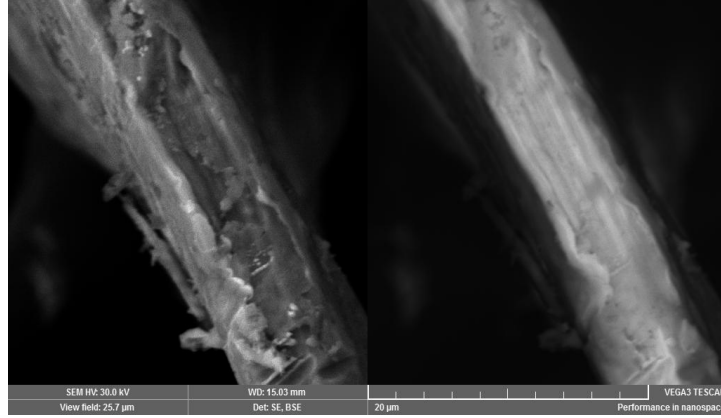
Şekil 4.109 13/1806 envanter numaralı eserin fotoğrafı

Şekil 4.110 13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü

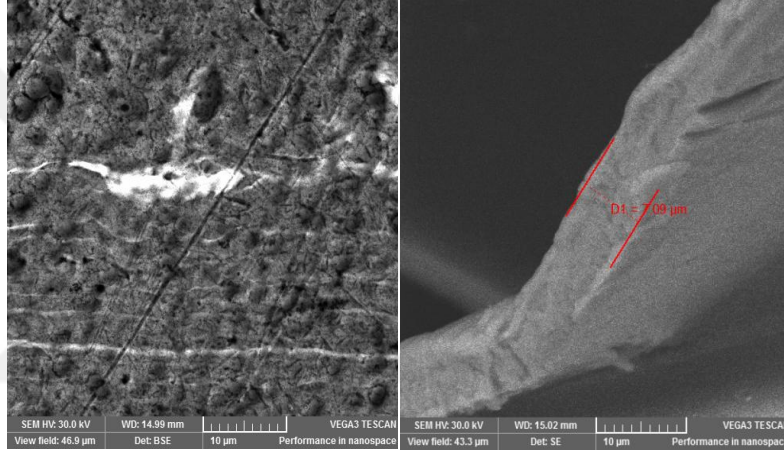
13/1806 Envanter no lu eserin klapdanının SEM görüntülerine göre durumunun çok kötü olmadığı gözlemlenmiştir. Tel çekme işleminin izleri açık bir şekilde görülmektedir. Telin genişliği 214,15 μm , klapdan kalınlığı ise 7,09 μm ölçülmüştür. Kaplama olduğu için tel çekme işleminde üst katmanın kenarlara doğru sarktığı gözlenmiştir.



Şekil 4.111 13/1806 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü



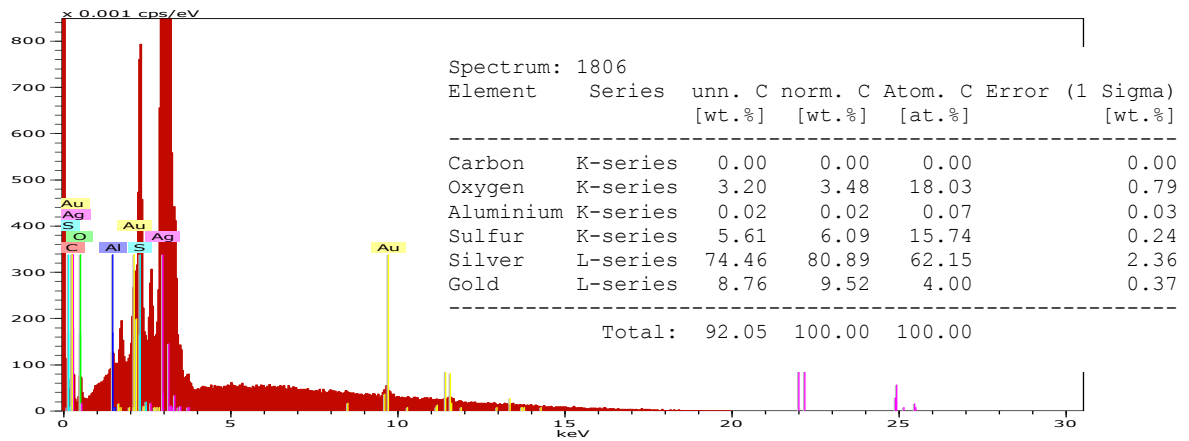
a



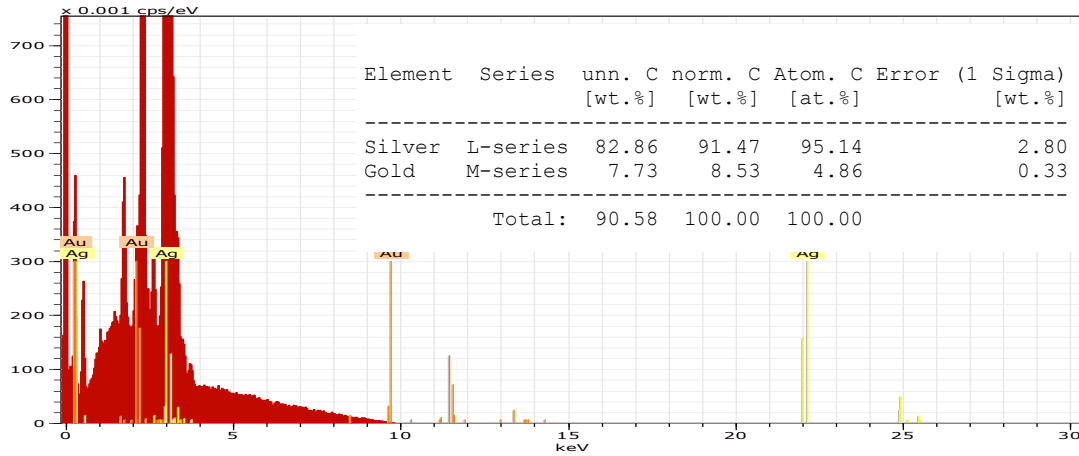
b

c

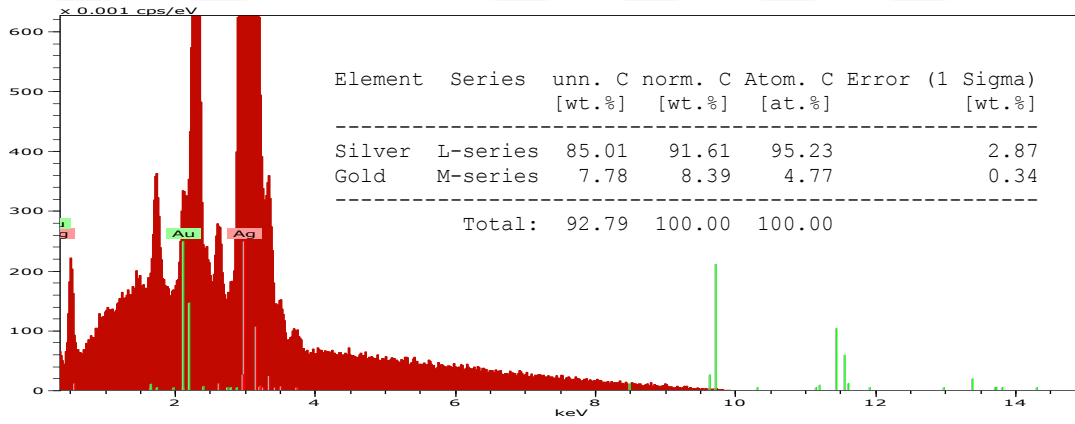
Şekil 4.112 a-13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın kenarının dik görüntüsü; b- klapdanın ölçümünün yapıldığı alan; c- klapdanın kalınlığı.



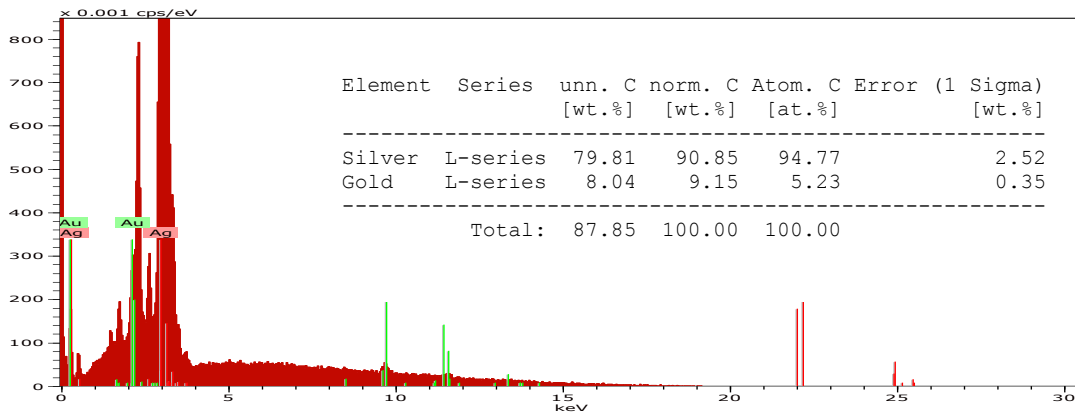
Şekil 4.113 13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu.



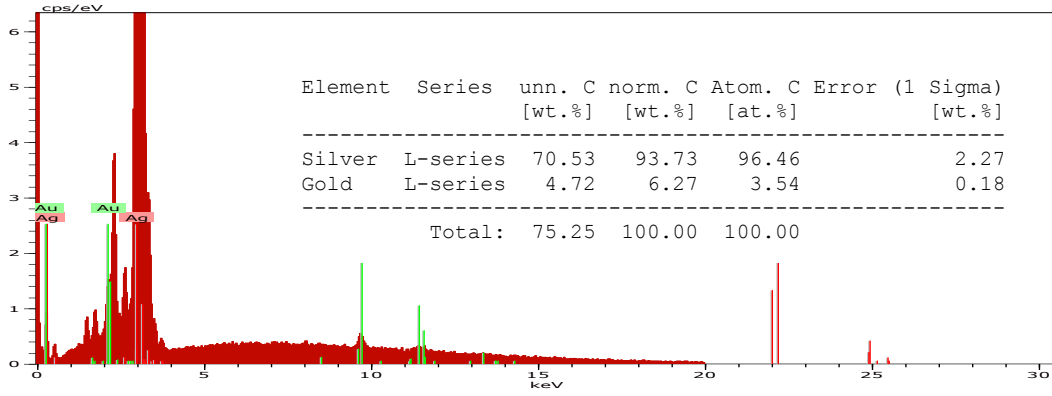
Şekil 4.114 13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.115 13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



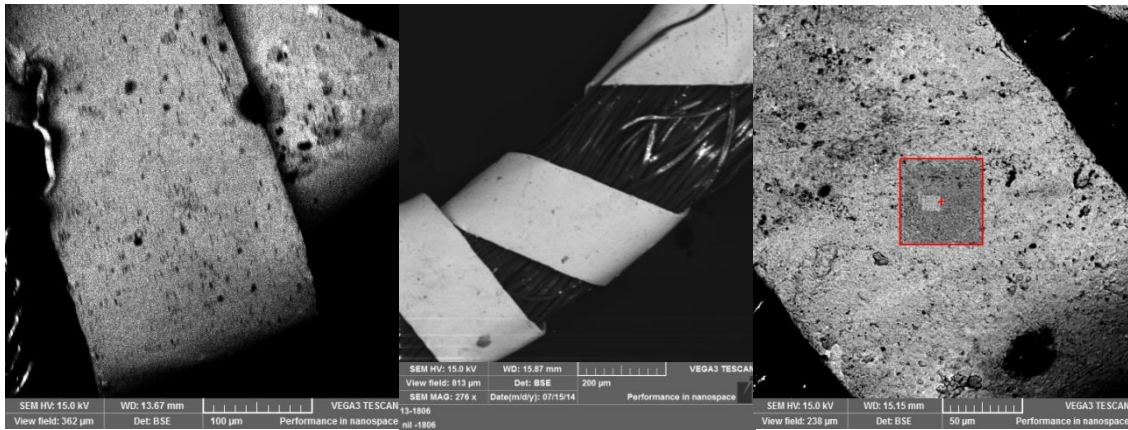
Şekil 4.116 13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.117 13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

Eserin klapdandaki kütlece altın yüzdesi 10 kV voltajda 8,53' den 30 kV 6,27'ye kadar inmiştir. Bu esnada gümüş yüzdesi de artmıştır. Klapdanda büyük oranda gümüş kullanılmıştır. Altın kaplama çok incedir. Klapdanın EDX analizinde bakır metale hiç rastlanmamıştır. Metaller bakır alaşımı değildir. Klapdanda ayrıca kirlilik olarak C, O, N, S, Mg ve Al da belirlenmiştir. Kirlilik olarak C,O ve Al bulunmuştur.

4.1.3.14. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1806 (2) Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



a

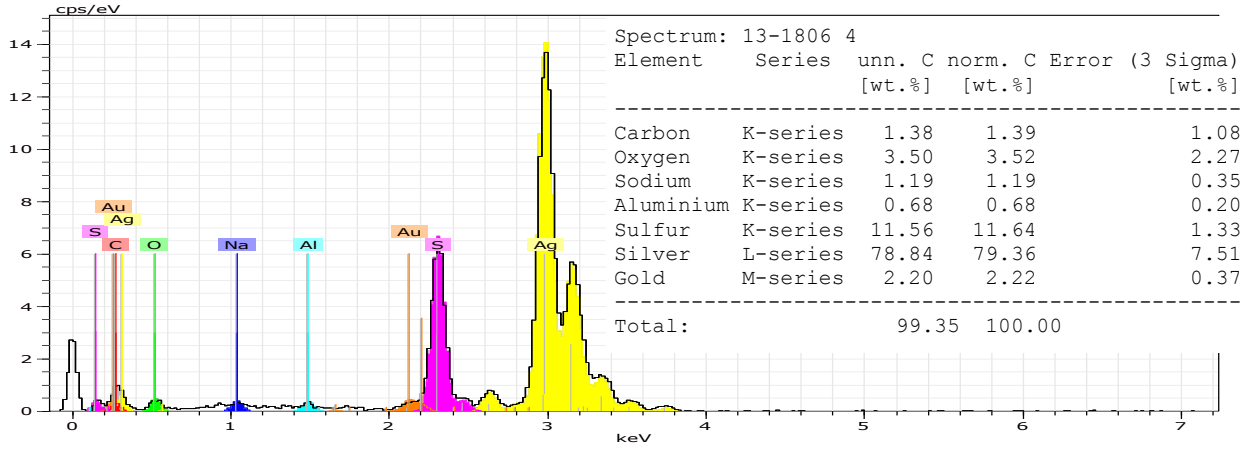
b

c

Şekil 4.118 a ve b -13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmının SEM görüntüsü; c- klapdanın ölçümünün yapıldığı alan.

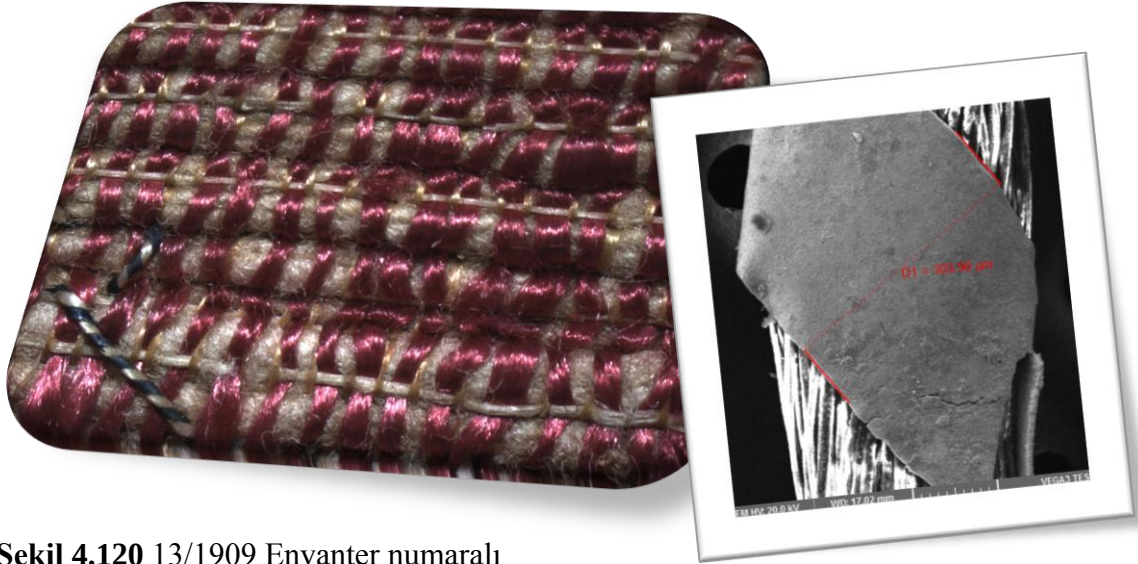
13/1806 Envanter No'lu eserde altın kaplamalı haricinde aynı zamanda gümüş kaplamalı klapdanda bulunmaktadır. Bu klapdan oldukça korozyona uğramıştır. Ana metal olarak

klapdanda Ag bulunmuştur. Kirlilik olarak fazla miktarda S ve ilaveten C, O, Al ölçülmüştür.



Şekil 4.119 13/1806 envanter numaralı eserdeki klapdanın(gümüş) tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu

4.1.3.15. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1909 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi

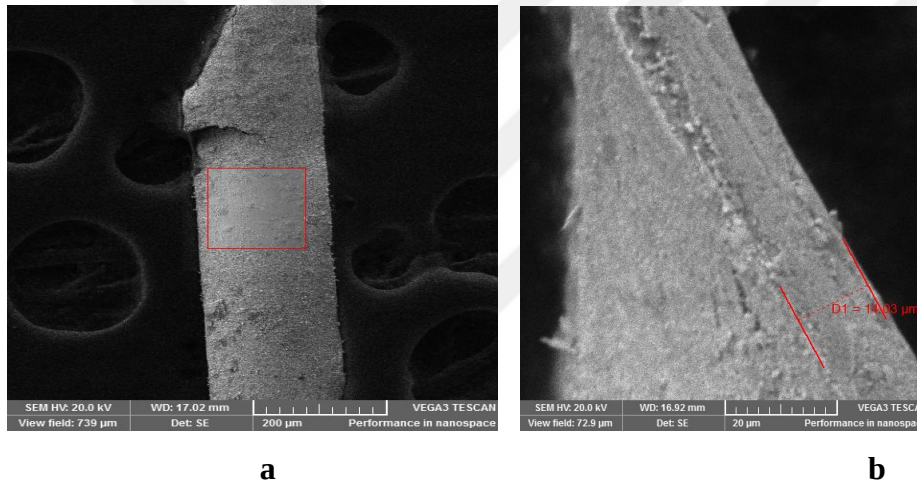


Şekil 4.120 13/1909 Envanter numaralı eserin zemin fotoğrafı

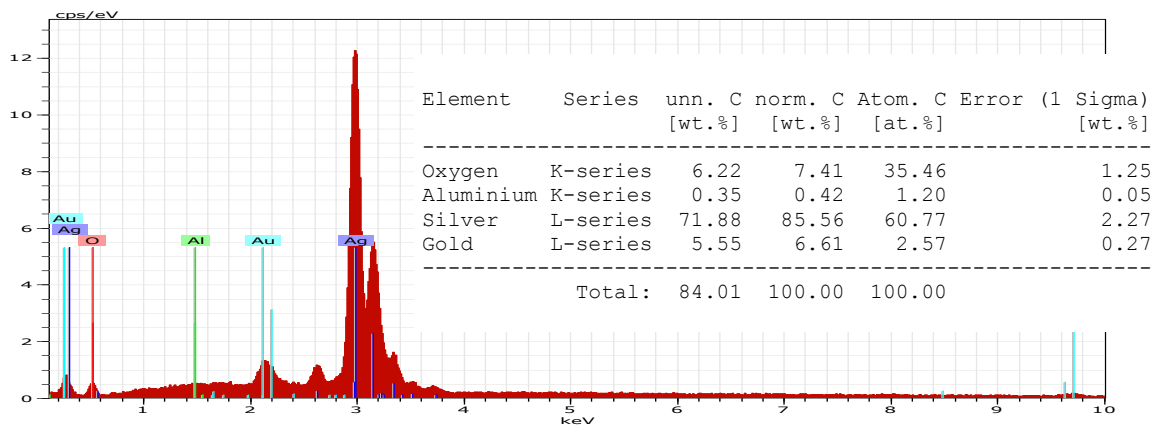
Şekil 4.121 13/1909 Envanter numaralı eserdeki klapdanın genişliğinin SEM görüntüsü

13/1909 Envanter No'lu eserin çift taraflı SEM görüntüleri incelenebilmiştir. Klapdanın genişliği 303,96 μm , kalınlığı ise 14,03 μm olarak ölçülmüştür. Dış yüzeyde daha fazla korozyon ürünleri gözlenmiştir ve klapdan oldukça yıpranmış görünmektedir. Bu da havadaki oksijenden dolayı oldukça oksitli bileşik varlığını gösterir. Telin kenarlarındaki görüntü kaplamanın çekme işleminden etkilendiğini düşündürmektedir.

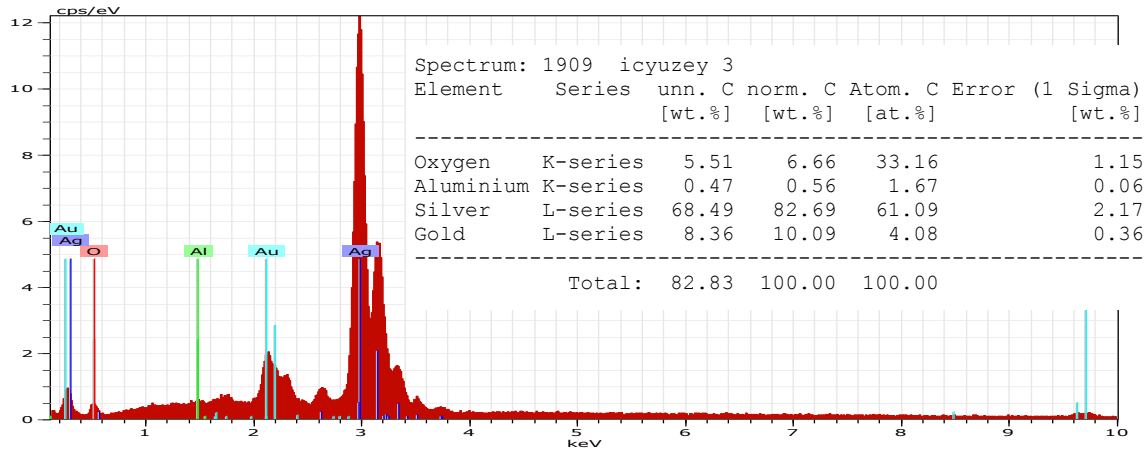
Eserle ilgili yapılan EDX sonuçlarına göre klapdan çift taraflı altın kaplamalı gümüşten oluşmaktadır. Klapdanla ilgili farklı voltajlarla yapılan çalışmalardan ince bir ltın tabakasının kullanıldığı anlaşılmıştır. İç ve dış kısımların EDX ölçümleri alınmıştır. Au ve Ag ün yanısıra klapdanda oldukça az miktarda Cu ve Bi saptanmıştır. Bunun yanısıra C, O, Al, Cl, Na ve Mg kirlilik olarak tespit edilmiştir.



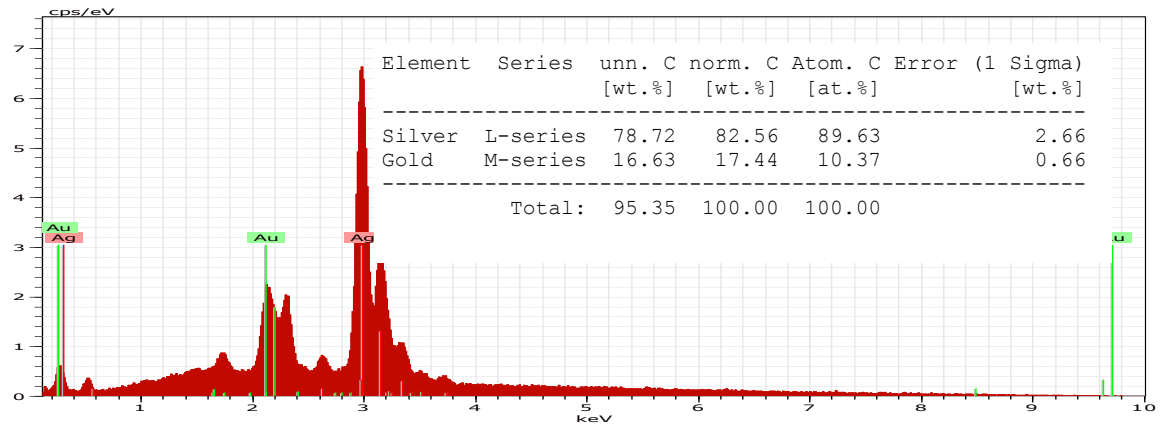
Şekil 4.122 a-13/1909 envanter numaralı eserdeki klapdanın EDX ölçümünün yapıldığı bölge ; b- klapdanın kalınlığı.



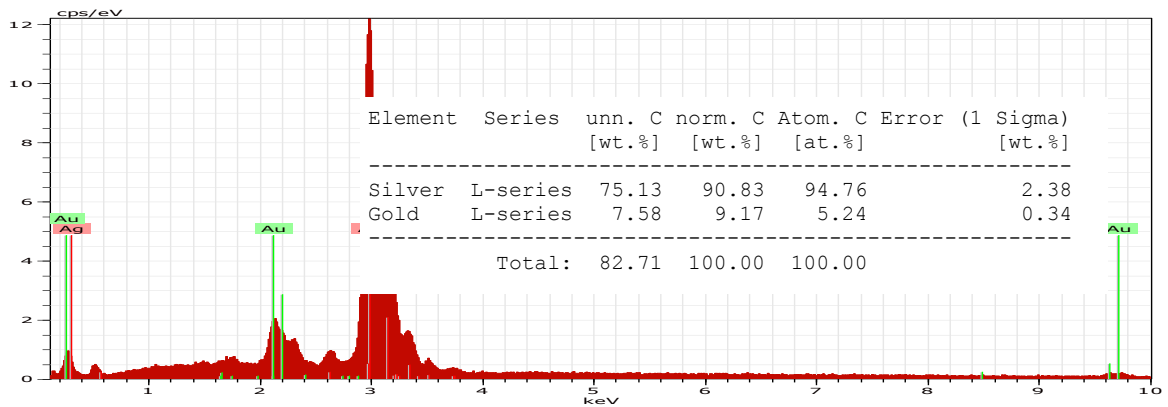
Şekil 4.123 13/1909 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış kısmın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu.



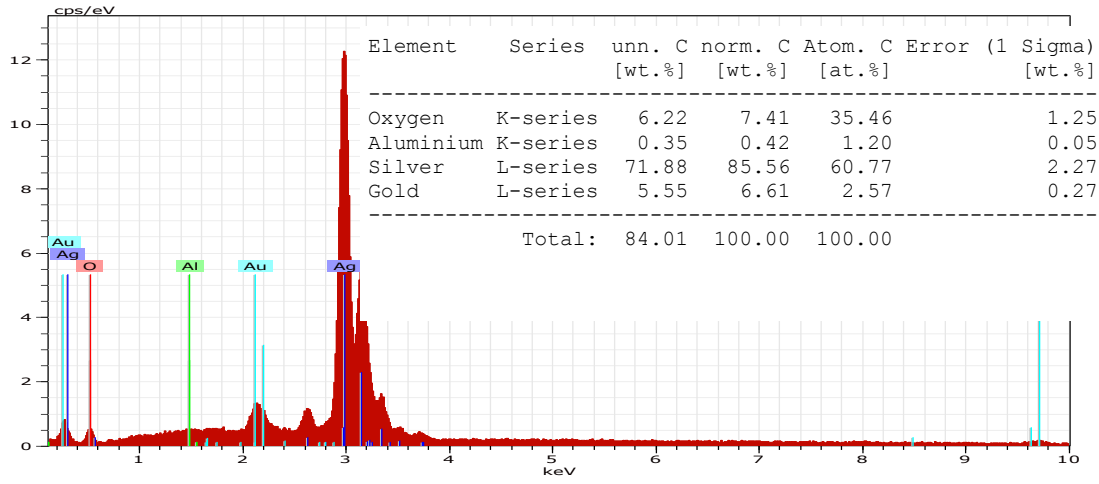
Şekil 4.124 13/1909 envanter numaralı eserdeki klapdanın iç kısmın tüm elementlerin SEM-EDX spektrumu.



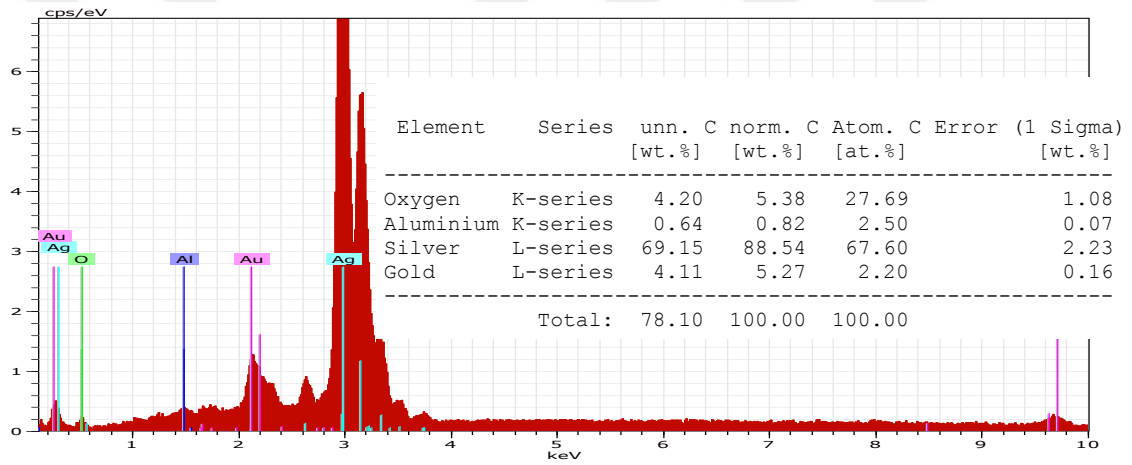
Şekil 4.125 13/1909envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.



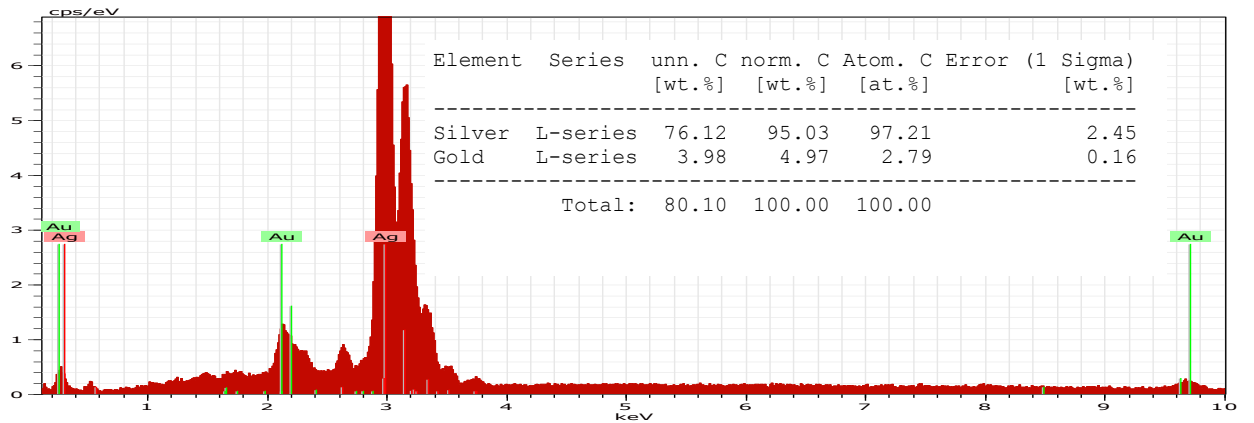
Şekil 4.126 13/1909envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.



Şekil 4.127 13/1909 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.



Şekil 4.128 13/1909 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.

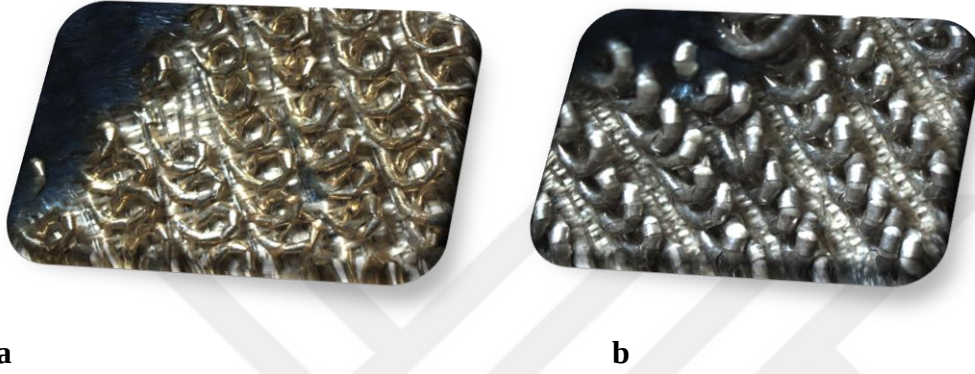


Şekil 4.129 13/1909 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.

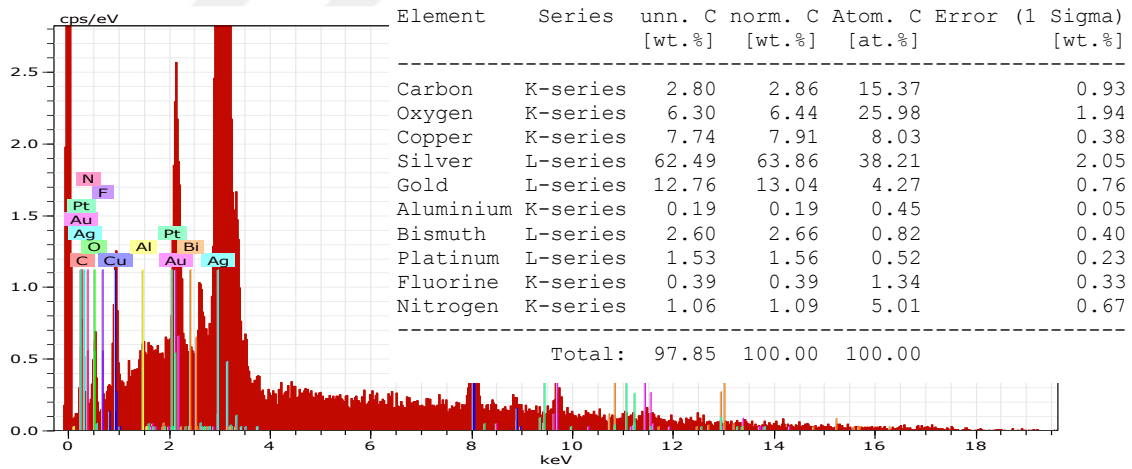
Eserin klapdanındaki kütlece altın yüzdesi 10 kV voltajda 17,44' den 30 kV voltajda 4,97'ye kadar inmiştir. Klapdanda büyük oranda gümüş kullanılmıştır. Altın kaplama çok incedir. Klapdanın EDX analizinde bakır metaline hiç rastlanmamıştır. Metaller bakır alaşımı değildir. Kirlilik olarak C,O ve Al bulunmuştur.

4.1.3.16.Topkapı Sarayı Müzesi 13/360 Envanter Numaralı

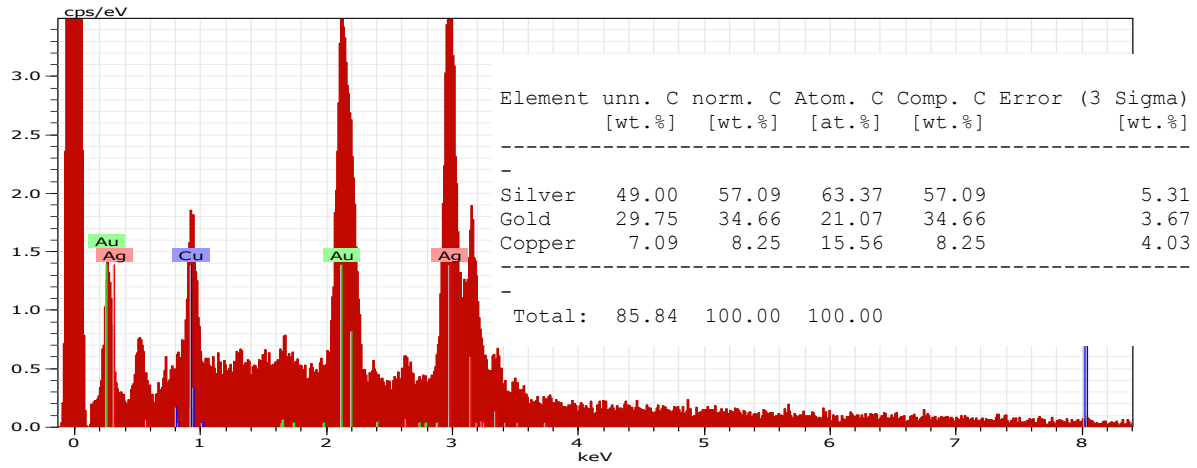
Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analiz



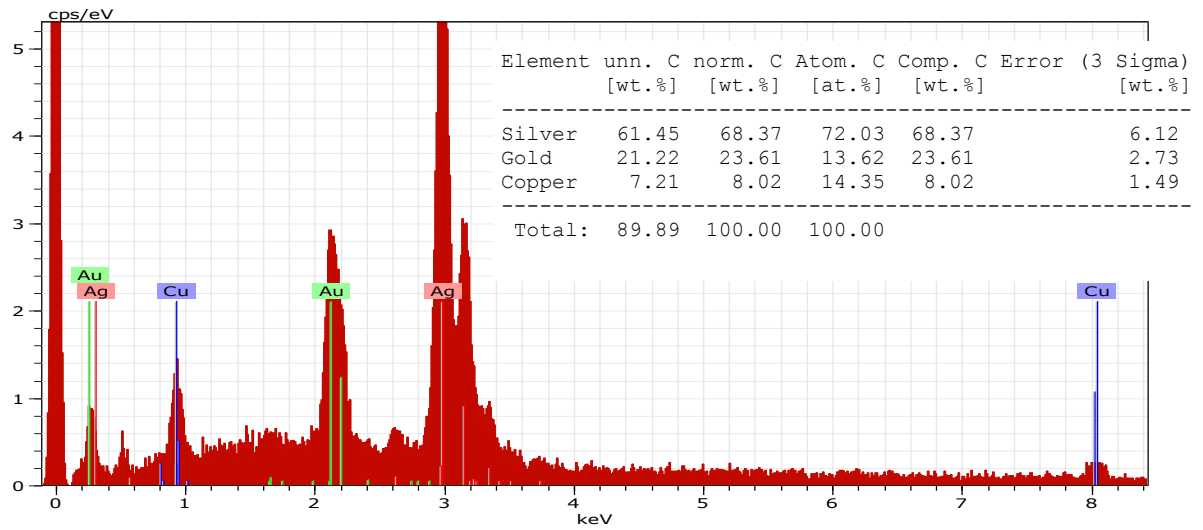
Şekil 4.130 13/360 Envanter numaralı eserin altın (a) ve gümüş (b) bukleleri



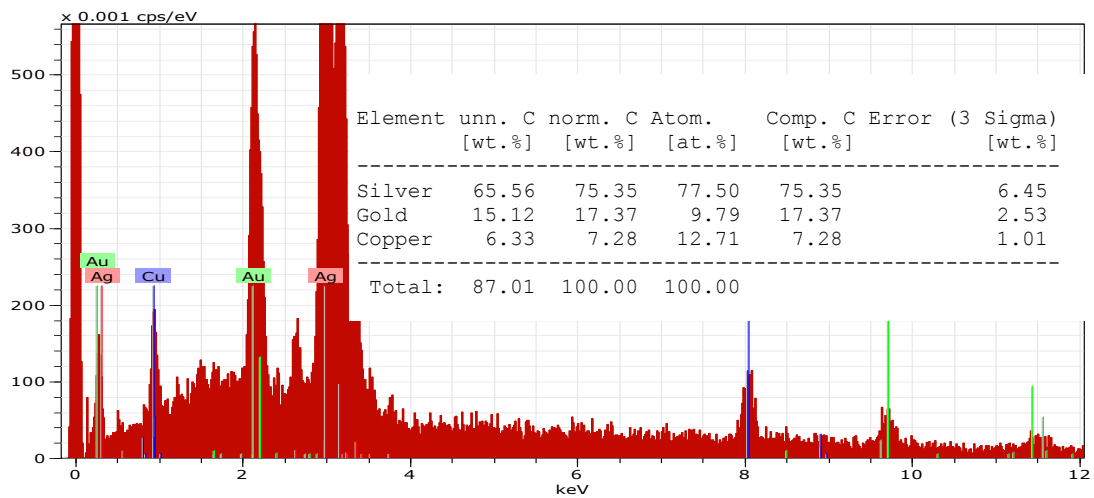
Şekil 4.131 13/360 envanter numaralı eserdeki klapdandanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu.



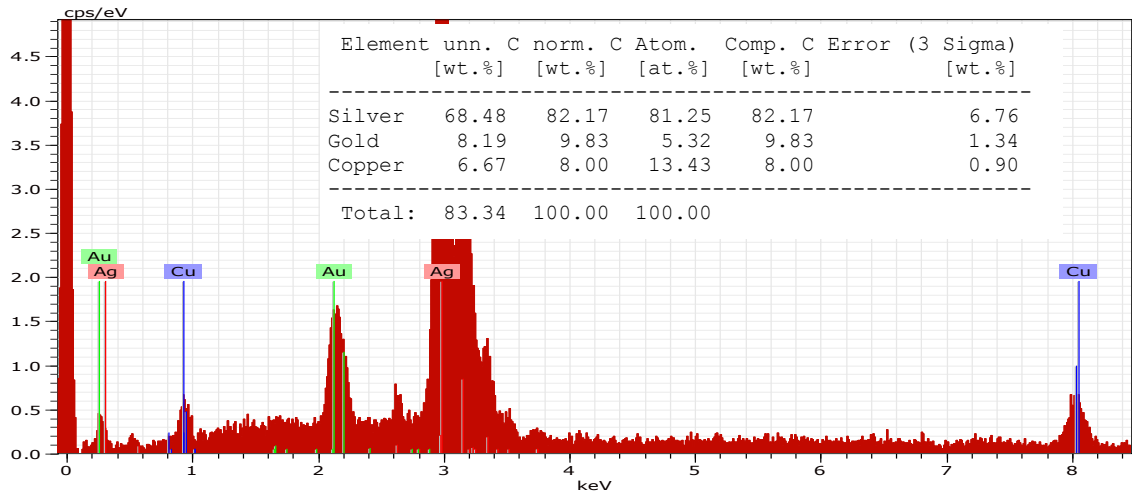
Şekil 4.132 13/360 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



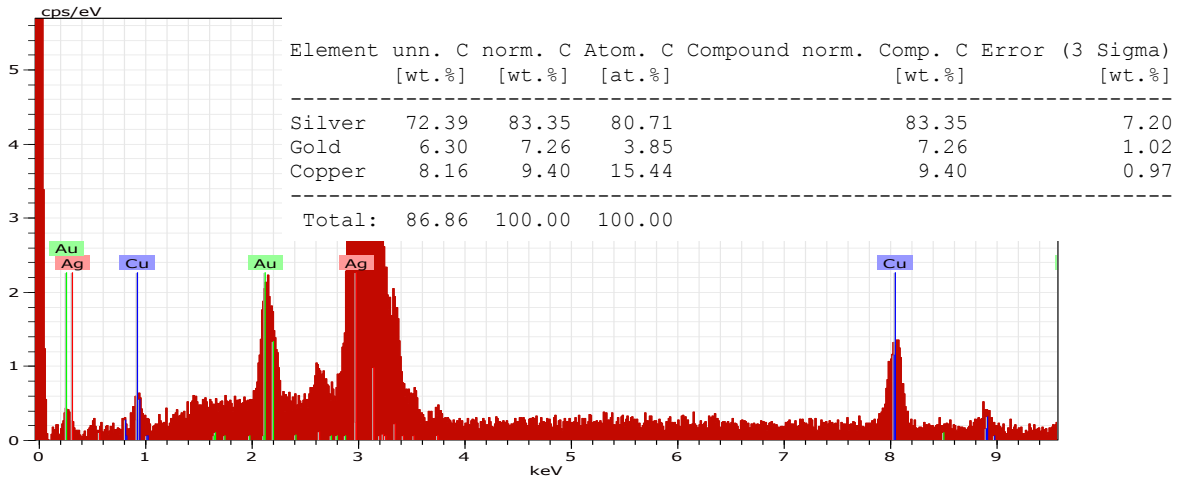
Şekil 4.133 13/360 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.134 13/360 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.135 13/360 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



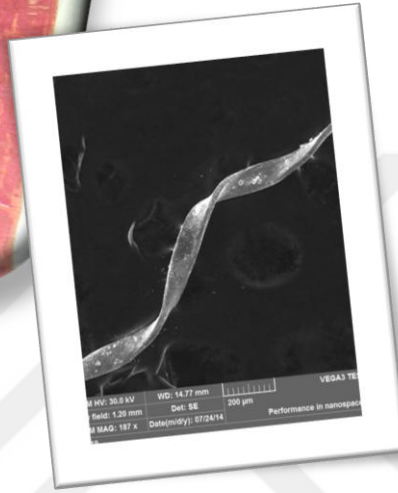
Şekil 4.136 13/360 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

Eserin klapdandaki kütlece altın yüzdesi 10 kV voltajda 34,66' dan 30 kV 7,26'ya kadar inmiştir. Klapdanda altın yüzdesi genellikle karşılaşılan ortalama değerdedir. Bakır yüzdesi ölçüm yapılan voltaj aralığında çok fazla değişmemiştir. Bu da her iki metalle (altın ve gümüş) alaşım halinde olduğunun göstergesi olarak kabul edilebilir. Klapdanda ayrıca kirlilik olarak C, O, N ve F' da belirlenmiştir. Ayrıca farklı olarak Bi ve Pt elementleride tespit edilmiştir.

4.1.3.17.Topkapı Sarayı Müzesi 13/1919 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi

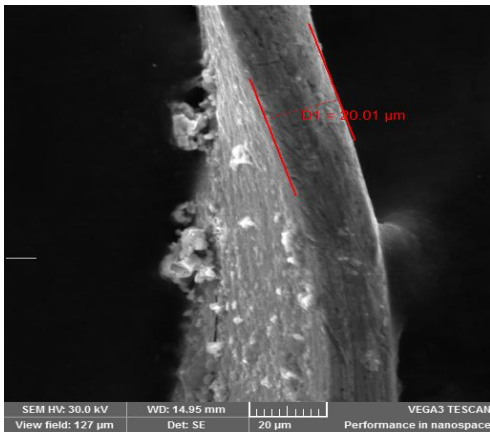


Şekil 4.137 13/1919 Envanter numaralı eserin fotoğrafları



Şekil 4.138 13/1919 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü

Bu eserdeki klapdanın çift taraflı SEM –görüntüleri alınabilmektedir. Klapdanın genişliği 210 μm , kalınlığı ise 24,56 μm ölçülmüştür. Tel çekme işlemi klapdandaki çizgilerden anlaşılmaktadır. Klapdanın yüzeyinde oldukça fazla korozyon ürünü görülmektedir.

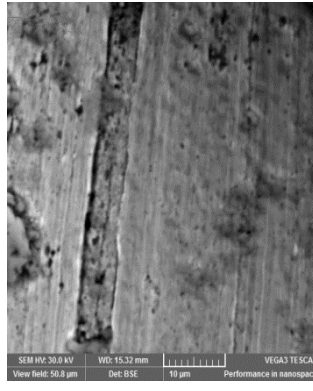


Bu eserin EDX ölçümlerine bakıldığında altın kaplamalı gümüş klapdan olduğu anlaşılmıştır. Farklı voltajlarda yapılan ölçüm sonuçlarına göre klapdanın altın kaplamalı olduğu belirlenmiştir. Klapdanda bulunan Ag/ Au oranı yaklaşık 4/1 dir. Klapdanda aynı zamanda C, O, Cl, Al, Mg, Na saptanmıştır. Klapdan üzerindeki kabartı analiz edildiğinde Ag ve Cl oranı bir hayli yüksek çıkmıştır.

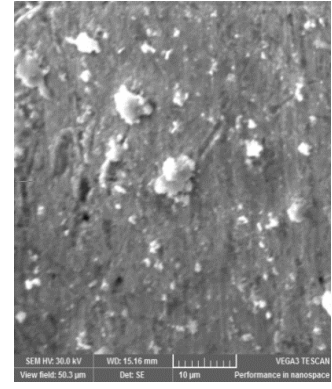
Şekil 4.139 13/1919 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü



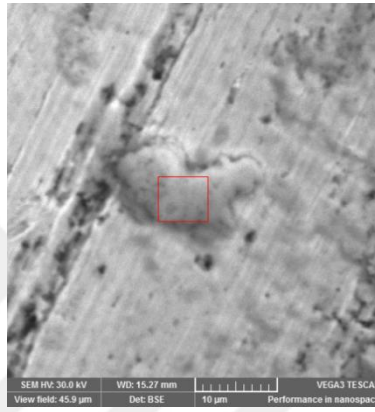
a



b

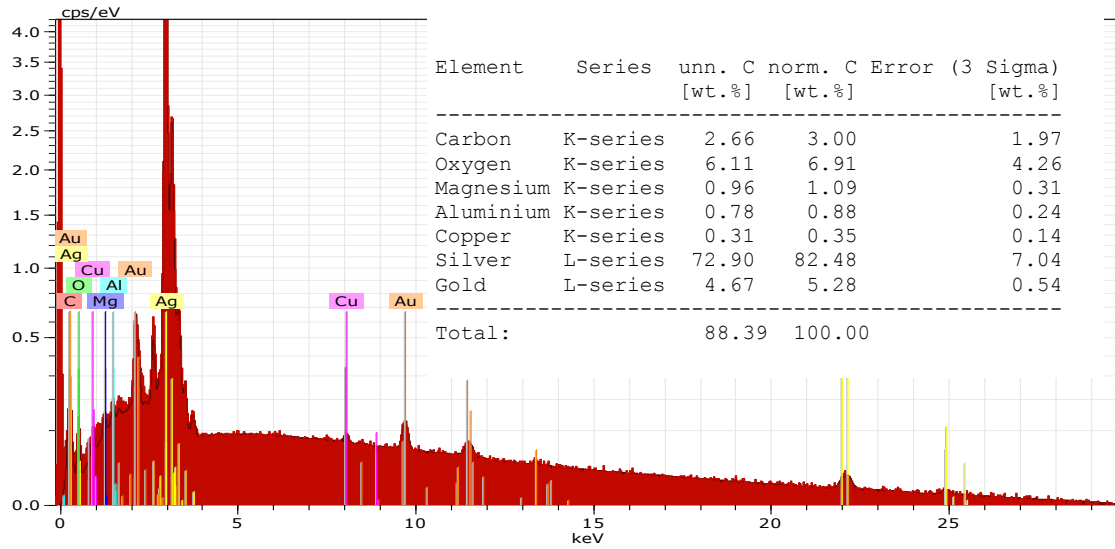


c

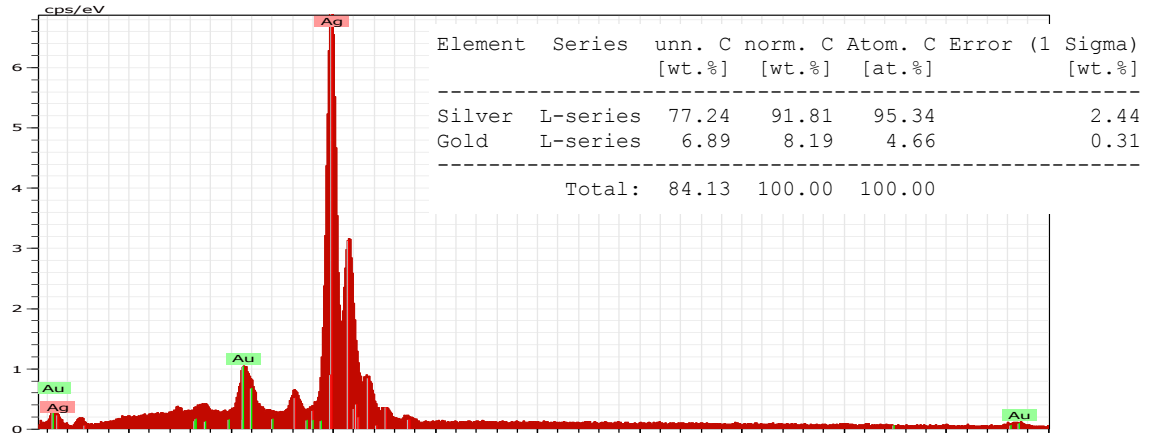


d

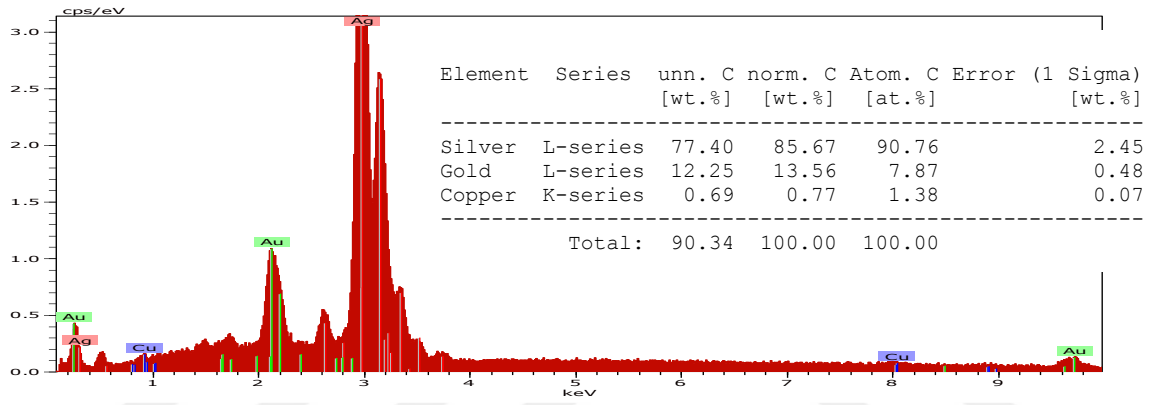
Şekil 4.140 a, b, c ve d-13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın üzerindeki kirlilikler



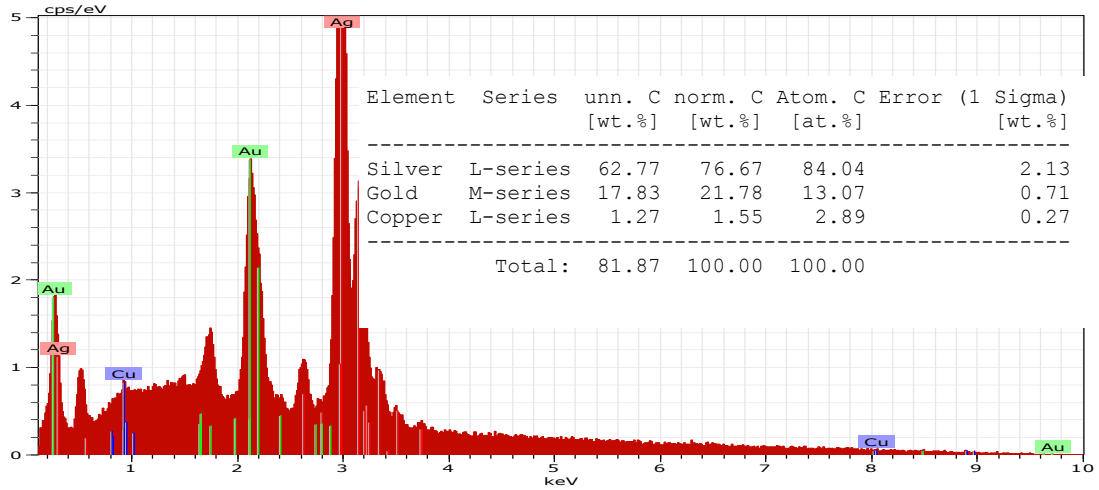
Şekil 4.141 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış yüzeyinin kabartı SEM-EDX spektrumu.



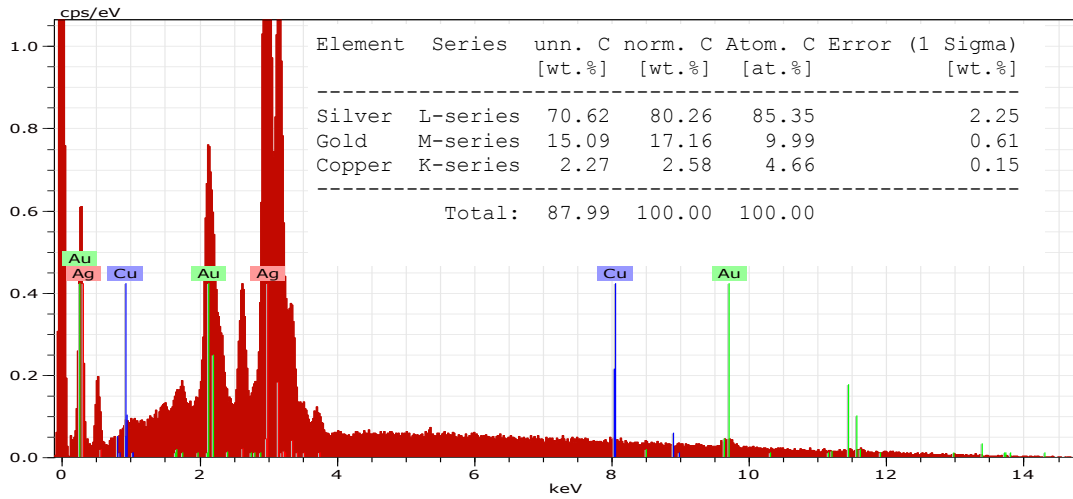
Şekil 4.142 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın dış yüzeyinin sadece metallerin SEM-EDX spektrumu.



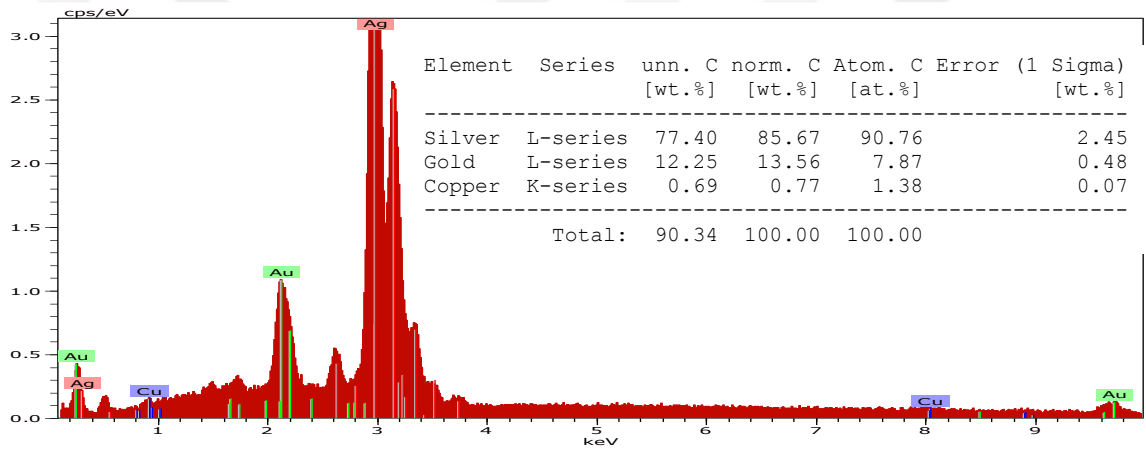
Şekil 4.143 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanda iç kısmın sadece metallerin SEM-EDX spektrumu



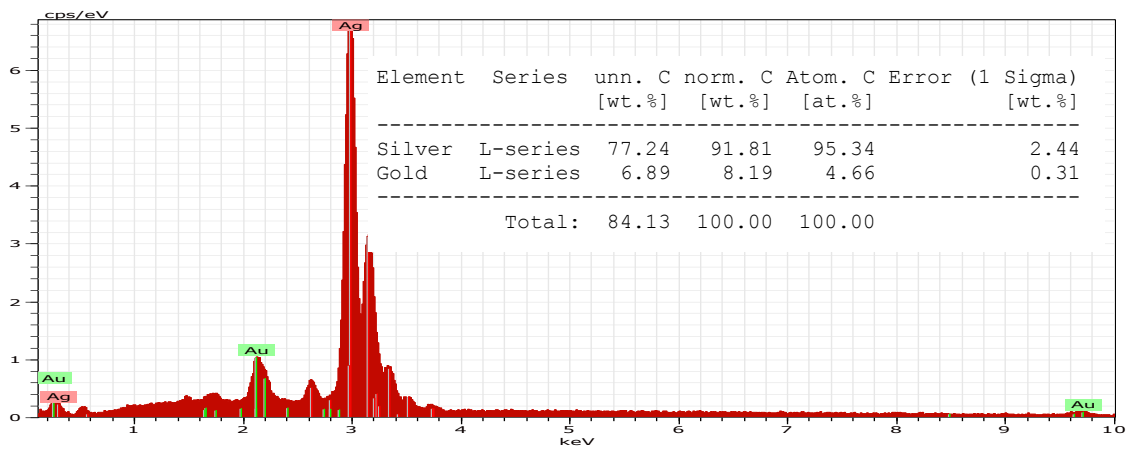
Şekil 4.144 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



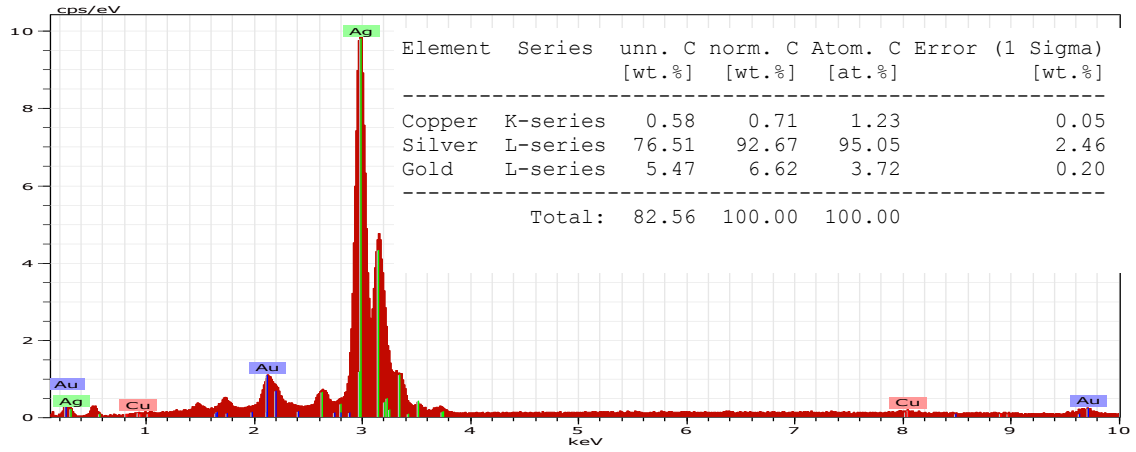
Şekil 4.145 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.146 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.



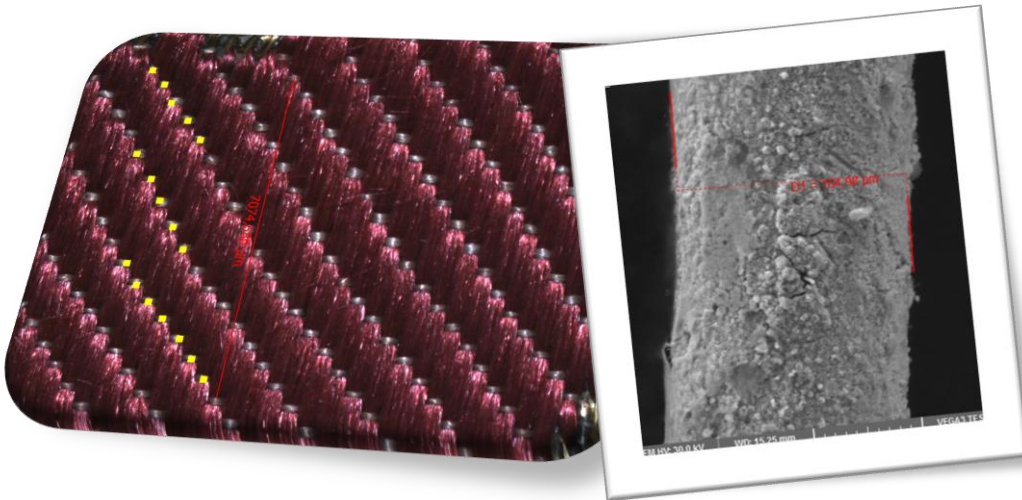
Şekil 4.147 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.148 13/1919 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

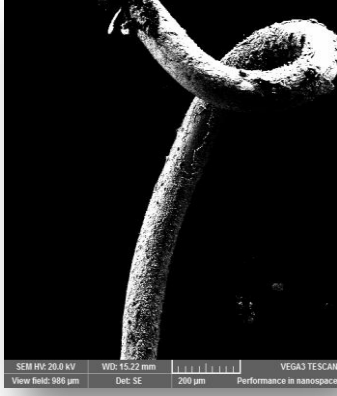
Eserin klapdandaki kütlece altın yüzdesi 10 kV voltajda 21,78' dan 30 kV 6,62'ye kadar inmiştir. Bakır yüzdesi ölçüm yapılan voltaj aralığında çok fazla değişmemiştir. Bu da her iki metalle (altın ve gümüş) alaşım halinde olduğunun göstergesi olarak kabul edilebilir. Klapdanda ayrıca kirlilik olarak C, O, Mg ve Al belirlenmiştir.

4.1.3.18. Topkapı Sarayı Müzesi 37 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



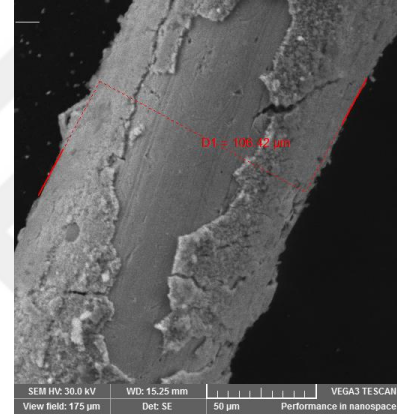
Şekil 4.149 37 Envanter numaralı eserin fotoğrafları.

Şekil 4.150 37 Envanter numaralı eserdeki klapdanın genişliğinin SEM görüntüsü.

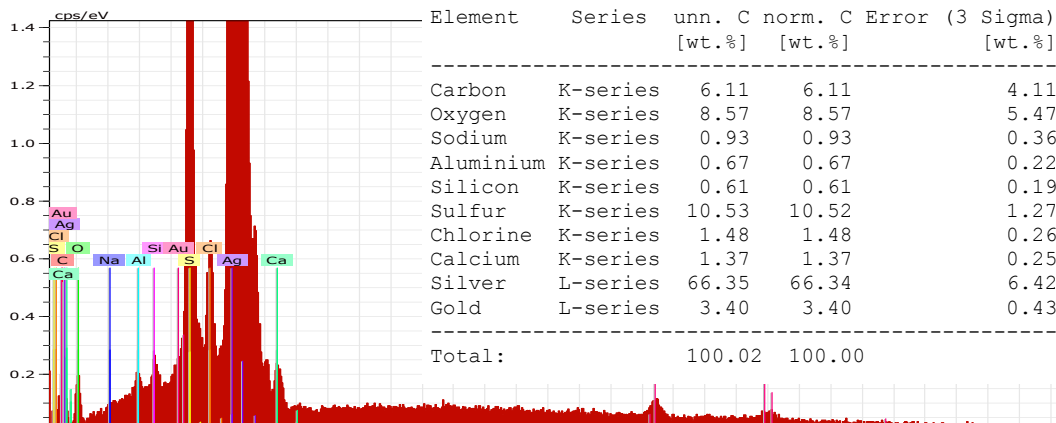


Şekil 4.151 37 Envanter numaralı eserdeki klapdanın SEM görüntüsü.

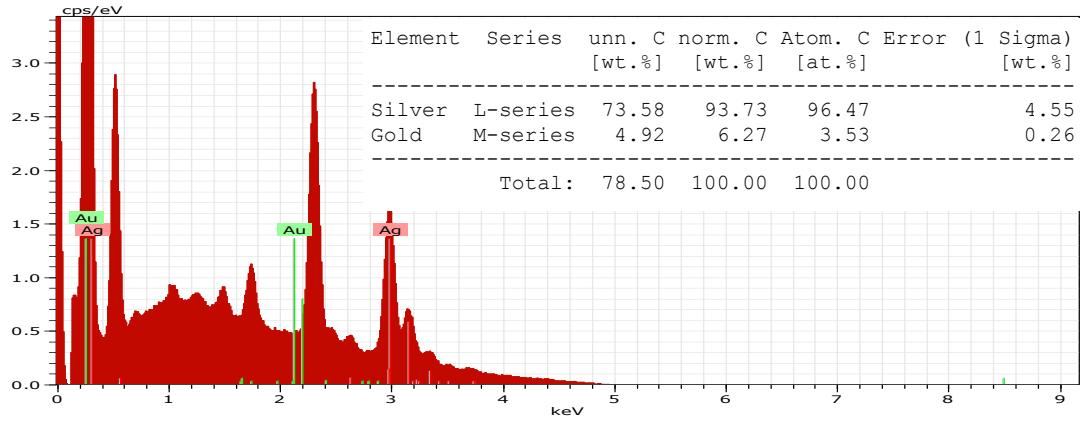
Eserin klapdanındaki kütlece altın yüzdesi 10 kV voltajda 6,27'dan 30 kV 2,48'e kadar inmiştir. Klapdan Au ve Ag metalinden oluşmuştur. Klapdanı oluşturan metaller alaşım halinde değildir. Klapdanda ayrıca kirlilik olarak fazla miktarda C ve S bulunmakta olup bunların yanında O ve Cl tespit edilmiştir. Kirlilik olarak saptanan metaller Na, Al, Si ve Ca'dur.



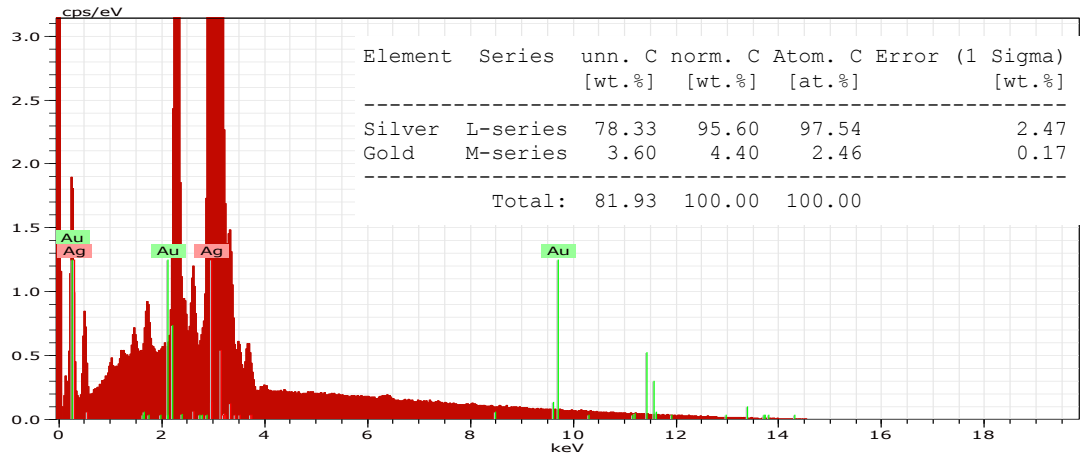
Şekil 4.152 37 Envanter numaralı eserdeki klapdanın farklı bir bölgenin genişliğinin SEM görüntüsü.



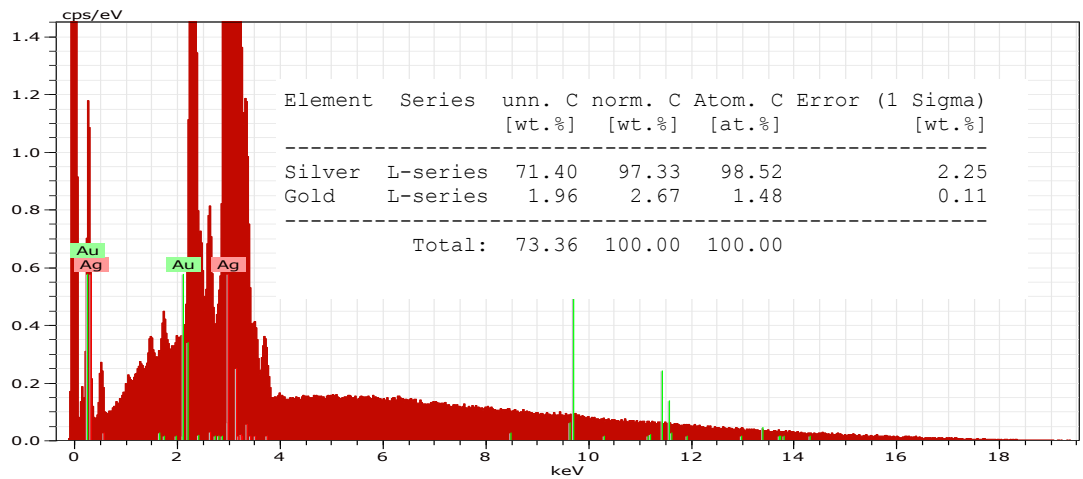
Şekil 4.153 37 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu.



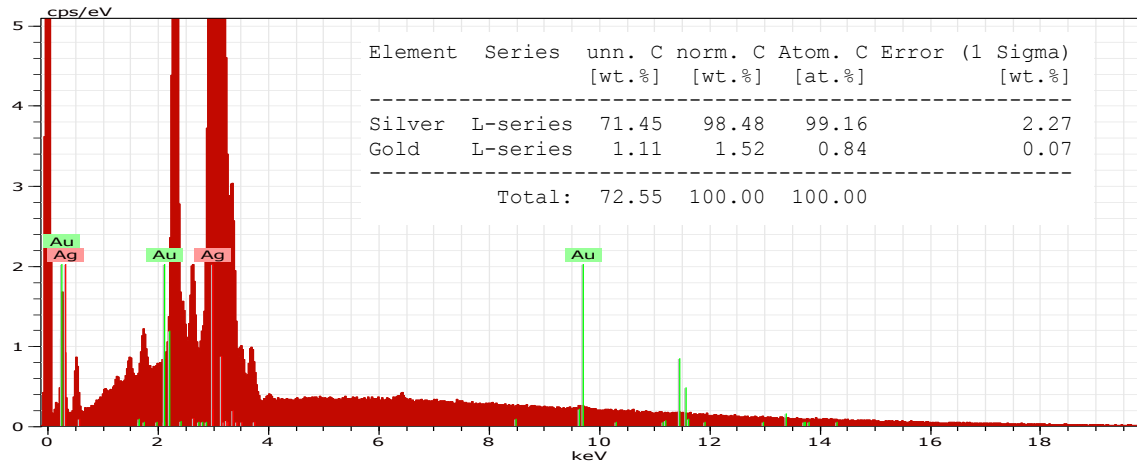
Şekil 4.154 37 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.



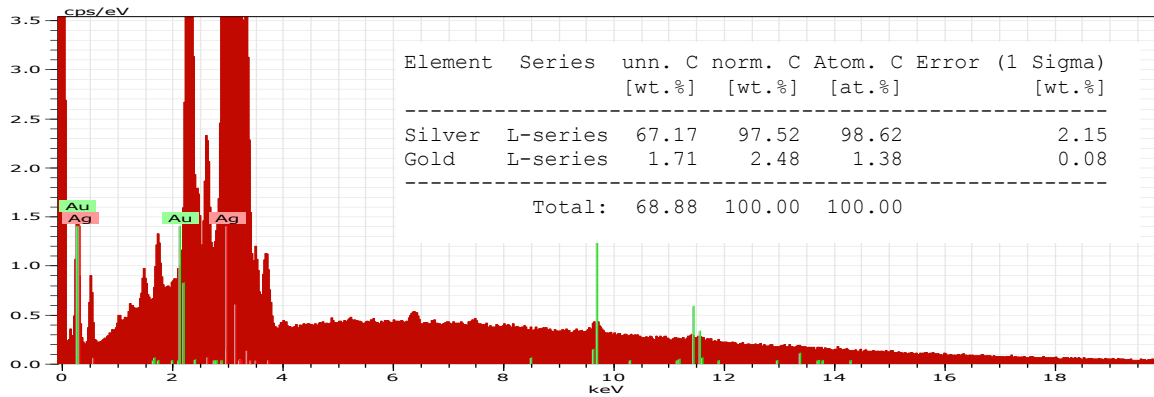
Şekil 4.155 37 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.156 37 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu.



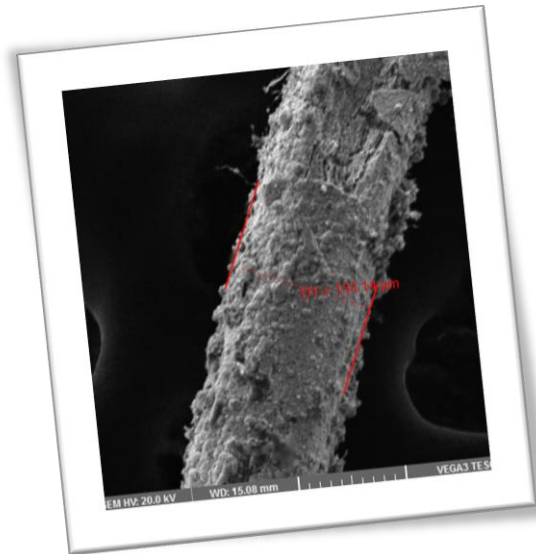
Şekil 4.157 37 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



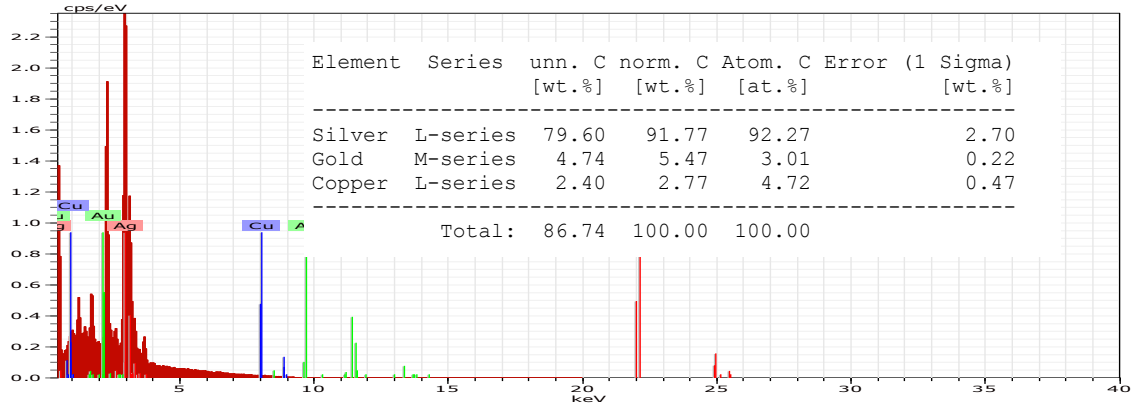
Şekil 4.158 37 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

4.1.3.19. Topkapı Sarayı Müzesi 41 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi

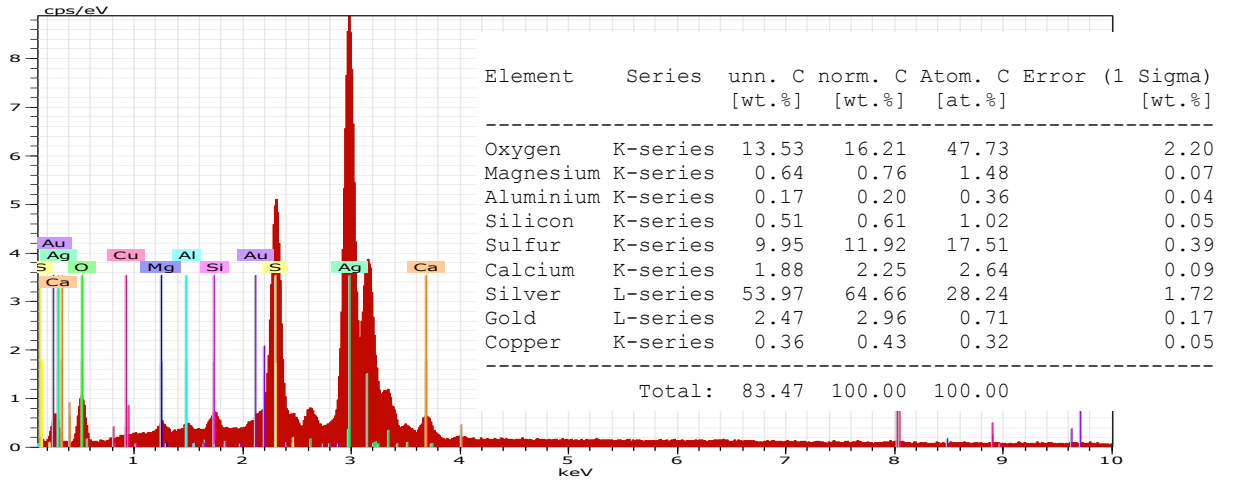
41 Envanter No 'lu eser bir teldir. SEM görüntülerine bakıldığında klapdan yüzeyinin oldukça yıprandığı görülmektedir. Telin genişliği 133,14 μm olarak ölçülmüştür. EDX ölçümlerine bakıldığında altın kaplamalı gümüş bir tel olduğu anlaşılmaktadır. Telde ayrıca kirlilik olarak yüksek oranda O ve S, metal olarak da Si, Mg ve Ca tespit edilmiştir.



Şekil 4.159 41 Envanter numaralı eserin SEM fotoğrafı

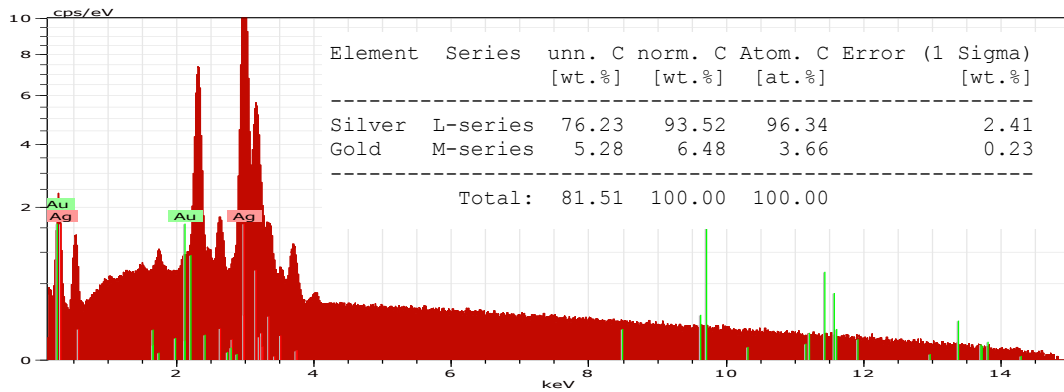


Şekil 4.160 41 envanter numaralı eserdeki klapdanın 10 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

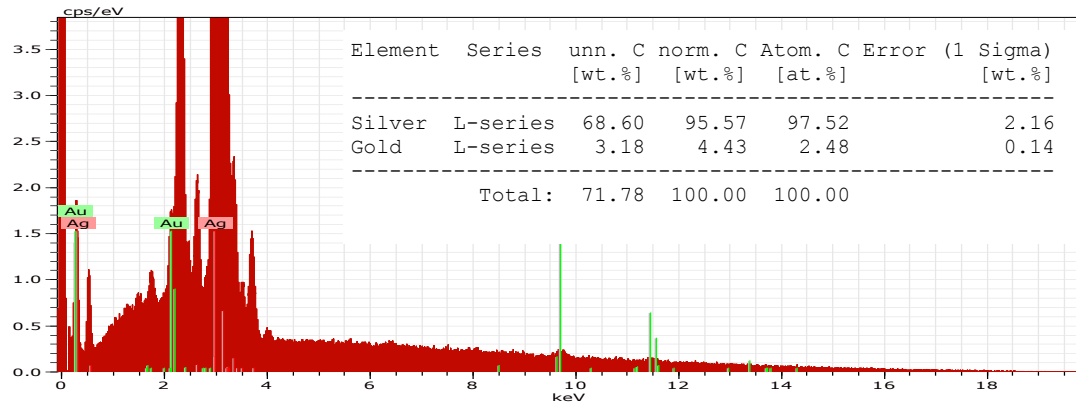


Şekil 4.161 41 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu

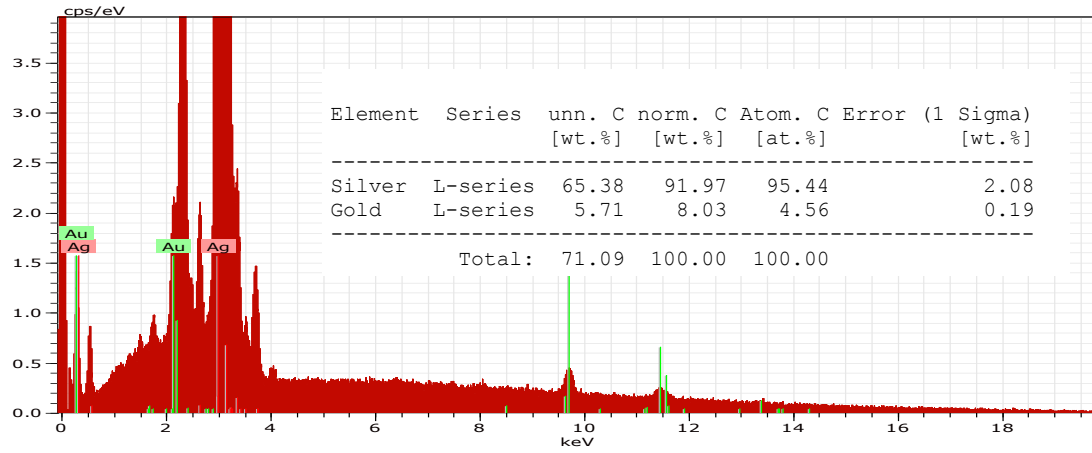
Eserin klapdanındaki kütlece altın yüzdesinde yassı klapdan türlerinde olduğu gibi voltaj arttıkça düzenli bir değişim gözlenmemiştir. Klapdanın yüzeyinin çok yıpranmış olması sebeplerden biri olarak gösterilebilir. Ayrıca klapdan muhteviyatında Cu metalide bulunmaktadır.



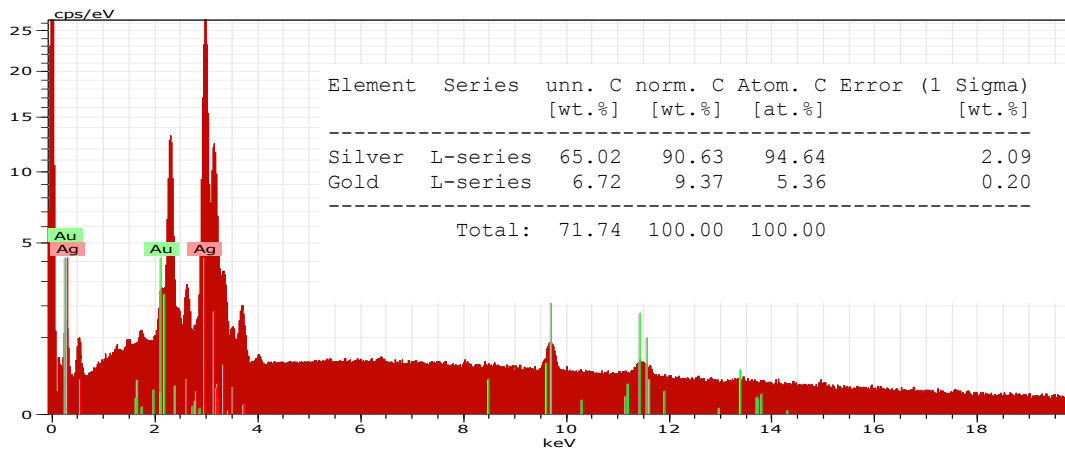
Şekil 4.162 41 envanter numaralı eserdeki klapdanın 15 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.163 41 envanter numaralı eserdeki klapdanın 20 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

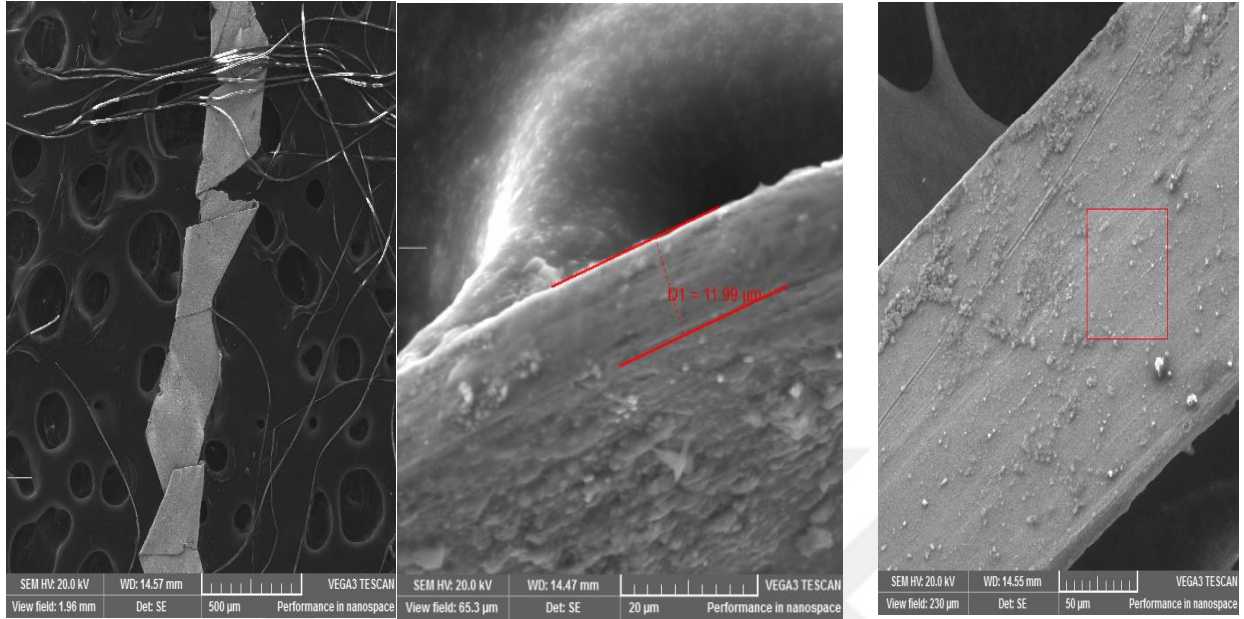


Şekil 4.164 41 envanter numaralı eserdeki klapdanın 25 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.165 41 envanter numaralı eserdeki klapdanın 30 kV hızlandırılmış voltajdaki metallerin SEM-EDX spektrumu

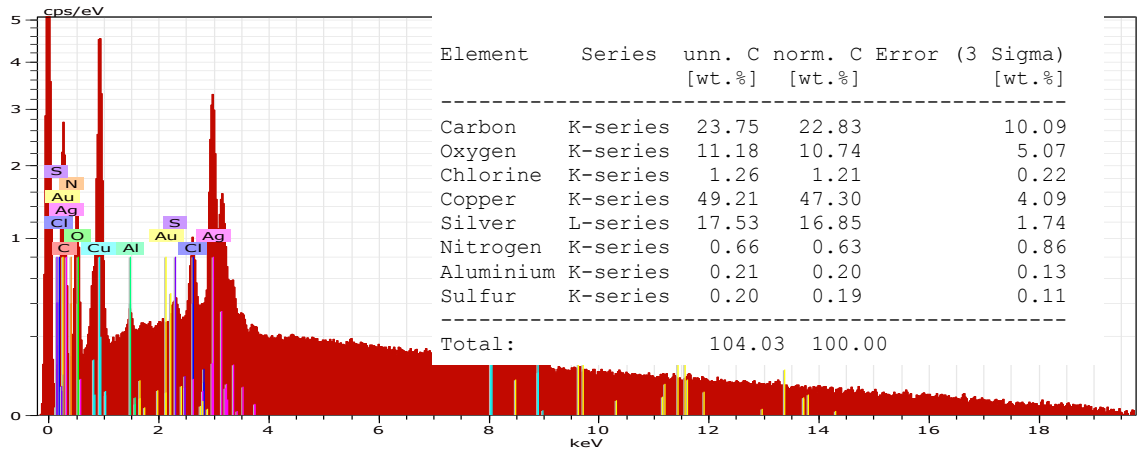
4.1.3.20.Topkapı Sarayı Müzesi 13/1049 Envanter Numaralı Eserdeki Klapdanın SEM-EDX ile Elementel Analizi



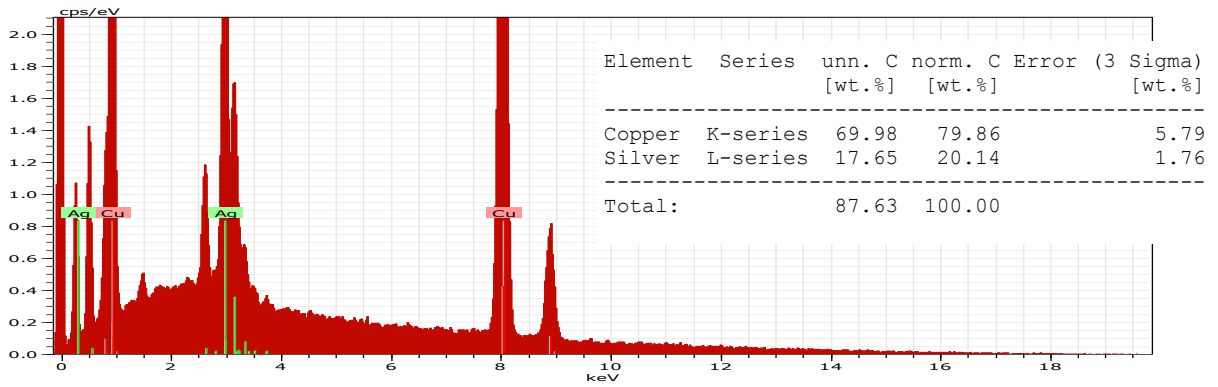
Şekil 4.166 13/1049 envanter numaralı eserdeki klapdan SEM görüntüleri

13/1049 envanter numaralı eserin çift taraflı SEM görüntüleri incelenebilmiştir. Klapdanın kalınlığı 11,99 µm olarak ölçülmüştür. Gümüş kaplı bakır klapdandır. Dış yüzeyde korozyon ürünleri gözlenmiştir ve klapdan oldukça yıpranmış görünmektedir. Telin kenarlarındaki görüntü kaplamanın çekme işleminden etkilendiğini düşündürmektedir.

Ag ve Cu'ın yanısıra klapdanda oldukça çok miktarda kirlilik olarak C ve O saptanmıştır. Bunun yanısıra Cl ve S miktarının az olması korozyon ürünlerinin daha çok bakıroksit olduğunu düşündürmektedir.



Şekil 4.167 13/1049 envanter numaralı eserdeki klapdanın tüm elementlerinin SEM-EDX spektrumu



Şekil 4.168 13/1049 envanter numaralı eserdeki klapdanın sadece metallerin SEM-EDX spektrumu

Eserlerin SEM-EDX analizleri tamamlandıktan sonra standartların ölçümünden elde edilen grafik denklemleri kullanılarak klapdanlardaki altın kaplama kalınlıkları hesaplandı. Örnek olarak envanter numarası 13/1721 olan örnekteki kütlece altın yüzdesi SEM-EDX yöntemiyle 15 kV 'da ölçüldü. Standartlardan elde ettiğimiz aynı voltaja ait grafiğe ait regresyon denkleminde ($y = 0,7823x - 5,55$) göre bu eserdeki kaplama kalınlığı ölçülen kütlece altın yüzdesine karşılık 29,91 nm olarak hesaplanmıştır. Altın bulunan örneklerdeki kütlece altın yüzdesine karşılık gelen kaplama kalınlıkları, standartların ölçümünden elde edilen bu grafiklerin regresyon denklemlerinden yararlanarak hesaplandı (Tablo 4.2 gösterildi). SEM-EDX analizlerinde ölçüm yapılan voltaj değerlerindeki sonuçlara göre bu hesaplamalar yapılmıştır.

Tablo 4.4 Tarihi eserlere ait klapdanlardaki hesaplanan altın kaplama kalınlıkları.

Envanter numarası	Standart sapmalarıyla birlikte
	klapdanlardaki hesaplanan kaplama kalınlığı nm)
13/360	36,50 ± 1,9
13/1588	34,88 ± 1,85
13/512	13,88 ± 1,88
13/466	56,27 ± 0,81
13/574	38,35 ± 0,80
13/1721	29,312 ± 1,95
13/1573	121,14 ± 21,37
13/41	27,28 ± 0,98
13/1025	18,60 ± 3,75
13/1806	21,93 ± 6,73
13/1919	31,80 ± 1,99
13/1646	71,53 ± 1,71
13/1909	26,70 ± 1,35

4.2. BOYARMADDE ANALİZ SONUÇLARI

4.2.1. HPLC-DAD İle Organik Boyarmadde ve Pigment Analizi Metod Validasyon Sonuçları

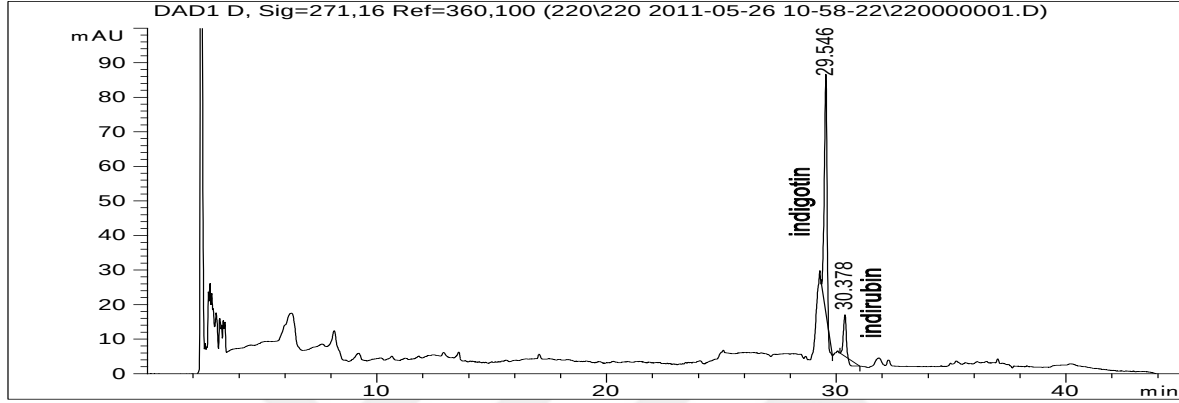
Validasyon çalışması yapılan her bir malzemede en düşük ve en yüksek konsantrasyona göre LOD (Sinyal/Gürültü) değerleri hesaplanmıştır. LOD değeri en az 3 ve 3'ün üzerindedir. Her bir organik boyar maddenin maksimum absorbans değerini gösteren spektrumlar ve alıkonma zamanlarını gösteren kromotogramlar Ek 2'de verilmiştir.

Kalitatif yöntem olduğu için LOQ ve ölçüm belirsizliği hesaplanamamıştır. Kolon kirliliği, kolon basıncı ve diğer faktörler göz önüne alındığında alıkonma zamanında 2 sapma olabilmektedir. Boyarmaddenin var olup olmadığı sırasıyla alıkonma zamanı, örneklerin birbirleriyle karşılaştırılması yani spektrumların üst üste gelmesi (maksimum dalga boylarının denk gelmesi) ve LOD değerleri dikkate alınarak belirlenmiştir.

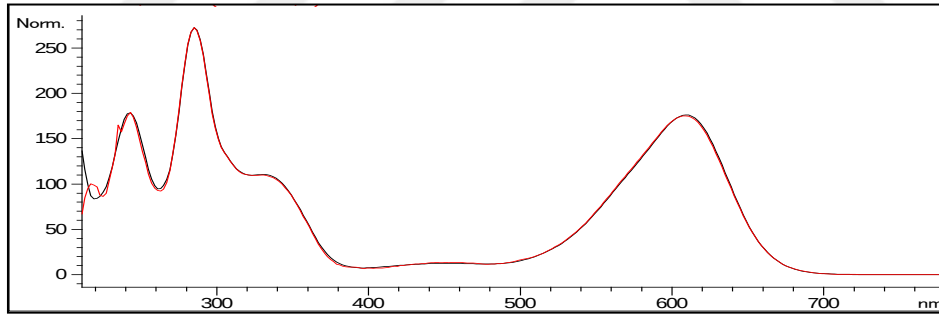
4.2.2. Eserlerdeki Boyarmaddelerin HPLC-DAD Analiz Sonuçları

Topkapı Sarayı Müzesi Koleksiyonuna ait eserlerin boyarmadde analizleri HPLC-DAD yöntemi ile yapıldı. Aşağıda analizleri yapılmış olan eserlerdeki boyarmaddelere ait kromatogram ve spektrumlar ayrı ayrı sıralanmıştır.

4.2.2.1. Topkapı Sarayı Müzesi 13/466 numaralı eserin HPLC-DAD analizleri



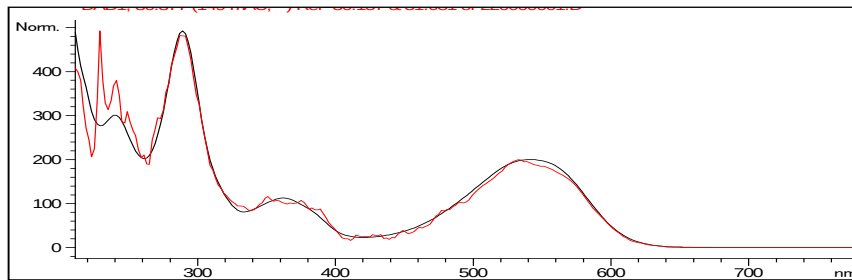
Şekil 4.169 13/466 envanter numaralı eserdeki lacivert ipliğin kromatogramı



Şekil 4.170 13/466 envanter numaralı eserdeki lacivert ipliğin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 29.754 ,İndigotin standardının spektrumu

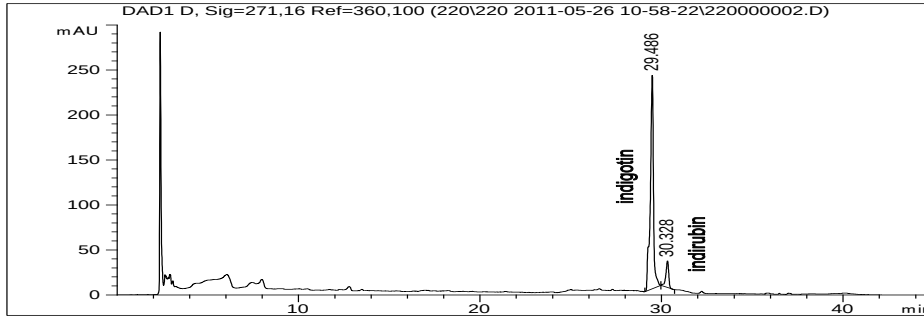
— Spektrum A.Z.: 29.544 ,Şekil 4.169 deki kromatogramın spektrumu)



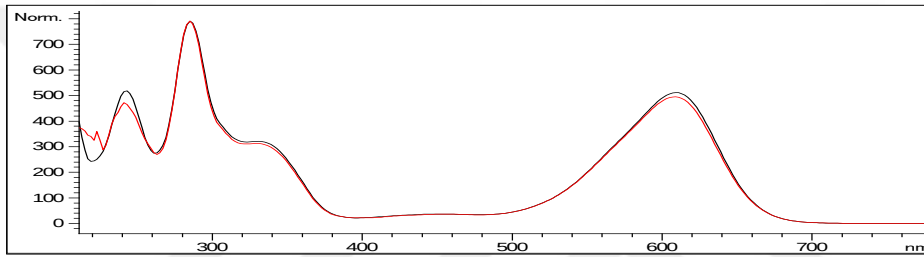
Şekil 4.171 13/466 envanter numaralı eserdeki lacivert ipliğin spektrumunun ve indirubin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 30.684 , İndirubin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 30.377 ,Şekil 4.169’deki kromatogramın spektrumu)



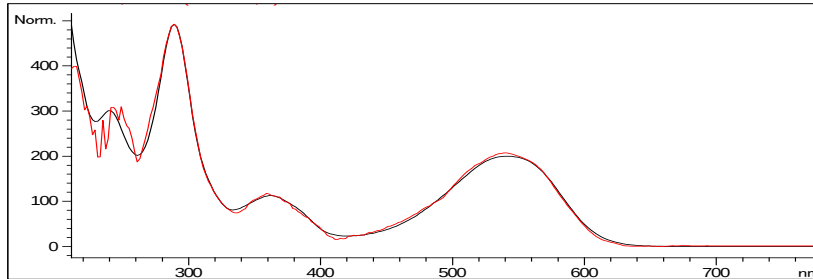
Şekil 4.172 13/466 envanter numaralı eserdeki mavi ipliğin kromatogramı



Şekil 4.173 13/466 envanter numaralı eserdeki mavi ipliğin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 29.754 ,İndigotin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 29.489 ,Şekil 4.172 ‘deki kromatogramın spektrumu)

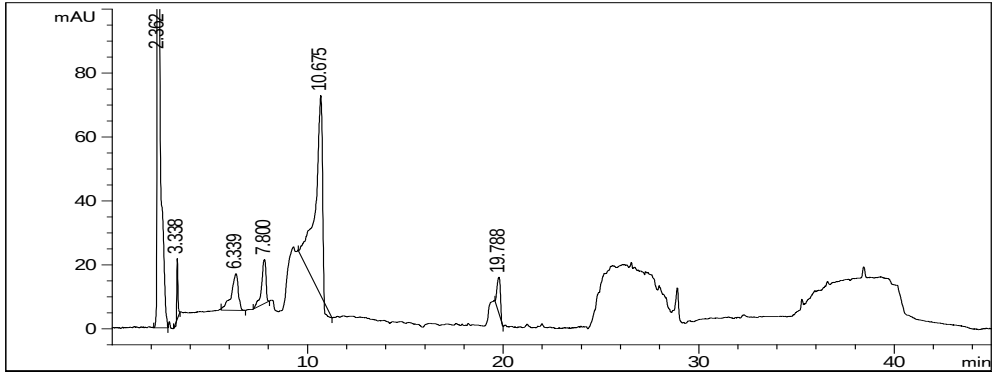


Şekil 4.174 13/466 envanter numaralı eserdeki mavi ipliğin spektrumunun ve indirubin standardının birlikte gösterimi

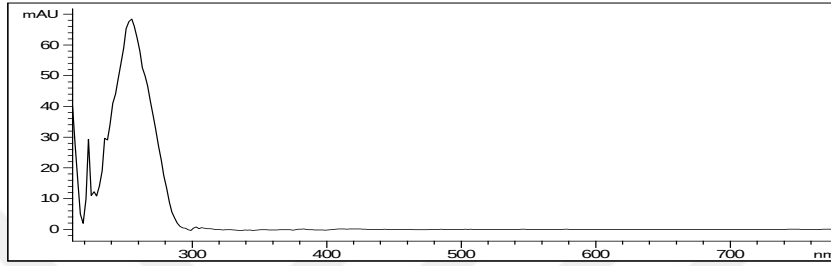
(____ Spektrum A.Z.: 30.684 ,İndirubin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 30.329 ,Şekil 4.172’deki kromatogramın spektrumu)

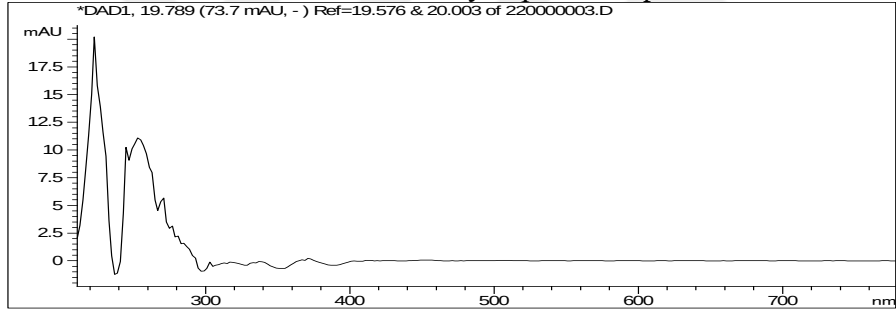
13/466 envanter numaralı eserdeki mavi ve lacivert ipliğe ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında dayanarak indigotin ve indirubin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



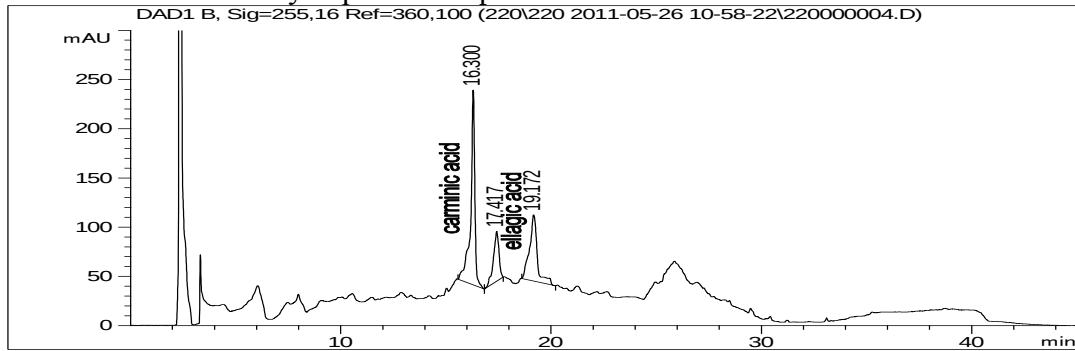
Şekil 4.175 13/466 envanter numaralı eserdeki altın bantların sarı ipliğin kromatogramı



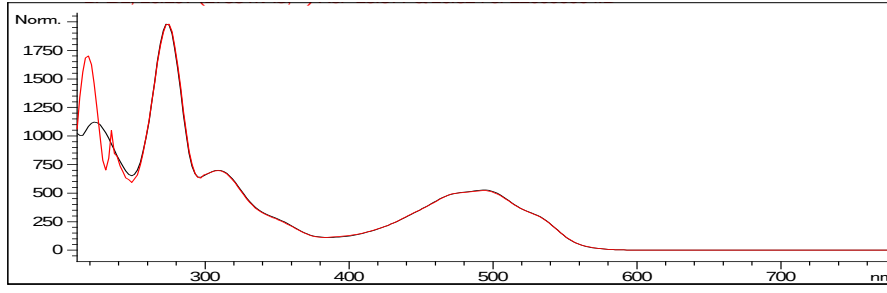
Şekil 4.176 13/466 envanter numaralı eserdeki sarı ipliğin kromatogramındaki 10.676 alıkonma zamanlı bilinmeyen pik 1'in spektrumu



Şekil 4.177 13/466 envanter numaralı eserdeki sarı ipliğin kromatogramındaki 19.789 alıkonma zamanlı bilinmeyen pik 2'nin spektrumu



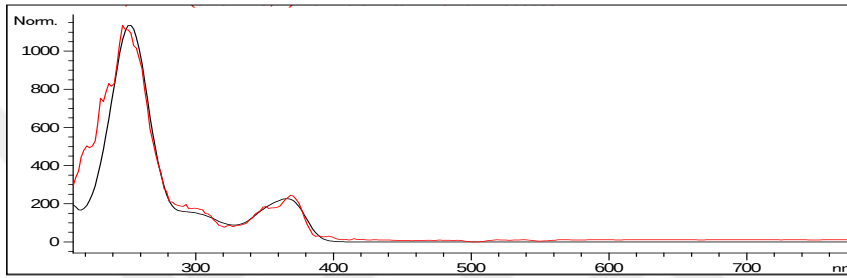
Şekil 4.178 13/466 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramı



Şekil 4.179 13/466 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumu ve karminik asit standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 16.715 ,Karminik asit standardının spektrumu

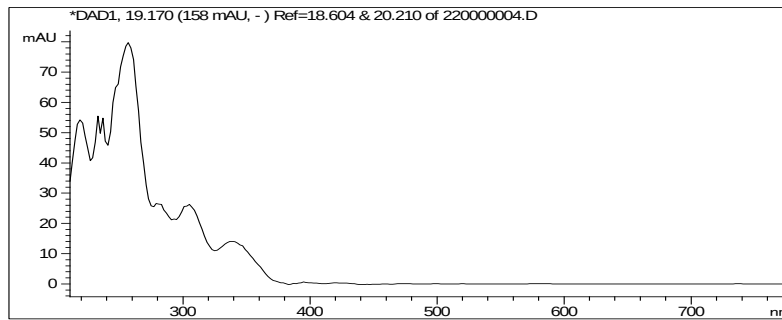
____ Spektrum A.Z.: 16.297 ,Şekil 4.178'deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.180 13/466 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumu ve elajik asit standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 17.593 ,Elajik asit standardının spektrumu

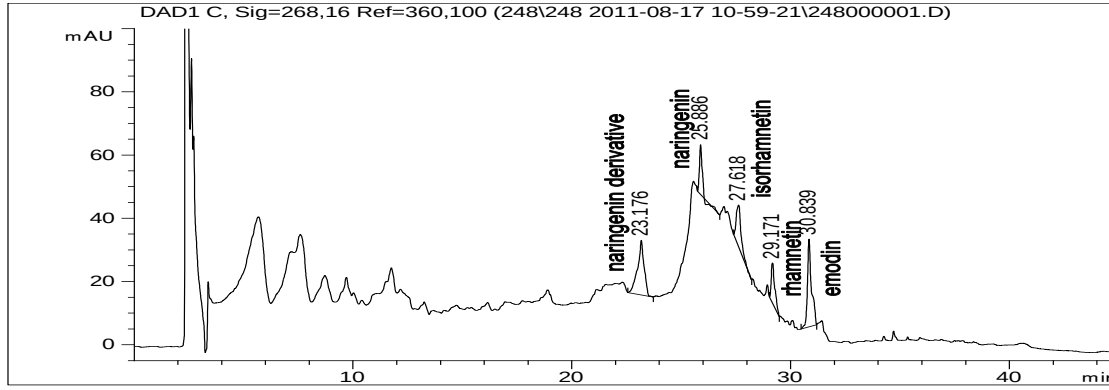
____ Spektrum A.Z.: 17.417 ,Şekil 4.178'deki kromatogramın spektrumu)



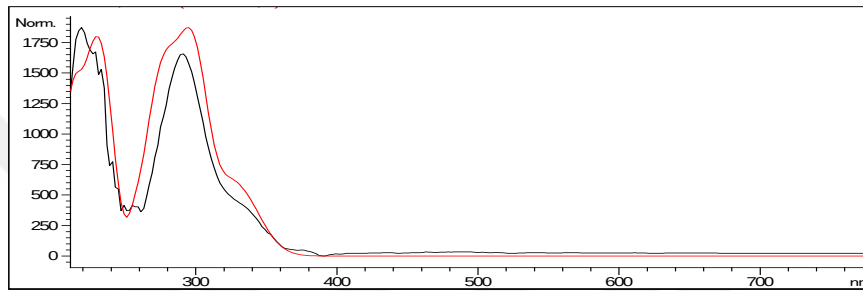
Şekil 4.181 13/466 envanter numaralı eserdeki sarı ipliğin kromatogramındaki 19.170 alıkonma zamanlı bilinmeyen pikin spektrumu

13/466 envanter numaralı eserdeki kırmızı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında karminik asit ve ellajik asit boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.

4.2.2.2. Topkapı Sarayı Müzesi 13/574 envanter numaralı eserin HPLC analizleri

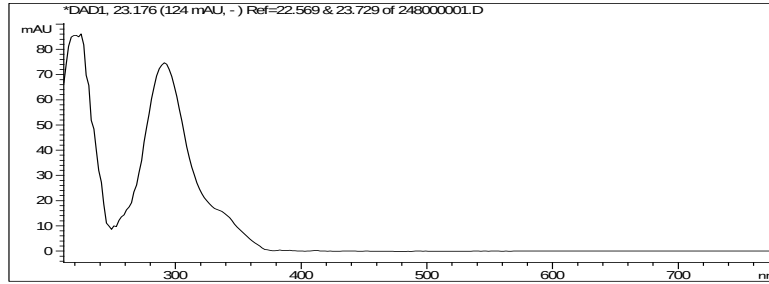


Şekil 4.182 13/574 envanter numaralı eserdeki sarı rengin kromatogramı

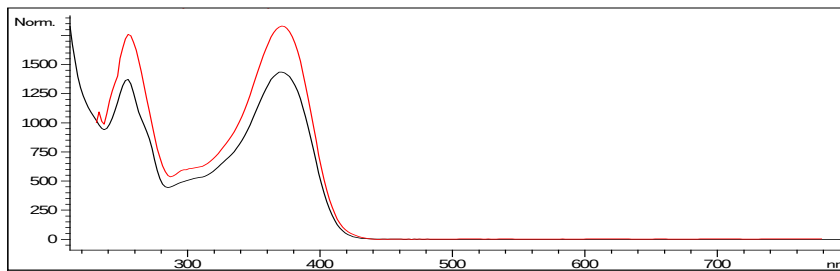


Şekil 4.183 13/574 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve naringenin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 25.889 ,Naringenin standardının spektrumu
____ Spektrum A.Z.: 26.369 ,Şekil 4.182'deki kromatogramın spektrumu)



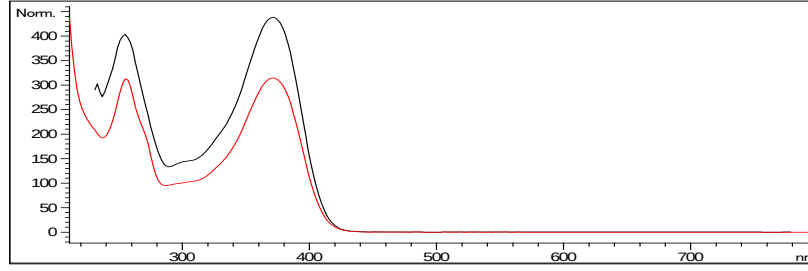
Şekil 4.184 13/574 envanter numaralı eserdeki 23.176 alıkonma zamanlı naringenin maddesinin türevinin spektrumu



Şekil 4.185 13/574 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve isorhamnetin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 26.938 ,İsorhamnetin standardının spektrumu

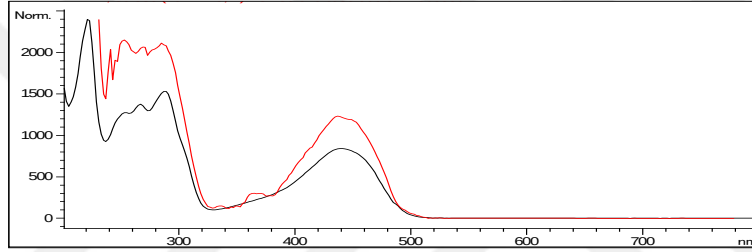
____ Spektrum A.Z.: 27.643 ,Şekil 4.182'daki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.186 13/574 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve rhamnetin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 29.169 ,Rhamnetin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 28.142 ,Şekil 4.182'daki kromatogramın spektrumu)



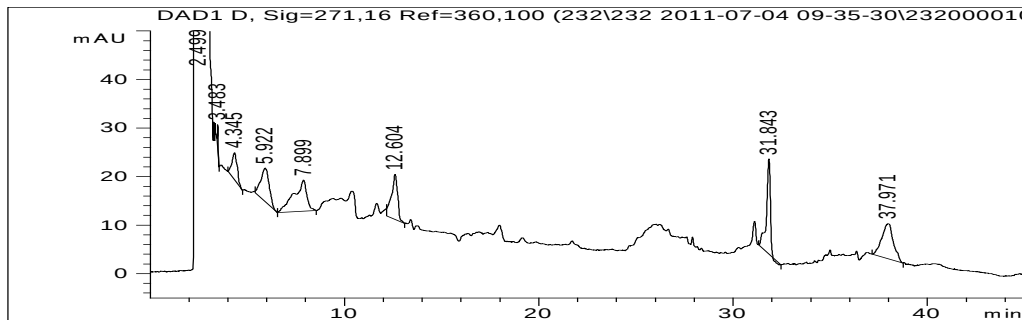
Şekil 4.187 13/574 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve emodin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 31.791 ,Emodin standardının spektrumu

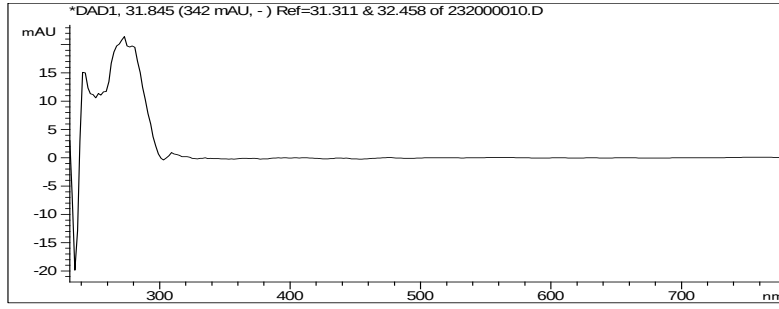
____ Spektrum A.Z.: 30.836 ,Şekil 4.182'daki kromatogramın spektrumu)

13/574 envanter numaralı eserdeki sarı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında naringenin, isorhamnetin, rhamnetin ve emodin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.

4.2.2.3. Topkapı Sarayı Müzesi 13/512 envanter numaralı eserin HPLC-DAD analizleri

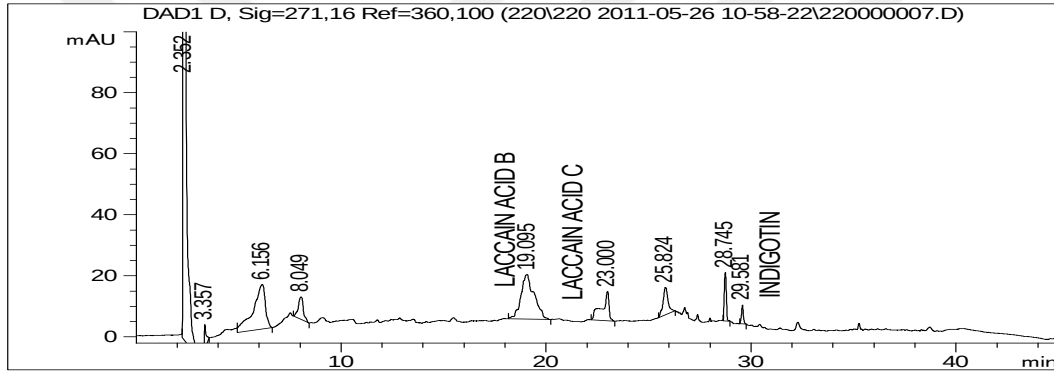


Şekil 4.188 13/512 envanter numaralı eserdeki mavi rengin kromatogramı

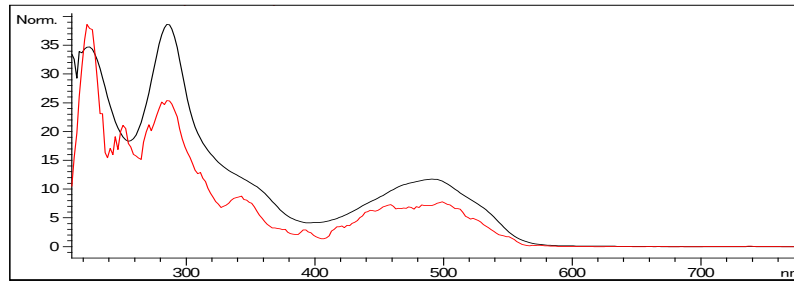


Şekil 4.189 13/512 envanter numaralı eserdeki mavi rengin kromatogramındaki 31.845 alıkonma zamanlı bilinmeyen pikin spektrumu

4.2.2.4. Topkapı Sarayı Müzesi 13/501 envanter numaralı eserin HPLC-DAD analizleri



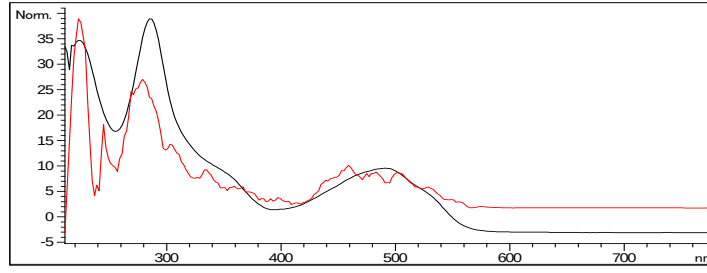
Şekil 4.190 13/501 envanter numaralı eserdeki mor rengin kromatogramı



Şekil 4.191 13/501 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun ve lakkain asit B standardının birlikte gösterimi

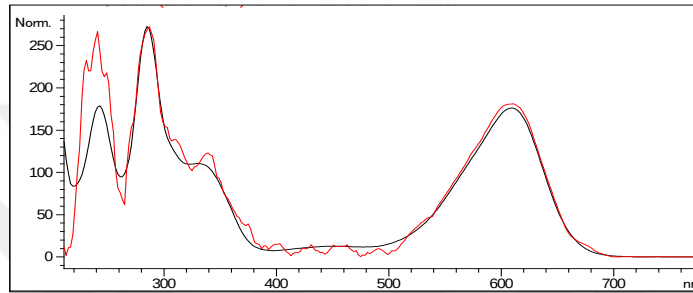
(— Spektrum A.Z.: 20.581 ,Lakkain asit B standardının spektrumu

— Spektrum A.Z.: 19.104 ,Şekil 4.190'deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.192 13/501 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun ve lakkain asit C standardının birlikte gösterimi

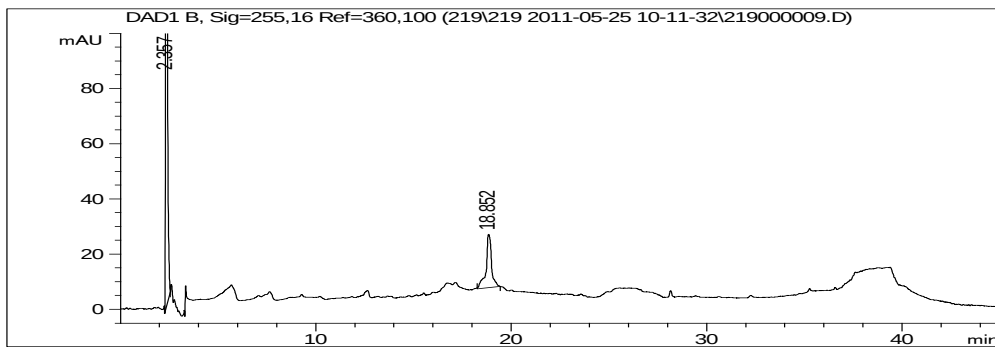
(____ Spektrum A.Z.: 20.581 ,Lakkain asit C standardının spektrumu
 ____ Spektrum A.Z.: 22.997 ,Şekil 4.190'deki kromatogramın spektrumu)



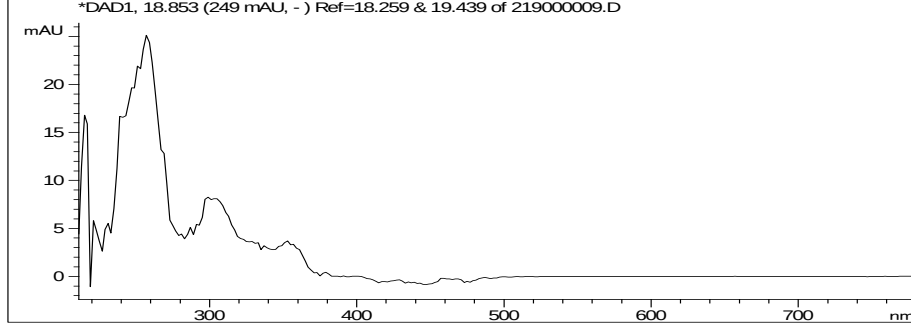
Şekil 4.193 13/501 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 29.754 ,İndigotin standardının spektrumu
 ____ Spektrum A.Z.: 29.584 ,Şekil 4.190'deki kromatogramın spektrumu)

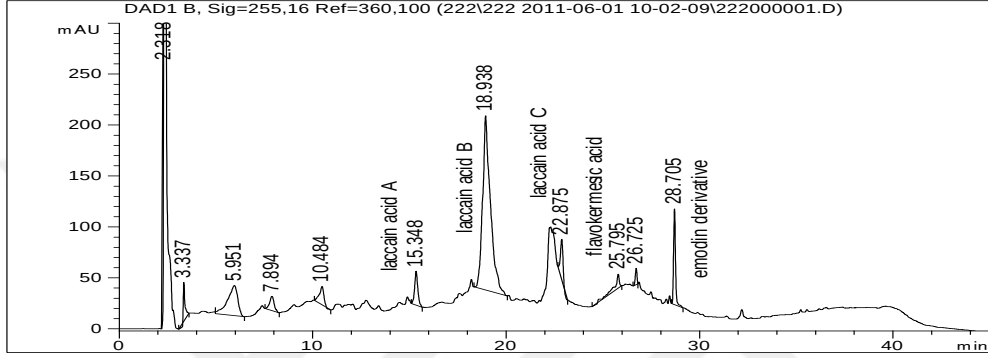
13/501 envanter numaralı eserdeki mor renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında lakkain asit B, lakkain asit C ve indigotin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



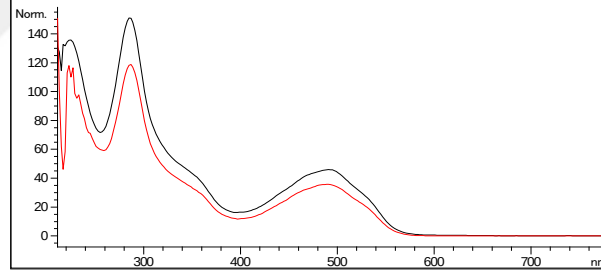
Şekil 4.194 13/501 envanter numaralı eserdeki turuncu rengin kromatogramı.



Şekil 4.195 13/501 envanter numaralı eserdeki mor rengin kromatogramındaki 18.853 alıkonma zamanlı bilinmeyen pikin spektrumu



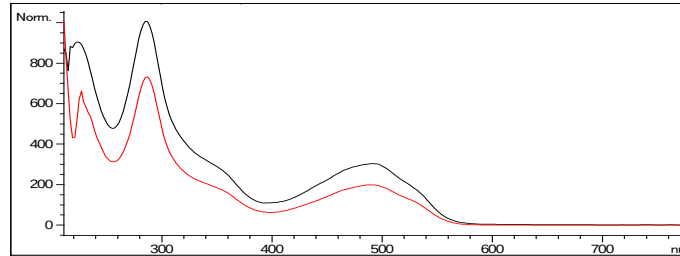
Şekil 4.196 13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramı.



Şekil 4.197 13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve lakkain asit A standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 20.581 ,Lakkain asit A standardının spektrumu

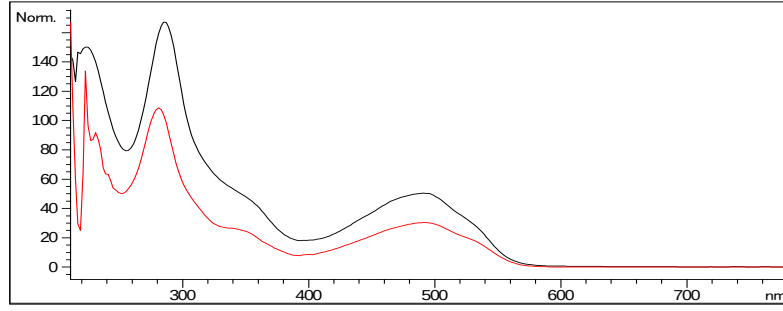
____ Spektrum A.Z.: 15.350 ,Şekil 4.196'deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.198 13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve lakkain asit B standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 20.581 ,Lakkain asit B standardının spektrumu

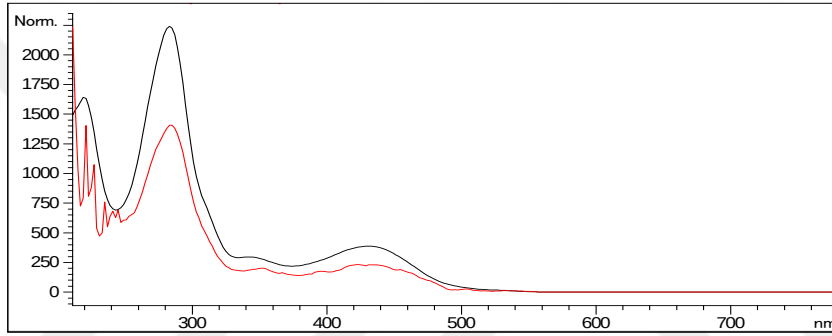
— Spektrum A.Z.: 18.937 ,Şekil 4.196'deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.199 13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve lakkain asit C standardının birlikte gösterimi

(— Spektrum A.Z.: 20.581 ,Lakkain asit C standardının spektrumu

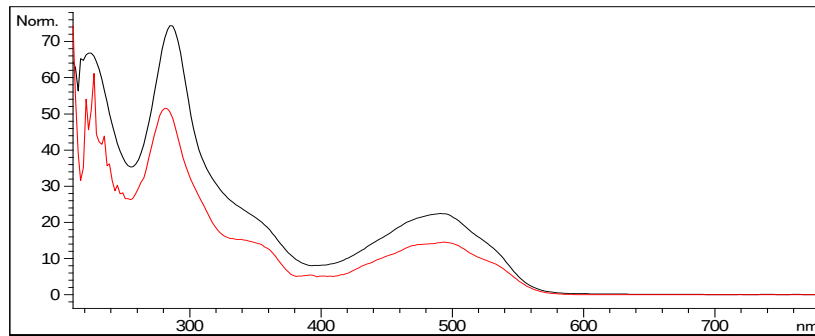
— Spektrum A.Z.: 22.870 ,Şekil 4.196'deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.200 13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve flavokermesik asit standardının birlikte gösterimi

(— Spektrum A.Z.: 26.370 , Flavokermesik asit standardının spektrumu

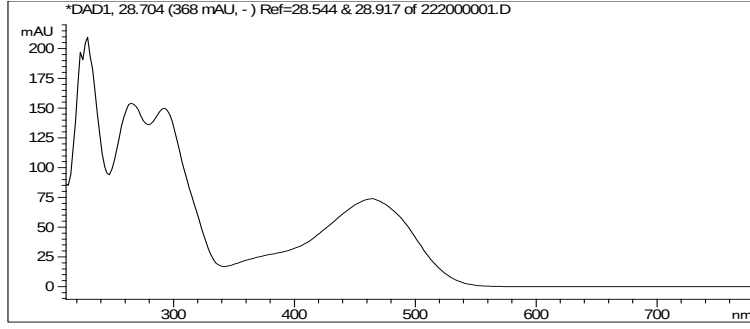
— Spektrum A.Z.: 25.797 ,Şekil 4.196'deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.201 13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve lakkain asit türevi standardının birlikte gösterimi

(— Spektrum A.Z.: 20.581 ,Lakkain asit türevi standardının spektrumu

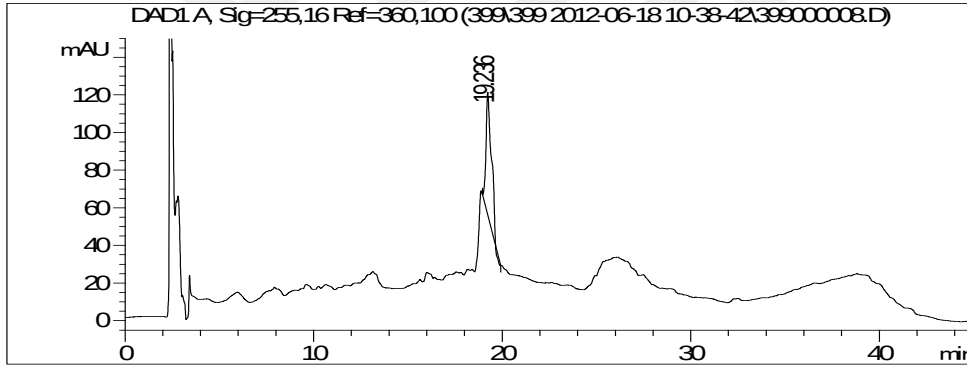
— Spektrum A.Z.: 26.724 ,Şekil 4.196'deki kromatogramın spektrumu)



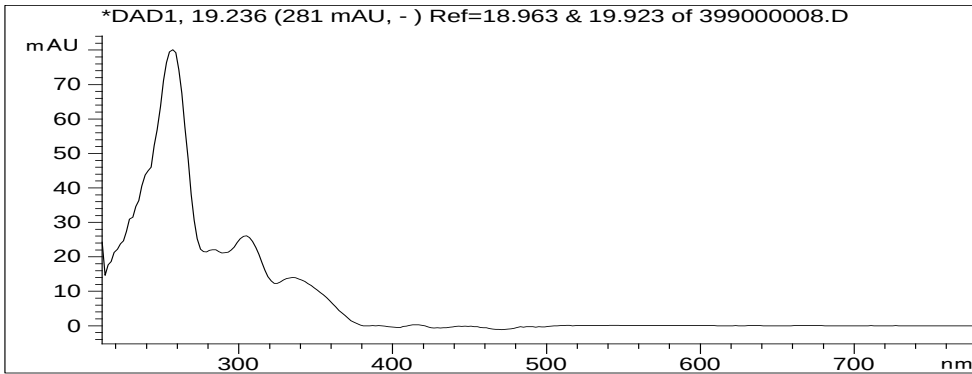
Şekil 4.202 13/501 envanter numaralı eserdeki 28.704 alıkonma zamanlı emodin maddesinin türevinin spektrumu

13/501 envanter numaralı eserdeki kırmızı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında lakkain asit A, lakkain asit B, lakkain asit C, flavokermesik asit ve emodin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.

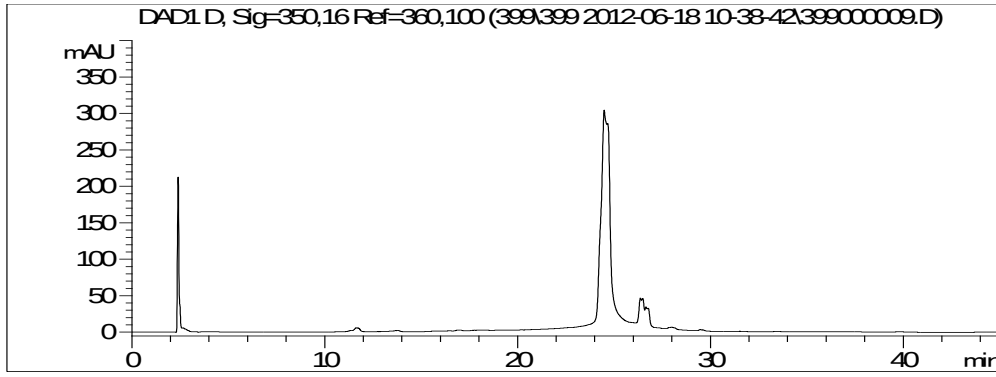
4.2.2.5. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1025 numaralı eserin HPLC-DAD analizleri



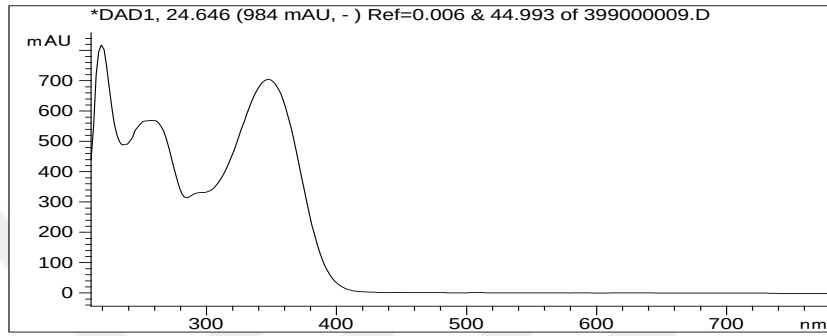
Şekil 4.203 13/1025 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramı



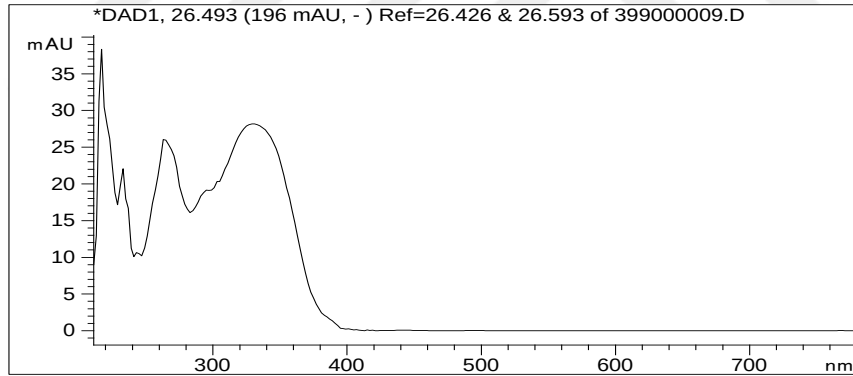
Şekil 4.204 13/1025 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramındaki 19.236 alıkonma zamanlı bilinmeyen pikin spektrumu



Şekil 4.205 13/1025 envanter numaralı eserdeki sarı rengin kromatogramı

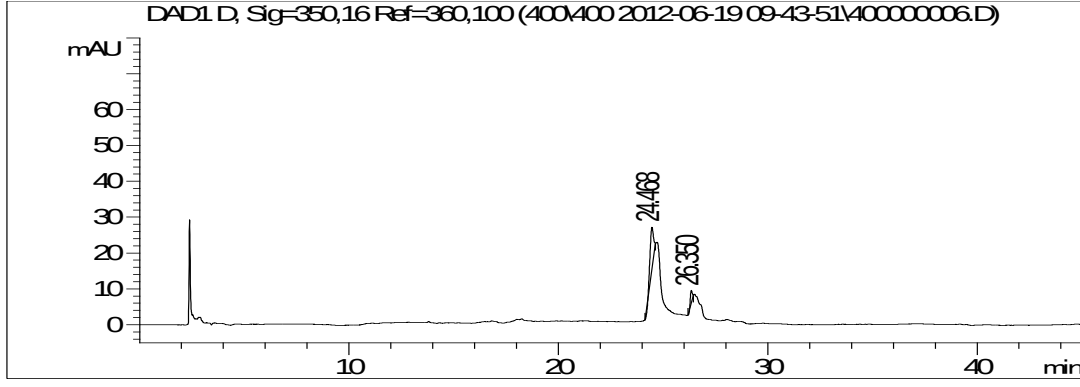


Şekil 4.206 13/1025 envanter numaralı eserdeki luteolin maddesinin spektrumu

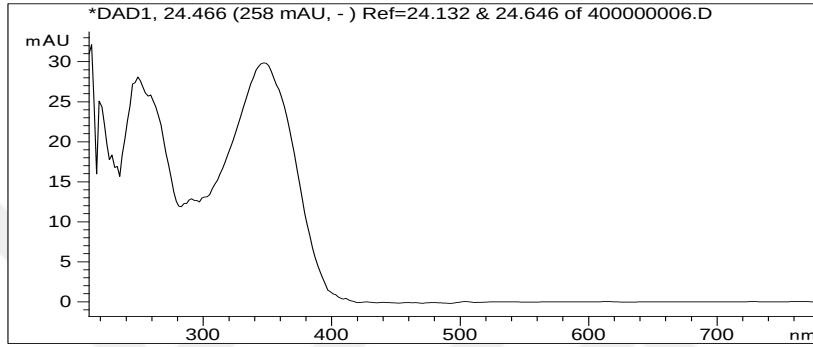


Şekil 4.207 13/1025 envanter numaralı eserdeki apigenin maddesinin spektrumu

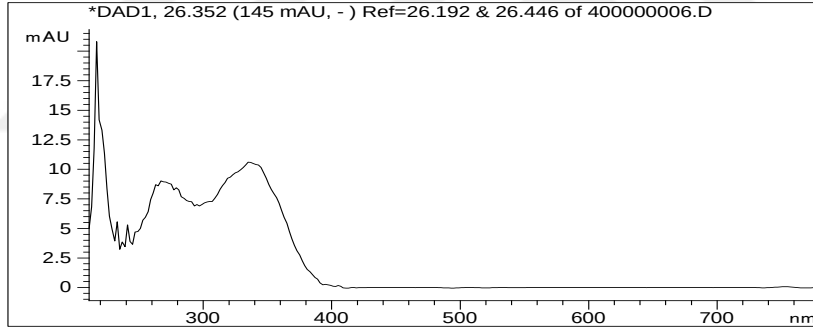
13/1025 envanter numaralı eserdeki sarı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında luteolin ve apigenin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.208 13/1025 envanter numaralı eserdeki siyah rengin kromatogramı

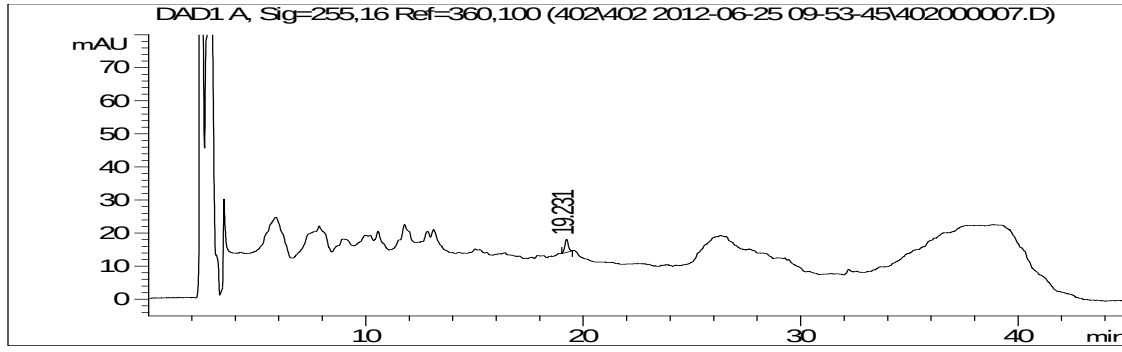


Şekil 4.209 13/1025 envanter numaralı eserdeki Luteolin maddesinin spektrumu

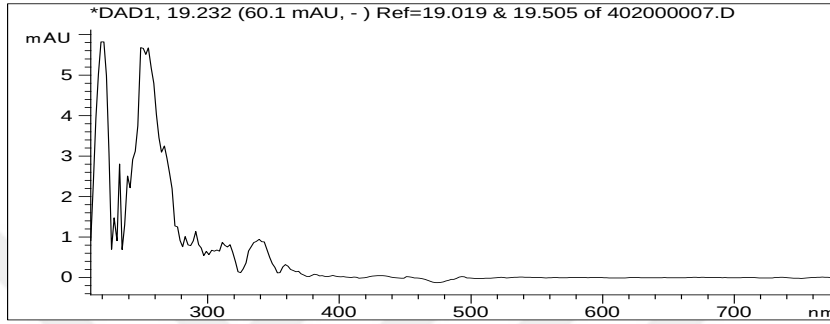


Şekil 4.210 13/1025 envanter numaralı eserdeki apigenin maddesinin spektrumu

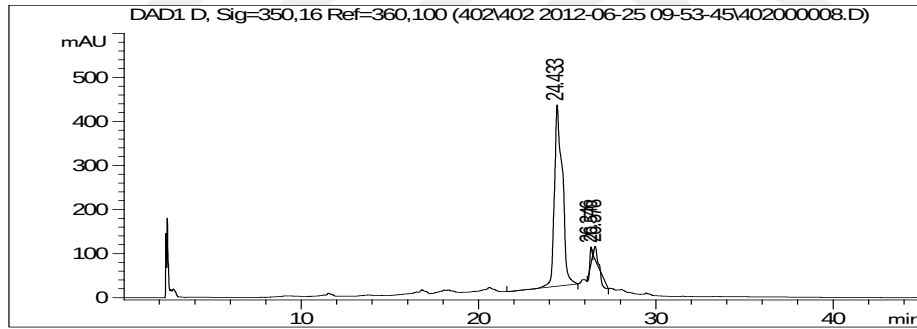
13/1025 envanter numaralı eserdeki siyah renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında luteolin ve apigenin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



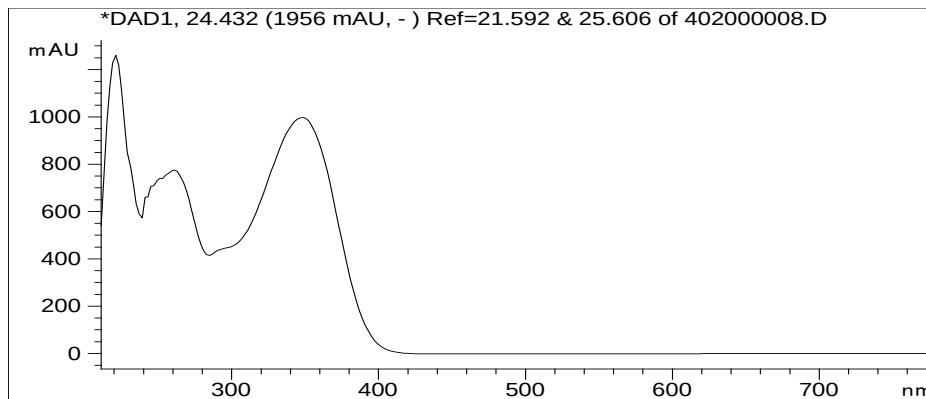
Şekil 4.211 13/1025 envanter numaralı eserdeki mor rengin kromatogramı



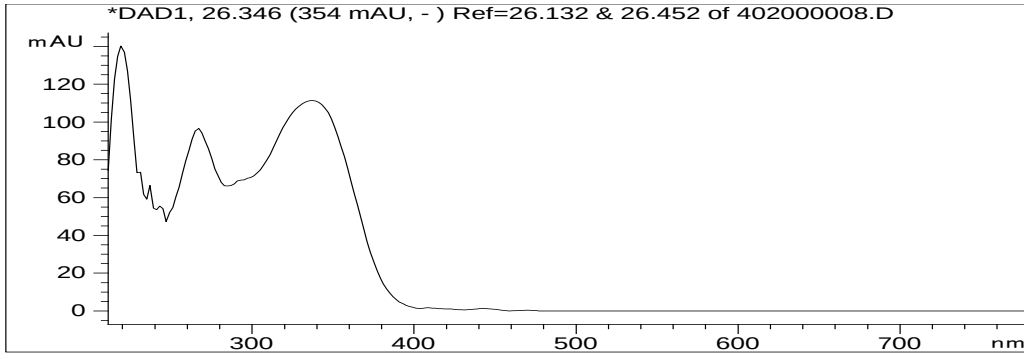
Şekil 4.212 13/1025 envanter numaralı eserdeki mor rengin kromatogramındaki 19.232 alıkonma zamanlı bilinmeyen pikin spektrumu



Şekil 4.213 13/1025 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin kromatogramı



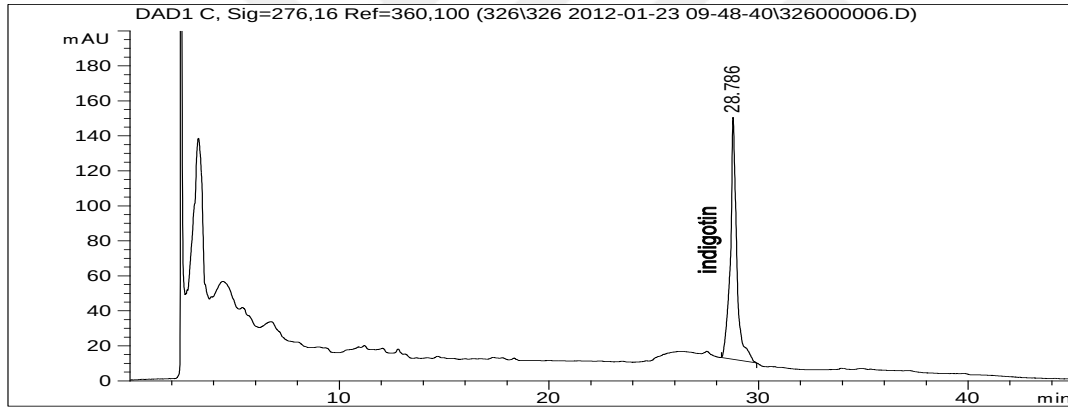
Şekil 4.214 13/1025 envanter numaralı eserdeki Luteolin maddesinin spektrumu



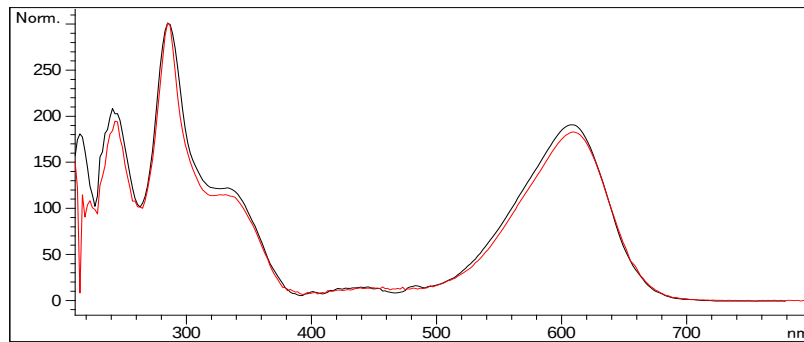
Şekil 4.215 13/1025 envanter numaralı eserdeki apigenin maddesinin spektrumu

13/1025 envanter numaralı eserdeki yeşil renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında luteolin ve apigenin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.

4.2.2.6. Topkapı Sarayı Müzesi 13/360 envanter numaralı eserin HPLC analizleri



Şekil 4.216 13/360 envanter numaralı eserdeki mavi rengin kromatogramı

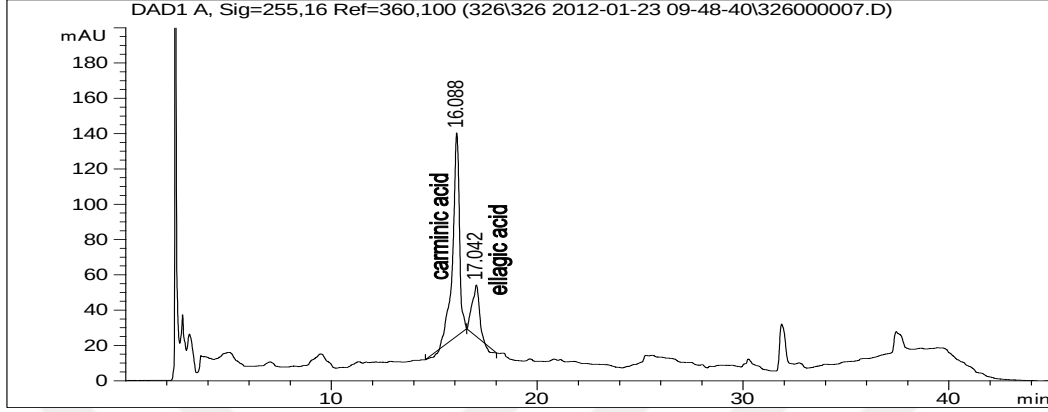


Şekil 4.217 13/360 envanter numaralı eserdeki mavi rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi

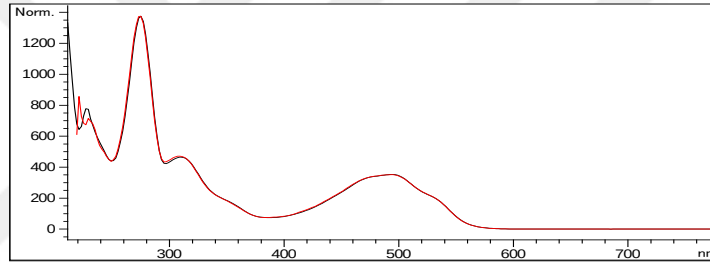
(____ Spektrum A.Z.: 29.284 ,İndigotin standardının spektrumu

— Spektrum A.Z.: 28.784 ,Şekil 4.216'deki kromatogramın spektrumu)

13/360 envanter numaralı eserdeki mavi renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında indigotin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.

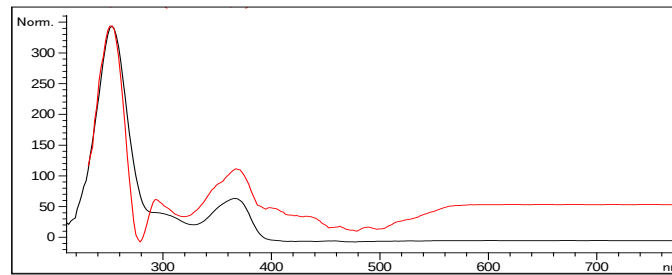


Şekil 4.218 13/360 envanter numaralı eserdeki pervazdaki kırmızı rengin kromatogramı



Şekil 4.219 13/360 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve karminik asit standardının birlikte gösterimi

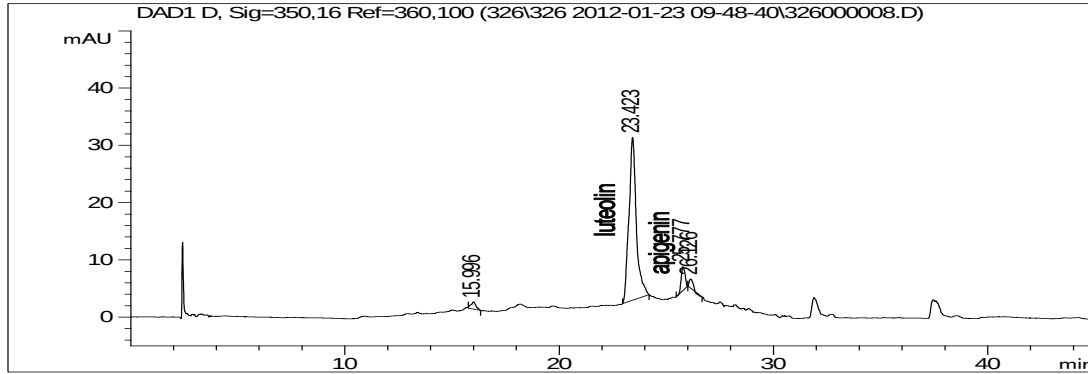
(____ Spektrum A.Z.: 16.106 , Karminik asit standardının spektrumu
____ Spektrum A.Z.: 16.089 , Şekil 4.218'deki kromatogramın spektrumu)



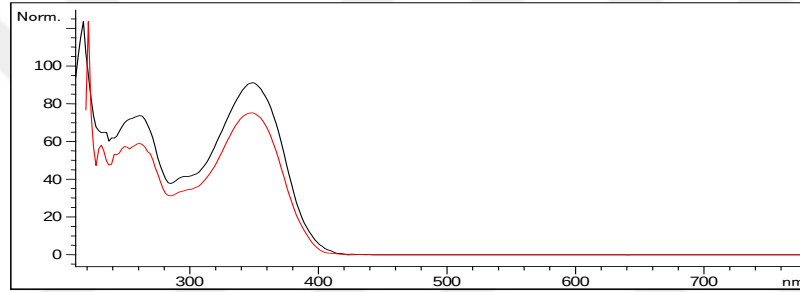
Şekil 4.220 13/360 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve ellajik asit standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 17.239 , Ellajik asit standardının spektrumu
____ Spektrum A.Z.: 17.042 , Şekil 4.218 'deki kromatogramın spektrumu)

13/360 envanter numaralı eserdeki kırmızı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında karminik asit ve ellajik asit boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



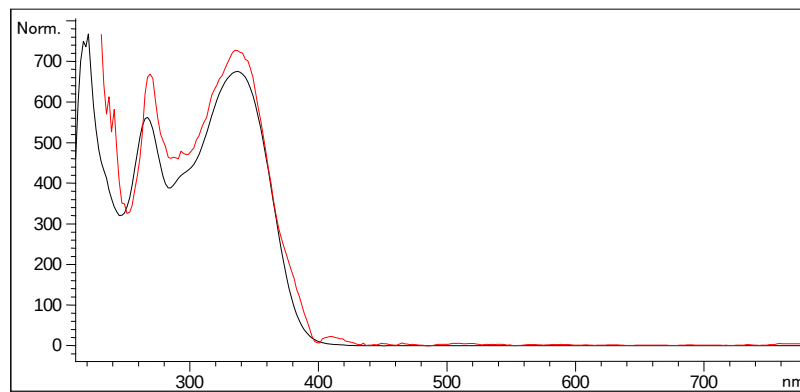
Şekil 4.221 13/360 envanter numaralı eserdeki astardaki yeşil rengin kromatogramı



Şekil 4.222 13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 24.051 , Luteolin standardının spektrumu)

____ Spektrum A.Z.: 23.425, Şekil 4.221’deki kromatogramın spektrumu)

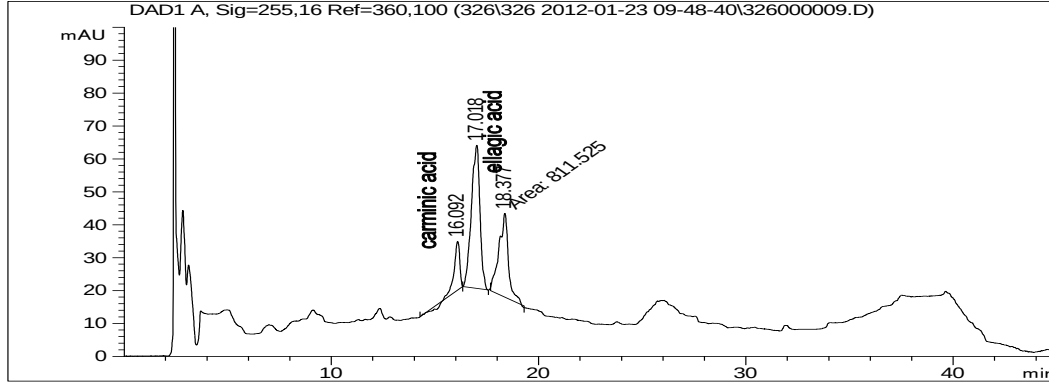


Şekil 4.223 13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve apigenin standardının birlikte gösterimi

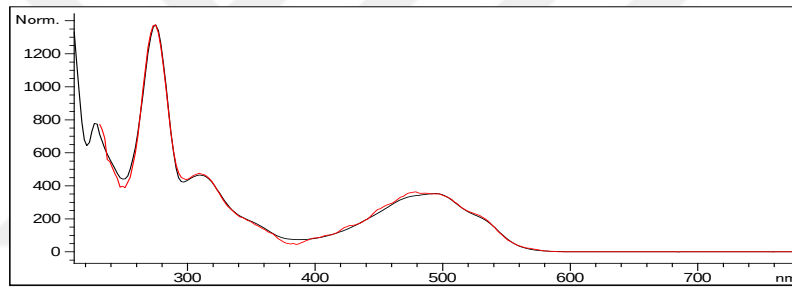
(____ Spektrum A.Z.: 26.120, Apigenin standardının spektrumu)

____ Spektrum A.Z.: 25.779, Şekil 4.221’deki kromatogramın spektrumu)

13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında luteolin ve apigenin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



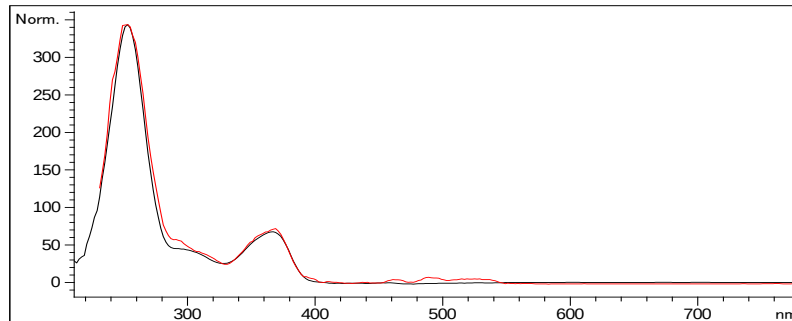
Şekil 4.224 13/360 envanter numaralı eserdeki kumaş bitimindeki kırmızı rengin kromatogramı



Şekil 4.225 13/360 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve karminik asit standardının birlikte gösterimi

(___ Spektrum A.Z.: 16.106, Karminik asit standardının spektrumu

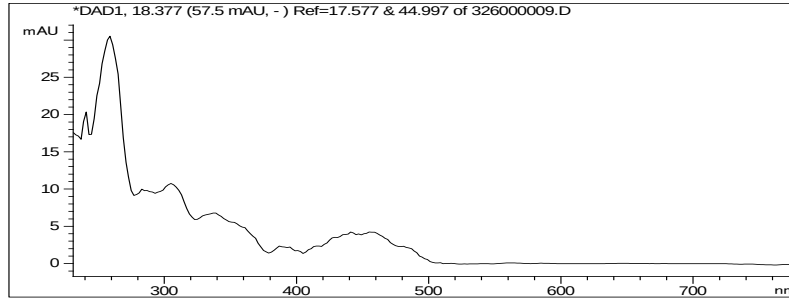
— Spektrum A.Z.: 16.090, Şekil 3.225'daki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.226 13/360 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve ellajik asit standardının birlikte gösterimi

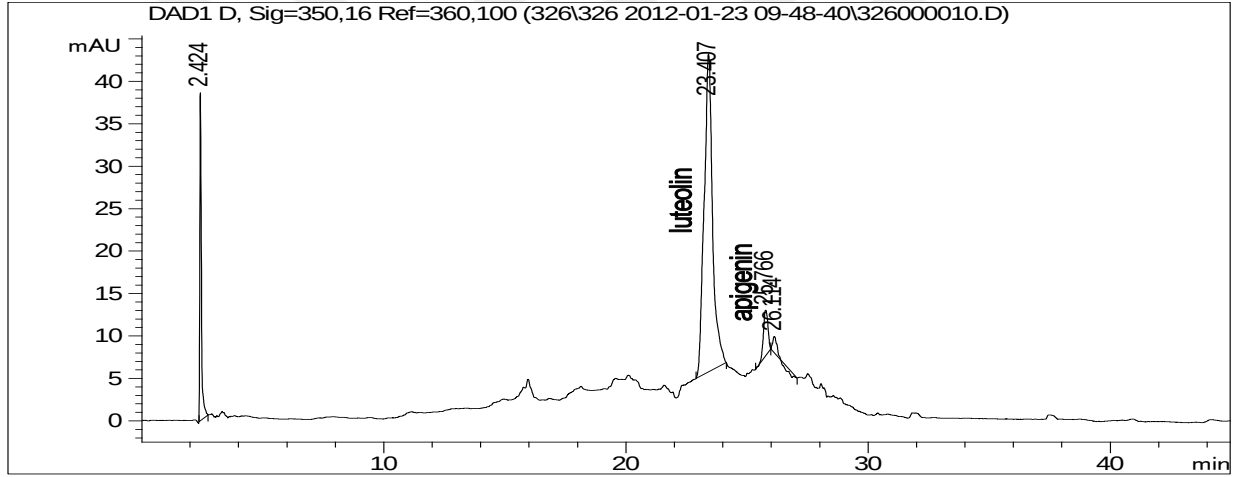
(___ Spektrum A.Z.: 17.329 ,Ellajik asit standardının spektrumu

— Spektrum A.Z.: 17.017 ,Şekil 4.224'daki kromatogramın spektrumu)

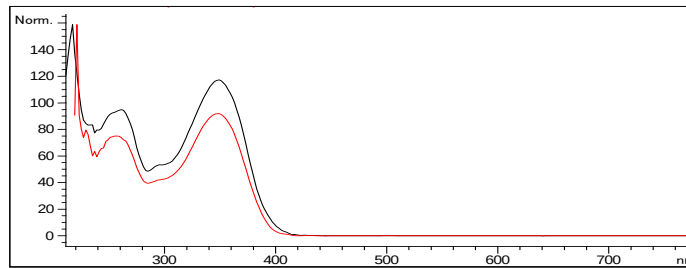


Şekil 4.227 13/360 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramındaki 18.377 alıkonma zamanlı bilinmeyen pikin spektrumu

13/360 envanter numaralı eserdeki kumaş bitimindeki kırmızı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında karminik asit ve ellajik asit boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



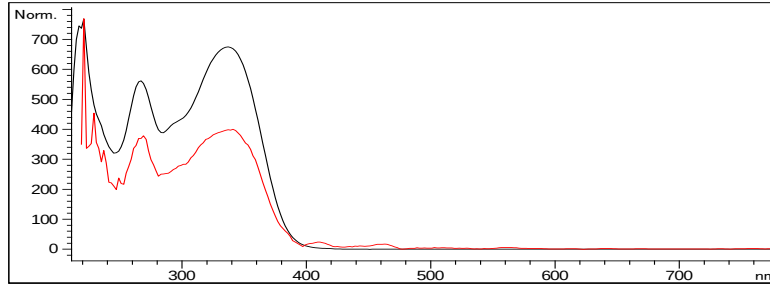
Şekil 4.228 13/360 envanter numaralı eserdeki sarı rengin kromatogramı



Şekil 4.229 13/360 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 24.051 ,Luteolin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 23.406 ,Şekil 4.228'deki kromatogramın spektrumu)

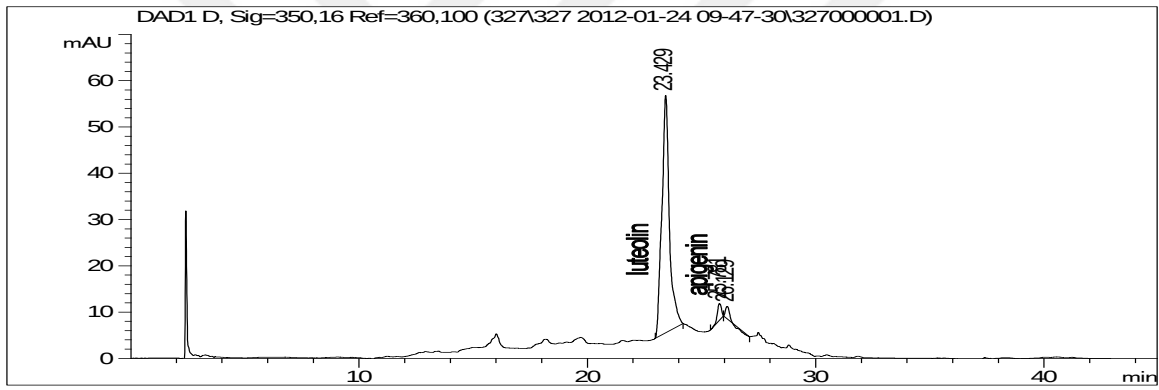


Şekil 4.230 13/360 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve apigenin standardının birlikte gösterimi

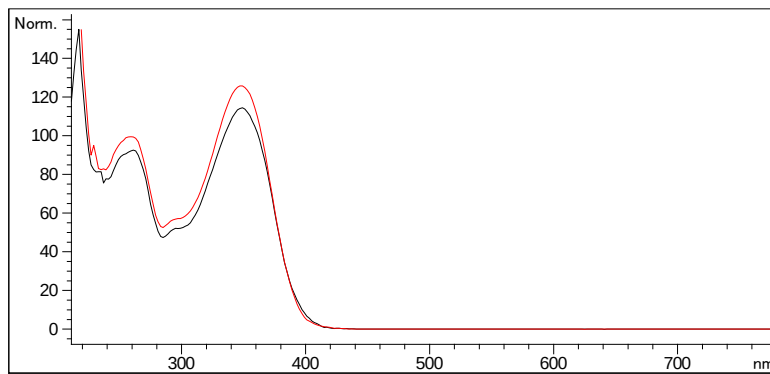
(____ Spektrum A.Z.: 26.120 ,Apigenin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 25.766 ,Şekil 4.228'deki kromatogramın spektrumu)

13/360 envanter numaralı eserdeki sarı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında luteolin ve apigenin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



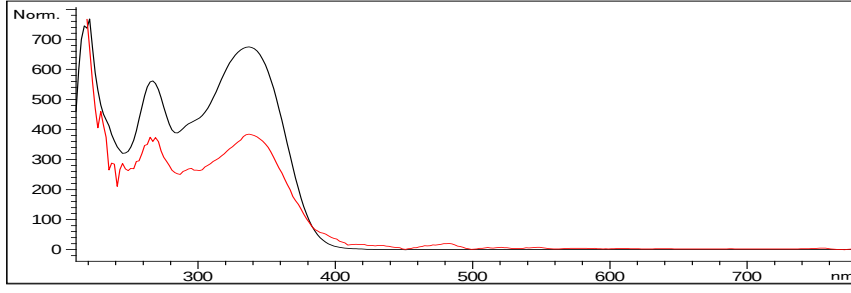
Şekil 4.231 13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin kromatogramı



Şekil 4.232 13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 24.051 ,Luteolin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 23.426 ,Şekil 4.231'deki kromatogramın spektrumu)

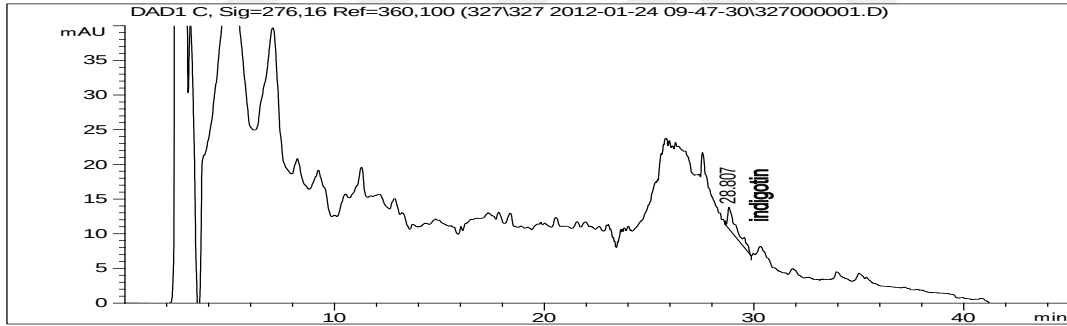


Şekil 4.233 13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve apigenin standardının birlikte gösterimi.

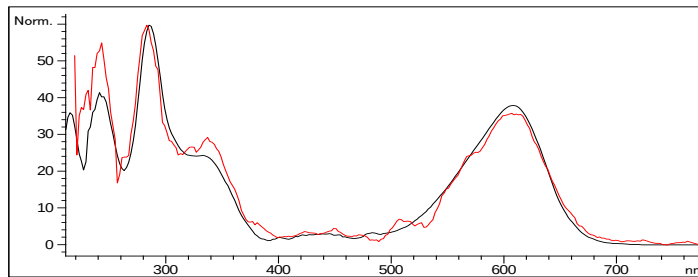
(____ Spektrum A.Z.: 26.120 ,Apigenin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 25.793 ,Şekil 4.231'daki kromatogramın spektrumu)

13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında luteolin ve apigenin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.234 13/360 envanter numaralı eserdeki kumaş bitimindeki yeşil rengin (276 nm 'de) kromatogramı



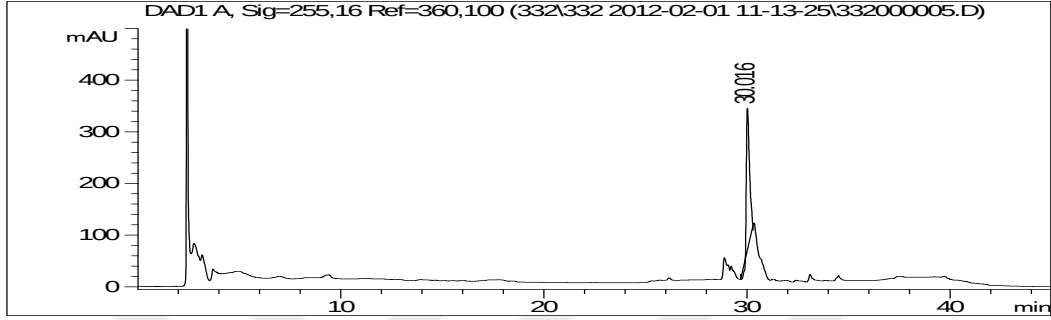
Şekil 4.235 13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 29.384 ,İndigotin standardının spektrumu

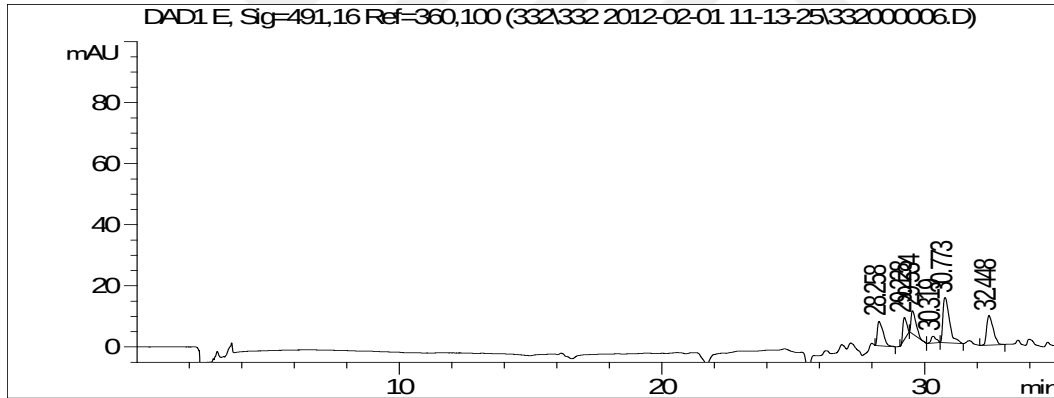
— Spektrum A.Z.: 28.806 ,Şekil 4.234'daki kromatogramın spektrumu)

13/360 envanter numaralı eserdeki yeşil renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında indigotin maddeleri olduğu tespit edilmiştir.

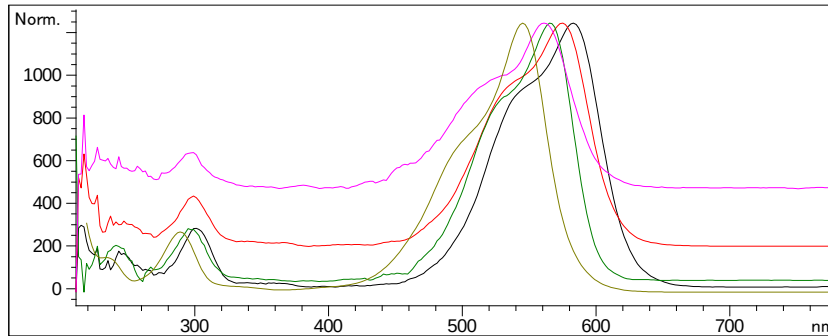
4.2.2.7. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1794 envanter numaralı eserin HPLC analizleri



Şekil 4.236 13/1794 envanter numaralı eserdeki kumaş bitimindeki pembe rengin kromatogramı



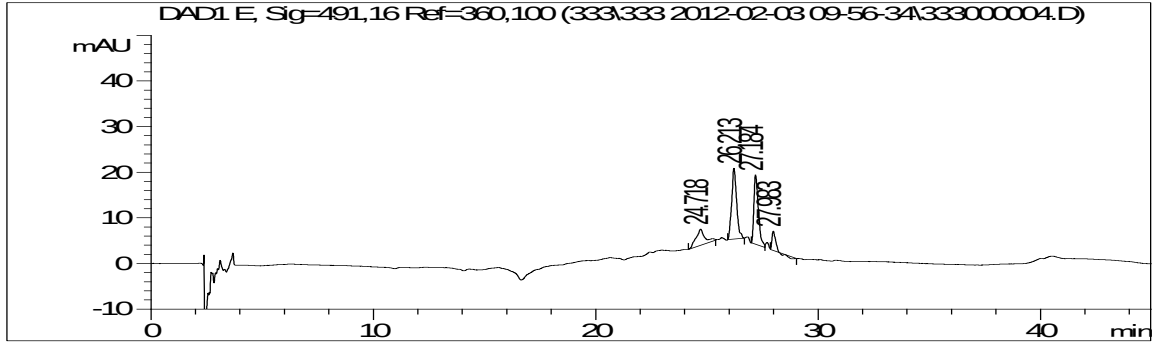
Şekil 4.237 13/1794 envanter numaralı eserdeki kumaş bitimindeki mor rengin kromatogramı



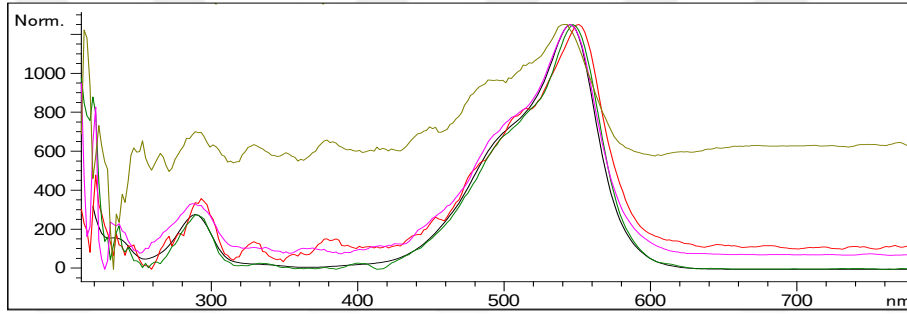
Şekil 4.238 13/1794 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun ve fuksin standardının birlikte gösterimi

(— Spektrum A.Z.: 32.446 ,Fuksin standardının spektrumu

- Spektrum A.Z.: 30.772 ,Şekil 4.237'deki kromatogramın spektrumu
- Spektrum A.Z.: 29.532 ,Şekil 4.237'deki kromatogramın spektrumu
- Spektrum A.Z.: 28.259 ,Şekil 4.237'deki kromatogramın spektrumu
- Spektrum A.Z.: 26.180 ,Şekil 4.237'deki kromatogramın spektrumu)



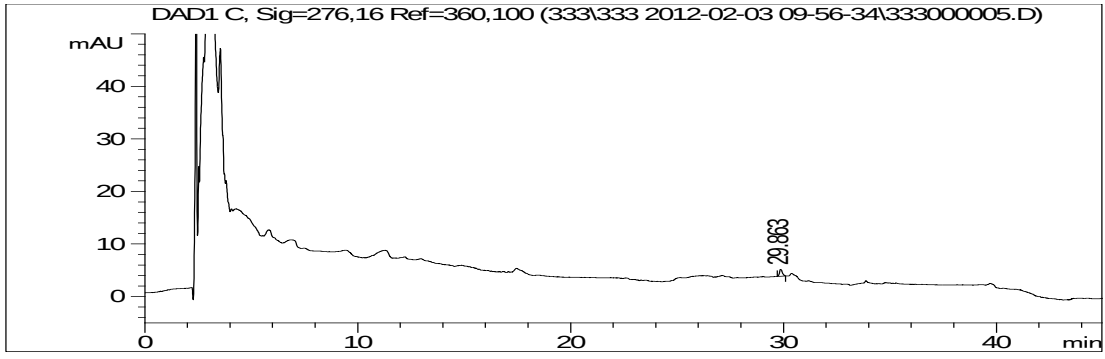
Şekil 4.239 13/1794 envanter numaralı eserdeki zemindeki mor rengin kromatogramı



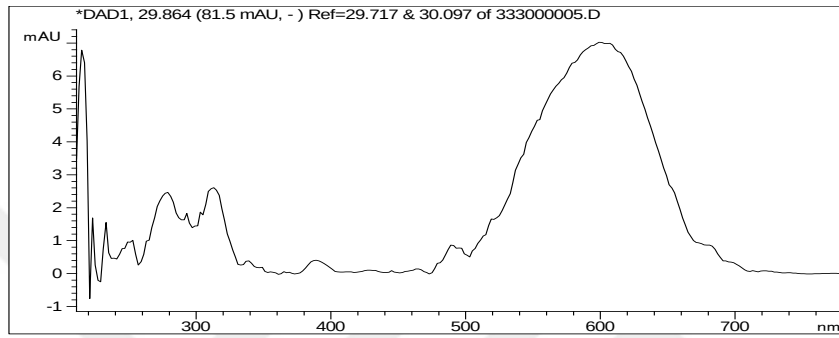
Şekil 4.240 13/1794 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun ve fuksin standardının birlikte gösterimi

- (— Spektrum A.Z.: 26.180 ,Fuksin standardının spektrumu
- Spektrum A.Z.: 27.984 ,Şekil 4.239'deki kromatogramın spektrumu
- Spektrum A.Z.: 27.184 ,Şekil 4.239'deki kromatogramın spektrumu
- Spektrum A.Z.: 26.211 ,Şekil 4.239'deki kromatogramın spektrumu
- Spektrum A.Z.: 24.718 ,Şekil 4.239'deki kromatogramın spektrumu

13/1794 envanter numaralı eserdeki mor renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında fuksin boyarmaddesi olduğu tespit edilmiştir.

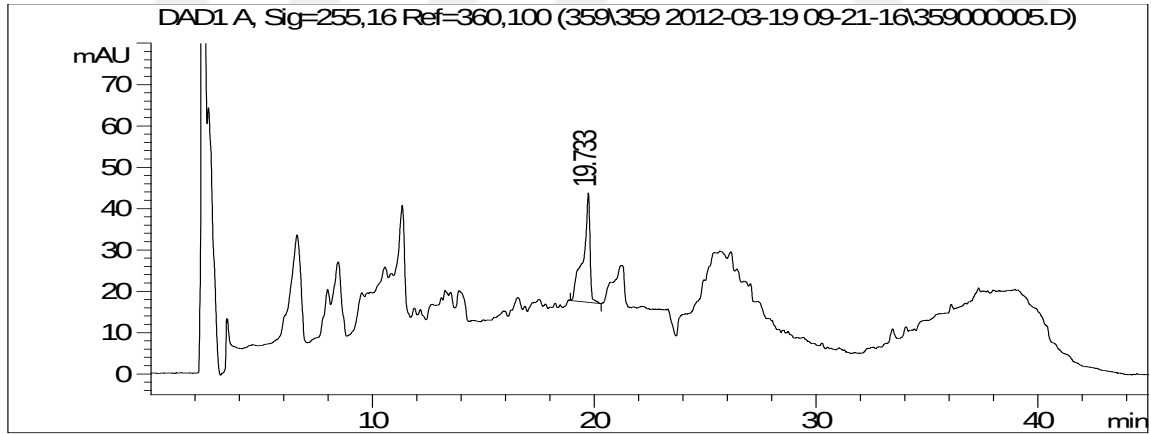


Şekil 4.241 13/1794 envanter numaralı eserdeki zemindeki mavi rengin kromatogramı

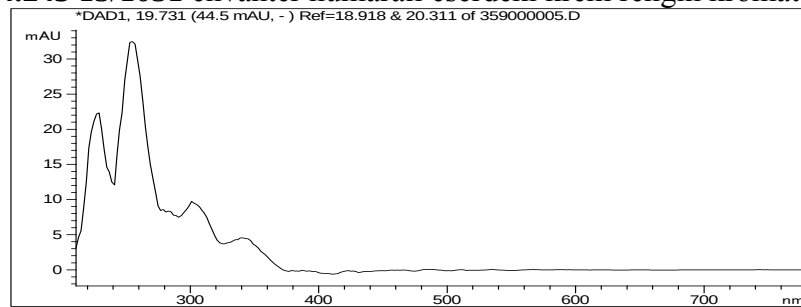


Şekil 4.242 13/1794 envanter numaralı eserdeki tanımlanamayan spektrum

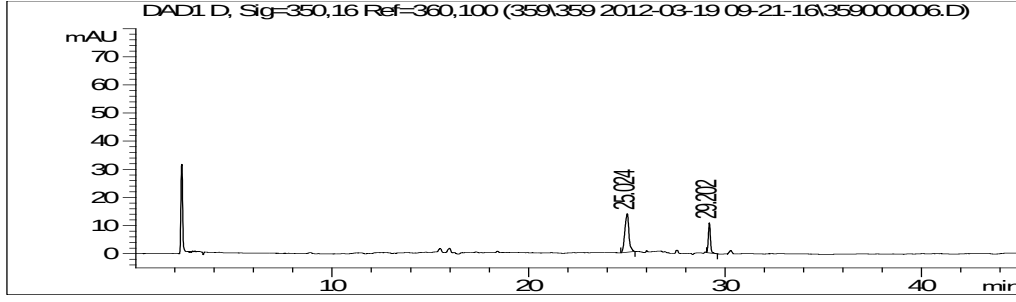
4.2.2.8. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1031 envanter numaralı eserin HPLC analizleri



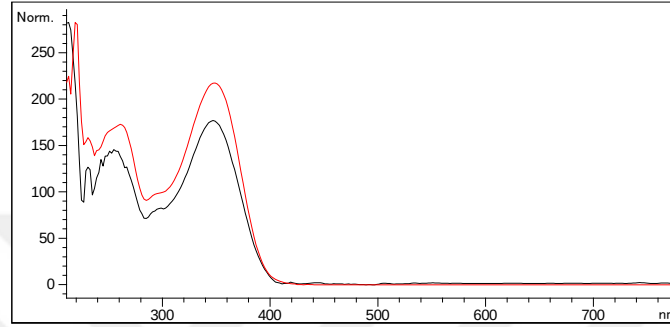
Şekil 4.243 13/1031 envanter numaralı eserdeki krem rengin kromatogramı



Şekil 4.244 13/1031 envanter numaralı eserdeki tanımlanamayan spektrum



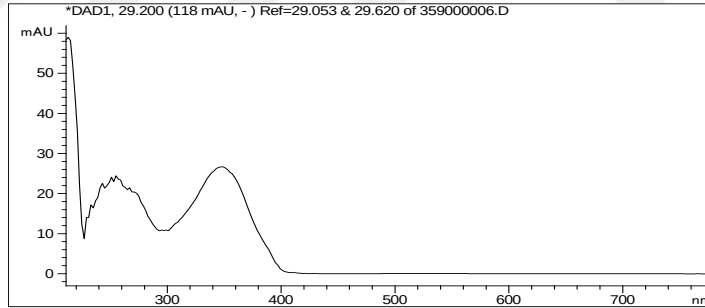
Şekil 4.245 13/1031 envanter numaralı eserdeki astardaki yeşil rengin kromatogramı



Şekil 4.246 13/1031 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve Luteolin standardının birlikte gösterimi

(___ Spektrum A.Z.: 25.026 ,Luteolin standardının spektrumu

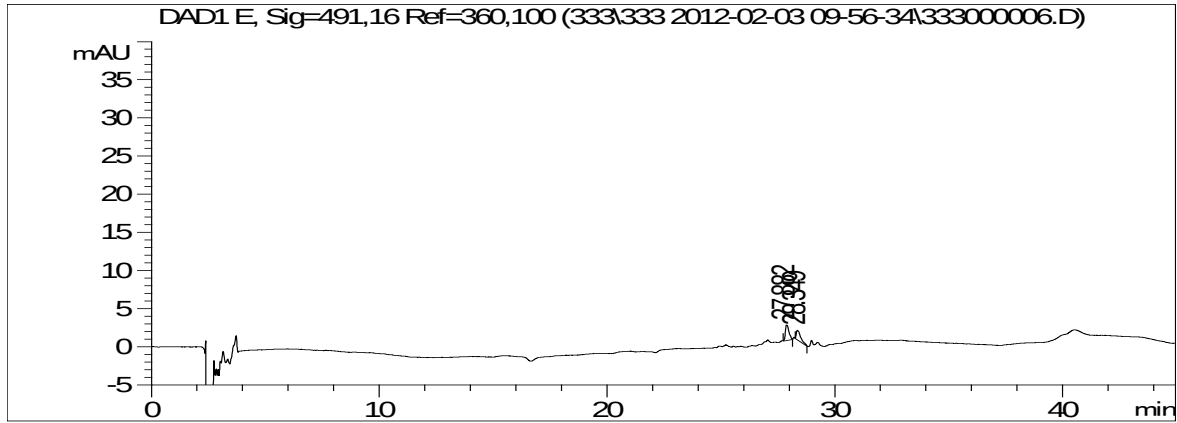
___ Spektrum A.Z.: 22.442 ,Şekil 4.245’deki kromatogramın spektrumu)



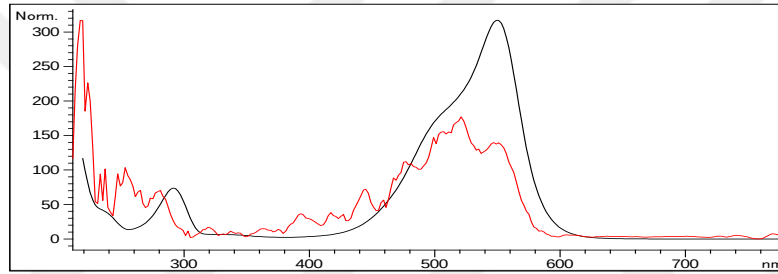
Şekil 4.247 13/1031 envanter numaralı eserdeki luteolin glikozitinin maddesinin spektrumu

13/1031 envanter numaralı eserdeki yeşil renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında luteolin ve luteolin glikozid boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.

4.2.2.9. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1037 envanter numaralı eserin HPLC analizleri



Şekil 4.248 13/1037 envanter numaralı kahverengi rengin kromatogramı

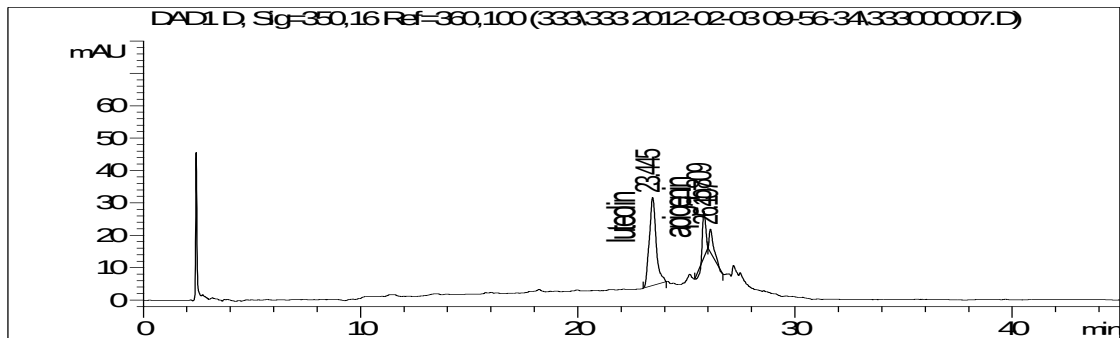


Şekil 4.249 13/1037 envanter numaralı eserdeki kahverengine ait spektrumunun ve fuksin standardının birlikte gösterimi

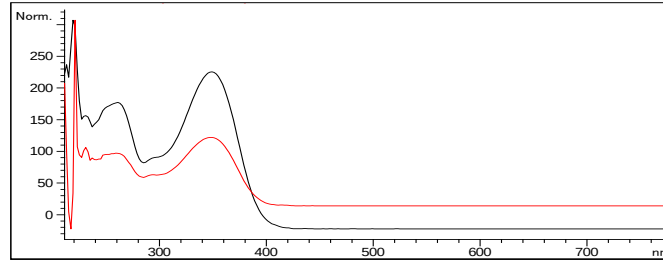
(___ Spektrum A.Z.: 27.807 ,Fuksin standardının spektrumu

— Spektrum A.Z.: 27.884 ,Şekil 4.248’deki kromatogramın spektrumu)

13/1037 envanter numaralı eserdeki kahverengine HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında fuksin boyarmaddesi olduğu tespit edilmiştir.



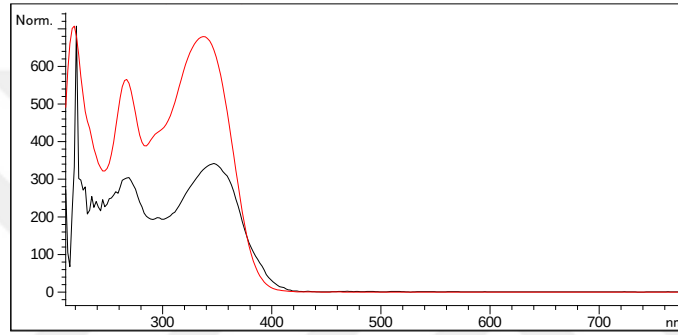
Şekil 4.250 13/1037 envanter numaralı eserdeki zemindeki koyu yeşil rengin kromatogramı



Şekil 4.251 13/1037 envanter numaralı eserdeki koyu yeşil rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 22.442 ,Luteolin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 23.447 ,Şekil 4.250'deki kromatogramın spektrumu)

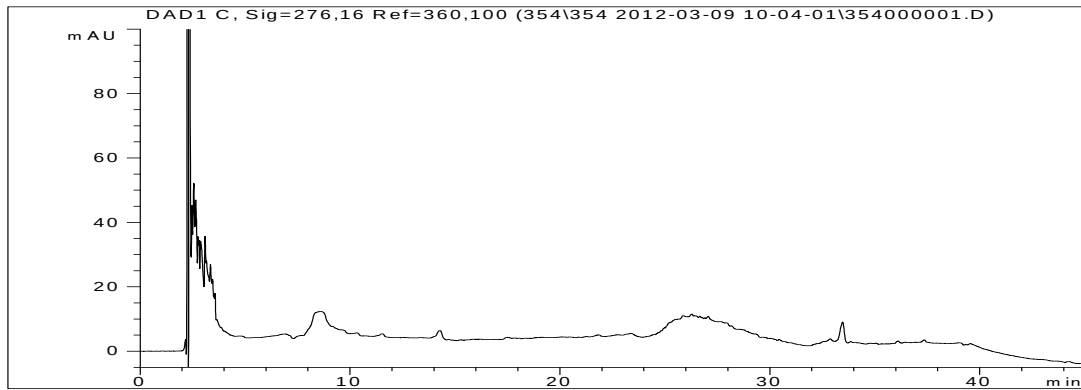


Şekil 4.252 13/1037 envanter numaralı eserdeki koyu yeşil rengin spektrumunun ve apigenin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 25.807 ,Apigenin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 25.361 ,Şekil 4.250' deki kromatogramın spektrumu).....

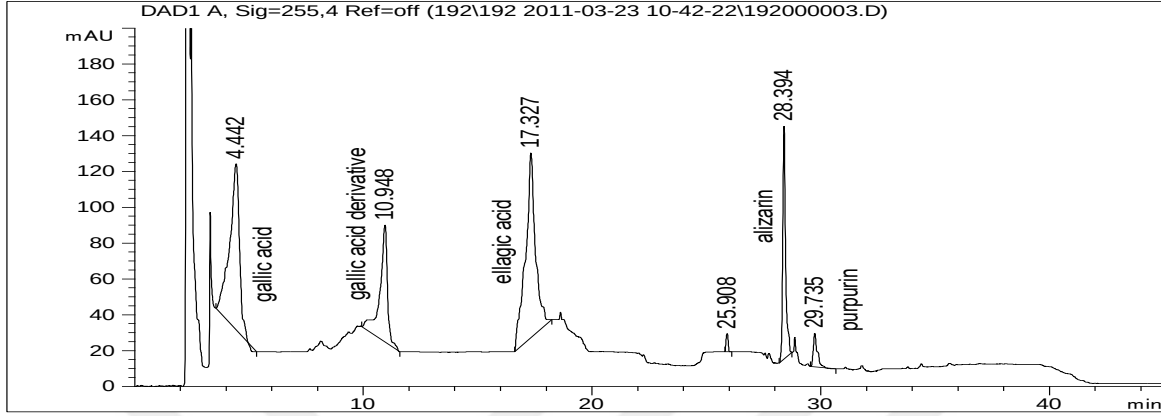
envanter numaralı eserdeki apigenin maddesinin spektrumu



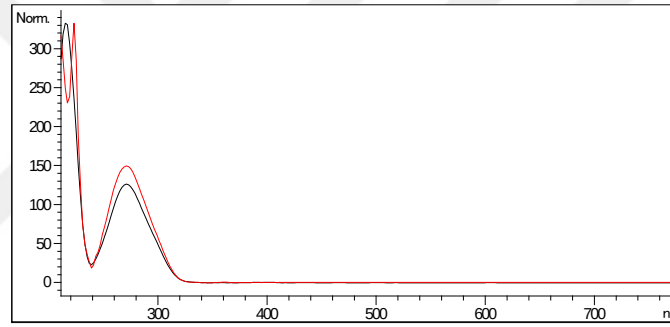
Şekil 4.253 13/1037 envanter numaralı eserdeki zemindeki koyu yeşil rengin (DMF)kromatogramı

13/1037 envanter numaralı eserdeki yeşil renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında luteolin ve apigenin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.

4.1.3.10. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1573 envanter numaralı eserin HPLC analizleri



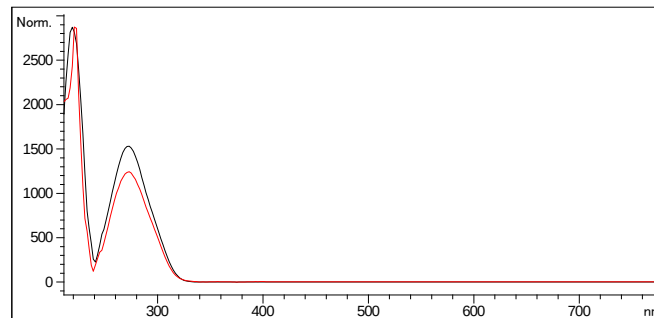
Şekil 4.254 13/1573 envanter numaralı eserdeki siyah rengin kromatogramı



Şekil 4.255 13/1573 envanter numaralı eserdeki siyah rengin spektrumunun ve gallik asit standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 4.989 ,Gallik asit standardının spektrumu

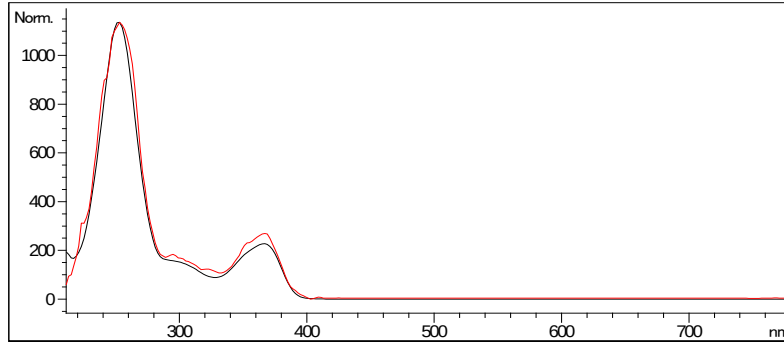
____ Spektrum A.Z.: 4.440 ,Şekil 4.254'deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.256 13/1573 envanter numaralı eserdeki siyah rengin spektrumunun ve gallik asit türevi standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 4.201 ,Gallik asit türevi standardının spektrumu

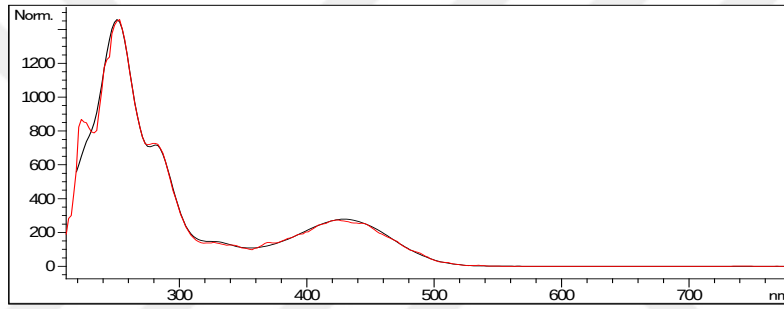
____ Spektrum A.Z.: 10.947 ,Şekil 4.254'deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.257 13/1573 envanter numaralı eserdeki siyah rengin spektrumunun ve ellajik asit standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 17.593 ,Ellajik asit standardının spektrumu

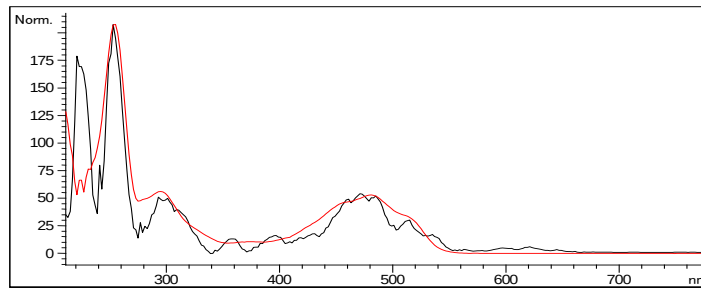
____ Spektrum A.Z.: 17.327 ,Şekil 4.254’deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.258 13/1573 envanter numaralı eserdeki siyah rengin spektrumunun ve alizarin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 28.359 ,Alizarin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 28.394 ,Şekil 4.254’deki kromatogramın spektrumu)

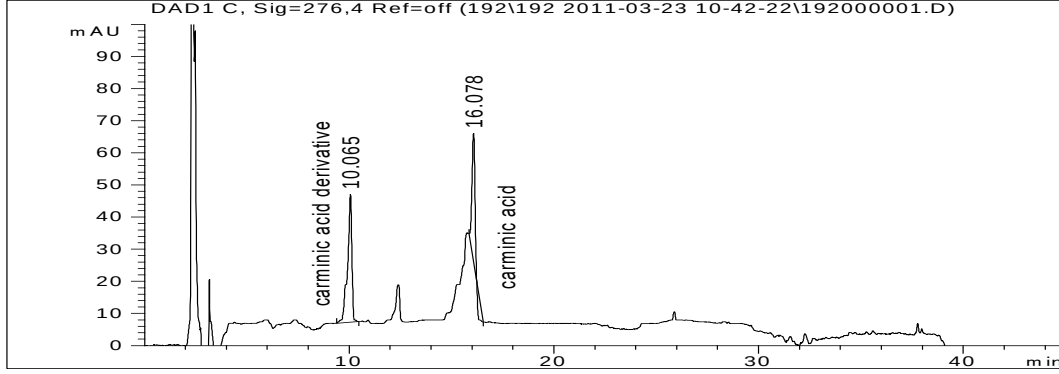


Şekil 4.259 13/1573 envanter numaralı eserdeki siyah rengin spektrumunun ve purpurin standardının birlikte gösterimi

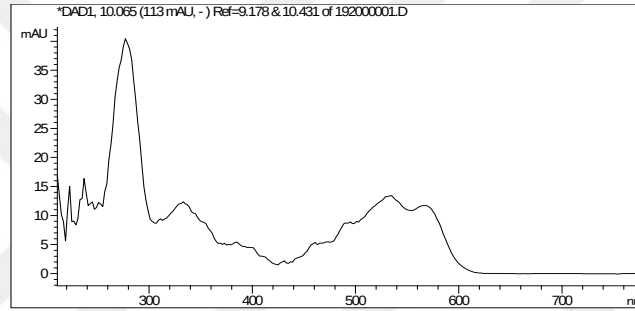
(____ Spektrum A.Z.: 29.734 ,Purpurin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.:29.359 ,Şekil 4.254’deki kromatogramın spektrumu

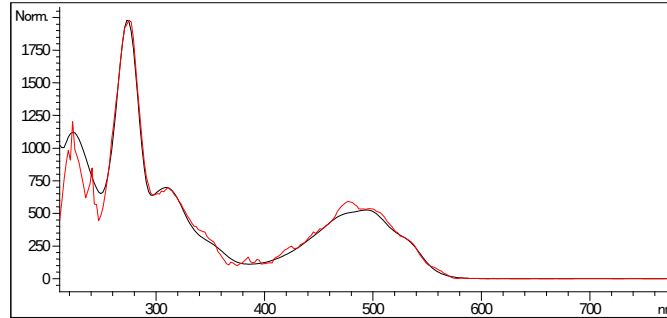
13/1573 envanter numaralı eserdeki siyah renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında gallik asit, ellajik asit, alizarin ve purpurin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.260 13/1573 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramı



Şekil 4.261 13/1573 envanter numaralı eserdeki karminik asit türevinin maddesinin spektrumu

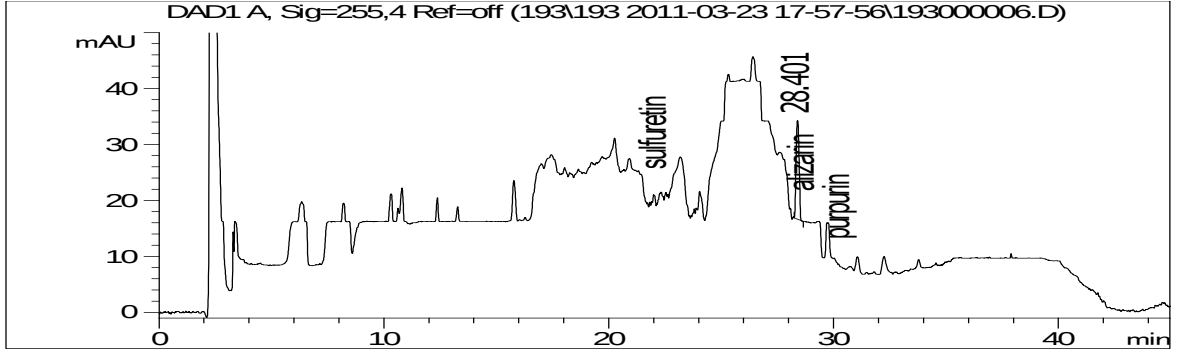


Şekil 4.262 13/1573 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve karminik asit standardının birlikte gösterimi

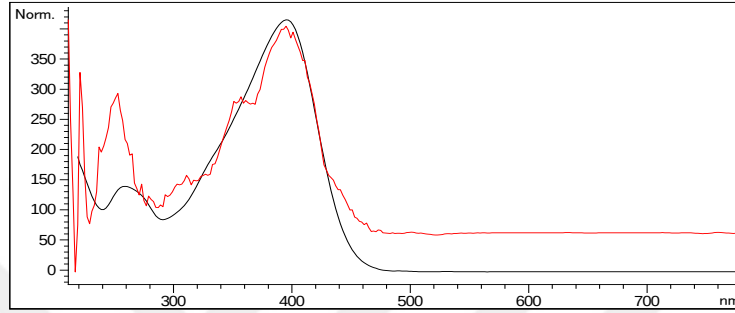
(____ Spektrum A.Z.: 16.715 ,Karminik asit standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 16.078 ,Şekil 4.260'deki kromatogramın spektrumu)

13/1573 envanter numaralı eserdeki kırmızı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında karminik asit boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



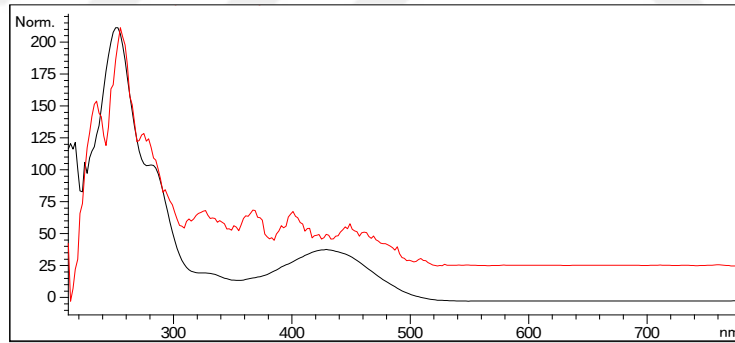
Şekil 4.263 13/1573 envanter numaralı eserdeki sarı rengin kromatogramı



Şekil 4.264 13/1573 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve sulfuretin standardının birlikte gösterimi

(___ Spektrum A.Z.: 23.059 ,Sulfuretin standardının spektrumu

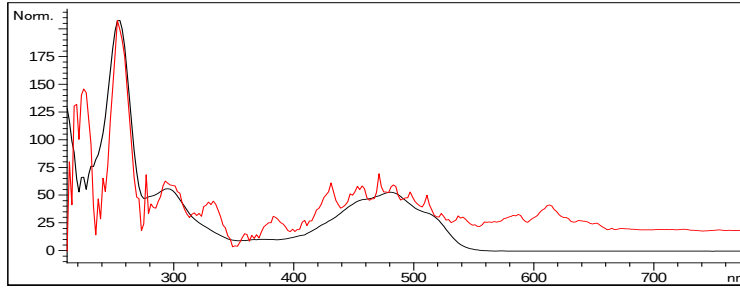
— Spektrum A.Z.: 23.189 ,Şekil 4.263’deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.265 13/1573 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve alizarin standardının birlikte gösterimi

(___ Spektrum A.Z.: 28.093 ,Alizarin standardının spektrumu

— Spektrum A.Z.: 28.402 ,Şekil 4.263’deki kromatogramın spektrumu)



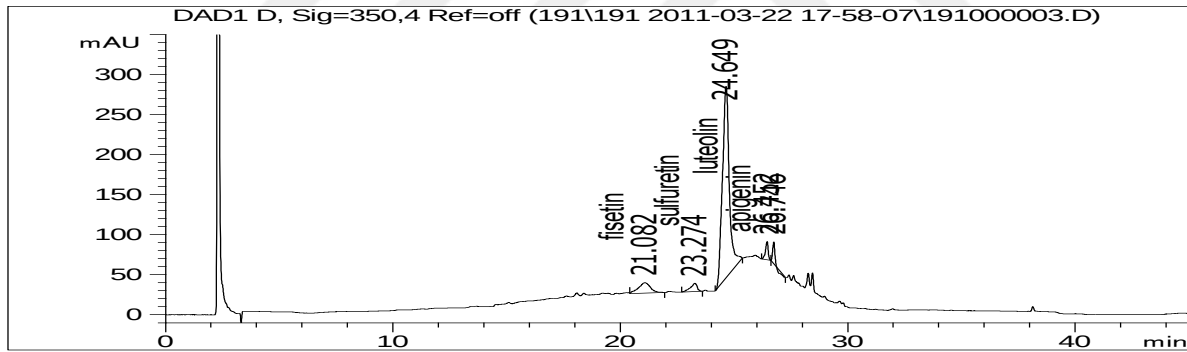
Şekil 4.266 13/1573 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve purpurin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 29.359 , Purpurin standardının spektrumu

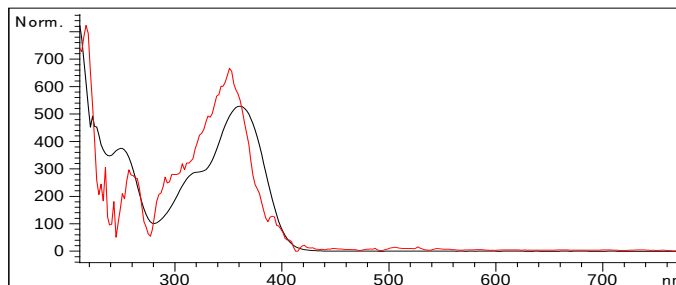
____ Spektrum A.Z.: 29.755 ,Şekil 4.263’deki kromatogramın spektrumu)

13/1573 envanter numaralı eserdeki sarı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında sülfüretin, alizarin ve purpurin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.

4.1.3.11. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1646 envanter numaralı eserin HPLC-DAD analizleri



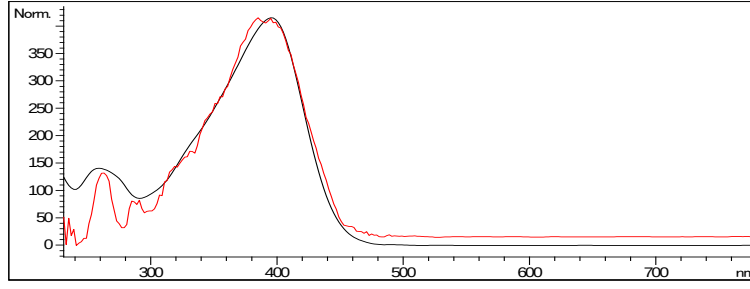
Şekil 4.267 13/1646 envanter numaralı eserdeki sarı rengin kromatogramı



Şekil 4.268 13/1646 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve Fisetin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 19.585 , Fisetin standardının spektrumu

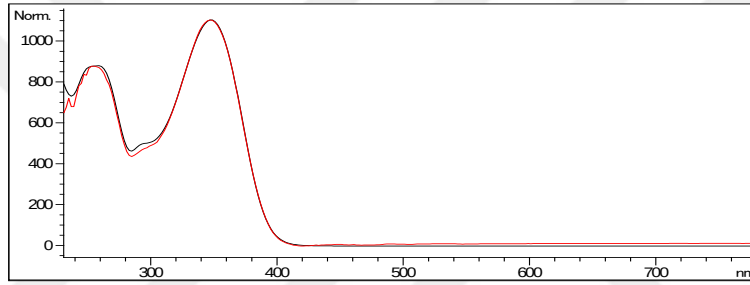
— Spektrum A.Z.: 21.079 ,Şekil 4.267’deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.269 13/1646 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve sülfüretin standardının birlikte gösterimi

(— Spektrum A.Z.: 23.059 , Sülfüretin standardının spektrumu

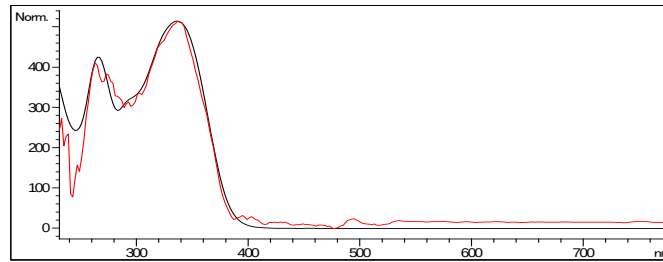
— Spektrum A.Z.: 23.272 ,Şekil 4.267’deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.270 13/1646 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi.

(— Spektrum A.Z.: 25.591 , Luteolin standardının spektrumu

— Spektrum A.Z.: 24.646 ,Şekil 4.267’deki kromatogramın spektrumu)

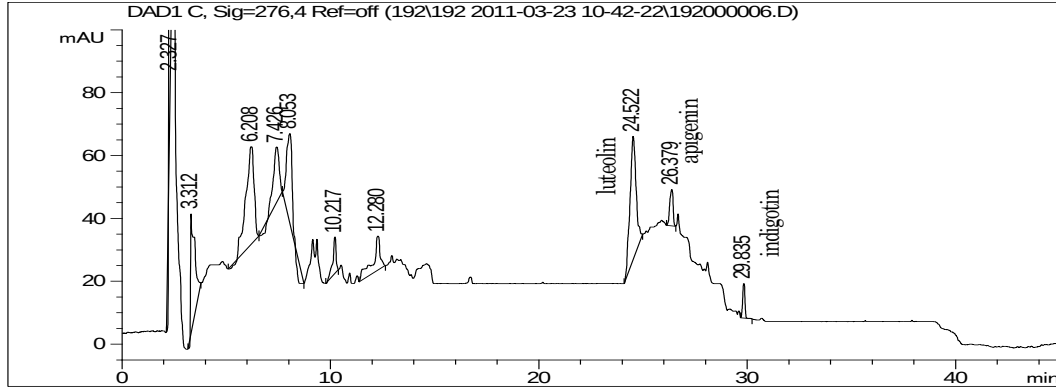


Şekil 4.271 13/1646 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve apigenin standardının birlikte gösterimi

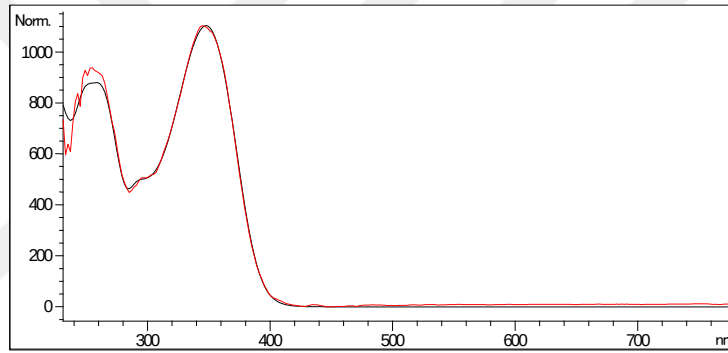
(— Spektrum A.Z.: 26.515 , Apigenin standardının spektrumu

— Spektrum A.Z.: 26.452 ,Şekil 4.267’deki kromatogramın spektrumu)

13/1646 envanter numaralı eserdeki sarı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında fisetin, sülfüretin, luteolin ve apigenin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



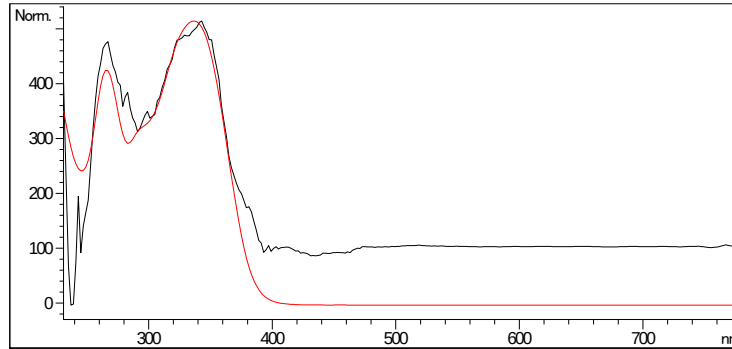
Şekil 4.272 13/1646 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin kromatogramı



Şekil 4.273 13/1646 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi.

(___ Spektrum A.Z.: 25.591 , Luteolin standardının spektrumu

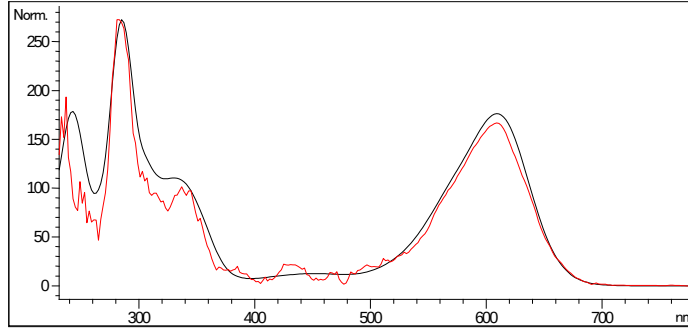
— Spektrum A.Z.: 24.524 ,Şekil 4.272’ daki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.274 13/1646 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve apigenin standardının birlikte gösterimi.

(___ Spektrum A.Z.: 26.377 , Apigenin standardının spektrumu

___ Spektrum A.Z.: 26.515 ,Şekil 4.272'deki kromatogramın spektrumu)

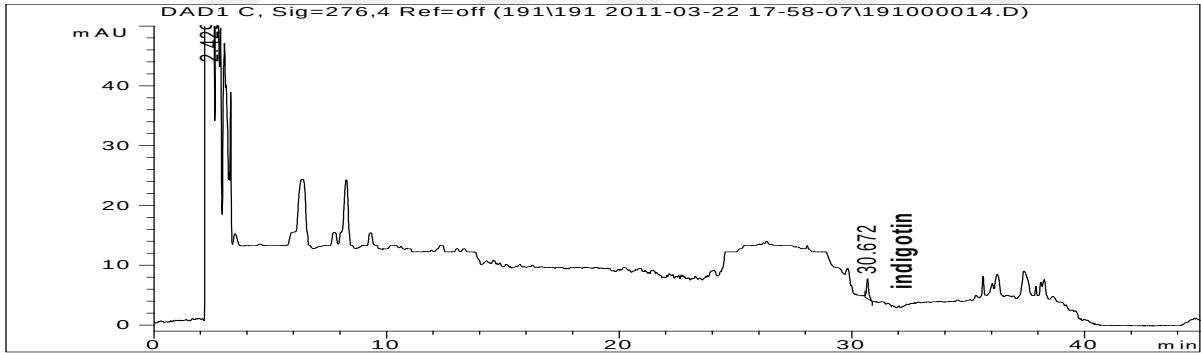


Şekil 4.275 13/1646 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi

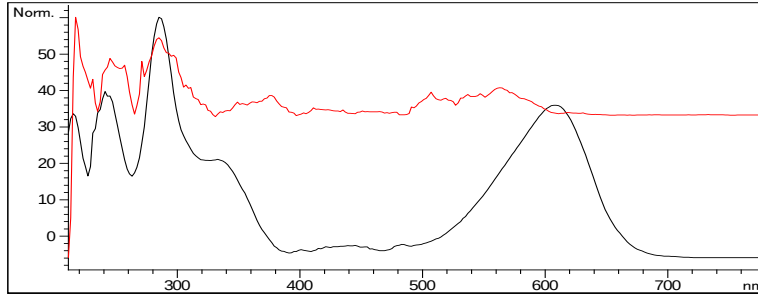
(___ Spektrum A.Z.: 29.754 , İndigotin standardının spektrumu

___ Spektrum A.Z.: 29.837 ,Şekil 4.272'deki kromatogramın spektrumu)

13/1646 envanter numaralı eserdeki yeşil renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında luteolin, apigenin ve indigotin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.276 13/1646 envanter numaralı eserdeki mavi renginin kromatogramı.



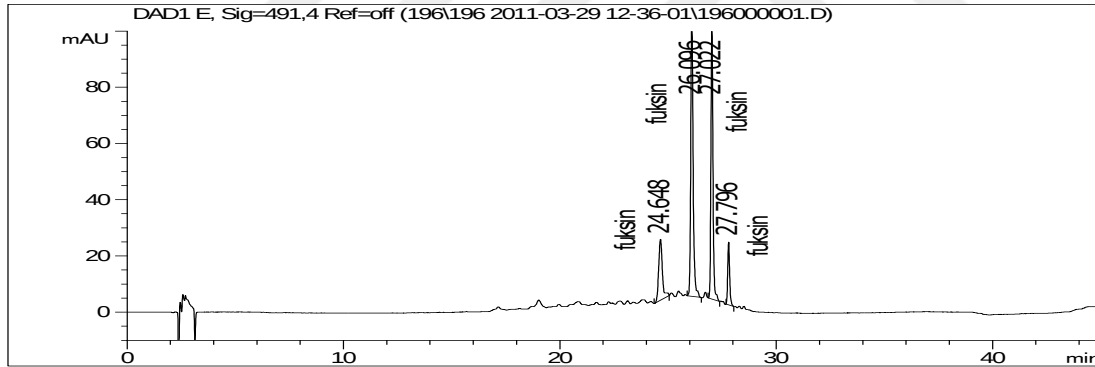
Şekil 4.277 13/1646 envanter numaralı eserdeki mavi rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi.

(___ Spektrum A.Z.: 29.284 , İndigotin standardının spektrumu

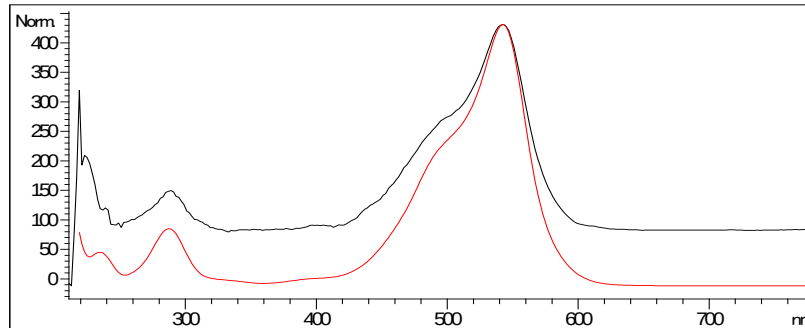
___ Spektrum A.Z.: 30.674 ,Şekil 4.276'deki kromatogramın spektrumu)

13/1646 envanter numaralı eserdeki mavi renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında indigotin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.

4.1.3.12. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1721 envanter numaralı eserin HPLC analizleri



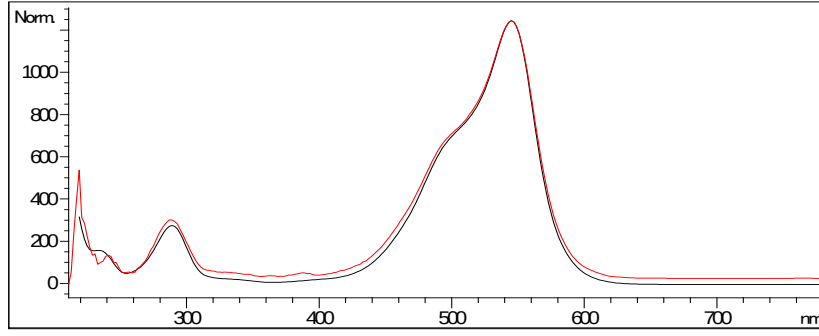
Şekil 4.278 13/1721 envanter numaralı eserdeki sıklamen renginin kromatogramı



Şekil 4.279 13/1721 envanter numaralı eserdeki sıklamen rengin spektrumunun ve fuksin standardının birlikte gösterimi

(___ Spektrum A.Z.: 24.645 , Fuksin standardının spektrumu

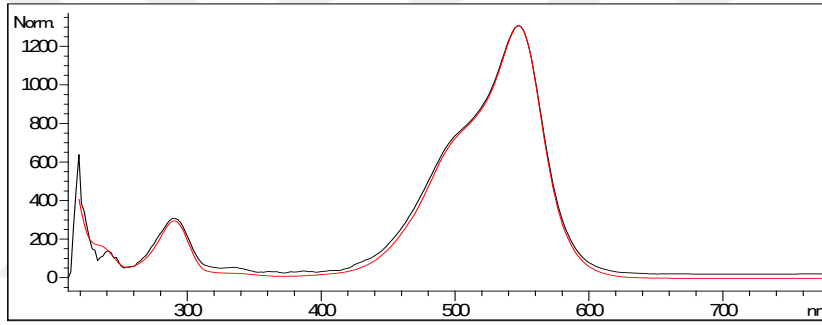
— Spektrum A.Z.: 24.840 ,Şekil 4.278'deki kromatogramin spektrumu)



Şekil 4.280 13/1721 envanter numaralı eserdeki sıklamen rengin spektrumunun ve Fuksin standardının birlikte gösterimi

(— Spektrum A.Z.: 26.180 , Fuksin standardının spektrumu

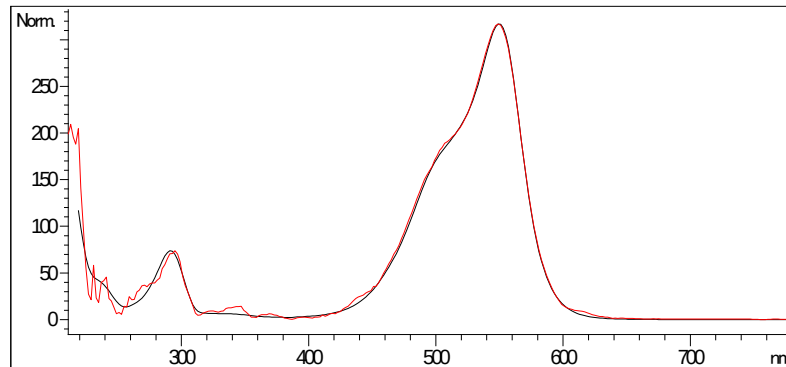
— Spektrum A.Z.: 26.098 ,Şekil 4.278'deki kromatogramin spektrumu)



Şekil 4.281 13/1721 envanter numaralı eserdeki sıklamen rengin spektrumunun ve Fuksin standardının birlikte gösterimi

(— Spektrum A.Z.: 27.025 , Fuksin standardının spektrumu

— Spektrum A.Z.: 27.060 ,Şekil 4.278'deki kromatogramin spektrumu)



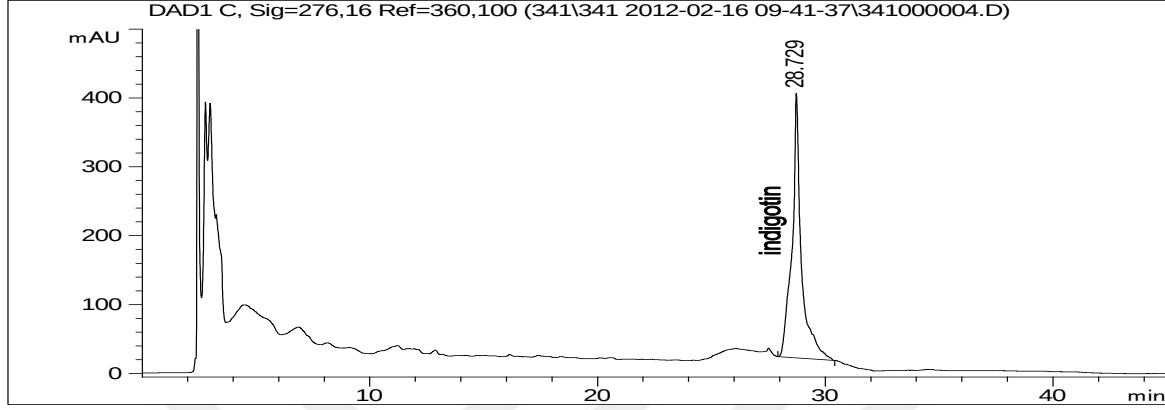
Şekil 4.282 13/1721 envanter numaralı eserdeki sıklamen rengin spektrumunun ve Fuksin standardının birlikte gösterimi

(— Spektrum A.Z.: 27.807 , Fuksin standardının spektrumu

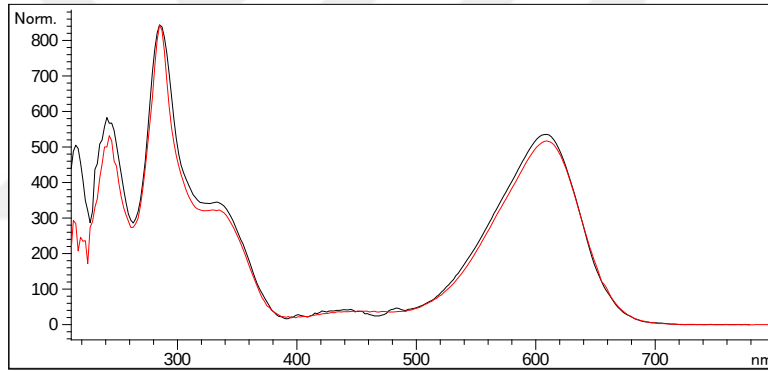
— Spektrum A.Z.: 27.798 ,Şekil 4.278'deki kromatogramin spektrumu)

13/1721 envanter numaralı eserdeki sıklamen rengine ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında fuksin boyarmaddesi olduğu tespit edilmiştir.

4.1.3.13. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1806 envanter numaralı eserin HPLC analizleri



Şekil 4.283 13/1806 envanter numaralı eserdeki mavi rengin kromatogramı

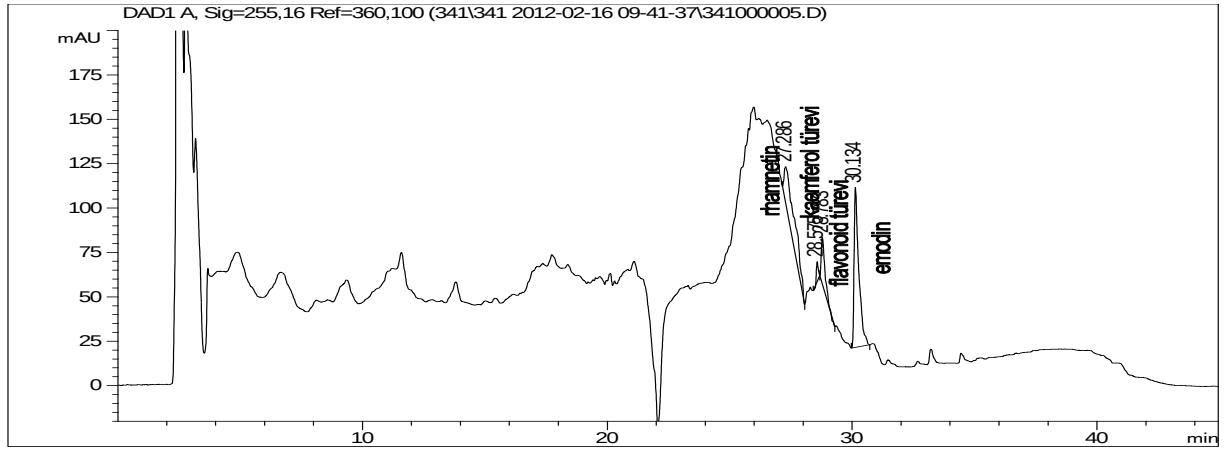


Şekil 4.284 13/1806 envanter numaralı eserdeki mavi rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi

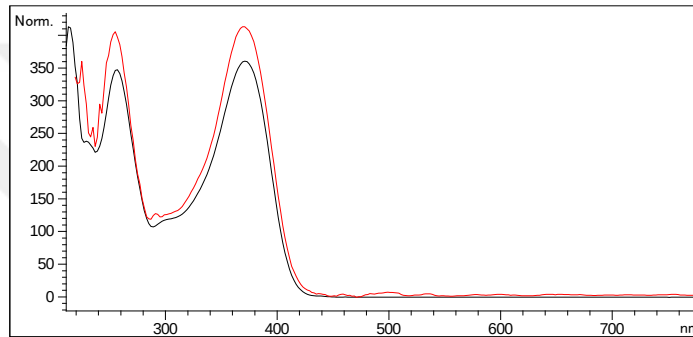
(____ Spektrum A.Z.: 29.284 , İndigotin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 28.732 ,Şekil 4.283'deki kromatogramın spektrumu)

13/1806 envanter numaralı eserdeki mavi renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında indigotin boyarmaddesi olduğu tespit edilmiştir.



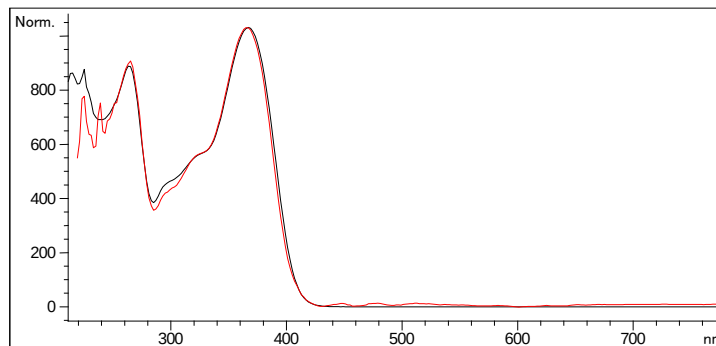
Şekil 4.285 13/1806 envanter numaralı eserin klapdan ipinin sarı renginin kromatogramı



Şekil 4.286 13/1806 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve rhamnetin standardının birlikte gösterimi.

(___ Spektrum A.Z.: 27.712 , Rhamnetin standardının spektrumu)

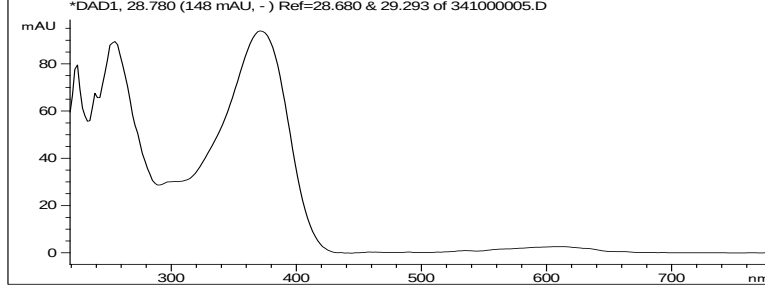
— Spektrum A.Z.: 27.286 ,Şekil 4.285’deki kromatogramın spektrumu)



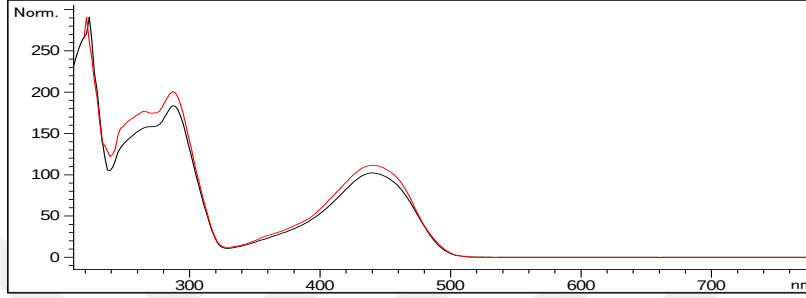
Şekil 4.287 13/1806 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve kaempferol standardının birlikte gösterimi

(___ Spektrum A.Z.: 26.330 , Kaempferol standardının spektrumu)

— Spektrum A.Z.: 28.573 ,Şekil 4.285’deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.288 13/1806 envanter numaralı eserdeki Flavonoid türevinin spektrumu.

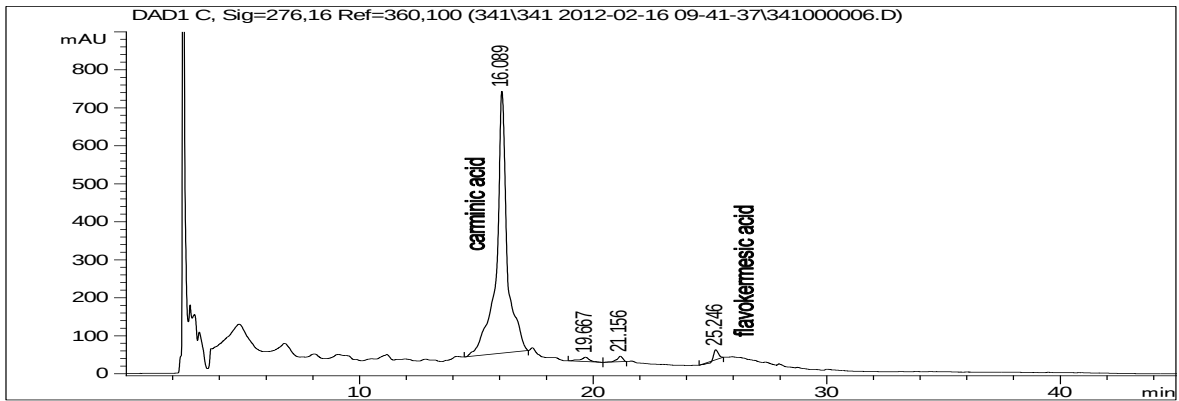


Şekil 4.289 13/1806 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve emodin standardının birlikte gösterimi

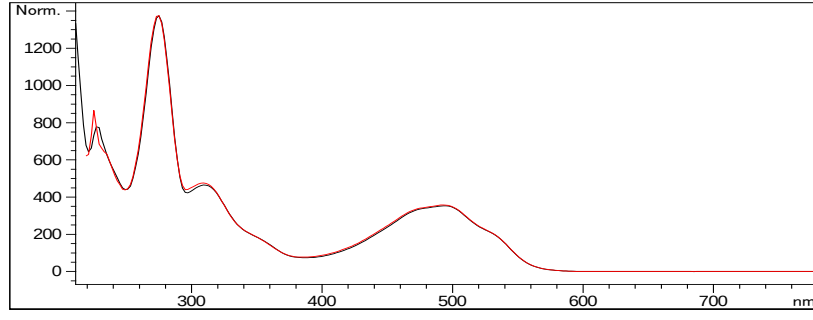
(____ Spektrum A.Z.: 31.414 , Emodin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 30.133 ,Şekil 4.285'deki kromatogramın spektrumu)

13/1806 envanter numaralı eserdeki sarı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında rhamnetin, kaemferol türevi, flavonoid türevi ve emodin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



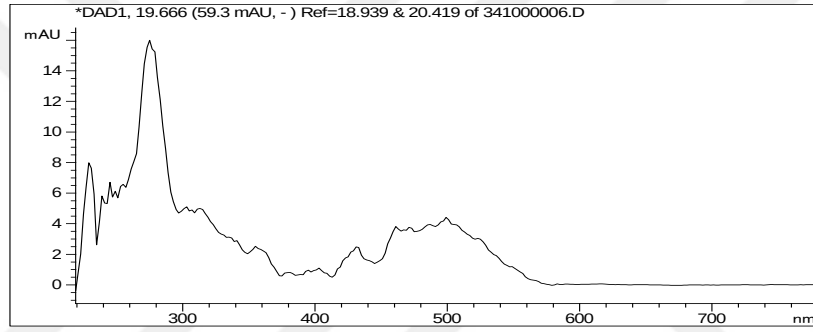
Şekil 4.290 13/1806 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramı



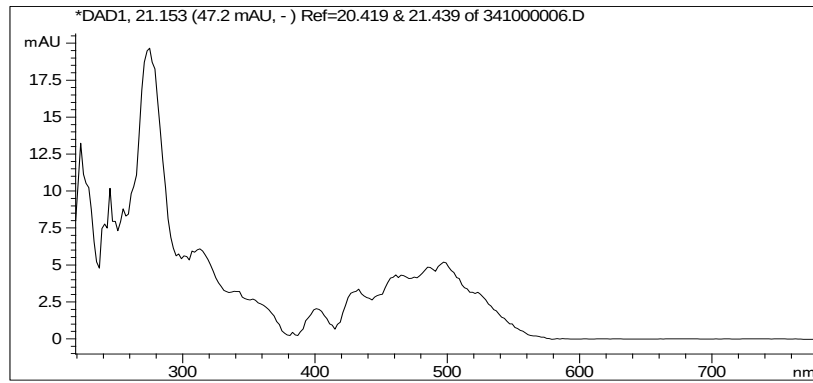
Şekil 4.291 13/1806 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve Carminic acid – dcI standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 16.106 , Karminik asit – dcI standardının spektrumu

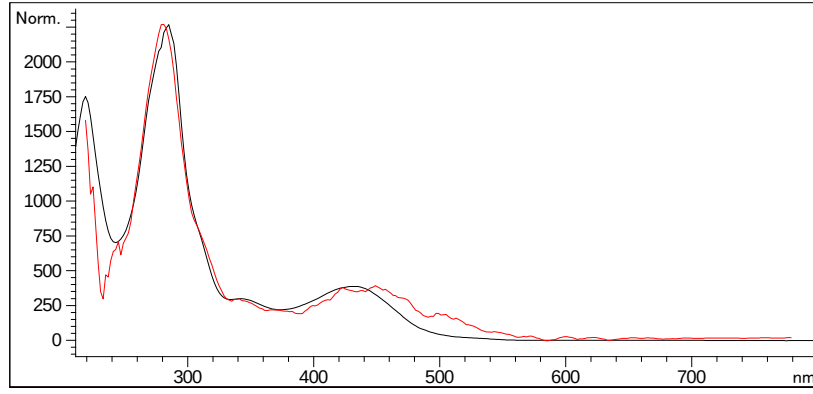
____ Spektrum A.Z.: 16.093 ,Şekil 4.290'deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.292 13/1806 envanter numaralı eserdeki dcII maddesinin spektrumu



Şekil 4.293 13/1806 envanter numaralı eserdeki dcIII maddesinin spektrumu

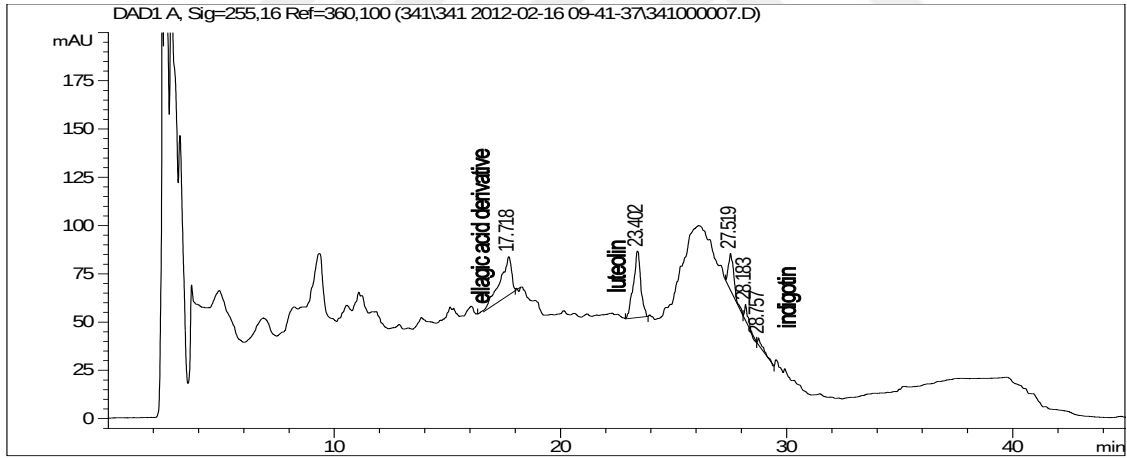


Şekil 4.294 13/1806 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve flavokermesik asit standardının birlikte gösterimi

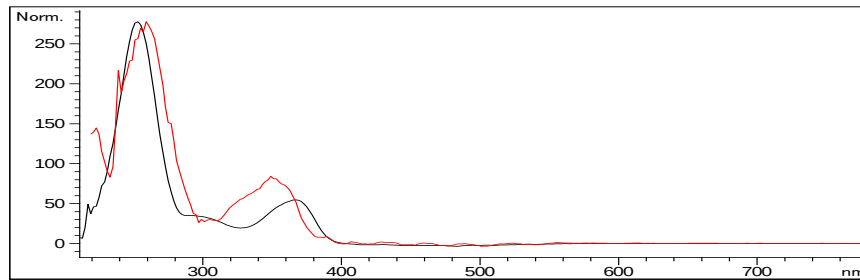
(____ Spektrum A.Z.: 26.370 , Flavokermesik asit standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 25.246 ,Şekil 4.290'daki kromatogramın spektrumu)

13/1806 envanter numaralı eserdeki kırmızı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında karminik asit, dcII, dcIII ve flavokermesik asit boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



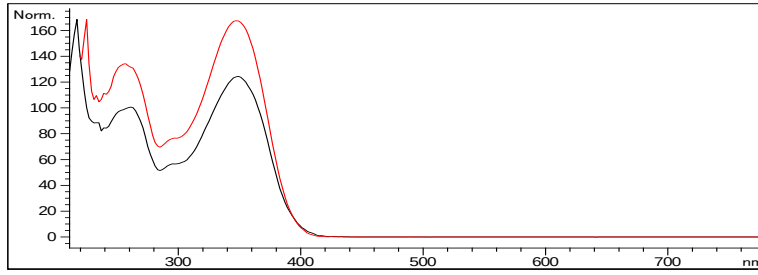
Şekil 4.295 13/1806 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin kromatogramı



Şekil 4.296 13/1806 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve Ellajik asit standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 17.197 , Ellajik asit standardının spektrumu

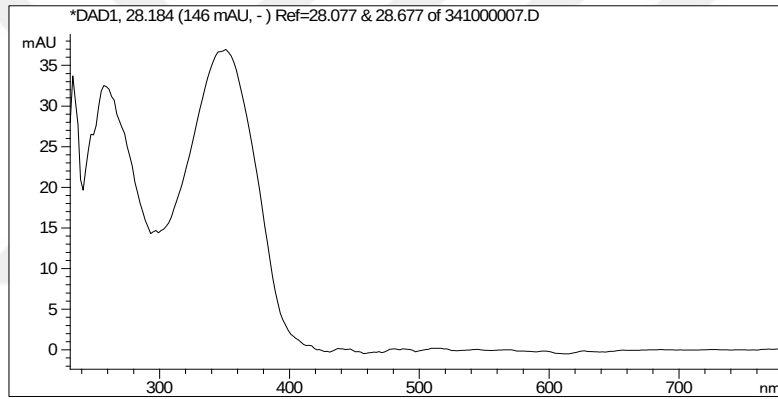
____ Spektrum A.Z.: 17.717 ,Şekil 4.295'deki kromatogramın spektrumu)



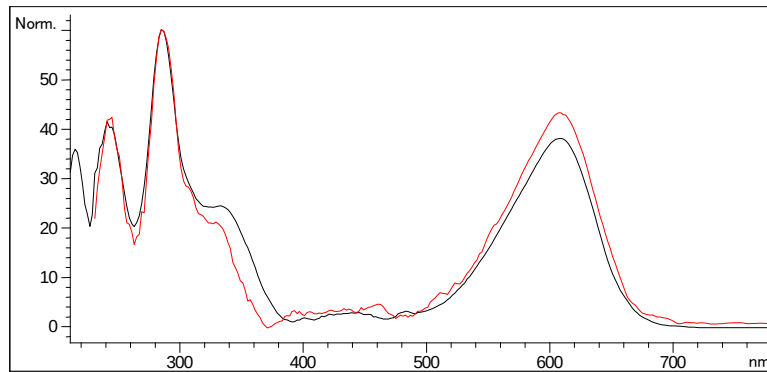
Şekil 4.297 13/1806 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 24.051 , Luteolin standardının spektrumu

____ Spektrum A.Z.: 23.404 ,Şekil 4.295'deki kromatogramın spektrumu)



Şekil 4.298 13/1806 envanter numaralı eserdeki Flavonoid türevinin spektrumu



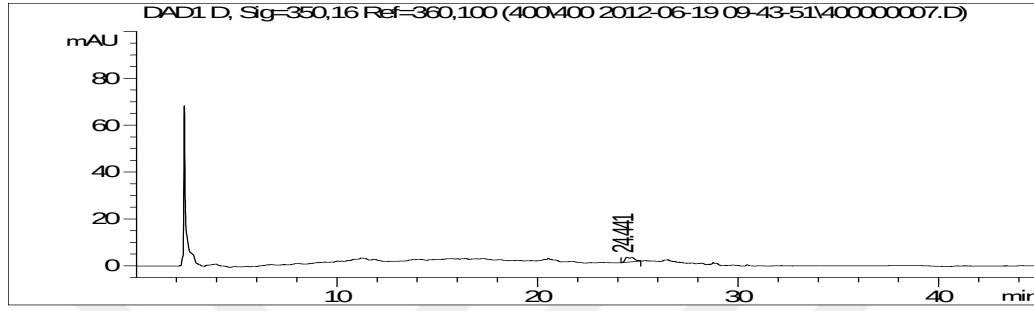
Şekil 4.299 13/1806 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve İndigotin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 29.284 , İndigotin standardının spektrumu

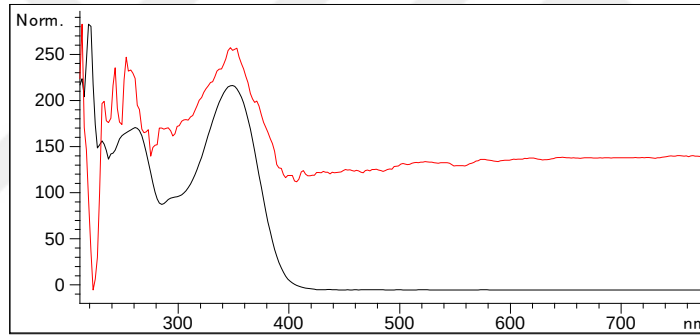
— Spektrum A.Z.: 28.757 ,Şekil 4.295’deki kromatogramın spektrumu)

13/1806 envanter numaralı eserdeki yeşil renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında ellajik asit, luteolin, indigoid ve flavonoid türevi boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.

4.1.3.14. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1909 envanter numaralı eserin HPLC analizleri



Şekil 4.300 13/1909 envanter numaralı eserdeki pervazdaki sarı renginin kromatogramı

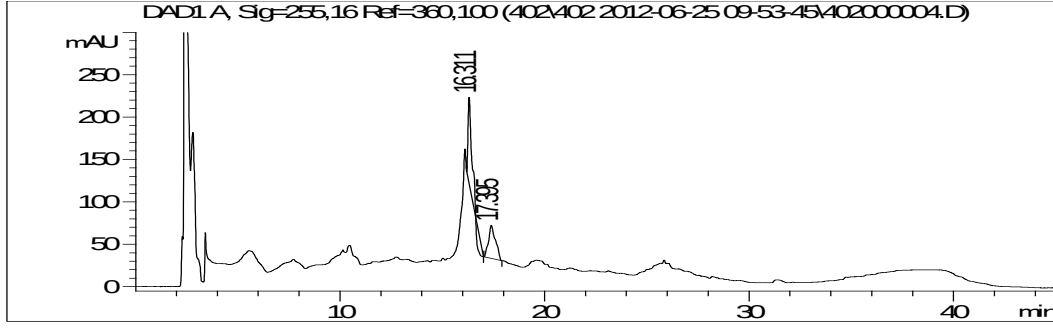


Şekil 4.301 13/1909 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve Luteolin standardının birlikte gösterimi

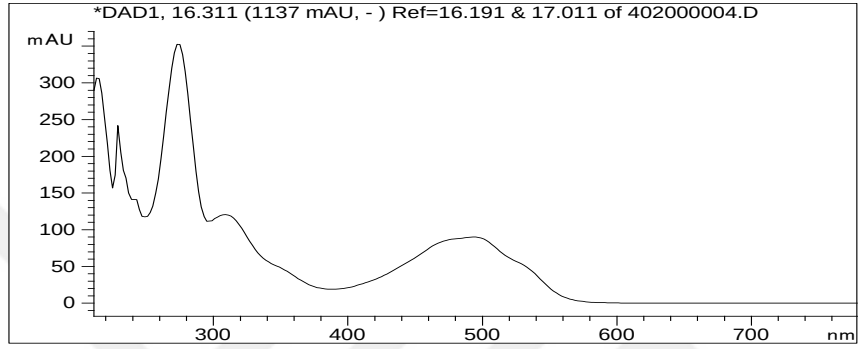
(— Spektrum A.Z.: 22.442 , Luteolin standardının spektrumu

— Spektrum A.Z.: 24.440 ,Şekil 4.300’deki kromatogramın spektrumu)

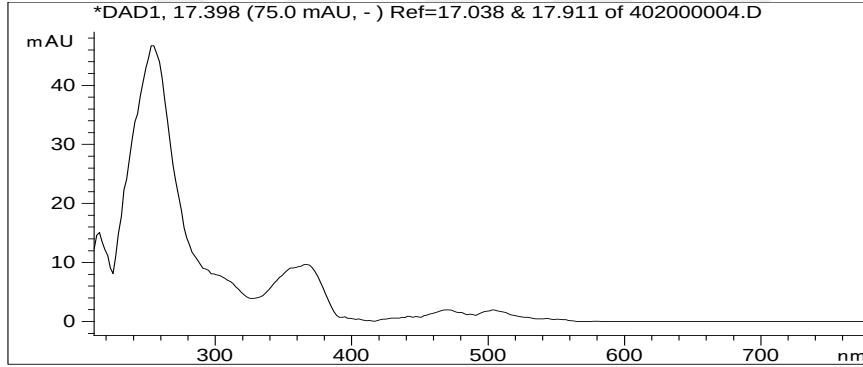
13/1909 envanter numaralı eserdeki sarı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında luteolin boyarmaddesi olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.302 13/1909 envanter numaralı eserdeki zemindeki kırmızı renginin kromatogramı

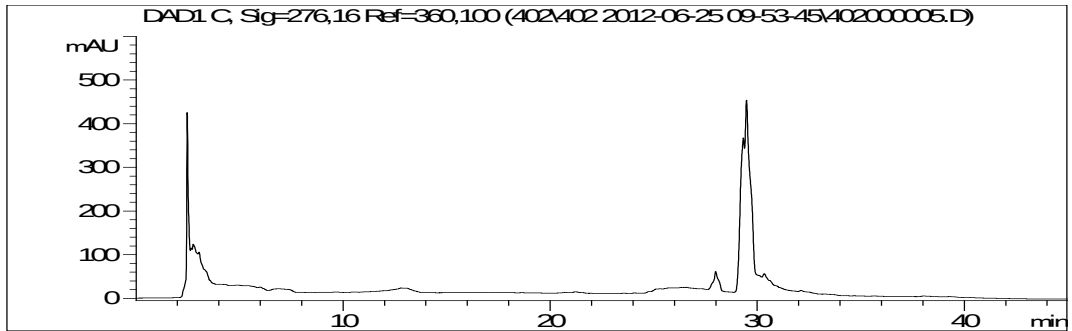


Şekil 4.303 13/1909 envanter numaralı eserdeki Karminik asit maddesinin spektrumu

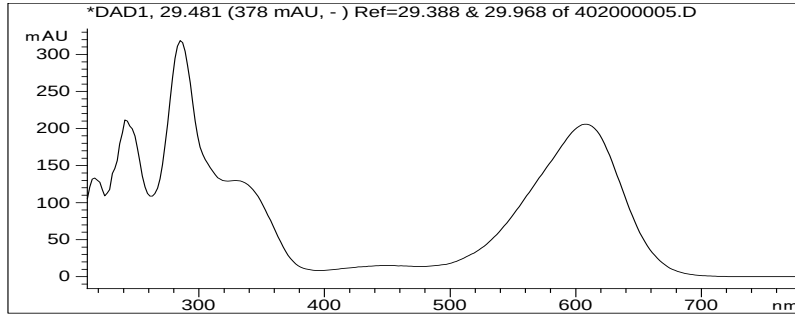


Şekil 4.304 13/1909 envanter numaralı eserdeki Ellajik asit maddesinin spektrumu

13/1909 envanter numaralı eserdeki kırmızı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında karminik asit, ellajik asit, alizarin ve purpurin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



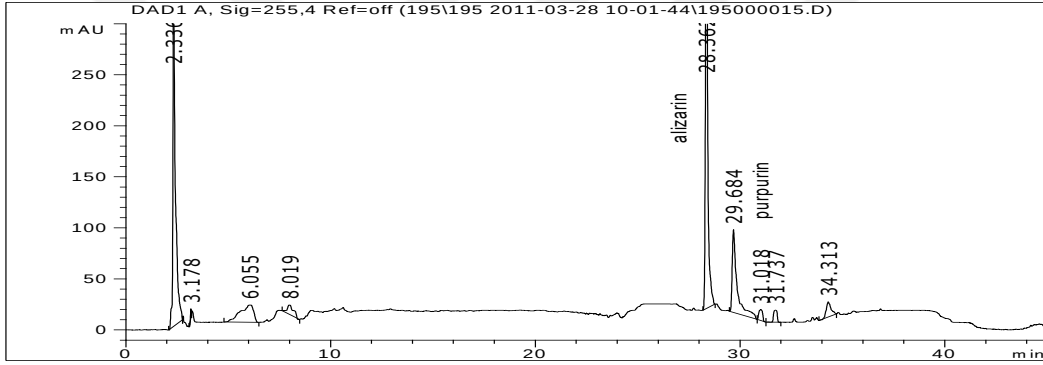
Şekil 4.305 13/1909 envanter numaralı eserdeki lacivert renginin kromatogramı



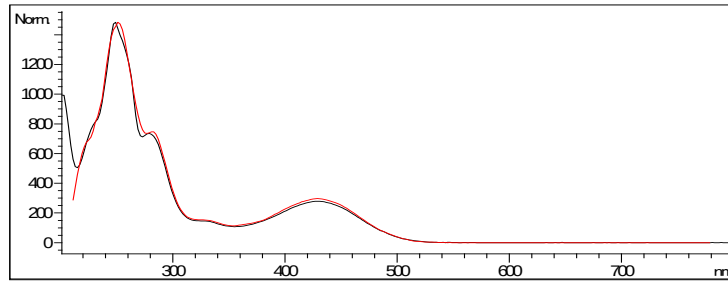
Şekil 4.306 13/1909 envanter numaralı eserdeki indigotin maddesinin spektrumu

13/1909 envanter numaralı eserdeki lacivert renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında indigotin boyarmaddesi olduğu tespit edilmiştir.

4.1.3.15. Topkapı Sarayı Müzesi 13/1919 envanter numaralı eserin HPLC analizleri



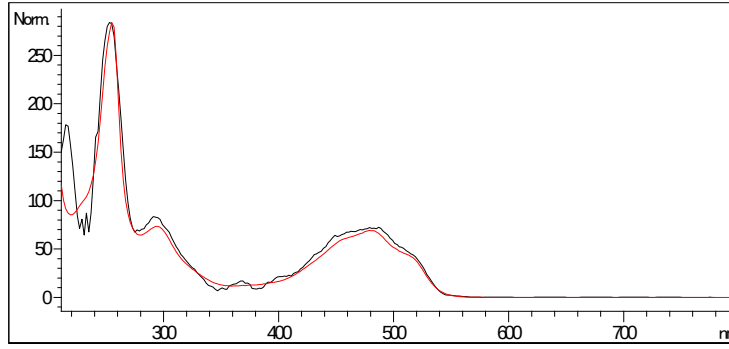
Şekil 4.307 13/1919 envanter numaralı eserdeki kırmızı renginin kromatogramı



Şekil 4.308 13/1919 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve alizarin standardının birlikte gösterimi

(— Spektrum A.Z.: 28.359 , Alizarin standardının spektrumu

— Spektrum A.Z.: 28.362 ,Şekil 4.307'deki kromatogramın spektrumu)



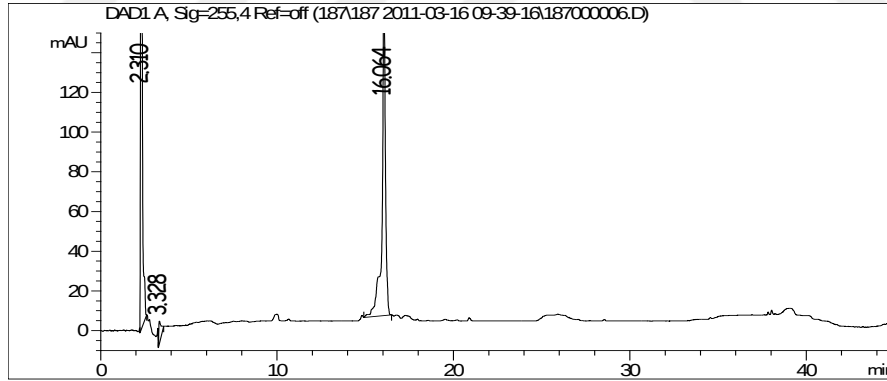
Şekil 4.309 13/1919 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve purpurin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 29.682 , Purpurin standardının spektrumu

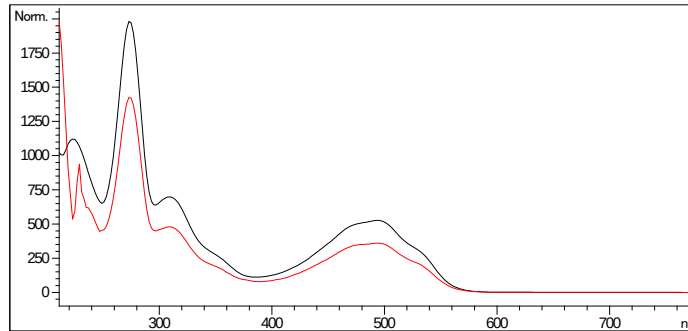
____ Spektrum A.Z.: 30.296 ,Şekil 4.307'deki kromatogramın spektrumu)

13/1909 envanter numaralı eserdeki kırmızı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında alizarin ve purpurin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.

4.1.3.16. Topkapı Sarayı Müzesi 13/37 envanter numaralı eserin HPLC analizleri



Şekil 4.310 13/37 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin kromatogramı

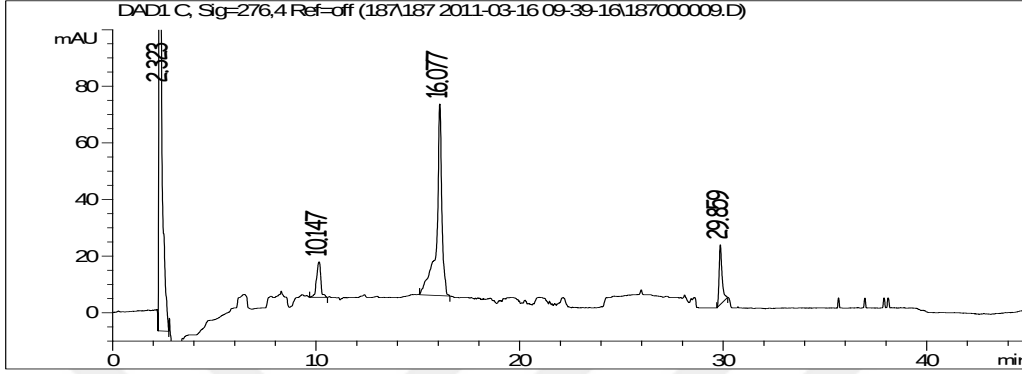


Şekil 4.311 13/37 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengin spektrumunun ve karminik asit standardının birlikte gösterimi

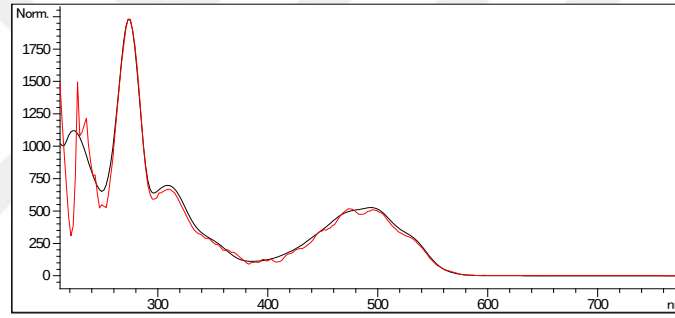
(___ Spektrum A.Z.: 16.715 , Karminik asit standardının spektrumu)

— Spektrum A.Z.: 16.061 ,Şekil 4.310'deki kromatogramın spektrumu)

13/37 envanter numaralı eserdeki kırmızı rengine ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında karminik asit boyarmaddesi olduğu tespit edilmiştir.



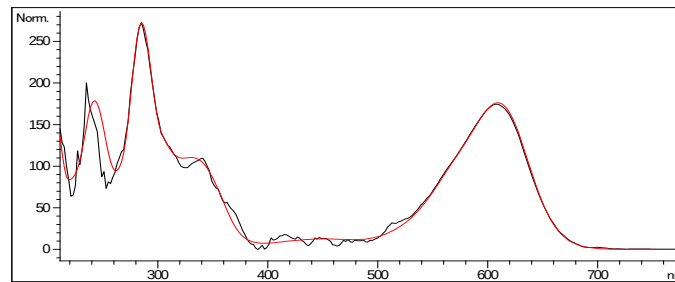
Şekil 4.312 13/37 envanter numaralı eserdeki mor renginin kromatogramı



Şekil 4.313 13/37 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun ve karminik asit standardının birlikte gösterimi

(___ Spektrum A.Z.: 16.715 , Karminik asit standardının spektrumu)

— Spektrum A.Z.: 16.079 ,Şekil 4.312'deki kromatogramın spektrumu)

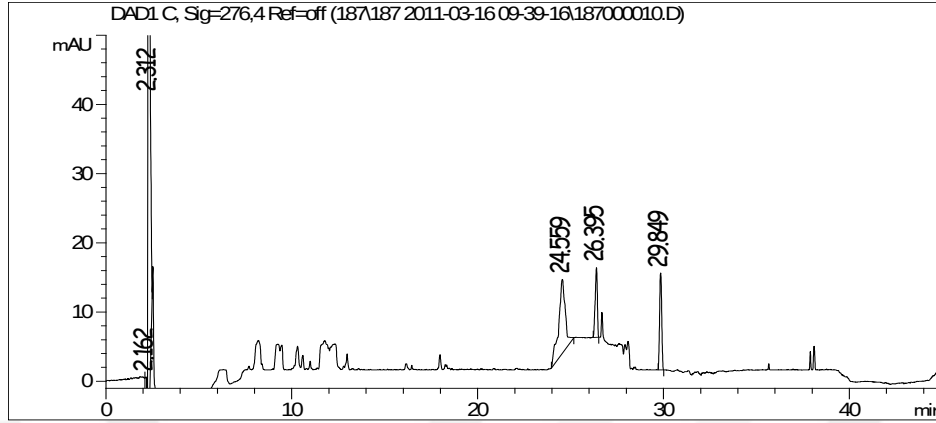


Şekil 4.314 13/37 envanter numaralı eserdeki mor rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi

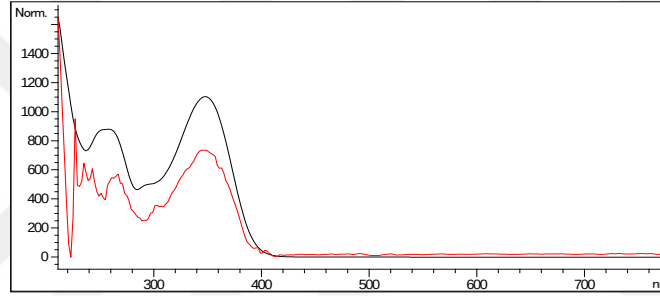
(___ Spektrum A.Z.: 29.859 , İndigotin standardının spektrumu)

— Spektrum A.Z.: 29.754 ,Şekil 4.312'deki kromatogramın spektrumu)

13/37 envanter numaralı eserdeki mor renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında karminik asit ve indigotin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.



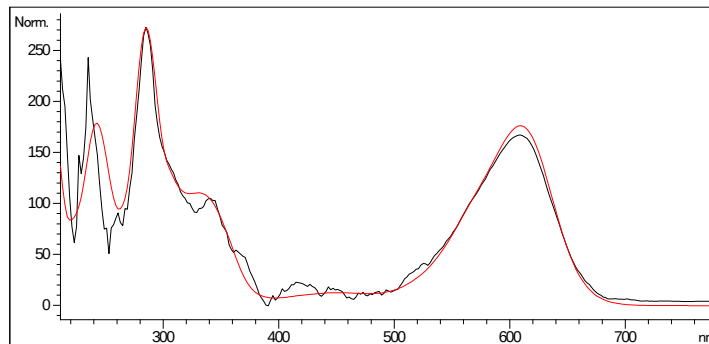
Şekil 4.315 13/37 envanter numaralı eserdeki yeşil renginin kromatogramı



Şekil 4.316 13/37 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi

(___ Spektrum A.Z.: 25.591 , Luteolin standardının spektrumu

— Spektrum A.Z.: 24.562 ,Şekil 4.315'deki kromatogramın spektrumu)



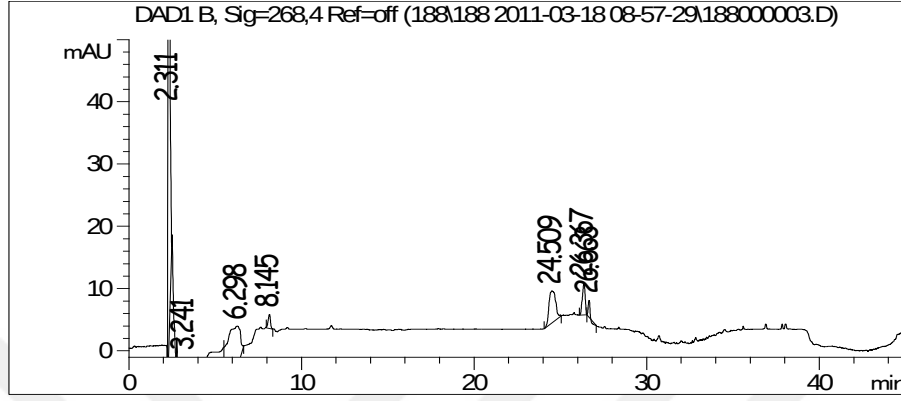
Şekil 4.317 13/37 envanter numaralı eserdeki yeşil rengin spektrumunun ve indigotin standardının birlikte gösterimi

(___ Spektrum A.Z.: 29.849 , İndigotin standardının spektrumu

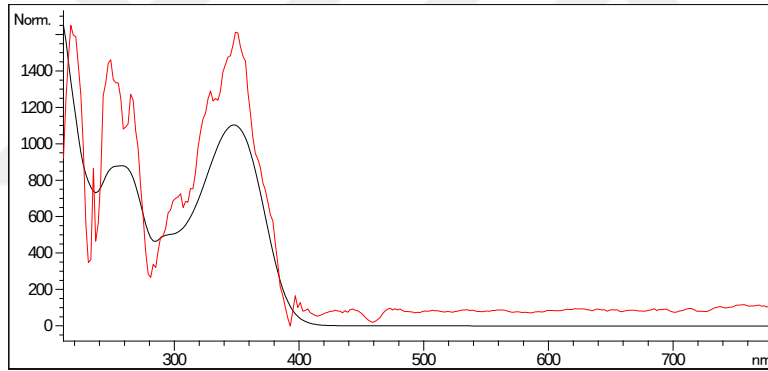
— Spektrum A.Z.: 29.754 ,Şekil 4.315'deki kromatogramın spektrumu)

13/37 envanter numaralı eserdeki yeşil renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında luteolin ve indigotin boyarmaddeleri olduğu tespit edilmiştir.

13/37 mavi ve somon örneğin analizi olumlu sonuç vermedi.



Şekil 4.318 13/37 envanter numaralı eserdeki sarı renginin kromatogramı



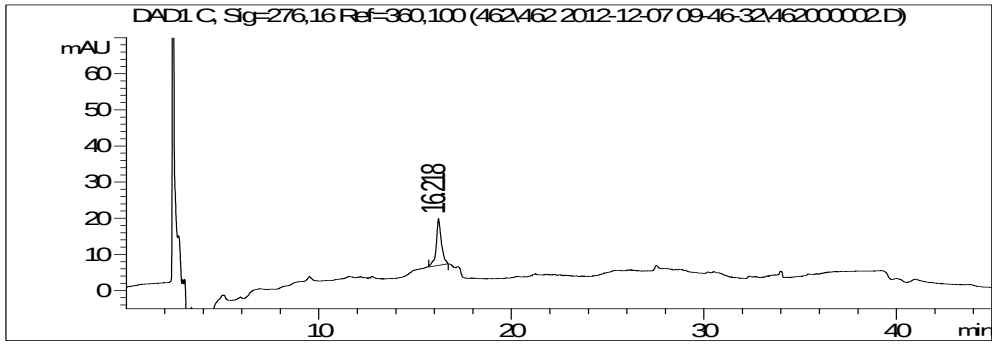
Şekil 4.319 13/37 envanter numaralı eserdeki sarı rengin spektrumunun ve luteolin standardının birlikte gösterimi

(____ Spektrum A.Z.: 25.591 , Luteolin standardının spektrumu

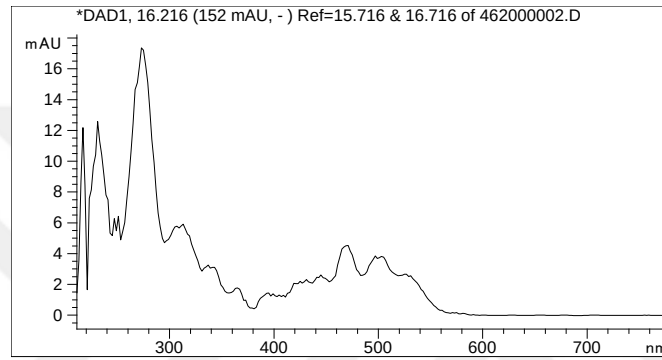
____ Spektrum A.Z.: 24.507 ,Şekil 4.318'deki kromatogramın spektrumu)

13/37 envanter numaralı eserdeki sarı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında luteolin boyarmaddesi olduğu tespit edilmiştir.

3.3.4.17. Topkapı Sarayı Müzesi 13/41 envanter numaralı eserin HPLC analizleri

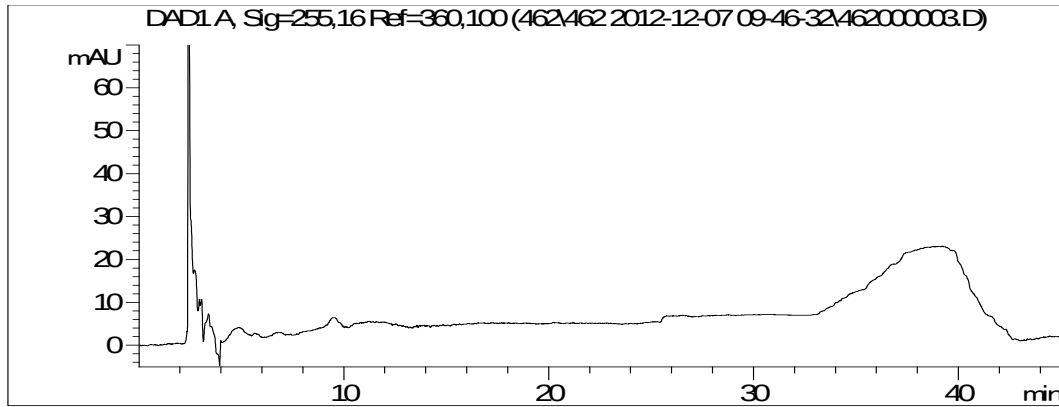


Şekil 4.320 13/41 envanter numaralı eserdeki kırmızı renginin kromatogramı



Şekil 4.321 13/41 envanter numaralı eserdeki carminic acid maddesinin spektrumu

13/41 envanter numaralı eserdeki kırmızı renge ait HPLC-DAD analizinden elde edilen kromatogramın spektrumları standart spektrumlarıyla karşılaştırıldığında karminik asit boyarmaddesi olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.322 13/41 envanter numaralı eserdeki püskülün sarı renginin kromatogramı

Topkapı Sarayı Müzesi, İstanbul koleksiyonu tarafından sağlanan Osmanlı tekstillerinden 18 tarihsel sanat eserinin boyarmadde analizleri yapıldı. Tarihsel tekstillerde boyarmaddenin tanımlanması genellikle bilinen referanslar [47] ile karşılaştırmaya dayanmaktadır. Alıkonma süresi ve referans boyarmaddelerin maksimum absorbanası Tablo 3.4'de gösterilmiştir. HPLC-DAD yöntemiyle incelenen tarihi tekstillerde tespit edilen boyarmaddeler ve boya kaynakları Ek 3 Tablo 1'de gösterilmiştir.

4.2.3. Boyarmaddelerin Tahmin Edilen Doğal Kaynakları:

Muhabbet Çiçeği (*R. luteola* L.): En eski ve önemli sarı ve yeşil boya kaynağı olarak bilinir. Muhabbet çiçeği apigenin, luteolin, flavonoidler ve türevlerini, küçük kreserol bileşiklerini içerir. Kütlesinin % 2'si flavonoid bileşikleridir. Muhabbet çiçeği tarih boyunca çoğunlukla hızlı bir şekilde yeşil renk elde etmek için kullanılmıştır. İndigo (*Indigofera tinctoria* L.) ve luteolin (*Isatis tinctoria* L.) bileşiklerinden dolayı parlak sarı renk verir. Sarı renk 13/360, 13/1025, 13/1646, 13/1909 ve 13/37 envanter numaralı örneklerde tespit edilmiştir. Yeşil renk elde etmek için muhabbet çiçeği bitkisiyle *Indigofera tinctoria* L. veya *Isatis tinctoria* L. birlikte kullanılmıştır. 13/1646, 13/1025, 13/1031, 13/1037, 13/1806 ve 13/37 envanter numaralı örneklerde yeşil ve koyu yeşil renkleri veren bu maddeler tespit edilmiştir.

Boyacı Sumağı (*C. coggrygia* SCOP): Boyacı sumağı bitkisinin sarı boya elde etmek için yaprakları ve dalları yüzyıllardır ekonomik olduğu için bir çok uygarlık tarafından kullanıldı. Anadolu'da ki halılarda, aynı zamanda Türk askeri üniformaları ve çadırlarının boyanmasında da kullanılmıştır. Fisetin bu bitkinin en önemli boyarmaddesidir. Yapılan HPLC analizine göre 13/1646 envanter numaralı eserden alınan örnekteki sarı rengi veren maddelerden biride *C. coggrygia* SCOP bitki kaynaklı fisetin bileşiğidir.

Meksika koşinili (*D. coccus* Costa) ve Ararat kermes (*P. hameli* Markası): Meksika koşinilin ana bileşeni (*D. coccus* Costa) karminik asittir (% 94-98). Ayrıca kermesik asit, flavokermesikasit (% 0,4-2,2), küçük bir bileşen olarak dcII ve halen bilinmeyen bazı antrakinon bileşenleri (%1,4-3,8) içerir. Meksika koşinili alüminyum mordan yerine kalay mordantı ile bir arada kullanılırsa daha parlak bir kırmızı üretir. Ararat kermes (*P. hameli* Markası) çoğunlukla karminik asit (% 95-99) içerir. Bu böcek türü ayrıca kermesik asit, flavokermesik asit (% 1,0-4,2) ve tanımlanmamış bileşenler (% 0,1-1,2) içerir. Koşinil (*D. coccus* Costa) veya Ararat kermes (*P. hameli* Markası) kırmızı ve mor renkler için kullanılmıştır. 13/360, 13/466, 13/501, 13/1573, 13/1806, 13/1909, 13/37 ve 13/41

envanter numaralı eserlerde kırmızı rengi veren madde olarak karminik asit ve flavokermesik asit tespit edilmiştir.

İndigo (*Indigofera tinctoria* L.) ve çivit otu (*Isatis tinctoria* L.): İndigo veya çivit otu, mavi, yeşil ve açık yeşil renkler için kullanılır. 13/360, 13/1646 ve 13/1806 envanter numaralı eserlerden alınan örneklerde hem mavi hem yeşil renk maddesi, 13/466 ve 13/1909 envanter numaralı eserlerden alınan örneklerde lacivert renk maddesi, 13/501 ve 13/37 envanter numaralı eserlerdeki örneklerde mor renk maddesi olarak indigotin tespit edilmiştir.

Mazı meşesi (*Quercus infectoria* Olivier): 13/360, 13/466 ve 13/1909 envanter numaralı eserlerden alınan örneklerde kırmızı renk maddesi; 13/1573 envanter numaralı eserden alınan örnekte siyah renk maddesi ve 13/1806 envanter numaralı eserden alınan örnekte yeşil renk maddesi olarak ellajik asit tespit edilmiştir.

Cehri (*Rhamnus petiolaris* Boiss): Cehrinin 22 türü vardır. Bu türlerden bazıları yapraklarını dökmemesine karşın, *Rhamnus petiolaris* türü yapraklarını döker. Mayıs-Haziran aylarında sarı-yeşil renkte küçük çiçekler açmaktadır. Uzun süre yeşil olarak kaldıktan sonra tohumları (meyveleri) kahverengi veya siyah renge dönüşür. 13/574 ve 13/1806 envanter numaralı eserlerden alınan örneklerde sarı renk maddesi olarak naringenin, isorhamnetin, rhamnetin, emodin, kaemferol türevi, flavonoid türevi tespit edilmiştir.

Lak böceği (*Kerria lacca* Kerr): 13/501 envanter numaralı eserden alınan örnekte mor ve kırmızı renk maddesi olarak lakkain asit A, lakkain asit B, lakkain asit C, flavokermesik asit ve emodin tespit edilmiştir.

Kökboya(*Rubia tinctorum* L.): **Kırmızı renk** için en önemli boya bitkisi olan kökboyanın yüzyıllar boyunca tarımı yapılmıştır. Yazın büyüyen bitkinin soluk sarı renk çiçekleri bulunmaktadır. Kökboyanın büyük bir olasılıkla anavatanı Anadolu'dur. Fakat doğal olarak Kafkaslar, İran, Orta Batı Asya ve Himalayalar'a kadar yayılmış olduğu görülmektedir. Alizarin, purpurin kökboya bitkisinin en önemli boya bileşenleridir. 13/1919 ve 13/1573 envanter no lu eserlerde sırasıyla **sarı ve siyah** renkli ipliklerde alizarin ve purpurin maddeleri tespit edilmiştir.

Tarihi eserlerdeki HPLC analiz sonuçlarına göre olası boyarmadde kaynakları, tespit edilen boyarmaddeler Tablo 4.5'de gösterilmiştir.

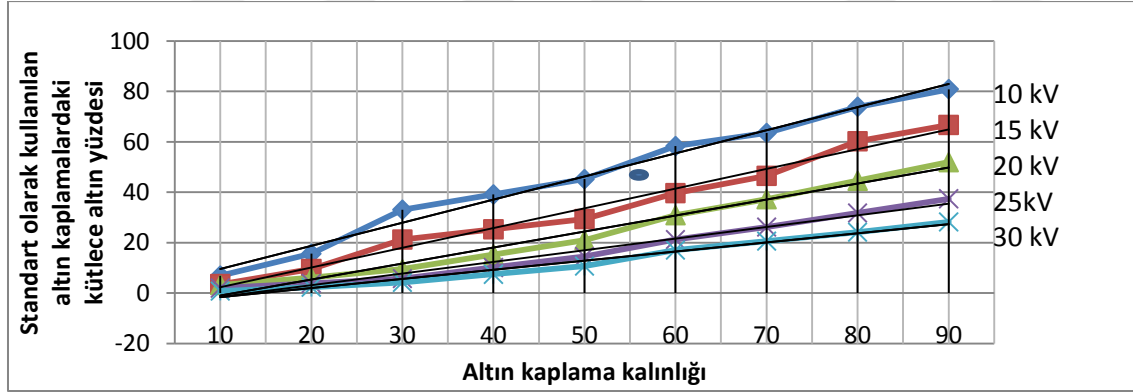
Tablo 4.5 Tarihi eserlerdeki HPLC analiz sonuçlarına göre tespit edilen boyarmadde kaynakları, tespit edilen boyarmaddeler

Tespit edilen boyarmadde kaynakları	Tespit edilen boyarmaddeler	Örneğin Rengi	Tarihi Eserlerin Envanter Numaraları
Hindistan çividi veya Çivitotu (<i>Indigofera tinctoria</i> L. veya <i>Isatis tinctoria</i> L.)	İndigotin	mavi	13/360,13/1646, 13/1806
		yeşil	13/360,13/1646, 13/1806, 13/37
		lacivert	13/466, 13/1909
		mor	13/37,
Koşinil (<i>Dactylopius coccus</i> Costa)	Karminik asit	kırmızı	13/360, 13/466, 13/1573, 13/1806, 13/1909, 13/37, 13/41
		mor	13/37
Mazı meşesi (<i>Quercus infectoria</i> Olivier)	Ellajik asit	kırmızı	13/360, 13/466,13/1909
		siyah	13/1573
		yeşil	13/1806
Muhabbet çiçeği (<i>Reseda luteola</i> L.)	Luteolin Apigenin	yeşil	13/360,13/1025, 13/1031,13/1646,13/1806
		koyu yeşil	13/1037
		sarı	13/360,13/1025,13/1646,13/1909, 13/37
		siyah	13/1025
Cehri (<i>Rhamnus petiolaris</i> Boiss)	Naringenin Isorhamnetin Rhamnetin Emodin Kaemferol türevi Flavonoid türevi	sarı	13/574, 13/1806
Lak böceği (<i>Kerria lacca</i> Kerr)	Lakkain asit A Lakkain asit B Lakkain asit C Flavokermesik asit Emodin	mor	13/501
		kırmızı	13/501
Boyacı Sumağı (<i>Cotinus coggygia</i> SCOP)	Fisetin Sülfüretin	sarı	13/1646, 13/1573
Kökboya(<i>Rubia tinctorum</i> L.)	Alizarin Purpurin	sarı siyah	13/1919 ve 13/1573
Sentetik	Fuksin	sıklamen	13/1794
		mor	13/1721

5. Son Değerlendirme ve Öneriler

Bu çalışmada Topkapı Sarayı Müzesi Koleksiyonunda bulunan Osmanlı İmparatorluğu dönemine ait tarihi tekstillerdeki klapdanların yüzey analiz tekniklerinden, taramalı elektron mikroskobu ve buna bağlı enerji dağılım spektrometresi kullanılarak kaplama karakteristikleri, kimyasal bileşimleri ve korozyon ürünleri incelenmiştir. Ayrıca bu tarihi eserlerdeki ipliklerde kullanılan boyarmadde analizleri yüksek performanslı sıvı kromatografisi ile ölçülerek eserlerdeki boyarmaddeler ve boyarmadde kaynakları tespit edilmiştir.

Taramalı elektron mikroskobu ve buna bağlı enerji dağılım spektrometresi kullanıldığı metotta yeni bir yaklaşım uygulanarak tarihi eserlerdeki kaplama kalınlıklarının ölçümü yapılabilmektedir. Uyguladığımız metotta öncelikle satandart olarak 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 ve 90 nm kalınlıklarında altın kaplamalı gümüş şeritler hazırlandı. Bu kaplamalı şeritlerin 10, 15, 20, 25 ve 30 kV'lık voltajlarda EDX ölçümleri alındı. Her bir kalınlığa karşılık altın kütlece yüzde bileşimleri grafikleri elde edildi (**Şekil 5.1**)



Şekil 5.1 Altın kaplama kalınlığının 10-90 nm olarak hazırlanan bütün standartların taramalı elektron mikroskopunda farklı voltajlarda (10,15,20,25 ve 30 kV) ölçülen kütlece altın yüzdesine karşın altın kaplama kalınlıklarının grafiği

Bu grafiklerin denklemleri (**Şekil 4.2**) çalıştığımız tarihi tekstillerdeki klapdanların kaplama kalınlıklarının hesaplanmasında kullanıldı. Altın bulunan klapdanlar 13/1721, 13/1573, 13/41, 13/1025, 13/1806, 13/1919, 13/1646, 13/1909, 13/466, 13-512, 13/574, 13/1588, 13/360 envanter numaralı eserlere aittir. Altın bulunan eserlerde ayrıca klapdanın kaplama olduğunun anlaşılması için SEM-EDX yönteminde farklı voltajlar kullanılmıştır.

Bu yöntemde voltajın artırılması daha hızlandırılmış elektronların metal yüzeye derinlemesine nüfus etmesine sebep olur. Yapılan ölçümlerde voltaj yükseldikçe altın yüzdesinin azalıp gümüş oranı artmıştır. Bu gözlem üst kısmın altın kaplama olduğunun kanıtıdır. Tam tersi voltaj arttıkça altın ve gümüş yüzdeleri değişmeseydi, bu klapdan telin alaşım olduğunu gösterecekti. **Tablo 5.1'** de çalışılan eserlerdeki klapdana ait hesaplanan altın kaplama kalınlıkları gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre klapdan kalınlıklarının incelenen eserlerde değişiklik göstermekle beraber en ince kaplama kalınlığı 11,79 nm olup 13/512 envanter numaralı esere ait olup en kalın kaplama kalınlığı ise 151,66 nm olup 13/1573 envanter numaralı eserdeki klapdana aittir. 13/501 ve 13/1031 envanter numaralı eserlerin altın bulunmayan klapdanlarında büyük bir yüzdeyle gümüş ve az bir yüzdeyle bakır; 13/1037 envanter numaralı eserin klapdanında sadece bakır; 13/1794 ve 13/1049 envanter numaralı eserlerde ise büyük bir yüzdeyle bakır ve az bir yüzdeyle gümüş saptanmıştır. Bakır metalinin altın kaplamalı klapdan tellerde hem kaplama kısmında hem de kaplanan kısımda bulunmasıyla ilgili iki olasılık düşünülmektedir. Birincisi, en başta bu metaller işlenirken ya belli miktar bakırla alaşımlandırılması; ikincisi de kaplama işleminden sonra bakırın hem altın hemde gümüş içinde difüze olması.

Klapdandaki kaplama kalınlığı karakterizasyon analizinde tarihlendirme işleminin doğru sonuçlanabilmesi için önemlidir. Klapdanlarla ilgili yapılan tarihi çalışmalar göstermiştir ki kaplama kalınlığı o dönemdeki kaplama yöntemleriyle ilişkilidir. Klapdan yapımında başlıca iki yöntem karşımıza çıkmakta; mekanik yöntem ve civa amalgamı ile kaplama. Eski Çağlarda keşfedilen mekanik yöntemde kaplanacak malzeme yüksek sıcaklığa kadar ısıtılır sonra ince altın levhayla üstüne bastırılarak kaplanır. İkinci yöntem ise civa amalgamı ile kaplama olayıdır. Civa, özellikle altının alt yüzeye tutunması için bağlayıcı görevini görür. Soğuk ve sıcak olmak üzere iki şekilde yapılır. Soğuk civa kaplamada civa bakır yüzeye sürülür sonra altın varakla basınç etkisiyle kaplanırdı. Sıcak civa kaplamada ise altın veya gümüş sıcak civa içine atılıp amalgamı oluşturulur. Yapılan bu çalışmanın EDX ölçümlerinde civa metaline hiç rastlanmamıştır. Civa metalinin ısıtılma işleminin akabinde ya da zamanla buharlaşıp gittiği düşünülmektedir. Klapdanlardaki kaplama analizlerinde kaplayan metalin yanında her zaman kaplanan metalin de belirli değerlerde ölçüm vermesi civa yöntemiyle kaplamaların yapıldığı anlamını taşımaktadır.

Yüzyıllar arasında bir kıyaslama yapıldığında, 16. ve 17. yüzyıllarda kullanılan altın yüzdesinin klapdanlarda 19. yüzyıla doğru gelindikçe düştüğü gözlenmiştir. Altının yerini Cu, Cd ve Zn gibi metallerin aldığı görülür. Klapdan tellerinde altın oranının yüksek

bulunması eserin ait olduđu yüzyılın geriye gittiğinin göstergesi olarak kabul edilir. Kaplama kalınlığı azaldığı gibi, yüzyıllar geçtikçe tellerin de kalınlığı düşmüştür (**Tablo 5.2**).

Genel olarak klapdanların çekme yöntemiyle üretildiğı, yüzeylerindeki hadde izlerinden anlaşılmaktadır. Aynı zamanda klapdanların şeritler halinde kesme yöntemiyle yapılmadığı kenarların oval olmasından da anlaşılmaktadır.

16. yüzyıla ait teller yoğun oranda korozyona uğramışlardır, yüzeylerinde gümüş sülfür ve gümüş klorür kristalleri oluşmuştur. Buda tekstil malzemesinin çok iyi korunamadığını göstermektedir. Her iki malzeme için uygun koşullar sağlanamamıştır. 19. yüzyıla ait tellerde henüz korozyon ürünlerinin az olması da yakın tarih olmasından dolayı tabidir.

Bu çalışmanın odak noktası metal iplikler üzerindeki altın kalınlığını ölçmektir. Uygulanan yeni yöntemle klaptanlardaki altın kaplama kalınlığı ölçülebilmektedir.

Topkapı Sarayı Müzesi eserleriyle ilgili yapılan HPLC-DAD analizlerine göre bitki kaynaklı doğal boyarmadde olarak elajik asit, gallik asit, indigotin, luteolin, apigenin, fisetin, indirubin, naringenin, isoharmnetin, rhamnetin, emodin, alizarin, purpurin, sülfüretin, kaemferol türevi, fuksin; böcek kaynaklı olarak da karminik asit, lakain asit A,B ve C, flavokermesik asit, dcII ve dcIII tespit edildi. Tespit edilen bileşenler ve bulunduğu eserler Ek 3'deki tabloda gösterilmiştir. Fuksin maddesi 19.yüzyıla yakın gelecekte ilk defa İngiltere'deki dokumalarda kullanılmıştır. Bu da eserin 19.yüzyıla ait olduğunun bir göstergesidir. Lakaik asitler 16.yy ve öncesine ait boyarmaddelerdir. Koşinil ise 16. yüzyıl 2.yarisından sonra boyamacılıkta kullanılmaya başlanan bir boyarmadde kaynağıdır.

Hem SEM-EDX hem de HPLC-DAD yöntemleriyle yapılan analiz sonuçlarının, tarihsel tekstillerin kronolojik sıralamasına önemli katkıda bulunacağı düşünülmektedir.

Tablo 5.1 Hızlandırıcı voltajlara göre tarihi eserlerdeki altın ve gümüşün kütlece yüzdesi ve hesaplanan altın kaplama kalınlığı

Envanter Numarası	Hızlandırılmış Voltajlar									
	10 kV		15 kV		20 kV		25 kV		30 kV	
	Ag(%) Au(%)	Hesaplanan Kaplama Kalınlığı(nm)	Ag(%) Au(%)	Hesaplanan Kaplama Kalınlığı(nm)	Ag(%) Au(%)	Hesaplanan Kaplama Kalınlığı(nm)	Ag(%) Au(%)	Hesaplanan Kaplama Kalınlığı(nm)	Ag(%) Au(%)	Hesaplanan Kaplama Kalınlığı(nm)
13/1721	67,48 24,16	25,88	75,48 17,85	29,91	81,19 11,59	29,71	83,85 8,01	30,57	85,83 5,79	30,49
13/1573	19,64 80,36	91,24	30,01 69,99	121,656	34,50 65,50	121,00	54,48 44,43	120,155	50,03 49,70	151,66
13/41	95,32 5,47	13,44	93,52 6,48	15,37	97,95 2,05	14,74	91,97 8,03	30,61	90,63 17,69	62,24
13/1025	93,04 5,39	13,36	93,04 6,96	15,98	93,74 6,26	21,36	96,12 3,27	20,31	97,30 2,70	21,98
13/1806	91,47 8,53	16,62	93,15 6,85	15,84	90,85 9,15	25,91			93,73 6,27	29,35
13/1919	77,22 21,78	30,39	80,26 17,16	29,09	86,44 13,56	32,85	91,81 8,19	33,90	93,38 6,62	32,80
13/1646	40,47 59,53	69,60	93,04 6,96	15,99	61,48 38,52	72,13	94,91 5,09	24,25	78,86 21,14	72,86

Tablo 5.1 (devamı)

Envanter Numarası										
13/1909	82,56 17,44	25,88	86,84 3,18	12,79	90,83 9,17	25,94	98,11 1,89	17,33	95,03 4,97	28,25
13/466	50,37 46,14	55,69	59,19 37,68	55,26	68,28 28,49	56,36	73,92 21,77	56,75	82,62 16,49	57,28
13-512	94,55 3,88	11,79	95,58 3,73	11,86	80,38 1,78	14,23	78,92 1,36	16,18	99,23 0,30	15,38
13-574	69,28 30,72	39,67	76,01 23,90	37,64	82,82 16,99	38,22	88,12 11,64	38,42	91,34 8,44	37,79
13-1588	68,45 31,54	33,93	78,63 21,36	34,39	85,04 14,95	35,00	90,81 9,19	33,12	91,14 8,50	37,95
13-360	65,34 34,66	37,34	76,39 23,61	37,27	82,63 17,37	38,82	90,17 9,83	34,51	92,75 7,26	34,54
13-37	93,73 6,27	6,37	95,60 4,40	12,70	97,33 2,67	15,71	98,48 1,52	16,50	97,52 2,48	21,38

Tablo 5.2 Tarihi eserlere ait klapdan tellerin genişlikleri, kalınlıkları ve altın kaplama kalınlıkları

Envanter Numarası	Ortalama klapdan genişliği (µm)	Ortalama klapdan kalınlığı(µm)	Tarihi eserlerdeki klapdan tellerindeki ortalama altın kaplama kalınlıkları(nm)
13/1588	227,32	3,32	34,87
13/574	262,09	6,14	38,34
13/1806	214,15	7,09	19,45
13/1025	190,61	7,57	18,59
13/1573	209,42	8,44	121,14
13/466	238,65	9,16	56,26
13/1721	298,40	10,48	29,31
13/1646	209,10	11,18	50,96
13-1909	303,96	14,03	22,03
13/512	186,04	23,94	13,88
13-1919	210,00	24,56	31,80
37	--	--	14,532
41	133,14	--	27,28

KAYNAKLAR

- [1] Enguita, O., Climent-Font, A., García, G., Montero, I., Fedi, M.E., Chiari, M., Lucarelli, F. (2002) Characterization of Metal Threads Using Differential Pixe Analysis Nucl, Instrum Meth B 189, 328-333.
- [2] Karadağ, R., Dölen, E. (2008) Identification Of Natural Dyes İn Historical Textiles By Liquid Chromotography. 2 th Residential Summer School On Chemistry And Conservation Science Varella, E. A. (Ed) & Caponetti, E. 131-139.
- [3] Usluca, Ö. (2005) Tarihi Dokuma Kumaşlarının Koruma ve Onarım Yöntemleri. Yayınlanmamış Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Güzel Sanatlar Enstitüsü, Tekstil Ana Sanat Dalı, İstanbul.
- [4] Pauletti, A. G., Peri, P. (2000) Gold Thread: The Story of Precious Metallic Threads From The Beginning Until Today, Grafiche V, Bernardi s,r,l, Italy, İTÜ KABE.
- [5] Gürsu, N. D. (1993) Türk islemeleri, Antik & Dekor, 18, 78-82,
- [6] Gürsu, N. (1988) The Art of Turkish Weaving: Designs Through The Ages,(Redhouse Press).
- [7] Mattsson, E. (2002) Metallic threads in textiles – A literature survey, Metalldekorationer i kyrkliga textilier, Slutrapport för Fo-projekt, Stockholm, Sweden, 32 – 64.
- [8] Nord, A.G., Troner, K. (2000), Stud, Conserv 274–282.
- [9] Gimeno Adelantado, J.V., Ferrer Eres, M.A., Valle Algarra, F.M., Peris Vicente, J., Bosch, F. (2003) Analytical Study by Sem/Edx and Metallographic Techniques of Materials Used In The Iron Production Process During The Iberian Period. Talanta 60 895–910.
- [10] Gimenez, R.G., Villa, R.V., Rosa, P.R., Dominguez, M.D.P., Rucandio, M.I. (2005) Analytical and Multivariate Study of Roman Age Architectural Terracotta from Northeast of Spain.Talanta 65 861–868.
- [11] Akyuz, S., Akyuz, T., Cakan, B., Basaran, S. (2014) Investigations of The Historic Textiles Excavated from Ancient Ainos (Enez –Turkey) By Multiple Analytical Techniques. Journal of Molecular Structure 1073, 37-43.

- [12] Rezić, I., Ćurković, L., Ujević, M., (2010) Simple Methods For Characterization Of Metals In Historical Textile Thread. *Talanta*, 237-244.
- [13] Rezić, I., Steffan, I. 2006 ICP-OES Determination Of Metals Present In Textile Materials. Department of Applied Chemistry, Faculty of Textile Technology, University of Zagreb, Department of Analytical Chemistry and Food Chemistry, University of Vienna, Austria.
- [14] Stathopoulou, K., Valianou, L., Skaltsounis, A., Karapanagioti, I., Prokopios Magiatis, P. 2013 Structure elucidation and chromatographic identification of anthraquinone components of cochineal (*Dactylopius coccus*) detected in historical objects. *Analytica Chimica Acta*, ACA-232865; Pages 9.
- [15] Manhita, A., Balcaen, L., Vanhaecke, F., Ferreira, T., Candeias, A., Barrocas Dias, C. (2013) Study Unveiling the colour palette of Arraiolos carpets: Material study of carpets from the 17th to 19th century period by HPLC-DAD-MS and ICP-MS. *Journal of Cultural Heritage G Model CULHER-2769*; Pages 8.
- [16] Jian, L., Danhua, G., Yang Zhou, B., Ziyang, W., Li, W., Feng, Z., Xuming, Z., (2011) Identification Of Ancient Textiles From Yingpan, Xinjiang, By Multiple Analytical Techniques. *Journal Of Archaeological Science* 38.
- [17] Liu, J., Mouri, C., Laursen, R., Zhao, F., Zhou, Y., Wu, Z., Li, W. (2008) Characterization of dyes in ancient textiles from Yingpan, Xinjiang. *Journal of Archaeological Science* 40.
- [18] Lee, Y., Lee, J., Kim, Y., Choi, S., Ham, S.W., Kim, K.-J. (2008) Investigation Of Natural Dyes And Ancient Textiles From Korea Using TOF-SIMS. *Applied Surface Science* 255 1033–1036.
- [19] Petroviciu, A., Vanden Berghe, B., Cretu, C., Albu, B., Medvedovicie, A. (2012) Identification of natural dyes in historical textiles from Romanian collections by LC-DAD and LC-MS (single stage and tandem MS). *Journal of Cultural Heritage* 13 89–97.
- [20] Petroviciu, I., Albu, F., Medvedovici, A. (2010) LC/MS And LC/MS/MS Based Protocol For Identification Of Dyes In Historic Textiles. *Microchemical Journal* 95 247–254.

- [21] Pauletti, A., Peri, G. (2000) Gold Thread: The Story of Precious Metallic Threads From The Beginning Until Today. Grafiche V, Bernardi s,r,l, Italy.
- [22] Járó, M., Gondár, E. and Tóth, A. (1991) Scientific identification of European metal thread manufacturing techniques of the 17-19th centuries. *Endeavour*, 15(4) 175-184.
- [23] Biringuccio, V. (1943) *Pirotechnia*. Çeviren Smith C,S, Gnudi M,T, The American Institute of Mining and Metallurgical Engineers, New York, USA.
- [24] Grimwade, M., (1985) Introduction to precious metals. Newnes Technical Books, UK, s, 85.
- [25] Mattsson, E., (2002) Metallic threads in textiles – A literature survey, *Metalldекorationer i kyrkliga textilier*, Slutrapport för Fo-projekt, Stockholm, Sweden, 32 – 64.
- [26] Járó, M., Gál, T., Tóth, A. (2000) The Characterization And Deterioration Of Modern Metallic Threads. *Studies in Conservation*, 45, 95-105.
- [27] Járó, M., Gondar, E., Toth, A. (1993) Technical Revolutions In Producing Gold Threads Used For European Textile Decoration. *Outils et Ateliers D'orfèvres Des Temps Anciens*, Antiquités Nationales Mémoire 2, Société des Amis du Musée des Antiquités Nationales et du Château de Saint-Germain-en-Laye, 119-124.
- [28] Theophilus (1961) *The Various Arts*. Çeviren Dodwell C, R., Thomas Nelson and Sons Ltd, UK.
- [29] Ramage, A., Craddock, P. (2000) *King Croesus' Gold*. Cambridge University Press, UK.
- [30] Powers, A. L. (1984) Young Master Of The Gilder's Art. *Historic Preservation*, 36(6), 42-46.
- [31] Oddy, W. A. (1991) Gilding: an outline of the technological history of the plating of gold on to silver or copper in the Old World, *Endeavour*, 15(1), 29-33.
- [32] Habashi, F. (1995) Gold Through The Ages. *CIM Bulletin*, 88(990), 60-69.
- [33] Anheuser, K. (1997) The Practice And Characterization Of Historic Fire Gilding Techniques. *JOM: The Member Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, 49(11), 58-62.

- [34] Türkiye Sanatı Tarihi, Doğan Kuban (1979) - Kaftanlar, Fikret Altay, Yapı ve Kredi Bankası Yayınları.
- [35] Kütükoğlu, M.S. (1983) Osmanlılarda Narh Müessesesi ve 1640 Tarihli Narh Defteri, İstanbul(Enderun yayınları: 13), 10 + 436, 4 harita.
- [36] Sahillioglu, H. (1969) XVII Yüzyılın Ortasında Sırmakeslik ve Altın Gümüş İşlemeli Kumaslarımız. Belgelerle Türk Tarihi Dergisi, No 16, 48-53.
- [37] Çakır, A.F., Şimşek, G. (2005) Topkapı Sarayı Müzesi Koleksiyonundaki Kâ-Be Perdeleri Altın Yıldızlı Tellerinin Karakterizasyonu, İstanbul Teknik Üniversitesi Metalurji Ve Malzeme Mühendisliği.
- [38] Bebekli, M., Serin, S.(1999) Doğal Kaynaklardan Boyarmadde İzolesi Ve Pratikte Kullanılabilirliğinin İncelenmesi, Çukurova Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Adana / Türkiye, Ulusal Tekstil Kongresi, 160-164.
- [39] Karadağ, R. (1997) Türk Halı, Kilim Ve Kumaşlarında Kullanılan Doğal Boyarmaddeler. Quarterly Magazine of Carpet, Weaving & Embroidery Arts, 1(1), s, 38.
- [40] Karadağ, R. (2007) Doğal Boyamacılık. Geleneksel El Sanatları ve Mağazalar İşletme Müdürlüğü Yayınları, Ankara,
- [41] Colombini, M.P., Andreotti, A., Baraldi, C., Degano, I. ve Lucejko, J.J. (2007) Colour fading in textiles: A model study on the decomposition of natural dyes, Microchemical Journal, 85, 174-182.
- [42] Dölen, E. (1992) Tekstil Tarihi: Dünyada Ve Türkiye’ De Tekstil Teknolojisinin Ve Sanayiinin Tarihsel Gelişimi. Marmara Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Yayınları No:92/1, Matbaa Eğitimi Bölümü Yayın No:6, İstanbul.
- [43] Cardon, D. (2007) Natural Dyes - Sources, Tradition, Technology And Science. Archetype Publications Ltd,, London.
- [44] Yıldız,Y., Karadağ, R. Periodic Comparison Of Two Selected Historical Caftans By Nondestructive And Micro Analysis Methods. International Journal of engineering sciences & research technology.

- [45] Yurdun, T., Karadağ, R., Dölen, E. (2011) Identification of natural yellow, blue, green and black dyes in 15th – 17th centuries Ottoman silk and wool textiles by HPLC with diode array detection. *Rev Anal Chem*,30(3-4):153-164.
- [46] Karapanagiotis, I., and Karadağ, R. (2015) Dyes In Post-Byzantine And Ottoman Textiles: A Comparative HPLC Study. *Mediterranean Archaeology and Archaeometry*, Vol, 15, No 1 pp, 177-189.
- [47] Yurdun, T., Tarihi Tekstil Boyalarının Doğal Bileşenleri. Marmara Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Farmasötik Toksikoloji Anabilim Dalı.
- [48] Yurdun, T., Dölen, E. (2013) Identification of natural dyes in thirteenth century Mevlana's Kaftans and Dervish's dresses by HPLC–DAD detection. (s, 165-171), Chapter 5, Applying the Techniques on Materials I, Conservation Science for the Cultural Heritage: Applications of Instrumental Analysis, Ed, Varella E, A, Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- [49] Qarabağ Xalçaları Katalog, Garabagh Carpets Catalog Bakı-(2013), Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyası Milli Azərbaycan Tarixi Muzeyi, (Halıların boya analizi Prof, Dr, TürkanYurdun tarafından yapılmıştır).
- [50] Karadağ R., Yurdun T., Dölen E. (2010) Identification of natural red dyes in 15-17th centuries Ottoman silk textiles (Kaftans, brocades, velvets and skullcaps) by HPLC with diode array detection, *Asian J Chem*, 22(9):7043-7056.
- [51] Yetkin, Şelale. (1990) Başlangıcından Bugüne Türk Sanatı. Türkiye İş Bankası Yayınları; Öz, T., Türk Kumaş ve Kadifeleri ; Aslanapa, O., Türk Sanatı, Remzi Kitabevi.
- [52] Kumar, J.K., Sinha, A.K. (2004) Resurgence of natural colourants: A holistic view, *Natural Product Letters*, 18(1), 59-84.
- [53] Hajji, H.E., Nkhili, E., Tomao, V. ve Dangles, O. (2006) Interactions of quercetin with iron and copper ions: complexation and autoxidation. *Free Radical Research*, 40(3), March, 303-320.
- [54] Jaakola, L. (2003) Flavonoid Biosynthesis in Bilberry (*Vaccinium myrtillus* L.). Academic Dissertation, the Faculty of Science, University of Oulu, Oulu, Finland, s, 14.
- [55] Kumar, J.K., ve Sinha, A.K. (2004) Resurgence of natural colourants: A holistic view,

Natural Product Letters, 18(1), 59-84.

[56] Miller, N.J. ve Larrea, M.B.R. (2002) Flavonoids and other plant phenols in the diet: their significance as antioxidants. *Journal of Nutritional & Environmental Medicine*, 12, 39-51.

[57] Iwashina, T. (2000) The structure and distribution of the flavonoids in plants, *Journal of Plant Research*, 113, 287-299.

[58] Hurst, W. J. (2002) *Methods of analysis for functional foods and nutraceuticals*. CRC Press,, U,S,A.

[59] Gilbert, K.G. ve Cooke, D.T. (2001) Dyes from plants: Past usage, present understanding and potential. *Plant Growth Regulation*, 34, 57-69.

[60] Enez, N. (1987) Doğal boyamacılık Anadolu'da yün boyamacılığında kullanılmış olan bitkiler ve doğal boyalarla yün boyamacılığı. *Marmara Üniversitesi Güzel Sanatlar Fakültesi*, 449; 80s., İstanbul.

[61] Izhaki, I. (2002) Emodin - A secondary metabolite with multiple ecological functions in higher plants, *New Phytologist*, 155, 205-217.

[62] Vargas, F.D., Jiménez, A.R. ve López, O.P. (2000) Natural pigments: carotenoids, anthocyanins, and betalains-characteristics, biosynthesis, processing, and stability, *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 40(3), 173-289.

[63] De Santis, D. ve Moresi, M. (2007) Production of alizarin extracts from *Rubia tinctorum* and assessment of their dyeing properties, *Industrial Crops and Products*, 26(2), 151-162.

[64] Cardon, D. (2003) *Le Monde des Teintures Naturelles*, E' ditions Belin, Paris.

[65] **a**, Donkin, R. A. (1977) Spanish red, An ethnogeographical study of cochineal and the *Opuntia cactus*, *Transactions of the American Philosophical Society, New Series*, 67(5), 1–84, **b**, Donkin, R, A, The insect dyes of western and west-central Asia, *Anthropos*, 72, 647-680 (1977).

[66] Chenciner, R. (2000) *Madder Red, A History of Luxury and Trade*, Curzon Press.

[67] Kirby, J. (2005) Paints, pigments, dyes, in T, Glick, S, J, Livesey and F, Wallis (eds), *Medieval Science, Technology, and Medicine – an Encyclopedia*, Routledge.

[68] Brunello, F. (1968) *L'Arte della tintura nella Storia dell'Umanità*, Neri Pozza, Vicenza,

[69] a, Cennini, C. in Brunello, F. (ed,) (1997) *Il Libro dell'Arte*, Neri Pozza Editore, Vicenza, ,b, Clothlets, translated from the Italian pezzuole; small pieces of cloth imbibed with the dye, that would be applied as a watercolour.

[70] Roger, P., Villela-Petit, I., and Vandroy, S., (2003) Les laques de brésil dans l'enluminure médiévale: reconstitution à partir de recettes anciennes, *Stud, Conserv.*, 48, 155–170.

[71] Strack, D., Wray, V. (1993) Anthocyanins, methods in plant biochemistry, In: *Plant phenolics*, vol, 1, London, U.K,: Academic Press, p 325–56.

[72] Melo, M. J. (2002) Missal blue: anthocyanins in nature and art, in *21st Meeting on Dyes in History and Archaeology*, Avignon, France (forthcoming in Archetype).

[73] Brunello, F., (1992) *De Arte Illuminandi e altri Trattati sulla Miniatura Medievale*, Neri Pozza Editore, Vicenza.

[74] Roquero, A. (2006) *Tintes y Tintoreros de America*, Ministerio de Cultura, Madrid.

[75] Melo, M. J., Sousa, M., Parola, A. J., Seixas de Melo, J. S., Catarino, F., Marc¸alo, J. and Pina, F. (2007) Identification of 7,40-dihydroxy-5-methoxyflavylium in 'Dragon's blood', To be or not to be an anthocyanin. *Chem, Eur, J.*, 13, 1417–1422.

[76] Ferreira, ESB., Hulme, AN., McNab, H., Quye, A. (2004) The natural constituents of historical textile dyes. *Chem, Soc Rev*, 33:329-336.

[77] Yurdun, T., Karşı-Ceppioğlu, S., Oraltay, RG., (2012) Investigation of metal wired coloured historical textile using scanning electron microscopy and HPLC-DAD. *J Chem Chem Eng*, , 6:591-598.

[78] Karadağ, R., Yurdun, T., Dölen, E. (2010) Identification of natural red dyes in 15-17th centuries Ottoman silk textiles (Kaftans, brocades, velvets and skullcaps) by HPLC with diode array detection. *Asian J Chem*, 22(9):7043-7056.

[79] Karabulut, S. (2014) İstanbul Deniz Müzesi'nde bulunan tarihi tekstil ürünlerindeki boyarmaddelerin yüksek basınçlı sıvı kromatografisi (HPLC) yöntemi ile araştırılması. M,Ü, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, İstanbul (Danışmanlar: 1, Yard, Doç, Dr, Gülbin Erdoğan; 2, Prof, Dr, Türkan Yurdun).

[80] Wouters, J., Rosario-Chirinos, N. (1992) Dye analysis of pre-Columbian Peruvian textiles with high-performance liquid chromatography and diode-array detection. *J Am Inst Conserv*, 31:237–255.

[81] Karapanagiotis, I., Lakka, A., Valianou, L., Chrysoulakis, Y. (2008) High-performance liquid chromatographic determination of colouring matters in historical garments from the Holy Mountain of Athos, *Microchim Acta* 160 (4): 477-483.

[82] Böhmer, H. Kokboya (2002), *Natural dyes and textiles*, Weppert, Schweinfurt, Germany. ISBN 3-936713-01-4.

[83] Balfour-Paul, J. (2000). *Indigo*, British Museum Press.

[84] Clarke, M. Anglo-Saxon manuscript pigments. *Stud, Conserv.*, 49, 231–244 (2004).

[85] a, Seixas de Melo, J., Moura, A. P. and Melo, M. J. (2004) Photophysical and spectroscopic studies of indigo derivatives in their keto and leuco forms. *J, Phys, Chem, A*, 108, 6975–6981, **b**, Sousa, M. M., Miguel, C., Rodrigues, I., Parola, A, J., Pina, F., Sérgio Seixas de Melo, J. and Melo, M. J. (2008) A photochemical study on the blue dye indigo: from solution to ancient Andean textiles. *Photochem, Photobiol, Sci.*, 7, 1353–1359.

[86] a, Clark, R. J. H., Cooksey, C. J., Daniels, M. A. M. and Withnall, R. (1996) Indigo-red, white and blue. *Educ, Chem.*, 16–19, **b**, Cooksey, C, J, Tyrian purple: 6, 60-dibromoindigo and related compounds, *Molecules*, 6, 736.

[87] Gilbert, K.G., Cooke, D.T. (2001) Dyes from plants: Past usage, present understanding and potential. *Plant Growth Regul*, 34:57–69.

[88] Yurdun, T., Karadağ, R., Dölen, E., Mohammad, S.M. (2011) Identification of natural yellow, blue, green and black dyes in 15th-17th centuries Ottoman silk and wool textiles by HPLC with diode array detection. *Rev Anal Chem*, 30(3-4):153-164

- [89]** Mantzouris, D., Karapanagiotis, I., Valianou, L., Panayiotou, C. (2011) HPLC-DAD-MS analysis of dyes identified in textiles from Mount Athos. *Anal Bioanal Chem*, 399(9):3065-3079 doi 10.1007/s 00216-011-4665-4.
- [90]** Karapanagiotis, I., Villemereuil, V., Magiatis, P., Polychronopoulos, P., Vougiotiannopoulou, K., Skaltsounis, A-L. (2006) Identification of the coloring constituents of four natural indigoid dyes. *J Liq Chromatogr R T*, 29:1491–1502, doi:10.1080/10826070600674935.
- [91]** Karapanagiotis, I., Mantzouris, D., Cooksey, C., Mubarak M. S., Tsiamyrtzis, P. (2013) An improved HPLC method coupled to PCA for the identification of Tyrian purple in archaeological and historical samples. *Microchem J*, 110:70–80.
- [92]** Cardon, D. (2007) *Natural dyes-sources, tradition, Technology and Science*. Archetype Publications Ltd., London.
- [93]** Cooksey, C.J. (2001) Tyrian purple: 6,6'-dibromoindigo and related compounds. *Molecules*, 6:736–769.
- [94]** Boyong, L. B., Robinson, D.H., Birt, D.F. 1997 Evaluation of Properties of Apigenin and [$G-^3H$] Apigenin and Analytic Method Development. *Journal of Pharmaceutical Sciences* Vol,86,No,6, June.
- [95]** **a**, Haslam, E. (1998) *Practical Polyphenols, From Structure to Molecular Recognition and Physiological Action*. Cambridge University Press, Cambridge, **b**, Harbone, J, B, (1994), *The Flavonoids – Advances in Research since 1986*, Chapman & Hall, London.
- [96]** Septhum, C., Rattanaphi, Rattanaphani, S. (2007) “UV-Vis Spectroscopic Study of Natural Dyes with Alum as a Mordant”. *Suranaree J, Sci, Technol.*, 14(1):91-97.
- [97]** Erdoğan, G., Karadağ, R., Dölen, E. (2004) “The Determination Of Stability Constants Mixed-Ligand Complexes Of Quercetin And Digallis Acid”. 4th aacd congress 29 Eylül-3 Ekim 2004, Kuşadası.
- [98]** McNab, H., Ferreira, E.S.B., Hulme, A.N. ve Quye, A. (2009) “Negative Ion ESI-MS Analysis of Natural Yellow Dye Flavonoids- An Isotropic Labelling Study”. *International Journal of Spectrometry*, 284:57-65.

- [99] Cavallo, G. (1998) La porpora tra scienze e culture, Una introduzione, in Oddone Longo (ed.), La Porpora, Realta` e Immaginario di un Colore Simbolico, Istituto Veneto di Scienze, Lettere ed Arti, Venezia.
- [100] Haubrichs, R. (2006) Natural history and iconography of purple shells, in Reference [36], Reference 36-L, Meijer, N, Guyard, L, A, Skaltsounis and G, Eisenbrand (eds), Indirubin, the Red Shade of Indigo, Life in Progress, Roscoff, France.
- [101] a, McGovern, P. E. and Michel, R. H. (1990) Royal Purple Dye: The Chemical Reconstruction Of The Ancient Mediterranean Industry. Acc, Chem, Res., 23, 152–158, b, Mc Govern, P. E. and Michel, R. H. (1984) Royal purple and the pre-Phoenician dye industry of Lebanon, Masca Journal, 3,67–70.
- [102] O'Neill, C.(1862) A Dictionary of Dyeing and Calico Printing: Containing a Brief Accaount of All The Substances and Processes In Use In The Arts of Dyeing and Printing Textile Fabrics,London.
- [103] Zollinger, H.(2003)Color Chemistry: Syntheses, Properties and Applications of Organic Dyes and Pigments. Zürich,page,359.
- [104] Özkaya, A. (2007) “Oksidatif Strese Maruz Kalan Ratların Bazı Biyokimyasal Parametrelerine Hesperetin ve Ellagik Asidin Etkisi”. Yüksek Lisans Tezi, Elazığ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [105] Özkaya, A., Çelik, S., Yüce, S., Şahin, Z. ve Yılmaz, Ö. (2010) “The Effects of Ellagic Acid on Some Biochemical Parameters in the Liver of Rats Against Oxidative Stress Induced by Aluminum”. Kafkas Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi, 16(2):263-268.
- [106] Yoshimura, M., Watanabe, Y., Kasai, K., Yamakoshi, J. ve Koga, T. (2005) “Inhibitory Effect of an Ellagic Acid-Rich Pomegranate Extract on Tyrosinase Activity and Ultraviolet-Induced Pigmentation”. Biosci,Biotechnol,Biochem., 69(12): 2368-2373.
- [107] Bechtold, T., Mussak, R. (2009) “Handbook of Natural Colorants”, John & Wiley Sons Ltd., West Sussex.
- [108] Estaugh, N., Walsh, V., Chaplin, T. ve Siddall, R. (2008) “Pigment Compendium: A Dictionary and Optical Microscopy of Historical Pigments”. Elsevier Ltd., Burlington.

[109] Yılmaz, D. Taramalı Elektron Mikroskopu, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Danışman: Prof. Dr. İbrahim Uslu.

[110] Bhargava, S. (2016) Bhargava 1 SEM → Scanning Electron Microscopy (SEM) lecture.

[111] Hacke, A. M., Carr, C. M., Brown, A., Howell, D. (2003) Investigation into the nature of metal threads in a Renaissance tapestry and the cleaning of tarnished silver by UV/Ozone treatment. *Journal of Materials Science*, 38, 3307-3314.

[112] Brundle, C. R., Evans, C. A., Wilson, S. (1992) *Encyclopedia of materials characterization: Surfaces, interfaces, thin films*. Butterworth-Heinemann, USA.

[113] Shao, J., Carr, C. M., Rowlands, C. P., Walton, J. (1999) XPS, SIMS, and ESR studies of UV/ozone-irradiated silk and wool. *Journal of Textile Institute*, 90-1(4), 459-467.

[114] Kılıç, E., Köseoğlu, F., Yılmaz, H., (çev.) (2000) *Enstrümental Analiz İlkeleri*, Bilim Yayıncılık, Ankara, 1, Baskı, (Skoog D.A., Holler F.J., Nieman T.A., *Principles of Instrumental Analysis*, Saunders College Publishing, USA, Fifth Edition, 1998.

[115] Howell, D., Mitchell, R., Carr, C. M., Walton, J. (1999) XPS and ToF-SIMS study of the tarnishing of metal-coated textiles. *Journal of Textile Institute*, 90(3), 50.

[116] Nord, A. G., Tronner, K. (2000) A note on the analysis of gilded metal embroidery threads. *Studies in Conservation*, 45, 274-279.

[117] Spoto, G., Ciliberto, E. (2000) XPS and AES in art and archaeology, in: Ciliberto E., Spoto G. (Eds.), *Modern Analytical Methods in Art and Archaeology*, Wiley, New York.

[118] Dran, J. C., Calligaro, T., Salomon (2000) Particle-induced x-ray emission, in: Ciliberto E., Spoto G. (Eds.), *Modern Analytical Methods in Art and Archaeology*, Wiley, New York.

[119] Aloupi, E., Karydas, A. G., Paradellsi, T. (2000) Pigment analysis of Wall paintings and ceramics from Greece and Cyprus, The optimum use of x-ray spectrometry on specific archaeological issues. X-Ray Spectrometry, 29, 18-24.

[120] Climent-Font, A., Demortier, G., Palacio, C., Montero, I., Ruvalcaba-Sil, J. L., Diaz, D. (1998) Characterisation of archaeological bronzes using PIXE, PIGE, RBS and AES spectrometries, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 134, 229 – 36.

[121] Enguita, O., Climent-Font, A., Garcíá, G., Montero, I., Fedi, M. E., Chiari, M., Lucarelli, F. (2002) Characterization of metal threads using differential PIXE analysis, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 189, 328 – 33.

[122] Liu, Y., Yu, T., Yao, H., Yang, F. (1997) Pixe analysis of silk, Journal of Applied Polymer Science, 66, 405 – 08.

[123] Ruvalcaba, J. L., Demortier, S. G., (1997), Scanning RBS-PIXE study of ancient artifacts from South America using a microbeam, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 130, 297 – 302.

[124] Timar-Balazsy, A. and Eastop, D. (1998) Chemical Principles of Textile Conservation, First published by Butterworth Heinemann, pages 45,206,217,395-397,192-197,156.

[125] Miller, J. E., Reagan, B. M. (1989) Degradation in weighted and unweighted historic silks. Journal of the American Institute for Conservation, 28(2), 97- 115.

[126] Karadağ, M. (2004) 241 Am-Be izotopik nötron kaynağı kullanılarak nötron aktivasyon analizi ile altın için dedekte edilebilir minimum miktarın belirlenmesi. Gazi Eğitim Fakültesi Dergisi, 24(1), 115 – 24.

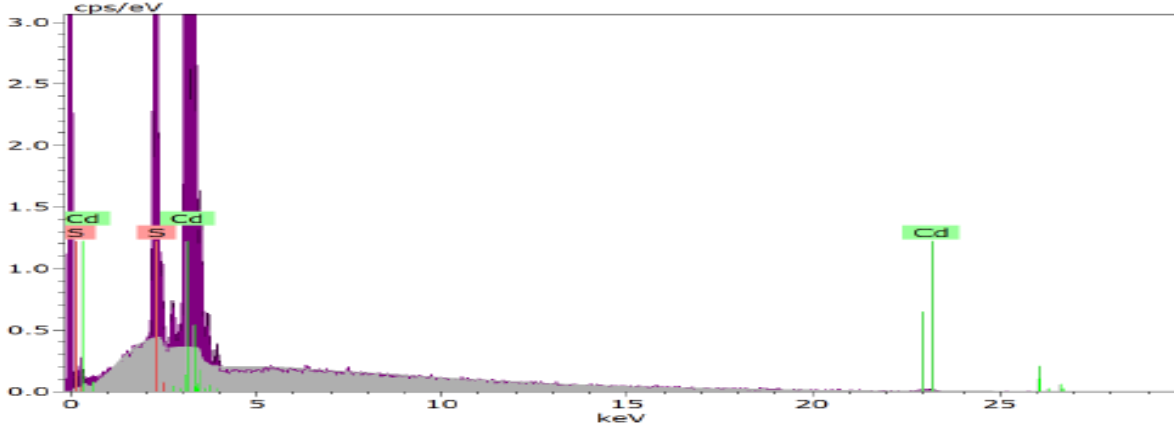
[127] Aydal, D. JEM 304 Jeokimya Uygulama Notları, Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi.

[128] Maguregui, M.I., Alonso, R.M., Barandiaran, M., Jimenez, R.M., Garcia, N. (2007): “Micellar electrokinetic chromatography method for the determination of several natural red dyestuff and lake pigments used in art work”. Journal of Chromatography A, 1154 429-436.

- [129] Novotna, P., Pacakova, V., Bosakova, Z., Stulik, K. (1999) "High-performance liquid chromatographic determination of some anthraquinone and naphthoquinone dyes occurring in historical textiles". *Journal of Chromatography A*, 863 235-241.
- [130] Fabbri, D., Chiavari, G., Ling, H. (2000) "Analysis of anthraquinoid and indigoid dyes used in ancient artistic works by thermally assisted hydrolysis and methylation in the presence of tetramethylammonium hydroxide". *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, 56 167–178,.
- [131] Steinert, J., Khalaf, H., Rimpler, M. (1996): "High-performance liquid chromatographic separation of some naturally occurring naphthoquinones and anthraquinones". *Journal of Chromatography A*, 723 (1), 206-209.
- [132] Derksen, G.C.H., van Beek, T.A. (1998); de Groot E., Capelle, A., "Highperformance liquid chromatographic method for the analysis of anthraquinone glycosides and aglycones in madder root (*Rubia tinctorum* L.)". *Journal of Chromatography A*, 816 277-281.
- [133] Fernand, V.E., Dinh, D.T. (2008) Washington, S.J., Fakayode, S.O., Losso, J.N., van Ravenswaay, R.O., Warner, I.M., "Determination of pharmacologically active compounds in root extracts of *Cassia alata* L, by use of high performance liquid chromatography". *Talanta*, 896–902.
- [134] Szostek, B., Orska-Gawrys, J., Surowiec, I., Trojanowicz, M. (2003) "Investigation of natural dyes occurring in historical Coptic textiles by high-performance liquid chromatography with UV–Vis and mass spectrometric detection". *Journal of Chromatography A*, 179–192.
- [135] Brüggemann, W., Böhmer, H. (1983) "Rugs of the Peasants and Nomads of Anatolia". *Kunst und Antiquitäten, München*, 91-95.
- [136] Özöğüt, D., *Organik Kimya Lab, Notları, ESOGÜ Fen-Edebiyat Fak, Kimya Bölümü.*
- [137] Yalçın, G. (2007). "Kromatografi Kitabı", Kaan Matbaa, İstanbul, 25-117.
- [138] Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J. (1999) "Analitik Kimya Temelleri 2", 7, Baskı, Bilim Yayıncılık, Ankara, 701-709.
- [139] Gündüz, T. (2004) *İnstrümental Analiz. Gazi Kitabevi Tic, Ltd, Şti., Ankara, 7, Baskı, 1116-1117, 1164, 1225-1235.*

- [140] Frei, K.M., Berghe, I.V. B., Robert Frei C., Mannering, U., Lyngstrøm, H., (2010) Removal Of Natural Organic Dyes From Wool eimplications For Ancient Textile Provenance Studies”. *Journal of Archaeological Science* 2136-2145.
- [141] Deveoglu ,O., Cakmakcı, E., Taskopru, T., Torgan, E., Karadag, R. (2012), “Identification by RP-HPLC-DAD, FTIR, TGA and FESEM-EDAX of natural pigments prepared from *Datisca cannabina* L” *Dyes and Pigments* ,437-442.
- [142] Degano A.I., Biesaga B.M., Colombini A.M.P., Trojanowicz, M. (2011) “Historical and archaeological textiles: An insight on degradation products of wool and silk yarns” *Journal of Chromatography A*, 5837– 5847.
- [143] Bener, M., Özyurek, M. , Güçlü, K., Apak, R. (2010) “ Polyphenolic contents of natural dyes produced from industrial plants assayed by IHPLC and novel spectrophotometric methods”. *Industrial Crops and Products*, 499–506.
- [144] Vankar, P., Natural Dyes, Department of Chemistry Indian Institute of Technology, Kanpur Lecture No, # 07.
- [145] Baranska, M. (2014) *Optical Spectroscopy and Computational Methods in Biology and Medicine*. DOI 10.1007/978-94-007-7832-0, Springer Dordrecht Heidelberg New York London, sf, 61.
- [146] Perkins, W.D. (1986) Fourier transform infrared spectroscopy, *J, Chem, Education*, 63(1), 5 – 9.
- [147] Smith, B.C., (1996) *Fundamentals of fourier transform infrared spectroscopy*, CRC Press, USA.
- [148] Mimar Sinan Güzel Sanatlar Üniversitesi “Merkezi Araştırma Laboratuvarı” Mimar Sinan Fine Arts University “Central Research Laboratory”.

EK 1 SEM-EDX ile kalitatif element analizi metod validasyonunda her bir elementin varlığını kanıtlayan grafikler ve değerleri,



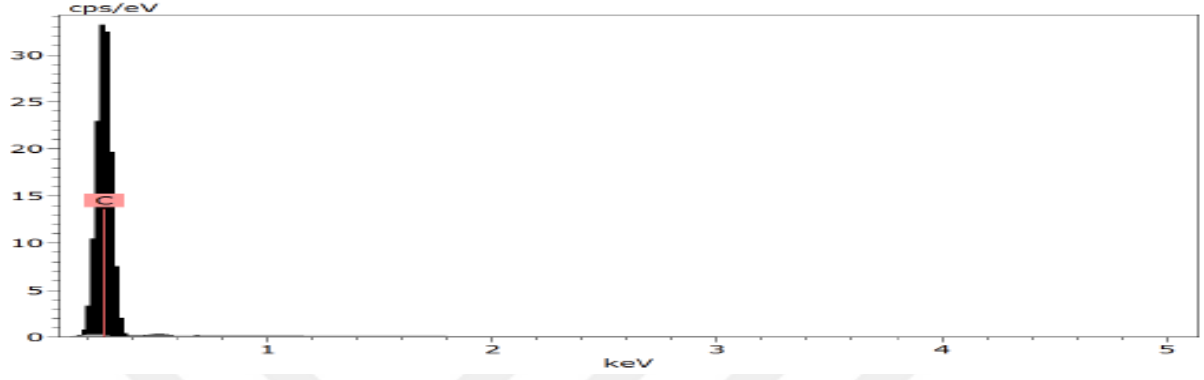
Şekil 1, Kadmiyum sülfür(CdS) bileşiğindeki Cd ve S elementlerinin EDX grafiği(analiz1)

Tablo 1, CdS bileşiğindeki Cd elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
Kadmiyum (Cd)	1	61.40	61.45	0.09	0.27
	2	61.57			
	3	61.46			
	4	61.33			
	5	61.54			
	6	61.41			

Tablo 2, CdS bileşiğindeki S elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

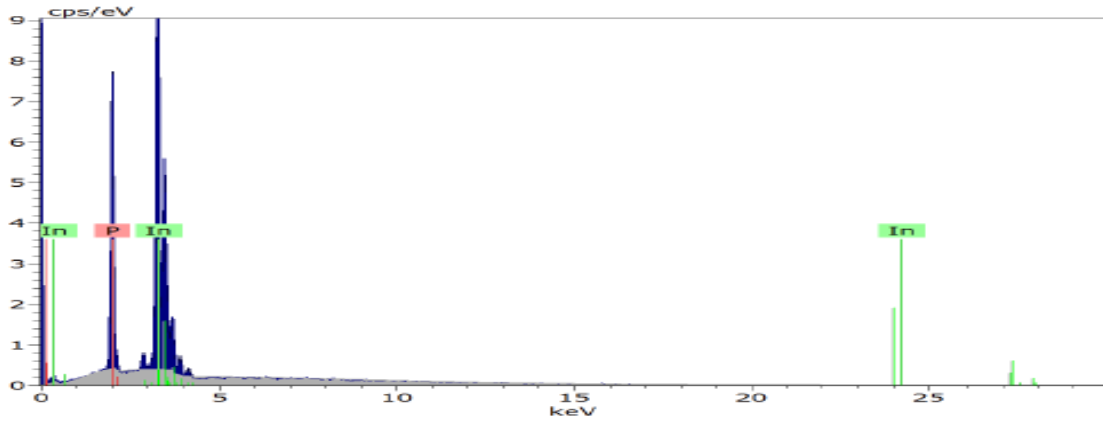
	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
Sulfur (S)	1	18.05	18.13	0.12	0.35
	2	18.16			
	3	17.97			
	4	18.12			
	5	18.31			
	6	18.18			



Şekil 2, Karbon (C) elementinin EDX grafiği(analiz 1)

Tablo 3, C elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

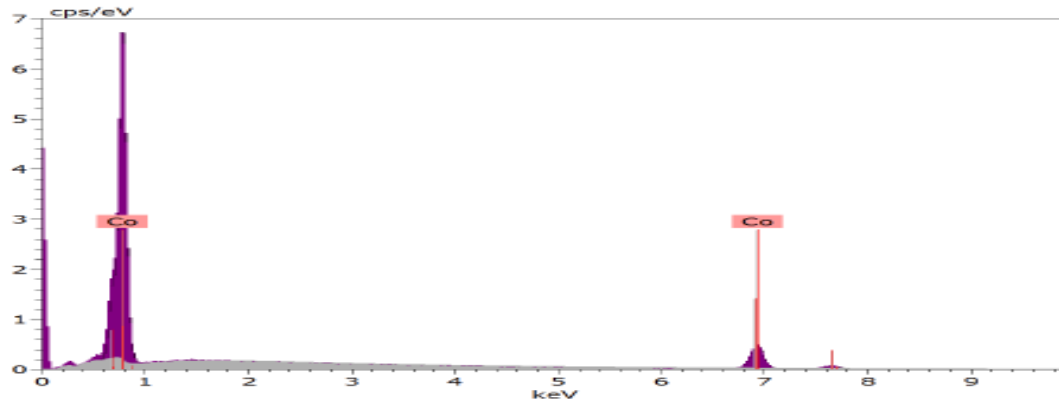
Karbon (C)	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
	1	100.000	100.00	0.00	0.00
	2	100.000			
	3	100.000			
	4	100.000			
	5	100.000			
	6	100.000			



Şekil 3, İndiyum fosfor(InP) bileşiğindeki In ve P elementlerinin EDX grafiği(analiz1)

Tablo 4, InP bileşiğindeki P elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

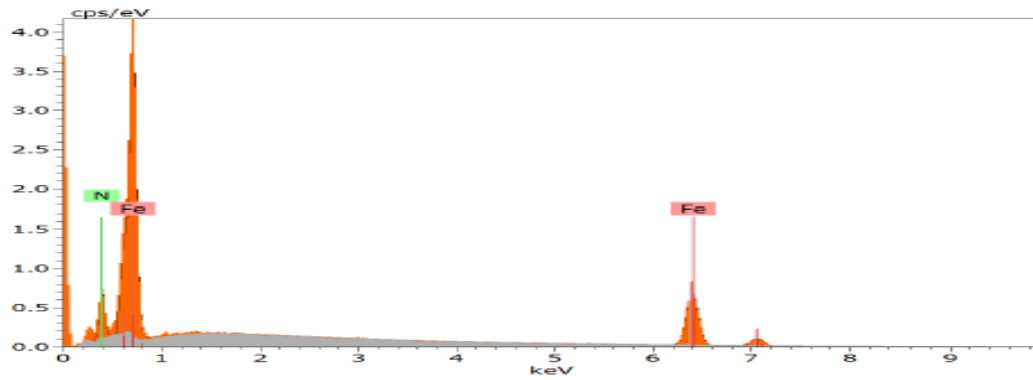
Fosfor (P)	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
	1	18.180	18.29	0.125	0.376
	2	18.350			
	3	18.140			
	4	18.490			
	5	18.290			
	6	18.310			



Şekil 4, Kobalt(Co) elementinin EDX grafiği (analiz1)

Tablo 5, Co elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

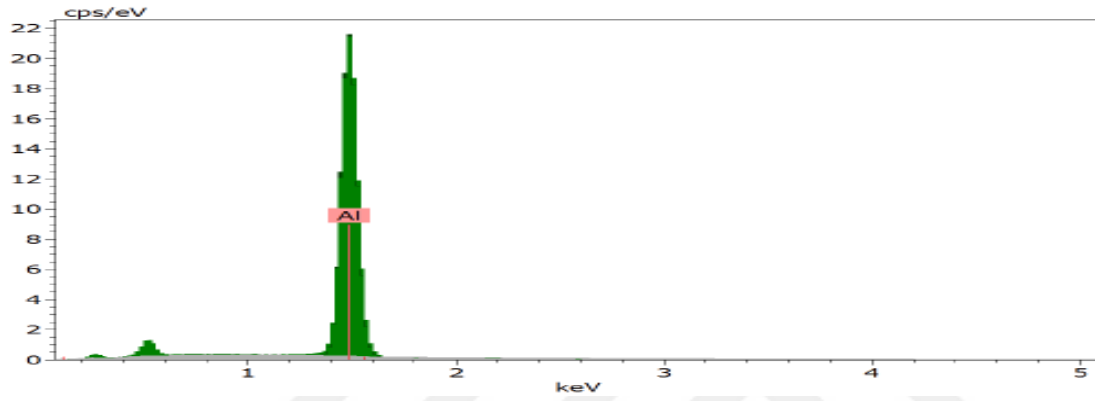
Kobalt (Co)	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
	1	100.000	100.00	0.00	0.00
	2	100.000			
	3	100.000			
	4	100.000			
	5	100.000			
	6	100.000			



Şekil 5, Demir III nitrür (FeN) bileşiğindeki Fe ve N elementlerinin EDX grafiği(analiz1)

Tablo 6, FeN bileşiğindeki N elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

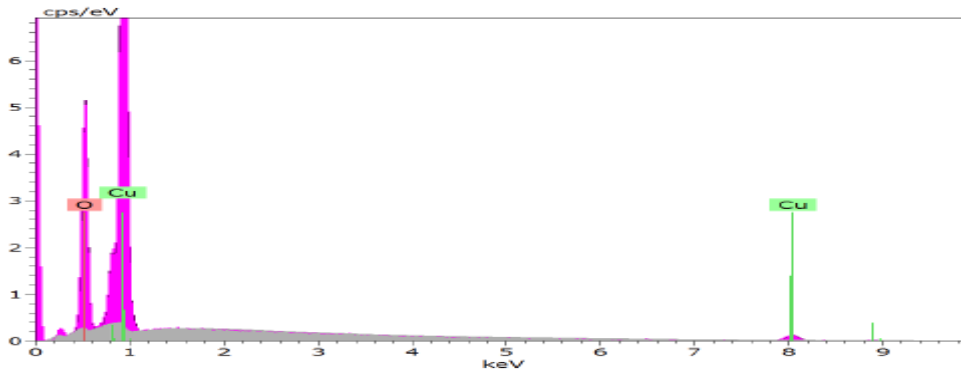
Azot (N)	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
	1	8.470	8.37	0.16	0.481
	2	8.190			
	3	8.480			
	4	8.570			
	5	8.200			
	6	8.300			



Şekil 6, Alüminyum (Al) elementinin EDX grafiği (analiz 1)

Tablo 7, Al elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

Aluminyum (Al)	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
	1	77.18	77.19	0.11	0.33
	2	77.36			
	3	77.03			
	4	77.22			
	5	77.21			
	6	77.12			



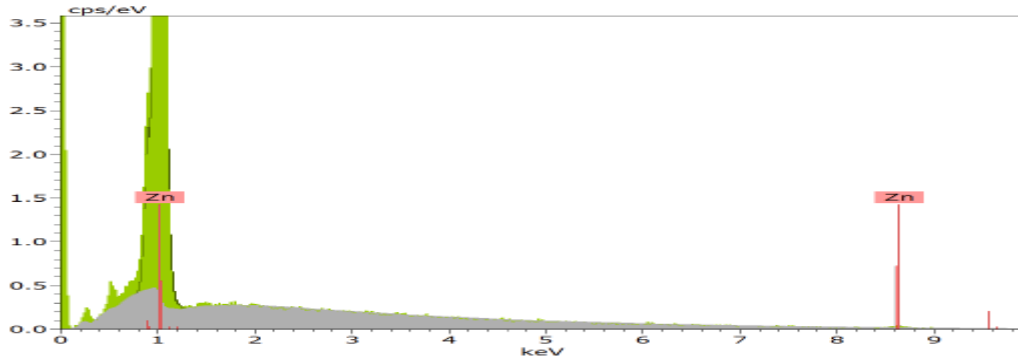
Şekil 7, Bakır(I) oksit(Cu_2O) bileşiğindeki Cu ve O elementlerinin EDX grafiği

Tablo 8, Cu_2O bileşiğindeki Cu elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

Bakır (Cu)	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
	1	80.70	80.88	0.10	0.29
	2	80.85			
	3	80.91			
	4	80.89			
	5	80.95			
	6	80.97			

Tablo 9, Cu_2O bileşiğindeki O elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

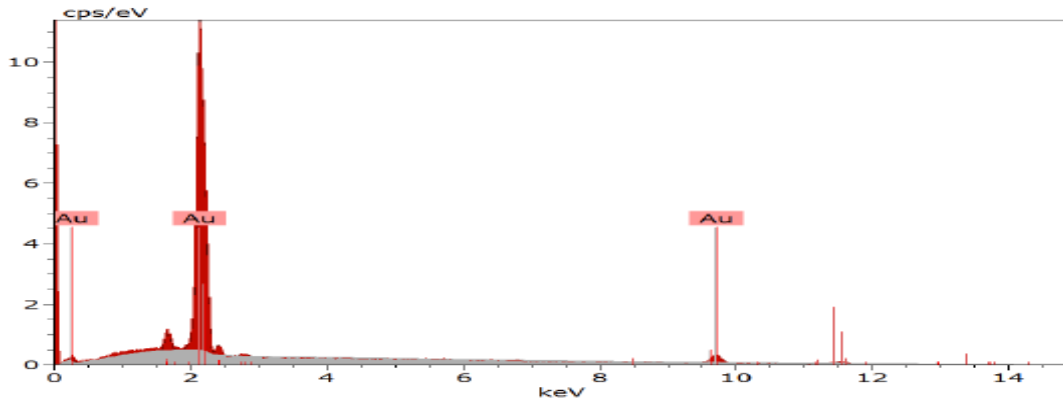
Oksijen (O)	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
	1	19.30	19.17	0.11	0.32
	2	19.15			
	3	19.09			
	4	19.11			
	5	19.05			
	6	19.30			



Şekil 8 Çinko(Zn) elementinin EDX grafiği (analiz1)

Tablo 10, Zn elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

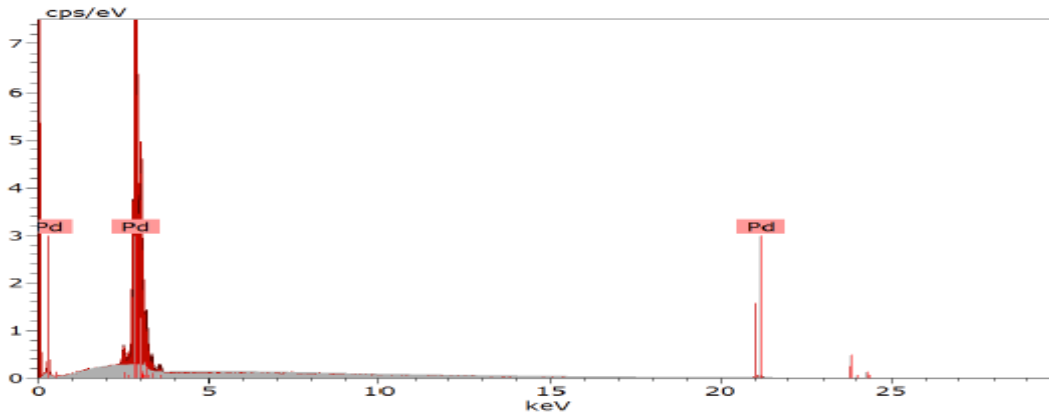
Çinko (Zn)	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
	1	136.100	136.24	0.113	0.34
	2	136.140			
	3	136.270			
	4	136.260			
	5	136.420			
	6	136.270			



Şekil 9, Altın(Au) elementinin EDX grafiği(analiz 1)

Tablo 11, Au elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

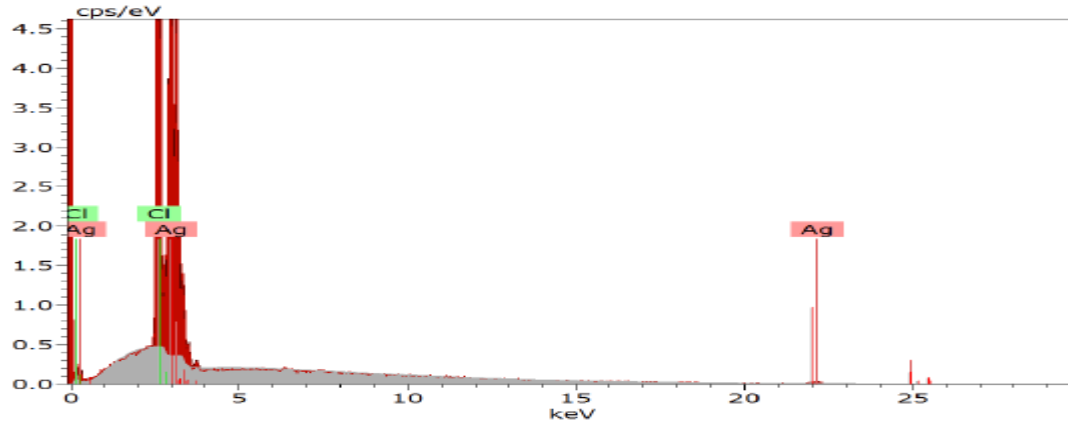
	Analiz Sayisi	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
Altın (Au)	1	99.950	99.95	0.094	0.282
	2	99.850			
	3	99.880			
	4	99.930			
	5	99.940			
	6	100.120			



Şekil 10, Paladyum(Pd) elementinin EDX grafiği(analiz1)

Tablo 12, Pd elementi aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

	Analiz Sayisi	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
Paladyum (Pd)	1	92.16	92.34	0.11	0.34
	2	92.39			
	3	92.41			
	4	92.42			
	5	92.24			
	6	92.43			



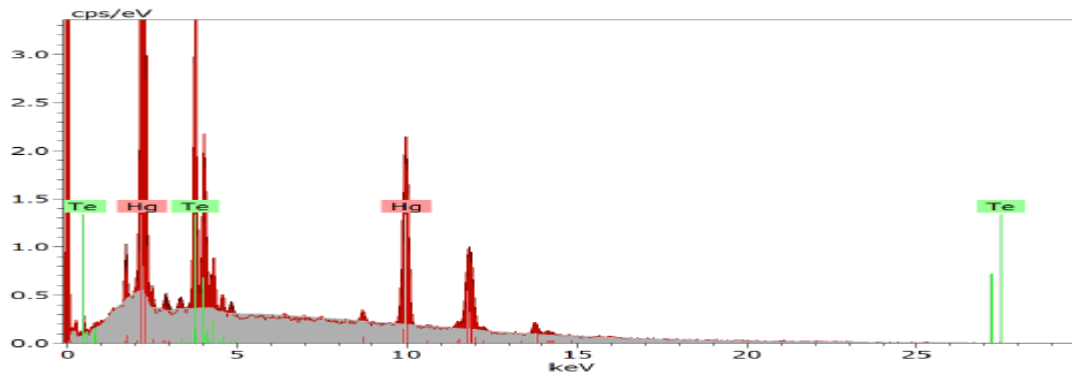
Şekil 11, Gümüş klorür (AgCl) bileşiğindeki Ag ve Cl elementlerinin EDX grafiği (analiz1)

Tablo 13, AgCl bileşiğindeki Ag elementi aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
Gumus (Ag)	1	59.470	59.64	0.092	0.277
	2	59.700			
	3	59.650			
	4	59.640			
	5	59.650			
	6	59.740			

Tablo 14, AgCl bileşiğindeki Cl elementi aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değerleri

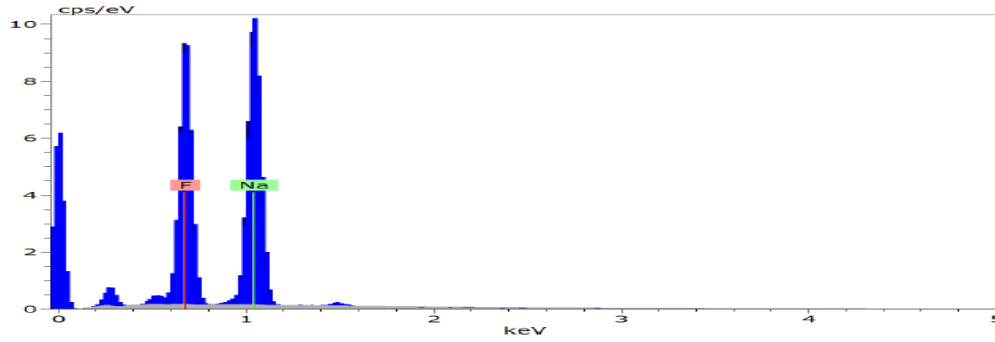
	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
Klor (Cl)	1	21.390	21.39	0.084	0.253
	2	21.430			
	3	21.480			
	4	21.240			
	5	21.440			
	6	21.360			



Şekil 12, Civa tellürid (HgTe) bileşiğindeki Hg ve Te elementlerinin EDX grafiği (analiz 1)

Tablo 15, HgTe bileşiğindeki Hg elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
Civa (Hg)	1	53.770	53.79	0.144	0.431
	2	53.560			
	3	53.870			
	4	53.820			
	5	53.740			
	6	53.990			



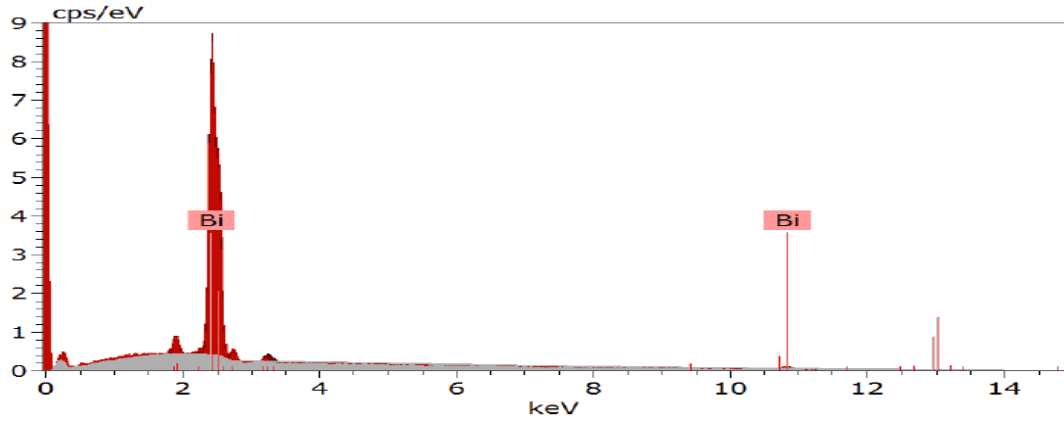
Şekil 13, Sodyum florur (NaF) bileşiğindeki Na ve F elementlerinin EDX grafiği

Tablo 16, NaF bileşiğindeki Na elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
Sodyum (Na)	1	50.480	50.53	0.112	0.337
	2	50.550			
	3	50.450			
	4	50.750			
	5	50.460			
	6	50.510			

Tablo 17, NaF bileşiğindeki F elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
Florur (F)	1	46.330	46.23	0.132	0.397
	2	46.370			
	3	46.180			
	4	46.310			
	5	46.010			
	6	46.200			

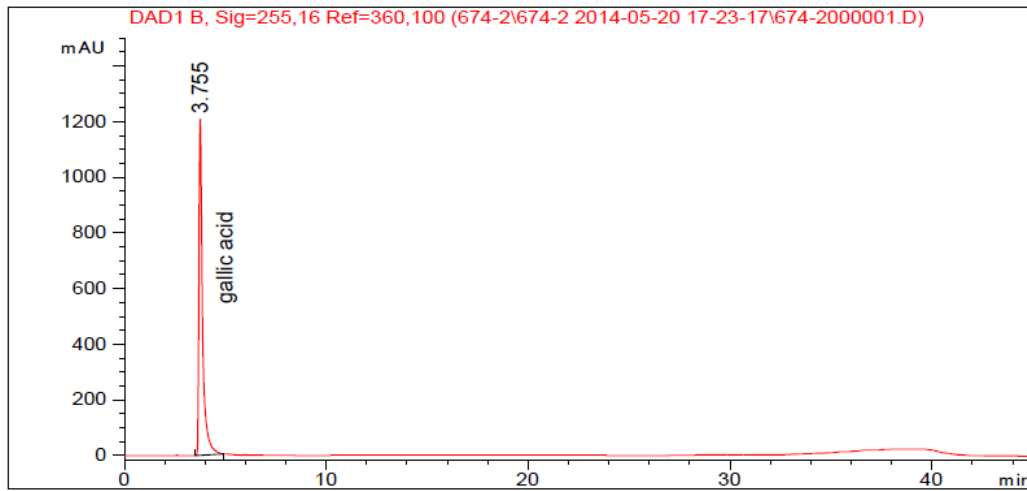


Şekil 14, Bizmut (Bi) elementinin EDX grafiği

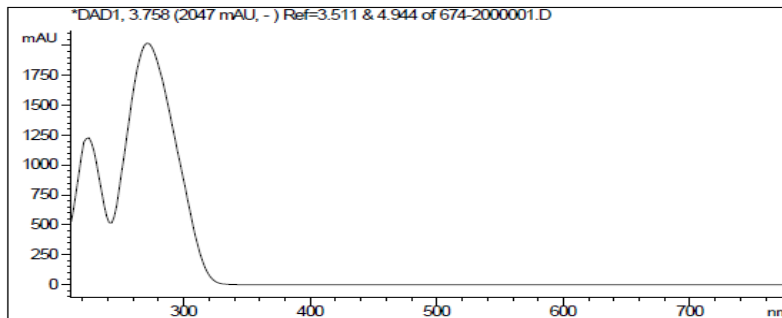
Tablo 18, Bi elementi için aritmetik ortalama, standart sapma ve LOD değeri

	Analiz Sayısı	Wt%	Aritmetik ortalama	Standart Sapma	LOD
Bizmut (Bi)	1	102.01	102.19	0.14	0.42
	2	102.15			
	3	102.05			
	4	102.24			
	5	102.32			
	6	102.35			

Ek 2: HPLC-DAD İle Organik Boyar Madde ve Pigment Analizi Metod Validasyonunda elde edilen kromatogramlar, spektrumlar ve tablolar,



Şekil 1, Gallic acid standardının kromatogramı



Şekil 2, Gallic acid standardının spektrumu Max, Absorbans değerleri: 225 ve 271 nm,

Tablo 1, Gallic acid için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri,

Signal 2: DAD1 B, Sig=255,16 Ref=360,100

Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise				
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift		
[min] [min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]		
----- ----- ----- ----- ----- -----							
2,500 3,500	2,1019	2,6550	-	-	-54,682	yüksek	
2,500 3,500	0,5647	0,3491	-	-	-22,560	düşük	

RetTime [min]	k'	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Symm,	Width [min]	Plates	Resol ution/Noise	Signal
3,755	-	1,51983e4	1207,60229	0,46	0,1633	2928	-	574,5 yüksek
3,722	-	2264,50537	196,31956	0,48	0,1511	3361	-	347,6 düşük

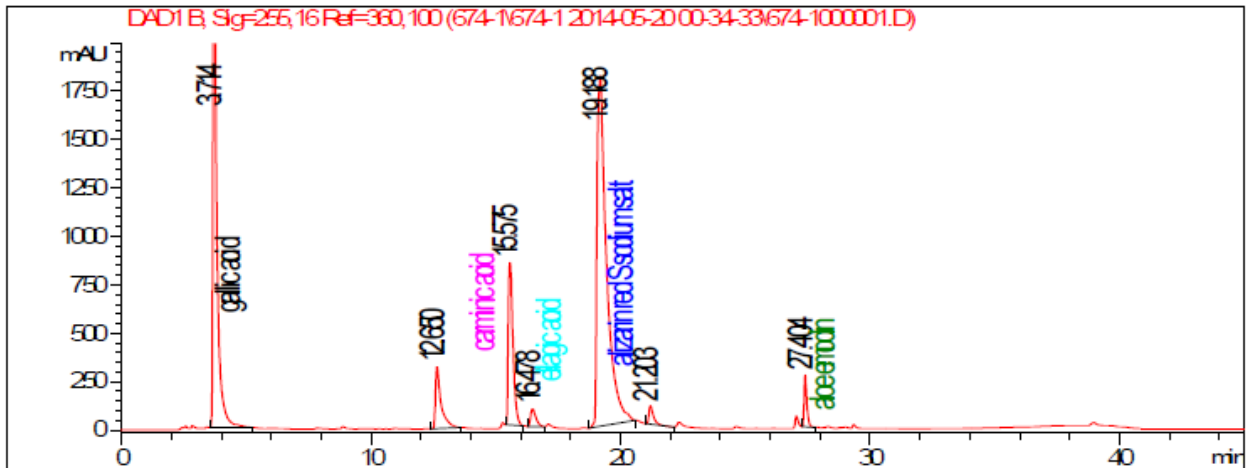
Tablo 2, Konsantrasyonu 30 mg/L olan Gallic acid için Sinyal/Gürültü,

Signal 1: DAD1 B, Sig=255,16 Ref=360,100

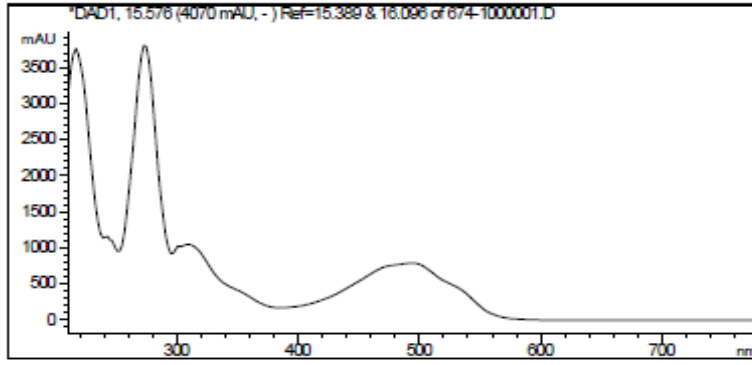
Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise	Noise	Noise	Noise
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift	
[min] [min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]	
1,000 -	0,2208	0,1888	-	-	-3,611	

RetTime [min]	k'	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Symm,	Width [min]	Plates	Resol ution/Noise	Signal
3,966	-	3090,49658	259,07706	2,28	0,1467	4051	-	1173,4



Şekil 3 Gallic acid, *carminic acid*, ellagic acid, alizarin red S sodyum salt ve aleo emodin boyarmaddelerin toplu kromotogramı



Şekil 4 Karminik asit standardının spektrumu analiz 1,
Max, Absorbans değerleri: 273, 314 ve 491 nm,

Tablo 3 Karminik asit için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değer için LOD değeri

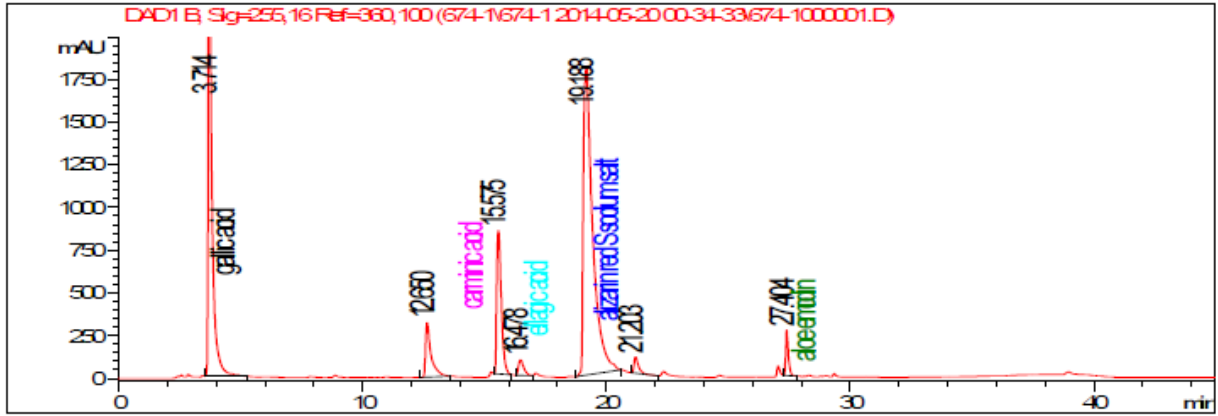
Data File C:\CHEM32\1\DATA\674-1\674-1 2014-05-20 00-34-33\674-1000002.D

Signal 2: DAD1 B, Sig=255,16 Ref=360,100

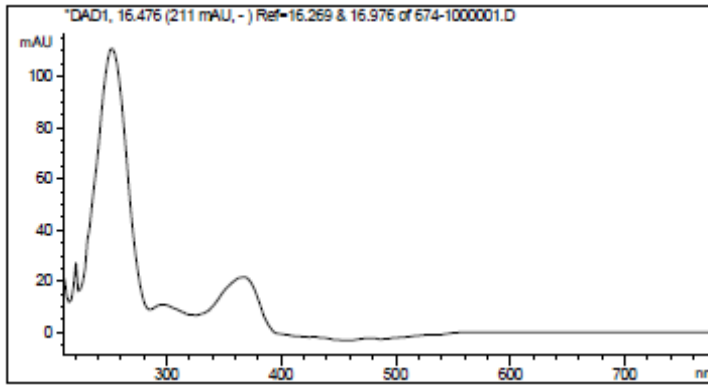
Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise				
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift		
[min] [min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]		
----- ----- ----- ----- ----- -----							
14,000 15,000	2,4062	1,5224	-	-	-168,917	yüksek k,	
14,000 15,000	2,2514	1,5325	-	-	-183,294	düşük k,	

RetTime	k'	Area	Height	Symm,	Width	Plates	Resol	Signal
[min]		[mAU*s]	[mAU]		[min]		ution/Noise	
----- ----- ----- ----- ----- -----								
15,584	-	1,11365e4	849,46875	0,51	0,1978	34396	-	353,0 yüksek k,
15,587	-	1,12313e4	849,37738	0,52	0,1978	34408	-	377,3 düşük k,



Şekil 5 Gallik asit, karminik asit, *ellajik asit*, alirazin red S sodyum salt ve aleo emodin boyarmaddelerin toplu kromotogramı analiz 1,



Şekil 6 Ellajik asit standardının spektrumu analiz 1,

Max, Absorbans değerleri: 253, 299 ve 367 nm,

Tablo 4 Ellajik asit için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri,

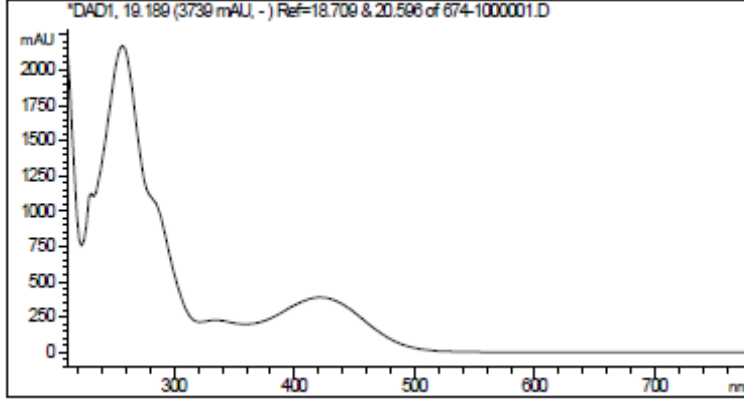
Data File C:\CHEM32\1\DATA\674-1\674-1 2014-05-20 00-34-33\674-1000001.D

Signal 2: DAD1 B, Sig=255,16 Ref=360,100

Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise			
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift	
[min] [min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]	
----- ----- ----- ----- ----- ----- -----						
14,000 15,000	2,7966	1,8817	-	-	-169,750	yüksek k,
14,000 15,000	1,5654	1,8215	-	-	-157,266	düşük k,

RetTime	k'	Area	Height	Symm,	Width	Plates	Resol	Signal
[min]		[mAU*s]	[mAU]		[min]		ution/Noise	
----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- -----								
16,478	-	1387,63159	91,66276	0,53	0,2267	29279	-	32,8 yüksek
16,507	-	1430,10693	94,42988	0,54	0,2267	29380	-	51,9 düşük



Şekil 7 Alizarin red S sodium salt standardının spektrumu analiz 1,

Max, absorbans değerleri: 231, 257, 285, 335 ve 421 nm,

Tablo 5 Alizarin red S sodyum tuzu için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri,

Data File C:\CHEM32\1\DATA\674-1\674-1 2014-05-20 00-34-33\674-1000005,D

Signal 2: DAD1 B, Sig=255,16 Ref=360,100

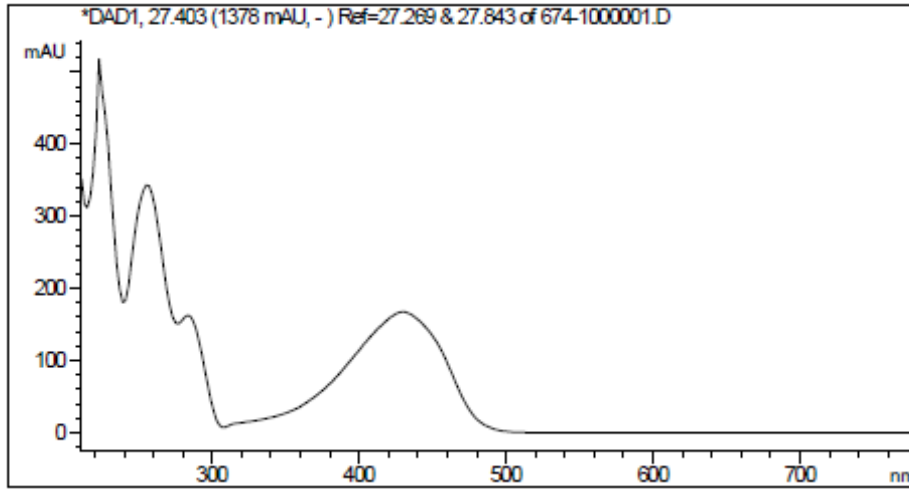
Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise	Noise	Noise	Noise
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift	
[min] [min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]	
----- ----- ----- ----- ----- ----- -----						

17,500 18,500 6,8261 5,0884 - - -143,072 yüksek k,

17,500 18,500 8,6930 5,4535 - - -89,971 düşük k,

RetTime	k'	Area	Height	Symm,	Width	Plates	Resol	Signal
[min]		[mAU*s]	[mAU]		[min]		ution/Noise	
----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- -----								
19,238	-	5,15798e4	1966,14514	0,40	0,3533	16423	-	288,0 yüksek k,
19,188	-	4,82884e4	1810,01135	0,43	0,3700	14899	-	208,2 düşük k,



Şekil 8 Aleo emodin standardının spektrumu analiz 1,Max, Absorbans değerleri: 223, 255, 283 ve 431 nm,

Tablo 6 Aleo Emodin için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri

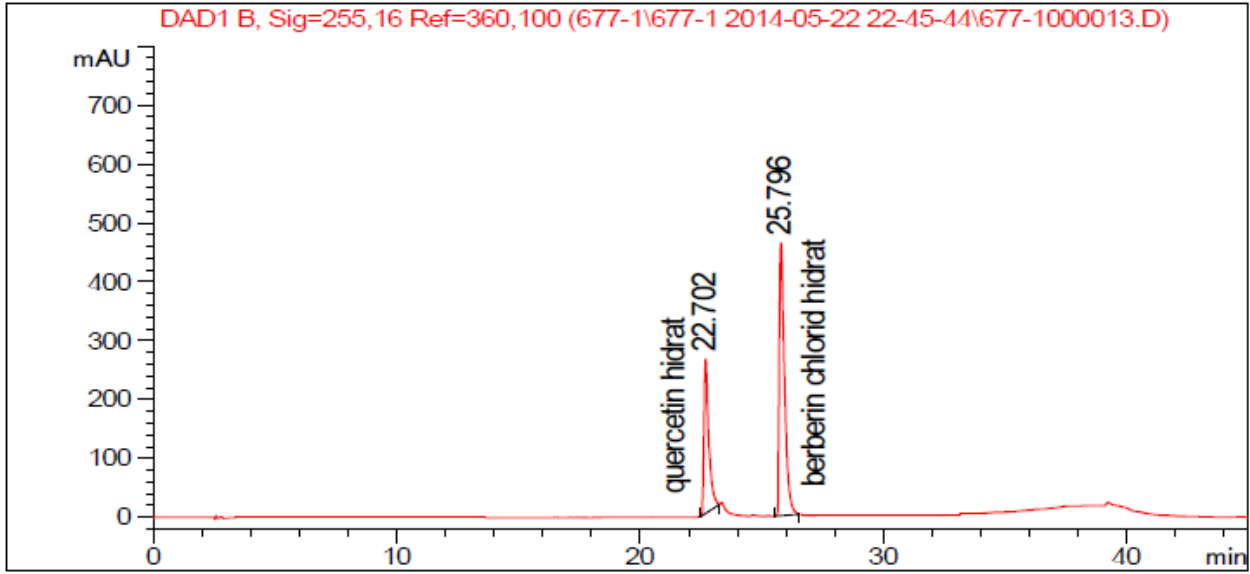
Data File C:\CHEM32\1\DATA\674-1\674-1 2014-05-20 00-34-33\674-1000001.D

Signal 2: DAD1 B, Sig=255,16 Ref=360,100

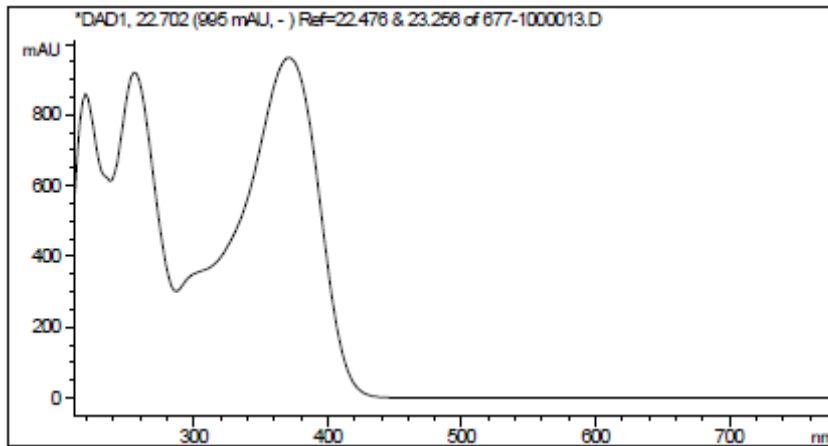
Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise			
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift	
[min] [min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]	
----- ----- ----- ----- ----- ----- -----						
25,000 26,000	1,5654	1,0647	-	-	-25,668	yüksek k,
25,000 26,000	3,0121	2,1875	0,1596	1,8381	-31,367	düşük k,

RetTime	k'	Area	Height	Symm,	Width	Plates	Resol	Signal
[min]		[mAU*s]	[mAU]		[min]		ution/Noise	
----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- -----								
27,404	-	2002,54736	267,34668	0,59	0,1050	377353	-	170,8 yüksek k,
27,411	-	2027,31921	257,74564	0,55	0,1117	333814	-	85,6 düşük k,



Şekil 9 Quercetin hidrat ve berberin chlorid hidrat standartlarının birlikte kromatogramı



Şekil 10 Quercetin hidrat standardının spektrumu analiz 1,Max, Absorbans değerleri: 219, 255, 301 ve 371 nm,

Tablo 7 Quercetin hidrat için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri,

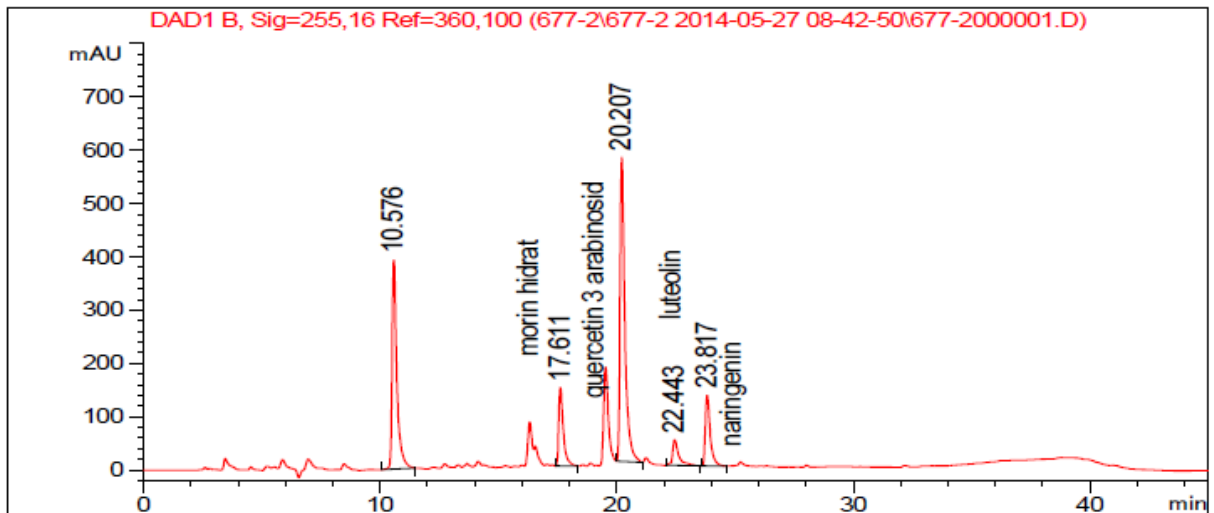
Data File C:\CHEM32\1\DATA\677-1\677-1 2014-05-22 22-45-44\677-1000013.D

Signal 2: DAD1 B, Sig=255,16 Ref=360,100

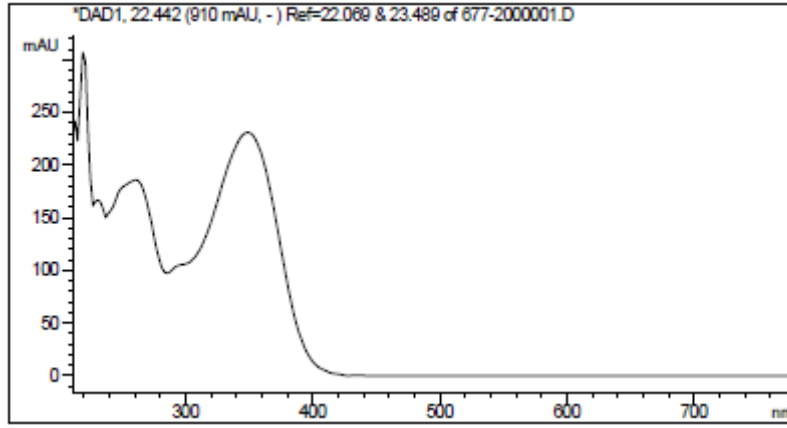
Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise	Noise	Noise	Noise	Noise
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift		
[min] [min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]		
20,000 22,000	0,6477	0,4475	3,326e-2	0,3337	1,413	yüksek k,	
20,000 22,000	0,5737	0,3979	3,322e-2	0,2961	4,321	düşük k,	

RetTime	k'	Area	Height	Symm,	Width	Plates	Resol	Signal
[min]		[mAU*s]	[mAU]		[min]		ution/Noise	
22,702	-	3554,49023	261,85086	0,46	0,1911	78172	-	404,2 yüksek k,
22,832	-	3825,43457	277,05807	0,45	0,1933	77266	-	482,9 düşük k,



Şekil 11 Morin hidrat, quercetin 3 arabinosid, luteolin ve naringenin standartlarının birlikte kromatogramı analiz 1,



Şekil 12 Luteolin standardının spektrumu analiz 1,Max, Absorbans değerleri: 231, 251, 261, 293 ve 3349 nm,

Tablo 8 Luteolin için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri,

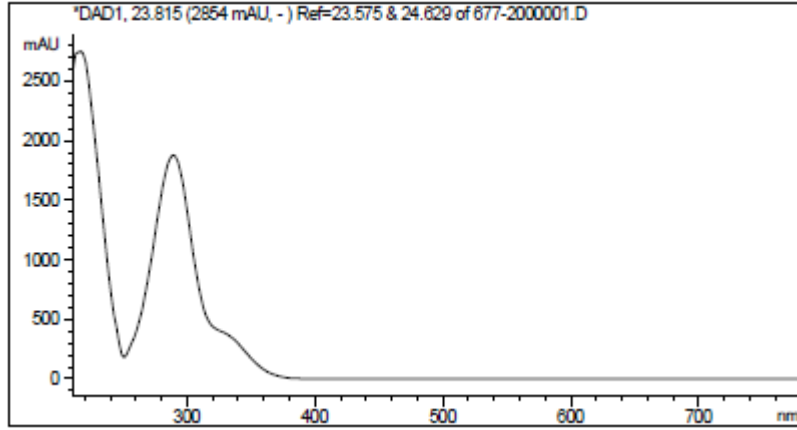
Data File C:\CHEM32\1\DATA\677-2\677-2 2014-05-27 08-42-50\677-2000004.D

Signal 2: DAD1 B, Sig=255,16 Ref=360,100

Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise			
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift	
[min] [min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]	
----- ----- ----- ----- ----- ----- -----						
21,600 22,200	2,4024	1,7606	-	-	-219,473	yüksek k,
21,600 22,200	1,9230	1,3395	-	-	-189,147	düşük k,

RetTime	k'	Area	Height	Symm,	Width	Plates	Resol	Signal
[min]		[mAU*s]	[mAU]		[min]			ution/Noise
----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- -----								
22,546	-	871,59393	47,45761	0,45	0,2200	58184	-	19,8 yüksek k,
22,526	-	823,48883	45,03718	0,45	0,2133	61768	-	23,4 düşük k,



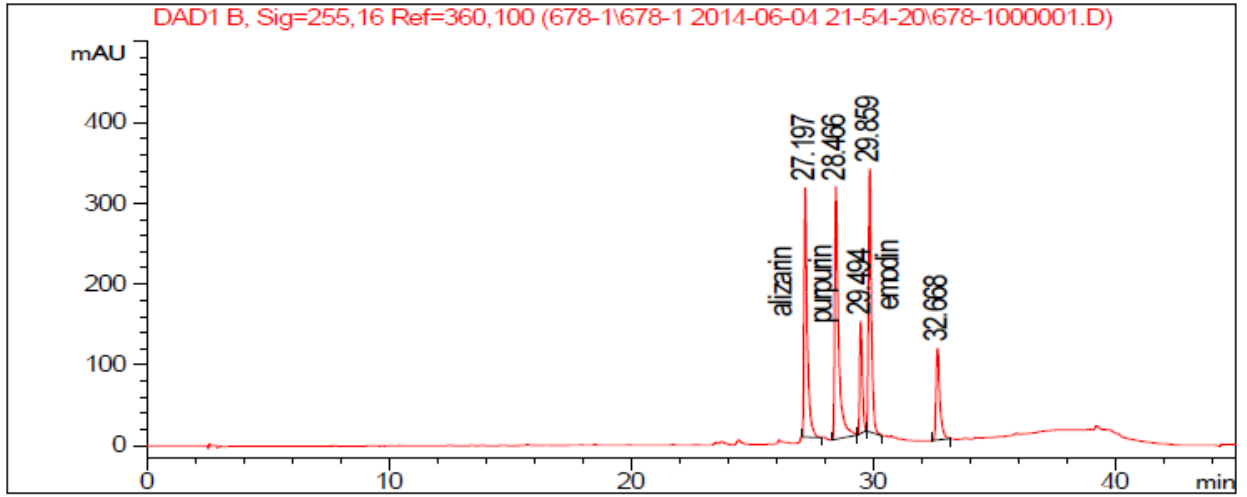
Şekil 13 Naringenin standardının spektrumu analiz 1,Max, Absorbans değerleri: 217 ve 289 nm,

Tablo 9 Naringenin için konsantrasyona göre en yüksek olan değer için LOD değeri,
Data File C:\CHEM32\1\DATA\677-2\677-2 2014-05-27 08-42-50\677-2000002.D
Signal 2: DAD1 B, Sig=255,16 Ref=360,100

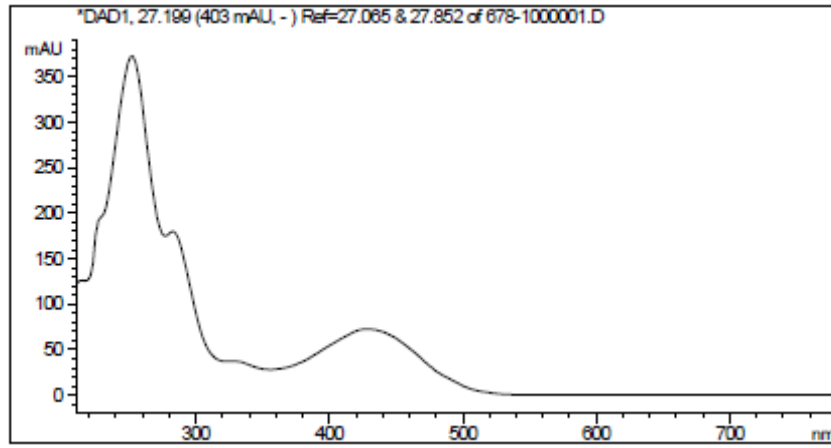
Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise			
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift	
[min] [min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]	
----- -----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
23,000 23,600	1,5237	0,8713	-	-	-623,760	yüksek k,
22,900 23,700	3,2017	2,2798	-	-	-533,076	düşük k,

RetTime	k'	Area	Height	Symm,	Width	Plates	Resol	Signal
[min]		[mAU*s]	[mAU]		[min]		ution/Noise	
----- -----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
23,893	-	2105,81817	142,77763	0,53	0,2044	75669	-	93,7 yüksek k,
23,911	-	1745,49841	123,29937	0,56	0,1978	80977	-	38,5 düşük k,



Şekil 14 Alirazin, purpurin ve emodin standartlarının birlikte kromatogramı analiz 1,



Şekil 15 Alirazin standardının spektrumu analiz 1,Max, Absorbans değerleri: 227, 253, 283, 329 ve 429 nm,

Tablo 10 Alirazin için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri,

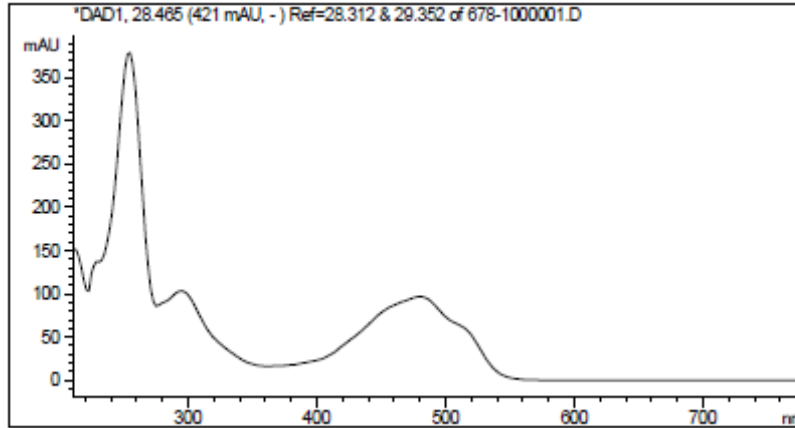
Data File C:\CHEM32\1\DATA\678-1\678-1 2014-06-04 21-54-20\678-1000004,D

Signal 2: DAD1 B, Sig=255,16 Ref=360,100

Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise			
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift	
[min] [min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]	
----- ----- ----- ----- ----- ----- -----						
25,000 26,000	0,5759	0,4884	-	-	40,237	yüksek k,
25,000 26,000	0,5314	0,4043	-	-	69,605	düşük k,

RetTime [min]	k'	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Symm,	Width [min]	Plates	Resol	Signal
27,184	-	2765,42554	287,43454	0,45	0,1289	246432	-	499,1 yüksek k,
27,188	-	2746,42285	284,67773	0,45	0,1311	238218	-	535,7 düşük k,



Şekil 16 Purpurin standardının spektrumu analiz 1,Max, Absorbans değerleri: 229, 255, 295, 481 ve 513 nm,

Tablo 11 Purpurin için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri,

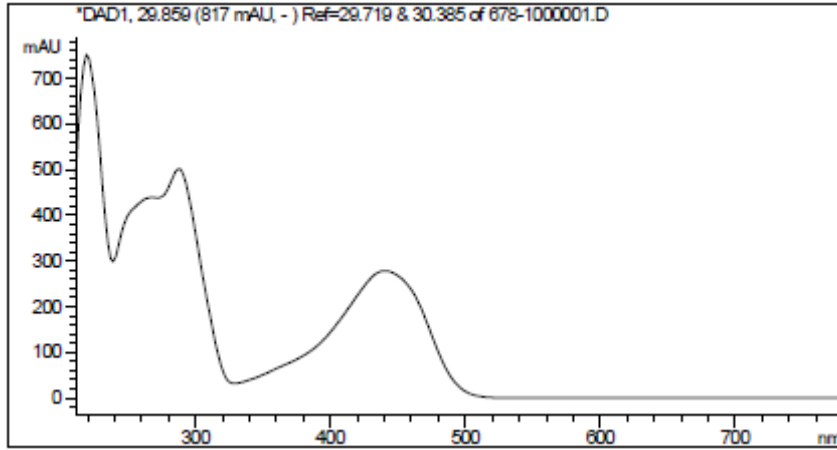
Data File C:\CHEM32\1\DATA\678-1\678-1 2014-06-04 21-54-20\678-1000001.D

Signal 2: DAD1 B, Sig=255,16 Ref=360,100

Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise			
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift	
[min] [min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]	
25,000 26,000	1,0274	0,7028	-	-	56,090	yüksek k,
25,000 26,000	0,4923	0,3276	-	-	69,236	düşük k,

RetTime [min]	k'	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Symm,	Width [min]	Plates	Resol	Signal
28,466	-	3329,29687	311,17029	0,40	0,1378	236482	-	302,9 yüksek k,
28,453	-	3360,44507	275,43427	0,36	0,1578	1801167	-	559,5 düşük k,



Şekil 17, Emodin standardının spektrumu analiz 1,Max, Absorbans değerleri: 219, 265, 287 ve 441 nm,

Tablo 12 Emodin için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri,

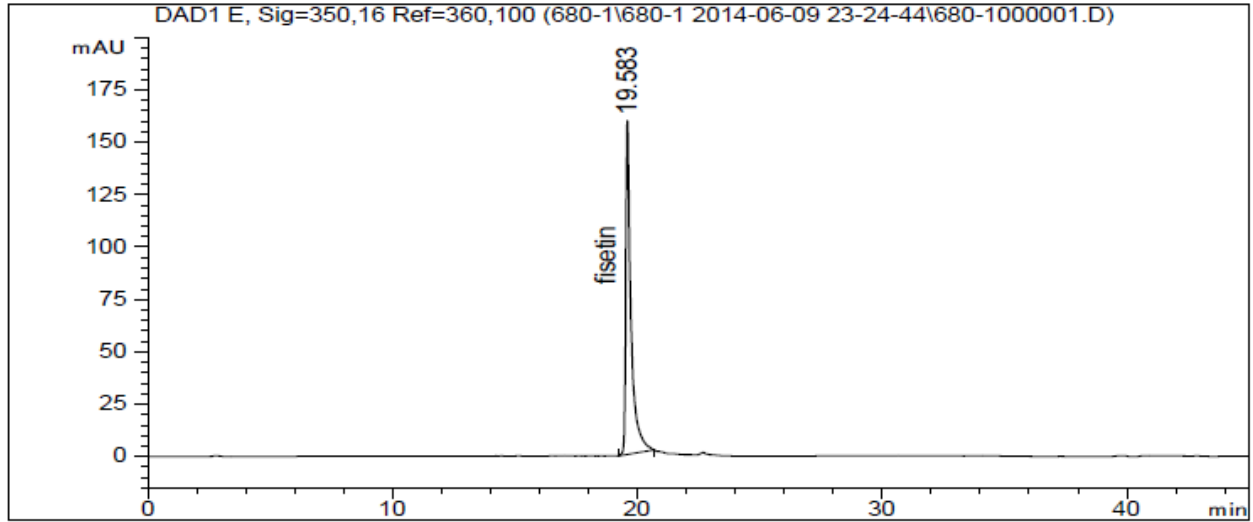
Data File C:\CHEM32\1\DATA\678-1\678-1 2014-06-04 21-54-20\678-1000001.D

Signal 2: DAD1 B, Sig=255,16 Ref=360,100

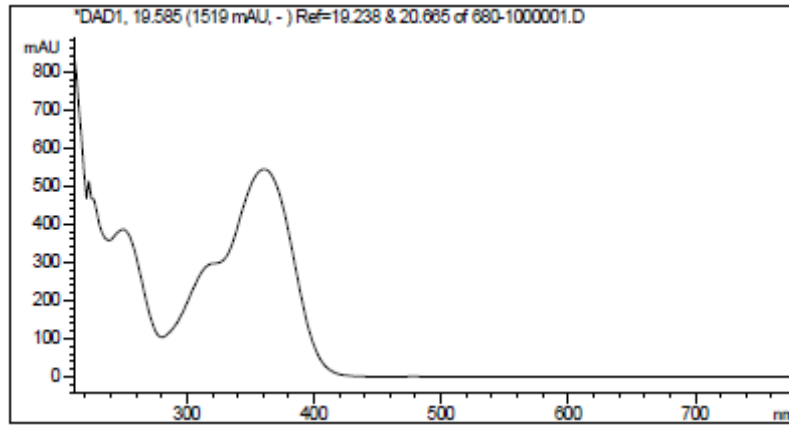
Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise			
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift	
[min] [min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]	
----- ----- ----- ----- ----- ----- -----						
25,000 26,000	1,0274	0,7028	-	-	56,090	yüksek k,
25,000 26,000	1,0695	0,6317	-	-	74,862	düşük k,

RetTime	k'	Area	Height	Symm,	Width	Plates	Resol	Signal
[min]		[mAU*s]	[mAU]		[min]			ution/Noise
----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- -----								
29,859	-	2703,94556	325,53427	0,60	0,1167	362888	-	316,9 yüksek k,
29,846	-	2689,77832	305,02704	0,59	0,1263	299644	-	285,2 düşük k,



Şekil 18, Fisetin standardının kromatogramı analiz 1,



Şekil 19 Fisetin standardının spektrumu analiz 1,Max, Absorbans değerleri: 249, 321 ve 361 nm,

Tablo 13 Fisetin için konsantrasyona göre en yüksek olan değer için LOD değeri,
Data File C:\CHEM32\1\DATA\680-1\680-1 2014-06-09 23-24-44\680-1000005,D
Signal 5: DAD1 E, Sig=350,16 Ref=360,100

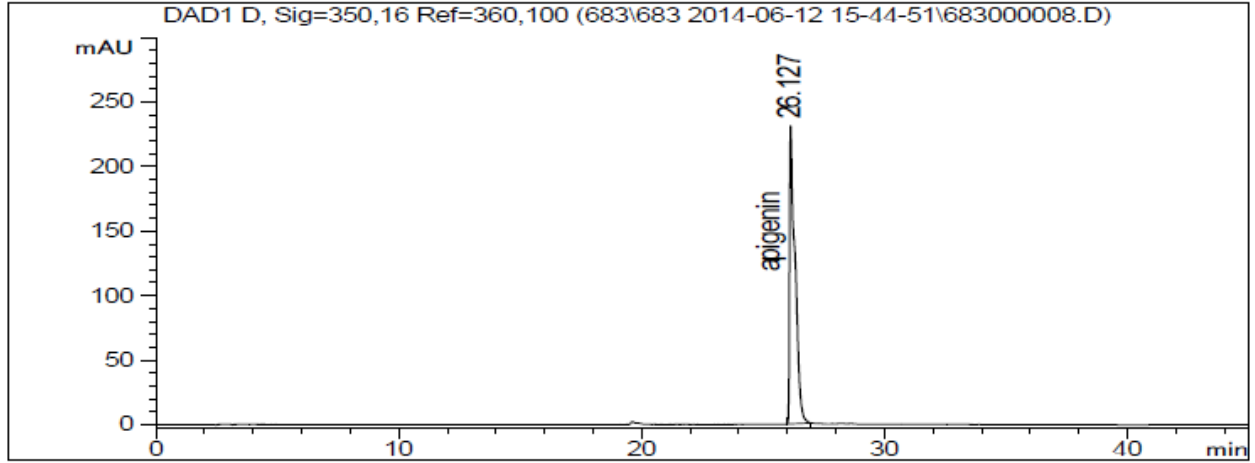
Noise determination:

Time range		Noise	Noise	Noise		
from	to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift
[min]	[min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
15,000	19,000	0,6916	0,4507	1,050e-2	0,4330	11,929
15,000	19,000	0,1487	0,1187	1,160e-2	9,529e-2	4,136e-1

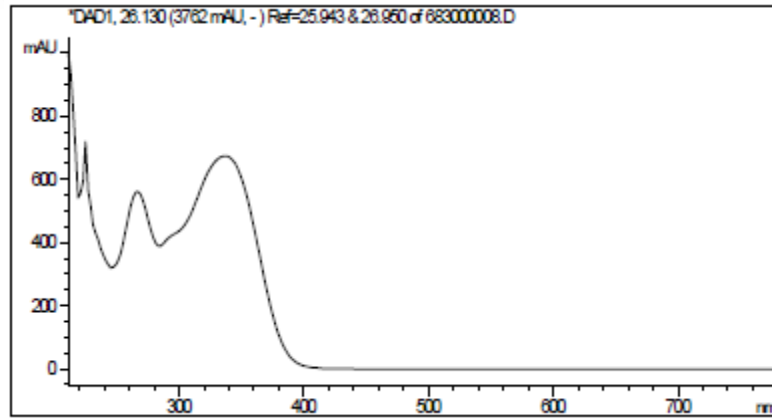
yüksek k,

düşük k,

RetTime [min]	k'	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Symm,	Width [min]	Plates	Resol	Signal
19,494	-	2418,15771	168,15291	0,40	0,1833	62638	-	243,2 yüksek k,
19,583	-	2357,97729	159,45848	0,40	0,1833	63213	-	1072,6 düşük k,



Şekil 20 Apigenin standardının kromatogramı analiz 1,



Şekil 21 Apigenin standardının spektrumu analiz 1,Max, Absorbans değerleri: 267, 293 ve 337 nm,

Tablo 14 Apigenin için konsantrasyona göre en yüksek ve en düşük olan değerler için LOD değeri,

Data File C:\CHEM32\1\DATA\683-1\683-1 2014-06-12 21-55-21\683-1000003,D

Signal 5: DAD1 E, Sig=350,16 Ref=360,100

Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise					
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	Wander	Drift			
[min] [min]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU]	[mAU/h]			
----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- -----								
23,000 25,000	0,3272	0,2823	2,295e-2	0,1834	-1,196	yüksek k,		
23,000 25,000	0,3387	0,2459	2,446e-2	0,1631	-6,657e-1	düşük k,		
RetTime	k'	Area	Height	Symm,	Width	Plates	Resol	Signal
[min]		[mAU*s]	[mAU]		[min]		ution/Noise	
----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- ----- -----								
25,352	-	2873,06982	295,11942	0,49	0,1289	214346	-	901,9 yüksek k,
25,348	-	2299,29639	233,29004	0,49	0,1289	214272	-	688,8 düşük k,

Ek 3

Tablo 1 Tarihi eser envanter numarasına göre HPLC analizlerinde tespit edilen renk bileşenleri ve onların kaynakları

Envanter Numarası	Tarihi Objenin Adı	Örneğin Rengi	Belirlenen renk bileşenleri	Tespit edilen boya kaynakları
13/360	İpek brokar	Mavi	İndigotin	Hindistan çividi veya Çivitotu (<i>Indigofera tinctoria</i> L, veya <i>Isatis tinctoria</i> L,)
		Kırmızı	Karminik asit	Koşinil (<i>Dactylopius coccus</i> Costa)
			Ellajik asit	Mazı meşesi (<i>Quercus infectoria</i> Olivier)
		Yeşil	Luteolin Apigenin	Muhabbet çiçeği (<i>Reseda luteola</i> L,)
		Sarı	Luteolin Apigenin	Muhabbet çiçeği (<i>Reseda luteola</i> L,)
		Yeşil	İndigotin	Hindistan çividi veya Çivitotu (<i>Indigofera tinctoria</i> L, veya <i>Isatis tinctoria</i> L,)
13/466	İpek brokar	Lacivert	İndigotin İndurubin	Hindistan çividi veya Çivitotu (<i>Indigofera tinctoria</i> L, veya <i>Isatis tinctoria</i> L,)
		Kırmızı	Karminik asit	Koşinil (<i>Dactylopius coccus</i> Costa)
			Ellajik asit	Mazı meşesi (<i>Quercus infectoria</i> Olivier)
13/574	İpek brokar	Sarı	Naringenin Isorhamnetin Rhamnetin	Cehri (<i>Rhamnus petiolaris</i> Boiss)

Emodin				
13/501	İpek brokar	Mavi	<i>Tespit edilemedi</i>	<i>Tespit edilemedi</i>
		Mor	Lakkain asit B Lakkain asit C İndigotin	Lak böceği (<i>Kerria lacca</i> Kerr)
		Turuncu	<i>Tespit edilemedi</i>	<i>Tespit edilemedi</i>
		Kırmızı	Lakkain asit A Lakkain asit B Lakkain asit C Flavokermesik asit Emodin	Lak böceği (<i>Kerria lacca</i> Kerr)
13/1025	İpek brokar	Kırmızı	<i>Tespit edilemedi</i>	<i>Tespit edilemedi</i>
		Sarı	Luteolin Apigenin	Muhabbet çiçeği (<i>Reseda</i> <i>luteola</i> L.)
		Siyah	Luteolin Apigenin	Muhabbet çiçeği (<i>Reseda</i> <i>luteola</i> L.)
		Mor	<i>Tespit edilemedi</i>	<i>Tespit edilemedi</i>
		Yeşil	Luteolin Apigenin	Muhabbet çiçeği (<i>Reseda</i> <i>luteola</i> L.)
13/1031	İpek brokar	Krem(ze min)	Renksiz	Renksiz
		Yeşil	Luteolin Luteolin glikozid	Muhabbet çiçeği (<i>Reseda</i> <i>luteola</i> L.)
13/1037	İpek brokar	Kahveren gi	Fuksin	Sentetik
		Koyu yeşil	Luteolin Apigenin	Muhabbet çiçeği (<i>Reseda</i> <i>luteola</i> L.)
13/1573	İpek brokar	Siyah	Gallik asit Ellajik asit	Mazı meşesi (<i>Quercus</i> <i>infectoria</i> Olivier) +

			Alizarin Purpurin	Kökboya (<i>Rubia tinctorum</i> L.)
		Kırmızı	Karminik asit	Koşinil (<i>Dactylopius coccus</i> Costa)
		Sarı	Sülfüretin Alizarin Purpurin	Boyacı Sumağı (<i>Cotinus coggygria</i> SCOP) + Kökboya (<i>Rubia tinctorum</i> L.)
13/1646	İpek brokar	Sarı	Fisetin Sülfüretin Luteolin Apigenin	Boyacı Sumağı (<i>Cotinus coggygria</i> SCOP) + Muhabbet çiçeği (<i>Reseda luteola</i> L.)
		Yeşil	Luteolin Apigenin İndigotin	Muhabbet çiçeği (<i>Reseda luteola</i> L.) + Hindistan çividi veya Çivitotu (<i>Indigofera tinctoria</i> L, veya <i>Isatis tinctoria</i> L.)
		Mavi	İndigotin	Hindistan çividi veya Çivitotu (<i>Indigofera tinctoria</i> veya <i>Isatis tinctoria</i>)
13/1721	İpek brokar	Sıklamen	Fuksin	Sentetik
13/1806	İpek brokar	Mavi	İndigotin	Hindistan çividi veya Çivitotu (<i>Indigofera tinctoria</i> L, veya <i>Isatis</i>

				<i>tinctoria</i> L,)
	Sarı	Rhamnetin Kaemferol türevi Flavonoid türevi Emodin	Cehri (<i>Rhamnus petiolaris</i> Boiss)	
	Kırmızı	Karminik asit dcII, dcIII Flavokermesik asit	Koşinil (<i>Dactylopius coccus</i> Costa)	
	Yeşil	Ellajik asit Luteolin İndigotin Flavonoid türevi	Mazı meşesi (<i>Quercus infectoria</i> Olivier) Muhabbet çiçeği (<i>Reseda luteola</i> L,) Hindistan çividi veya Çivitotu (<i>Indigofera tinctoria</i> L, veya <i>Isatis tinctoria</i> L,)	
13/1909	İpek brokar	Sarı	Luteolin	Muhabbet çiçeği (<i>Reseda luteola</i> L,)
		Kırmızı	Karminik asit Ellajik asit	Koşinil (<i>Dactylopius coccus</i> Costa) Mazı meşesi (<i>Quercus infectoria</i> Olivier)
		Lacivert	İndigotin	Hindistan çividi veya Çivitotu (<i>Indigofera tinctoria</i> L, veya <i>Isatis tinctoria</i> L,)
		Kırmızı	Alizarin Purpurin	Kökboya (<i>Rubia tinctorum</i> L,)
13/1919	İpek brokar	Kırmızı	Alizarin Purpurin	Kökboya (<i>Rubia tinctorum</i> L,)

		Kırmızı	Karminik asit	Koşinil (<i>Dactylopius coccus</i> Costa)
13/37	İpek brokar			
		Mor	Karminik asit İndigotin	Koşinil (<i>Dactylopius coccus</i> Costa) Hindistan çividi veya Çivitotu (<i>Indigofera tinctoria</i> L, veya <i>Isatis tinctoria</i> L,)
		Sarı	Luteolin	Muhabbet çiçeği (<i>Reseda luteola</i> L,)
		Yeşil	Luteolin İndigotin	Muhabbet çiçeği (<i>Reseda luteola</i> L,) Hindistan çividi veya Çivitotu (<i>Indigofera tinctoria</i> L, or <i>Isatis tinctoria</i> L,)
13/41	İpek brokar	kırmızı	Karminik asit	Koşinil (<i>Dactylopius coccus</i> Costa)
		Sarı	<i>Tespit edilemedi</i>	<i>Tespit edilemedi</i>
13/512	İpek brokar	Mavi	<i>Tespit edilemedi</i>	<i>Tespit edilemedi</i>
13/1794	İpek brokar	Pembe	<i>Tespit edilemedi</i>	<i>Tespit edilemedi</i>
		Mor	Fuksin	Sentetik
		Mavi	<i>Tespit edilemedi</i>	<i>Tespit edilemedi</i>

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Nilgün Kahraman

Doğum Yeri : Bakırköy/İstanbul

Doğum Tarihi : 03/11/1975

E-Posta : nlgnkhrmn75@gmail.com

Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu

Doktora: Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, Analitik Kimya Programı (2010-2018)

Yüksek Lisans: Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, Analitik Kimya Programı (1999-2003)

Lisans : Marmara Üniversitesi Atatürk Eğitim Fakültesi, Kimya Eğitimi (İngilizce) (1992-1997)

Lise : İstanbul 50.Yıl Avcılar Lisesi (1989-1992/İstanbul)

İş Tecrübeleri:

2017-2018 MEB Şehit İlhan Varank Fen Lisesi

2016-2017 2,dönem MEB TÇMB Lisesi

2016-2017 1,dönem MEB Atatürk Fen Lisesi

2003-2016 MEB Haydarpaşa Lisesi

1999-2003 MEB Maltepe Anadolu Lisesi

1997- 1999 MEB İsmek Aktar And,Teknik ve Meslek Lisesi

1997—Uluslararası Lojistik sorumlusu

Yayınlar:

1-Nilgun Kahraman & Recep Karadag (2017) Characterization of Sixteenth to Nineteenth Century Ottoman Silk Brocades by Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy and High-Performance Liquid Chromatography, Analytical Letters, 50:10,1553-1567, DOI: 10,1080/00032719,2016,1236264,

