İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

TOPKAPI SARAYI MÜZESİ KOLEKSİYONUNA AİT KA'BE PERDELERİNDEKİ METALİK TELLERİN MODERN YÜZEY ANALİZ TEKNİKLERİYLE İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ
Müh. Gülsu ŞİMŞEK
(521031004)

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 9 Mayıs 2005
Tezin Savunulduğu Tarih : 27 Mayıs 2005

Tez Danışmanı : Prof.Dr. Ali Fuat ÇAKIR
Diğer Jüri Üyeleri Prof.Dr. Mustafa ÜRGEN (İ.T.Ü.)
Doç.Dr. Nurhan CANSEVER (Y.T.Ü.)

MAYIS 2005

ÖNSÖZ

Kültürel miras, geçmişten bugüne ve hatta geleceğe ışık tutan bir araç olup, bilimi, teknolojisi ve sanatıyla toplumları yarınlara taşımaktadır. Toplumlara düşen görev ise, kültürel miraslarını koruyabilmek, onları ölümsüz yapabilmektir. Bu nedenle, sanat tarihçileri, konservatörler, küratörler ve mühendisler bir araya gelerek, kendi kültürel mirasları için ortak bir çalışma içine girmelidirler.

Bu çerçevede, kültürel mirasın bir parçası olan Topkapı Sarayı Müzesi eserlerinden Ka'be perdelerinin ve öte yandan diğer tüm metal işlemeli veya dokumalı tekstil ürünlerinin korunmasına yönelik olarak, metal iplikleriyle ilgili çalışmalar yapılmıştır. Geçmişteki üretim ve kaplama yöntemleri saptanmış ve ne yazık ki yüzyıllar öncesinden kalan numunelerde yoğun bir şekilde korozyon ürünlerine rastlanmıştır. Bu da metalik ipliklerin yer aldığı tekstil ürünün de artık bozunmaya başladığını gösterir. Gerekli önlemler alınmazsa, kültürel mirastan bir eser daha kaybedilecektir.

Metalurji ve Malzeme Mühendisi olarak yetişmemde emekleri olan bütün hocalarıma, yüksek lisans tez danışmanlığımı üstlenen Sayın Hocam Prof. Dr. Ali Fuat ÇAKIR'a, çok değerli Sayın Hocam Prof. Dr. Ayşe Emel GEÇKİNLİ' ye, müsaadeleri ile bu çalışmanın başlamasına olanak sağlayan T.C. Kültür ve Turizm Bakanlığı, Kültür Varlıkları ve Müzeler Genel Müdürlüğü başta olmak üzere Topkapı Sarayı Müzesi Müdürlüğüne, Sayın Dr. Filiz ÇAĞMAN'a, Sayın Doç. Dr. Hülya TEZCAN'a, FE-SEM çalışmaları için Sayın Doç. Dr. Gültekin GÖLLER ve Hüseyin SEZER, ICP çalışmaları için Doç. Dr. Servet TİMUR ve Araş. Gör. İ. Aybars GÜVEN'e ve diğer yardımlarını esirgemeyen araştırma görevlilerine ve teknik elemanlara teşekkür ederim.

Eğitim, öğrenim ve akademik hayatımda beni her konuda destekleyen, bugünlere getiren sevgili anne ve babama, manevi olarak her zaman gücünü içimde hissettiğim, desteğiyle hep yanımda olan Araş. Gör. Deniz TUMAÇ'a en içten teşekkürlerimi sunarım.

Mayıs 2005 Gülsu ŞİMŞEK

İÇİNDEKİLER

KISALTMALAR **v**
TABLO LİSTESİ **vi**
ŞEKİL LİSTESİ **viii**
SEMBOL LİSTESİ **x**
ÖZET **xi**
SUMMARY **xii**

1. GİRİŞ **1**

2. TEKSTİLDE KULLANILAN METALİK İPLİKLER **7**

2.1. Metalik İpliklerin Tarihçesi **7**

2.2. Metalik İpliklerin Sınıflandırılması **9**

2.3. Metalik İplik Malzemeleri **14**

2.4. Metalik İpliklerin Üretimi **20**

2.4.1. Dövme yöntemi 21
2.4.2. Kesme yöntemi 23
2.4.3. Tel çekme yöntemi 23
2.4.4. Sarma yöntemi 26
2.4.5. Metalik ipliklere uygulanan yüzey işlemleri 29
2.4.5.1. Mekanik yöntem: Altın folyo, varak ve toz ile yaldızlama 30
2.4.5.2. Kimyasal yöntem 33
2.4.5.3. Elektrokimyasal yöntem 38
2.4.6. Lameleme yöntemi 39
2.4.7. Fiziksel buhar biriktirme yöntemi 39

2.5. Metalik İpliklerde İpek **40**

2.5.1. İpekböceği türleri 41
2.5.2. İpeğin üretimi 44
2.5.3. İpeğin kimyasal yapısı 45
2.5.4. İpeğin fiziksel ve mekanik özellikleri 48
2.5.6. İpeğin bozunması 50

2.6. Metalik İpliklerin Karakterizasyon Yöntemleri 51

2.6.1. Optik mikroskop 54
2.6.2. Taramalı elektron mikroskobu 54
2.6.3. X- ışınları flüoresansı 60
2.6.4. İkincil iyon kütle spektrometresi 61
2.6.5. X- ışınları foto elektron spektrometresi 62
2.6.6. Auger elektron spektroskopisi 63
2.6.7. Parçacık tesirli X- ışınları emisyonu 63
2.6.8. Rutherford geri saçılım spektrometresi 65
2.6.9. Nötron aktivasyon analizi 65
2.6.10. Atomik absorpsiyon spektrometresi 66
2.6.11. İndüktif eşleşmiş plazma 66
2.6.12. Amino asit analizi 67

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR 69

3.1. TSM' de Bulunan Ka'be Örtüleri 69

3.2. Analiz Malzemeleri 71

3.3. Metalik Tellerin SEM ve EDS Analizi 74

3.3.1. SEM' de yapılan incelemeler 75
3.3.1.1. TSM Envanter No: 24/49, I. Süleyman (Kanuni) 75
3.3.1.2. TSM Envanter No: 24/50, II. Selim (Sarı) 77
3.3.1.3. TSM Envanter No: 24/44, III. Selim 80
3.3.1.4. TSM Envanter No: 24/48, II. Mahmut 82
3.3.1.5. TSM Envanter No: 24/43, Abdülmecit 83
3.3.2. SEM' e bağlı EDS ünitesinde yapılan analizler 84
3.3.2.1. TSM Envanter No: 24/49, I. Süleyman (Kanuni) 84
3.3.2.2. TSM Envanter No: 24/50, II. Selim (Sarı) 86
3.3.2.3. TSM Envanter No: 24/44, III. Selim 88
3.3.2.4. TSM Envanter No: 24/48, II. Mahmut 90
3.3.2.5. TSM Envanter No: 24/43, Abdülmecit 92
3.3.3. SEM ve EDS ile metalik tellerde korozyon ürünleri analizi 95

3.4. Metalik Tellerin ICP ve AAS ile Yaş Analizi 99

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA 101

KAYNAKLAR 103

ÖZGEÇMİŞ 110

KISALTMALAR

FBB	: Fiziksel Buhar Biriktirme
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
EDS	: Enerji Dağılımı – X Işınları Mikro Analizi
AES	: Auger Elektron Spektrometresi
XPS	: X- Işınları Foto Elektron Spektrometresi
XRF	: X- Işınları Flüoresansı
PIXE	: Parçacık Tesirli X- Işınları Emisyonu
NAA	: Nötron Aktivasyon Analizi
PET	: Poli Etilen Tereftalat
WDS	: Dalga Boyu Dağılımlı Mikro Analiz
AAS	: Atomik Absorpsiyon Spektrofotometresi
ICP	: İndüktif Eşleşmiş Plazma
SIMS	: İkincil İyon Kütle Spektrometresi
RBS	: Rutherford Geri Saçılım Spektrometresi
OM	: Optik Mikroskop
RP-HPLC	: Ters Faz-Yüksek Basınç Sıvı Kromatografi
TSM	: Topkapı Sarayı Müzesi
FESEM	: Alan Emisyonlu - Taramalı Elektron Mikroskobu

TABLO LİSTESİ

		Sayfa No
Tablo 2.1.	Metalik ipliklere ait beş kategori …….....	11
Tablo 2.2.	Metalik ipliklerin sınıflandırılmasında **IV** numaralı kategoriye ait numunelerde incelenecek özellikler	13
Tablo 2.3.	Metalik ipliklerin sınıflandırılmasında **V** numaralı kategoriye ait numunelerde incelenecek özellikler	14
Tablo 2.4.	*Bombyx Mori* ye ait, fibroinde ve serisinde bulunan amino asit miktarı (kalıntılar/1000 g fiberli protein)	47
Tablo 3.1.	JSM 7000-F JEOL – FESEM OXFORD INSTR. – EDS ünitesiyle, 30 kV, x4500, 200s veri ile yapılan kırık yüzey analizi	84
Tablo 3.2.	JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 20 kV, x10000, 3200 veri ile yapılan yüzey analizi	85
Tablo 3.3.	JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x3500, 3200 veri ile kaplamanın iç yüzey analizi	85
Tablo 3.4.	JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x3500, 3200 veri ile kaplamanın dış yüzey analizi	86
Tablo 3.5.	JSM 7000-F JEOL – FESEM OXFORD INSTR. – EDS ünitesiyle, 30 kV, x4500, 200s veri ile yapılan kırık yüzey analizi.	86
Tablo 3.6.	JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 20 kV, x10000, 3200 veri ile yapılan yüzey analizi	87
Tablo 3.7.	JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x3500, 3200 veri ile kaplama iç ve dış yüzey analizleri	88
Tablo 3.8.	JSM 7000-F JEOL – FESEM OXFORD INSTR. – EDS ünitesiyle, 30 kV, x4500, 200s veri ile yapılan kırık yüzey analizi.	88
Tablo 3.9.	JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 20 kV, x1000, 3200 veri ile yapılan analiz sonucu	89
Tablo 3.10.	JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 Kv, x20000, 3200 veri ile kaplama iç ve dış yüzey analizi	89
Tablo 3.11.	JSM 7000-F JEOL – FESEM OXFORD INSTR. – EDS ünitesiyle, 30 kV, x4500, 200s veri ile yapılan kırık yüzey analizi.	90
Tablo 3.12.	JSM – 5410 FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 20 kV, x1000, 3200 veri ile yapılan yüzey analizi	91
Tablo 3.13.	JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x20000, 3200 veri ile kaplama yüzeyi analizi ...	91
Tablo 3.14.	JSM 7000-F JEOL – FESEM OXFORD INSTR. – EDS ünitesiyle, 30 kV, x4500, 200s veri ile altın kaplamasız tele ait kırık yüzey analizi	92

Tablo 3.15. JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 20 kV, x1000, 3200 veri ile yapılan yüzey analizi 92
Tablo 3.16. JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 20 kV, x1000, 3200 veri ile yapılan yüzey analizi 92
Tablo 3.17. JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x200000, 3200 veri ile Şekil 3.37'deki sol üstte yer alan fotoğraftan analiz 97
Tablo 3.18. JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x200000, 3200 veri ile Şekil 3.37'deki sağ üstte yer alan fotoğraftan analiz 97
Tablo 3.19. JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x200000, 3200 veri ile Şekil 3.37'deki sağ altta yer alan fotoğraftan analiz 98
Tablo 3.20. JSM 7000-F JEOL – FESEM OXFORD INSTR. – EDS ünitesiyle, 30 kV, x4500, 200s ile Şekil 3.37'deki sol altta yer alan fotoğraftan analiz 98
Tablo 3.21. AAS ve ICP ile analiz edilen gümüş tellerin bileşimi 100
Tablo 3.22. AAS ve ICP ile analiz edilen altın kaplamanın bileşimi 100
Tablo 4.1. Beş adet Ka'be perdesindeki metalik tellerin analizi sonucunda elde edilen veriler 101

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 1.1 : Altın tellerle işlenmiş elbisesiyle Kraliçe I. Elizabet 4
Şekil 2.1 : Metalik ipliklerin şematik olarak gösterilmesi 10
Şekil 2.2 : Membran şeridiyle işlenmiş bir tekstil numunesi 12
Şekil 2.3 : Altın (Au) – Gümüş (Ag) denge diyagramı 17
Şekil 2.4 : Gümüş (Ag) – Bakır (Cu) denge diyagramı 18
Şekil 2.5 : Küpelasyon işleminin temsili şekli 22
Şekil 2.6 : Tel çekme işlemi için kullanılan çekme tezgahının ilk örneği 24
Şekil 2.7 : XVI. yüzyılda tel çekme işlemi için kurulan düzenek 25
Şekil 2.8 : Altın tel saran bir usta 27
Şekil 2.9 : Eğirme yönünün S veya Z formunda temsili gösterimi 27
Şekil 2.10 : Mattsson'un sınıflandırmasına göre sırma çeşitleri 28
Şekil 2.11 : Altın varaklı kutsal eşya sandığı 30
Şekil 2.12 : Altın (Au) – Bakır (Cu) denge diyagramı 33
Şekil 2.13 : Au – Hg denge diyagramı 36
Şekil 2.14 : Ag – Hg denge diyagramı 37
Şekil 2.15 : Cu – Hg denge diyagramı 38
Şekil 2.16 : Dut yaprağıyla beslenen, Bombyx Mori soyundan gelen evcil ipekböceği 41
Şekil 2.17 : İpek bükümü 43
Şekil 2.18 : Vahşi, evcil ipek fiberine ait uzunlamasına görüntü 43
Şekil 2.19 : Vahşi, evcil ipek fiberine ait kesit alan görüntüsü 44
Şekil 2.20 : Fibroinin kısmi yapısı 46
Şekil 2.21 : Fibroin filamanının yapısı 49
Şekil 2.22 : İpek yapılarının şematik gösterimi 49
Şekil 2.23 : İncelenen numuneye ait kimlik kartı 53
Şekil 2.24 : Pratik metalik iplik analizi için şema 55
Şekil 2.25 : Elektron demeti ve numune arasındaki etkileşim 56
Şekil 3.1 : H. 950 / M. 1543 tarihli Kanuni perdesinin temsili geometrik gösterimi 70
Şekil 3.2 : TSM 24/49, Sultan Süleyman'a ait Ka'be perdesi 71
Şekil 3.3 : TSM 24/50, II. Selim'e ait Ka'be perdesi 72
Şekil 3.4 : TSM 24/44, III. Selim'e ait Ka'be perdesi 72
Şekil 3.5 : TSM 24/48, II. Mahmut'a ait Ka'be perdesi 73
Şekil 3.6 : TSM 24/43, Abdülmecit'e ait Ka'be perdesi 74
Şekil 3.7 : I. Süleyman'a ait Ka'be perdesi teli (JSM 7000-F JEOL FESEM) 75
Şekil 3.8 : I. Süleyman'a ait Ka'be perdesi telindeki Ag_2S kristalleri 76
Şekil 3.9 : I. Süleyman'a ait Ka'be perdesindeki bir başka tel görüntüsü 76
Şekil 3.10 : I. Süleyman'a ait Ka'be perdesindeki telin altın kaplaması 77
Şekil 3.11 : II. Selim'e ait Ka'be perdesi teli (JSM 7000-F JEOL – FESEM) 78

Şekil 3.12 : II. Selim'e ait Kâ-be perdesi telindeki Ag_2S kristalleri 78
Şekil 3.13 : II. Selim'e ait Ka'be perdesinden alınan bir başka tel örneği 79
Şekil 3.14 : II. Selim'e ait Ka'be perdesindeki telin altın kaplaması 80
Şekil 3.15 : III. Selim'e ait Ka'be perdesi teli 81
Şekil 3.16 : III. Selim'e ait Ka'be perdesinin altın kaplaması 81
Şekil 3.17 : II Mahmut' a ait Ka'be perdesi teli 82
Şekil 3.18 : II. Mahmut'a ait Ka'be perdesindeki telin altı kaplaması 82
Şekil 3.19 : Abdülmecide ait kaplamalı, Ka'be perdesi teli 83
Şekil 3.20 : Abdülmecide ait kaplamasız, Ka'be perdesi teli 84
Şekil 3.21 : JSM 7000-F JEOL – FESEM ile kırık yüzeyin fotoğraflanması .. 84
Şekil 3.22 : JSM 7000-F JEOL – FESEM ile yüzeyin fotoğraflanması 85
Şekil 3.23 : JSM – 5410 JEOL ile kaplama yüzeyinin fotoğraflanması 85
Şekil 3.24 : JSM – 5410 JEOL ile kaplama yüzeyinin diğer bir fotoğrafı 86
Şekil 3.25 : JSM 7000-F JEOL – FESEM ile kırık yüzeyin fotoğraflanması .. 86
Şekil 3.26 : JSM 7000-F JEOL – FESEM ile yüzeyin fotoğraflanması 87
Şekil 3.27 : JSM – 5410 JEOL ile kaplama yüzeyinin fotoğraflanması 87
Şekil 3.28 : JSM 7000-F JEOL – FESEM ile kırık yüzeyin fotoğraflanması .. 88
Şekil 3.29 : JSM 7000-F JEOL – FESEM ile yüzeyin fotoğraflanması 88
Şekil 3.30 : JSM – 5410 JEOL ile kaplama yüzeyinin fotoğraflanması 90
Şekil 3.31 : JSM 7000-F JEOL ile kırık yüzeyin fotoğraflanması 90
Şekil 3.32 : JSM – 5410 JEOL ve JSM 7000-F JEOL ile yüzeyin fotoğraflanması 90
Şekil 3.33 : JSM – 5410 JEOL ile kaplama yüzeyinin fotoğraflanması 91
Şekil 3.34 : JSM 7000-F JEOL – FESEM ile kırık yüzeyin fotoğraflanması ... 92
Şekil 3.35 : JSM – 5410 JEOL ile kaplamasız telin yüzeyinin fotoğraflanması..... 92
Şekil 3.36 : JSM 7000-F JEOL – FESEM ile kaplamalı telin yüzeyinin fotoğraflanması 93
Şekil 3.37 : 24/49 envanter numaralı numunenin kaplama kalınlığı = 3.35 mikron 93
Şekil 3.38 : 24/50 envanter numaralı numunenin kaplama kalınlığı = 2.30 mikron 94
Şekil 3.39 : 24/44 envanter numaralı numunenin kaplama kalınlığı = 2.03 mikron 94
Şekil 3.40 : 24/48 envanter numaralı numunenin kaplama kalınlığı = 0.90 mikron 95
Şekil 3.41 : 24/49 envanter numaralı, 1. Süleyman'a ait Ka'be perdesindeki gümüş tellerdeki korozyon ürünleri 97
Şekil 3.42 : 24/49 envanter numaralı, 1. Süleyman'a ait Ka'be perdesinde yer alan gümüş telin kesidinde oluşan korozyon ürünü 98

SEMBOL LİSTESİ

pH	**:** Asitlik derecesi
M	**:** Metal
M^{+z}	**:** +z değerlikli metal iyonu
é	**:** Elektron
V	**:** Hacim
ρ	**:** Yoğunluk

TOPKAPI SARAYI MÜZESİ KOLEKSİYONUNA AİT KA'BE PERDELERİNDEKİ METALİK TELLERİN MODERN YÜZEY ANALİZ TEKNİKLERİYLE İNCELENMESİ

ÖZET

Bu Yüksek Lisans Tez Çalışması'nda, Topkapı Sarayı Müzesi Koleksiyonunda bulunan, 16. – 19. yüzyıl arasındaki döneme ait Kâ-be perdelerinden 5 adedindeki (envanterde 24/43, 24/44, 24/48, 24/49 ve 24/50 referanslarıyla kayıtlı) işlemelerde kullanılan metalik tellerin metalurjik olarak karakterizasyonu ile ilgili çalışmalar yapılmıştır. Karakterizasyon çalışmalarında Optik Mikroskop (OM), Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu (FE-SEM) ve buna bağlı kimyasal analiz ünitesi Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) ile yine kimyasal analiz için Endüktif Eşleşmiş Plazma (ICP) ve Atomik Absorpsiyon Spektrofotometre (AAS) cihazları kullanılmıştır. Analizler sonucunda, tel ve telin kaplama malzemesinin morfolojileri, kalınlıkları ve üretim yöntemleri saptanmış, kimyasal bileşim analizi yapılarak kaplama ve tel malzemesi belirlenmiştir. Ayrıca yüzeyde korozyon ürünlerinin de oluştuğu gözlenmiş ve yine onların da kimyasal bileşim analizleri yapılarak nasıl korozyona uğradıkları tespit edilmiştir.

THE CHARACTERIZATION OF METALLIC WIRES USED IN KAABA CURTAINS RELATING TO TOPKAPI PALACE MUSEUM COLLECTION WITH MODERN SURFACE ANALYTICAL TECHNIQUES

SUMMARY

In this Master Thesis, an integrated analytical approach on the metal wires of five Kaaba curtains (whom inventory numbers are 24/43, 24/44, 24/48, 24/49 and 24/50) which were weaved in the 16th and 19th centuries and still exhibited in Topkapi Palace Museum is presented. The characterizations have been carried out by using metallographic methods such as Optical Microscope (OM) and modern surface analytical methods such as Scanning Electron Microscopy + Energy Dispersive Spectrometry (SEM + EDS), Field Emission Gun – SEM with X-Rays apparatus. Inductively Coupled Plasma and Atomic Absorption Spectrometer are also used to determine the chemical composition of both wire and coating. At the end of analyses, the morphologies, thicknesses, production methods of wires and coating materials are determined and chemical composition analysis are realized. Corrosion products on the surface are distinguished and the reasons of the corrosion phenomenon are designated by analyzing their chemical composition.

1. GİRİŞ

Altın süslemeler, ilk olarak, eski Mısırlılar tarafından İ.Ö. 2400 lü yıllarda kullanılmıştır. İpekli kimi zaman da keten veya pamuklu kumaşların dokumasında atkı veya süslemelerinde işleme ipliği olarak kullanılan metalik iplikler bu kumaşların ihtişamını daha da arttırırlar. [1]. Bu süslemelere ait kalıntılar ise, Taş Devri'nden kalma Mısır türbelerinde bulunmuştur. Ne yazık ki, geçmişten gelen kaynaklarda altın işine ait hiçbir bilgi veya resim bulunmamaktadır. Bu yüzden, geçmişe ait mücevherler analiz edilerek bir takım saptamalarda bulunulabilir. Örneğin, Kıbrıs Adası'ndan elde edilen verilerden, tel çekme işleminin İ.Ö. 1350 yılında adada yapılıyor olduğu anlaşılmıştır. Filigran, bir başka deyişle telkari işi, gümüş ve altının ince teller haline getirilmesi ve sonra bu iki telin örülmesiyle yapılır. Sadece örgü yöntemi kullanılabileceği gibi bunun üzerine granül olarak da telkari süslemesi yapılabilir. Granül tekniği, gümüş ve altın tellerin birbirleriyle örüldükten sonra yine gümüş ve altından oluşan ufak toplar ve yassı pullarla lehimlenerek süslenmesi işlemidir. [2–4]. İpeğin ilk olarak Çin' de keşfedilmesi gibi metalik ipliklerin kullanımı da yine ilk olarak Çin'de olmuştur. Bu da dokuma tezgahının keşfine yani yaklaşık İ.Ö. 3000 yıl öncesine dayanır [2]. İngiliz tarihçisi Higgins (1993) metalik ipliklerin ipeğe işlenebildiği gibi, keten, pamuk ve yün dokumalara da işlenebildiğini söyler. Tekstil dokumalarında altının kullanılmasına yönelik ilk resmi bilgi Tevrat'tan edinilebilir. Burada Aaron'un giysisinin nasıl yapıldığı tarif edilmektedir [6,7].

> "Efodun Yapımı (ÇIK. 28:6-14)
>
> Efodu altın sırmayla, lacivert, mor, kırmızı iplikle,
>
> özenle dokunmuş ince ketenden yaptılar.
>
> Altını ince tabakalar halinde dövüp lacivert, mor, kırmızı
>
> iplik ve ince keten arasına ustaca işlemek için
>
> tel tel kestiler.

Efodun iki köşesine tutturulmuş

omuzluklar yaparak birleştirdiler.

Efodun üzerindeki ustaca dokunmuş şerit

efodun bir parçası gibi altın sırmayla

lacivert, mor, kırmızı iplikle, özenle dokunmuş ince ketendendi.

Tıpkı RAB'bin Musa'ya buyurduğu gibiydi. "

Old Testament, Exodus, 39: 2-3 [8]

Çin' de kullanılan metalik iplikler, ipekböcekçiliğiyle birlikte Batı'ya doğru yayılmaya başlar. Yunanlılar, Romalılar ve Bizanslılar'dan sonra, Persliler de tekstil ürünlerinde altın ve gümüş ipliklerden yararlanmışlardır. Persliler, işleme olarak, ipek çekirdeği etrafına sarılı, çok ince olarak haddelenmiş metalik şeritleri kullanırlardı [2]. Çözgüsü ve atkısı tümüyle gümüş veya altın olan bu ipekli dokumaya brokar denir [3].

M.S. 700 lü yıllarda, Mısırlılar ketenlerde kumaş atkısı olarak düşük saflıkta altın teller ve kenar işlemesi olarak ince şeritler veya örgüler kullanmışlardır. Mısır, bir ithalat ülkesi olduğundan altın da diğer hammaddeler gibi dışarıdan özellikle Nubya'dan getiriliyordu [2].

İpeğin ve altının kolay elde edilebilmesi nedeniyle, Bizanslı bir usta, 11. yüzyılda, yeni bir metalik şerit keşfeder. Altın membran veya Kıbrıs altını olarak adlandırılan şerit, ipek çekirdeği etrafına sarılı, sadece bir yüzü altın yaldızlı hayvan membranından oluşmaktadır. Brenni, yaptığı araştırmalar sırasında (1930) tek yüzü yaldızlı, hayvansal yapıdaki şeritlerin ipeğe değil çok ince keten etrafına sarıldığını gözlemler. Ayrıca, bunların başta pul formunda şeritler veya bantlar olarak kullanıldığını, ancak daha sonra çekirdek etrafına sarıldığını söyler. Doğu'dan gelen bu altın membranlar İtalya'da kullanılmıştır [2].

Yazılı kaynaklarda membran altınlarıyla ilgili Çin merkezli olup, Japonya'da kullanılmış olan Papirüs altınlarının yerine üretildiklerine dair söylentiler mevcuttur. Burada hayvansı maddeler değil (hayvan bağırsağı, deri v.b.) taban malzemesi olarak kağıt kullanılır. Altın yaldızlı kağıt tabakalarından ince şeritler kesilir ve kesilen şeritler keten veya kenevirden oluşan çekirdek etrafına sarılırlar. Papirüs altınları, Avrupa'ya, Romalılar zamanında ipekböcekçiliği başlamadan çok önce yayılmıştır.

Arap ülkelerinde de 14. yüzyıla kadar kullanılmış olan Papirüs altın şeritleri, 15. yüzyıldan itibaren yerini Membran altınlarına bırakmıştır [2].

16. yüzyıldan itibaren, Avrupa' da yeniden tümü ile metalik teller gündeme gelmiş, kullanılan malzeme olarak da, altın yaldızlı gümüş, gümüş veya altın benzeri çeşitli metal kombinasyonları seçilmiştir [10]. Örnek olarak Şekil 1'de, 16. yüzyılda bilinmeyen bir ressam tarafından yapılmış olan I. Elizabet'in portresinde, giymiş olduğu altın iplikli ipek elbise görülebilir. Bu yüzden ipek için tekstilin kraliçesi denilir.

Osmanlılarda ise dokumacılık, 15. yüzyıldan itibaren, İran'dan ithal edilen ham ipeğin ticaret ve sanayi merkezi haline dönüşen Bursa'da gelişmeye başlar. 1587 yılında ipek ithalatı sona erer ve Bursa'da koza üretimine başlanır [11]. Bunun sonucunda, Türk İşleme Sanatı doğar. Dr. Nevber Demirbağ Gürsu (1993), işlemeleri ev, çarşı ve saray işlemeleri olmak üzere üç gruba ayırır. Ev işlemeleri her kesimden insan tarafından yapılabilirken çarşı işlemeleri çeşitlerine göre, farklı dallarda örgütlenmiş zanaatkârlar tarafından yapılıyordu. Kazzazlar ibrişim, sırma, harç gibi işleme malzemelerini, baskıcılar süs desenlerini, mukavva kesicileri ise kabarık simli işlemeleri hazırlarlar. Bunlar, daha çok yün, saten, kadife, deri gibi tekstil malzemeleri üzerinde gümüş ve altın alaşımlı tel kullanılan işlemelerdir. Saray işlemeleri ise çok daha ihtişamlı olup, sultan yakınlarını ve devlet erkânının ihtiyacını karşılamak maksadıyla üretilirler. Bu işlemeler, ilhamlarını saraya ait dokuma kumaşlarından alırlar. Çok pahalıya mal olan kumaşların desenlerinin işlemelere aktarılması, dokunması kadar zor olmuyordu. Çünkü dokuma sanatı için iyi bir teşkilata ihtiyaç duyulurken, işlemeler için ise sadece maharetli eller yeterlidir [12].

19. yüzyılın sonlarından itibaren metalik ipliklerle işli tekstil ürünlerine bakıldığında, işlemelerde, dokumalarda ve diğer dekorasyon işlerinde (saçaklar, danteller, sırmakeşler, v.b.) daha ucuz iplikler kullanılmaya başlandığı görülür. Ekonomik olmaları nedeniyle, eskiye nazaran metalik ipliklerin tekstil ürünlerindeki kullanımı oldukça artar [13]. 1930' ların başında "Cellometal" adı verilen lamine metalik iplikler, deri/altın veya membran/altın tellerin bir imitasyonu olarak işlemelerde yerlerini almışlardır. Ucuz malzemeler kullanıldığı için ipliklerin kullanımı yaygınlaşırken, öte yandan kalite de düşmeye başlar [10].

Tarih boyu tekstilde kullanılan metalik veya metal kaplanmış organik malzemeden üretilen ipliklerin analizine yönelik çalışmalar ilk olarak geçen yüzyılda başlamıştır.



Şekil 1.1: Altın tellerle işlenmiş elbisesiyle Kraliçe I. Elizabet (Bilinmeyen bir sanatçı tarafından yağlı boya, 16. yüzyıl, National Portrait Galerisi, Londra) [6].

Bu çalışmalarda hem fiziksel hem de kimyasal metotlar kullanılır. Esas olarak 1970lerin sonlarına doğru ipliklerle ilgili araştırmalarda büyük bir patlama olmuş ve bunun sonucunda çeşitli yayınlarda, müze kataloglarında metalik ipliklerin boyutuna, kimyasal bileşimine ve türüne dair daha fazla bilgi yayınlanır olmuştur. Bu araştırmaların artmasının nedeni ise, ilerleyen teknolojiyle birlikte hasarsız analiz yapabilen yeni yöntem ve cihazların üretilmesi ve bunların kullanılmaya başlanmasıdır [13].

İncelemeler, önce optik mikroskopta ipliğin türü ve boyutunun ölçümü ile yapılırken günümüzde taramalı elektron mikroskobu (scanning electron microscope – SEM) ile bu incelemeler daha da hassas yapılabilmekte ve aynı zamanda metallerin ve kaplamaların bileşimleri de Enerji Dağılımı – X ışınları Mikro Analizi (energy-dispersive X-ray micro analysis – EDS), Auger elektron (Auger electron spectroscopy – AES) ve X ışınları foto elektron spektrometresi (X-ray photoelectron spectroscopy – XPS) teknikleri gibi tahribatsız veya tahribatlı olarak en gelişmiş yöntemlerle tesbit edilebilmektedir [13]. SEM' de çekirdek malzemesi ve çekirdeğe sarılı metalik malzeme hakkında çeşitli bilgiler elde edilir. Bunlar, çekirdek fiberinin rengi, çekirdeğin ve metalik şeridin sargı yönü (S veya Z), sargının gevşekliği veya sıkılığı, çekirdeğin ve metalik şeridin fiziksel durumu gibi bilgilerdir [14]. Bu yöntemle elde edilecek en önemli bilgi bir çekirdek etrafına sarılı metalik şeridin hangi yöntemle üretildiğidir. Şeridin kenar düzgünlüğü, o ipliğin kesme mi yoksa haddeleme yöntemiyle mi üretildiğini gösterir. Yuvarlak hatlar haddeleme işlemini, düzgün olmayan, girintili çıkıntılı kenar hatları ise kesme işlemini işaret eder [15].

Bir başka yöntem olan X ışınları flüoresansı (X-ray fluorescence – XRF) ile hem kaplama kalınlığı ölçülebilir hem de kaplamanın kimyasal bileşimi belirlenebilir [16].

Öte yandan çekirdek malzemesi olan ipek de çeşitli analiz yöntemleri kullanılarak karakterize edilir. Optik mikroskopta, yabani ve evcil, zamklı (serisinli) ve zamksız (serisinsiz) ipek ayırt edilebilir [17, 18]. Amino asit analiziyle ise, ipek türlerinin kimyasal yapısı, ipeğin zamklı mı, zamksız mı olduğu, dış etkenler nedeniyle ipeğin bozunması sonucu amino asit miktarlarındaki değişimler gibi çeşitli veriler elde edilebilir [19]. Parçacık tesirli X- ışınları emisyonu (Proton induced x-ray emission – PIXE) hem metalik ipliklerin hem de ipeğin analizinde kullanılır. Bu yöntemle kalıntı elementler tespit edilir, vahşi ve evcil ipek arasında fibroinin içerdiği

elementler açısından bir karşılaştırma yapılabilir. Tahribatsız bir yöntem olan nötron aktivasyon analizi de (neutron activation analysis – NAA) eser elementlerin tespitinde kullanılabilir. Yöntemin hassasiyeti, ekonomik olması, hızlılığı ve kolaylığı diğer tekniklere göre tercih edilmesini sağlar [20, 21].

Geçmişten günümüze kadar gelebilmiş olan bu dokumaların korunması da çok önemli bir konudur. Geçmişin bir parçası olan bu sanat eserlerini geleceğe taşımak da yine toplumun elindedir. Serda Kantarcıoğlu, arkeolojik tekstillerin konservasyonuyla ilgili yaptığı çalışmada, ortam koşullarına dikkat edilmesi gerektiğini söyler (1991). Tekstillerin korunması için %45–65 civarında bağıl nem ve ılık bir oda ısısına ihtiyaç vardır [22]. Amaç, bu eserlerin ömrünü mümkün olduğu kadar uzatabilmektir. Temizleme safhası da konservasyon adına yapılabilecek önemli bir işlem olup üç şekilde gerçekleştirilir: Mekanik, kimyasal, hem mekanik hem kimyasal. Ayrıca günümüzde teknolojinin ilerlemesiyle birlikte lazer temizleme denilen bir yöntem de geliştirilmiştir.

Literatürde, tekstilde kullanılan metalik iplikler konusuna bakıldığında yurt dışında bir çok araştırma yapıldığı görülür. Çok çeşitli bölgelerden alınmış tekstil numunesi örnekleri incelenmiş ve bunlar bulundukları müzelerde kayıtlara geçmiştir. Ancak, ülkemizde bu konuyla daha önceden çok fazla ilgilenilmediği için Osmanlı İmparatorluğu'na ait tekstil parçalarının teknik açıdan hiçbir kaydı bulunmamaktadır. Sayın Nurhan Atasoy, ipekle ilgili yaptığı araştırmada olayın daha çok sanatsal yönüne değinmiş, araştırmacı yetersizliğinden ötürü işin teorik kısmında önemli boşluklar kalmıştır. Teknik açıdan daha fazla bilgi edinmek amacıyla Topkapı Müzesi Tekstil Bölümü Müdiresi Sayın Hülya Tezcan, İstanbul Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Hocalarından Sayın Prof. Dr. Ali Fuat Çakır'la işbirliği yaparak Osmanlı Dönemi'ne ait bazı metalik ipliklerin elektron mikroskobu yardımıyla yapısal ve kimyasal analizini gerçekleştirmiştir. Fakat çeşitli nedenlerden dolayı bu çalışma da yarım kalmıştır. Tekstil ürünleri ve bunlarda kullanılan metalik iplikler çok geniş bir konu olduğundan, bu araştırmada sadece Osmanlı Devleti tarafından, 16. yüzyıl ile 19. yüzyıl arasında Ka'beye gönderilen örtülerin perde kısmındaki metalik telleri incelenecektir. Bu araştırmayla, ülkemizde yapılmış olan arkeolojik tekstillerle ilgili çalışmalarda bugüne kadar bilimsel açıdan eksik kalan bölümlerin tamamlanması hedeflenmektedir.

2. TEKSTİLDE KULLANILAN METALİK İPLİKLER

2.1 Metalik İpliklerin Tarihçesi

Metalik ipliklerin tarihçesiyle ilgili bilgiler, Higgins' in Cloth of Gold (1993) adlı kitabından alınmıştır.

Altın iplik üretim tekniği, Çin'de ipeğin keşfiyle birlikte başlar. Bu üretim tekniğinin ne zaman yaygınlaştığı kesin olarak bilinmese de, ilk dokuma tezgahının keşfine yani İ.Ö. 3000 yılına kadar giden bir geçmişi olduğu düşünülmektedir. Altın ipliklerden, giysilerin yapımı sırasında yararlanılırken, goblen, dantel ve nakışta da dekoratif olarak kullanılmıştır. Altın iplikler, ipeğin yanı sıra yün, keten ve pamuklu kumaşlara da uygulanabiliyordu. Ejderha ve kıvrımlı yol motiflerinin yer aldığı ipekli işlemeler bunların Çin'e ait olduğunu gösterir. İpek Yolu'nun İ.Ö. 102 yılında açılmasıyla Doğu ve Batı arasında ticaret başlamış, böylelikle hem ipek hem de altın iplik üretimi diğer uygarlıklara da yayılmıştır. Roma İmparatorluğu zamanında (M.Ö. 30-M.S. 395), Çin' de üretilmiş tekstil dokumaları ve süslemelerindeki metalik iplikler, tel formunda değillerdi. Bilinen ilk tekstil ürünlerindeki metalik iplikler daha çok altın plakalarının dövülüp kesilmesiyle veya haddelenmesiyle üretilen ince altın şeritlerinden oluşuyorlardı. File veya lamel adı verilen bu şeritler bir tekstil ürünüyle beraber dokunmuş (daha çok ilave brokar atkısı olarak) veya önceden üretilen bir tekstil yüzeyine işlenmişti [5, 23].

Uzak Doğu'dan Çin sınırına, ardından Semerkant'a ve oradan da Akdeniz'in doğusundaki kıyılara kadar ilerleyen ticaret yolu vasıtasıyla, Doğu Roma İmparatorluğu'nun hükümdarı Justinian (527-565) zamanında, Konstantinopolis'te de altın ve ipek kullanılarak çeşitli dokumalar üretilmeye başlanmıştır. Hıristiyan alemi için kullanılan kumaşlar Avrupa'dan önce Mısır'da üretiliyordu. Bizans İmparatorluğu'nda dokuma giysisi üretimine etki eden en önemli teknolojik faktör çekme tezgahının keşfidir. Bu sayede dokumalarda çok çeşitli renkler kullanılabilmiştir. Ayrıca, Bizans tekstilleri polikromatik etkileri nedeniyle de tanınmışlardır. Bizanslılar, geleneksel metalik iplik anlayışına, hayvansal malzemeler

kullanarak farklı bir anlayış getirirler. Membran altını veya deri altın denen bu iplikler, hayvan bağırsağı gibi çeşitli hayvansal ürünlerin yaldızlanarak bir ipek çekirdeği etrafına sarılmasıyla oluşurlar. 5. yüzyıldan 11. yüzyıla kadar, Bizans İmparatorluğu tekstil sektöründe önemli bir tekel olmuştur [5].

Öte yandan İslam Dünyası'nda da ipekli dokumalar 7. yüzyıldan itibaren kullanılmaya başlar. İslamın tekstil dokumalarına etkisi teknik değil estetik alanda olmuştur. Müslüman Mısırlılar da Fatimi hanedanlığı sırasında keten bir çekirdek etrafına yaldızlı parşömen şeritlerinin sarılmasıyla oluşturulan iplikler üretmişlerdir. İslam Dünyası ve Avrupa'yla ticaret ilişkileri ve görüşmeler, Mısır, İran ve Suriye'nin yanı sıra İspanya'daki Batı hilafetinin Fas medeniyeti aracılığıyla da sürmüştür. Bu medeniyet, Doğu Hilafet'ten bağımsız olarak, 756 yılında, daha sonradan Fas'ın merkezi haline gelen Cordoba'da kurulmuştur. Cordoba, Orta Çağ Avrupa'sının kültür merkezi olurken, Bağdat da Yakın ve Orta Doğu'nun merkezi haline gelir. İspanya'da ipekböcekçiliğinin ve metalik iplikli tekstil dokumalarının üretiminin gelişmesi Faslı Müslümanlar sayesinde olmuştur [5].

16. yüzyılda Safavi İranlıları kadife dokumalarla birlikte metalik iplikleri müsriflik derecesine gelecek kadar fazlasıyla kullanarak İslam Sanatı'na büyük katkılarda bulunmuşlardır. 1501 ila 1736 arasında İran'da hüküm süren Safavi Hanedanı bu bölgede Arap, Türk ve Moğol hâkimiyetini ortadan kaldırmıştır. İran'da üretilen metalik iplikler Avrupa'dakilere göre kat kat daha üstün ve daha uzun ömürlüdürler. Bunun nedeni de İran ipliklerinde yüksek saflıkta altının kullanılmasıdır. Avrupa ipliklerinde kullanılan alaşımlarda ise çokça bakır bulunmaktadır ki bu da bakırın kolayca oksitlenmesi sonucu metalik ipliğin lekelenmesi ve kararmasına neden olur. Yüzeyde mavi-yeşil korozyon ürünleri oluşur. Bu da dekoratif etkiyi bozmaktadır. Safavi dokumalarında kullanılan gümüş üzeri altın kaplamalı ipliklerdeki altının varlığı gümüşün kükürtlü ortamlarda kararmasına engel olmuş ve bu sayede ipliklerin parlaklığını uzunca bir süre korumalarını sağlamıştır [5].

Ghiyath, İslam tarihinde özellikle Asya tekstil sanatında, çok önemli ve meşhur bir dokuma ustası olarak ün salmıştır. Dizaynlarına, Avrupa koleksiyonlarında, Londra, Viyana ve Münih'te ve ayrıca Hint Hanedanı Hükümdarı Müslüman Akbar'ın şahsi eşyalarında karşılaşılır [5].

Safavi brokarlarındaki metalik iplikler, kumaşın dizaynını temsil eden çiçeklerin ve çeşitli şekillerin belirtilmesinde kullanılırlar. Batı Asya İslami dokumacılarının ürettiği en mükemmel, en eşsiz tekstil dokumaları kadifeden yapılmıştır. Kadife, özellikle altınla zenginleştirilmiş dokulara uyum sağlar. 16. yüzyıldaki altın brokarlı Osmanlı kumaşları, Safavi İran'ının teknik ve estetik açıdan Osmanlı'ya etkisini gösterir. Osmanlı Türkleri, Şii İranlılarının aksine, İslam'ın Ortodoks Sünni mezhebindendiler. Bu yüzden dokumalarda canlı varlıklar (insani veya hayvani) bulunmamakta bu da dokumaları manevi açıdan topluma karşı daha soğuk ve daha uzak yapmaktadır [5].

Metalik şeritler, bükülü ipliklerin üretiminde de kullanılmıştır. Yassı metalik çok ince şeritler, gergin olarak bir çekirdeğe sarılırlar. Çekirdek malzemesi, genel olarak ipekten oluşmuştur, fakat ketenin kullanıldığı durumlar da mevcuttur. Bazen de yün, at kılı veya hayvansal ürünler de kullanılmıştır [23].

2.2 Metalik İpliklerin Sınıflandırılması

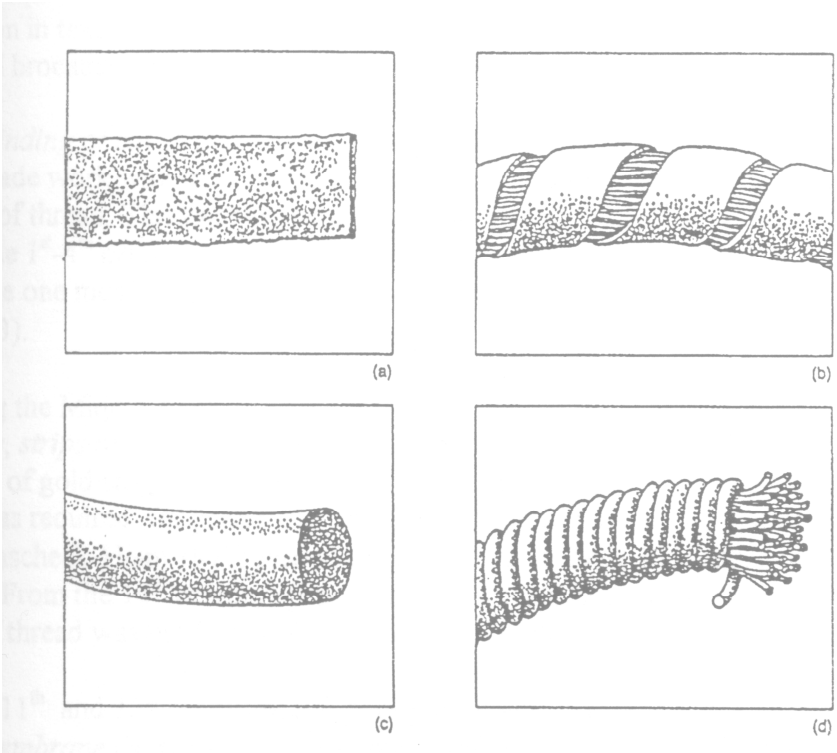
Bir önceki bölümde anlatılan bilgiler ışığında, tekstil dokumalarında kullanılan metalik ipliklerin kullanım şekillerine göre başlıca iki gruba ayrıldığı söylenebilir. Teller ya tekstil ürünüyle beraber dokunurlar ya da önceden üretilmiş dokumanın üzerine işlenerek süsleme olarak kullanılırlar. Bunun yanı sıra, metalik iplikler formlarına göre de, metalik teller ve şeritler olmak üzere kendi aralarında başlıca dört gruba ayrılırlar (Şekil 2.1).

Metalik ipliklerle ilgili çok çeşitli sınıflandırmalar mevcuttur [10]. Járó ve arkadaşları, Orta Çağ işlemeleri ve dokumalarında çeşitli metalik iplik birleşimlerinin kullanıldığını söylerler (2001). Bunlar, deri, kâğıt veya membran ile birlikte kullanılan altın veya gümüş şeritlerdir. Genel olarak her üç grupta da çekirdek malzemesi mevcut olup, bu çekirdek malzemesi ipek, pamuk ve nadiren de ketenden oluşur [25]. Indictor ve arkadaşları ise metalik iplikleri toplam beş grupta toplamışlardır. Bu iplikler çeşitli formlarda hem dokumada hem de işlemede kullanılırlar. Indictor ve arkadaşlarının oluşturduğu sınıflandırmaya istinaden bir tablo oluşturulmuştur (Tablo 2.1).

Birinci kategori (**I**)' ye göre metalik iplikler dokumanın ana yapısında yer almamakta, daha sonra bir yapışkan ile dokuma yüzeyine işlenmektedirler. Diğer kategorilerde ise, dokumanın yapısında metalik teller bulunur. İkinci kategoride (**II**)

herhangi bir çekirdek malzemesi bulunmamakta, (**III**)de ise çekirdek malzemesi olarak fiber kullanılmaktadır. Diğer kategorilerde (**IV** ve **V**), metalik iplik organik bir malzemeye yapıştırıcı ile tatbik edilir. Şerit, öncelikle bir fiber çekirdeği etrafına sarılır (**IV)** veya sarılmaz (**V**). Ardından, bir tekstil ürünü bünyesine ya bir dokuma prosesi boyunca ya da bir işleme süsü olarak dahil edilir. Organik malzemenin türüne bağlı olarak (selülozik veya proteinli) **IV** ve **V** numaralı kategoriler kendi içlerinde iki gruba ayrılırlar [26].

II ve **V** numaralı gruplardaki metalik tel ve şeritler dokuma ipliğiyle birlikte dokunmuşlardır. **III** ve **IV** numaralardakiler ise bir fiber çekirdeği etrafına sarılmışlar ve sonradan dokuma kumaşına işlenmişlerdir. Bu sarma işlemi, 9.-10. yüzyıllarda ortaya çıkan bir çeşit iplik eğirme yöntemiyle gerçekleştirilir. Daha kalın teller, önceden eğrilmiş olan telin başka bir fiber çekirdeği etrafında eğrilmesiyle oluşturulurlar. Ayrıca, bir fiber çekirdeği etrafına sarılı metalik şeritten oluşan iplik bir telle de tekrar sarılabilir. Genellikle sarım, bir santimetredeki sarmal sayısı ile ifade edilir [27].



Şekil 2.1: Metalik ipliklerin şematik olarak gösterilmesi, (a) metalik şerit, (b) fiberden oluşan çekirdeğe sarılı metalik şerit, (c) metalik tel, (d) fiberden oluşan çekirdeğe sarılı metalik tel [24]

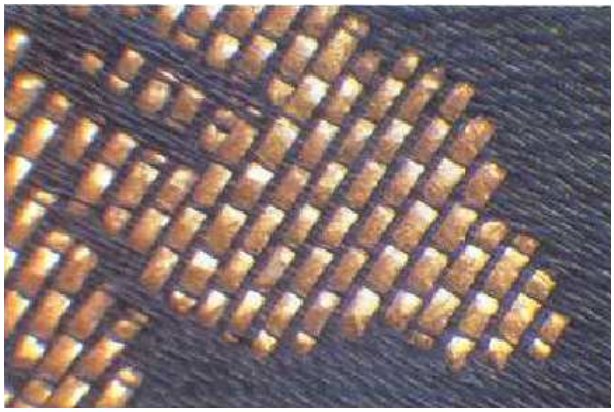
Tablo 2.1: Metalik ipliklere ait beş kategori [26]

I.	Önceden dokunmuş kumaşa (yapışkan ile) uygulanan metalik tel (işleme)
II.	Metalik tel veya yassıltılmış şeritler
III.	Bir fiber çekirdeği etrafına sarılı metalik tel veya şeritler
IV.	Bir fiber çekirdeği etrafına sarılı organik malzemeye uygulanan metalik yüzey (yapışkan ile)
	a. organik = selülozik
	b. organik = proteinli
V.	Organik şeritlere uygulanan (yapışkan ile) metalik yüzey
	a. organik = selülozik
	b. organik = proteinli

III numaralı kategoride, çekirdek malzemesi olarak çoğunlukla ipek fiberi kullanılır. Çekirdek ipliğinin rengi, parlaklığını pekiştirmek için, genellikle metalik şeridin rengine uyum sağlayacak şekilde seçilir. Yaldızlı metal, sarı veya turuncu çekirdeğe, gümüş şerit ise fildişi veya beyaz renkli çekirdeğe sarılırdı. İleride, ipekle ilgili bölümde de değinileceği gibi, farklı türlerdeki ipek böceklerinden elde edilen fiberlerin cinsine bağlı olarak çekirdek malzemesinin rengi sarı veya beyaz olarak seçilebilir [28]. Aynı şekilde çekirdek malzemesi olarak ipek kullanıldığında, kıvrımlı veya kıvırcık ipek seçilerek yine metalik şeridin görünümü değiştirilebilir. Şeritler, seçilen ipeğe göre, kıvrımlı veya kıvırcık şekilli ilmekli altın veya gümüş şerit olarak özdeşleştirilebilirler. İpek atkı, çoğunlukla kumaşa ilişik bir atkı olarak kullanılarak altın ve gümüşün kromatik etkisini arttırır [2].

IV numaralı kategori, bir fiber çekirdeği etrafına sarılı organik malzemelerin üzerine yapıştırıcı yardımıyla adapte edilmiş metalik yüzeylerden oluşur. Bu organik malzeme, deri, parşömen, ince zar (membran) veya kağıt olabilir. Bu kategoriye örnek olarak, Şekil 2.2'de membran şeridiyle işlenmiş bir tekstil örneği görülebilir. Orta Çağa ait çoğu tekstil ürünü bu kategoriye dahildir. Metalik yüzey bir yapışkan yardımıyla organik malzemeye yapıştırılır. Bu organik malzeme de, fiberden oluşan çekirdeğe bükülerek tutturulur. Fiberlerin organik malzemeye yapışması için

herhangi bir yapıştırıcı maddesi kullanılmamıştır. Fakat, bazen malzemenin alt tarafında bir miktar yapıştırıcı tespit edilebilir ve çoğunlukla yaşlandırılmış yapışkanın ve organik malzemenin fiberlere doğru difüzyonuna yönelik deliller mevcuttur [26]. Fakat literatürde, **IV** ve **V** kategorilerine ait şeritlerin üretimi için kullanılan yapışkanların tanımlanmasına yönelik herhangi sistematik bir çalışma bulunmamaktadır. Eski manüskriptlere uygulanan varaklarda veya kitap ciltleri süslemelerinde olduğu gibi, burada kullanılan yapışkanların kil, zamk, jelatin, kola, yumurta akı v.b. olduğu sanılmaktadır [26].



Şekil 2.2: Membran şeridiyle işlenmiş bir tekstil numunesi (yaldızlı kağıt şerit, 18 – 19. yüzyıl) [6]

Parşömen; keçi, koyun, geyik, öküz ve deve gibi çeşitli hayvan derilerinden yapılır. Deri, yere gergin olarak serilir, daha sonra kıl köklerini yok etmek için tuzlanır, genellikle kalker veya kil ile beyazlatılır, istenen nihai kullanıma göre çeşitli yöntemlerle aşındırılır. Tirşe, esasında parşömenle aynı anlamdadır fakat bazen, bu kelime toy hayvanlardan elde edilen malzemeyi veya yüksek kalitedeki deriyi temsil eder. Parşömen veya tirşenin içinde bulunan, bağ dokusunun harcı olarak tabir edilen proteinli yapı kolajendir. Kolajen, insan vücudunda kaslardaki kiriş ve eklem bağlarında bulunur. Organik malzemenin oldukça beyaz olması, bunun kağıt veya parşömen olabileceğini gösterir. Parşömenler genelde sararır fakat kimisi de (eski parşömen örnekleri) bembeyaz kalır [26].

Eski tekstil dokumalarında, sargı malzemesi olarak kullanılan derinin kesidi yarı saydam kahverengi renkte olup, metalik şerit ile deri arasındaki yapışkan da kahverengi-siyahi arası bir renge sahiptir [26].

Indictor ve arkadaşları **IV** numaralı kategoriye ait numunelerin nasıl incelenmesi gerektiğine yönelik olarak bir tablo (Tablo 2.2) hazırlamışlardır.

Tablo 2.2: Metalik ipliklerin sınıflandırılmasında **IV** numaralı kategoriye ait numunelerde incelenecek özellikler [26]

- Fiberlerin cinsi ve rengi; bükümü
- Metal yüzeyinin kimyasal bileşimi, korozyonu
- Metalik yüzey ile organik malzeme arasındaki yapışkan katmanının kimyasal bileşimi
- Organik malzemenin tayini
- Çekirdekteki fiberin, organik malzemenin ve yüzeyin kalınlığı
- Çekirdekteki fiberin ve organik malzemenin burulma şekli
- Organik malzemenin sarılma gevşekliği/sıkılığı

(V) numaralı kategori ise, organik şeritlere yapışkan ile uygulanan metalik yüzeyi temsil eder. Bu grupta yer alan proteinli şeritler -kimi zaman bunlara membran da denir- Asya kıtasına ait eserlerde bulunmuştur [26]. Skals çalışmasında, hayvan kılından meydana gelen çekirdeğe sarılı metalik şeritlerin, ilk olarak M.S. VIII. yüzyıl başlarında, bir nakış işlemesinde uygulandığını bildirir. Bundan önceye dair herhangi bir kayıt yoktur [29]. Membranlar, altın ipliklerin özel bir grubudurlar. Önce, deri, parşömen, kağıt veya hayvan bağırsağı altınla kaplanır ve ardından bu yaldızlı malzeme şeritler halinde kesilerek üretilir. Günümüzde kullanılan plastik filmli şeritler (ince alüminyum veya buhar fazından biriktirme yöntemi ile farklı metal kaplamalı) altın membran şeritlerinin bugünkü eşdeğeri olarak kabul edilebilir. Kağıttan oluşan çekirdek malzemesi ise Japonya ve Çin'e ait olan tekstillerde bulunmuştur [6].

Yaldızlı kağıt üretiminde kullanılan metalik malzeme, kağıt şeridin sadece bir yüzeyine uygulanır ve metal ancak tekstil yüzeyine bakıldığında görülebilir. Metalik malzeme, boya olarak metalik rengin kullanıldığı yapışkanlı varak olabilir. Bu yöntemle üretilen şeritler ucuz ve organik malzemenin kullanılması nedeniyle son derece esnektirler [26].

Indictor ve arkadaşları çalışmalarında **V**. Kategoriye ait ipliklerin de incelenmesine yönelik olarak bir tablo (Tablo 2.3) oluşturmuşlardır.

Tablo 2.3: Metalik ipliklerin sınıflandırılmasında **V** numaralı kategoriye ait numunelerde incelenecek özellikler [26]

• Dokuma fiberlerinin tayini
• Metal yüzeyinin kimyasal bileşimi, korozyonu
• Metalik yüzey ile şerit arasındaki yapışkan tabakanın kimyasal bileşimi
• Şerit malzemesinin tayini
• Şeridin ve yüzeyin kalınlığı

2.3 Metalik İplik Malzemeleri

1748 yılında, Savary ve des Bruslon tarafından yayınlanmış olan (Paris) Dictionnaire Universel du Commerce yayınına göre [13], tekstilde kullanılan metalik ipliklerin bir çeşidi olan teller, malzemelerine göre dört gruba ayrılabilirler.

1. Altın tel, esasında (Altın yaldızlı gümüş tel)
2. Gümüş tel, bazen altın ve/veya bakır ile alaşımlandırılmış
3. Altın benzeri tel (önce gümüş sonra altın kaplanmış bakır tel)
4. Gümüş benzeri tel (Gümüş ile kaplanmış bakır tel) [13]

Bunların dışında, gümüş ve/veya bakırla alaşımlandırılmış altın (%20 den daha fazla gümüş içeren altına elektrum denir), kimi zaman çinkoyla alaşımlandırılmış bakır (pirinç), önce gümüş ardından altın ile kaplanmış bakır ve kimi zaman kurşun, antimon ve/veya bizmut ile alaşımlandırılmış kalay gibi malzemeler de kullanılmıştır [27]. Altına gümüş ve bakır katılmasının nedenleri, hem metali daha dayanıklı hale getirmek hem de daha ucuz yapmaktır. Járó' ya göre metalik ipliklerde kullanılan altını saflığına göre üç gruba ayırmak mümkündür [6].

- Oldukça saf altın, 0.5–1.0 % alaşım elementi içerir.
- Saf altın, 2.5–3.5 % alaşım elementi içerir.
- 10 % dan fazla alaşım elementi içeren altın

Normalde ise, maden damarından veya yataklardan çıkarılan altın genellikle, empürite olarak ağırlıkça %5 ile %45 arası değişen miktarda gümüş ve çok az da

bakır (%0,1-%5) içerir. % 40ı aşan miktardaki gümüş, gümüşi veya soluk yeşil renge sahip doğal elektrumların oluşmasını sağlar. Daha az gümüş empüritesi içeren altın alaşımlarına da ayrıca gümüş katılarak elektrumlar üretilebilir [30].

Metalik ipliklere ait kimyasal bileşim analizi o ipliğin menşesini bulmak açısından çok önemli bir adımdır. Mutlaka çeşitli ipliklerle üretildikleri yerler arasında bağlantılar olup belirli karakteristik özellikleriyle nereden geldiklerinin ipucunu vermektedirler. Bu yüzden altının mikro analizi çok önemlidir. Bakır ve paladyumun yanı sıra alüminyum, magnezyum, silisyum ve demir de altın ipliklerde ayırt edici elementlerdir [27]. Örneğin Osmanlı ipeklileri gümüş-altın alaşımlı gümüş kılaptan içerirken, İtalyan ipeklilerinde ise bakırı çok gümüş kılaptan kullanılmıştır. Bu yüzden de, kolaylıkla teknik bir analiz sonucu kumaşın Türk dokuması olup olmadığı anlaşılabilir [31]. Fakat Orta Çağ dönemine ait birçok tekstil ürünü yok olduğundan çok da verimli sonuçlar alınamayabilir. Ayrıca, ticaretin gelişmesiyle birlikte Osmanlı'da üretilmiş olan bir metalik iplik Avrupa'daki bir dokumada veya işlemede kullanılmış da olabilir. Her ne kadar kumaş Avrupa malı olsa da kullanılan metalik iplik Osmanlı'ya ait olup, kimyasal bileşimi de ona göre değişecektir. Bu gibi durumlar o tekstil ürünü hakkında yanlış bilgi edinilmesine sebep olur. Bu nedenle, araştırmacı ve sanat tarihçisinin bir araya gelip çıkan sonuçlar hakkında ortaklaşa yorumda bulunmaları gerekir. 17. yüzyıla ait metalik ipliklere ait ilk kimyasal analiz Schmidt'in Alte Seidenstoffe (Old Silks) adlı kitabında yer alır. Avrupa'da ve Osmanlı'da kullanılan gümüş içerindeki bakır konsantrasyonundaki farklılığı Schmidt kitabında açıklamıştır (1958). Fakat kitapta sonuçlara ait detaylı bir özet bulunmamaktadır [32].

İncelemeler sırasında altının yapısında cıvaya rastlanabilir. Bu durum, ya cıva ile yaldızlamaya ya da altının rafinasyon prosesine işarettir [27].

Biringuccio ise, Pirotechnia adlı kitabında (1943), 16. yüzyılda altın şerit yapmak için saf altının yerine, altın kaplı gümüş veya bakırın kullanıldığını söyler [33]. Bu gümüş şeritlerin ya tek ya da iki tarafı altınla kaplanmıştır. Tek tarafı altınla kaplı gümüş şeritler, 9 ila 10. yüzyıllarda kullanılmıştır. Kaplamalı gümüş şeritlerin kullanılmasındaki amaç, hem şeritlerin fiyatını hem de ağırlığını düşürmektir. 12. yüzyılda yaşamış olan Theophilus, altın yaldızlı gümüşü üretmek için ağırlıkça 1e 12 gümüş kullanılmasını önerir. Böylece, altın kaplama tabakasının kalınlığının gümüş tabakanınkine oranı 1:6.4 olacaktır [34, 35].

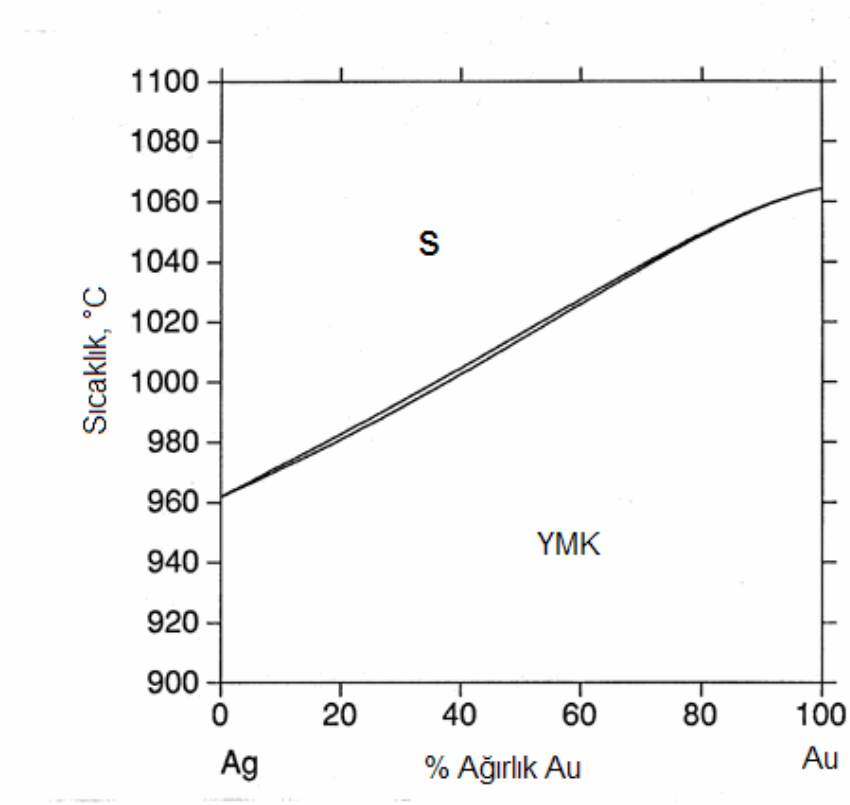
Yaklaşık 400 yıl sonra, Biringuccio da Pirotechnia adlı eserinde altın şeridin sarılmasından bahseder. Yine o da, kitabında gümüşün altınla kaplanmasının daha uygun olduğunu söyler. Fakat Biringuccio'nun kaplamayla ilgili oranları daha farklıdır. Ona göre, 1 Düka (= 3.4 g) altın, 1 Pound (= 340 g) gümüşü kaplamak için yeterlidir. Bu durumda, kaplama kalınlıklarının oranı da (altın:gümüş) 1:186 olacaktır. Bu da yaklaşık olarak 0.0001 mm lik (0.1 mikron) çok ince bir altın kaplama tabakasına tekabül eder.

Uygulanacak işlem şu şekildedir: Öncelikle gümüş bir plaka altınla kaplanır, ardından bu kaplamalı plaka dövülerek ince bir levha haline getirilir ve son olarak şeritler halinde kesilir. Çeşitli kaplama yöntemleri vardır. Bunlardan biri, altın ve gümüşü birleştirmek için lehim kullanmaktır. Veya sıcak yaldızlama işlemi (cıva ile yaldızlama) yapılabilir. Bu konuya daha sonraki bölümlerde detaylı olarak değinilecektir. İki tarafı altınla kaplı gümüş şeritler ise, 16. yüzyılda, Avrupa'da kullanılmaya başlamıştır [10]. Gümüş üzeri altın kaplamanın kalınlığı 4–20 mikron arasında değişir. Fakat bazen çok daha ince, 0.2 mikron kadar da olabilir. Gümüş ile altının bir arada bulunduğu bir geçiş bölgesi vardır ki bunun kalınlığı da 1–10 mikron arasındadır. Bu alaşım bölgesi Şekil 2.3 den de görülebileceği gibi difüzyonla oluşur. Genellikle difüzyon, ısıl işlem, cıva yaldızlama veya dövmeyle gerçekleşir. Yapılan bir araştırmada, altın kaplamanın % 60-95 altın, % 1-20 gümüş ve % 1-3 bakır, gümüşün de % 0-3 altın, % 80-95 gümüş ve % 3-6 bakır içerdiği görülmüştür [27]. Doğuya ait gümüş yaldızlı şeritlerdeki gümüş/bakır oranının Avrupadaki tekstil malzemelerine göre daha fazla olduğu saptanmıştır [27].

Kaplamasız gümüşler de altının alaşımlandırılmasındaki nedenlerde olduğu gibi altın ve bakırla alaşımlandırılırlar. Fakat Warner Pattern Kitaplarının kayıtlarına göre, geçmişten günümüze geldikçe gümüşteki bakır oranında bir azalma eğilimi görülmüştür. 16. yüzyıl ve öncesinde 12 % bakır içeren gümüş, 17. ve 18. yüzyıllarda sadece 2-5 % arası bakır içerir. 19. yüzyıldan itibaren ise bu oran %1in altına iner.

Gümüş (Ag) –Bakır (Cu) denge diyagramına bakılacak olursa (Şekil 2.4) gümüşün ve bakırın birbiri içerisinde belirli oranlarda çözündüğü görülür. %2 ila %27 arasında bakır içeren alaşımlarda mikroskop altında mikro yapının incelenmesi sonucu %100e yakın gümüş içeren faz ile gümüş-bakırdan oluşan ötektik faz gözlemlenir. Bu ötektik noktası 780 °C ye tekabül eder. Bu sıcaklığın üzerinde(%71.9 Ag, %28.1 Cu)

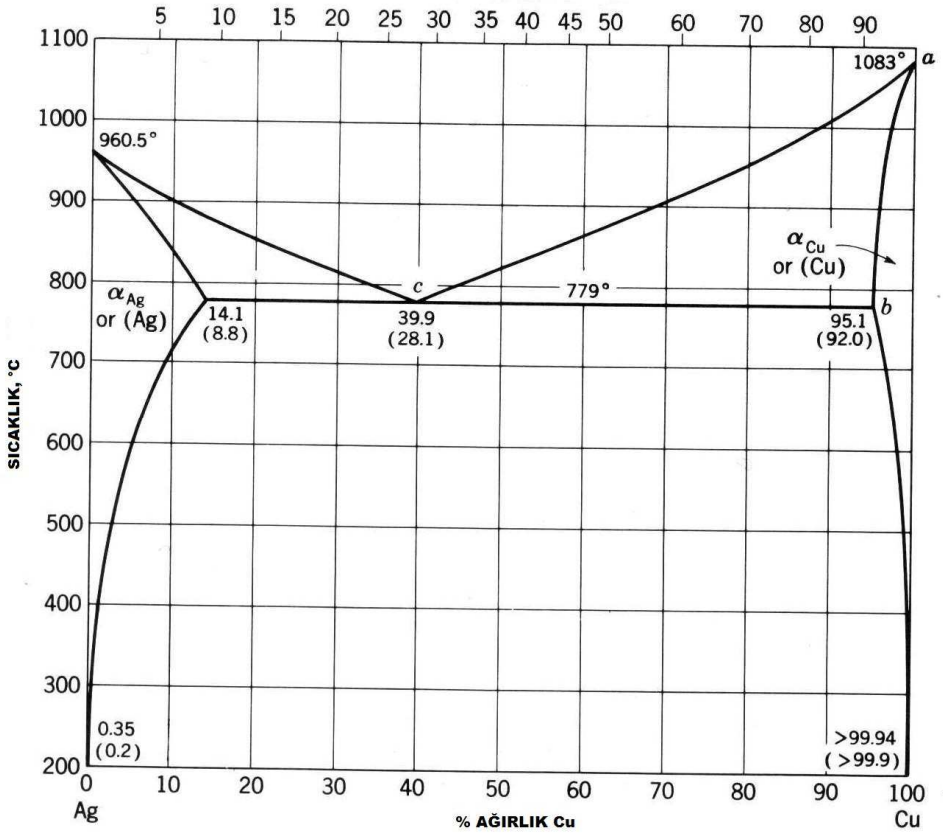
sıvı faza geçilmektedir. 890°C de alaşım tamamen sıvı halde ve 780 °C de tamamen katıdır. Bakırca zengin gümüş alaşımlarının haddelenmesi, dövülmesi veya tel halinde çekilmesi sonucunda kristal yapısında deformasyon meydana gelir ve alaşımın sünekliği düşer. Bu alaşımdaki malzemelere uygulanan ısıl işlem, sertliği arttırsa da sünekliği ne yazık ki düşürmektedir. Çökelme sertleşmesi adı verilen proses, %10' dan az bakır içeren Ag-Cu alaşımının önce 745-760°C ye kadar ısıtılıp bu sıcaklıkta 15 dakika kadar tutulması ve ardından soğuk suda hızlıca soğutulmasına dayanır. Su verme işleminden sonra alaşım tekrar 316 °C ye ısıtılır ve 30–50 dakika bekledikten sonra havada soğumaya bırakılır. Bunun sonucunda bakır matris fazı içerisinde küçük tanecikler halinde ikincil faz olarak çökelir. Oluşan yapı sert olmakla birlikte çok zor işlem görür. Her an kırılma riski vardır [37]. Sonuç olarak, bakırca zengin gümüş alaşımları sert olsalar da sünekliklerinin azalması nedeniyle bakır miktarı arttıkça gevrekleşir ve aniden kırılabilirler. Bu yüzden yüzyıllar geçtikçe bakır miktarında da bir azalma meydana gelmiştir.



Şekil 2.3: Altın (Au) – Gümüş (Ag) denge diyagramı [36]

Başka bir sınıflandırma ise Hoke ve Petrascheck-Heim tarafından yapılmıştır. Yazarlar Orta Çağda kullanılmış olan telleri dört gruba ayırmışlardır.

- Kumaş içine dokunmuş ince altın veya gümüş tel (nadiren)
- İnce, altın veya gümüş plakalar dar şeritler halinde kesilirler. İpek veya keten etrafına sarılı bu şeritlere lamel adı verilir. Lameller yaldızlı gümüş şeritlerden de oluşabilir.
- Yaldızlı membran şeritler. Parşömen, hayvan bağırsağı gibi çeşitli organik malzemeler arasına konan altın varaklar, her seferinde daha hafif çekiç kullanılmak üzere, arka arkaya dört kez dövülürler. Ardından lameller halinde kesilir ve ipek etrafına sarılırlar. Dövülmüş altının dayanıklılığı sınırlıdır.
- Yaldızlı deri veya kağıt şeritler. Altın kaplamalı membran şeritleriyle aynı yöntemle üretilirler. Fakat onlar bir çekirdek etrafına sarılmazlar, direkt dokuma içerisinde, yassı bir şerit olarak kullanılırlar [32].



Şekil 2.4: Gümüş (Ag) – Bakır (Cu) denge diyagramı [36]

Yukarıda yer alan sınıflandırma Avrupa'da üretilen tekstil ürünleri için geçerlidir. Osmanlılar'da metalik iplikler hem dokuma hem de işleme ipliği olarak kullanılmışlardır. O yüzden, yukarıdaki sınıflandırmada birinci maddede tarif edilen

tel formundaki iplik çeşidi, Osmanlı tekstilleri için sıkça karşılaşılan bir iplik türüdür. Osmanlı tekstilleriyle ilgili detaylı bilgi ilerideki bölümlerde verilecektir [28, 32] ve bu araştırmada da beş değişik Ka'be perdesine ait teller incelenmiştir.

Diğer bir sınıflandırma ise, Barrett tarafından sadece altın ipliklere özgü yapılmıştır (2003). Bu ipliklerin üretim yöntemlerinde çeşitli faklılıklar görülmektedir. Bunlar;

- Venedik altını:15. yüzyıldan 17. yüzyıla kadar kullanılmıştır. Parşömen yaldızlandıktan sonra şeritler halinde kesilir ve ardından ipek veya kenevir etrafına sarılır. Orta çağ döneminde kullanıma elverişli en uygun iplik seçilmiştir.
- Kıbrıs altını: Esasında bu ipliğe membran şerit de denir. Genellikle bir tarafı altın yaldızla kaplı hayvan bağırsağı şeritleri kullanılmıştır. Bu şeritler, ipek, keten veya kenevir etrafına sarılmışlardır.
- Lucca altını: İpek etrafına sarılı altın şerit olarak tanımlanır [23].
- Cenova altını: Herhangi bir tanım yapılamamıştır.

Yukarıda bahsi geçen iplikler, üretildikleri şehirlerde kullanılabildikleri gibi, ihracat yoluyla diğer ülkelere de gönderilip orada üretilmiş olan tekstil malzemelerinde dokuma veya işleme ipliği olarak da kullanılabilirler. Bu nedenle, herhangi bir İtalyan kumaşı incelenirken dokunmuş veya işlenmiş olan tel Osmanlılarda üretilmiş olabilir. Dolayısıyla bazen bir tekstil dokumasının menşesi tespit edilirken bir takım karışıklıklar meydana gelir. Sanat tarihçilerinin ve bilim adamlarının bu konuya dikkat etmesi gerekmektedir [23].

Alışılmışın dışında, yaldızlı bakır, bronz iplik ve çekme yöntemiyle üretilmiş kurşun (Pb)-kalay (Sn) alaşımı iplikler de kullanılmıştır. Pb-Sn alaşımı iplikler, ren geyiği sinirleri etrafına sarılmışlardır [23].

Günümüzde kullanılan metalik ipliklerde ise; 1900' lü yılların başlarından itibaren maliyeti azaltmak ve metalik ipliklerin kullanımını arttırmak amacıyla daha farklı malzemeler kullanılmaya başlanmıştır. Bunlardan ilki, lamine ipliklerdir. Bu tip iplikler, iki gruba ayrılırlar [10].

- Plastik filmlerle sıkıştırılmış alüminyum levha (1930'lardan itibaren)
- Plastik filmlerle sıkıştırılmış veya verniklenmiş, vakum altında metal kaplanmış plastik film

Bir diğer iplik çeşidi ise, alüminyum plaka ve Cellophane adı verilen malzemeden yapılan ipliklerdir. Bu Cellophane denen film, sarımsı renge sahip, saydam bir filmdir. Bu yüzden, Cellophane, alüminyum levhaya altın görünümü kazandırır. Bu tip iplikler, neme ve suya duyarlıdırlar. Plastik film, alüminyum levha üzerinden kolayca sökülür [10].

Alüminyum levhanın kaplı olduğu bir başka film çeşidi de selülozik yapıda, şeffaf asetat bütirat filmleridir. Filmin alüminyuma yapışmasını sağlayan malzemeye kırmızı pigment ilave edilirse alüminyumun gümüşi görüntüsü bozulur. Bu tür şeritlerin korunması daha kolaydır. Suya ve neme dayanıklıdırlar fakat kuru temizleme yöntemlerine dayanamazlar. Alkali koşullarda, alüminyum levha derhal çözünür [10].

Buhar fazında alüminyumla kaplı polyester filmlerinden oluşan iplikler de bulunmaktadır. Bu iplikler, lakla korunurlar. Bu polyester ipliğin (poli etilen tereftalat, PET) sadece bir tarafı alüminyumla kaplıdır. Lak tabakası ise pembe renklidir, büyük oranda klor içerir. Lak tabakası hem polyester filmine direkt olarak hem de alüminyum kaplı tarafına uygulanmıştır. Polyesterin keşfi 1900lü yılların ilk yarısına dayanmaktadır [10].

Plastik filmlerle kaplı ipliklerde, plastiğin yaşlanmasına bağlı olarak ipliğin bozunması mümkündür. Film, bozunmadan ötürü metal plakadan ayrılır. Plastiklerde renk kaybı da meydana gelebilir. Alüminyum ve bazı sentetik malzemeler alkali ve asidik koşullara oldukça duyarlıdırlar. Bu yüzden çeşitli problemler doğabilir [10].

2.4 Metalik İpliklerin Üretimi

Eski çağlarda gümüş ve altın iplikler, kralların, padişahların ve soyluların giysilerinde bir üstünlük ve asalet simgesi olarak kullanılıyorlardı. Bu iplikler, ya metal plakaların önce dövülüp ardından şeritler halinde kesilmesi ve yahut haddelendikten sonra çekme yöntemiyle tel haline getirilmesi sonucunda üretiliyorlardı.

Yunan ve Roma İmparatorluğu zamanında, dövme işlemine tabi tutulmuş çok ince (6–30 μm kalınlığında) altın folyolar, dar şeritler halinde (25–40 μm eninde) kesilirlerdi. Bu altın şeritler, ya direkt olarak ya da çoğunlukla ipek olmak üzere bir fiber çekirdeği etrafına sarılarak dokuma üzerine işlenmişlerdir. O dönemde (M.S. 2–

3. yüzyıl), sadece bir tarafı yaldızlanmış altın ve gümüş şeritler de (20–60 μm) üretilmişti [13].

11. yüzyıldan itibaren, bu ipliklerin yanı sıra membranlar da kullanılmaya başlandı. Membran telleri, altın yaldızlı deriden veya gümüş yaldızlı hayvan bağırsağından yapılıyorlardı. Metal kaplamalı plaka formundaki deri ve hayvan bağırsağı, şeritler halinde (20–150 μm genişliğinde) kesilirdi [13].

Orta Çağın sonlarına doğru, saf altın şeritler yerini yaldızlı gümüş şeritlere bıraktı. Bu şeritler, bir tarafı altın ile kaplanmış gümüş folyoların kesilmesiyle üretiliyorlardı. Yaldızlı gümüş şeritler daha çok nakış işlerinde kullanılmışlardır [13].

Metalik iplik sektöründe, bakırın ortaya çıkışı ise, 15.-16. yüzyıllara dayanır [13]. Biringuccio, Pirotechnia adlı kitabında, 16.-17. yüzyıllarda, saf altın tel yerine yaldızlı gümüş veya bakır telin kullanıldığını söyler. Dövülmüş gümüş veya bakır çubuk altın varakla kaplanır ve iki metalin birbirine kaynaması için ısıtılırdı. Daha sonra yaldızlı çubuğun yüzeyi parlatılır ve tel haline getirilmesi için çekme işlemine hazır hale getirilirdi [33].

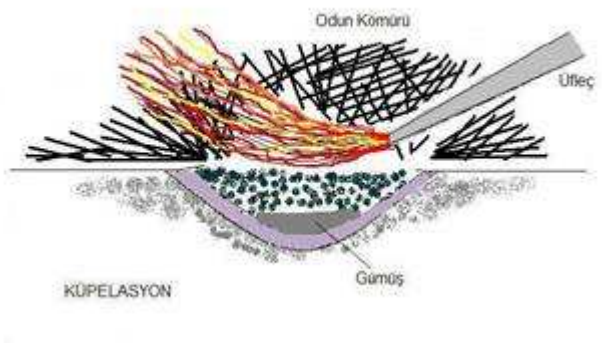
Bundan sonraki bölümde, Lurex Company firmasının çıkarmış olduğu Oro Filato adlı kitabındaki bilgilerden yola çıkarak her bir üretim kademesi hakkında daha detaylı bilgi verilecektir [2].

2.4.1 Dövme yöntemi

Altın, dövülmeye elverişli en uygun ve en sünek metal olduğundan, kolaylıkla çok ince levhalar haline getirilebilir - ki bu levhalara daha önce de söylenildiği gibi varak denir-. Altın çok dayanıklı bir malzemedir ve dış etkenlere karşı son derece duyarsızdır. Bu yüzden, özelliklerinde herhangi bir değişiklik olmaz. En başından anlatılacakları özetlemek gerekirse, malzeme öncelikle bir çubuk elde etmek için ergitilir, ardından örs üzerinde dövülür ve sürekli tavlama işlemine tabi tutulur. Bunun nedeni de, dövme sırasında malzemede oluşan iç gerilmelerin tavlama işlemi ile giderilebilmesidir. Böylelikle malzeme, her bir dövme darbesi sırasında biraz daha sertleşip çekme gibi diğer bir plastik şekil verme işleminde kırılmaz.

Altını dövme işleminin ilk basamağı ergitmedir. Kullanılmayan veya hasara uğramış objeler bir araya getirilir ve değerli ham maddeleri elde etmek için ergitilirler. Sadece altın ve gümüş hurdalar değil, modası geçmiş tekstil ürünlerinde kullanılan altın veya

gümüş iplikler de yeniden üretilmek üzere ergitilirler. Arıtma ve geri kazanım, küpelasyon yöntemiyle gerçekleşir. Gümüş içeren altın karışımı, metalik kurşun ile karıştırılır ve 1100 °C de sürekli hava üflenerek ısıtılır. Bu işlem sırasında kurşun, oksit (PbO) haline gelir. Oksitlenmeyen gümüş ise ergiyerek küpelasyon ocağının dibinde toplanır [38]. Küpelasyon işlemi, Şekil 2.5 de şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.5: Küpelasyon işleminin temsili şekli [38]

Yukarıda da bahsedildiği gibi altın, dövme işlemi sırasında kırılabilir. Bunun nedeni yapısında bulunan kurşundur. Kurşun, altını dövme darbesine karşı daha dayanaksız hale getirmektedir. Bu kırılganlığın önüne geçmek için, altın bir pota içerisinde ergitilir, saflaştırma maksadıyla cam tozu veya balmumu ya da üç dört tutam solimato tozu ilaveli alkali tuzları eklenir ve bunlar bağ oluşumunu kolaylaştırmak için ısıtılırlar.

Ayrıca, altının veya yaldızlı gümüşün kendi sarı rengini kazanabilmesi için de bir takım işlemler mevcuttur. Altının sarı rengi, seyreltik asetik asit (sirke) ve ürinle inceltilmiş amonyak tuzu ve bakır pası (bakır asetat) ile yağlanması sonucu elde edilir. Bu işlem birkaç kez tekrarlanır. Yaldızlı gümüş ise sarı sülfür tozu ilave edilmiş suda kaynatılarak rengini kazanır. Sülfür tozu yerine öküz boynuzu ve ya saman talaşı da konulabilir.

Altın dövme işleminde ikinci basamak ise altının haddelenmesi bir başka deyişle levha haline getirilmesidir. Yarım milimetre kalınlığında, birkaç metre uzunluğunda ve 2–3 cm genişliğinde ince şeritler üretilir. Birinci dövme işlemiyle bir miktar boyutları küçültülmüş olan altın çubuk iki çelik merdane arasından geçirilir. Bunun sonucunda kalınlığı biraz daha azalır.

Son işlem ise dövme işlemidir. Her etapta daha hafif çekiçler kullanılarak altın varaklar toplam dört etapta dövülür. Altın metali özel kesimli parşömenler (veya hayvan bağırsağı) arasında dövüldükten sonra istenen kalınlık ve boyutlar elde edilinceye kadar kare parçalar halinde kesilir. Dövme işlemi taştan yapılmış örs üzerinde gerçekleştirilir. Örsün üç tarafı tahta raflarla çevrili olup dövme işlemini yapacak olan kişi de o boş kalan kısımda oturur. Örse, deri bir kayışla bağlıdır. Arıtılmış metale ait en ufak bir kıymık parçasını bile kaçırmamak zorundadır. İşleme sırasında çıkan hurdalar yeniden eritilir, geri kazanılır ve böylelikle ressamlar ve nakkaşlar için altın tozu elde edilir. Altın ve gümüş şerit yapmak için, varakçı gümüş bir çubuğu ergitir, çekiçle onu düzleştirir, yüzeyini törpüler. Önceden, ince bir çubuk halinde dövülmüş olan altınla gümüşü bir araya getirerek yeniden dövme işlemini uygular. Geçen yüzyılın sonunda kadar, birçok metalin işlenmesinde bu yöntem kullanılmıştır.

2.4.2 Kesme yöntemi

16. yüzyıla kadar, metalik iplikler kesme yöntemiyle üretiliyorlardı. Önce yaldızlı bir metal kitlesi dövme tekniğiyle ince bir plaka haline getirilmiş, ardından şeritler halinde kesilmiştir. Daha sonraki yüzyıllarda, bu metodun kullanımında azalmalar olmuştur [15]. Kesici alet olarak, ya bir bıçak ya da küçük kalem keski kullanılıyordu. Orta çağdan itibaren kırkma makası ve normal kâğıt makası da şerit kesiminde rol almaya başlamıştır. Ve bu altın şeritlere her türlü şekil verilmiştir hatta ajur bile yapılmıştır [7].

2.4.3 Tel çekme yöntemi

Metalik ipliklerin alt kategorisi olan teller çekme yöntemiyle üretilirler. Avrupa toplumunun gelişmesine bağlı olarak, ipekli kumaşlarda metalik tellerin kullanılması, önemini 11.yüzyılda arttırmaya başlamıştır. Ticaretin ve kentleşmenin gelişmesi bu yaygınlaşmayı daha da desteklemiştir. Başta saf altın tel kullanılırken, 12. yüzyıldan itibaren altın yaldızlı gümüş tellerden de faydanılmaya başlanır [5] Yaldızlı gümüş, çekme işlemine uğradığında bile parlaklığını yitirmez. Altın, dövülebilirliği ve yapışkanlık özelliği ile iyi bir kaplama malzemesi olarak davrandığından dolayı çok daha az altın kullanılır [2].“Tel çekme, metalik bir malzemenin matris adı verilen bir kalıp içerisinden çekilerek hem kesidinin daraltılması hem de boyunun uzatılması

işlemidir"[39]. Metalik şeritler, ipliklerin etrafına sarıldığı gibi, genellikle çekirdekte bir fiber malzemesi olmadan kullanılırlar [13].

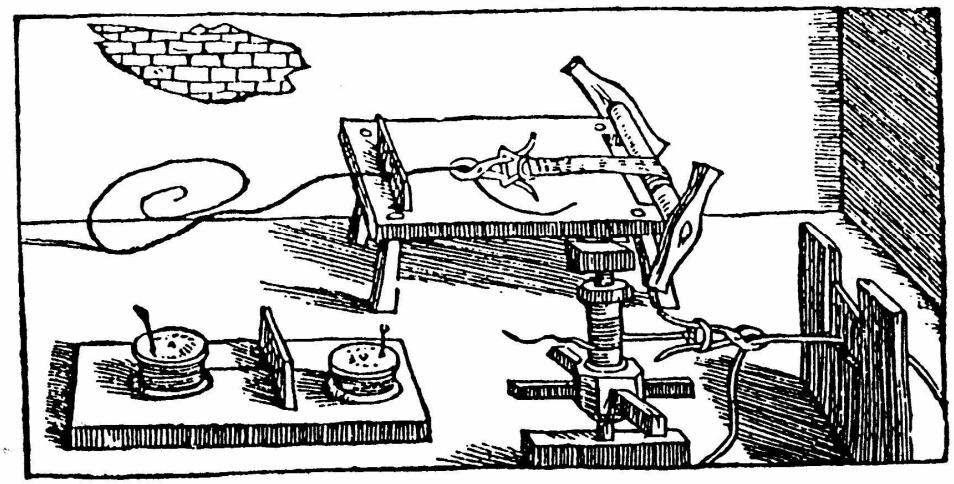
Biringuccio'ya göre (1942) hemen hemen bütün metallerden tel çekilebilmektedir (altın, gümüş, demir, bakır, bakır-çinko alaşımı olan pirinç). Pirinç diğerleri gibi yumuşak olmadığından daha fazla dövülerek inceltilmekte ve bu ince pirinç yaprakları "pul" olarak adlandırılmaktadır. Biringuccio' nun tarifine göre 16. yüzyılda tel çekme işlemi şu şekilde yapılıyordu (şekil 2.6):



Şekil 2.6: Tel çekme işlemi için kullanılan çekme tezgahının ilk örneği [33]

İlk olarak, çubuk formundaki malzeme, dökme metal kalıbında çok ince olarak dövülür. Ardından çubuk malzeme tavlanır ve ya Şekil 2.7 de üstte yer alan, masaya sabitlenmiş yatay ırgat yardımıyla ya da sağ alt köşede gösterilen dikey duran ırgat yardımıyla çubuk, avuç içi yarısı kadar uzunlukta, standart boyutta düzenli deliklere sahip levhalardan geçilerek tel halinde çekilir. Tel çekme işlemi için yukarıda bahsi geçen levhalar dışında yassı ve dişli ağzı ile açık kolları olan bir çift maşaya da ihtiyaç vardır. Bu maşa, üzengi şeklinde demir bir halka tarafından tutturulur. Bu halkanın kancası ise, bir kemer veya halat ucuna bağlanmıştır. Halat veya kemerin geride kalan kısmı ise döndürülerek ırgata sarılmaktadır. Çekme işlemi sırasında maşanın kolları kapanır ve diğer taraftan altın veya gümüş telin ucundan tutularak

delikli levhalar arasından geçmesi sağlanır. Telin kolaylıkla geçmesi için balmumu ile yağlanması gerekir. Balmumu, molekül ağırlığı yüksek, doymuş ya da doymamış alifatik asit, ester ve alkol karışımıdır [40]. İnsan gücüyle manivelanın çevrilmesi sonucu teker teker her delikten tel çekilmeye başlar. Teli, istenen incelikte bir boyuta getirdikten sonra daha da ince yapmak için daha ufak sistemlere başvurulur. En az saç teli inceliğinde (yaklaşık 70 mikron) bir tel elde etmek için, Şekil 2.7' de sol alt köşede görüldüğü gibi iki makara yatay olarak bir tezgah üzerine sabitleşmiştir. Bu iki makaranın arasına telin kesit alanını daha da daraltmak üzere yüzeyi daha ufak delikli bir levha (matris) konur [33]. Bu deliklerden geçen çubuğun, kalınlığı azalırken boyu uzamaktadır [13, 41]. Telin matristen kolayca çekilebilmesi yani sürtünmenin azaltılması için yağlayıcı olarak balmumu dışında içyağı veya sabun da kullanılabilir [41]. Makaralardan biri çevrilirken istenen miktarda tel delikli levhadan geçerek diğer makaraya sarılmaya başlar. Makaralar sırasıyla çevrilir ve tel istenen nihai inceliğe gelir. Dikkat edilmesi gereken nokta ise her zaman iki makaranın da tezgaha sıkıca oturtulmasıdır ki çekim ve sarım sırasında teller birbirine dolaşmasın. Ayrıca devamlı yağlayıcı kullanmanın hem çekimin verimliliği hem de çıkan nihai ürünün kalitesi açısından önemi vardır. Tabi tüm bu prosesin başarılı olmasında delikli levha da ayrı bir rol oynar. Her bir delik standart ve yuvarlak olmak zorundadır. Ve bu levha kaliteli bir çelikten yapılmalıdır. Tavlama işlemi de, gümüş veya altın telin yapısındaki gerilmeleri gidermek ve bunun sonucunda oluşacak hataları önlemek açısından çok önemlidir ve kesinlikle tel çekme işleminden önce uygulanmalıdır [33].



Şekil 2.7: XVI. yüzyılda tel çekme işlemi için kurulan düzenek [33]

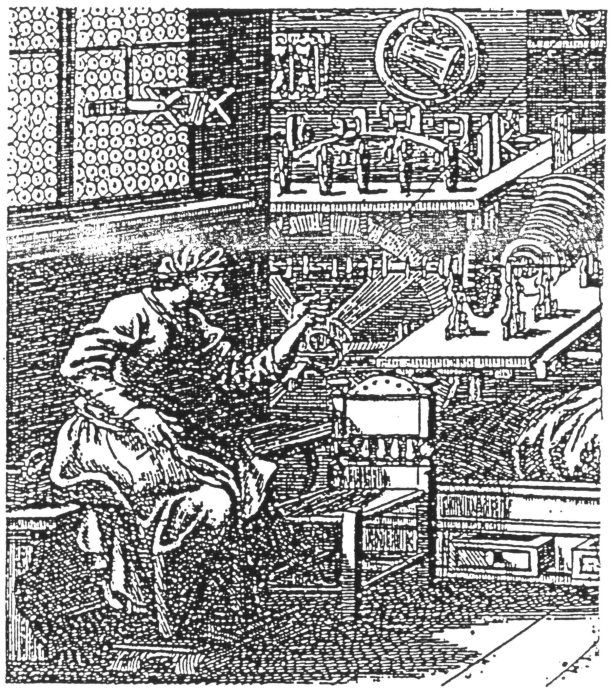
Metalik tellerin kesme veya tel çekme-haddeleme yöntemiyle üretilmelerinin yanı sıra bu tellere çeşitli yüzey işlemleri de uygulanmıştır. Biringuccio' nun Pirotechnia adlı kitabında belirttiği üzere, saf altının yerine kullanılan yaldızlı gümüş veya bakırın üretimi, dövülmüş gümüş veya bakır çubuğun altın varakla kaplanması ve daha sonra bu iki metalin birbirleriyle kaynak yöntemiyle birleştirilmesi esasına dayanır. Altın kaplı çubuğun yüzeyi parlatıldıktan sonra, tel çekme işlemi için hazır hale getirilir [33].

Altın yaldızlı gümüş tel üretiminde, gümüş çubuk matristen geçmeden önce yaldızlanır. Metalin kesidi tel haline getirilmek için daraltılsa da yaldız tabakasına proses sırasında hiçbir zarar gelmez. Yaldızlı gümüş tel, 16. yüzyıla kadar Avrupa'da kullanılmış, ancak İspanya'da birkaç yüzyıl daha kullanılmaya devam etmiştir. Çekme teli iki silindir altından geçerek "cartolino" adıyla bilinen ince varağa veya yassı altına dönüşebilir. Bu çeşit tel 17. ve 18. yüzyılda kullanılmıştır. Pul formundaki altın, altın folyonun dövülmesi ve kesilmesi sonucu elde edilen altın varaktan farklıdır. Pullar, çekme telinin yassılaştırılmasıyla üretilirler [2].

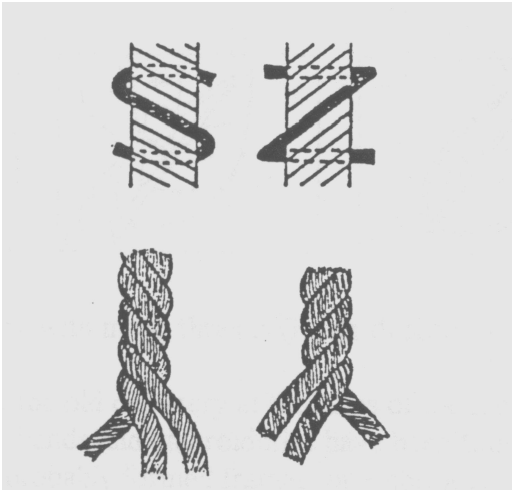
2.4.4 Sarma yöntemi

Sarım işlemi, merkezinde bir çekirdek malzemesi bulunan teller veya şeritler için uygulanan bir yöntemdir. Burada amaç, metalin fiber çekirdeği etrafına sarılmasıdır. Eski zamanlarda, sarma işlemi bir eğirmen (Şekil 2.8) yardımıyla yapılıyordu. Sargıda bükülmüş olan ipek, tavana sabitlenmiş bir çelik kancadan geçirilir ve neredeyse döşemeye değen bambudan yapılmış eğirmene bağlanır. Usta diğer taraftan, makaradan gelen altın telin, kontrol edebileceği kadar yukarıya doğru bükülmesini sağlar. Sonra, eğirmeni durdurur, sarılmış olan teli çıkarır ve işine devam eder [27].

Eğirme işlemi, hangi makine kullanılırsa kullanılsın ya saat yönünde ya da saat yönüne ters bir şekilde yapılır. Yön belirlenirken, eğirme işlemi sırasında telin soldan mı yoksa sağdan mı beslendiğine dikkat edilir. Telin eğdirilmesi sırasında oluşan S veya Z formu (Şekil 2.9) daha sonradan o tekstil dokumasının incelenmesi sırasında önemli bir bilgi vermektedir. Buradan hangi yönde eğirme işlemi yapıldığı öğrenilebilir ve böylelikle dönemsel olarak tekstil dokumaları bu şekilde gruplandırılabilir.



Şekil 2.8: Altın tel saran bir usta [27]



Şekil 2.9: Eğirme yönünün S veya Z formunda temsili gösterimi [27]

Ayrıca eğirme teknikleri, sırma ve dantela formunda çekirdeksiz metalik tel üretiminde de kullanılırlar. 19. yüzyılda sırma teli mekanik üretim düzeneği icat edilinceye kadar, elde eğirme işlemi yapılmıştır. Üretilen tellerin sınıflandırılması, Topkapı Sarayı Padişah Elbiseleri Bölümü Küratörü Doç Dr. Hülya Tezcan tarafından gerçekleştirilen bir araştırma sonucunda Antik Dekor dergisinde (2001) yayınlanmıştır.

- Düz kesme tel
- Bükme tel
- Tırtıl tel
- Zemberek gibi kıvrılmış titrek tel
- Saç teli inceliğinde, birkaçı bir arada kullanılan tel

Mattsson da, Doç. Dr. Hülya Tezcan'ın yaptığı sınıflandırmaya benzer şekilde sırmaları formlarına göre dört gruba ayırmıştır. Bunlar (Şekil 2.10),

- Mat görünümlü, yuvarlak telden yapılmış sırma (yansıma çok az)
- Parlak görünümlü, yassı telden yapılmış sırma (yansıma çok fazla)
- Üçgen şeklinde kesit alana sahip yassı telden yapılmış sırma
- Elmas matristen geçen yassı telden yapılmış sırma (at nalı görüntüsüne sahip) dır.



Şekil 2.10: Mattsson'un sınıflandırmasına göre sırma çeşitleri [43]

Mattsson, yaptığı çalışmada (2002), metalik telin nakışta kullanımı için çeşitli tavsiyelerde bulunmuştur. Bunlar;

- Metalik tel genellikle dokumanın üzerine uygulanmalıdır çünkü, telin dokumanın içinden defalarca çekilmesi durumunda, tel çok daha çabuk aşınır.

- Metalik tel istenen uzunlukta kesilmeli ve sabitleme için dokumanın içindeki boşluklardan geçirilmelidir.
- Metalik tel, kurşuni bir ağırlıkla yerinde tutturulur ve dokumaya aynı veya kontrast renkte bir telle dikilir.
- Ufak metalik tel parçaları dokumanın içerisine cımbızla eklenebilir. Elle tutulduğu takdirde telin parlaklığı azalacaktır. Ufak parçaların ilavesinde çok hassas davranmak gerekir.

2.4.5 Metalik ipliklere uygulanan yüzey işlemleri

Dokumalarda ve işlemelerde, altının kolaylıkla bulunamaması ve bu yüzden de maliyetinin son derece yüksek olması nedeniyle altın iplikler yerine altın kaplamalı veya altın yaldızlı iplikler kullanılmıştır. Bir başka neden de İslami yükümlülüklere göre, altının erkeğe haram olmasıdır. İslam, bu yükümlülükle, bir erkeğin erkekliğinin korunması gerektiğini, zayıflığın ve başkasının önünde eğilmesinin doğru olmadığını belirtir. Bu yüzden de, erkeğe hem altını hem de ipekli giysileri haram kılmıştır. Müslümanlığa göre israftan kaçınılmalıdır. Ancak kadınlar bu hükümden sorumlu değildirler. Altın ve gümüş kap kullanmak ise hem kadınlara hem de erkeklere haramdır [44]

Giyimde altınlı süslemeler, ilk olarak eski Mısırlılar tarafından İ.Ö. 2400 yıllarında kullanılmıştır. Tarihöncesi Taş Çağı'na ait Mısır mezarlarında ilk altın süsleme örneklerine rastlanabilir. Evrensel olarak mücevherat sektöründe kullanılan altın miktarı senede yaklaşık 2000 tondur. Bu da toplam altın tüketiminin yaklaşık %75'ine eşittir [7].

İtalya'da ise, eski Romalılar döneminden 15. yüzyıla kadar Mısır, Bizans, Palermo kıyafetlerinde saf altın iplikler kullanılmıştır. Maliyetinin yüksek olması nedeniyle 15. yüzyıldan itibaren ipek etrafına sarılı metal olarak altın yaldızlı gümüşler tercih edilmeye başlandı.

Yukarıda sayılan tüm bu sebeplerden dolayı (altının çok pahalı oluşu, İslam tarafından yasaklanması gibi) saf altının yerine, başlıca Mekanik, Kimyasal ve Elektrokimyasal olmak üzere üç ayrı yöntemle üretilen altın yaldız veya altın kaplamalı iplik kullanılmıştır [45, 46].

Mekanik yöntemde, kaplanacak olan obje, öncelikle yüksek sıcaklıklara kadar ısıtılır, ardından önceden hazırlanmış olan altın varak, objenin yüzeyine bastırılarak kaplanır. Bu işleme yüzey işlemleri biliminde " sıcak giydirme" yöntemi denir [45, 46] .

Kimyasal yöntemde ise, altın kaplama yapmak için iki farklı yol uygulanır. Birincisi, özel olarak hazırlanan altın çözeltisine daldırılmış objenin başka bir işleme gerek kalmadan ince bir altın tabakasıyla kaplanmasıdır. Diğeri de, altın-cıva karışımından oluşan amalgamın obje üzerine sürülmesi, ardından ısıtılarak yüzeydeki cıvanın uçurulmasıdır. Böylece, oldukça kalın bir altın tabaka elde edilir. Bu şekilde yapılan altın kaplama işlemine tombaklama denilmektedir [45, 46].

Son olarak Elektrokimyasal yöntemde, kaplanacak olan obje altın içeren sulu çözeltiye daldırılarak elektrik akımı yardımıyla kaplanır. Bu yönteme elektroliz yöntemi de denilebilir. Sonuçta dayanıksız, yüzeysel bir kaplama elde edilir [45, 46].

2.4.5.1 Mekanik yöntem: Altın folyo, varak ve toz ile yaldızlama

Yaldızlama, altın varak veya altın tozunun odun, taş, deri gibi organik ve metalik yüzeyler üzerine kalıcı olarak tutturulmasıdır. Mısırlılar'ın keşfettiği bu tekniğe ait ilk örnekler, 18. Hanedan'ın 12. kralı olan Tutankhamen'in mezarlığından elde edilen hazinede mevcuttur. Örnek olarak Şekil 2.11 de, Tutankhamen'in altın varakla kaplı, tahtadan yapılmış kutsal eşya sandığı görülebilir.



Şekil 2.11: Altın varaklı kutsal eşya sandığı [47]

İlk başlarda, İ.Ö. 3. bin yılda yaldızlama için altın folyo kullanılırken, bin yıl kadar sonra teknolojinin ilerlemesi sonucu altının daha da ince levhalar halinde

dövülmesiyle altın varaklar üretilmeye başlanmıştır. Altın folyonun kalınlığı 60–100 μm arasında değişirken altın varak 0.1 μm kalınlığa kadar inebilir [48–50].

Altın folyo, en eski yaldızlama tekniğiydi. Burada, ne kimyasal ne de fiziksel bir bağdan söz edilebilir. Altın folyo ile altlık arasında sadece mekanik bir bağlantı vardır. Altlık yüzeyi kaplandıktan sonra, kenarları da altın tabaka katlanarak kaplanır (Oddy, 1981). Yalnız, küçük bölgeleri bu yöntemle kaplamak mümkün değildir. Bunun yanı sıra, kaplama kalın olduğu için, yüzeydeki çok ince detaylar, altın folyoyla kapatılarak yok edilebilir. Hâlbuki altın varak tüm ince detayları gösterir. Üstelik altın folyoya göre daha ucuzdur. Varak, altının dövülmesiyle elde edilir fakat burada bir dezavantaj vardır. O da, varak yapmak için yüksek saflıkta altın kullanma zorunluluğudur; zira altının şekil değiştirme kabiliyeti saflığı ile artar. Bu da eski çağlarda pek mümkün olmamıştır; ta ki doğal saflaştırma yöntemleri keşfedilinceye kadar. Varak çok kırılgan bir malzeme olduğundan, bir eşya üzerine sarılması, altın folyoda olduğu gibi pek kolay değildir. Fakat, altlık üzerine gayet iyi tutunur [50].

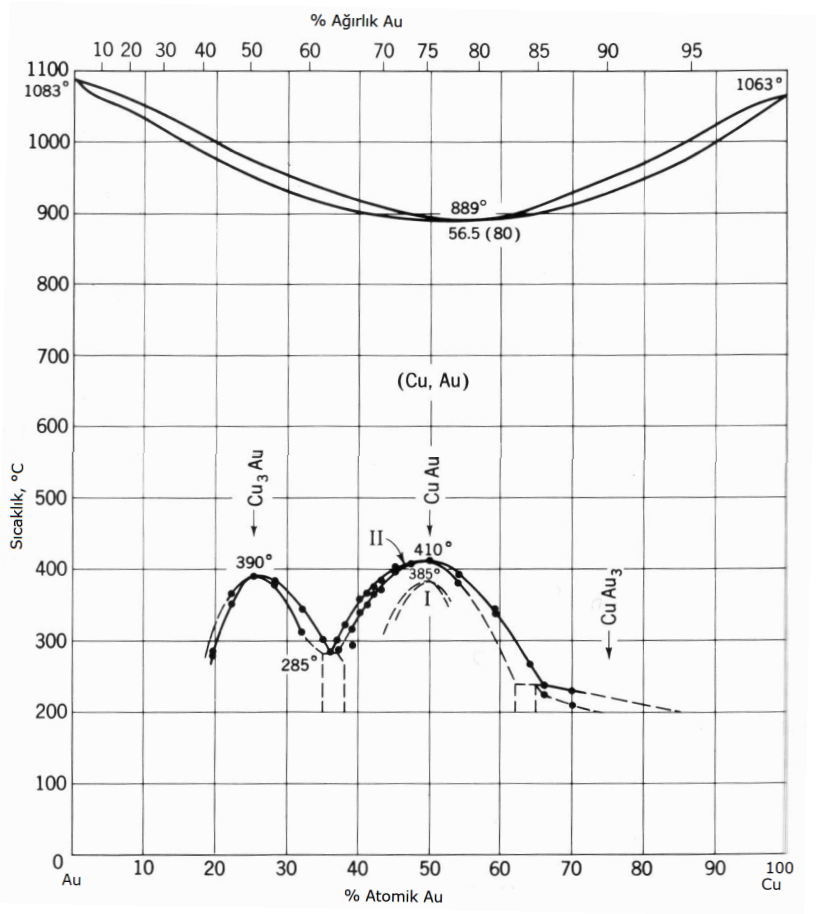
Altın varağın üretimiyle ilgili biraz daha detaylı bilgi vermekte fayda vardır. Arıtılarak saflaştırılmış altın, sığ ve kare formdaki kalıplara dökülür ve burada soğumaya bırakılır. Soğuduktan sonra, altın çıkarılır, dövme işlemiyle iyice inceltilir. İki parmak genişliğinde, kare parçalar halinde kesilen altın levhaların arasına yine kare kağıtlar konur ve paketlenir. Kağıtlar yaklaşık 4 parmak genişliğinde ve keten kumaş parçasından yapılmış parşömendirler. Bu kare parşömenlerin hazırlanması da şu şekildedir. Kağıdın her iki tarafı, ince olarak öğütülmüş ve ardından kurutulmuş toprak boyasının yakılmasıyla elde edilen kırmızı pigmentle ovalanır. Ardından, kunduz, ayı veya yaban domuzunun dişiyle parşömen kağıdı iyice ışıldayıncaya kadar dikkatlice parlatılır. Sürtünme nedeniyle kağıt kırmızı pigmentin rengini alır ve ardından yukarıda da bahsedildiği gibi dört parmak genişliğinde, kare parçalar halinde makasla kesilir. Parşömen kağıdı arası altın levhadan oluşan paket, mermer bir blok altına konduktan sonra, yarım saat boyunca yaklaşık yedi kiloluk bir çekiçle dövülür. Kağıtların boyuna gelen altın levhalar, dört kısma ayrılır ve aralarına kör bağırsaktan ince zarlar konularak tekrar paket haline getirilir. Bir öncekinden farklı olarak, paket iki saat boyunca dört kiloluk başka bir çekiçle dövülür. Dövme işlemi sonunda neredeyse şeffaf hale gelen altın levhalar yeniden dört kare parçaya ayrılarak aralarına kör bağırsak zarları konur ve bu sefer de dört saat boyunca üç kiloluk bir çekiçle dövme işlemi devam eder. İyice incelmiş ve şeffaflaşmış olan altın

varaklar, 10 cm büyüklüğünde kesilerek kitap sayfaları arasında, ileride kullanılmak üzere muhafaza edilirler [4, 35].

Geçmişte olduğu gibi günümüzde de, altın varağı bir organik yapıştırıcı ile yüzeye tutturmak mümkündür. Bunun için de boya fırçası gerekmektedir. Pliny, Natural History adlı kitabında, mermer ve benzeri malzemeler üzerine varağın uygulanması için yapıştırıcı olarak yumurta akının kullanıldığını söyler. Ahşap türü malzemelerde ise Yunanlıların bulduğu "leucophorum" adında, beyaz özel bir tutkal kullanılır. Formülü yarım libre (1 libre = 450 gram) demirli kilden elde edilen kırmızı pigment, on libre parlak sarı toprak boyası ve iki libre Yunan toprağı birlikte karıştırılır. Ardı ardına 12 gün boyunca bu karışım ezdirilir. Ve sonunda leucophorum denen çimento zamk kullanıma hazır hale gelir [51].

Altın varak, yüzeye zamkla yapıştırıldığında, aşınmaya ve yırtılmaya karşı çok dayanıklı olmaz. O yüzden, zamkın yanı sıra ısıtma yöntemiyle de altın varağın metalik yüzeye tutturulması mümkün olabilir. Burada söz konusu durum metallerin birbirleri içinde yayınmasıdır. Altın ve gümüşün birbirlerine olan difüzyonu (yayınması) sonucu aralarında çok kuvvetli metalik bir bağ oluşur. Altın ve gümüş Şekil 2.3 deki faz diyagramından da görülebileceği gibi birbirleri içerisinde % 100 çözünmektedirler. Altın varak, gümüş bir yüzeye tatbik edilmek istendiğinde, birbirleri içerisindeki çözünebilirliklerinden dolayı, altın atomları gümüş yüzeye doğru difüze olurken, gümüş atomları da altına doğru göç ederler. Bunun sonucunda yine metalik obje homojen haldedir çünkü metalik objenin her yerinde altın ve gümüş atomlarının konsantrasyonu aynıdır. Yani difüzyon, malzeme içerisindeki atomların hareketidir. Homojenliği sağlamak için, yüksek konsantrasyonlu bölgeden düşük konsantrasyonlu bölgeye doğru bir atom akışı söz konusu olur. Varağın metalik yüzeye yapışması için uygulanacak ısı difüzyonu hızlandırmaktadır [7]. Aynı durum için şekil 2.4'e bakıldığında bakırın ve gümüşün birbirleri içerisinde kısmi olarak çözünerek katı eriyik oluşturdukları gözlemlenir. Gümüş içerisinde bakır maksimum % 14.1 oranında, bakır içerisinde gümüş ise maksimum % 4.9 oranında çözünmektedir. Bu sınırların dışında kalan alanda ise gümüş-bakır bileşiği oluşur. Homojen bir kaplama yüzeyi için her iki metalin birbiri içerisinde tamamen çözünmesi gerekir. Bu yüzden gümüş kaplamalı bakır yüzey üzerine ayrıca altın kaplanır. Altın ve bakır'ın ikili denge diyagramına bakıldığında ise (Şekil 2.12), altın ile bakırın birbiri içerisinde tamamen çözündüğü fakat düşük sıcaklıklarda spinodal

ayrışmaya uğradığı gözlemlenir. Spinodal ayrışma, aşırı doymuş, homojen katı veya sıvı çözeltinin iki faza ayrıldığı bir çekirdeklenme reaksiyonudur. Yarı kararlı ve kararsız iki fazlı bölgeyi birbirinden ayırır. Kararsız bölgenin bulunduğu sıcaklığa su verme sonucunda kuluçka dönemi olmadan çekirdekleşme olayı gerçekleşir. Spinodal ayrışmada oluşan çekirdek, yeni bir fazın ürünü değildir, aksine ana fazla aynı kristal yapıya sahiptir. Dolayısıyla, her ne kadar altın ve bakır birbirleri içerisinde tamamen çözünseler de yapıda su verme sıcaklığına bağlı olarak kararsız fazlar da oluşur [52].



Şekil 2.12: Altın (Au) – Bakır (Cu) denge diyagramı [36]

2.4.5.2 Kimyasal yöntem

Kimyasal olarak kaplama yöntemlerinden biri akımsız altın kaplama yöntemidir. Burada, dış elektrik kaynağı mevcut değildir. İşlem aşağıdaki iki reaksiyona dayanmaktadır:

Metot 1: $Au^{+} + M^{0} \longrightarrow Au^{0} + M^{+}$ M, metal yüzeyi

Metot 2: $Au^{+} + R^{0} \longrightarrow Au^{0} + R^{+}$ R, banyoya ilave edilen indirgen madde

Yaldızlama solüsyonu, altının kuvvetli mineral asitleriyle yaptığı reaksiyon sonucu oluşan ürünlerin kısmi olarak nötralize olması sonucu oluşur. Örnek olarak HCl ve HNO_3 ten oluşan Kral Suyu verilebilir. HCl ve HNO_3 oranı 3:1'dir. Asidi nötürleştirmek için potasyum bikarbonat kullanılır. Akımsız kaplamada, istenilen homojenlikte ve düzgünlükte kaplama sağlanamayabilir. Ayrıca taban malzeme, korozyona da uğrayabilir. 1 mikrondan daha ince altın tabakası elde edilir. 1. ve 2. metot karşılaştırıldığında 1. metotla 0.1–0.3 mikron kalınlığında kaplama elde edilirken 2.de daha kalın bir kaplama tabakası elde edilir. Ve de birinci işleme göre reaksiyon daha çabuk gerçekleşir, kaplama işlemi daha çabuk sonlanır [53].

Cıva ile yaldızlama da, diğer kimyasal yüzey bitirme işlemidir. Özellikle bakır alaşımları için, difüzyonla bağlanmaya alternatif bir yöntemdir. Bu teknik, Çin'de İ.Ö. 300 yılında, Avrupa'da ise M.Ö. 200 yılında kullanılmaya başlanmış ve 19. yüzyılda elektrolitik kaplama yönteminin keşfine kadar bu yöntemden yararlanılmıştır [54]. Soğuk ve sıcak cıva yaldızlama olmak üzere ikiye ayrılır [7].

Soğuk cıva yaldızlama:

Temizlenmiş bakır yüzeyi iyice parlayana, ayna gibi olana kadar, yüzey cıva ile silinir. Bir miktar bakır cıvanın içerisinde çözünür ve bunun sonucunda ince bir tabaka bakır amalgamı elde edilir. Geride kalan fazla cıva mekanik olarak yüzeyden temizlenir ve ardından önceden hazırlanmış altın varak, basınç etkisiyle yüzeye tatbik edilir. Böylelikle, altın varak, bakır amalgamıyla kuvvetli bir bağ oluşturur. Yüzeyde istenen rengi elde etmek için birden fazla miktarda varak kullanılır [7].

Sıcak cıva yaldızlama:

Sıcak cıva yaldızlama yönteminin kaplanacak yüzey üzerinde uygulanmasına geçmeden önce amalgamın ürerimi hakkında bilgi verilmesinde, konuyu daha iyi anlamak açısından fayda vardır.

Cıva, ilk olarak İ.Ö. 1600 lü yıllarda Mısır mezarlarında kullanılmıştır. Eski Çin ve Hintliler tarafından çok iyi bilinen bir elementti [7]. Cıva birçok metalle amalgam denen bir alaşım meydana getirir. Özellikle, eski Metalurji tarihinde, altın ve gümüşle yapılan amalgamlar çok yaygındı. Amalgam, içindeki cıva ve altın miktarına bağlı olarak sıvı, hamurumsu veya katı olabilir [48]. Ortam sıcaklığında, cıva kolaylıkla altını çözer. Reaksiyon sonucu oluşan amalgam, içerisinde %10 altın

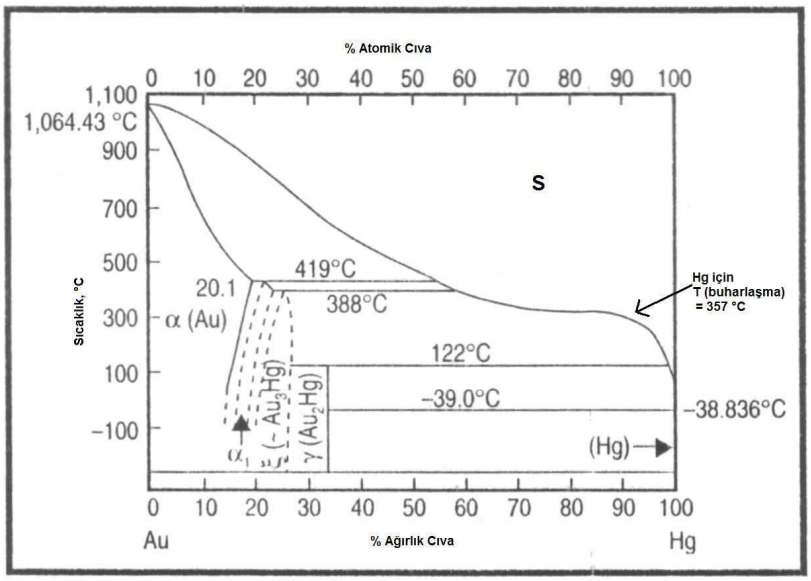
ihtiva ediyorsa sıvı, % 12.5 altın içeriyorsa hamurumsu ve % 15 altın bulunuyorsa katı haldedir [7].

Altın veya gümüş amalgamı, sıcak cıvanın içerisine altın veya gümüş metalinin daldırılmasıyla oluşabilir [48].

Altın (Au) varak parçacıkları, cıvayla (Hg) reaksiyona girerek kül renkli γ altın amalgamını (Au_2Hg) oluştururlar. Şekil 2.13 deki Au-Hg denge diyagramından da görülebileceği gibi, Au_2Hg % 25–35 Hg içerir. Reaksiyonun oluşması için aşırı cıva kullanılmıştır. Altın ve cıva havan topuyla öğütülerek, cıva içerisinde Au_2Hg ince taneciklerinden oluşan bir pasta meydana getirilir. Bu pastanın kıvamı, daha fazla veya daha az cıva ilave edilerek ayarlanabilir. Pasta, yaklaşık olarak % 80–90 Hg ve % 10-20 Au içerir. Temizlenmiş gümüş yüzeyi bu pastayla kolaylıkla kaplanabilir. Cıvanın bakır içerisindeki katı çözünürlüğü azaldıkça, bakır veya bakır alaşımı yüzeyinin bu pastayla kaplanması zorlaşacaktır. Havayla teması sonucu, bakırın yüzeyinde ince bir bakır oksit tabakası oluşur. Bu tabakayı yok etmek için, amalgam pastasıyla birlikte, seyreltik nitrik asit gibi korozif yani aşındırıcı bir reaktif kullanılmalıdır. İlk olarak, 16. yüzyılda, İtalyan kuyumcu ve aynı zamanda heykeltıraş olan Benvenuto Cellini oksit tabakasının kaldırılması amacıyla bir reaktif kullanılması gerektiğini öne sürmüştür ve bunu da 1568 yılında yaptığı çalışmasında yayınlamıştır [54]. Orta Çağın sonlarına doğru, mineral asitlerin keşfinden önce, aynı amaçla şap (aluminyum ve potasyum sülfatı veya amonyum alüminyum sülfatından oluşan bir madde), kaya tuzu ve sirke gibi çözeltiler kullanılırdı. Günümüzde, amalgamlamadan önce bakırın yüzey işlemi için, nitrik asit çözeltisinde cıva nitratının kullanılabileceği söylenir [55].

Amalgam pastasıyla kaplanan obje, ısıtılarak, 250–300°C de birkaç dakika bekletilir. Bu sıcaklık aralığı cıvanın buharlaşma sıcaklığı olan 357 °C nin altındadır. -39 °C' de ergiyen cıva 250–300 °C aralığında sıvı haldedir. Bu sıcaklık aralığında tutulan objenin yüzeyindeki altın amalgamın rengi kül renginden mat sarıya dönüşür. Bu renk değişimi, objenin yeteri kadar ısıtıldığını ve parlatma için hazır olduğunu gösterir. Bu safhada, altın yaldız gözenekli ve taneli bir yapıdadır. Cıvanın buharlaşması sırasında yani 357 °C'de, yaldız tabakası ağırlığının 2/3' ünden daha fazlasını kaybeder. Yapıdaki porozite ve pürüzlülük yüzünden, yüzeyin mat bir görünümü vardır. Öğütme yoluyla Au_2Hg/Hg pastasının hazırlanması sırasında, boru şeklinde, bükümlü amalgam tanecikleri oluşur. Altın amalgamı her noktada sıvı

değildir. Sıcaklık -38.836'nın altına indiğinde amalgam katı hale gelir. Çünkü bu sıcaklık cıvanın ergime sıcaklığıdır. Cıva, direkt olarak Au_2Hg'den süblime olmalıdır. Yani katı halden direkt gaz haline geçecektir. Bu da cıvanın kaynama noktası olan 357 °C'nin üzerinde gerçekleşebilir. Isıtma işleminden sonra, obje parlatma taşı veya çelik parlatma takımı ile parlatılır. Amaç, gözenekli yapıyı sıkıştırmak ve daha düzgün ve parlak bir yüzey elde etmektir. Ayrıca, yüzeyin görünüşünü daha da güzelleştirmek için, klorür, nitrat veya sülfat içeren pastalarla, parlatılmış yüzey yavaşça dağlanır. Bu işlem o kadar da önemli değildir, yapılmasa da olur [54].

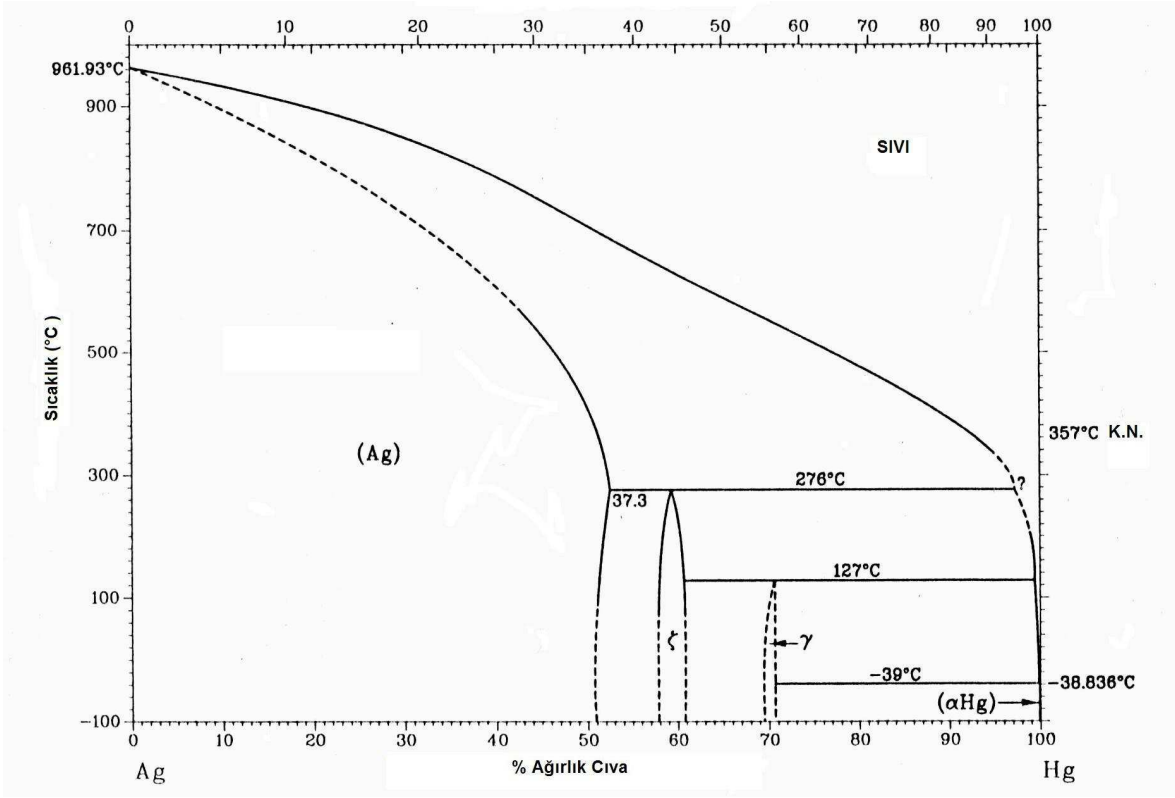


Şekil 2.13: Au – Hg denge diyagramı [54]

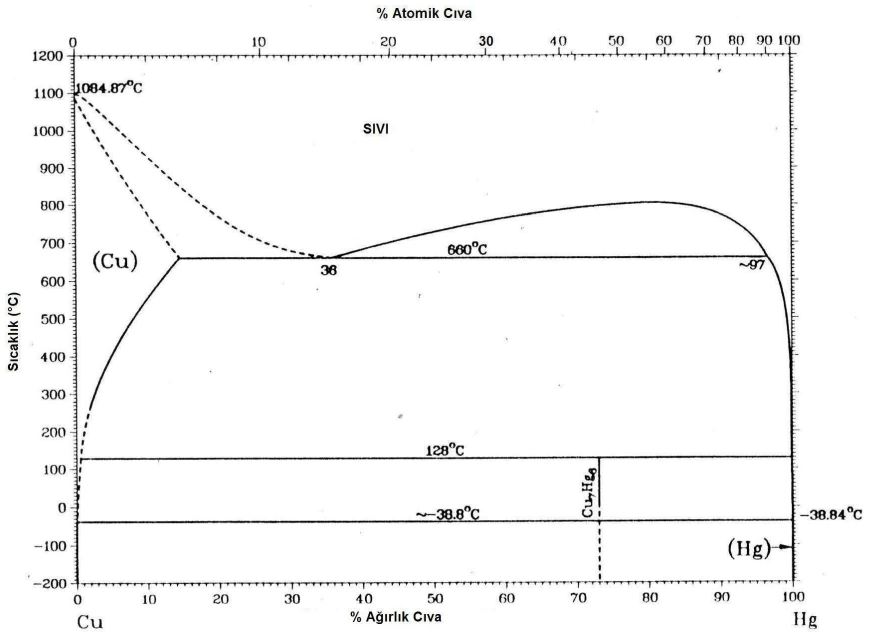
Önemli bir nokta, objenin fazla ısıtılmamasıdır. Çünkü ısıtma dozu kaçarsa, bakır yüksek sıcaklıklarda, açık atmosferde oksitlenir. Altın amalgamının gözenekli bir yapıya sahip olmasından dolayı, kara renkli bakır oksit tabakası da altının altında oluşur. Bu tabakanın kalınlığı, sıcaklıkla ve ısıtma zamanıyla artmaktadır. Tabakanın varlığı, kaplamanın pullanmasına neden olur [54].

Eğer altlık malzemesi bakır değil de gümüş ise, sıcaklık, altın kaplama ile gümüş altlık arasındaki difüzyon hızına bağlıdır. Gümüş, hava ortamında kızıl sıcaklığa gelene kadar oksitlenmez. Eğer gümüş aşırı derecede ısıtılırsa, o zaman altının rengi solgunlaşacak hatta kaybolacaktır. Bunun için maksimum 350 °C' ye kadar ısıtılmalıdır. En iyi sonuçlar, ortalama 10–15 dakikada ve 250–350 °C arasında elde edilmektedir. Bu yöntemde kaplama kalınlığı 2–10 μm arasındadır. 0.1–0.4 μm' lik

kalınlığa sahip altın varağa göre çok daha kalın bir kaplamadır. Bunun nedeni de, altlık ve kaplama malzemesi arasında difüzyon yoluyla bağ oluşmasıdır. Cıvanın buradaki rolü ise altlık ve kaplama malzemesi arasında bağlayıcı olmaktır. 10–15 μm kalınlığında, % 25–50 cıva içeren gümüş amalgamı altın yaldızdan önce gümüş yüzeyine uygulanır. Şekil 2.14 deki denge diyagramından, cıvanın gümüş içerisinde yüksek oranda bir çözünürlüğe sahip olduğu görülebilir. Oda sıcaklığında cıva, gümüş içerisinde ağırlıkça yaklaşık %50 çözünürlüğe sahiptir. Aynı şekilde, bakır amalgamı elde edilemez çünkü cıvanın bakır içerisindeki çözünürlülüğü çok çok düşüktür (Şekil 2.15). Oda sıcaklığında %1' den daha da azdır. Bunun yanı sıra, gümüş ve altının atomik yarıçapları 1.44 °A olup cıvanınkine (1.50 °A) oldukça yakındırlar. Fakat bakırınki 1.28 °A' dur. Bu fark da cıvanın bakır içerisindeki çözünürlüğünü olumsuz yönde etkilemektedir [54].



Şekil 2.14: Ag – Hg denge diyagramı [36]



Şekil 2.15: Cu – Hg denge diyagramı [36]

2.4.5.3 Elektrokimyasal yöntem

Altının elektrokimyasal olarak kaplanması, bakır veya gümüş yüzeyin, çözünebilir altın tuzu çözeltisine daldırılması işlemidir. Bu yüzden, bu yönteme yer değiştirme veya daldırma yöntemi de denilebilir. Taban malzemesi yüzeyinde, kaplama işlemi sırasında elektrolitik bir reaksiyon gerçekleşir. Anodik olarak çözünmeye ve altının yüzeyde toplanmasına dayanan bir işlemdir. Altını çözmek için, kuvvetli mineral asitlerine (bunlara oksitleyici veya kompleks oluşturucular denir) ihtiyaç vardır. Örneğin nitrik asit, amonyak tuzu (amonyum klorür) ile birlikte, altın için iyi bir çözücüdür. Taban malzemesinin yüzeyi tamamen altınla kaplanınca işlem sona erer. Yüzeyde çok ince bir kaplama tabakası oluşur. Bu yüzden, bu şekilde üretilen altın kaplama çok dayanıklı değildir. Elektrokimyasal kaplama altından ziyade gümüşle daha kolay yapılır [53, 56].

Ayrıca, altının galvanizlenerek de kaplanması mümkündür. Altının bu yöntemle kaplanmasını sağlayacak çözeltiler, geleneksel sıcak alkali siyanür çözeltisi (aşırı siyanür), altın siyanür alaşımı (serbest siyanür yok, genellikle siyanür kobalt veya gümüşe bağlı), asidik altın (pH 4.0 – 4.5, sitrat veya fosfat banyosuyla tamponlanmış), asidik veya nötr altın (pH 6.2 – 6.8, sitrat veya fosfat bazlı), siyanürsüz elektrolitler (alkali sülfitler) olarak sayılabilir [56]. Kaplanacak olan malzeme, sistemin katodu olarak adlandırılır ve bataryanın veya başka bir elektrik

devresinin negatif kutbuna bağlanır. Diğer elektrot ise güç kaynağının pozitif kutbuna bağlanmıştır ve anot olarak adlandırılır. Kaplama boyunca, her bir elektrot karşılıklı değişime uğrar. Elektron değişimi sonucu katot yüzeyinde meydana gelen reaksiyon:

$$M^{z+}_{\text{çözelti}} + z\acute{e}_{\text{katot}} \longrightarrow M^{0}_{\text{birikim}}$$

Anotta ise oksidasyon reaksiyonu gerçekleşir.

$$M^{0}_{\text{anot}} \longrightarrow M^{z+}_{\text{çözelti}} + z\acute{e}_{\text{anot}}$$

Altın siyanür banyosu çözeltilerinde altının yüzeyde birikmesi için aşırı voltaja ihtiyaç vardır. Negatif yüklü siyanür kompleksleri yüzünden biriktirme prosesi daha karmaşık bir hale gelir [56].

2.4.6 Lameleme yöntemi

Lameleme ve fiziksel buhar biriktirme yöntemleri, günümüzdeki metalik ipliklere uygulanan yöntemlerdir. Amerika'da ilk modern metalik tel, 1946 yılında Dobeckmun firması tarafından üretilmiştir. Bundan önce, Avrupa'da, 1930lu yıllarda, Cellometal ticari adıyla satılan, iki tarafı Cellophane adı verilen bir polimerik malzemeyle kaplı alüminyum teller kullanılmaya başlanmıştı. Burada, alüminyum tabaka polyester veya asetat filmiyle kaplanır. Daha sonra bu kaplamalı fiberler uzunlamasına şeritler olacak şekilde kesilir ve bobinlerin etrafına sarılırlar. Metal renklendirilebilir ve bir saydam film ile kaplanır. Öte yandan, yapışkanlar veya saydam film de renklendirilebilir. Metalik fiberlerin görünüşünü değiştirmek için çok fazla renk ve etki varyasyonları mevcuttur [57].

2.4.7 Fiziksel buhar biriktirme (FBB) yöntemi

Günümüzde metalik fiberler, lameleme yöntemi ile üretildiği gibi FBB ile de üretilebilmektedirler. Proses metalin buharlaşıncaya kadar ısıtılmasına ve ardından 10^{-3} torr gibi yüksek bir basınçta polyester filmin üzerine biriktirilmesine dayanır. Her ne kadar bu yöntemle üretilen fiberler daha esnek ve daha dayanıklı olsalar da, bu şekilde çok fazla üretilmemektedirler [57].

2.5 Metalik İpliklerde İpek

Geçmişi İ.Ö. 2600 yılına dayanan ipek, o gün bugündür tekstil ürünlerinin içinde en şık ve en gösterişlisi olarak kabul edilir. İpeğin keşfine ait birçok rivayet günümüze kadar gelmiştir. Bunlardan en doğru olanı, ipeğin Çin' de bulunduğudur. Rivayete göre, Çin İmparatoriçesi Si-Ling-Chi bahçesinde oturmuş çayını yudumlarken, fincanının içine kazara bir ipekböceği kozası düşer. Sıcak olan sıvı, kozayı yumuşatır ve bunun sonucunda ipek fiberi İmparatoriçe tarafından kolaylıkla çekilir. Si-Ling-Chi, asırlar boyunca ipekböceğinin tanrıçası olarak anılır. Çinli kaşifler, bu ham maddenin kaynağını aralarında bir sır olarak saklamışlardır [58]. Hatta bu sırrı deşifre edenler de idam cezasıyla yargılanmışlardır [17].

Walton, "Tekstil Malzemelerinin Hikayesi" adlı kitabında yünün, pamuğun ve ketenin ne zaman ortaya çıktığının bilinmediği gibi ipeğin de ortaya çıkış zamanının bilinmediğini söyler. Kitabında verdiği bilgilere göre, ipek ilk olarak doğuda keşfedilmiş ve modern çağlara kadar hep soyluluk ve kraliyet göstergesi olarak kullanılmıştır. Çin prensesi, ipek üretimi için toprağına dut ağacı tohumu ektirmiştir çünkü ipek böcekleri sadece bu ağacın yapraklarıyla besleniyorlardı. Daha sonra ipek, Hindistan'a ardından da İ. Ö. 356 yılında Alexander the Great tarafından Avrupa'ya ulaşmıştır. Julius Caesar döneminde (İ.Ö. 61–44) ipek, elbiselerde kullanılmaya başlamış ve böylelikle İtalyan soyluluğunun temsilcisi olmuştur. İpeğin fiyatı oldukça yüksekti ve altın karşılığı satılıyordu. İranlı ve Aynarozlu iki rahip, Çin'e giderek ipek endüstrisinin nasıl ilerlediğini inceler ve M.S. 536 yılında dut ağacı tohumları ve ipek böceği yumurtalarıyla birlikte Konstantinopolis'e geri dönerler. Tarih kitaplarında, bunları kamış bastonları içerisinde getirdiklerine dair yazılar vardır. Bu andan itibaren, Bizans ipeği dini amaçlar için talep edilmeye başlar [59, 60].

Günümüzde, ipek dokumaları, Fransa, İtalya, Japonya ve Tayland'dan ithal edilmektedir [59]. Bunun yanı sıra, Türkiye'nin de Bursa menşe-i' li ihraç ettiği ipek dokumalar vardır. Türkiye' de ipek üretimi yaklaşık 1500 yıl önce başladı. Osmanlılar döneminde, bu önemli sanayi dalı olan ipekçilik bir sanat haline geldi. Bursa'da üretilen ipek kozaları, Koza Han adı verilen bir handa ipek böceği yetiştiricileri tarafından tüccarlara satılıyordu [59].

2.5.1 İpekböceği Türleri

İpek, tırtıl tarafından üretilen proteinli bir filamandır. Genellikle tırtıl, evcilleştirilmiş Bombyx Mori soyundan gelmektedir [61]. Bombyx Mori ipek böceği dut yapraklarıyla beslendiğinden buna dut ipeği (Şekil 2.16) de denilebilir. Tasar (veya Tussah), Eri ve Muga da günümüzde ticari amaçla kullanılan diğer ipekböcekleridir. Tasar ipek böcekleri yabanidirler. Bunların Çin, Japon ve Hint olmak üzere üç türü vardır. Çin ve Japon Tasar' lar meşe ağacının yaprakları, Hint Tasarı ise Tarminalia bitkisinin yapraklarıyla beslenir. Meşe ağacının yapraklarıyla beslenen Tasarlar, Antheraea yama-mai soyundan gelmektedir. Attacus ricini soyundan gelen Eri ipekböceği çoğunlukla Amerika ve Asya kıtasında bulunur ve hintyağı bitkisinin yapraklarıyla beslenir. Öte yandan, Muga da Hindistan' ın Assam bölgesinde bulunan somlu bitkilerin yapraklarında yaşar. Muga ipeği altın sarısı renginde ve son derece sağlam bir fiberdir. Eri ipeğinin ise kalitesi o kadar iyi değildir. Kozaları beyaz veya tuğla rengindedir. Bir de Afrika'da yaşayan, incir yapraklarıyla beslenen ve Anaphe ailesinden gelen yabani ipek böceği çeşidi vardır. Bu ipekler daha çok tabii dokumalarda kullanılırlar [62, 63].



Şekil 2.16: Dut yaprağıyla beslenen, Bombyx Mori soyundan gelen evcil ipekböceği [64]

Genel olarak evcil ve yabani ipeği karşılaştırmak gerekirse, Tasar ipeğinin evcilleştirilmiş ipeğe göre daha zayıf ve daha esnek olduğu söylenebilir. Çünkü, evcil ipeğe göre daha az kristalin yapıdadır ve daha fazla uzun zincire sahip amino asitleri

bünyesinde barındırır. Bu da gerilme anında Tasar'ın daha çok uzamasına neden olur [18].

Fibroinin kristal bölgesinde çok miktarda glisin, alanin, serin ve valin bulunur. Amorf bölgede ise büyük hacimli zincirler yer alır. Evcil ipek ise yabani ipeğe göre daha kristalin yapıda olduğundan dolayı, glisin, alanin gibi basit amino asitler yapısında daha çok bulunacaktır [18].

Yukarıda yazılanların yanı sıra, ipeğin eklembacaklılar ve örümcekler olmak üzere iki ayrı familyadan üretildiği söylenebilir. Insecta, Arachnida ve Myriapoda eklembacaklılar familyasındandırlar. Yukarıda bahsi geçen Bombyx Mori ipeği de Insecta sınıfına aittir. Örümcekler, eklem bacaklıların tersine sekiz değişik tipte ipek teli üretirler. Myriapodlar tarafından üretilen ipek henüz karakterize edilememiştir [65].

Başka bir sınıflandırmaya göre ipek, ham ve zamkı alınmış olmak üzere iki gruba ayrılır. Ham ipekte yüksek çözünürlüğe sahip protein adı verilen serisin maddesi –ki buna zamk denir– bulunurken, zamkı alınmış ipekte serisin bulunmaz. Serisini yapıdan uzaklaştırmanın üç yolu vardır. İlki, ipek lifinin yüksek sıcaklıklarda suyla birlikte çekilmesidir. İkinci olarak, sabun mahlulu veya seyreltik alkali çözeltisiyle lif çekilir ve böylelikle serisin yapıdan çıkarılmış olur. Son olarak, serisin proteolitik enzimlerle de yok edilebilir [19]. Koza, güve ayrılmadan önce kaynatılırsa, fiberin eğdirilmesine gerek kalmadan, sürekli filaman kozadan çıkarılabilir. Ham ipekte ise durum tam tersidir. Yani fiberi kozadan eğirmek gerekir. Çünkü güvenin kozadan çıkmasıyla bükümler kırılır [17]. Büküm ipek ipliğinin kıvrılmasına denir [62]. Bükümler (Şekil 2.17), serisinin yapıdan alınmasıyla daha uzun ve ince olarak çıkrıklara sarılabilirler.

Düşük güçteki optik mikroskop sayesinde, zamklı ve zamksız ipek ayırt edilebilir [17]. Zamkı alınmış ipek, optik mikroskopta uzunlamasına incelendiği zaman, düzgün, parlak, yarı şeffaf bir filaman olarak gözükür. Öte yandan, zamklı ipek tümseklidir ve düzgün değildir. Yine aynı şekilde, evcil ve yabani ipek de optik mikroskop ile analiz edilebilir. Miller ve Reagan, 1989 yılında yaptıkları bir araştırmada, "American Optical Trinocular Light" (Amerikan Üç Okülerli Optik Işık Mikroskobu) mikroskobunu kullanarak, 430x büyütmede, evcil ve yabani ipek fiberini uzunlamasına ve kesit alanına göre incelemişlerdir [66]. Yapılan çalışma

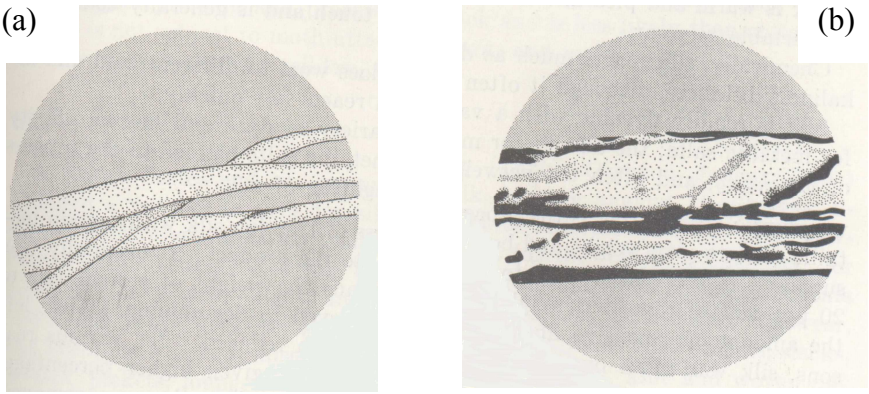
sonucunda, yabani ipekte, uzunlamasına analiz yapıldığında ara ara dar çizgiler görülmektedir (Şekil 2.18a). Kesitine baktığımızda ise (Şekil 2.19a) ipek fiberinin kama biçimli olduğu tespit edilebilir. Evcil ipeklerde ise, kesit alanında eşkenar üçgenler gözlemlenir (Şekil 2.19b). Yüzeyi ise yabani ipeğinkine göre daha düzgündür (Şekil 2.18b) [59, 66].



Şekil 2.17: İpek bükümü [62]

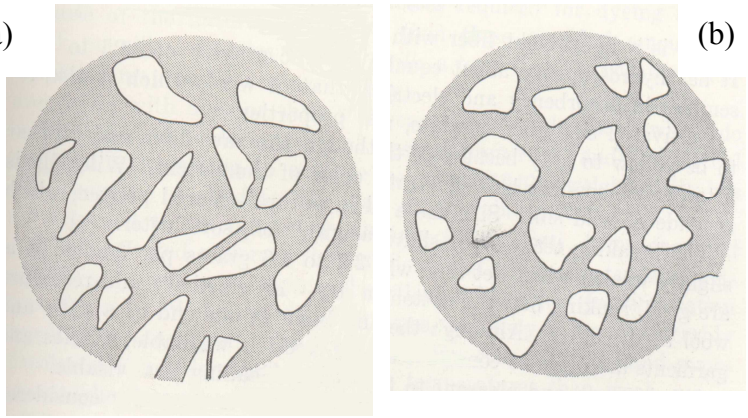
Yukarıda anlatıldığı gibi ipek fiberi mikroskopta incelenerek tanımlanacağı gibi, çeşitli kimyasallar kullanarak da diğer fiber türlerinden (bitkisel ve hayvansal olmak üzere) ayırt edilebilir. Bitkisel (keten, pamuk) ve hayvansal (yün, ipek) lifler yakılarak, liflerin yanma reaksiyonu sonucu verdiği tepkiler incelenir. Bitkisel olanlar kağıt yanığı gibi kokar ve yumuşak gri bir kül bırakır. Hayvansal lifler ise yanık saç gibi kokar ve kömürümsü daha sert bir artık bırakır [22].

(a) (b)



Şekil 2.18: (a) vahşi, (b) evcil ipek fiberine ait uzunlamasına görüntü [59]

(a) (b)



Şekil 2.19: (a) vahşi, (b) evcil ipek fiberine ait kesit alan görüntüsü [59]

2.5.2 İpeğin Üretimi

Filaman eldesi için yapılan koza üretimine ipekböcekçiliği denir. İpekböcekçiliğinde güvenin yaşam döngüsü dört kademeden oluşur:

1. Yumurta evresi: Larva veya tırtıla dönüşür.

2. İpekböceği evresi: Korunmak için kozasını örer ve krizalite dönüşür.

3. Krizalit evresi: Kozadan güve olarak çıkar.

4. Güve evresi: Dişi yumurtalarını bırakır ve böylelikle yaşam döngüsü devam eder [67].

İpekçilikle ilgilenen kişilere Kazaz denir. Bunlar günümüzde bükülmüş ipeği satmakla görevlidirler. İpekçilikle ilgili yapılacak ilk iş ipekböceklerinin tohumlarından fışkırtılmasıdır. 552 yılında Bizans'a getirilen tohumlar at gübresi içerisinde ısıtılarak fışkırtılırdı. Eskiden, bütün kozalar el mancınıklarında (çıkrık) çekiliyordu. 1960 yıllarında ise buharlı mancınıklar kullanılmaktadır. Bugüne göre kıyaslandığında, eskiden çekilen ipekler çok daha inceydi. İran'dan ve Suriye'den gelen ipeklerden ince ve iyi olanlarına Tilan, kalın ve kaba olanlarına ise Kenar denmiştir. Kenar'lar çoğunlukla atkı olarak kullanılıyorlardı. Çözgü iplikleri ise her zaman ince ve iyi cins ipekten olur. Kozalar öncelikle su kazanlarına atılarak bir sopa yardımıyla karıştırılırlar ve bu sayede yumuşatılırlar. Ardından, her bir seferinde 15–20 kadar kozadan çekilen teller çarkta toplanır. İpekler, çözme çarklarında açılıp makaralara sarıldıktan sonra, katlanmak ve hafifçe bükülmek üzere dolaba alınırlar.

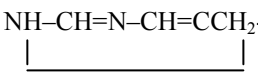
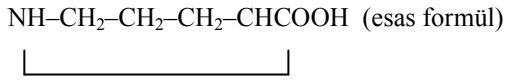
Dolapçılar, dokumalar için ipek hazırlarken, devdahlar da oyalar, kaytanlar ve klaptanlar için ipekleri hazırlıyorlardı [60].

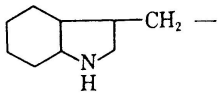
2.5.3 İpeğin Kimyasal Yapısı

İpek, %90'ını glisin, alanin, serin ve tirozinin oluşturduğu ve bunların arasında 3:2:1 lik bir oranın olduğu 18 çeşit amino asitten meydana gelir. Glisin, alanin ve serin fibroin içindeki kristal bölgenin yaklaşık %60' ını oluştururlar. Dizilişleri şu şekildedir: ~Gly-Ala-Gly-Ala-Gly-Ser-Gly-Ala-Gly-Ala-Gly-Ser~

Arginin, treonin ve tirozin ise sadece amorf bölgede yer alırlar. Bunların da dizilişleri ~Gly-Ar-Gly-Tyr-Gly-Tyr-Ar-Gly~şeklindedir.

İpek fiberi ise, koza fiberi, filamanlar, mikro boyuttaki iplikler olmak üzere üç gruba ayrılır. Bu mikro boyuttaki iplikler, lif yapısı içerisinde boşlukları oluştururlar [68]. Bir ipek fibroininde ve serisin maddesinde bulunan amino asitler ve miktarları Tablo 2.4 de verilmiştir [69, 70].

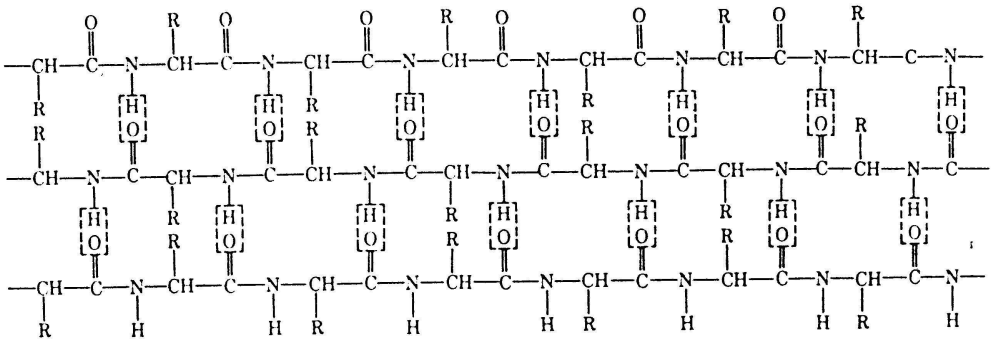
- Glisin H-
- Alanin CH_3-
- Lösin $(CH_3)_2CHCH_2$-
- İzolösin $CH_3CH_2CH(CH_3)$-
- Valin $(CH_3)_2CH$-
- Fenil alanin $C_6H_5CH_2$-
- Serin CH_2OH-
- Treonin $CH_3CH(OH)$-
- Tirozin $HOC_6H_5CH_2$-
- Aspartik asit $HOOCCH_2$-
- Glütamik asit $HOOCCH_2CH_2$-
- Arginin $NH_2C(NH)NH(CH_2)_3$-
- Lisin $NH_2(CH_2)_4$-
- Histidin 
- Prolin 

- Triptofan 
- Metiyonin $CH_2CH_2 - S - CH_3$
- Sistin $CH_2 - S - S - CH_2$

Ham ipek, serisin ve fibroinden oluşan iki proteinden yapılmıştır. Her iki protein de soğuk suda çözünmezler. Serisin maddesi, ham ipek içerisinde, ağırlıkça % 15-25'lere varan oranlarda, fiberlerin yüzeyinde bulunur. Sarımtırak renkte olan, ipeğin parlaklığını ve yumuşaklığını göstermeyen kaba bir dokumaya sahiptir. İpekteki serisin miktarı ipekböceğinin cinsine ve hangi yöreye ait olduğuna bağlıdır. Serisin, serin, glisin, glütamik asit ve aspartik asitçe zengin bir yapıya sahiptir. Sıcak ve seyreltik alkali çözeltilerinde kolaylıkla çözünür. Yapıda serisinin bulunması, bu maddenin çözünebilir olmasından ötürü doğal olmayan koşullar altında ipeğin daha fazla bozunmasına neden olur [19, 69, 71].

Fibroin ise (Şekil 2.20), uzunlamasına peptit bağlarıyla, enlemesine ise hidrojen bağlarıyla bağlı uzun paralel amino asit zincirlerinden oluşur. Glisin, alanin, serin ve tirozin, zincirin başlıca amino asit birimleridir. Diğer kalıntılar ise bunlara nazaran daha az miktardadır [19, 69].

İpek, oldukça mukavimdir. En büyük etken, yapıyı oluşturan moleküllerin sıkı paketlenmesidir. Ayrıca, yüksek kristallik ve moleküler atomların çekim kuvveti de ipeğin mukavemetini etkiler [69]. 4-6 g/denye' lik çekme mukavemetine sahiptir. Sadece, doğal fiber olarak ketenin ve asbestin çekme mukavemeti daha yüksektir. İpeğin tokluğu da fazladır [67].



Şekil 2.20 Fibroinin kısmi yapısı [69]

Tablo 2.4: Bombyx Mori ye ait, fibroinde ve serisinde bulunan amino asit miktarı (kalıntılar/1000 g fiberli protein) [70]

Amino Asit	Fibroin	Serisin
Glisin	446.0	127.0
Alanin	294.0	55.1
Valin	22.0	26.8
Lösin	5.3	7.2
İzolösin	6.6	5.5
Serin	121.0	319.7
Treonin	9.1	82.5
Aspartik asit	13.0	138.4
Glütamik asit	10.2	58.0
Lisin	3.2	32.6
Arginin	4.7	28.6
Histidin	1.4	13.0
Tirozin	51.7	34.0
Fenil alanin	6.3	4.3
Prolin	3.6	5.7
Triptofan	1.1	-
Metiyonin	1.0	0.5
Sistin	2.0	1.4

2.5.4 İpeğin Fiziksel ve Mekanik Özellikleri

İpek fiberi (şekil 2.21), koza fiberi, filaman ve mikro boyuttaki fibrillerden oluşur [68].

İpeğe ait üç çeşit fiber kristal yapısı (Şekil 2.22) mevcuttur. İpeğin kristal yapılarıyla ilgili bilgiler Craig'in Annual Reviews of Entomology dergisinde çıkan makalesinden alınmıştır [65].

- α−spiral yapısı

α−spiral yapısının ana elemanı polipeptit zincir olup, amin ve karboksil grupları arasındaki hidrojen bağıyla dengelenmiştir. Bu kristal yapısına sahip ipeklerde glisin miktarı azken, asidik kalıntılar (aspartik asit, glütamik asit ...v.b.) fazladır. Örümceklerden elde edilen ipeklerin hiçbiri tam anlamıyla α−spiral yapıda değildir [65].

- Paralel β−bükümlü şerit yapısı

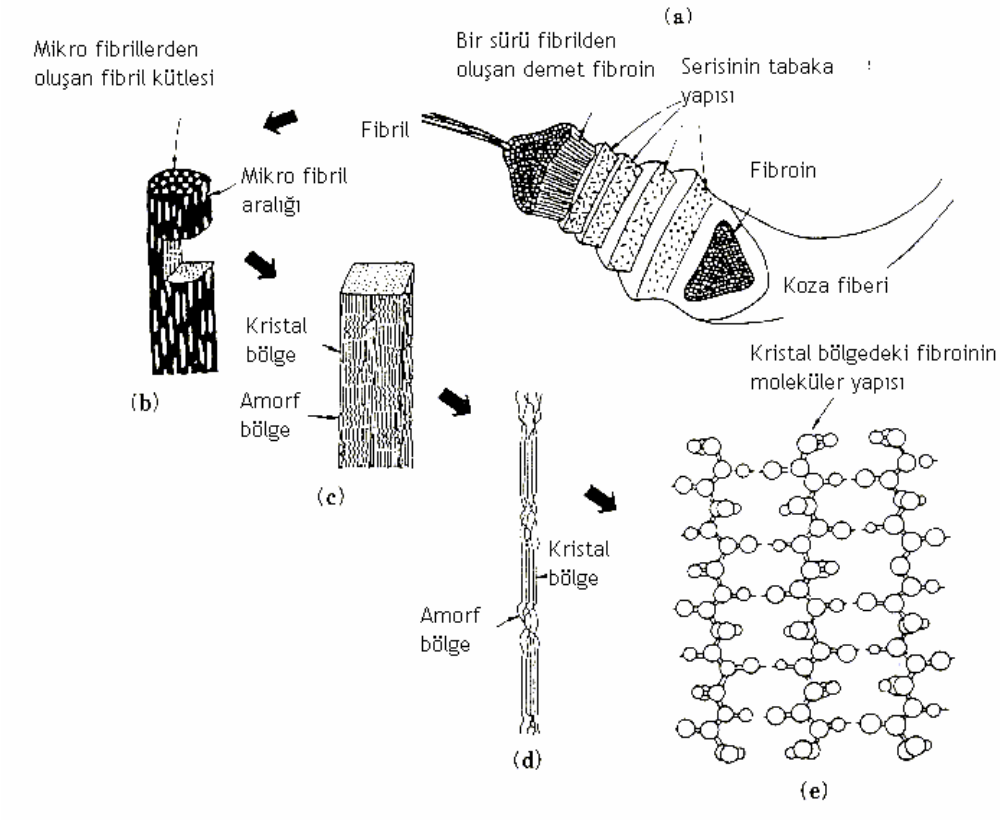
Bu tür ipek hem örümcekten hem de böceklerden üretilir. α−spiral yapısından farkı hidrojen bağlarının zincir içerisinde değil amino asit zincirleri arasında yer alarak polipeptitleri dengelemesidir. Polipeptit zincirler, kutupsal- anti paralel şerit, kutupsal-paralel şerit (bir tarafta gruplaşan alanin kalıntılarının metil grupları), anti kutupsal-anti paralel şerit (şeridin karşı tarafında yer alan metil grupları) ve anti kutupsal-paralel model olmak üzere dört şekilde sıralanırlar. Örneğin Bombyx Mori ipeği kutupsal-anti paralel düzene sahiptir. Metil grupları protein yapısının tek bir tarafında yer alırlar [65].

- Çapraz β−bükümlü şerit yapısı

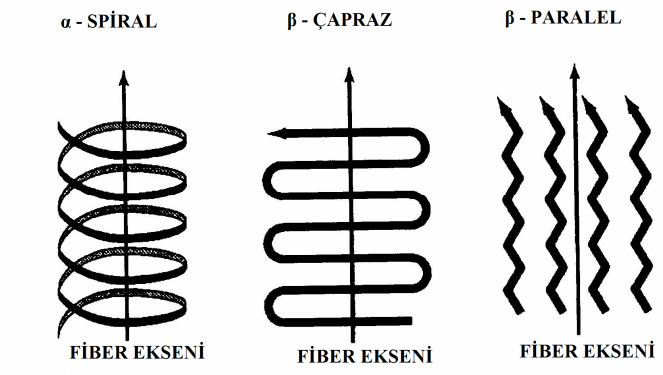
Burada polipeptit zincirler ipek fiber eksenine paralel değil dik olarak sıralanmışlardır. İpeğe gerilim uygulanması veya ipeğin çekilmesi halinde yapı paralel β ' ya dönüşür. Bu geçiş molekül içinde olan bir olaydır. Değişme derecesi ise fiberin deformasyon derecesiyle orantılıdır [65].

İpeğin elastisitesi, mekanik özellikleri açısından son derece önemlidir. İpek fiberi %20 elastisiteye sahiptir. Yani, bir ipek fiberi uzunluğunun 1/5'i kadar oranda çekilip tekrar bırakıldığı zaman fiber hiçbir kalıcı deformasyona uğramadan eski haline geri döner. İpek yaklaşık olarak çelikle aynı çekme gerilmesine sahiptir. Ama sadece çekme gerilmesi olarak. İpeğinki 45 kg/mm^2 iken çeliğinki 63 kg/mm^2 dir. İpek

fiberi düşük elektrik iletkenliğine sahip olduğu için, ipek elektrik yalıtım malzemesi olarak da kullanılabilir. Ayrıca, ısıl iletkenliği de düşüktür. İpek, soğurma (absorpsiyon) özelliğinin iyi olması nedeniyle parlak renklere sahiptir. Düşük sıcaklıklarda boyayı kolaylıkla soğurur [72].



Şekil 2.21: Fibroin filamanının yapısı [73]



Şekil 2.22: İpek yapılarının şematik gösterimi [65]

2.5.6 İpeğin Bozunması

İpek çeşitli dış etkenlerden dolayı -örneğin su, kızıl ötesi ışınlar, ısı, oksijen... v.b.- bozunur, mekanik özellikleri olumsuz yönde etkilenir [68].

Güneş ışığı, ipekte öncelikle sararmaya ve ardından da ipek liflerinin zayıflamasına neden olur. Fiziksel ve mekanik özelliklerde bir düşüş görülür. İpeğin ışık altında sararmasıyla ilgili iki hipotez öne sürülmüştür. Bunlardan biri, yapıda bulunan sistin, tirozin, triptofan gibi bazı amino asitlerin sayısındaki azalmadır. Diğer bir neden ise, yapı içerisindeki peptit zincirinin oksitlenmesidir. Böylelikle α–ketoasil grupları oluşur. Bunlar, foto kimyasal reaksiyonun bir ürünüdür. Sararmayla ilgili ölçümler çeşitli kolorimetreler yardımıyla yapılabilir. Yapıda oluşan karbonil grup miktarı ise amino asit analiziyle tespit edilebilir [75].

İpek, yaşlandırma işlemi sonucu öncelikle amorf bölgede çözünür. Amorf bölgede bulunan amino asitlerin sayısındaki azalma, kristal bölgelere göre daha fazladır. Bu yüzden kristalleşme derecesi zamana bağlı olarak artar. Eğer ipek yüksek enerjili γ ışınlarına tabi tutulursa o zaman hem amorf bölgede hem de kristal bölgede amino asit sayılarında azalma görülür. İpek ısıl deformasyona tabi tutulduğunda ise 250 ºC' de çoğu amino asidin ağırlıkça miktarı azalır. Amorf bölgede bulunan tirozin ve fenil alanindeki azalma oksidasyon reaksiyonuyla harekete geçirilir. Ve serin kaybı da ipekte ısıl deformasyonun en önemli göstergesidir [68].

İpeğin bozunması, yaşlandırma işlemi dışında ipeğe ağırlık kazandırma sonucunda da gerçekleşebilir. Ağırlaşmış ipek, ağırlaşmamış, zamkı alınmış ipeğe göre daha kalın, daha ağır ve daha dökümlüdür. Hem ağırlaştırma prosesi hem de bu proseste kullanılan maddeler ipek fiberini zayıflatır, aşınma ömrünü kısaltır ve asit, alkali, yüksek sıcaklık ve ışığa karşı direncini azaltırlar. Ağırlaştırma işlemi için bir çok organik ve inorganik madde kullanılmaktadır. Örneğin kalay klorürü tek başına veya fosfat ve silikatlarla birlikte kullanılır. Bu maddeler, ipeğe genellikle boyama aşamasında uygulanırlar. İpek ağırlığına göre satıldığı için, her ne kadar ağırlaştırma işlemi ipeğe zarar verse de, ipek tüccarları, kazançları adına bu işlemin yapılmasını uygun görürlerdi. %1 veya daha fazla metal içeren dokumalar ağırlaştırılmış, %1' den daha az metalik element içeren dokumalar ise ağırlaştırılmamış ipek olarak kabul edilirler. Bu yüzde değeri, metalik tuza ait değildir [66].

2.6 Metalik İpliklerin Karakterizasyon Yöntemleri

Metalik ipliklerin ve bulundukları tekstil dokumalarının yüzyıllar boyunca sağlıklı bir şekilde korunabilmesi amacıyla bunların analizlerinin yapılması ve gerek iplikte gerek de tekstilde bozunma görüldüğü takdirde bir an evvel müdahale edilmesi gerekir. Bunun yanı sıra, çeşitli analiz yöntemleriyle geçmişe ait teknolojik bilgi almak da mümkündür. Telin nasıl üretilmiş olduğu, hangi malzemelerin kullanıldığı, nasıl kaplandığı, çekirdek malzemesiyle metal arasındaki ilişki, sarım yöntemi gibi çeşitli konularda bilgi sahibi olunur. Metalik ipliklerin analizi sırasında, iplik numunesinin kumaşın neresinden alındığı son derece önemlidir. Bazen, incelenmek istenen numune, sahip olduğu tekstil ürününü teşkil etmeyebilir. Örneğin; numune, tamir olan veya sonradan eklenen bir kısımdan olabilir. Bir tekstil numunesi içinde birden fazla tekniğin kullanılması mümkündür – basit bir tekstil numunesi hem altın hem gümüş tel, S veya Z bükümlü sargılar veya işleme olarak hem düz hem de sargılı şeritler içerebilir [26]. Büküm, ipliğin, çekim, büküm ya da katlanma sonucunda kendi etrafında dönmesidir. Eğer incelenen numunede büküm görülmüyorsa, bükümün yönü I harfiyle ifade edilir [28]. Aşınma, yaşlanma, bozunma veya çalışma ortamı düzensizlikleri gibi olumsuzluklar nedeniyle, tekstildeki detayların kalitesi değişiklikler gösterebilir. Örnek numunenin işlenmesi sırasında, yapısal özellikler değişebilir veya kaybolabilir, örneğin çekirdekteki fiberlerin burulması, sarılı olan organik malzemenin esnekliği/sıkılığı gibi. [26]. Bütün bu sebeplerden dolayı, bir tekstil numunesi incelenirken, doğru sonuçları vermesi için, tüm detaylara dikkat edilmesi gerekir.

Járó' ya göre, metalik ipliklerin analizi, incelenmek istenen özelliklere bağlı olarak iki gruba ayrılır [6]:

Morfoloji testleri: Optik mikroskop (ışık mikroskobu) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM- EDS, WDS) analiz üniteleri kullanılır. Amaç, ipliğin cinsinin ve boyutunun tespit edilmesi, metalik telin veya şeridin üretiminde kullanılan tekniğin tespit edilmesidir. İncelenecek olan numune bir fiber çekirdeği etrafına sarılı şeritler ise, sarma yöntemi (bükümlü, seyrek, sıkı, v.b.), rengi, malzemesi, fiber çekirdeğinin bükümü görülebilir. Membran şeritlerinde ise, bunlara ilaveten organik malzemenin (hayvan bağırsağı, deri, v.b.) ne olduğu da tespit edilir. Tel örneğinde ise, telin çapı, tel çekme izleri, tane yönlenmesi gibi çeşitli parametreler gözlenir.

Malzeme testleri: Tel ve kaplama ile korozyon ürünlerinin kimyasal bileşimi, fiziksel yapısı ve üretim tekniklerinin, koruma yöntemlerinin etkinliğinin tespiti amaçlanmaktadır.

Telin kimyasal bileşimi:

Tel Çekirdeğinin Kimyasal Bileşimi (Yaş ve aletli analiz):

Elektron mikroskobu (SEM+EDS+WDS, Elektron Mikroprop Analizi),

Atomik Absorpsiyon Spektrofotometresi (AAS), ICP, X-Işınları Flüoresans

Tel Yüzeyinin veya Kaplamanın Kimyasal Bileşimi (Aletli analiz):

Elektron mikroskobu (SEM+EDS+WDS; Elektron Mikroprop Analizi), SIMS, XPS, AES, PIXE, RBS

Kaplamanın kalınlığı ve yapısı:

Metalografi, SEM, X-ışınları flüoresans, kulometrik kalınlık ölçü cihazı

Telin fiziksel yapısı:

X-Işınları Difraksiyonu

Metalik şeritlerin analizindeki ilk adım, genişliklerinin ve kalınlıklarının ölçülmesidir. Bergstrand ve arkadaşları, İsveç Kilisesi'ne ait 200' e yakın numuneyi Sony marka elektronik bir mikrometreyle ölçmüşlerdir. Onlar, kendi numunelerinde metalik şeritlerin genişliğini ortalama 0.1-0.3 mm, ender olarak da 1.5 mm den daha büyük bulmuşlardır. Kalınlık değerleriyse 0.002-0.10 mm arasında değişmektedir. Hatta 0.20 mm den daha kalın numuneler de görülmüştür. Ve son olarak, şeritlerin fiber çekirdeği etrafına sarılı çapları ölçülmüş, 0.05-0.10 mm bulunmuştur [75].

Metal iplik işlemeli tekstil dokumalarını incelerken, her numuneye ait bir kimlik kartı (Şekil 2.23) oluşturulmalıdır. Bu ön kimlik kartının oluşturulmasından sonra, numuneye ait ikinci bir kimlik kartı daha açılır ki burada da numunenin teknik özelliklerinden bahsedilmelidir. Çekirdek malzemesi ve üzerinde sarılı metalik malzeme tanımlanır, metalin kaplamalı olup olmadığı, büküm yönü, telin veya şeridin kalınlığı ve genişliği kaydedilir. Bu da eserin korunması açısından son derece önemlidir.

Prof. Dr. Ali Fuat Çakır		OTEX			OSMANLI TEKSTİLLERİ								
Araş. Gör. Gülsu Şimşek		Analiz Takip Formu											
İ.T.Ü.		Elektron Mikroskobu Analizi											
Metalurji ve Malzeme Müh.		JEOL T-330 SEM Scanning Electron Microscope											
		Analiz Tarihi:							OTEX No:				
NUMUNE		Bulunduğu Kurum:							No:				
Menşesi:		Osmanlı ☐						Diğer ☐					
Ait Olduğu Yüzyıl:		15.☐	16.☐	17.☐	18.☐		19.☐	20.☐					
Ait Olduğu Dokuma Türü:		Kemha☐	Çatma☐	Seraser☐	Diğer☐								
ANA MALZEME		Metal☐	Kağıt☐	Bağırsak☐	Deri☐	Diğer☐							
METALİK İPLİK		Şerit☐	Tel ☐	Tel Demeti☐	Diğer☐								
ÇEKİRDEK MALZEME		İpek ☐	Keten☐	Pamuk☐	Diğer☐	Yok☐							
ÇEKİRDEK RENGİ		Sarı ☐	Beyaz☐	(İPEK)									
METALİK İPLİK		BÜKÜM YÖNÜ			KALINLIK (mm)		GENİŞLİK (mm)		ÇAP (mm)				
		S☐	Z☐	I☐									
EDS ANALİZİ	Au	Ag	Cu	Fe	S	O	Cl	C	Hg				
EDS ANALİZ NUMARALARI													
ALTLIK MALZEMESİ	Au☐	Ag☐	Cu☐	Diğer☐	KAPLAMA KALINLIĞI :								
KAPLAMA MALZ.	Au☐	Ag☐	Diğer☐		CIVA (Hg) : VAR☐	YOK☐							
TEKNİK VERİLER	SEM HIZLANDIRMA VOLTAJI (kV)				EDS ANALİZ SÜRESİ (sn)								
ÜRETİM YÖNTEMİ		Haddeleme☐			Kesme☐								
SARGI		Gevşek ☐			Sıkı ☐		Tek Sargı☐		Çift Sargı☐				
SEM FOTO No:													
AÇIKLAMALAR													
Numunenin nereden alındığına dair ait olduğu tekstil dokumasına ait bir çizim veya açıklama:													
ANALİZ NOTLARI													

2.6.1 Optik mikroskop

Optik mikroskopta, 10-30x büyütme ile metalik ipliğin genel morfolojisi, türü, sarılma yönü, korozyon derecesi ve korozyon ürünlerinin rengi, çekirdek malzemesinin durumu ve rengi gibi parametreler incelenir. Son zamanlarda, ipliğin üretim yöntemi hakkında daha fazla bilgi alabilmek için öncelikle yapısı analiz edilmektedir. Optik mikroskopta en önemli kısım numune hazırlama safhasıdır. Öncelikle, minimum 3–5 mm uzunluğunda, ipliğe ait, hem enine hem de uzunlamasına örnekler alınarak polyester veya akrilik bir plastik kalıba yerleştirilir. Ardından sırasıyla zımparalama ve parlatma işlemine tabi tutulur. Ve son olarak, tane yapısının mikroskopta gözükebilmesi için, numune dağlanır. Altın için, %40 kons. (konsantrasyon) nitrik asit ve %60 kons. hidroklorik asit içeren bir dağlayıcı kullanılır. Tane boyutu ve şekli, son tavlamadan önce veya sonra metalin ne kadar soğuk işleme tabi tutulduğu hakkında bilgi verir. Metalografik inceleme, metalik ipliklerin analizinde çok önemli bir yer teşkil eder [24,27].

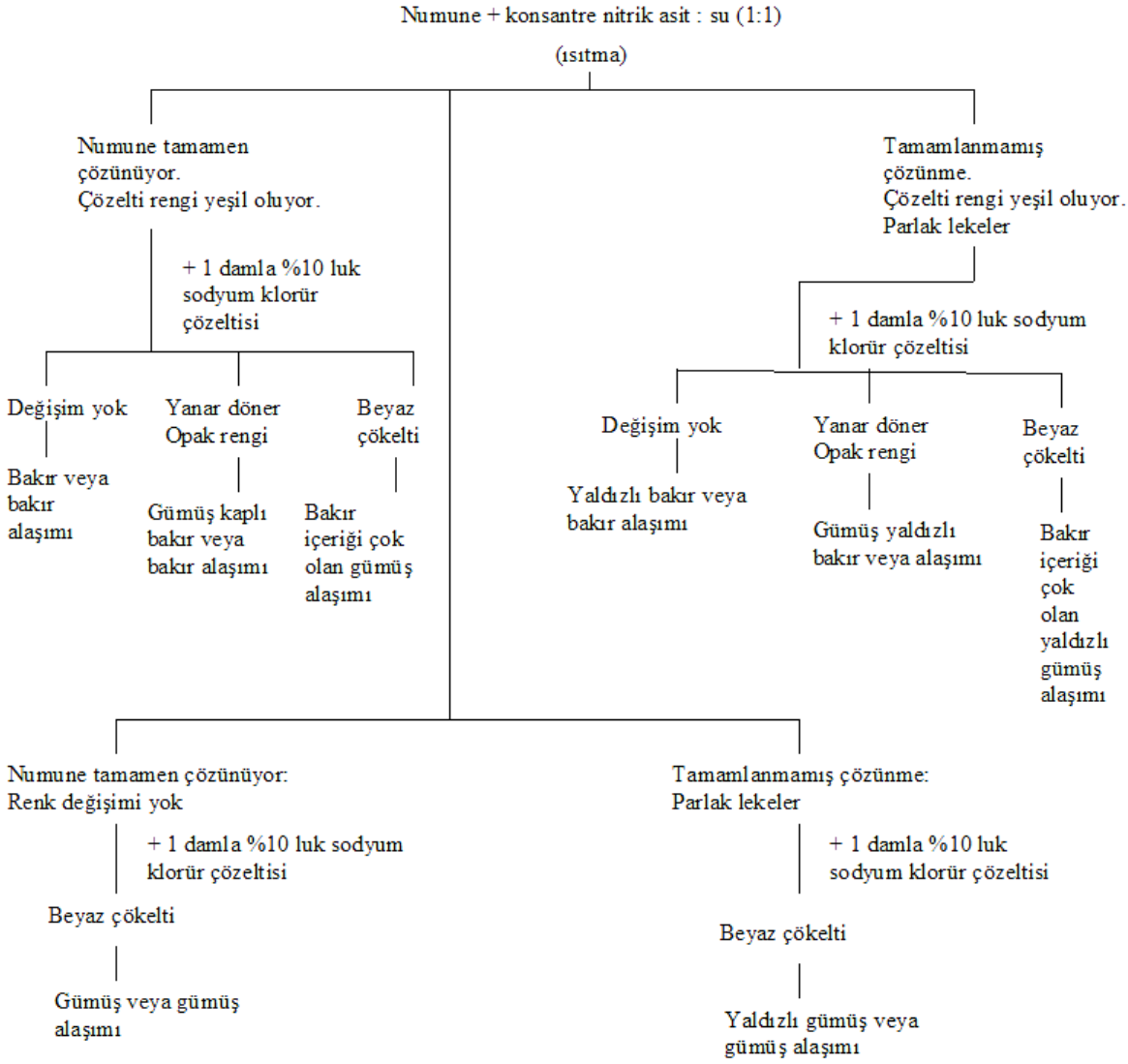
Daha detaylı incelemeye başlamadan önce hızlı bir şekilde, optik mikroskopta metalik ipliğe ait kimyasal bileşim analizi yapılabilir. Tel örneği numune tablasına yerleştirilir ve üzerine 1:1 oranında nitrik asit (HNO_3) : su seyreltik çözeltisi damlatılır. Bunun sonucunda, optik mikroskop yardımıyla numunedeki değişiklikler incelenir. Çıkan sonuçlara göre (Şekil 2.24) numunenin hangi malzemeden olduğu, kaplama yapılıp yapılmadığı tespit edilebilir [24].

2.6.2 Taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope-SEM)

SEM bir görüntüleme tekniğidir. Bu cihaz geliştirilmeden önce aynı amaçla optik mikroskop kullanılmaktaydı. Optik mikroskop elektron mikroskobunun keşfinden önce oldukça başarılı bir analiz yöntemiydi. Optik mikroskopla metalik ipliğin cinsi ve boyutu tespit edilebiliyordu. Teknoloji ilerledikçe, optik mikroskop yetersiz kalmaya başladı ve SEM'in kullanılmaya başlamasıyla önemini kaybetti. Çünkü SEM'le, yukarıda sayılan özelliklerin yanı sıra üretim yöntemiyle ilgili daha detaylı bilgiye ulaşılabilmektedir [13, 76].

SEM'in optik mikroskoba göre çözünürlüğü daha fazladır. Büyütmesi, 10x – 300,000x arasında değişir. Işın enerji aralığı da 500 eV – 50 keV dır ama genel olarak kullanılan 20 – 30 keV' dur. Yanal çözünürlük ise, ikincil elektron modunda 1 – 50 nm' dir. Analiz moduna ve hızlandırma voltajına göre, numunenin nm - μm

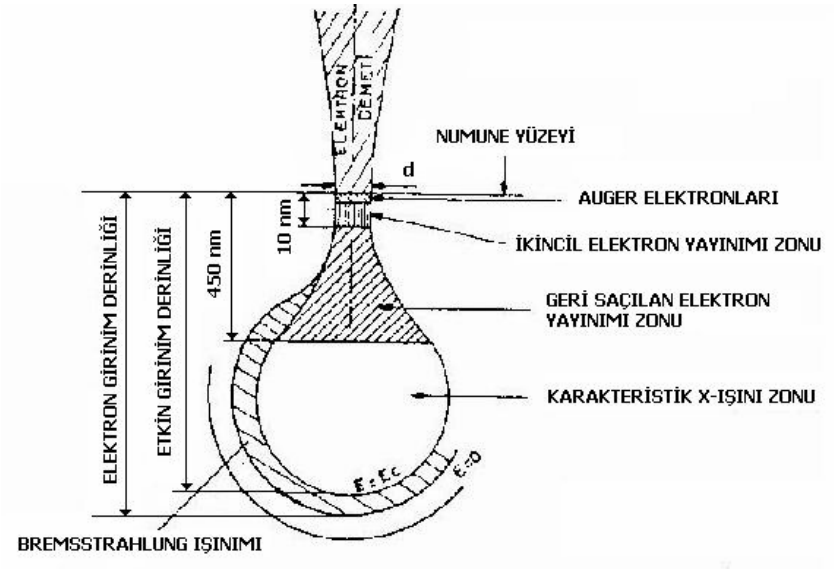
mertebelerindeki derinliklerine inilerek analiz yapılabilir. Ne yazık ki, bu yöntemle bağ yapısı hakkında bir bilgi edinilememektedir [76].



Şekil 2.24: Pratik metalik iplik analizi için şema [24]

Elektron demeti ile numune arasındaki etkileşim, Şekil 2.25'te görüldüğü gibi bir su damlası şekli çizilerek açıklanabilir. Şekilde de görülebileceği gibi, numune yüzeyinden elde edilen Auger elektronları ile numunenin yüzeyi hakkında bilgi sahibi olunur. Daha derinlere inildiğinde (10 nm ve daha düşük) ikincil elektronlar elde edilir. Bunlarla numuneye ait topografik bir görüntü oluşturulur. Elektron demetiyle numune atomları arasındaki elastik girişimler sonucunda, bir miktar elektron numune yüzeyinden geri saçılmaktadır. Geri saçılmış elektron miktarı, numunenin atom numarasıyla orantılıdır. Geri saçılmış elektronlar, numunenin

yaklaşık 450 nm derinliğinden gelmektedirler. O yüzden görüntünün ayrım gücü düşüktür. En fazla x2000 büyütme yapılabilir. Karakteristik ışımalarla ise, numunenin kimyasal bileşimi hakkında fikir sahibi olunabilir [76].



Şekil 2.25: Elektron demeti ve numune arasındaki etkileşim [77]

SEM ile analiz makro boyutta bakıldığında hasarsız bir yöntemdir ancak bazen, numunenin içyapısında elektron ışınından kaynaklanan mikro boyutta hasarlar meydana gelebilir. SEM ile yüksek büyütmede görüntü elde etmenin yanı sıra, EDS ünitesiyle yapıdaki elementlere ait bileşim miktarları da ölçülebilir. İncelenecek olan numune yeteri kadar küçük olmalıdır (0.1 mm – 10 cm). Bu yöntemle iletken malzemeler incelenebilir. Eğer incelenecek olan numune yalıtkan ise onu iletken hale getirmek mümkündür. Numune, yaklaşık 10 nm kalınlığında karbon, altın veya başka bir iletken malzeme ile kaplanır. SEM' de yapılan incelemede vakumlu ortam kullanıldığından, incelenecek olan numunenin vakuma dayanması gerekmektedir. Ve son olarak, numune analizden önce güzel bir şekilde temizlenmelidir. Temizlenmediği takdirde, numuneye gönderilen elektron ışını yapıdaki hidrokarbonların çatlamasına neden olur; böylelikle görüntüde bozukluklar meydana gelir. En iyisi, numunenin ultrasonik banyoda uygun çözücülerle temizlenmesidir. Ayrıca, mekanik fırçalama veya kimyasal aşındırma ile de temizleme işlemi yapılabilir [76, 78].

SEM' le inceleme yaparken unutulmaması gereken husus, bunun numune üzerinde bir nokta analizi değil, numuneye ait ufak bir bölgenin inceleneceğidir. Bu yüzden, çok ince (<1μm) bir kaplama tabakasına sahip numune analiz edilirken, istemeden de olsa altlık malzemesine ait veriler, önceden elde edilen diğer değerlere karışabilir ve yanlış sonuçlar verebilir. Ayrıca, kaplama tabakasındaki hatalar, üniform olmayan kalınlık, empüriteler, mikro çatlaklar, difüzyon prosesi nedeniyle atomlar arası değişim, yüzeydeki korozyon ürünleri ve kirler analizin verimliliğine etki ederler [79]. Bunların dışında kimi elementlerin karakteristik ışıma değerleri birbirlerine çok yakın veya aynı olduklarından kimyasal bileşim analizi sırasında interferans problemi de yaşanabilir.

SEM ile birlikte, kimyasal bileşim analizi için Enerji Dağılımı – X ışınları Mikro Analizi (energy – dispersive X-ray micro analysis – EDS) ünitesi de kullanılır. EDS analizinde, numune yüzeyine gönderilen yüksek enerjili elektronlar numunedeki atomların ilk halkalarından elektronlar koparırlar. Atomdan kopan bu elektronun yerine daha yüksek seviyelerden (üst halkalardan) elektronlar atlayarak, kopan elektronun oluşturduğu boşluğu doldururlar. Bu sırada ortaya çıkan enerji fazlalığı X ışını şeklinde dışarı salınır ve bu ölçümlerden gidilerek atomun cinsi ve kitle içindeki miktarı saptanır [80]. Bu yöntemle, periyodik tabloda Berilyumdan sonraki tüm elementler tespit edilebilir. Hızlandırma voltajı numunenin cinsine göre değişiklik gösterir. İnce filmlerin incelenmesi sırasında, elektron dağılımını mümkün olduğunca küçültmek ve kritik iyonizasyon voltajından (E_k) daha büyük E_0 hızlandırma voltajı kullanmak tavsiye edilir. Analiz için Si(Li) detektörleri kullanılır. EDS, kalite kontrol ve test analizi amacıyla kullanılır. EDS sisteminin avantajları, cihazın taşınabilir olması ve veri toplamadaki hızlılığıdır. Maalesef, piklerin enerji çözünürlüğü zayıftır [76].

EDS' de, numunenin SEM' de elde edilen görüntüsünden daha küçük 1 μm^2'lik bir alanın analizi yapılabilir (Járó ve diğ., 1991). Yüzeyden itibaren yaklaşık 2–3,5 μm derinliğindeki katmandan veri alınabilir. Metalik ipliklerin analizinde x1000–1500 büyütme yeterlidir. Bir dokumada bulunan metalik şeritte, hem OM, hem de SEM – EDS ile incelenecek özellikler şunlardır [14]:

1. Şerit fiberin mekanik özellikleri
    a. Tek veya çift sarım

b. Çekirdeğin ve şeridin bükümü (S veya Z yönünde)

c. Şeridin gevşekliği veya sıkılığı

d. Şeridin üretim yöntemi (Kesme/Haddeleme)

2. Çekirdek fiberinin tanımlanması
3. Çekirdek fiberinin rengi
4. Çekirdek fiberi içerisindeki metalik elementler
5. Şerit malzemesinin tanımlanması
6. Şerit malzemesinin metalik element bileşimi

    a. Altın ve gümüşün mevcudiyeti

    b. Alaşım bileşimi

7. Şeridin tabanındaki metalik elementler
8. Şeridin ve çekirdeğin fiziksel durumu

Eski sistemlerde, metalik ipliklerin analizinde yüksek hızlandırma voltajı (yaklaşık 20-25 kV) kullanılıyordu. Bu da veri eldesi açısından hatalara neden oluyordu. Sadece kaplama tabakasıyla ilgili ufak bir bölge incelenmek istenirken, kaplamanın altında kalan malzemeye ait veriler de analize karışmaktadır. Doğru sonucu elde edebilmek için, bir kaç farklı değerdeki hızlandırma voltajını kullanmak gerekir. Analiz mümkün olan en düşük hızlandırma voltajı (örneğin, altın konsantrasyonu için 4 kV) değerinde yapılmalıdır. Uygulanan voltaj ise, numuneyi meydana getiren metallerin adsorpsiyon sınırlarından daha büyük olmalıdır. Bu değerler AuM_{IV} için 2.307 keV, AgL_I için 3.810 keV ve CuL_I için 1.100 keV' dir. Daha önce belirtildiği üzere, metalik ipliklerde genellikle altın, gümüş ve/veya bakır kullanılır [79].

Örneğin, altın kaplı bir şeridin kaplama kalınlığını ölçmek için yapılacak işlem, altın konsantrasyonu sabit bir değere ulaşıncaya kadar, hızlandırma voltajının kademe kademe düşürülmesidir. Böylece, altın kaplamanın kalınlığı ölçülebilir. 20 kV' luk bir hızlandırma voltajı uygulanması sonucunda düşük bir altın konsantrasyonunun gözlemlenmesi, numunenin yüzde kütle veya atomik birim cinsinden altın içeriğinin az olduğunu göstermez. Esas neden, şeridin çok ince bir altın tabaka ile kaplı olmasıdır [79].

Metalik telin kesit alanına ait iyi ve düzgün bir görüntü almak için konvansiyonel katı hal geri saçılım detektörü kullanılabilir. Kolaylıkla, yaldızlı gümüş telde altın ve gümüş içeriği saptanır. Bunun yanı sıra, ikincil ve geri saçılmış elektronlara ait görüntüler, analizi yapılan metalik telin morfolojisi ve üretim yöntemi hakkında bilgi verir [79].

Eğer, metalik şeritlerin kenarları, yuvarlak ve yumuşak hatlıysa o zaman bu, tel çekme ve ardından haddeleme yöntemiyle üretilmiştir denir. Ancak, eğer şeritlerin kenarları düzgün değil de girintili çıkıntılı ve sert açılara sahipse o zaman bu teller kesme tekniğiyle üretilmişlerdir [15]. Ne kadar ustanın eli iyi olsa da, kesme tekniğinde mutlaka hatalar meydana gelecektir. Tabi bunlar çıplak gözle değil ancak elektron mikroskobu altında görülebilirler. Haddelemede ise elde edilen ürün yuvarlaktır dolayısıyla bizim telimiz de yuvarlak hatlara sahip olacaktır.

Elektron mikroskobunda gözlemlenecek bir başka özellik de, fiber etrafına sarılı metalik şeridin hangi formda sarıldığıdır. Şerit veya tel ya S, ya da Z bükümüne sahiptir [13]. Bu sarılma yönü, kullanılan çekirdek malzemesine göre değişmektedir. Örneğin, hayvan bağırsağından yapılan membran şeritleri keten çekirdek etrafına S şeklinde sarılırlar. Deri şeritlerin bükümü ise Z formundadır [6] Daha önce de belirtildiği gibi büküm görülemiyorsa, büküm yönü I harfiyle ifade edilir [28]. Bu özellik de metalik iplikler arasında ayırt edici bir etkiye sahiptir.

SEM ile bölge taraması da yapılabilir. Bu sayede, aşınmadan ve kusurlu üretimden kaynaklanan kaplama düzensizlikleri incelenir. Çekme, haddeleme, dövme gibi plastik şekil verme prosesleri çok ince altın kaplamasında mikro çatlaklara neden olmakta bu da analizi zorlaştırmaktadır. Oysa günümüzdeki iplikler, elektrolitik olarak kaplanmaktadırlar. Böylece, yapıda hiçbir mikro çatlak oluşmamakta ve çok düzgün bir kaplama tabakası elde edilmektedir [79].

İncelenen numune, gümüş üzeri yaldızla kaplanmış olabilir. Daha önce de açıklandığı gibi, yaldızlama işlemi ya ısı yardımıyla ya da elektro kaplama yöntemiyle yapılmıştır. Fakat bu durum, numune analiz edilmeden bilinemez. Bu yüzden, reçine içine yerleştirilmiş numunenin kesit alanı incelenir. Eğer, altın tabakası içinde altının yanı sıra büyük miktarda gümüş var ise, o zaman yaldızlama ısı yardımıyla yapıldığı anlaşılır. Buradaki itici güç, altın ve gümüşün birbirleri içerisindeki difüzyonudur. Dolayısıyla EDS analizi sonucunda, difüzyondan dolayı

altın kaplaması içerisinde belli bir miktar gümüşün de gözükmesi beklenir. Yani, altın varak ve gümüş birbirine kaynatılmış ve yüzeyde altın-gümüş alaşımı oluşmuştur. Aksine, yüzeyde sadece düzgün bir altın tabakası gözlemleniyorsa o zaman yaldızlama işleminin elektro kaplamayla yöntemiyle yapıldığı anlaşılır. Düşük hızlandırma voltajıyla yapılan yüzey analizinde de hangi yaldızlama tekniğinin kullanıldığı anlaşılabilir. En dış yüzeyden analiz, voltajı 6–10 keV' luk değerlere düşürerek yapılabilir. Saf altın içerisine elektronların penetrasyonu yaklaşık 0.1 – 0.25 μm derinliğindedir. Altın ve gümüşe ait konsantrasyonlar ölçülerek kaplama kalınlığı tayin edilebilir [13].

Metalik ipliklerin yanı sıra ipek fiberi de SEM' de incelenebilir. SEM ile ipek fiberine ait kesit alan görüntülerinin alınabilmesi için öncelikle numunenin analiz koşullarına uygun hale getirilmesi gerekir. Daha önce de söylenildiği gibi, SEM ile incelemede her numune iletken olmalıdır. İletken olmayan malzemeler altın veya karbon ile kaplanarak iletken hale getirilirler. Bu yüzden, ipek fiberleri yaklaşık 10 nmlik bir karbon tabakası ile, ardından bu tabakanın üzerine yine aynı incelikte bir altın-paladyum tabakasıyla kaplanırlar [14, 66].

EDS ile analizde işlem koşulları şu şekildedir [66]:

Hızlandırma voltajı: 20–30 kV

Toplama süresi: 200 s

Uyarma alanı: 1–100 μm^2

2.6.3 X ışınları flüoresansı (X-Rays Fluorescence – XRF)

X-ışınları flüoresansı ile de metalik ipliklerin kaplamalarının kalınlıkları ölçülebilir. Ayrıca bu yöntemle kaplamanın kimyasal bileşimi saptanır. Kaplama tabakasının güvenilir olarak ölçülebilmesi önemli bir safhadır. Burada etken faktörler, analiz için kullanılan metot, kullanımdaki numune ve kaplama tabakasının nasıl korunduğudur. Altının renginin araştırılması sırasında, % 40 altın ve % 60 gümüş içeren alaşımların mat sarı renkte olduğu gözlemlenmiştir. Bu alaşımda hiç bakır elementi yoktur. Altın-Gümüş oranından, numunenin altın ve gümüş varakla mı yoksa sadece altın kaplı gümüş varakla mı kaplandığı tespit edilebilir. Járó ve Tóth' un 1991 yılında yaptıkları araştırmada, EDS ile membran şeridi incelemesi sırasında, 25 keV luk hızlandırma voltajıyla altın/gümüş oranı 0.4/1, 8 keV luk incelemede ise 1.4/1

bulunmuştur. Bu da demek oluyor ki; yüzey altınca zengindir. Bu yüzden, numunede altın varaklı gümüş kullanıldığı düşünülebilir. Emin olmak için kaplama ile taban malzemesi arasındaki ara yüzey de incelenmelidir. Bu araştırmada görülmüştür ki; kaplama kalınlığına bağlı olarak gümüşle birlikte çok az miktarda altın vardır. Bazı durumlarda da altın/gümüş oranının, yüzeyde ve ara yüzeyde, hem yüksek hem de düşük hızlandırma voltajı ile eşit veya yaklaşık olarak eşit olduğu gözlemlenir. Bu da, altın varak ve gümüş varağın bir arada kullanıldığını gösterir. Eğer, kaplama kararmış veya korozyona uğramışsa, o zaman gümüşe ait korozyon ürünleri altın tabakasını kaplayabilir, sandviç gibi bir yapı meydana gelir. Altın varaklı gümüş varakta çok düşük miktarda altın tayin edilir. Bu gibi durumlarda, altın varağın tespiti oldukça zordur [16].

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

SIMS, katı yüzeylerin hem moleküler hem de atomik bileşiminin tayininde oldukça yararlıdır [81]. Dinamik ve statik olmak üzere iki gruba ayrılır. SIMS, SEM' e göre daha yeni bir teknolojidir. SIMS ile ppm-ppb mertebelerinde elementer analiz yapılabilir. Derinlik çözünürlüğü 2 nm–100 μm, yanal çözünürlük ise 50 nm–2 μm' dir. Yüksek hassasiyet gerektiren ölçümler için uygundur. Dinamik SIMS' de numune, SEM de olduğu gibi yüksek bir vakumlu ortamda tutulur. Numunenin yüzeyi enerji yüklü birincil taneciklerle (oksijen, sezyum veya argon iyonu) bombardımana uğrar. Taneciklerin enerjileri 1 ila 20 keV arasında değişmektedir. Direkt veya indirekt çarpışmalar sonucunda, birincil tanecikler ile yüzeydeki atomlar arasında bir enerji transferi olur. Yüzeyden nötür 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. Bu ışımanın devamlı yüzey üzerinde taratılmasıyla bir aşınma başlar. Aşınmanın derinliğine bağlı olarak elementer bileşim de değişir. Bu sayede, elementer veya moleküler izotoplar için şiddet-zaman değişimine göre derinlik profili grafikleri çizilebilir. SIMS, yüzeyden kopardığı tanecikler nedeniyle hasarlı bir yöntemdir. Numunenin elementer analizinin yanı sıra, bu yöntemle kimyasal bağ ve moleküler yapısı hakkında da bilgi sahibi olunur [15, 76].

Statik SIMS' in dinamik SIMS' e göre farkı, özellikle organik ve polimer malzemelerin yüzeylerine ait kimyasal analiz yapabilmesidir. Dinamik SIMS' de olduğu gibi, iyonlar veya nötronlar (1–10 keV enerjiye sahip) numunenin yüzeyine çarparlar ve bu birincil taneciklerin yüzeydeki atomlarla etkileşimi sonucu, atomlar iyonize olarak dışarıya atılırlar. Dışarı atılan iyonlara ikincil tanecikler de denilebilir [76].

Metalik ipliklerde özellikle korozyon ürünlerinin tespitinde son derece yararlı bir yöntemdir. EDS ile sadece elementer analiz yapabilirken, SIMS ile kimyasal bağ ve moleküler yapıda tespit edilebildiğinden, kütle spektrometresi ve derinlik profillerinden gümüşün korozyon ürünü olan gümüş klorür ve gümüş sülfür ürünleri ve miktarları saptanabilir. SIMS' den elde edilen görüntülerle de metalik ipliklerin üretim yöntemleri hakkında bilgi sahibi olunabilir [15].

Metalik şeritlerde çekirdek malzemesi olarak kullanılan ipeğin elementer olarak yüzey analizi de yine EDS'in yanı sıra SIMS ile de yapılabilir. Örneğin SIMS ile ipek fiberinin tirozince zengin amorf bir yüzeye sahip olduğu görülür [82].

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

XPS' in yüzey analizinde kullanılmaya başlaması son yirmi yıl öncesine dayanır. Bu teknik önceleri İsveçli Fizikçi K. Siegbahn tarafından kimyasal analizde elektron spektroskopisi (electron spectroscopy-chemical analysis) olarak adlandırılmıştır. Yüzey hassasiyeti son derece yüksek olan XPS, 3–5 nm' lik derinliğe kadar fiber çekirdeğinde ve metal yüzeyinde bulunan, Hidrojen ve Helyum dışındaki tüm elementleri tespit edebilir. Atomik bileşimin yanı sıra, incelenen elementin ait olduğu bileşiklerin yapısı ve elementlerin oksidasyon basamağı hakkında da bilgi verir. Genel olarak hasarsız bir yöntemdir ancak X-ışınlarına duyarlı malzemelerde ışın numuneye bir takım hasarlar verebilir. Ayrıca, incelenecek olan numune vakumlu ortama da dayanıklı olmalıdır [76, 81, 83].

XPS spektrometresinde, yüksek enerjili bir foton, numuneye ait bir atomun dış kabuğundaki elektronla etkileşime girer. Bunun sonucunda, fotoelektrik etkiden dolayı iyonizasyon olayı gerçekleşir. Foto elektronlara ait piklerin kuvvetlerini ölçerek numune hakkında kalitatif bilgi alınabileceği gibi, yüzey bileşimi hakkında kantitatif bilgi de edinilebilir [83].

XPS tekniğiyle, ipek fiberinin yüzeyinin elementer olarak kimyasal analizi yapılabilir. İpek daha önce de söylenildiği gibi karbon, azot, oksijen ve çok az da sülfür içeren 18 çeşit α amino asidinden oluşur. XPS analizi sonucunda da bu elementlere ait veriler, bağlanma enerjilerinin yer aldığı noktalarda foto elektron pikleri olarak gözlemlenir. Yüzey ve kitle analizlerinin sonucunda kitle fiberine göre yüzey fiberinde daha çok karbon olduğu anlaşılır [83].

2.6.6 Auger elektron spektroskopisi (Auger electron spectroscopy – AES)

XPS' den farklı olarak, AES iki basamaklı bir analiz yöntemidir. AES 'de, uyarıcı olarak kimi zaman X ışınları kimi zaman da elektron demeti kullanılır. Yeterli enerjiye sahip birincil elektronlar yüksek vakum ortamı altında malzeme yüzeyine gönderilirler ve böylece iyonizasyon meydana gelir. Bu birinci basamaktır Bu işlemle, numunenin derinlik profili çıkarılabilir. Numunenin yüzeyine argon iyonları çarptırılarak yüzeyde bir oyuk oluşturulur ve bu oyuktan numuneye ait elementer bileşim alınır. Bu işleme derinlik profili denir. İşlemin gerçekleşebilmesi için, elektron tabancasına ihtiyaç vardır [79, 81, 84]. Auger spektrumları, XPS' de olduğu gibi 20- 1000 eV bölgesindeki bir kaç karakteristik pikten oluşur. Yine malzemenin bileşimi hakkında, XPS'e göre benzer sonuçlar çıkarır. Bu yüzden bu iki yöntem birbirinin rekabetçisi değil tamamlayıcısıdırlar. Aradaki fark, AES düşük atom numarasına sahip elementlere (C,O gibi), XPS ise daha yüksek atom numarasına sahip elementlere duyarlıdır. AES, katı yüzeylerin detaylı bir şekilde incelenmesini sağlayan yüksek çözünürlüğe sahiptir. Bunun nedeni ise, birincil elektronların numunenin yüzeyine X- ışınlarına göre daha hassas olarak odaklanabilmesidir [81].

AES'in en büyük avantajı, yüzey analizinde, düşük enerjili Auger elektronlarının kullanılmasıdır. Sadece Auger elektronları, yüzeyden 4–5 atomik katman derinliğinden çıkarak analiz cihazına ulaşabilirler. Bu yüzden, Auger spektrumu numunenin yüzeyine ait gerçek bileşimi verir. Nord ve Tronner'a göre, yaldızlı gümüş şeritler en iyi ve en kolay şekilde AES ile analiz edilebilir. Çıkan grafik, sıçratma derinliğine bağlı olarak atomik konsantrasyondaki yüzdelik değişimi verir.

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

PIXE de metalik ipliklerin analizinde kullanılan hasarsız, hızlı, verimli ve AES'e alternatif bir yöntemdir. Hasarsız bir yöntem olmasının yanı sıra, analizler açık

atmosferik basınç altında veya helyum atmosferinde gerçekleşmektedir. Dolayısıyla, büyük, kırılgan nesneler, numune hazırlama işlemelerine ve vakuma gerek kalmadan oldukları yerde analiz edilebilirler. Bu yöntemle metalik ipliklerin yapısı ve kimyasal bileşimi saptanır. Yapıdaki elementlerin konsantrasyonu karakteristik X-ışınlarının yayınmasıyla elde edilir. PIXE'nin en büyük avantajı, 10 ppm'den daha düşük miktardaki kalıntı elementlerin (As, Sb, Pb, Hg gibi) analizinin mümkün olmasıdır. Hemen hemen tüm elementler tespit edilebilir [85]. Kalıntı elementlerin tespiti numunenin yaşı ve nereden geldiğiyle ilgili bilgi verir [86]. EDS ve XRF'den farkı ise, numuneye ait tabaka yapısını ortaya çıkarabilmesidir. İncelemeler sonucunda, genellikle tüm metalik ipliklerin tabakalı yapıya sahip olduğu gözlemlenmiştir. PIXE, yüzeyden itibaren yaklaşık birkaç mikron derinliğindeki bölgeye ait elementer analiz yapar. Numunenin yüzeyine gelen iyonlar MeV luk enerjiye sahip protonlardır. Bu yöntemin dezavantajı ise, sadece atomik konsantrasyona ait bilgi alınabilmesi, atomların kimyasal yapısıyla ilgili bir inceleme yapılamamasıdır [87, 89].

Metalik numunelerin analizi dışında, PIXE' den 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 [88]. Analiz sonucunda, ipek fibroinin yapısında silisyum (Si), fosfor (P), kükürt (S), kalsiyum (Ca), mangan (Mn), demir (Fe), bakır (Cu), çinko (Zn) ve stronsiyum (Sr) gibi çeşitli elementlerin yer aldığı görülür. Bunların arasında yapıda en fazla kalsiyum bulunur. Yabani ipekle evcil ipek karşılaştırıldığında, vahşi ipekte kalsiyum miktarının evcildekinden üç kat daha fazla olduğu gözlemlenir. 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, zamklı ipektekine nazaran zamksız ipeğin fibroininde daha fazla bulunur. Yani serisin, fibroine göre daha az bakır içerir. İpeğin sararmasının nedeni de, fibroinin sararmasındandır. Yabani ipekte bakır miktarı daha fazla olduğu için, evcil ipeğe göre daha sarıdır. 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 [88].

2.6.8 Rutherford geri saçılım spektrometresi (Rutherford Backscattering Spectroscopy – RBS)

Numuneyle ilgili daha fazla kantitatif bilgi almak için PIXE ile birlikte 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. Telin şeklinden, boyutlarından ve ışının yanal dağılımından kaynaklanan hataları önlemek için harici mikro ışın kullanılmalıdır [88, 89]. Çapları 100 – 2000 mikron arasındaki değişen boyutlardaki ışınlar kağıt, mürekkep, camlar ve korozyona uğramamış metallerin analizinde yeterlidir. Dezavantajı sayılabilecek bir nokta incelenen numunelerin son derece homojen olması gerektiğidir. Bu yöntemle derinlik profili çıkarılabilir. Mikro proplar ise (10 mikron ve daha küçük) metallerde ve camlarda bulunan inklüzyonların tespitinde kullanılır. RBS ile hafif elementlerin de analizi (C, O gibi) mümkündür [91].

2.6.9 Nötron aktivasyon analizi (Neutron Activation Analysis – NAA)

NAA önceleri, yarı iletkenler gibi yüksek saflıktaki malzemelerde, eser miktardaki safsızlıkların tayininde kullanılıyordu. Günümüzde ise buna ilaveten, biyoloji, jeokimya, kriminoloji ve arkeoloji gibi çeşitli bilim dallarında da bu yöntemden yararlanılmaktadır. NAA'nın tercih nedenleri arasında, metodun hassasiyeti, hızlı, ekonomik, kolay ve güvenilir olması, numuneyi tahrip etmemesi ve başka uygun analiz metodunun olmayışı sayılabilir. NAA'nin diğer bir avantajı ise, aynı numuneden aynı anda birden fazla elementin nitel ve nicel analizine imkân vermesidir. Diğer eser analiz teknikleriyle karşılaştırıldığında bu özelliklerin tamamını bünyesinde taşıyan tek analiz metodunun NAA olduğu görülmektedir. Nötron aktivasyon analizinde kullanılan nötron kaynaklarından 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 [92].

Miller ve Reagan, çalışmalarında NAA kullanarak ipek dokumalarındaki metalik elementleri incelemişlerdir. Bir çok numunede 0.01–0.15 % arası Al ve 0.01-0.63 %

arası Fe bulunmuştur. Al ve Fe suda kirletici olarak bulunduğundan, bu elementlerin yaş işlemesi sırasında ipekte biriktirildiği düşünülmüştür. Ayrıca, numunelerin yarısına yakınında, ağırlaştırıcı ve matlaştırıcı olarak kullanılan Baryumun 0.01–1.68 % arasında bulunduğu tespit edilmiştir. Bütün numunelerde Na ve Cl saptanmıştır. En çok kalay bulunmuştur çünkü kalay tuzları, ipeklerde geleneksel olarak ağırlaştırma işleminde kullanılırlar. Bunların dışında tespit edilen elementler ise şunlardır: K (0.05-2.45 %), Cu (<0.01 %), As (<0.01-0.13 %) [18].

Normalde kurşun ağırlaştırıcı madde olarak kullanılsa da NAA ile detekte edilememektedir. Çünkü, ışınlanmış kurşun izotopları kararlı ve radyoaktif hale gelmemektedirler. Yöntemin diğer bir dezavantajı da, kalıntı elementleri ölçmedeki hassasiyetsizliğidir. Bu yüzden, NAA atomik absorpsiyon ve X ışınları flüoresansı ile kombine olarak çalışır [18].

2.6.10 Atomik absorpsiyon spektrometresi (Atomic Absorption Spectrometer – AAS)

Yaklaşık yarım asırdır kullanılan AAS yöntemi, analitik numunelerde tek element tayini yapar. Yaş analiz olduğundan, incelenecek olan metalik numunelerin çözeltilerinin hazırlanması gerekir. Bu analizle yapıda bulunan elementlerin kimyasal analizleri yapılır. Dezavantajı, metal kaplı ipliklerde kaplama tabakasıyla ilgili hiçbir bilgi verememesidir çünkü çözelti hazırlanırken yapıdaki tüm metaller çözünür [13]. Bu yöntem ile 60’ dan fazla metal veya yarı metalin kantitatif tayini yapılabilir. Metalik olmayan elementlerin rezonans çizgileri genellikle 200 nm’ nin altında bulunur. Bu yüzden de spektrometrenin vakumda olmaması nedeniyle onların tayini yapılamaz. AAS cihazı tarafından çoğu elementin görülebilirlik sınırı 1 – 20 ng / mL veya 0.001 – 0.020 ppm aralığında bulunur. Bağıl hata ise % 1 – 2 büyüklüğündedir. Çeşitli önlemlerle bu rakamlar binde bir veya ikilere kadar düşürülebilir [81].

2.6.11 İndüktif Eşleşmiş Plazma (Inductively Coupled Plasma – ICP)

ICP de AAS gibi bir yaş analizi tekniğidir. Çeşitli üstünlüklerinden dolayı AAS yönteminden daha üstün olduğu söylenebilir. Birincisi, analiz sırasında uygulanan yüksek sıcakların doğrudan bir sonucu olarak, elementler arası girişim daha düşüktür. Ancak kalibrasyonunun çok iyi yapılması gerekir. İkincisi, belirli uyarma koşullarında, birçok element için iyi emisyon spektrumları elde edilmesi ve bunun sonucunda 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. Çünkü en uygun uyarma koşulları elementten elemente göre değişir. Bazı elementlerin uyarılması için yüksek sıcaklıklar gerekirken bazıları için düşük sıcaklıklara ihtiyaç vardır. Böylece en uygun çizgi şiddetinin oluştuğu alev bölgeleri elementten elemente değişir. 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. Plazma kaynaklarından alınan emisyon spektrumları çoğu zaman yüzlerce, hatta binlerce çizgiden oluşan karmaşık spektrumlardır. Bu spektrumlar kalitatif bilgi de başarılıyken, kantitatif analizlerde spektral girişim riski arttığından başarısız olabilirler. ICP ile birçok element 10 ppb veya daha az düzeyde tayin edilebilmektedir.

2.6.12 Amino asit analizi

Amino asit analizi ipeğe uygulanacak bir yöntem olup, bu yöntem ile çeşitli ipeklerin kimyasal yapısı, ipeğin zamklı ya da zamksız olduğu, dış etkenler (ısı, gün ışığı, mor ötesi ışınlar, hava, asitli, alkali ortamlar) nedeniyle bozunması sonucu yapısındaki amino asit miktarlarındaki değişim tespit edilebilir.

Ağırlıkça mikro gram mertebesindeki ipekli dokuma örneklerinin önce hassas olarak ağırlıkları ölçülür. Ardından hidroliz tüplerine konulurlar. İpek numuneleri, 200–400 µl' lik 6N hidroklorik asit (HCl) içerisinde çözünürler. Azotla yıkandıktan sonra tüpler sıkıca kapatılır. Numuneler, 110ºC' de 22 saat boyunca hidrolize uğrar. Hidrolizden sonra, 50 ºC'de, bir vakumlu buharlaştırıcı yardımıyla kurutulurlar. Kromatografik ayırmaya kadar -20ºC de kuru olarak bekletilirler. Amino asit miktarları, ters faz-yüksek basınç sıvı kromatografi yöntemiyle (reverse phase-high pressure liquid chromatography – RP-HPLC) ölçülebilir [19].

Amino asit analiziyle, incelenen ipeğin serisince zengin veya yoksun olduğu saptanabilir. Bu yöntemle, ipeğin bozunmasında çok önemli bir yer tutan tirozin miktarı da ölçülebilir. Tirozin ışıktan etkilenir ve bunun sonucunda tirozin miktarında meydana gelen azalma, ipeğin ışık altında bozunduğunu gösterir. Yapıda gözlemlenen yüksek miktardaki serin miktarı da serisinin varlığını işaret eder.

Yüksek oranda serin varsa, o zaman ipek ışıktan pek fazla etkilenmez çünkü serisinin tirozin için koruyucu bir tabaka etkisi vardır. Işık nedeniyle bozunma yüzeyde gerçekleşen bir reaksiyon olduğundan, serisin üstte koruyucu bir tabaka görevi görür [19].

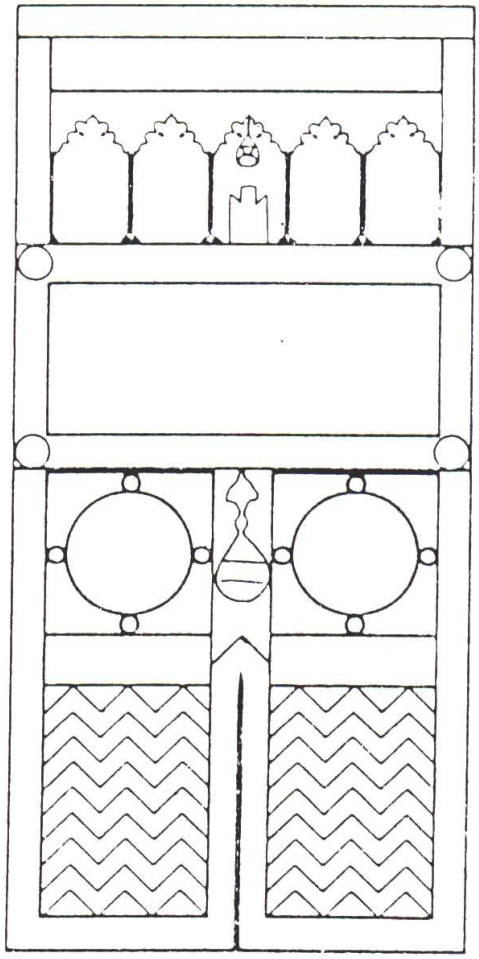
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu yüksek lisans tez çalışmasında, Topkapı Sarayı Müzesi'nde bulunan beş adet Ka'be perdesinden (envanterde TSM 24/43, 24/44, 24/48, 24/49 ve 24/50 referanslarıyla kayıtlı) alınmış gümüş ve altın kaplamalı gümüş teller analiz edilmiştir. Modern yüzey analiz teknikleriyle telin ve kaplamasının morfolojisi, kimyasal bileşimi incelenmiş, üretim yöntemleri saptanmış ve bulunan kimyasal bileşim sonuçları AAS ve ICP gibi yaş analizi cihazlarıyla karşılaştırılmıştır. Ayrıca tellerin yüzeyinde korozyon ürünleri belirlenmiştir. Bunların ne olduğunun anlaşılması için, SEM'e bağlı EDS ünitesiyle noktasal kimyasal bileşim analizi yapılmıştır.

3.1. TSM' de Bulunan Ka'be Örtüleri

Müslümanlar için en kutsal yerlerin başında gelen Mekkede Kâ-be'ye ve Medinede Hz. Muhammedin mezarına (Ravza-i Mutahhara) Osmanlı İmparatorluğu tarafından her Ramazan ayında büyük bir törenle muhtelif hediyeler gönderilirdi. Bunların arasında, Surre denilen, Osmanlı Devleti'nin Müslümanların yaşadığı, Haremeyni Şerifeyn olarak adlandırılan kutsal bölgelere yaptığı para yardımı vardır. İçine paraların konulduğu surreler, her yıl Hacı kafilesiyle birlikte Mekke ve Medine'ye gönderilirdi. Kutsal yerlere surre ile birlikte kıymetli hazine eşyaları ile altın ve gümüş tel işlemeli örtüler de yollanmıştır. Metal işlemeli örtülerin gönderilmesinin Kanuni Sultan Süleyman ile başladığı (1520–66) sanılmaktadır. Kâ-be'ye surre alayı ile gönderilen örtüler içinde, Kâ-be kapısını örten siyah iplikli zemin üzerine sarı ve beyaz renkli metalik tellerle işlenmiş örtü ile perdenin üzerinde Kâ-be duvarını çepeçevre dolaşan yine aynı tarz işlemeli kuşaklar en önemlilerindendi. Ortalama olarak 550x300 cm ölçülerindeki perdelerin altınlı ve gümüşlü tellerle işlenmiş görkemli zenginliğinden tarihi kaynaklar övgüyle söz ederler. Kutsal yerlere gönderilen örtüler her yıl yenilenmekteydi, eskiler Osmanlı Devleti'ne geri gönderilirlerdi. Ka'be örtüsü, Kisve-i Şerif, işlemeli kuşak ve yine kapıyı örten işlemeli perdeden oluşur (Şekil 3.1). Ka'be kuşakları, 23 – 25m uzunluğunda ve 80 –

85cm genişliğindedir. Ka'be duvarını çepeçevre sarar. Kisve-i Şerif, siyah renkli, ipek atlas dokumalı olup kendinden zigzag hatlara sahiptir. Zigzagların arasına Kur'an' dan alınmış ayetler dokunmuştur. Kapı perdesi ve kapı kuşağı işlemeli olduklarından, örtüler Osmanlı Devleti'ne geri gönderildiklerinde işlemelerde kullanılan teller eritilmek üzere Darphaneye gönderiliyordu [93, 94].



Şekil 3.1: H. 950 / M. 1543 tarihli Kanuni perdesinin temsili geometrik gösterimi [93]

Geri gönderilen örtülerin kimisi bütün olarak saklanmış, kimisi de hacılara dağıtılmak üzere ufak parçalar halinde kesilmişlerdir. Ka'be perdelerinden on sekiz adedi Topkapı Sarayı Müzesi Koleksiyonu'nda bulunmaktadır. Bunlardan on bir adedi bütün, üçü parçalardan bütüne tamamlanabilen, ikisi üst yarım, biri alt yarım ve birinin de sadece kitabe kısmı kalmıştır. Ka'be ye sürrenin yanı sıra örtü gönderilmesi Kanuni Sultan Süleyman ile başlamıştır. Bu yüzden en eski Ka'be perdesi Kanuni'ye ait olup, Sultan Süleyman adını ve M. 1543 tarihini taşır. Perdelerin üzerine, hangi tarihe ve kime ait olduğu işlenmiştir. Bu yüzden perdeler

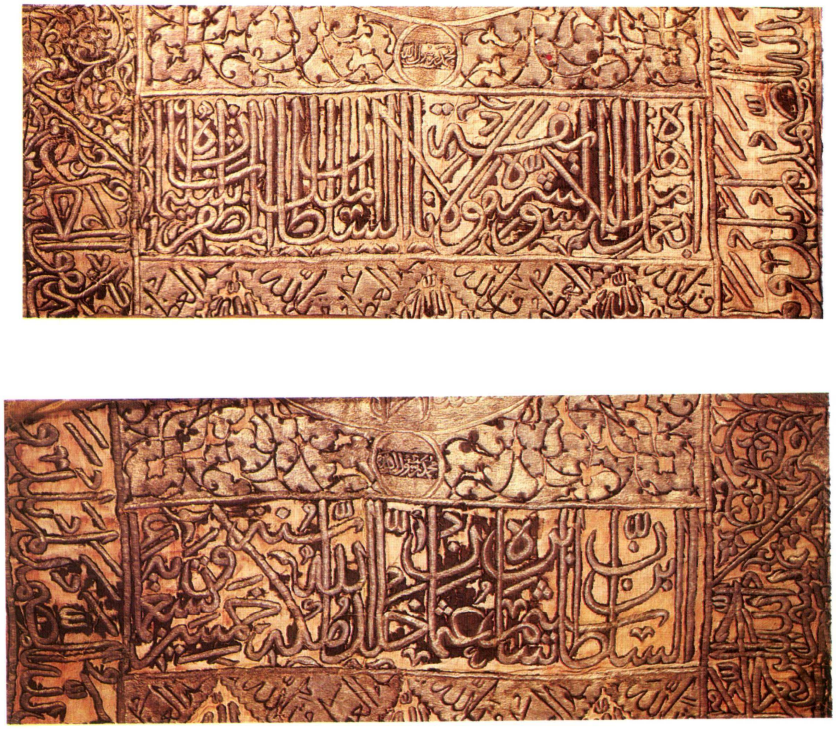
hakkında dönemiyle ilgili yorum yapmak çok daha kolay olmaktadır. Ne yazık ki, Topkapı Sarayı koleksiyonunda 17. yüzyıla ait perde yoktur. 18. yüzyıldan itibaren yakın zamana ait perdeler ise koleksiyonda yer almaktadır. Süleyman adını taşıyan bu ilk perde 508 * 243 cm ölçüye sahip, arkası yeşil renkli kalın astarla astarlıdır. İlk perde olmasından da dolayı işçilik ve kullanılan malzeme muazzamdır [93, 94]. Koleksiyondaki en son Ka'be perdesi de Mehmed Reşad' a ait olup (1909 – 1918) 1910 tarihlidir. Ka'be örtüsü gönderme geleneği, kutsal bölgelere Sürre göndermenin bitmesiyle sona erer.

3.2 Analiz Malzemeleri

Bu yüksek lisans tez çalışmasında incelenen metalik tellerin ait oldukları Ka'be perdeleri tarih sırasına göre şunlardır:

a) TSM Envanter No: 24/49, I. Süleyman (Kanuni), H. 950 / M. 1543 tarihi işlemeli perde (Şekil 3.2)

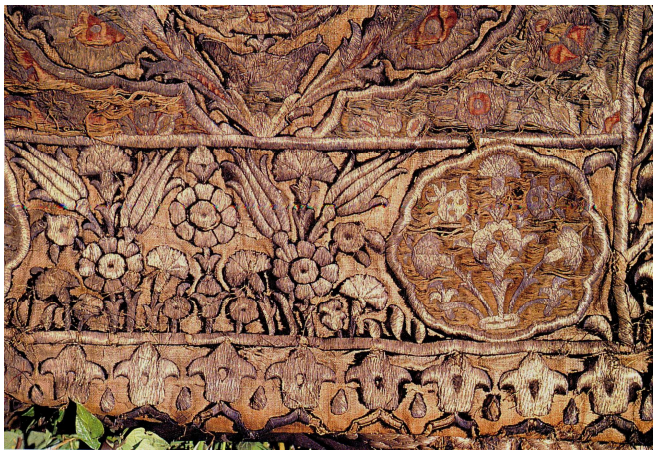
Düz, siyah, atlas dokumalı ipek kumaş üzerine altın yaldızlı gümüş tel ve ipek iplikle işlemeli.



Şekil 3.2: TSM 24/49, Sultan Süleyman'a ait Ka'be perdesi

b) TSM Envanter No: 24/50, II. Selim (Sarı), H. 981 / M. 1573 tarihi işlemeli perde (Şekil 3.3)

Düz, siyah, atlas dokumalı ipek kumaş üzerine altın yaldızlı gümüş tel ve ipek iplikle işlemeli ve kırmızı, yeşil renkli atlasla aplikeli.



Şekil 3.3: TSM 24/50, II. Selim'e ait Ka'be perdesi

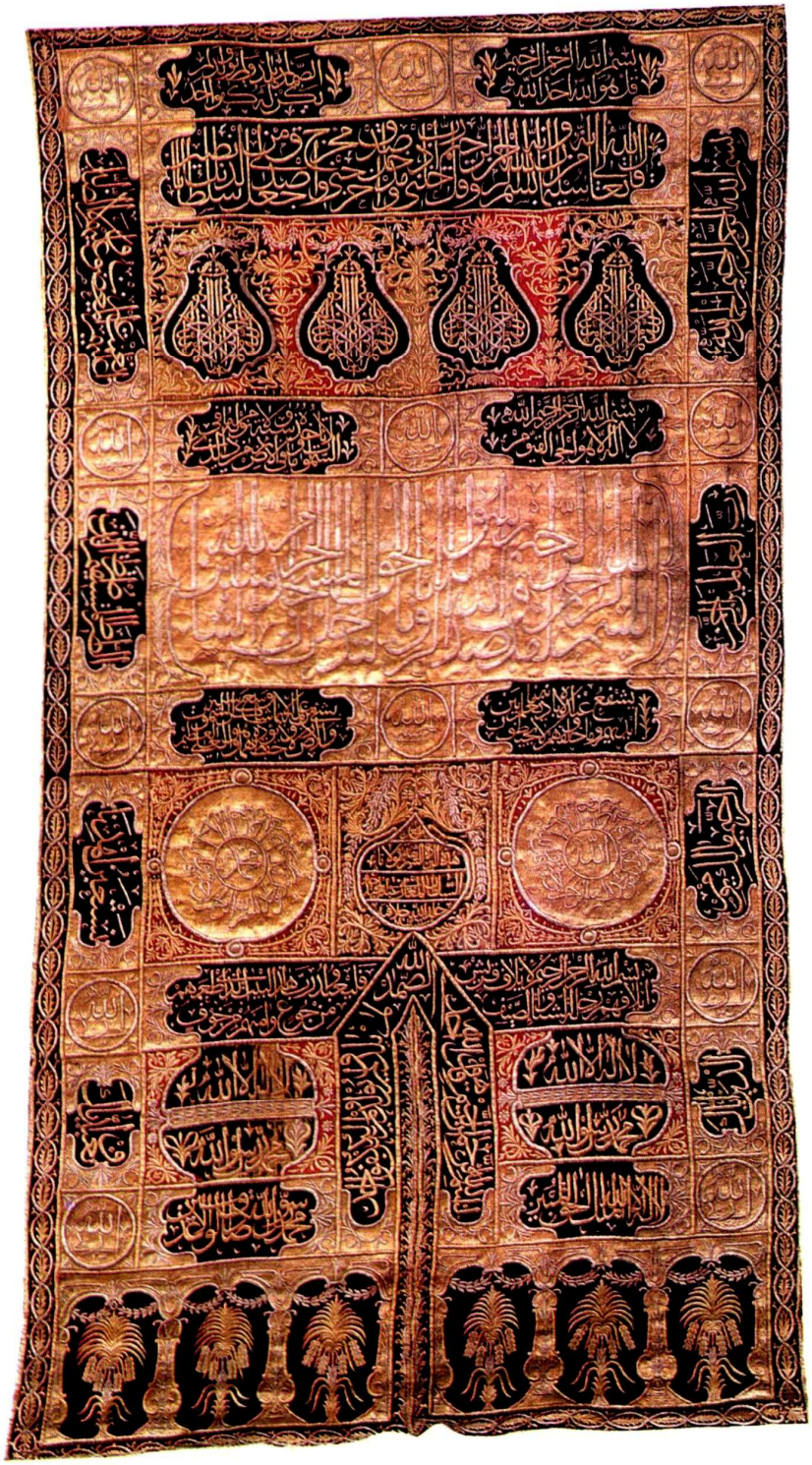
c) TSM Envanter No: 24/44, III. Selim, H. 1204 / M. 1790 tarihli işlemeli perde (Şekil 3.4)



Şekil 3.4: TSM 24/44, III. Selim'e ait Ka'be perdesi

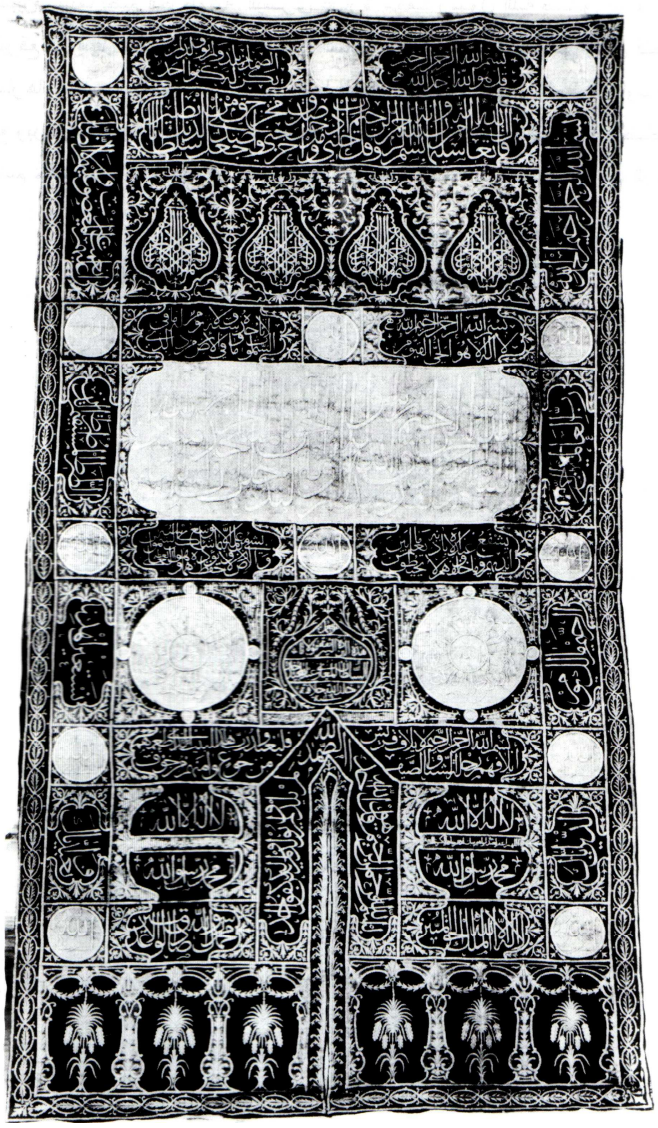
d) TSM Envanter No: 24/48, II. Mahmut, H. 1248 / M. 1832 tarihli işlemeli perde (Şekil 3.5)

Düz, siyah, atlas dokumalı ipek kumaş üzerine sarı ve beyaz telle işlemeli ve kırmızı, yeşil renkli atlasla aplikeli.



Şekil 3.5: TSM 24/48, II. Mahmut'a ait Ka'be perdesi

e) TSM Envanter No: 24/43, Abdülmecit, H. 1264 / M. 1848 tarihi taşıyan işlemeli perde (Şekil 3.6)



Şekil 3.6: TSM 24/43, Abdülmecit'e ait Ka'be perdesi

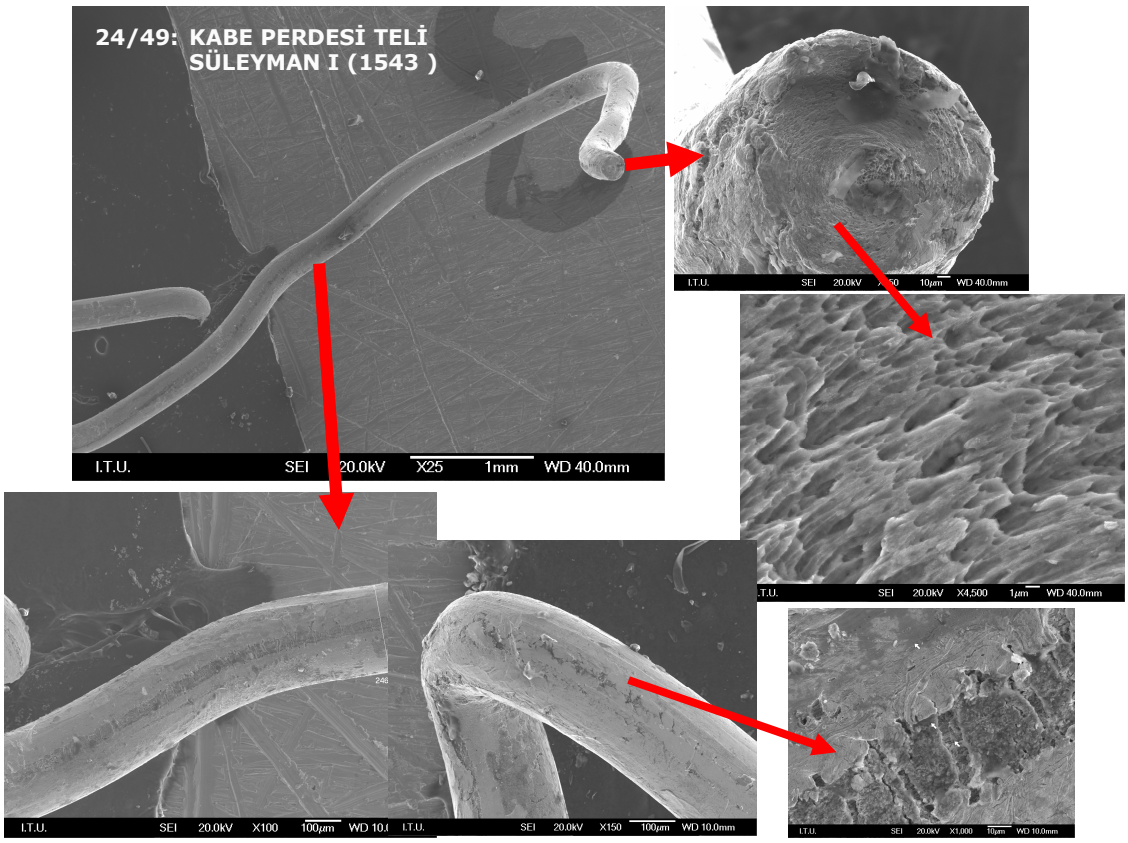
3.3 Metalik Tellerin SEM ve EDS Analizi

Yukarıda envanter numaraları verilmiş olan beş adet tel, öncelikle yüzey morfolojisi hakkında bilgi sahibi olmak için SEM ile incelenir. Bu sayede elde edilen görüntülerden, tel çekme yöntemiyle üretildikleri de doğrulanmıştır. Ayrıca, çekilen görüntüler üzerinden her bir telin çapı ve kaplama kalınlığı hesaplanmıştır. Ardından, SEM'e bağlı EDS ünitesiyle telin kesidi ve yüzeyinden, kaplama malzemesinin de iç ve dış yüzeylerinden kimyasal bileşim analizi alınarak kullanılan malzeme ve yüzeyde oluşan korozyon ürünleri hakkında bilgi sahibi olunur.

3.3.1 SEM' de yapılan incelemeler

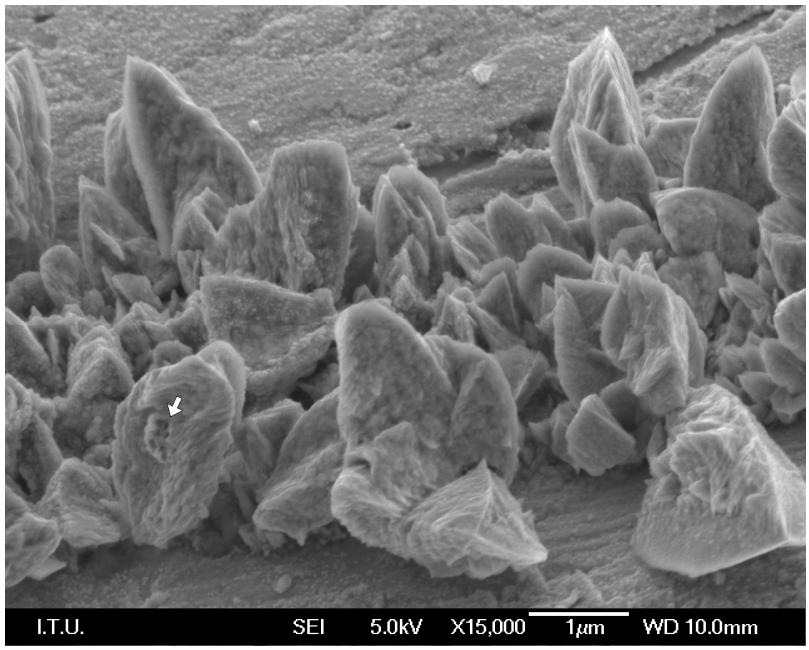
3.3.1.1 TSM Envanter No: 24/49, I. Süleyman (Kanuni), H. 950 / M. 1543

Önceki bölümde de bahsedildiği gibi bu örtü Topkapı Sarayı Müzesi koleksiyonunda bulunan en eski Ka'be perdesidir. İncelenen tellerde tel çekme kalıbının izleri kolayca görülmektedir (Şekil 3.7). Hatta alttaki üç resimde görüldüğü gibi kaplama yüzeyinde kalıptan kaynaklanan ve yüzeydeki kaplamanın sıyrılması ile sonuçlanmış devamlı bir yara izi de vardır. Ayrıca kaplama yüzeyinde gümüş sülfür kristalleri (Ag_2S) şeklinde korozyon ürünlerine sıkça rastlanmaktadır (Şekil 3.8). Sıvı azotta kırılan yüzey (Şekil 3.7, sağ kenardaki iki resim) sünek kırılma özelliği göstermiştir.

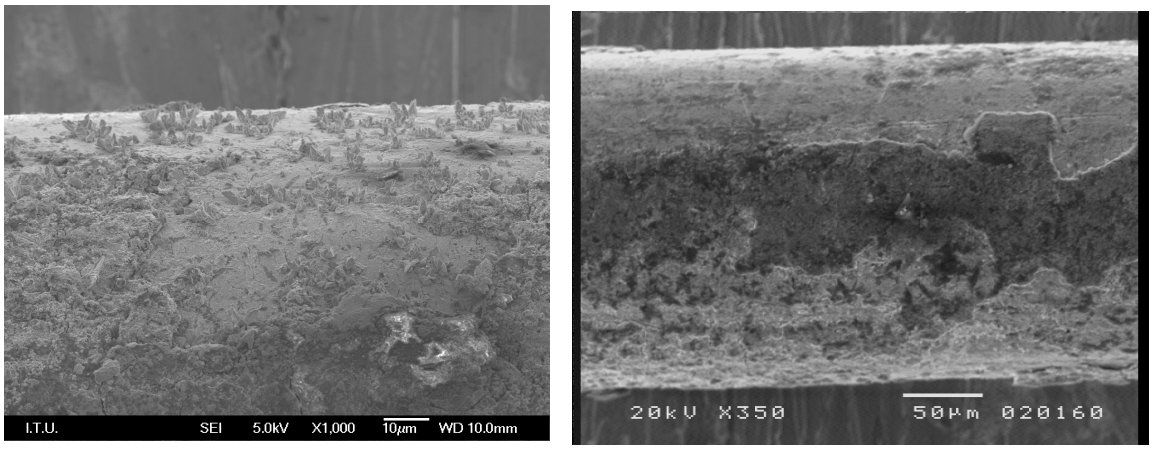


Şekil 3.7: I. Süleyman'a ait Ka'be perdesi teli (JSM 7000-F JEOL – FESEM)

Analiz yapılırken, perde üzerinde tek bir yerden değil, birçok yerden çeşitli tel örnekleri alınmalıdır. Şekil 3.7de tellerin durumu orta derecede gözükürken şekil 3.9da son derece tahrip olmuş tel görüntüleri mevcuttur. Yüzeyde oluşan korozyon ürünleri oldukça yoğundur. Kaplama tabakası, hem SEM hem de EDS analizinden görülebileceği gibi yer yer kalkmıştır.



Şekil 3.8: I. Süleyman'a ait Ka'be perdesi telindeki Ag_2S kristalleri (JSM 7000-F JEOL – FESEM, 5 kV, x15000)



Şekil 3.9: I. Süleyman'a ait Ka'be perdesindeki bir başka tel görüntüsü (JSM – 5410 JEOL SEM, 20 kV, x350 ve JSM 7000-F JEOL – FESEM, 5 kV, x1000)

Yüzey ve kırık yüzey morfolojisi incelendikten, kimyasal bileşim analizi yapıldıktan sonra, tellerin her biri konsantre nitrik asitte çözündürülür. Hafif olarak ısıtıldığında, çözünme işlemi on dakikada gerçekleşir. Gümüş çözeltiye geçmiş, altın ise kabuk halinde telden sıyrılmış ve çözeltinin yüzeyinde kalmıştır. Çözeltiyi süzdükten sonra geride kalan altın kabuğun SEM ile görüntüleri alınmış (Şekil 3.10) ve EDS' de kimyasal bileşim analizi yapılmıştır.

Konsantre nitrik asitte çözündürülen 24/49 envanter numaralı telden çıkan altın kaplamanın ağırlığı hassas terazide ölçülmüş ve 0,0118 mg bulunmuştur. Başlangıç tel ağırlığından çıkarılarak gümüşün de ağırlığı hesaplanmış ve 0,2351 mg

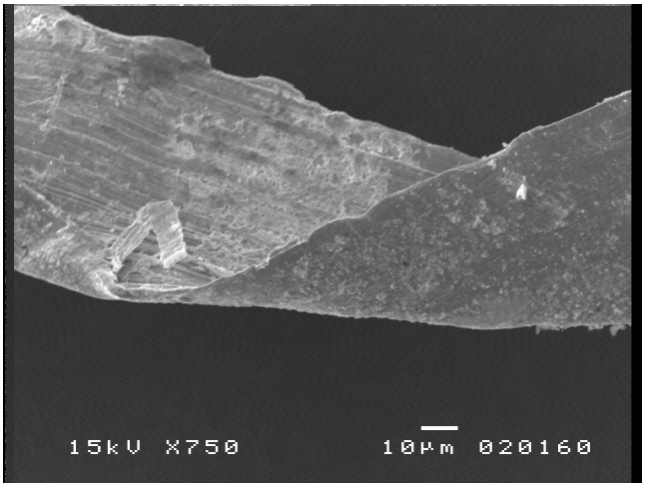
bulunmuştur. Buna göre ağırlıkça altının gümüşe oranı 1: 19,92' dir. Kalınlıkça altın gümüş oranını bulmak için hesaplanan ağırlıklar yoğunluklarına bölünerek hesaplanır.

$\rho_{Au} = 19{,}42$ g/cm^3 ve $\rho_{Ag} = 10{,}54$ g/cm^3 e göre,

$$V_{Au} = \frac{0{,}0118}{19{,}42} = 0{,}0006 \text{ cm}^3,\ V_{Ag} = \frac{0{,}2351}{10{,}54} = 0{,}0223 \text{ cm}^3 \qquad \textbf{(3.1)}$$

Buna göre, kalınlıkça altının gümüşe oranı 1:37 dır. Bu hesaplamadan yola çıkarak teorik olarak altın tabakasının kalınlığı 3,40 mikron bulunmuştur.

Pratikte de bu teori desteklenmiş ve SEM' den alınan görüntüye göre (Şekil 3.10), 24/49 envanter numaralı telin kaplama kalınlığı 3,35 mikron bulunmuştur. Tel çekme izleri kaplama tabakasında da görüldüğünden gümüş telin önce altınla kaplanıp ardından çekildiği anlaşılır.



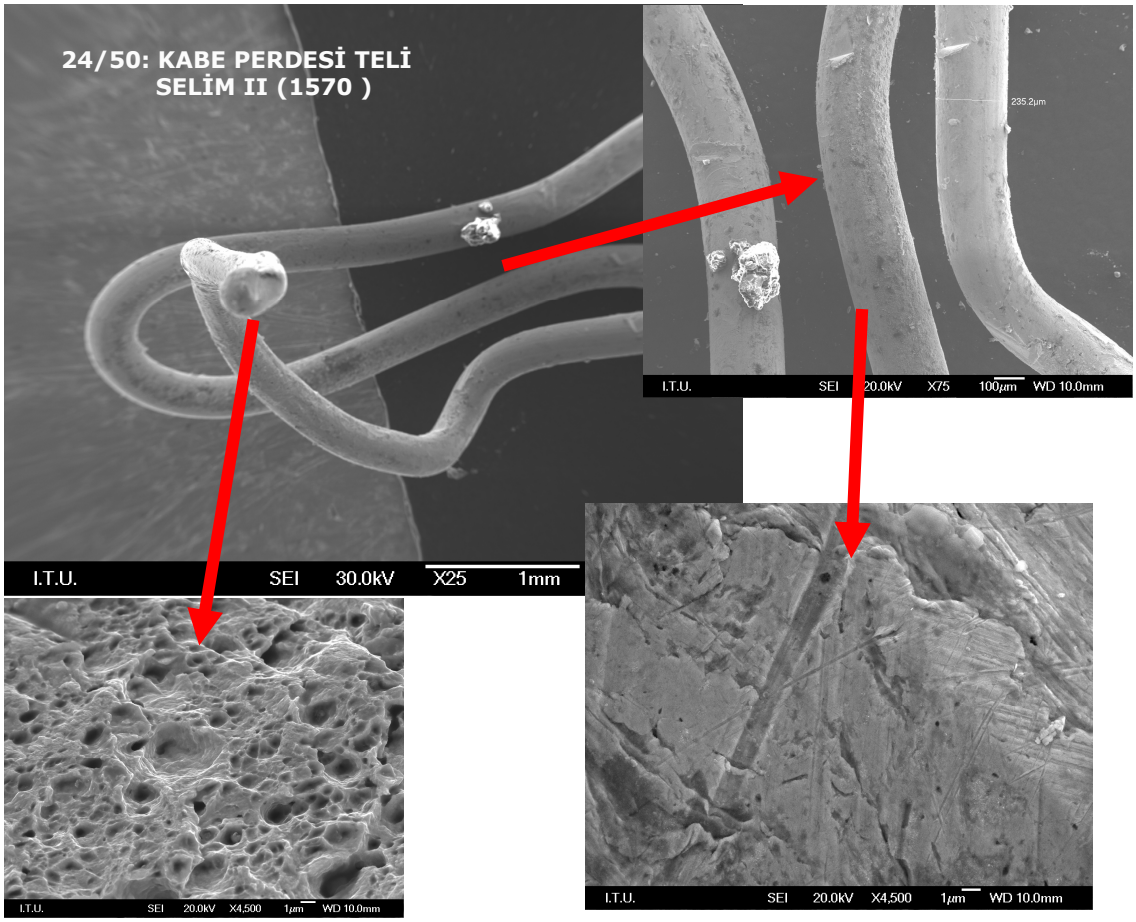
Şekil 3.10: I. Süleyman'a ait Ka'be perdesindeki telin altın kaplaması (JSM – 5410 JEOL SEM, 15 kV, x750)

3.3.1.2 TSM Envanter No: 24/50, II. Selim (Sarı), H. 981 / M. 1573

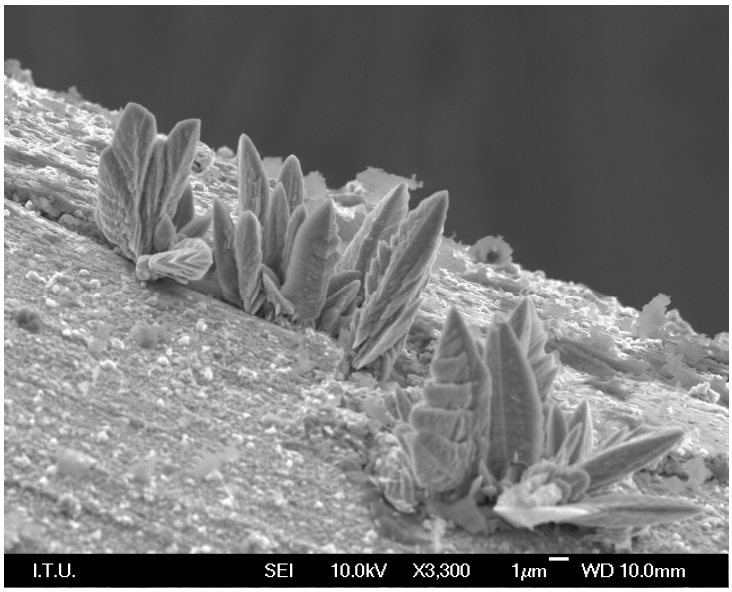
24/50 envanter numaralı perde telinin genel görünüşü iyidir (Şekil 3.11). Kaplama yüzeylerinde derin çekme kalıbı izine rastlanmamıştır. Burada da azotta kırılan telin kırık yüzeyi sünek kırılmaya işaret etmektedir. Bu tellerde de gümüşün korozyon ürünü olarak Ag_2S kristallerine rastlanmıştır (Şekil 3.12). Gümüş sülfür, I. Süleyman'ın perde tellerindeki sıklıkta oluşmamıştır.

Kırık yüzey elde etmek için, teller sıvı azota daldırılır ve birkaç saniye sonra akabininde çıkarılarak iki pense yardımıyla kırılır. Yalnız işlemler çok çabuk

yapıldığı takdirde ne gevrek ne de sünek kırılma elde edilememekte, kırık yüzeyi de belli olmamaktadır. O yüzden, teller sıvı azot içerisinde birkaç saniye bekletilmelidir.

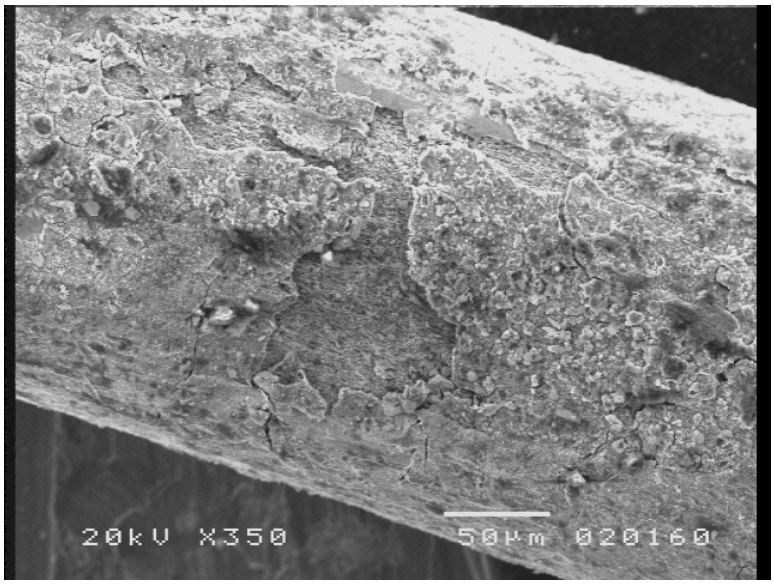


Şekil 3.11: II. Selim'e ait Ka'be perdesi teli (JSM 7000-F JEOL – FESEM)



Şekil 3.12: II. Selim'e ait Kâ-be perdesi telindeki Ag_2S kristalleri (JSM 7000-F JEOL – FESEM)

Şekil 3.13' de, 24/50 envanter numaralı telin de günümüze kadar çok iyi bir şekilde korunamadığı ve yüzeyinde yer yer kaplamaların kalktığı, korozyona uğradığı gözlemlenebilir. Yüzey o kadar kötü olduğu için çekme izi bile gözükememektedir.



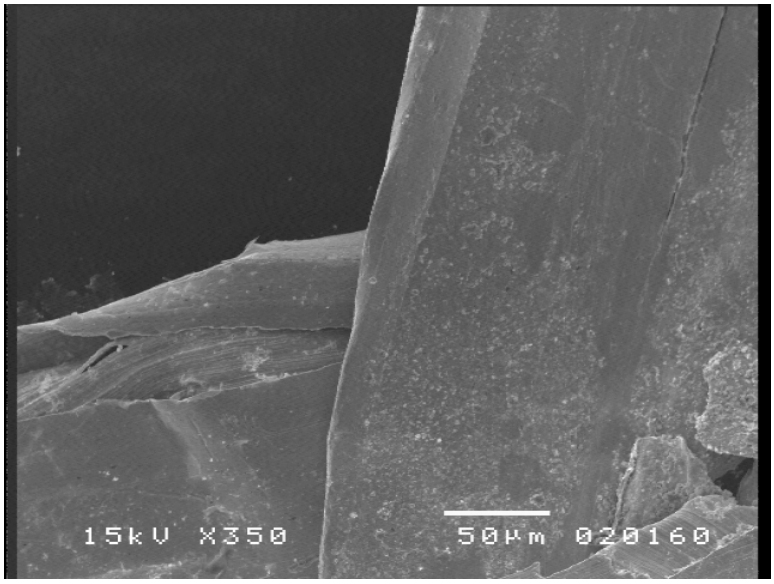
Şekil 3.13: II. Selim'e ait Ka'be perdesinden alınan bir başka tel örneği

Aynı şekilde, bu numune de konsantre nitrik asitte çözündürülerek altın kaplama tabakasının sıyrılması sağlanmıştır. Teorik olarak beklenen kaplama değeri yine ağırlık ve kalınlık oranlarından giderek hesaplanmıştır.

Başlangıçta, altın kaplamalı gümüş telin ağırlığı, 0.3609 g idi. Konsantre nitrik asitte gümüş çözündürüldükten ve altın kaplama çözelti yüzeyinden alındıktan sonra altın tartıldı ve 0.0164 g bulundu. Öte yandan gümüş de 0.3445 g dır. Buna göre ağırlıkça altının gümüşe oranı 1:21.42' dir. Yine ağırlık değerlerini yoğunluklara bölersek,

$$V_{Au} = \frac{0.0164}{19.42} = 0.00084 \text{ cm}^3, V_{Ag} = \frac{0.3445}{10.54} = 0.033 \text{ cm}^3 \text{ bulunur.} \quad \textbf{(3.2)}$$

Buradan da kalınlıkça altın: gümüş oranı 1: 39' dır. Yani teorik olarak kaplama kalınlığı 3.22 mikrondur. 24/49 ve 24/50 envanter numaralarına sahip Ka'be perdelerinin ikisinin de 16. yüzyıla ait olması nedeniyle, tellerinin kaplama kalınlıklarının da benzer çıkması olağan bir durumdur. Ancak pratikte, SEM' de yapılan incelemede (Şekil 3.14) kaplama kalınlığı 2.30 mikron bulunmuştur. 24/49 envanter numaralı örnekte olduğu gibi bu telin kaplamasında derin çekme izleri yoktur.



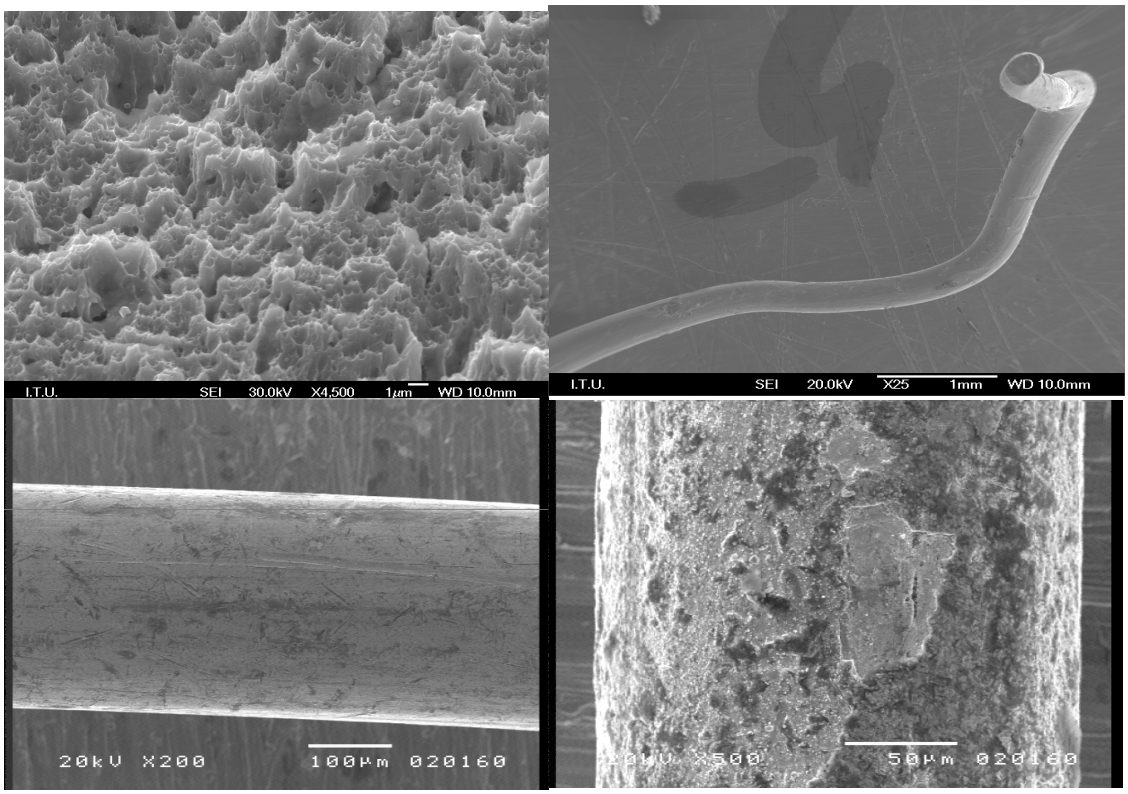
Şekil 3.14: II. Selim'e ait Ka'be perdesindeki telin altın kaplaması (JSM – 5410 JEOL SEM, 15 kV, x350)

3.3.1.3 TSM Envanter No: 24/44, III. Selim, H. 1204 / M. 1790

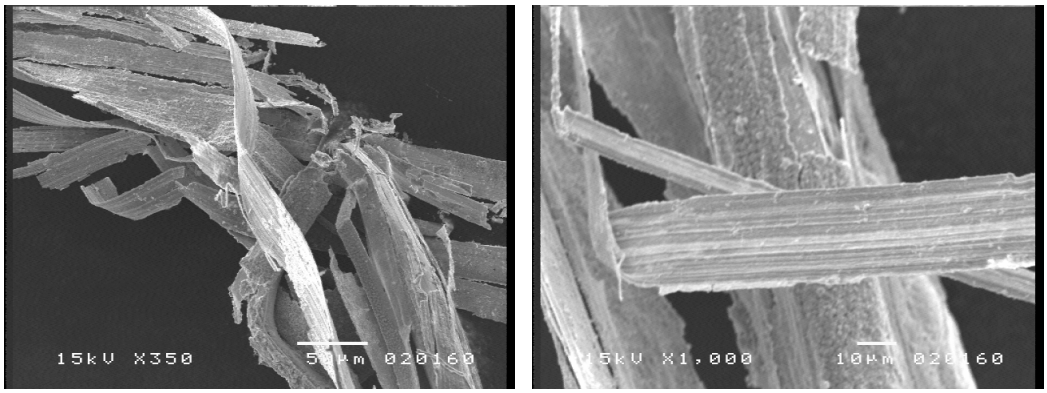
Daha önce belirtildiği gibi Topkapı Sarayı Müzesi Koleksiyonunda 17. yüzyıla ait hiç perde yoktur. Bundan sonraki numuneler, 18. ve 19. yüzyıllara aittir. Perde telinin durumu orta düzeydedir. Yüzeyinin bozunmadan kaldığı tellerin olduğu gibi, kaplaması bir miktar aşınmış teller de mevcuttur. Yüzeyinde bariz tel çekme kalıbı izi yoktur. Şekil 3.15 de perde telinin SEM de çekilmiş fotoğrafları görülmektedir. Kaplaması iyi durumdadır (Şekil 3.16).

Kaplamaya ait görüntülere bakıldığında, tel çekme izlerinin son derece derin olduğu gözlemlenir. Yine bu gümüş tel de önce altınla kaplanmış ardından çekilmiştir. SEM' de yapılan ölçümde kaplama kalınlığı 2,03 mikron bulunmuştur. Bu da 16 yüzyıla göre kaplama tabakasının inceldiğini gösterir ki yazılı kaynaklar da bu durumu destekler [95]. 1520 tarihli Bursa Şehri Belediye Kanununda, 100 dirhem (320 g) gümüşe 1 miskal (4,5819 g) Frengi Klorini kullanılması dan bahsedilir. Buna göre bu tellerdeki altının gümüşe ağırlıkça oranı 1: 70, kalınlıkça oranı ise 1: 129 dur. Bu kanunda geçen değerlere göre kaplama kalınlığı hesaplandığında 1.10 mikron çıkar. Fakat pratik olarak bulunan değer teoriye çok yakın değildir. Bu da kanunun henüz tam olarak uygulanmadığını gösterir. Kanunname 16. yüzyılda çıkmış olmasına rağmen, altın: gümüş oranları daha sonraki yüzyıllarda kullanılan altın kaplamalı tellerde geçerli olmuştur. 16. yüzyılda, Biringuccio'nun tarifine uyulmaktaydı.

Biringuccio'ya göre (1540), altının gümüşe kalınlıkça oranı 1/100 idi ki bu da kaplama kalınlığı olarak 1.25 mikrona tekabül ediyordu. O dönemde (1754-57), Osmanlılar kaplama için 100 dirhem gümüşe 1,1 dirhem altın kullanıyorlardı. Buna göre ağırlıkça altının gümüşe oranı 1: 91 kalınlık oranı ise 1: 168 idi. Bu değerlerden kaplama kalınlığı 1,34 mikron bulunur. Bu değerler de Biringuccio' nun önerilerine uygun düşüyordu.



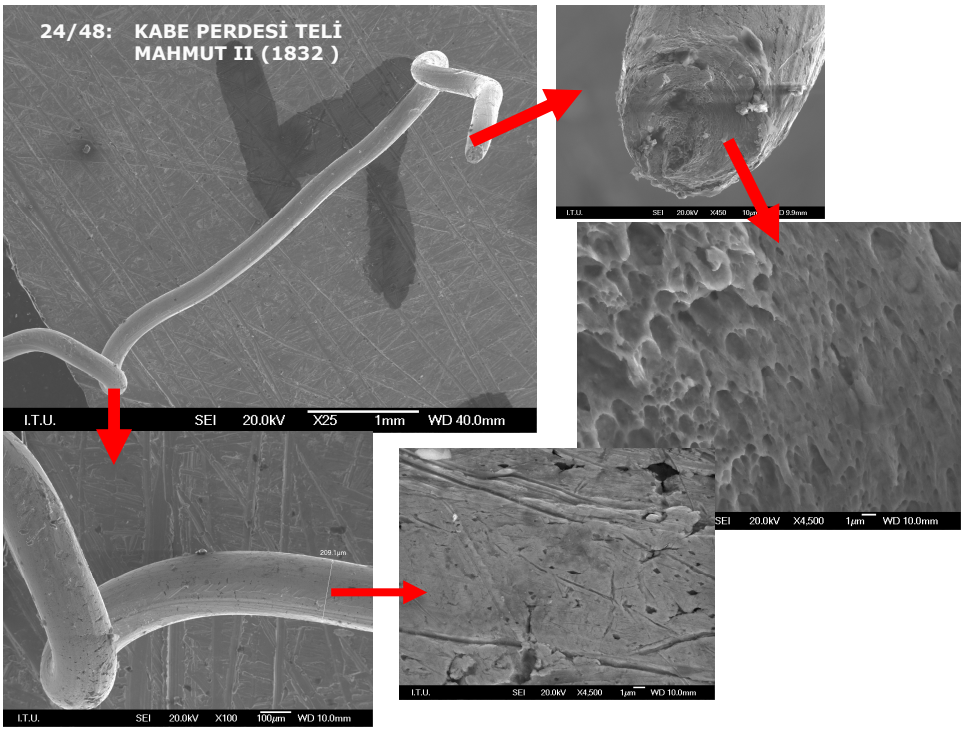
Şekil 3.15: III. Selim'e ait Ka'be perdesi teli (JSM – 5410 JEOL SEM, JSM 7000-F JEOL – FESEM)



Şekil 3.16: III. Selim'e ait Ka'be perdesinin altın kaplaması (JSM – 5410 JEOL SEM)

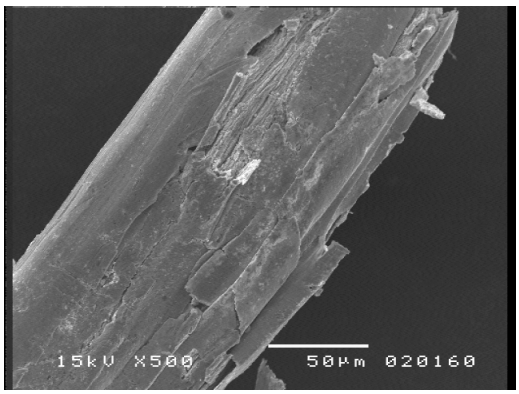
3.3.1.4 TSM Envanter No: 24/48, II. Mahmut, H. 1248 / M. 1832

II. Mahmut'a ait perdenin telleri Şekil 3.17 de gösterilmiştir. Tellerin durumu çok iyidir. Yüzeyde hadde izleri çok azdır. Yüzeyde altın kaplamanın kalktığı veya çatladığı yerler yoktur (Şekil 3.17 alttaki iki resim). Yüzeyde gümüş sülfür kristalleri oluşumuna rastlanmamıştır. Tel, sıvı azotta sünek olarak kırılmıştır.



Şekil 3.17: II Mahmut' a ait Ka'be perdesi teli (JSM 7000-F JEOL – FESEM)

Konsantre nitrik asitte gümüş çözündürülüp altın kabuk sıyrıldığında ve SEM' de incelendiğinde elde edilen görüntü Şekil 3.18 de verilmiştir. Kaplama kalınlığı 0.90 mikron bulunmuştur. Yüzeyde derin çekme izleri yoktur.



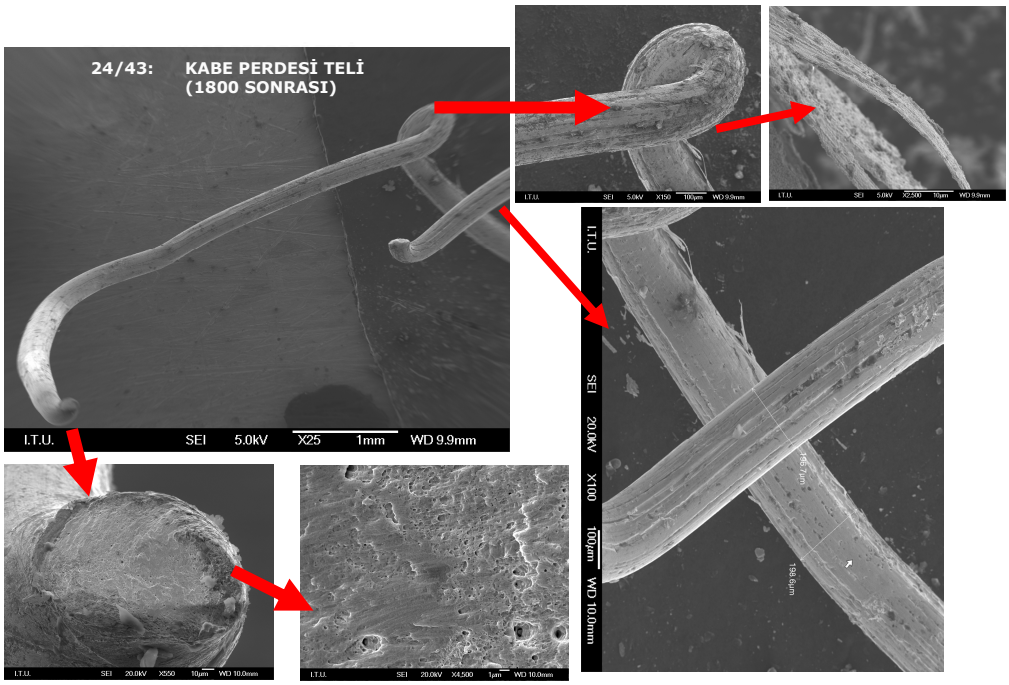
Şekil 3.18: II. Mahmut'a ait Ka'be perdesindeki telin altı kaplaması

3.3.1.5 TSM Envanter No: 24/43, Abdülmecit, H. 1264 / M. 1848

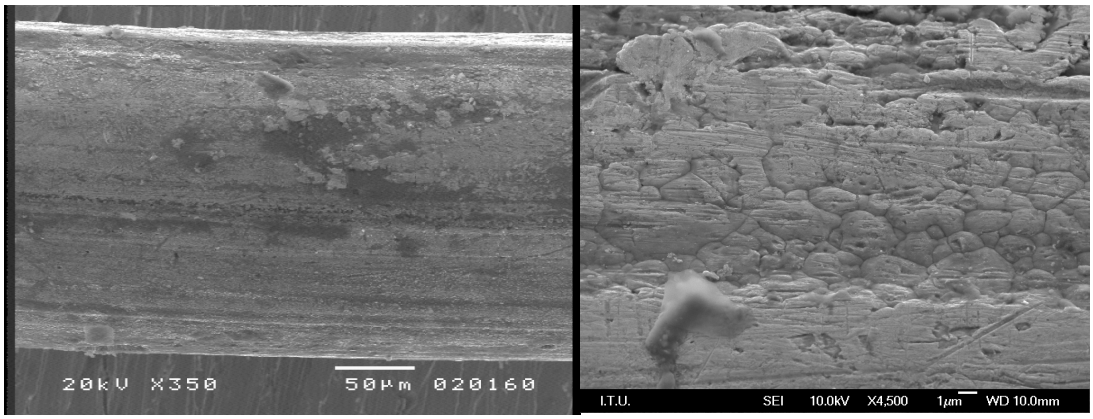
.İncelenen beş tel numunesi içinde telin ve kaplamanın durumu en kötü olandır (Şekil 3.19). Kaplama üzerindeki çekme kalıbı izleri çok kötü ve kaplama yer yer kalkmıştır. Kıvrım bölgelerinde durum daha bariz olarak görülmektedir (Bakınız Şekil 3.19 un sağ tarafındaki resimler). Yüzeyde altın kaplamanın kalktığı yerlerde gümüş korozyona uğramıştır.

Azotta kırılan tel yüzeyi gevrek kırılmaya işaret etmektedir. Bunun nedeni bu telin içerdiği yüksek bakır oranı olabilir.

Daha önce de belirtildiği gibi, tel örnekleri perdenin birkaç yerinden alınmalıdır. Şekil 3.19da resimleri görülen tel örneği altın kaplamalı teldir. Fakat aynı perde üzerinde, saf gümüş tel örnekleri de bulunmaktadır. Bu yüzden, 24/43 envanter numarasına ait perdeden alınmış iki farklı (altın kaplamalı ve kaplamasız) tel örneği mevcuttur. Altın kaplamasız tel ise Şekil 3.20 de gösterilmiştir. Kaplamasız tel örneğinde de çekme izleri mevcuttur.



Şekil 3.19: Abdülmecide ait kaplamalı, Ka'be perdesi teli



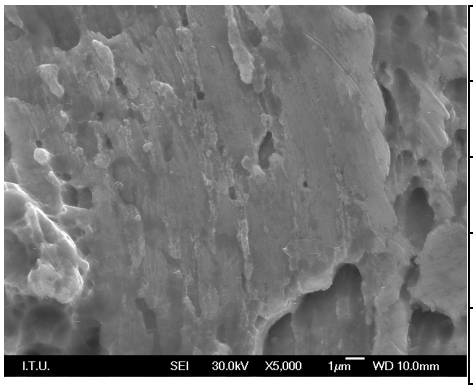
Şekil 3.20: Abdülmecide ait kaplamasız, Ka'be perdesi teli

3.3.2 SEM' e bağlı EDS ünitesinde yapılan analizler

Bu bölümde, her bir tele ait kırık yüzey, yüzey, kaplama iç, dış yüzey kimyasal bileşim analizleri verilecektir. Öncelikle, kırık yüzeylere ait fotoğraflar ve altlarında EDS analiz sonuçları bir tablo şeklinde verilecektir. Ardından yüzey fotoğrafları ve analiz sonuçları ve son olarak da altın kaplamaya ait görüntüler, kalınlık ölçümleri ve kimyasal bileşimleri verilecektir.

3.3.2.1 TSM Envanter No: 24/49, I. Süleyman (Kanuni), H. 950 / M. 1543

Tablo 3.1: JSM 7000-F JEOL – FESEM OXFORD INSTR. – EDS ünitesiyle, 30 kV, x4500, 200s veri ile yapılan kırık yüzey analizi

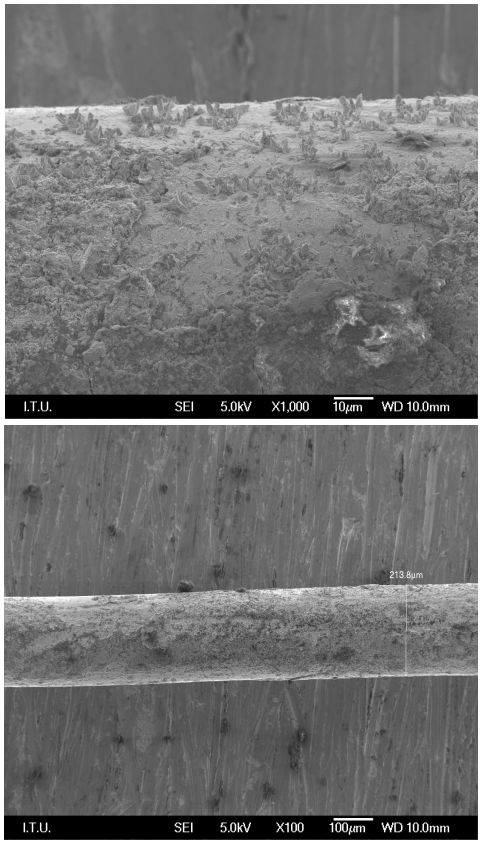


ELEMENT	KÜTLESEL%	ATOMSAL %
Cu – L	0.21 +/- 0.22	0.36
Mg – K	0.29 +/- 0.07	1.26
Ag – L	99.50 +/- 0.23	98.38
Toplam	100.00	

Şekil 3.21: JSM 7000-F JEOL – FESEM ile kırık yüzeyin fotoğraflanması

EDS analiziyle kırık yüzeyde bulunan Magnezyumun tel çekme işlemi sırasında kullanılan, matris denilen büyükten küçüğe değişen standart deliklere sahip levhalardan kaynaklandığı düşünülmektedir.

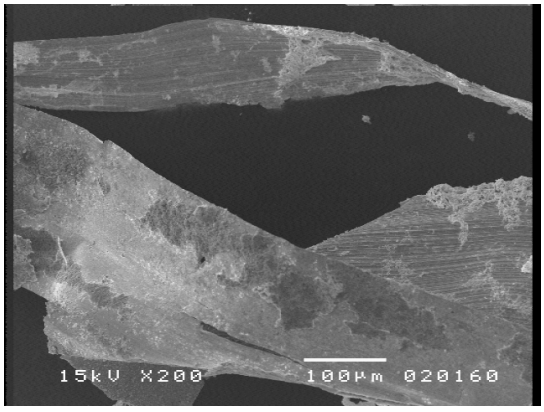
Tablo 3.2: JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 20 kV, x10000, 3200 veri ile yapılan yüzey analizi



ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
Au – M	74.12 +/- 0.82	45.32
Ag – L	18.62 +/- 0.88	20.79
Cu – K	0.30 +/- 0.27	0.56
O – K	3.03 +/- 0.93	22.84
S – K	1.10 +/- 0.37	4.14
Cl – K	1.67 +/- 0.28	5.67
Pb – L	1.16 +/- 2.27	0.67

Şekil 3.22: JSM 7000-F JEOL – FESEM ile yüzeyin fotoğraflanması

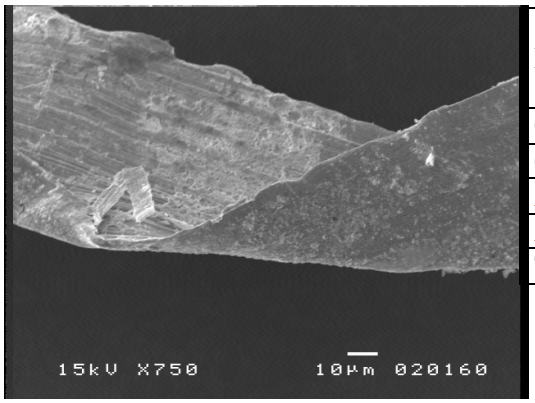
Tablo 3.3: JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x3500, 3200 veri ile kaplamanın iç yüzey analizi



ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
Cl K	2.50 +/- 0.19	6.61
Cu K	0.13 +/- 0.60	0.19
Ag L	18.67 +/- 0.61	16.25
Au L	71.38 +/- 11.13	34.02
O K	7.32 +/- 0.63	42.94
Toplam	100.00	İÇ YÜZEY

Şekil 3.23: JSM – 5410 JEOL ile kaplama yüzeyinin fotoğraflanması

Tablo 3.4: JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x3500, 3200 veri ile kaplamanın dış yüzey analizi



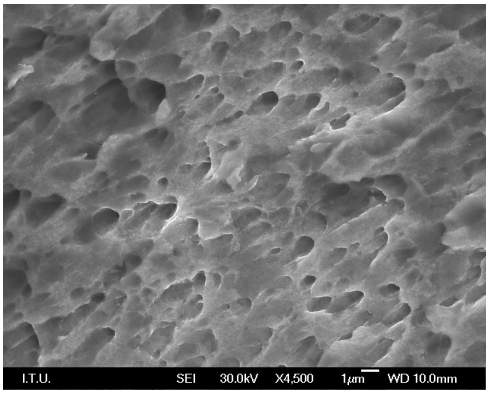
ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
Cl K	2.93 +/- 0.15	12.80
Cu K	0.32 +/- 0.45	0.78
Ag L	15.88 +/- 0.50	22.80
Au L	80.88 +/- 5.83	63.62
Toplam	100.00	DIŞ YÜZEY

Şekil 3.24: JSM – 5410 JEOL ile kaplama yüzeyinin diğer bir fotoğrafı

Yapılan tüm EDS analizlerinde, teldeki kütlesel bakır oranının hata payından daha düşük olduğu görülür. Buradan çıkan sonuç, EDS analizine göre, bu telde bakır hemen hemen hiç yok gibidir. Altın kabukta gümüşün varlığı, kaplamanın ısıyla uygulandığı ve bunun sonucunda da difüzyon olayının gerçekleştiğini gösterir. Yapıda, cıva bulunmadığından cıva ile yaldızlama (amalgam) söz konusu değildir. Yüzey analizinden elde edilen verilerle (oksijen, sülfür ve klorürün varlığı) yüzeyin korozyona uğradığı anlaşılabilir.

3.3.2.2 TSM Envanter No: 24/50, II. Selim (Sarı), H. 981 / M. 1573

Tablo 3.5: JSM 7000-F JEOL – FESEM OXFORD INSTR. – EDS ünitesiyle, 30 kV, x4500, 200s veri ile yapılan kırık yüzey analizi

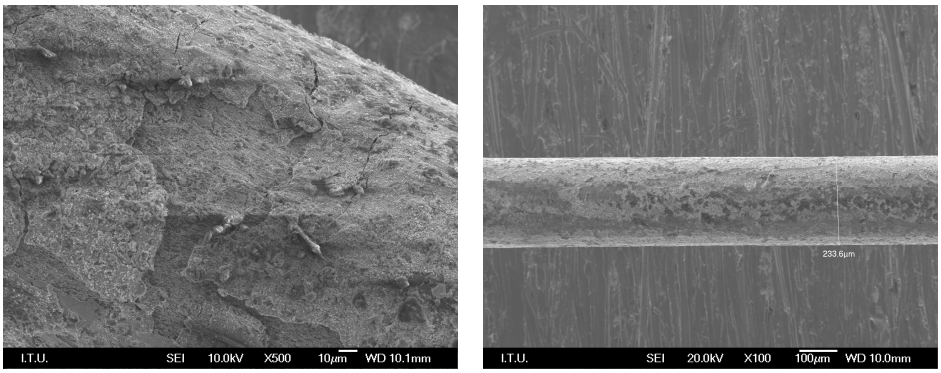


ELEMENT	KÜTLESEL%	ATOMSAL %
O - K	0.31 +/- 0.36	2.01
Mg - K	0.30 +/- 0.07	1.30
Ag - L	99.39 +/- 0.37	96.70
Toplam	**100.00**	

Şekil 3.25: JSM 7000-F JEOL – FESEM ile kırık yüzeyin fotoğraflanması

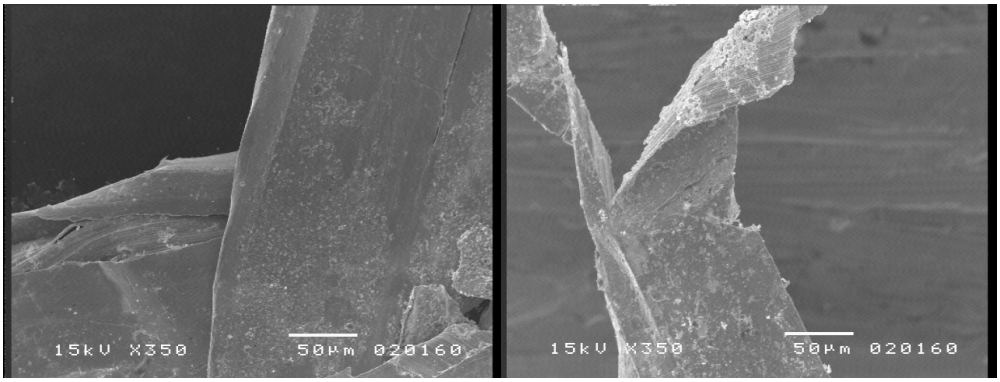
Tablo 3.6: JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 20 kV, x10000, 3200 veri ile yapılan yüzey analizi

ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
O K	4.81 +/- 0.75	25.83
Cl K	1.37 +/- 0.23	3.31
S K	7.10 +/- 0.60	19.04
Cu K	0.18 +/- 0.07	0.24
Ca K	2.55 +/- 0.16	5.47
Ag L	26.25 +/- 0.67	20.91
Au L	57.59 +/- 0.67	25.13
Pb L	0.16 +/- 0.36	0.07
Toplam	**100.00**	



Şekil 3.26: JSM 7000-F JEOL – FESEM ile yüzeyin fotoğraflanması

Yüzey analizinde bulunan kütlesel kurşun değeri hata payının altında olduğundan yapıda mevcut olabilecek kurşun dikkate alınmaz. Çünkü yok denecek kadar azdır hatta yoktur denebilir de. Yüzeyde bulunan kalsiyumun ise, gümüş yüzeyin altınla kaplanması sırasında, kaplama tabakasını yüzeye adapte etmek için ısı ile birlikte mekanik güç sağlamak için kullanılan kalsedon, kantaşı gibi taşlardan geldiği sanılmaktadır.



Şekil 3.27: JSM – 5410 JEOL ile kaplama yüzeyinin fotoğraflanması

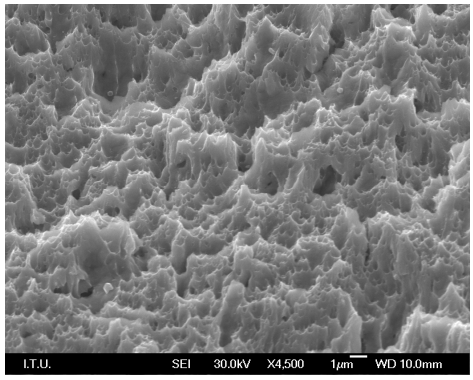
Tablo 3.7: JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x3500, 3200 veri ile kaplama iç ve dış yüzey analizleri

ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
Cl K	1.40 +/- 0.29	6.91
Ag L	7.12 +/- 0.84	11.59
Au L	91.48 +/- 9.73	81.51
Toplam	100.00	İÇ YÜZEY

ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
Cl K	2.83 +/- 0.19	2.83
Cu K	0.51 +/- 0.34	1.47
Ag L	3.97 +/- 0.54	6.78
Au L	94.98 +/- 7.73	88.92
Toplam	100.00	DIŞ YÜZEY

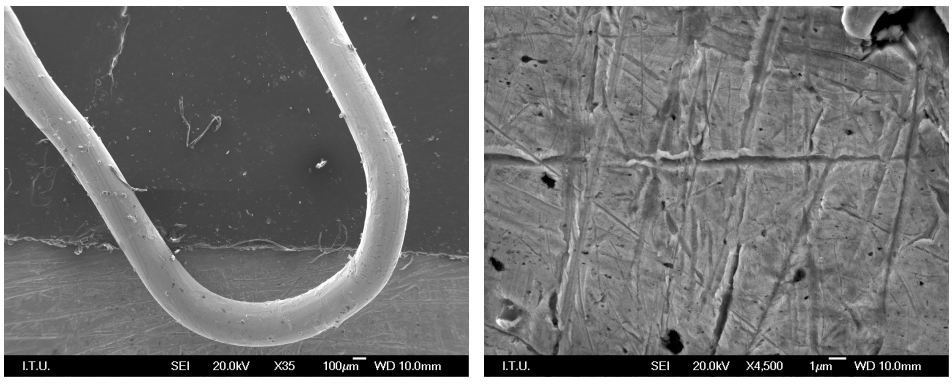
3.3.2.3 TSM Envanter No: 24/44, III. Selim, H. 1204 / M. 1790

Tablo 3.8: JSM 7000-F JEOL – FESEM OXFORD INSTR. – EDS ünitesiyle, 30 kV, x4500, 200s veri ile yapılan kırık yüzey analizi



ELEMENT	KÜTLESEL%	ATOMSAL %
Cu – L	1.20 +/- 0.17	2.01
Mg – K	0.26 +/- 0.05	1.14
Ag – L	98.54 +/- 0.18	96.86
Toplam	**100.00**	

Şekil 3.28: JSM 7000-F JEOL – FESEM ile kırık yüzeyin fotoğraflanması



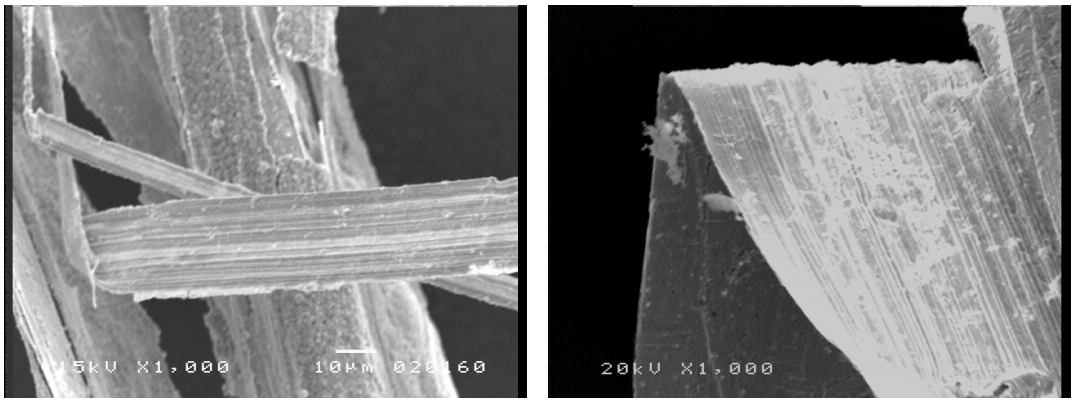
Şekil 3.29: JSM 7000-F JEOL – FESEM ile yüzeyin fotoğraflanması

Tablo 3.9: JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 20 kV, x1000, 3200 veri ile yapılan analiz sonucu

ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
Au – M	82.27 +/- 2.61	60.97
Ag – L	14.29 +/- 0.66	19.33
Cu – K	0.33 +/- 0.19	0.75
O – K	1.11 +/- 0.43	10.11
S – K	1.32 +/- 0.30	6.03
Cl – K	0.68 +/- 0.10	2.81
Pb – L	0.00 +/- 0.00	0.00

Tablo 3.10: JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 Kv, x20000, 3200 veri ile kaplama iç ve dış yüzey analizi

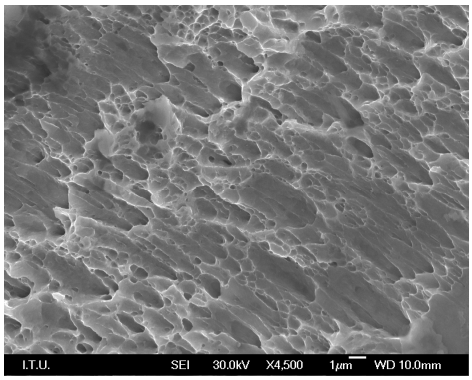
ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
Ag – L	12.92 +/- 0.70	19.39
Au – L	84.66 +/- 1.87	69.56
Cl – K	2.42 +/- 0.23	11.05
O – K	0.00 +/- 0.00	0.00
Toplam	100.00	İÇ YÜZEY
ELEMENT	**KÜTLESEL %**	**ATOMSAL %**
Ag – L	1.15 +/- 0.11	1.76
Au – L	96.95 +/- 1.32	81.25
Cl - K	0.46 +/- 0.04	2.12
O – K	1.44 +/- 0.19	14.87
Toplam	100.00	DIŞ YÜZEY



Şekil 3.30: JSM – 5410 JEOL ile kaplama yüzeyinin fotoğraflanması

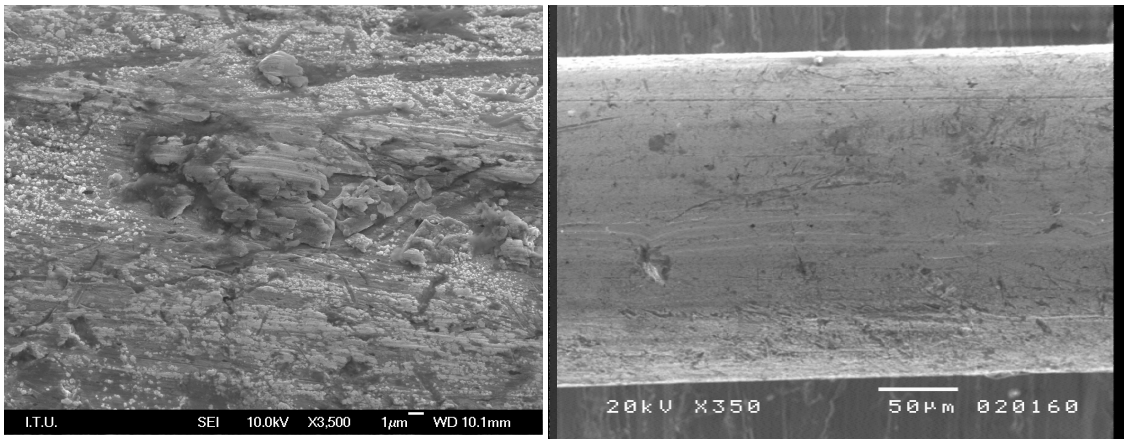
3.3.2.4 TSM Envanter No: 24/48, II. Mahmut, H. 1248 / M. 1832

Tablo 3.11: JSM 7000-F JEOL – FESEM OXFORD INSTR. – EDS ünitesiyle, 30 kV, x4500, 200s veri ile yapılan analiz sonucu



ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
O – K	0.68 +/- 0.31	4.35
Mg – K	0.26 +/- 0.06	1.10
Cu – L	0.55 +/- 0.20	0.89
Ag – L	98.51 +/- 0.37	93.66
Toplam	**100.00**	

Şekil 3.31: JSM 7000-F JEOL ile kırık yüzeyin fotoğraflanması



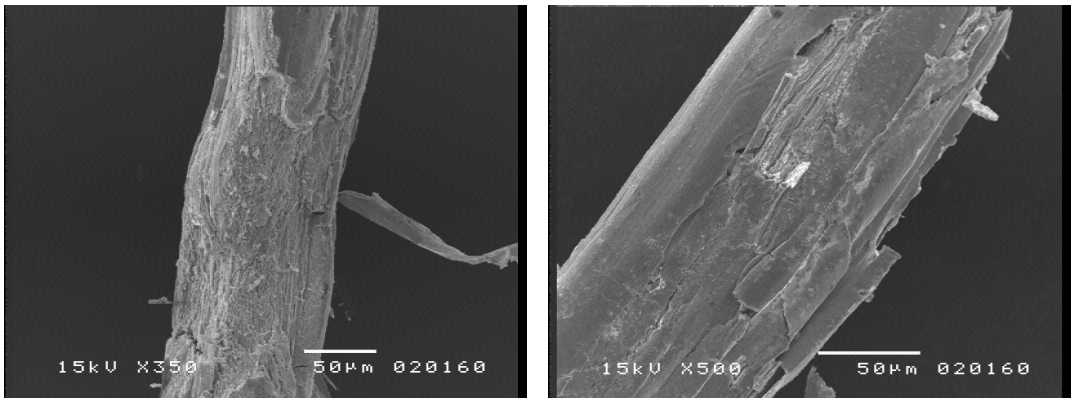
Şekil 3.32: JSM – 5410 JEOL ve JSM 7000-F JEOL ile yüzeyin fotoğraflanması

Tablo 3.12: JSM – 5410 FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 20 kV, x1000, 3200 veri ile yapılan yüzey analizi

ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
Au – M	64.17 +/- 0.61	34.56
Ag – L	28.17 +/- 0.71	27.70
Cu – K	0.71 +/- 0.18	1.19
O – K	4.24 +/- 0.45	28.08
S – K	1.08 +/- 0.40	3.58
Cl – K	1.63 +/- 0.10	4.88
Pb – L	0.00 +/- 0.00	0.00

Tablo 3.13: JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x20000, 3200 veri ile kaplama yüzeyi analizi

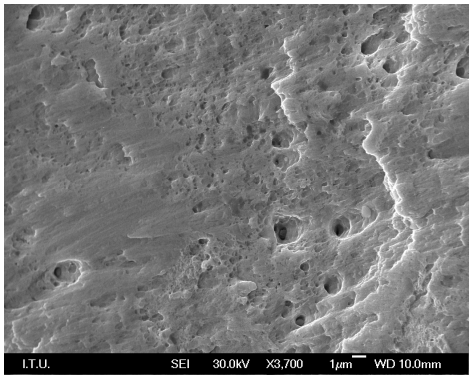
Element	Kütlesel %	Atomsal %
Cl K	1.90 +/- 0.13	6.06
Cu K	1.34 +/- 0.84	2.40
Ag L	34.36 +/- 0.93	36.10
Au L	59.40 +/- 5.24	34.18
S K	0.00 +/- 0.00	0.00
O K	3.00 +/- 0.81	21.26
Toplam	100.00	



Şekil 3.33: JSM – 5410 JEOL ile kaplama yüzeyinin fotoğraflanması

3.3.2.5 TSM Envanter No: 24/43, Abdülmecit, H. 1264 / M. 1848

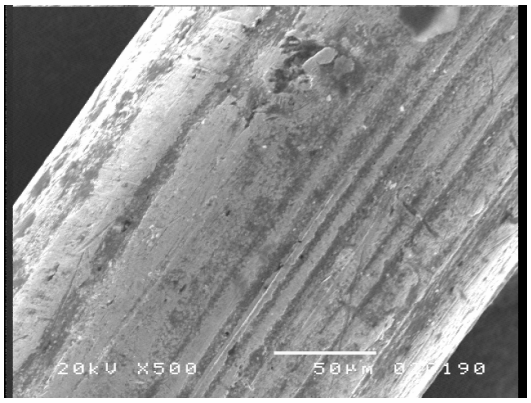
Tablo 3.14: JSM 7000-F JEOL – FESEM OXFORD INSTR. – EDS ünitesiyle, 30 kV, x4500, 200s veri ile altın kaplamasız tele ait kırık yüzey analizi



ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
Cu - L	1.07 +/- 0.27	1.80
Ag - L	98.93 +/- 0.27	98.20
Toplam	**100.00**	

Şekil 3.34: JSM 7000-F JEOL – FESEM ile kırık yüzeyin fotoğraflanması

Tablo 3.15: JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 20 kV, x1000, 3200 veri ile yapılan yüzey analizi

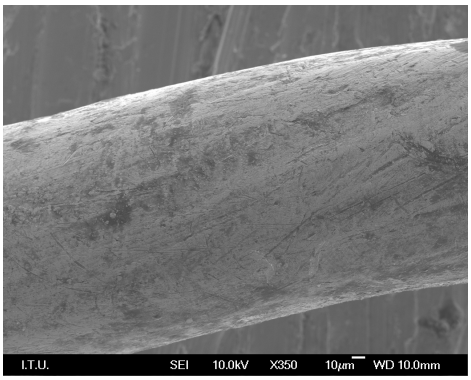


ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
Ag – L	89.44 +/- 0.97	58.51
O – K	8.83 +/- 0.77	38.95
Cl – K	0.71 +/- 0.08	1.40
Cu – K	1.03 +/- 0.44	1.14
S- K	0.00 +/- 0.00	0.00
Toplam	**100.00**	

Şekil 3.35: JSM – 5410 JEOL ile kaplamasız telin yüzeyinin fotoğraflanması

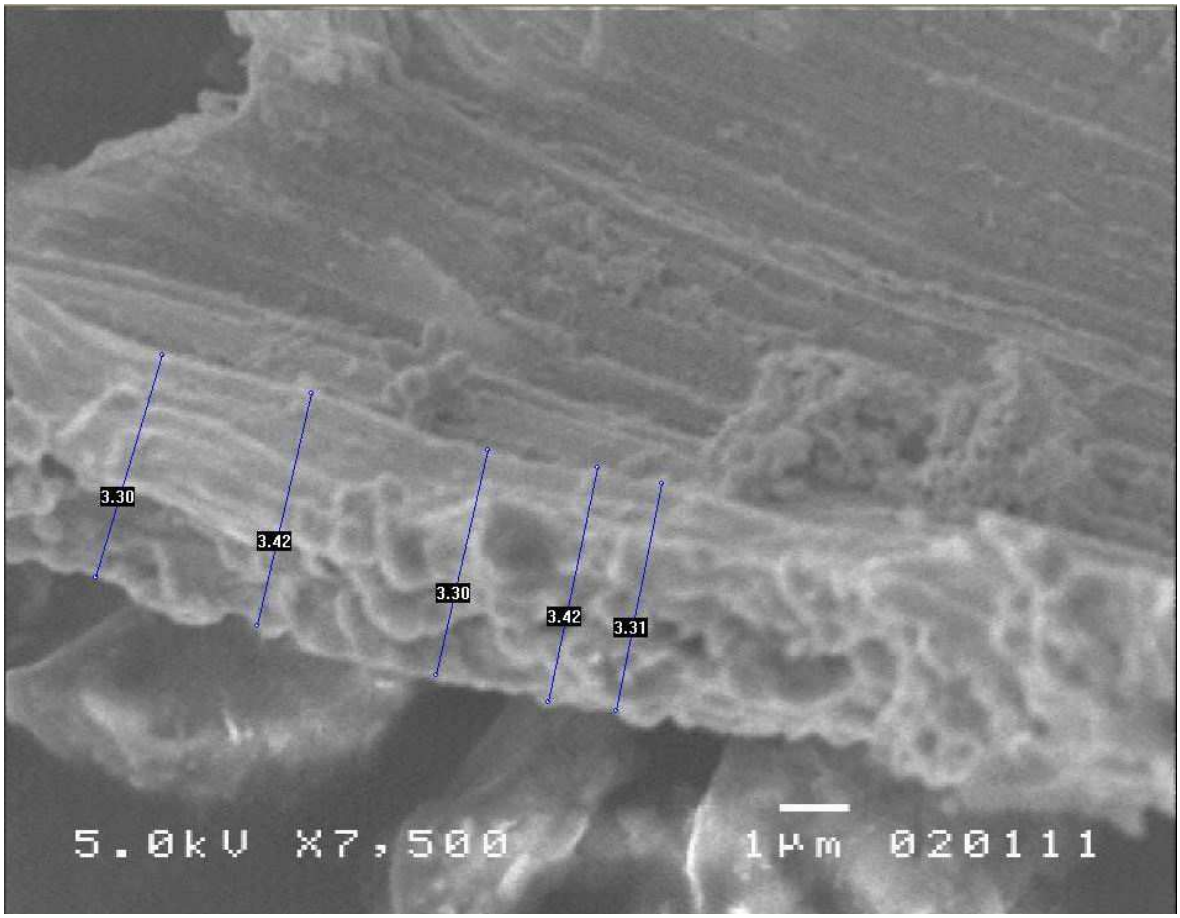
Tablo 3.16: JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 20 kV, x1000, 3200 veri ile yapılan yüzey analizi

ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
Ag - L	15.55 +/- 2.38	23.38
Au - L	81.71 +/- 11.47	67.28
O – K	0.00 +/- 0.00	0.00
Cl – K	1.16 +/- 0.58	5.29
Cu – K	1.58 +/- 1.17	4.04
S- K	0.00 +/- 0.00	0.00
Toplam	**100.00**	

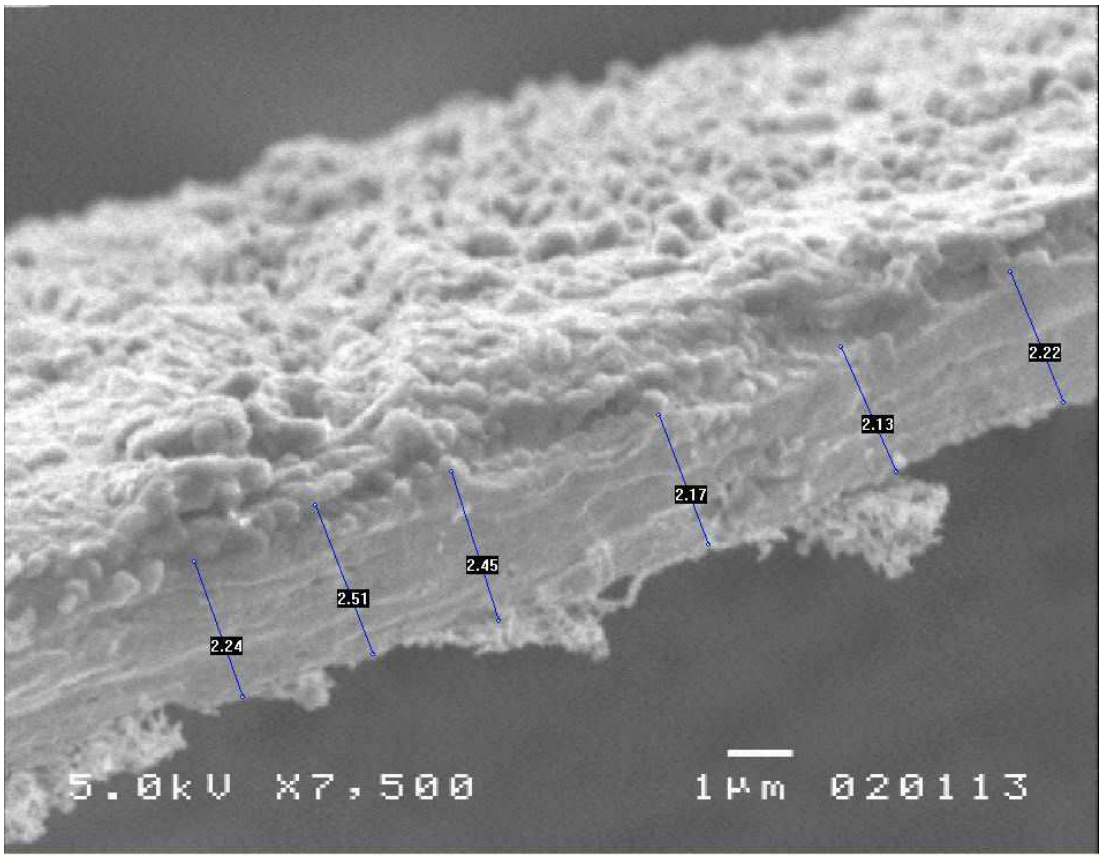


Şekil 3.36: JSM 7000-F JEOL – FESEM ile kaplamalı telin yüzeyinin fotoğraflanması

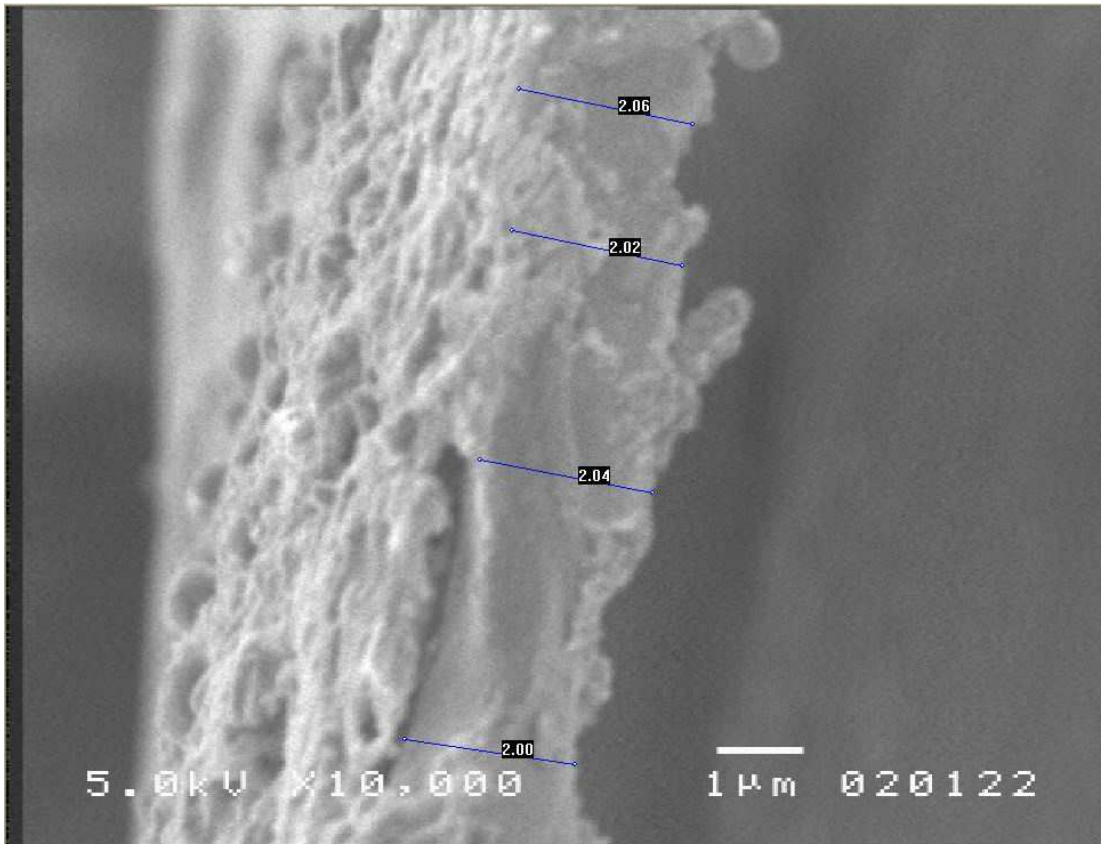
Bunların yanı sıra, JSM – 5410 JEOL SEM' de yüksek büyütmelere çıkılarak tarih sırasına göre 24/49, 24/50, 24/44 ve 24/48 envanter numaralarına sahip numunelerin her birinin kaplamalarının fotoğrafı çekilerek kalınlıkları fotoğraf üzerinde gösterilmiştir.



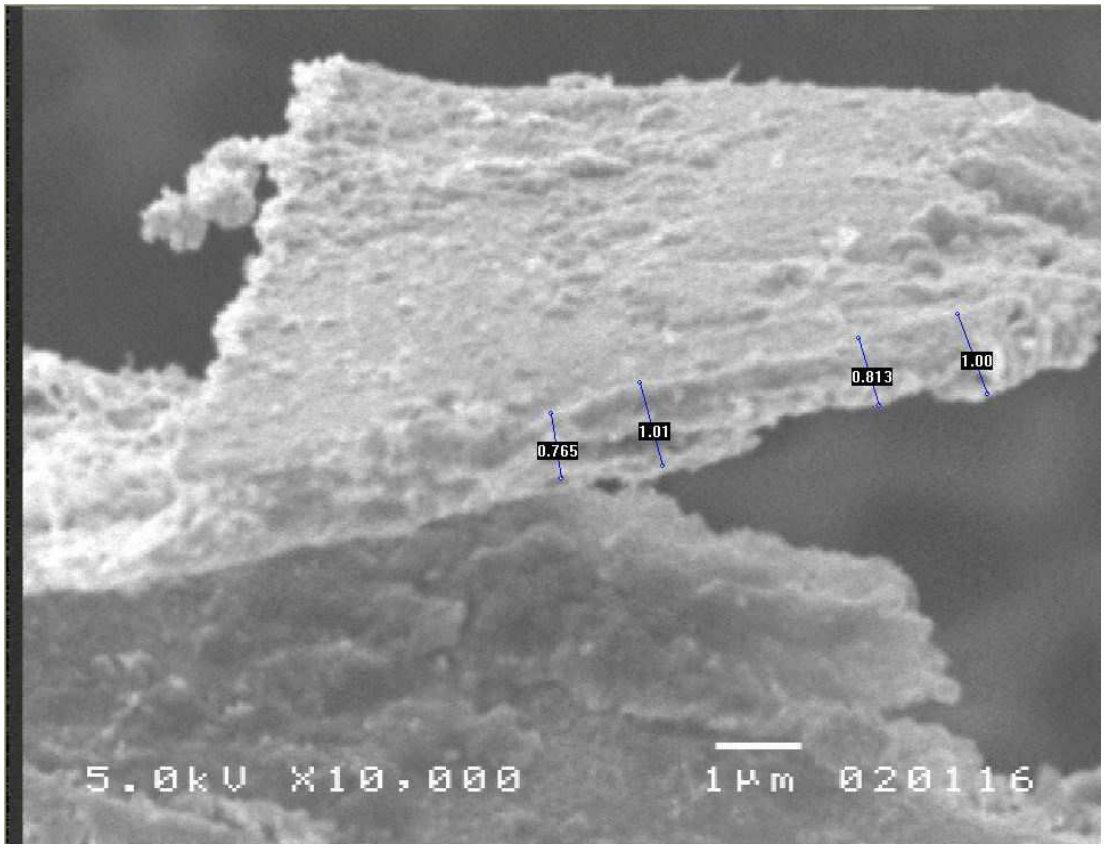
Şekil 3.37: 24/49 envanter numaralı numunenin kaplama kalınlığı = 3.35 mikron



Şekil 3.38: 24/50 envanter numaralı numunenin kaplama kalınlığı = 2.30 mikron



Şekil 3.39: 24/44 envanter numaralı numunenin kaplama kalınlığı = 2.03 mikron



Şekil 3.40: 24/48 envanter numaralı numunenin kaplama kalınlığı = 0.90 mikron

3.3.3 SEM ve EDS ile metalik tellerde korozyon ürünleri analizi

Metalik ipliklerin bozunmasına yönelik bilgilerin birçoğu Marta Járó'nun Metal 95 kapsamında yayınladığı makalesinden alınmıştır [96].

Önceki bölümlerde bahsedildiği gibi, dokuma ve işlemelerde kullanılan metalik iplikler çeşitli malzemelerden yapılabilir. Genellikle altın ve altın alaşımı, gümüş ve gümüş alaşımı, bakır ve bakır alaşımı (pirinç ve diğerleri) gibi geleneksel malzemeler kullanılırken kimi zaman da kalay, kurşun ve demir gibi alışılagelmedik metallerden yararlanılır. Ekonomikliği nedeniyle günümüzde daha çok alüminyum tercih edilmektedir. Genellikle metalik iplikler birkaç tabakadan oluşurlar. Yani çoğu kaplamalıdır, yaldızlı gümüş, yaldızlı bakır, gümüş kaplamalı bakır, gümüş ve altın kaplamalı bakır, pirinç kaplamalı bakır gibi.

Tekstilde kullanılan metalik ipliklerin yüzeyinde oluşan korozyon ürünleri diğer metalik eşyalarda oluşan korozyon ürünleriyle benzerdirler. Fakat boyutlarının küçük olması ve organik malzeme ile irtibat halinde olmalarından dolayı bazen çok daha

farklı görünümde korozyon ürünleri sergileyebilirler. Yani, metalin bozunması sonucu oluşan korozyon ürününün morfolojisi de daha farklı olabilir.

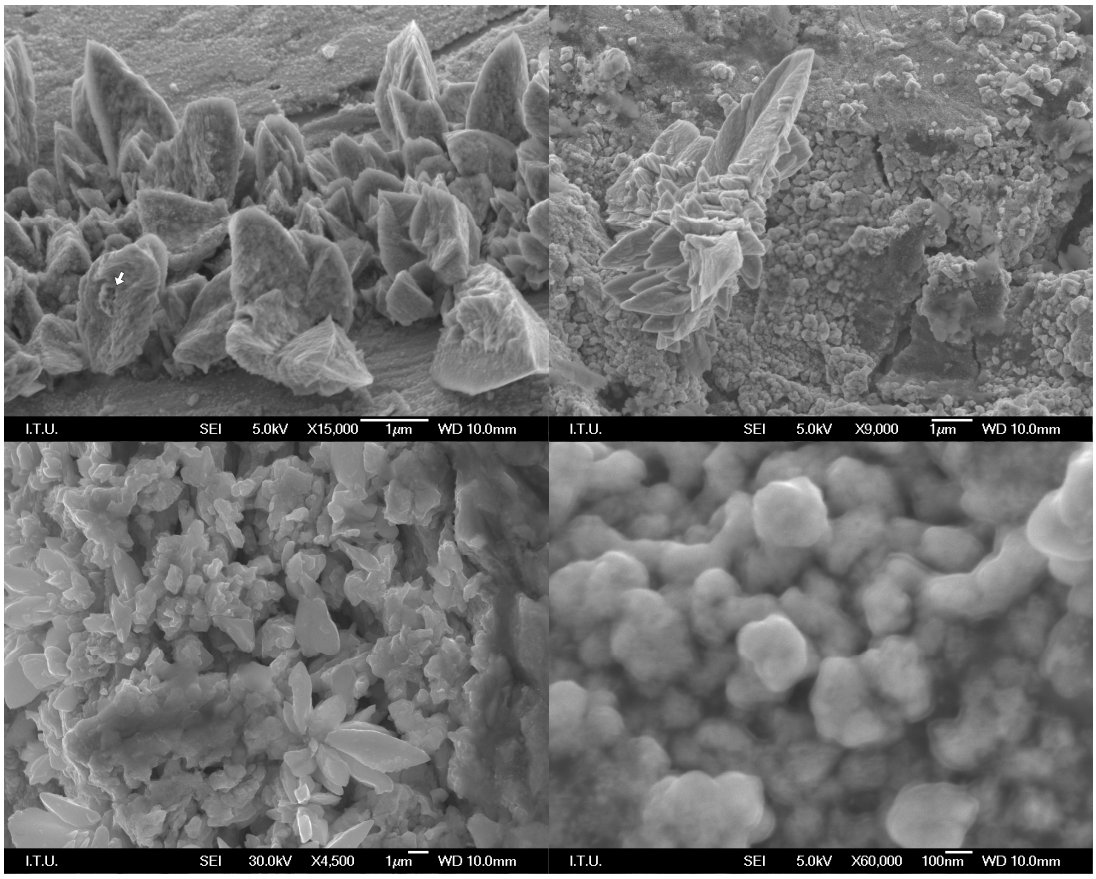
Altın-gümüş alaşımlı metalik iplikler korozyona uğradıklarında yüzeyleri kırmızımtrak, parlak bir görünüm kazanır. Bunun nedeni yüzeyde gümüş sülfürün oluşmasıdır. Renginin kırmızı olması da, korozyon ürününün yani gümüş sülfür kristallerinin yüzeye homojen olarak dağılmasından ileri gelir. Bu durum, gümüş oranı yüksek altın-gümüş alaşımı elektrumlarda (% 49 altın ve % 51 gümüş) görülür. Gümüşün gümüş sülfür kristalleri oluşturarak korozyona uğramasının nedeni havadan kaptığı sülfür elementidir. Oluşan reaksiyon şu şekildedir.

$$2Ag + H_2S + ½\ O_2 \rightarrow Ag_2S + H_2O$$

Oluşan gümüş sülfüre, mineraloji dilinde monoklinik akantit denir. Monoklinik akantit, 176 °C' ye kadar kararlı yapıdadır. Bu sıcaklıktan 586–622 °C' lik sıcaklık aralığına kadar, hacim merkezli kübik arjantit minerali kararlıdır. Ve bu sıcaklıkların üzerinde de yüzey merkezli kübik polimorf yapısı mevcuttur. Sülfürün kaynağı ise genellikle mikro biyolojik özelliktedir. Bilhassa, polimerik malzemelerle etkileşimde olan gümüş metali korozyona uğrayarak yüzeyinde gümüş sülfür kristali meydana getirir [97]. Zamana ve ışığa bağlı olarak ipeğin korozyona uğraması sonucu, ipeğin yapısında bulunan sistin ve metiyonin amino asitleri bünyelerindeki sülfürü açığa çıkarırlar. Bunun sonucunda ortaya çıkan sülfür, gümüşe bağlanarak, metalik telin de korozyona uğramasına neden olur. O yüzden hem tekstil hem de metalik malzemenin en uygun koşullarda, birbirlerini etkilemeden korunmaları gerekmektedir.

Ancak kimyasal temizleme yöntemiyle, bu korozyon ürünü giderilebilir. Normalde, herhangi bir metalik objede mantar şeklinde gümüş sülfür kristalleri teşekkül ederken, metalik ipliklerde gümüş sülfür kristalleri çiçek formunda büyürler [96].

16. yüzyıla ait Ka'be perdesi tellerinde gümüş sülfür, gümüş klorür, oksitler olmak üzere çeşitli korozyon ürünleri oluşmuştur. SEM ile görüntüleri alınmış (Şekil 3.41) ve EDS analiziyle de gümüş sülfür, gümüş klorür kristallerinin varlığı doğrulanmıştır. Teorik olarak incelendiğinde, Ag_2S yani gümüş sülfür kristali % 87,06 Ag ve % 12,94 S içerir. Bu değerler gümüş ve kükürdün birim mol başına düşen kütle değerlerinden yola çıkarak bulunmuştur. EDS ile yapılan analiz sonuçlarına göre de bu teori doğrulanmış ve yaprak formundaki korozyon ürünlerinin gümüş sülfür (Ag_2S) kristaline ait oldukları kesinlik kazanmıştır.



Şekil 3.41: 24/49 envanter numaralı, 1. Süleyman'a ait Ka'be perdesindeki gümüş tellerdeki korozyon ürünleri (JSM 7000-F JEOL – FESEM)

Tablo 3.17: JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x200000, 3200 veri ile Şekil 3.37'deki sol üstte yer alan fotoğraftan analiz

ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
Ag L	85.92 +/- 0.90	64.45
S K	14.08 +/- 0.21	35.55
Toplam	**100.00**	

Tablo 3.18: JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x200000, 3200 veri ile Şekil 3.37'deki sağ üstte yer alan fotoğraftan analiz

ELEMENT	KÜTLESEL %	ATOMSAL %
Ag L	87.24 +/- 0.93	67.01
S K	12.76 +/- 0.20	32.99
Toplam	**100.00**	

Tablo 3.19: JSM – 5410 JEOL FREEDOM NORAN INSTR. – EDS ünitesiyle, 15 kV, x200000, 3200 veri ile Şekil 3.37'deki sağ altta yer alan fotoğraftan analiz

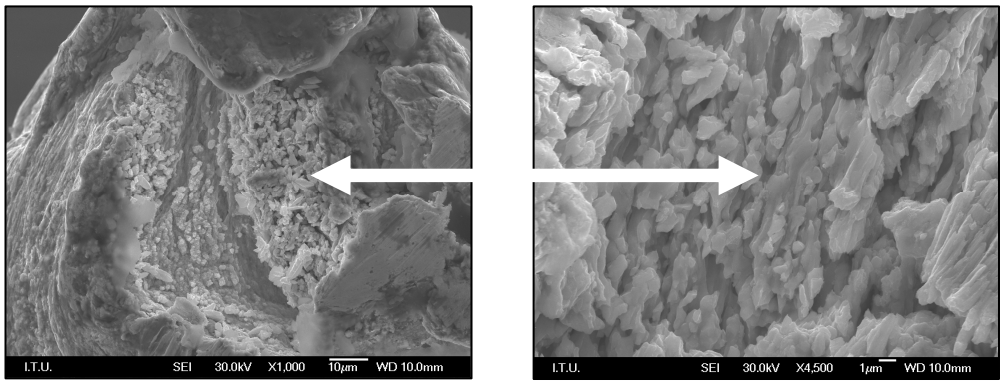
ELEMENT	KÜTLESEL %		ATOMSAL %
O K	4.48	+/- 0.44	21.29
S K	6.56	+/- 0.37	15.55
Cl K	2.91	+/- 0.25	6.24
Cu K	0.58	+/- 0.37	0.70
Ag L	72.81	+/- 0.94	51.33
Au L	12.67	+/- 5.76	4.89
Toplam	**100.00**		

EDS analizi sonucundan küp formundaki korozyon ürünlerinin oksitlerden oluştuğu anlaşılmaktadır.

Tablo 3.20: JSM 7000-F JEOL – FESEM OXFORD INSTR. – EDS ünitesiyle, 30 kV, x4500, 200s ile Şekil 3.37'deki sol altta yer alan fotoğraftan analiz

ELEMENT	KÜTLESEL %		ATOMSAL %
O K	2.66	+/- 0.28	14.27
S K	3.91	+/- 0.09	10.46
Cl K	0.31	+/- 0.08	0.76
Mg K	0.17	+/- 0.05	0.59
Cu L	0.14	+/- 0.17	0.19
Ag L	92.80	+/- 0.34	73.73
Toplam	**100.00**		

Şekil 3.41'de sol altta yer alan fotoğraf 24/49 envanter numaralı telin kesidinden alınmıştır (Şekil 3.42). Kesidin bile korozyona uğradığı ortaya çıkmaktadır.



Şekil 3.42: 24/49 envanter numaralı, 1. Süleyman'a ait Ka'be perdesinde yer alan gümüş telin kesidinde oluşan korozyon ürünü (JSM 7000-F JEOL – FESEM)

3.4. Metalik Tellerin ICP ve AAS ile Yaş Analizi

ICP ve AAS ile hem tellerin gümüş çekirdeği hem de altın kaplamaları ayrı ayrı analiz edilmiştir. Bu çalışma için yalnız 24/49 envanter numaralı I. Süleymana ve 24/50 envanter numaralı II. Selim'e ait perdelerin telleri kullanılmıştır. Telden altın yaldızı iyi durumda olan bir parça numune kesilmiş ve % 30 luk sülfürik asitte bir süre bırakılarak yüzeydeki korozyon ürünleri temizlenmiş sonra telin gümüşü nitrik asitte çözündürülmüştür. Çözeltiden yıkanıp ayrılan altın kaplamalar kral suyunda ayrıca çözündürülmüştür. Çözündürmelerde arı asitler ve ters ozmos ile anyon ve katyonları tamamen temizlenmiş saf su kullanılmıştır. Elde edilen çözeltiler ICP (Spectroflame – D) ve AAS (Perkin Elmer 3030) cihazları ile analiz edilerek safsızlıkların oranları saptanmıştır.

Yaş analizini yapmaktaki amaç, EDS de elde edilen verilerin doğruluğunu sağlamaktır. Çünkü EDS' de enterferans yani girişim sorunu vardır. Birçok elementin değişik halkalardaki karakteristik pikleri birbirine çok yakın enerji seviyelerinde gözlemlenir; bu nedenle de cihaz, olmayan elementleri teşhis edebilir. Altın yaldızlı gümüşlerde yaldızlamada cıva amalgamasyonundan yararlanıp yararlanılmadığının saptanması çok kritiktir. Dolayısı ile cihaz tarafından cıvanın ve ağır elementlerin doğru algılanması için yüksek enerji seviyelerinde (30 keV) çalışılmalıdır. Yüzey analizlerinde hafif elementler önemli olduğu için düşük enerji seviyeleri (örneğin 5 keV) önerilir. Bu çalışmada EDS cihazının verilerini sıhhatli olarak analiz edebilmek için tel numunelerinden alınan mikro örnekler (birkaç yüz miligram) daha önce de bahsedildiği gibi selektif olarak çözündürülmüş ve yalnız gümüş tel çekirdek ve yalnız altın kaplama ayrı ayrı çözündürülerek iki ayrı çözelti elde edilmiştir. Bu çözeltiler hem AAS ve hem de ICP ile analiz edilmişlerdir. Bu bulguların ışığında EDS verileri yeniden değerlendirilmiştir.

Örneğin, altın-gümüş ara yüzeyinde cıva olsa idi, gümüş nitrik asitle çözündürülürken cıva çözünerek çözeltiye geçerdi ve analiz sırasında kolayca saptanabilirdi. Yaş analizinde cıvanın çıkmaması, kesin olarak kaplamanın amalgam olmadığını gösterir.

Tablo 3.21: AAS ve ICP ile analiz edilen gümüş tellerin bileşimi

Element	24/49 AAS	24/49 ICP	24/50 AAS	24/50 ICP
Ag	% 99.5	-	-	>% 99.5
Au	% 0.0006	-	% 0.00899	-
Cu	% 0.22	% 0.1553	% 0.217	% 0.0857
Fe	% 0.0238	% 0.0489	% 0.0203	Yok
Sn	-	% 0.1062	-	% 0.0004
Pb	% 0.139	-	% 0.114	Yok
Ni	% 0.0070	% 0.0141	% 0.00348	Yok
Pd	Yok	-	-	Yok
Rh	Yok	-	-	Yok
Zn	% 0.0019	-	% 0.00638	Yok
Ca	-	-	% 0.01509	-
Hg	Yok	Yok	-	Yok
Cd	Yok	Yok	-	Yok
Te	-	-	-	-

Tablo 3.22: AAS ve ICP ile analiz edilen altın kaplamanın bileşimi

Element	24/49 AAS	24/49 ICP	24/50 AAS	24/50 ICP
Ag	% 3.06	-	% 1.714	
Au	% 99	% 99	% 99.5	> % 99.5
Cu	% 0.4975	% 0.5621	% 0.1219	Yok
Fe	% 0.1308	% 0.0547	% 0.25	Yok
Sn		% 0.0887	-	% 0.0132
Pb	% 0.2225	-	Yok	Yok
Ni	% 0.0611	% 0.1109	% 0.0548	Yok
Pd	Yok	Yok	-	Yok
Rh	Yok	Yok	-	Yok
Zn	% 0.0225	-	% 0.0731	Yok
Ca	-	-	% 0.0365	-
Hg	Yok	Yok	-	Yok
Cd	Yok	Yok	-	Yok
Te	-	-	-	-

Gümüşün AAS analizi ile Mg ancak % 0,0015 tespit edilmesine karşılık EDS analizleri daha yüksek Mg göstermiştir. Ayrıca 24/48 ve 24/50 de kırık yüzeyde oksijen tespit edilmiştir. Bu yüzey oksitlenmesinden kaynaklanabilir. AAS ve EDS analizleri arasında kısmi uyum vardır. AAS ile 24/49 da kurşun bulunmasına karşılık EDS ile kurşun saptanmış fakat hata payının altında kaldığından dikkate alınmamıştır.

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu yüksek lisans tez çalışmasında Topkapı Sarayı Müzesi Koleksiyonunda bulunan beş adet Ka'be perdesindeki tellerin modern yüzey analiz tekniklerinden taramalı elektron mikroskobu ve buna bağlı enerji dağılım spektrometresi ile ayrıca yaş analizi olarak atomik absorpsiyon spektrometresi ve endüktif eşleşmiş plazma cihazları kullanılarak, morfolojileri, korozyon ürünleri, kaplama karakteristikleri ve kimyasal bileşimleri incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar Tablo 4.1' de listelenmiştir.

Tablo 4.1: Beş adet Ka'be perdesindeki metalik tellerin analizi sonucunda elde edilen veriler

	24/49 Süleyman I 1543	**24/50 Selim II 1570**	**24/44 Selim III 1790**	**24/48 Mahmut II 1832**	**24/43 Abdülmecit 1848**
Tel kalınlığı (µm)	250 µm	235 µm	285 µm	205 µm	195 µm (Kaplamalı) 215 µm (Kaplamasız)
Telin cinsi	Altın Yaldızlı Gümüş	Altın Yaldızlı Gümüş	Altın Yaldızlı Gümüş	Altın Yaldızlı Gümüş	Altın Yaldızlı Gümüş Ve Gümüş
Telin içerdiği diğer önemli elementler	Bakır (% 0,2)	Bakır (Hemen hemen hiç)	Bakır (% 1,2)	Bakır (% 0,5)	Bakır (% 1)
Altın kaplama var mı?	Var 3.35 µm	Var 2.30 µm	Var 2.03 µm	Var 0.90 µm	Var / Yok
Tel çekme izi var mı?	Bariz	Hafif	Hafif	Hafif	Çok derin ve sık
Yüzeyin bozulma durumu	Orta	Nispeten İyi	İyi	İyi	Çok Kötü

Gerek EDS, gerekse ICP ve AAS analizleri olsun, gümüş üzerine altın kaplamanın cıva ile yapılmadığı gözlenmiştir. Kaplama, yüzeye ısı ve mekanik güçle adapte

edilmiştir. Altın kaplama tabakasında gümüşün varlığı, kaplama işlemi sırasında gümüşün altına difüze olduğunu gösterir. Gümüş ve altın birbirleri içerisinde tamamen çözündüklerinden kolaylıkla ısı yardımıyla altın gümüş yüzeyine tutunabilir. Arada difüzyon bağı oluşmaktadır. Yüzyıllar arasında bir kıyaslama yapıldığında, 16. yüzyıldan 19. yüzyıla doğru geldikçe kaplama kalınlığının giderek azaldığı görülmektedir. Ka'beye ilk kez gönderilen, Sultan Süleyman'ın perdesi (M. 1543), 24/49 envanter numaralı perdedeki gümüş telin kaplama kalınlığı 3.35 mikron olarak bulunmuştur ki bu da Biringuccio' nun tarifine uymaktadır. 24/48 envanter numaralı, II. Mahmut' un perdesindeki (M. 1832) telin kaplama kalınlığı ise 0.90 mikrondur. Kaplama kalınlığı azaldığı gibi, yüzyıllar geçtikçe tellerin de kalınlığı düşmüştür.

24/49 numaralı perdedeki telde kullanılan gümüş neredeyse saf sayılabilir, çok az gümüş içermektedir. Ama daha sonra kullanılan gümüş teller bir miktar bakır ile alaşımlandırılmıştır.

Genel olarak tellerin çekme yöntemiyle üretildiği, yüzeylerindeki hadde izlerinden anlaşılmaktadır.

Ne yazık ki, 16. yüzyıla ait teller yoğun oranda korozyona uğramışlardır, yüzeylerinde gümüş sülfür ve gümüş klorür kristalleri oluşmuştur. Bu da tellerle birlikte tekstil malzemesinin çok iyi korunamadığını gösterir. Her iki malzeme için uygun koşullar sağlanamamıştır. 19. yüzyıla ait tellerde henüz korozyon ürünleri oluşmamıştır.

KAYNAKLAR

[1] **Uğurlu, A.,** 1994. Osmanlı saray dokumalarında ipek, altın, gümüş kullanımı. *Antik & Dekor*, **24**, 94-98.

[2] **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.

[3] **Meydan Larousse.** 1986. Telkari. 12. Cilt, Meydan Yayınevi, İstanbul.

[4] **Eruz, F.,** 1993. *Konuşan Maden: Tombak ve Gümüş Madeni Eserler Koleksiyonu*. Yapı Kredi Koleksiyonları-4, İstanbul, 31-35.

[5] **Higgins, J. J. P.,** 1993. *Cloth of Gold: A History of Metallised Textiles*. The Lurex Company Limited, London.

[6] **Járó, M.** 1990. Gold Embroidery and Fabrics in Europe: XI-XIV Centuries. *Gold Bulletin*, **23(2)**, 40-57.

[7] **Habashi, F.,** 1995. Gold through the ages. *CIM Bulletin*, **88(990)**, 60-69.

[8] **Tevrat – Zebur.** 2002. *Kutsal Kitap, Eski Antlaşma*, OHAN Matbaası.

[9] **Brenni, L.,** 1930. *L'arte del battiloro ed i filati d'oro e d'argento*. Milano.

[10] **Járó, M., Gál, T., Tóth, A.,** 2000. The characterization and deterioration of modern metallic threads. *Studies in Conservation*, **45**, 95-105.

[11] **Özgen, K.,** 2004. Dokuma sanatı. http://www.theottomans.org/turkce/sanat_kultur/dokuma.asp.

[12] **Gürsu, N. D.,** 1993. Türk işlemeleri. *Antik & Dekor*, **18**, 78-82.

[13] **Járó, M., Tóth, A.,** 1991. Scientific identification of European metal thread manufacturing techniques of the 17-19th centuries. *Endeavour*, **15(4)**, 175-184.

[14] **Ballard, M., Koestler, R. J., Indictor, N.,** 1986. Weighted silks observed using energy dispersive x-ray spectrometry.*Scanning Electron Microscopy*, **2**, 499-506.

[15] **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.

[16] **Járó, M.,** 1998. Differences in manufacturing technique, usually neglected, with the description of mediaeval metal threads made of metal coated organic material. Some remarks on the basis of the results of scientific examinations in *ICOM-CC Textiles Working Group Interim Meeting*, Palermo, 141 – 48.

[17] **Good, I.,** 1995. On the question of silk in pre-Han Eurasia. *Antiquity*, **69**, 959 - 68.

[18] **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.

[19] **Becker, M. A., Magoshi, Y., Sakai, T., Tuross, N. C.,** 1997. Chemical and physical properties of old silk fabrics. *Studies in Conservation*, **42**, 27 – 37.

[20] **Enguita, O., Climent-Font, A., Garciá, 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.

[21] **Liu, Y., Yu, T., Yao, H., Yang, F.,** 1997. Pixe analysis of silk. *Journal of Applied Polymer Science*, **66**, 405 – 408.

[22] **Kantarcıoğlu, A. S.,** 1991. Arkeolojik tekstillerin konservasyonu. *Müze : Museum*, **4**, 90 – 98.

[23] **Barrett, G. M.,** 2003. Metallic threads-A background to their use in textile work (A work in progress). http://www.et-tu.com/soper-lane/access/gold.htm.

[24] **Timar-Balazsy, A., Eastop, D.,** 1999. *Chemical Principles of Textile Conservation*. Butterworth-Heinemann, Oxford, UK.

[25] **Járó, M., György, T. N.,** 2001. Experiment on computerized colour reconstruction of the corroded metal surfaces of textiles ornaments with leather, paper or membrane threads. *Conservation Around The Millenium*, Hungarian National Museum, 125 – 31.

[26] **Indictor, N., Koestler, R. J., Wypyski, M., Wardwell, A. E.,** 1989. Metal threads made of proteinaceous substrates examined by scanning electron microscopy - energy dispersive x-ray spectrometry. *Studies in Conservation*, **34**, 171 – 82.

[27] **Mattsson, E.,** 2002. Metallic threads in textiles – A literature survey. *Metalldekorationer i kyrkliga textilier, Slutrapport för Fo-projekt*, Stockholm, Sweden, 32 – 64.

[28] **Atasoy, N., Denny, W. B., Mackie, L. W., Tezcan, H.,** 2001. *İpek: Osmanlı Dokuma Sanatı*. TEB İletişim ve Yayıncılık A.Ş. adına Azimuth Editions Limited, Londra, İngiltere.

[29] **Skals, I.,** 1991. Metal thread with animal-hair core. *Studies in Conservation*, **36**, 240-242.

[30] **Ogden, J.,** 1995. The technology of medieval jewelry. in: D. A. Scott, J. Podany, B. B. Considine (Eds.), *Ancient&historic metals : conservation and scientific research*, Singapore.

[31] **Gürsu, N.,** 1988. *The Art of Turkish Weaving: Designs Through The Ages*. Redhouse Press.

[32] **Hoke, E., Petrascheck-Heim, I.,** 1977. Microprobe analysis of gilded silver threads from mediaeval textiles. *Studies in Conservation*, **22**, 49-62.

[33] **Biringuccio, V.,** 1943. *Pirotechnia*. çeviren Smith C.S., Gnudi M.T., The American Institute of Mining and Metallurgical Engineers, New York, USA.

[34] **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.

[35] **Theophilus**, 1961. *The Various Arts*. çeviren Dodwell C. R., Thomas Nelson and Sons Ltd, UK.

[36] **Massalski, T. B., Okamoto, H., Subramanian, P. R., Kacprzak, L.,** 1990. *Binary Alloy Phase Diagrams*. Cilt 1-2, Materials Park, Ohio : ASM International.

[37] **Handy&Harman**, 2004. Silver. *The Handy Book of Precious Metals*, www.handyharmancanada.com/hbpm/silver/silver.htm.

[38] **Geçkinli, E.,** 2004. Altın. *Altının İktidarı İktidarın Altınları*, Yapı Kredi Kültür Sanat Yayıncılık, İstanbul.

[39] **Kayalı, E. S., Ensari, C.,** 2000. *Metallere plastik şekil verme ilke ve uygulamaları*, 320, İstanbul.

[40] **Büyük Larousse Sözlük ve Ansiklopedisi.** 1986. Balmumu, 4. Cilt, Interpress Basın ve Yayıncılık A.Ş., İstanbul.

[41] **Grimwade, M.,** 1985. Introduction to precious metals. Newnes Technical Books, UK, s. 85.

[42] **Tezcan, H.,** 2001. Saray için yapılan gümüşlü, altınlı dokumalar, işlemeler. *Antik & Dekor*, **64**, 70-78.

[43] **Kerndt, S., Caswell, A.,** 2004. Introduction to canvas work – threads. www.needlepoint.com.

[44] **Şâmil, İ. A.,** 2004. Altını kullanmak. *İslam Ansiklopedisi*, http://www.kuranikerim.com/islam_ansiklopedisi/A/altin_kullanmak.htm.

[45] **Kayaoğlu, İ. G.,** 1990. Altınla kalaylanan kaplar: tombaklar. *Antik & Dekor*, **7**, 40-43.

[46] **Batur, S.,** 2001. Tombak sanatı. *P Sanat, Kültür, Antika Dergisi*, **20(Kış)**, 66-78.

[47] **Crystal, E.,** 2004. King Tutankhamen's tomb. http://www.crystalinks.com/tutstomb.html.

[48] **Ramage, A., Craddock, P.,** 2000. *King Croesus' Gold* Cambridge University Press, UK.

[49] **Powers, A. L.,** 1984. Young master of the gilder's art. *Historic Preservation*, **36(6)**, 42-46.

[50] **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.

[51] **Pliny**, 1961. *Natural History IX LIBRI XXXIII-XXXV*. çeviren Rackham H., William Heinemann Ltd, Harvard University Press, USA.

[52] **Novikov, V.,** 2003. *Concise Dictionary of Materials Science: Structure and Characterization of Polycrystalline Materials*. CRC Press LLC, USA.

[53] **Lins, A.,** 2000. Gilding techniques of the renaissance and after, *Gilded Metals: History, Technology and Conservation*, ed. T.D. Weisser, Archetype Publications, 241-263.

[54] **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.

[55] **Untracht, O.,** 1985. *Jewelry Concepts and Technology*. New York: Doubleday.

[56] **Oddy, W. A.,** 2000. A history of gilding with particular reference to statuary. *Gilded Metals: History, Technology and Conservation*, ed. T.D. Weisser, Archetype Publications, 1-19.

[57] **Brandon K.,** 2002. Metallic fibers: spinning straw into gold. The Costume Gallery: Textile Reference Manual, http://www.costumegallery.com/Textiles/metallic.htm.

[58] **Wisseman, S. U., Williams, W. S.,** 1994. *Ancient Technologies and Archaeological Materials*. Gordon and Breach Science Publishers, 130-134.

[59] **Stout, E. E.,** 1965. *Introduction to textiles*. John Wiley & Sons, INC., USA, 115-124.

[60] **Dalsar, F.,** 1960. *Türk Sanayi ve Ticaret Tarihinde Bursa'da İpekçilik*. Sermet Matbaası, İstanbul.

[61] **Becker, M. A., Magoshi, Y., Sakai, T., Tuross, N. C.,** 1997. Chemical and physical properties of old silk fabrics. *Studies in Conservation*, **42**, 27-37.

[62] **Yağlıdere, Ö.,** 2002. *İpekböceğinin Öyküsü*. Tiglat Matbaası, İstanbul, Birinci Baskı.

[63] **Cook, J. G.,** 1984. *Handbook of Textile Fibers I. Natıral Fibers*. Merrow Publications, Durham, 144-165.

[64] **Ongan, F.,** 2004. İpekböceği. *Skylife*, **246**, 142-147.

[65] **Craig, C. L.,** 1997. Evolution of arthropod silks. *Annual Reviews of Entomology*, **42**, 231-267.

[66] **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.

[67] **Mc-Graw Hill Encyclopedia of Science and Technology.** 1960. Mc-Graw Hill Book Company Inc., USA, Cilt : ENT - FUS, 5, 325-326.

[68] **Yanagi Y., Kondo Y., Hirabayashi K.,** 2000. Deterioration of silk fabrics and their crystallinity. *Textile Research Journal*, **70(10)**, 871-875.

[69] **Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology.** 1969. Silk. John Wiley and Sons, Inc., Volume 18, 269-278, Second Edition.

[70] **Timar-Balazsy, A., Eastop, D.,** 1999. *Chemical Principles of Textile Conservation*, Butterworth-Heinemann. Oxford, UK.

[71] **Shukla, S. R., Mathur, M., Narayan, A.,** 1993. Comparative studies on bleaching silk. *American Dyestuff Reporter*, **82(7)**, 42-46.

[72] **Encyclopedia Britannica.** 1961. SARS to SORC. 20: 661-671, Chicago: London: Toronto.

[73] **Salamone, J. C.,** 1996. Silk. *Polymeric Materials Encyclopedia*, Volume 10, Q-S, CRC Press, 7711-7744.

[74] **Baltova, S., Vassileva, V., Valtcheva, E.,** 1998. Photochemical behaviour of natural silk-1. Kinetic investigation of photoyellowing. *Polymer Degradation and Stability*, **60**, 53-60.

[75] **Bergstrand, M., Hedhammar, E., Nord, A. G., Tronner, K.,** 1999. All that glitters is not gold. An examination of metal decorations in ecclesiastical

textiles in *Preprints, ICOM-CC 12th Triennal Meeting Lyon*, James & James, London, UK, 621-624.

[76] **Brundle, C. R., Evans, C. A., Wilson, S.,** 1992. *Encyclopedia of materials characterization: Surfaces, interfaces, thin films*. Butterworth-Heinemann, USA.

[77] **JEOL,** 2003. *A Guide to Scanning Microscope Observation*, 2. Baskı.

[78] **Yacamán, M. J., Ascencio, J. A.,** 2000. Electron microscopy and its application to the study of archaeological materials and art preservation in: Ciliberto E., Spoto G. (Eds.), *Modern Analytical Methods in Art and Archaeology*, Wiley, New York.

[79] **Nord, A. G., Tronner, K.,** 2000. A note on the analysis of gilded metal embroidery threads. *Studies in Conservation*, **45**, 274-279.

[80] **Türkiye Atom Enerjisi Kurumu**, 2004.

http://www.taek.gov.tr/ogrenci/r02.htm.

[81] **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.)

[82] **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.

[83] **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.

[84] **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.

[85] **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.

[86] **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.

[87] **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.

[88] **Liu, Y., Yu, T., Yao, H., Yang, F.,** 1997. Pixe analysis of silk. *Journal of Applied Polymer Science*, **66**, 405 – 08.

[89] **Enguita, O., Climent-Font, A., Garciá, 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.

[90] **Calligaro, T., Dran, J. C., Klein, M.,** 2003. Application of photo-detection to art and archaeology at the C2RMF. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, **504**, 213 – 21.

[91] **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.

[92] **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.

[93] **Tezcan, H.,** 1992. Vakıf eserlerde karşılaşılan kutsal örtüler. *IX. Vakıf Haftası Kitabı*, Vakıflar Genel Müdürlüğü Yayınları, Ankara. 331 – 40.

[94] **Tezcan, H.,** 1987. Osmanlı sürre alayı törenleri ve Kanuni Sultan Süleyman'ın adını taşıyan ilk Ka'be perdesi. *Antika*, **23**, 20 – 27.

[95] **Sahillioğlu, H.,** 1969. XVII Yüzyılın Ortasında Sırmakeşlik ve Altın Gümüş İşlemeli Kumaşlarımız. *Belgelerle Türk Tarihi Dergisi*, **16**, 48-53.

[96] **Járó, M., Tóth, A.,** 1997. Deterioration of metal threads and other metallic decorations made of gold, silver or gilt silver on museum textiles: problems of their conservation. *Metal 95*, James & James Science Publishers Ltd, 201-208.

[97] **McNeil, M. B., Little, B. J.,** 1999. The use of mineralogical data in interpretation of long-term microbiological corrosion processes: sulfiding reactions. *JAIC*, **38(2)**, 186 – 99.

ÖZGEÇMİŞ

Gülsu Şimşek, 3 Ekim 1979 tarihinde İstanbul'da doğdu. 1998 yılında Saint Benoit Fransız Lisesi'ni bitirdi. 1998 yılında İstanbul Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'ne girdi. 1999 yılında üniversiteler arası yatay geçişle, İstanbul Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'ne girdi ve 2003 yılında lisans eğitimini tamamladı. 2003 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi, İleri Teknolojiler Ana Bilim Dalı, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı'nda yüksek lisans eğitimine başladı. 2004 yılından bu yana Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Malzeme Ana Bilim Dalı'nda araştırma görevlisi olarak çalışmaktadır.