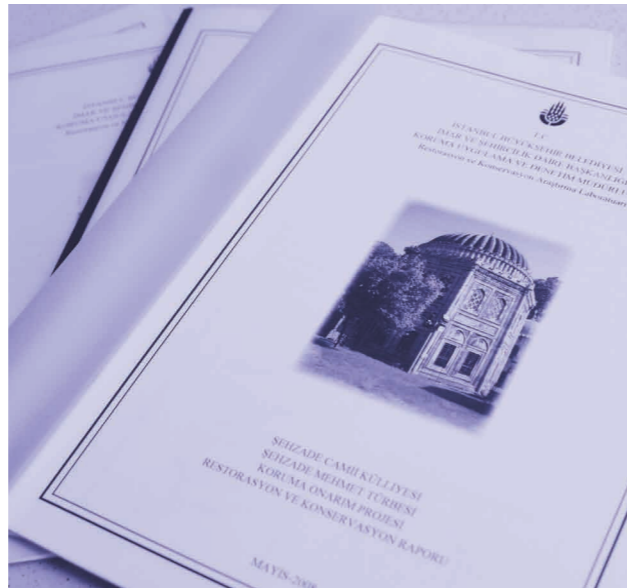




## Araştırma Laboratuvarları

Islak Kimya Laboratuvarı  
Aletli Analiz Laboratuvarı  
Petrografi Laboratuvarı  
Fiziko Mekanik Laboratuvarı  
Ahşap Konservasyon Laboratuvarı



## Islak Kimya Laboratuvarı

► Eski eserlerden alınan örnekler üzerinde kimyasal (Kızdırma kaybı, asitle muamele, spot testler) ve fiziksel (agregaların eleklerle boyut dağılım analizi, tipleri ve yaklaşık oranları, örneklerin

yoğunluğu, açık gözenek miktarı vb) analizlerin yapılarak eserin üretim malzemesinin içeriği, bağlayıcı, agrega ve katkıların niteliği ve oranları ile korunmuşluk (ne oranda ayrılmış olduğu) durumu ve

problem kaynaklarını tespit etmek, bu sonuçları değerlendirerek konservasyon laboratuvarı ile birlikte yapılacak koruma uygulamasını ve alınacak önleyici tedbirleri projelendirmek.





Örneklerin görsel olarak tanımlarının yapılması, bağlayıcılarının cins, miktar tayini ve agrega boyutlarının belirlenmesi için gerekli analiz çalışmalarının ön hazırlıkları.



Asitle muamele edilmiş örneklerin dekantasyonundan sonra elek analizi yapılabilmesi için kurutulması.



Toz haline getirilmiş örneklerin 550 °C – 1050 °C' de kızdırma kaybı yapılması.



## Aletli Analiz Laboratuvarı

► Müdürlüğümüz Koruma ve Restorasyon bölümü içerisinde yer alan araştırma laboratuvarlarında, konusunda uzmanlaşmış çalışanlarıyla, tarihî eserleri oluşturan malzemelerin içerikleri, problemleri ve problem nedenleri araştırılmaktadır. Bu araştırmalar sonucunda elde edilen verilere göre eserlerdeki problemlerin uzaklaştırılması ve eserlerin daha sağlıklı yaşayabilmeleri için yapılacak koruma ve onarım uygulama projeleri hazırlanmaktadır.

Kültürel varlıkların içerik ve problem teşhisine yönelik bu çalışmalarda, basit analiz teknikleri hızlı ve genel bilgiler verirken, gelişmiş cihazlarla yapılan spektroskopik ve kromatografik analiz yöntemleri

kesin ve detaylı bilgiler vermesi bakımından önemli rol oynamaktadır. Araştırma laboratuvarlarında eserlerden alınan örneklerde bulunabilecek boya, bağlayıcı, sağlamlaştırıcı vb. organik maddelerin analizleri HPLC (High Performance Liquid Chromatograph / Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi) cihazı ile daha detaylı ve kısa sürede yapılmaktadır. Az miktarda örnekle çalışılabilir olması, bu yöntemin önemli avantajlarından biridir. Özellikle uluslararası kabul görmüş yöntemlerle çalışma yapılması yanında, HPLC ile yapılan bölgesel nitelikli, tarihî boya ve bağlayıcıların analizlerinde, yeni yöntemlerin araştırılması ve geliştirilmesi, bu çalışmaların özgün, kalıcı olmasını

ve devamlılığını sağlamaktadır. Bu nedenlerle, HPLC cihazı ile yapılan kromatografik çalışmalar her geçen gün ivme kazanmaktadır.

İBB, KUDEB laboratuvarında bulunan HPLC cihazı ile boya maddelerin, bağlayıcılar ve yan ürünlerinin, protein, yağ asidi ve kalıntıların, yüzey aktif ajanların nitelik ve miktarlarının araştırılması için analiz çalışmaları gerçekleştirilmektedir.

Hayvancılık, gıda, ilaç ve kimya sektöründe 70'li yıllardan günümüze kadar kullanılan HPLC cihazı, günümüzde konservasyon ve restorasyon çalışmalarında kalitatif (nitelik) ve kantitatif (miktar) analiz uygulamaları ile önemli yer bulmuştur.





► Kromatografi, bir karışımında bulunan bileşenlerin birbirinden ayrılmasını gerçekleştiren ve bu sayede, özellikle içeriklerinde iki veya daha fazla madde bulunan karışık malzemelerin, kalitatif (nitelik) ve kantitatif (miktar) analizlerinin yapıldığı yöntemlerin genel adıdır. Bu yöntemlerde çalışma düzeni temel olarak iki bileşenden oluşur. Bunlar, örneğin yerleştirildiği sabit faz (stationary phase) ile örnekleri

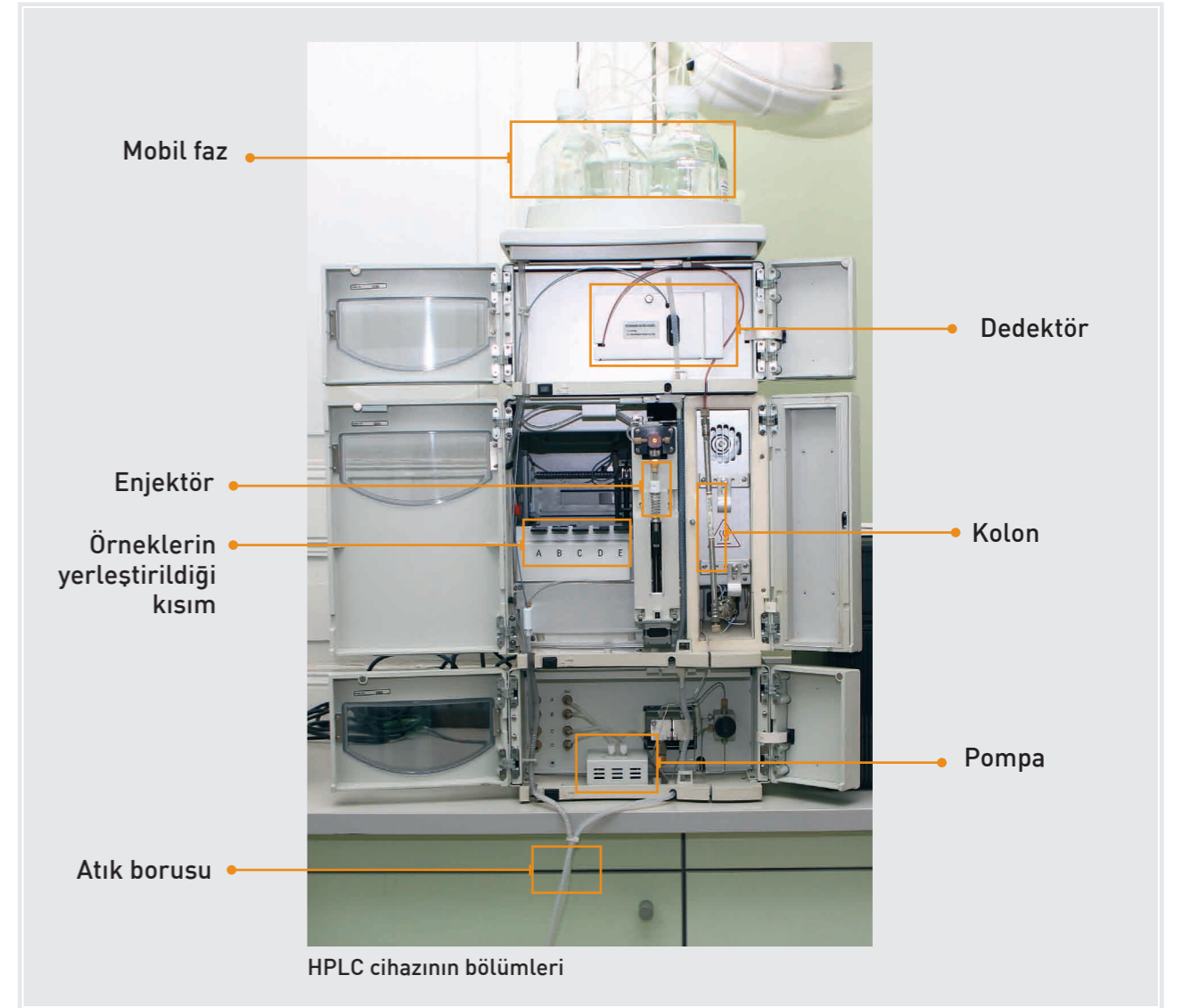
## Kromatografi nedir?

çözme kapasitesine göre, sabit fazın kuruma bölgesine taşıyan hareketli faz ya da mobil faz (mobile phase) bileşenleridir. Mobil fazın içerisinde yer alan bileşenler, sabit faza ait dolgu maddesiyle etkileşimleri sebebiyle, bir miktar tutulurlar. Bu tutulma, örnekteki farklı bileşenler için farklı miktarlarda olur. Böylece bileşenler sabit fazın içinde farklı hızlarda

ilerledikleri için, birbirinden ayrılmış vaziyette, sabit fazı farklı zamanlarda terk ederler. Bu şekilde sabit fazdan çıkan bileşenlerin nitelikleri ve miktarları, HPLC setinde bulunan ek bir cihaz (örneğin UV-Visible Spektroskopisi) ile uygun bir biçimde ölçülür ve zamana veya mobil fazın kullanılan hacmine karşı y-ekseninde işaretlenerek "kromatogram" denilen grafikler elde edilir.



HPLC cihazına örnekler yerleştirilirken.



HPLC cihazının bölümleri

## HPLC Temel Prensipleri ve Tanımları

► **Mobil faz (mobile phase):** Örneğin bileşenlerini, sabit faz (kolon) boyunca taşıyan, çeşitli fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip çözelti veya çözücü karışımlarıdır [1]. Kullanılacak mobil fazın seçiminde, analizi yapılacak örnek madde bileşenlerinin özellikleri, kullanılacak sabit faz ve dedektörün özellikleri vb. birçok parametreye dikkat edilmelidir.

**Sabit faz (stationary phase):** Mobil faz içerisinde gelen örneğe ait bileşenlerin etkileşime girdikleri ve belirli ölçüde

alınmadıkları fazdır. Kromatografi tekniğinin çeşidine göre tasarlanmış ve çok değişik materyallerden çok farklı ölçülerde imal edilmiş ve "kolon" olarak adlandırılmış sabit fazlar mevcuttur. HPLC uygulamalarında kullanılan kolonlar daha çok 100-250 mm uzunluğunda yaklaşık 5 mm iç çapında metalik boru şeklinde olup iç yüzeyleri örneklerle ve mobil fazlarla kimyasal ve fiziksel etkileşimi önleyecek özelliklerde malzemelerle kaplanmıştır.

**Alınma (retention):** Mobil

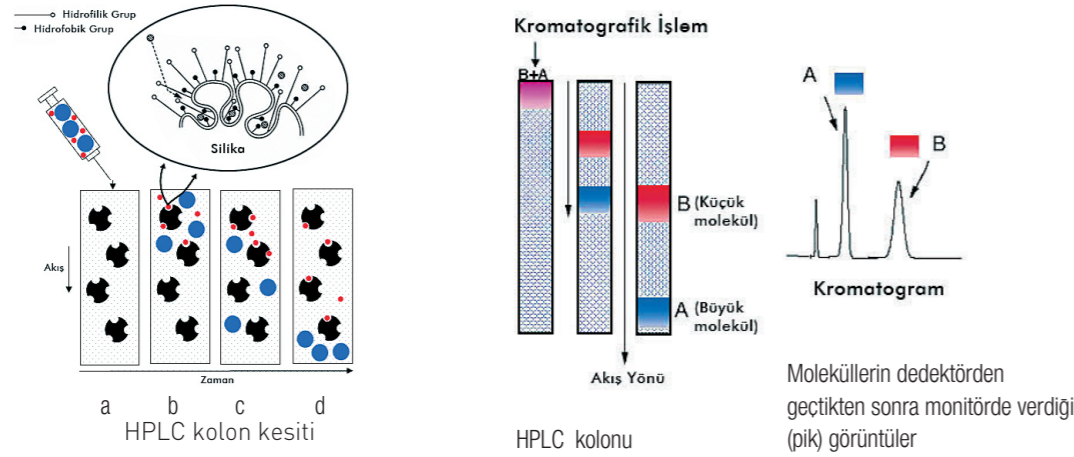
faz içerisinde gelen, analizi yapılacak maddeye ait bileşenlerin sabit faz ile etkileşime girerek belirli oranda tutulması, daha doğrusu yavaşlatılması ve böylece daha geç olarak sabit fazı terk etmesi olayıdır. Bu özellikten yola çıkılarak, belirli sabit analitik koşullar altında, her kimyasal madde için parmak izi niteliği taşıyan alınma zamanı (retention time- $t_R$ ) tanımı türetilmiştir. Bu kavram belirli sabit deneysel koşullarda analizi yapılan maddenin sabit fazı terk etmesi için geçen süreyi göstermektedir.

$t_0$  = kolona ait ölü zaman  
(column dead time)  
 $t_R$  = alıkonma zamanı  
(retention time)  
 $t_R^*$  = net alıkonma zamanı  
(net retention time)  
 $t_R = t_0 + t_R^*$

**Pompa (pump):** Sıvı kromatografisinde, özellikle de HPLC donanımında temel bir bileşendir. HPLC uygulamalarında mobil fazı oluşturan çözücü karışımının, enjektör, kolon ve dedektör içerisinde belirli, sabit veya

değişken bir hızda, belirli basınç altında geçmesini sağlar.

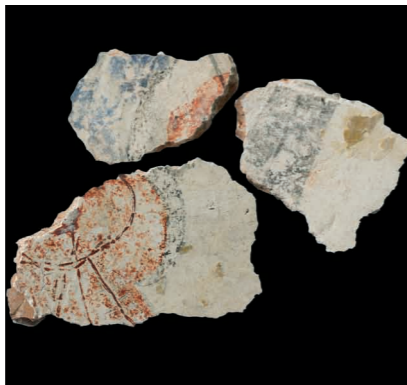
**Dedektör (dedector):** Kolonda ayırımı yapılarak saf hale getirilen maddelerin nitelik ve miktar analizinin yapıldığı HPLC donanımdır.



a. Küçük (kırmızı) ve büyük (mavi) moleküller kolona enjekte edilirler. sabit faz siyah renkte gösterilmiştir.  
b,c. Küçük moleküller kolonda ilerlerken sabit fazın porlarına girerler. Büyük moleküller ise porlara girmeden, çok kısa sürede porlara tutunarak kolonda ilerlerler.  
d. Sonuçta ilk olarak en büyük molekül sonra en küçük molekül kolonda elue (alıkonma) olur.

## Örnek Çalışma: HPLC ile Analiz Aşamaları

Dünya mimarisinin en seçkin eserlerinden biri olan Süleymaniye Camii'nde, tarihinin en kapsamlı restorasyonu gerçekleştirilmektedir. 450 yaşındaki yapının bu zamana kadar geçirmiş olduğu uygulamalar, yapılan çalışmalarla gün yüzüne çıkarılmış olup bu çalışma, onarım uygulamalarına paralel olarak, her gönderilen yeni örnekle devam etmektedir. Eserin tarihsel gelişimine bağlı olarak bulunduğu döneme ışık tutacak, orijinal örneklerin (mevcut orijinal ve onarımlara ait kalem işi, boya ve sağlamlaştırma malzemeleri) içeriklerinin tespiti yapılmış ve başarılı sonuçlar alınmıştır. Analitik teknikler kullanılarak yapılan çalışmalarda malzemelerdeki orijinal maddeler



Süleymaniye Camii'nden alınan kalem işi örneği

ve bunların degradasyon (ayırışma) ürünlerinin (boyar maddeler, bağlayıcılar, yağ asitleri, protein, reçineler vb.) tespiti gerçekleştirilmiştir.

Süleymaniye Camii kubbe kısmından alınmış olan kalem işi örneğini bileşenlerine ayırmak ve safsızlıkları uzaklaştırmak için bir dizi kimyasal işlem (örneğin destile edilmesi, ekstraksiyon, uygun çözücülerle örnek moleküllerinin çözülmesi vb.) yapılmış, tetrahidrofur ve su karışımında seyreltilmiş ve süzülüşlerdir.

Hazırlanan ve HPLC sisteminin örnek odacığına yerleştirilen stok çözelti, cihaz tarafından otomatik bir enjektörle, belirlediğimiz miktarda (10µl) sabit faza verilmiştir.

Sabit basınçta kolon için den geçirilen Metanol:Su (1:1), Asetonitril:0,01 M H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> çözeltisi (2:3) veya Asetonitril:Su (3:1) mobil

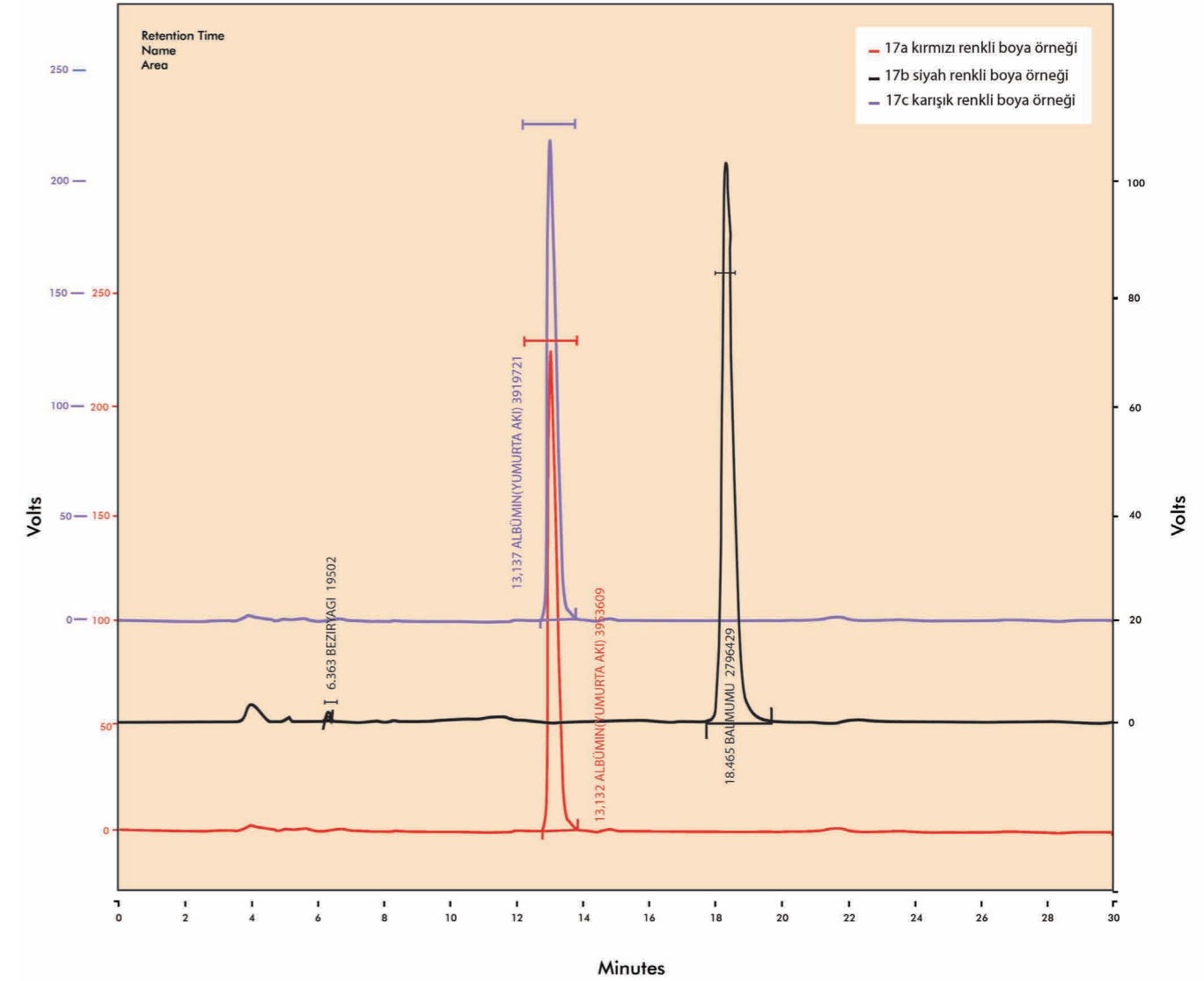
fazları örneğimizin içerisinde bulunan maddeleri değişik hızlarla sürükleyerek birbirlerinden ayırmıştır.

Kolonda ayırma uğrayan madde bileşenleri belirli bir dalga boyunda çalışan dedektör (UV/VIS) tarafından sinyal olarak algılanmış ve bu

yazılımda bileşenlerinin alıkonma zamanına göre kromatogramı olarak alınmıştır. Kromatografik olarak bulunan verilerle tekrarlanabilirliği sağlanan metotla absorpsiyon - alıkonma zamanı arasında gösterilen referans kromatogramı (aşağıda

verilmiştir) ile karşılaştırılmıştır.

Elde edilen kromatogramın analitik teşhis çalışmaları kimya laboratuvarımızda yorumlanarak örneğin içerisinde bulunan bağlayıcının tanımı yapılmış ve ilgili raporla sunulmuştur.



Grafik 1. Örneklerin Metanol: Su (1:1) mobil fazı ile analiz kromatogramları.

**Kırmızı, Siyah ve karışık renkli boya örneklerinin tanımı, analiz sonucu (Grafik 1 ve 2) ve yorumu;**

### ► Tanım:

G-2B kubbesinden alınmış olan açık pembe renkli, 5 mm boyuta kadar tuğla kırıkları, kırıkları ve tek tük siyah çürükler görülebilen, yüzeyinde sırasıyla, beyaz astar tabakası, kırmızı (17a), siyah (17b) ve karışık renkli (c) kalem işi bezemesi bulunan kırılğan sıva örneğidir.

### HPLC Analiz Sonuçları:

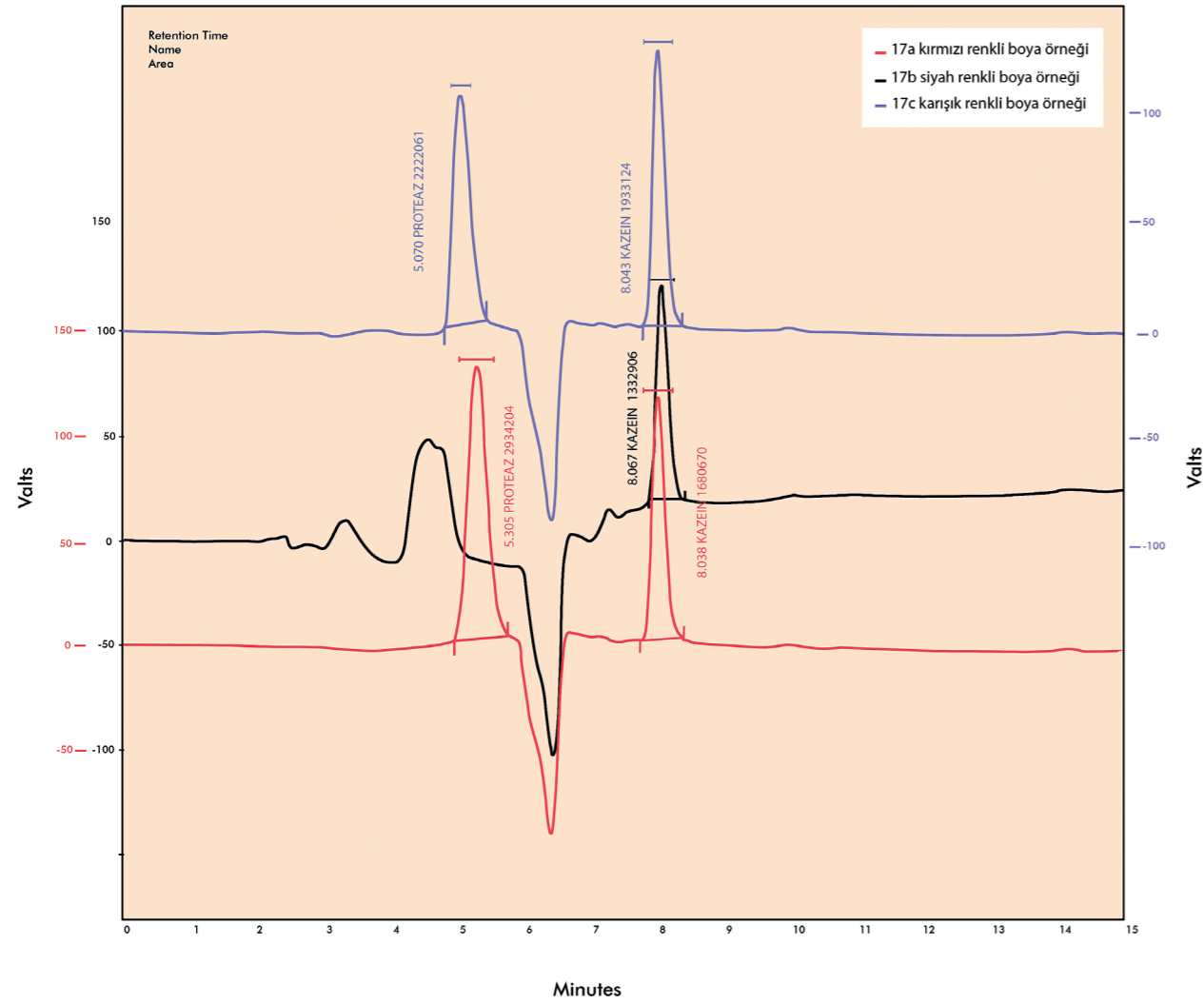
G-2B kubbesinden alınmış olan 17a numaralı kalem işi örneği tabakasındaki kırmızı renkli boyanın kromatogramında organik bağlayıcısının albümin (yumurta akı), proteaz ve kazein olduğu tespit edilmiştir.

G-2B kubbesinden alınmış olan 17b numaralı kalem işi örneği tabakasındaki siyah renkli

boyanın kromatogramında organik bağlayıcısının kazein, bezir yağı ve balmumu olduğu tespit edilmiştir.

G-2B kubbesinden alınmış olan 17c numaralı kalem işi örneği tabakadaki karışık renkli boyanın kromatogramında organik bağlayıcısının albümin (yumurta akı), proteaz ve kazein olduğu tespit edilmiştir.





Grafik 2. Örneklerin Asetonitril:0,01 M H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> çözeltisi (2:3) ve Asetonitril:Su (3:1) mobil fazları ile analiz kromatogramları.

### Analiz Sonuçlarına Göre:

► 2B kubbesinde yapılmış olan ilk (mevcut en eski) kalem işi uygulamasında, renklendirici olarak çeşitli toprak boyaların (kırmızı demir oksit, yeşil malahit pigmentler) kullanıldığı basit spot testlerle tespit edilmiştir. Bu tabakaya ait olan boyalarda kullanılmış olan bağlayıcılar;

a) Siyah renkli boyada bağ-

layıcı olarak bezir yağının kullanıldığı tespit edilmiştir. Bu renkte tespit edilmiş olan kazeinin de kalem işi boyanın yapıldığı zeminden kaynaklandığı (örnekleme esnasında bir miktar zemin malzemesi tozu karışmıştır) anlaşılmıştır.

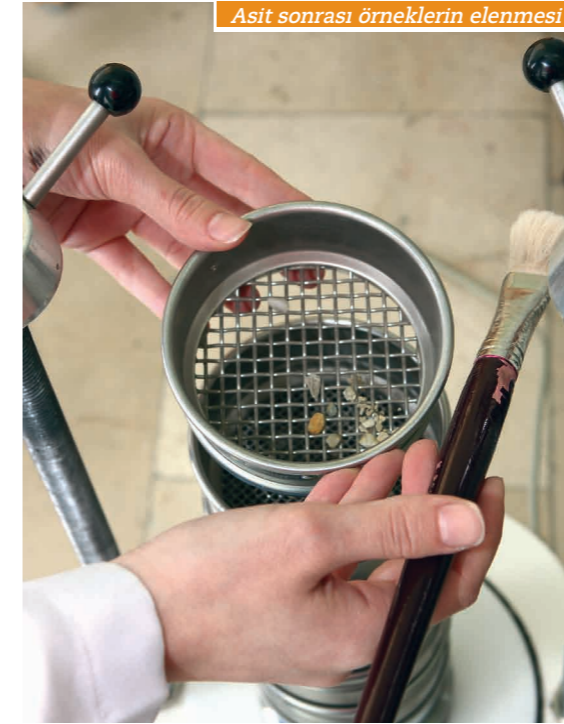
b) Kırmızı ve diğer renkli boyalarda ise bağlayıcı olarak albümin (yumurta akı) ve

balmumu kullanıldığı tespit edilmiştir. Bu boyalarda tespit edilen kazeinin kalem işi boyanın yapıldığı zeminden kaynaklandığı anlaşılmıştır.

c) Üç tabakada da tespit edilmiş diğer bir ürün olan proteaz ise kazein ve albüminin (yumurta akınının) degradasyonu sonucu oluştuğu ve her katmanda kullanıldığı düşünülmektedir.

#### KAYNAKLAR

- [1] EGE ÜNİVERSİTESİ ECZACILIK FAKÜLTESİ ANALİTİK KİMYA ANABİLİMDALI, 2005
- [2] WWW.PROTEIN.IASTATE.EDU.TR/HPLC.HTML
- [3] JAMETHYST LIFE SCIENCE, ANALYTICAL VENTURA OAKS, CA 91320, 1999
- [4] SHISEIDO.CO,BIOANALYTICAL CHEM.,HPLC COLUMN IMG., 2002



Asit sonrası örneklerin elenmesi



Su emme



Kuruma hızı

Asit sonrası agrega boyut dağılımına göre ayrılan numuneler

## Fizikomekanik Laboratuvarı

Eser malzemelerinin,

### A. Fiziksel;

- Agrega Tipi- Boyut Dağılımı
- Agrega / Bağlayıcı Oranı
- Yoğunluk, Özgül Ağırlık
- Gözenek Miktarı- Dağılımı
- Su Emme- Kuruma Hızı
- Kılcallık Katsayısı

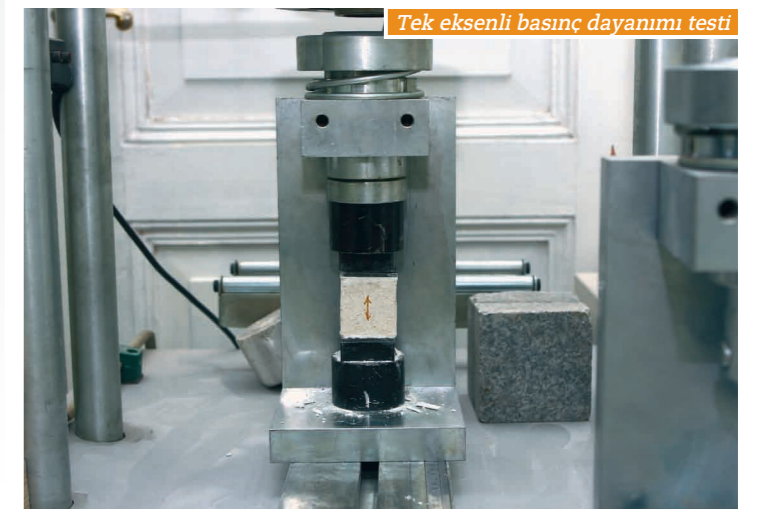
### B. Mekanik;

- Basınç,
- Eğilme,
- Çekme,
- Yapışma dayanımları

Özellikleri araştırılarak, sonuçları değerlendirilir ve konservasyon-restorasyon çalışmaları için proje oluşturmak üzere veriler sağlanır.



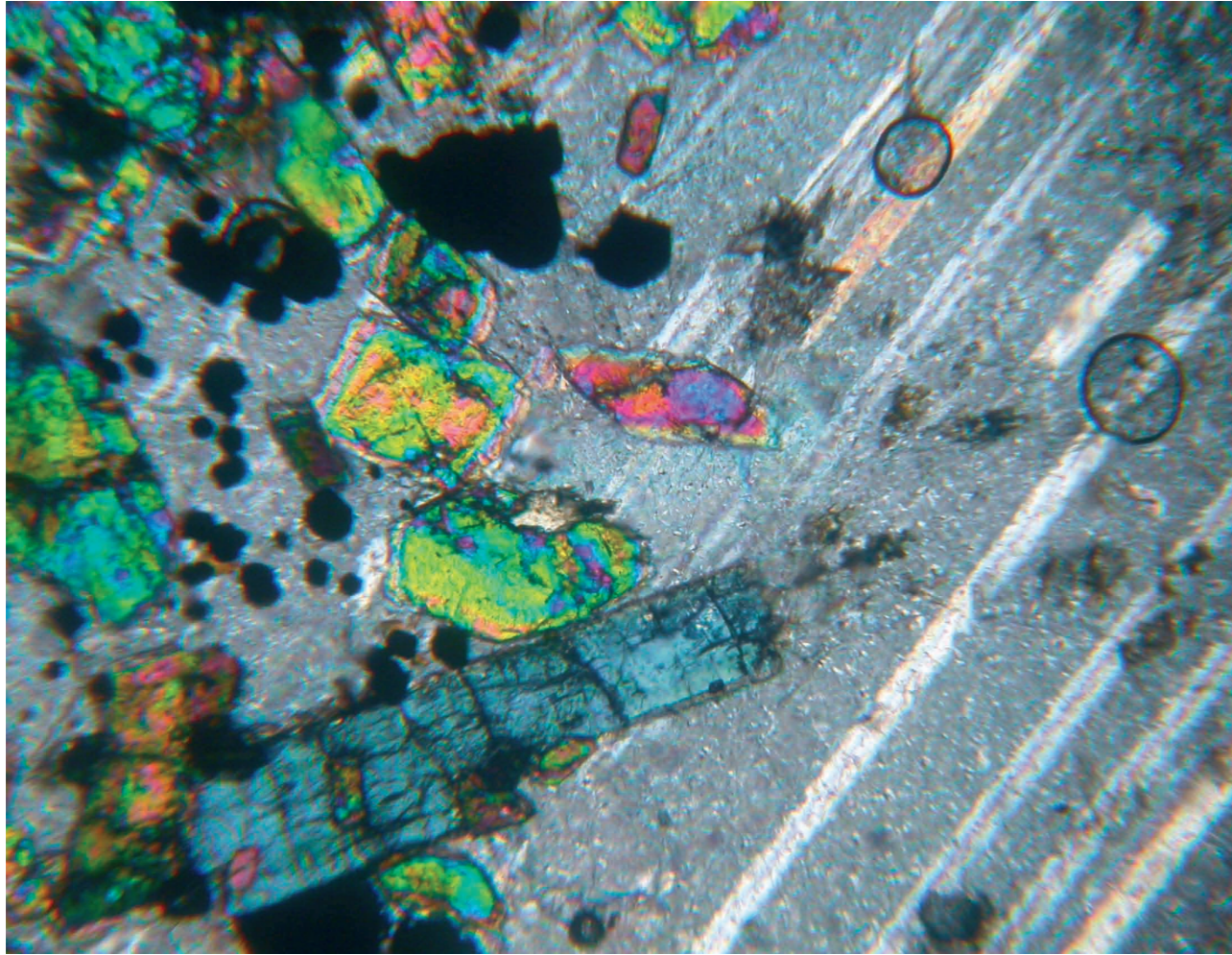
Etüvde kurutulması



Tek eksenli basınç dayanımı testi



# Petrografi Laboratuvarı



## Polarizan Mikroskop ile

- Minerallerin nitelikleri
- Ayrışmaları
- Yeni oluşan mineraller
- Oluşturdukları doku, vb.

özellikleri incelenerek eserin niteliği ve problemleri mikro düzeyde tespit edilir

## Stereo Mikroskop ile

Örnek kesitinin:

- Doku
- Parçacık boyutu
- Tipi ve oranı gibi görünür özellikleri tespit edilir



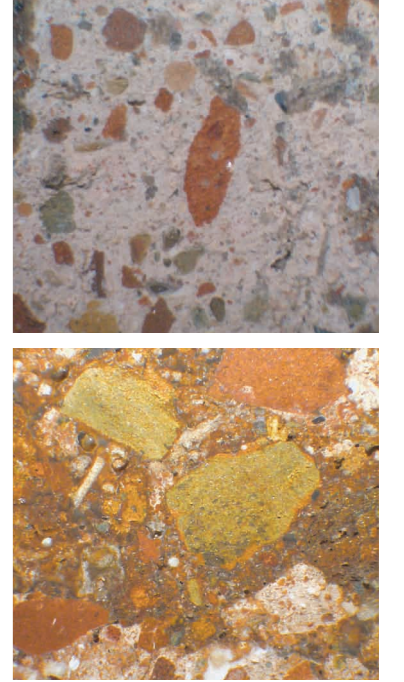
## Petrografik Çalışmalar

**Petrografi Nedir:** Petroloji Yunanca bir kelime olup Taşbilimi demektir. Petrografi ise kayaların mineral içeriğini ve dokusunu detaylı olarak inceler.

Petrografik analizler için stereo ve polarizan mikroskoplar en önemli aletlerdir. Bu çalışmada, örneklerin özel hazırlanmış ince kesitleri kullanılır.



Stereo mikroskopta görüntü analizi



Stereo mikroskopta görüntü analizi

► Laboratuvarımızda her türlü sıva, harç, yapı taşı ve kayaç örneğinin petrografik analizleri yapılmaktadır. Petrografik analiz için getirilen örnekler polarizan mikroskopta, binoküler mikroskopta ve yaş kimya analizleriyle değerlendirilmektedir. Ayrıca ahşap malzemelerin mikroskop altında tanımlamaları yapılmaktadır.

### Kesit Hazırlama Aşaması

Epoksiye gömülerek mikroskopta incelenmek üzere hazırlanan örnekler, bu işlem tamamlandıktan sonra kalıplardan çıkarılarak kesme işlemine tabi tutulur. İnce kesit cihazında kesilen örneklerin lama yapıştırılacak yüzeylerine, parlatma cihazında 4 ayrı diskte zımparalanma ve parlatılma

işlemleri uygulanır. Kesme ve partlatma işleminden sonra lama yapıştırılacak olan parçalar kurutulur. Uygun hale gelmiş olan örnekler kurutulduktan sonra epoksi vasıtasıyla lamlara yapıştırılır. Daha sonra ince kesit cihazında gerekli kesme ve inceltme işlemleri tamamlanır. Örnekler son olarak tekrar parlatma cihazında 4 aşamadan geçirilerek hazırlanır. Nihai olarak gerekli görüldüğü takdirde ince kesit örnekleri aşındırma tozu kullanılarak el ile parlatılır ve mikroskopta inceleme safhasına geçilir.

### Mikroskopta İnceleme Aşaması

Harç, sıva ve kayaç örneklerinin incelemesi öncelikle stereo mikroskopta yapılmaktadır. Stereo mikroskopta örneklerin kalın kesitlerinden, harç ve sıva örneklerinin bağlayıcı-agrega oranları, bağlayıcı fazları, agrega türleri ve şekilleri üzerine yorumlamalar getirilmektedir. Daha sonra örnekler polarizan mikroskopta incelenmek üzere 30 mikron kalınlıkta olacak şekilde tekrar inceltme ve parlatılma aşamalarından geçirilir. Polarizan mik-



roskopta ise örneklerin içerdiği minerallere yönelik daha net tanımlamalar getirilir. Ayrıca kayaç örneklerinin dokusal özellikleri belirlenir ve tüm incelemelerle birlikte değerlendirilerek türüne yönelik tanımlamalar getirilir. Harç ve sıva örneklerinde tane - matriks oranları belirlenerek daha sonraki aşamada kullanılacak malzemenin bileşimine ilişkin yorumlamalara gidilir.





# Ahşap Konservasyon Laboratuvarı



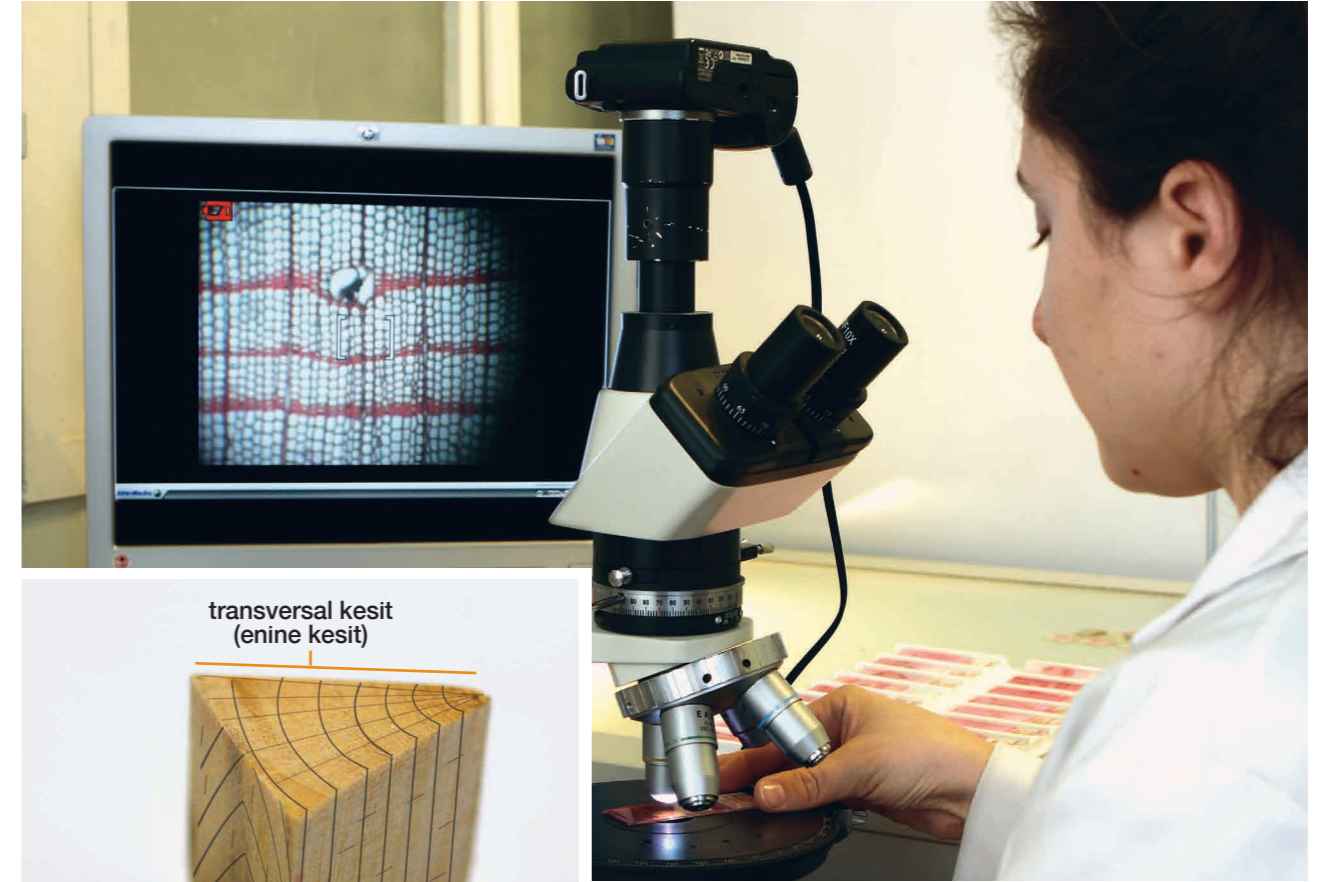
Mikroskop altında ahşap hücreleri ve biyolojik oluşumlar gözlemlenerek, ahşap cinsi ve malzemenin bozulma durumu hakkında bilgi sahibi olunur.

Yapılardan alınan ahşap örnekleri, ilk olarak makroskobik incelemeye alınır. Yapının mümkün olduğu kadar farklı yerlerinden alınan örneklerin, çıplak gözle tanımlamaları yapılır. Malzemenin boyu, rengi, dokusu, anatomik özellikleri ve varsa biyolojik, kimyasal ve fiziksel bozulmaları

gibi görünen özellikleri kaydedilir. Çıplak göz yeterli olmaz ise lup yardımıyla da gözlem yapılır.

Daha sonra mikroskobik özelliklerinin teşhisi için örnekten parça alınır. Alınan bu parça kaynatıldıktan sonra mikrotom adı verilen kesit alma cihazı ile ahşabın 3 farklı yönünden (transver-

sal, tanjansiyal ve radyal) kesitler alınır. Alınan kesitler lam ile lamel arasına tespit elemanı ile birlikte monte edilir ve mikroskop altında incelenir. Mikroskop altında ahşap hücreleri ve biyolojik oluşumlar gözlemlenerek, ahşap cinsi ve malzemenin bozulma durumu hakkında bilgi sahibi olunur.

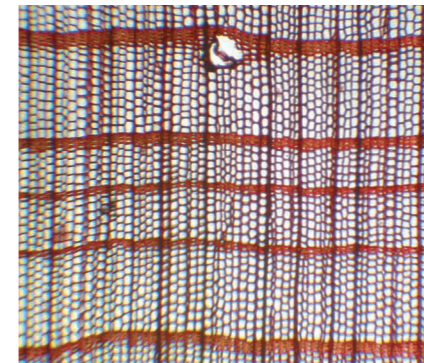


transversal kesit  
(enine kesit)

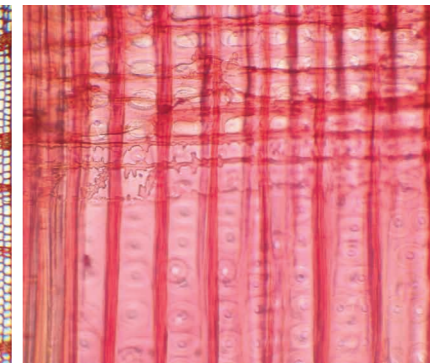


radyal kesit (ışınsal kesit)

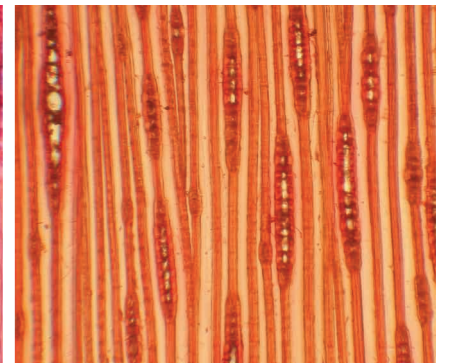
tanjansiyel kesit (teğetsel kesit)



Transversal Kesit -4x-



Radial Kesit -25x-



Tanjansiyel Kesit -10x-

Ahşap örneklerin teşhisinin ardından örneklerin alındığı yapının durumu göz önüne alınarak, çözüm önerileri geliştirilir.



**Analizin Amacı:**

- Ahşap malzemenin, üzerindeki boyanın cinslerini, stratigrafisini (tabakalarını) bağlayıcısının tespitini gerçek-

leştirme ve boya pigmentlerini önermek,

- Ahşap malzemedeki biyolojik bozulmaları, bozulmaların nedenini, temizlik ve

tedavi yöntemlerini belirlemek,

- Ahşap malzemenin anatomik yapısının tayini amacıyla yapılır .

**Kullanılan Ekipman**

- Spot Test Kiti
- İnce Tabaka Kromatografisi
- HPLC
- İnce Kesit Hazırlama Seti (Mikrotom)
- Stereo Mikroskop
- Polarizan Mikroskop

## KUDEB Proje ve Laboratuvar Birimleri



Laboratuvar ve proje birimlerinin (gruplarının) danışman hocalar ile çeşitli konular hakkında yaptıkları değerlendirme toplantıları

► İBB KUDEB birimleri arasında yer alan proje birimimiz eski eser koruma, restorasyon konularında uzman mimar, restoratör ve iç mimarlardan oluşan bir ekiple çalışmalarını devam ettirmektedir. Proje birimi bakım onarım izinleri kapsamında bakım onarım izni almış mülk sahiplerine, kamu kuruluşlarına, KUDEB Ahşap ve Taş Eğitim atölyesi kapsamında yapılan eğitim ve uygulama çalışmalarına çizim ve teknik bilgi desteği ver-

mektedir. İstanbul da bulunan ilçe belediyelerinde faaliyet gösteren İlçe KUDEB personeli için seminer ve eğitim çalışmaları yapmaktadır. Bu kapsamda İl- İlçe KUDEB'lerinde çalışan personel başta olmak üzere diğer ilgililere yardımcı olmak üzere temel yayınları hazırlamaktadır.

Ayrıca KUDEB konservasyon ve malzeme laboratuvarı bünyesinde hazırlanmakta olan raporlar için gerekli çizim ve teknik destek vermektedir. Proje birimimiz KUDEB

bünyesinde yer alan diğer birimlerle koordineli olarak bakım onarım izinleri konusunda da çalışmaktadır. KUDEB kullanımında bulunan iki adet tescilli eski eserin restorasyon projelerini hazırlanmıştır. Proje birimimiz danışman akademisyenlerle birlikte özellikle geleneksel ahşap yapım yöntemiyle yapılmış olan eserlerin projelendirilmesi konusunda standart oluşturabilmek için örnek proje ve uygulama çalışmaları yapmaktadır.