



Příjemci podpory:
Kriminalistický ústav PČR
Národní galerie Praha

Poskytovatel:
Ministerstvo vnitra ČR

**Komplexní instrumentální metodika pro posuzování pravosti výtvarných děl,
databáze materiálů barevných vrstev 20. století**

identifikační kód projektu: VI20172020050

Název předkládaného výsledku:

NmetC

Odběr a příprava vzorků pro posuzování pravosti výtvarných děl

Typ výsledku dle UV č. 837/2017	Evidenční číslo (příjemce)	Rok vzniku
NmetC - metodiky certifikované oprávněným orgánem	KU-1818-19/ČJ-2021-230502 PPR-13231-28/čj-2021-990540 N1 - VI20172020050 CM VaVal č. 122	2021
ISBN-ISSN	Webový odkaz na výsledek	Kde a kdy publikováno

Stručná anotace k výsledku:

Metodika se zabývá postupem při zpracování a přípravě vzorků odebraných z výtvarných uměleckých děl před samotnou analýzou (OM, PLM, SEM-EDS, MRS, FTIR). Úprava vzorků závisí na typu vzorku i na požadavcích v závislosti na aplikovaných analytických metodách. Vzhledem k charakteru uměleckého díla je snaha odběry vzorků minimalizovat a s odebranými vzorky nakládat způsobem, který umožní z jednoho vzorku získat maximum informací. Zároveň je žádoucí, aby bylo možné připravené vzorky dlouhodobě uchovat a bylo možné je případně využít v budoucnu k dalším analýzám. Průzkum uměleckých děl se obvykle zaměřuje na určení dřeva u soch a deskových obrazů, určení materiálu textilní podložky obrazů a identifikaci složek barevné vrstvy malby nebo polychromie. Vlastní odběr (mikro)vzorků provádí zkušený specialista a jeho provedení proto není obsahem této metodiky. Metodika je určena pro pracovníky kriminalistických laboratoří, laboratoří sbírkotvorných institucí a další, které se zabývají analýzou uměleckých děl, příp. pracují se vzorky odebranými z těchto předmětů.

Řešitelský tým:

Václava Antušková, Radka Šefců, Ivana Turková, Marek Kotrlý

*Nehodící nevyplňujte

** Vše se musí vejít na tuto jednu stránku



POLICEJNÍ PREZIDIUM ČESKÉ REPUBLIKY

Pomáhat a chránit

Osvědčení

o uznání certifikované metodiky

vydané v souladu s podmínkami Metodiky hodnocení výzkumných organizací
a hodnocení programů účelové podpory výzkumu, vývoje a inovací

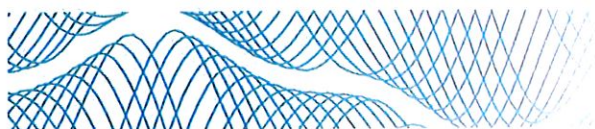
Název metodiky:	Odběr a příprava vzorků pro posuzování pravosti výtvarných děl, CM VaVal č. 122
Autor/autorský kolektiv:	Ing. Václava Antušková, Ph.D., Ing. Radka Šefců Mgr. Ivana Turková, RNDr. Marek Kotrlý, Ph.D.
Žadatel (příjemce podpory):	Kriminalistický ústav Policie České republiky Chemicko–technologická laboratoř, Národní galerie Praha
Projekt/program:	Komplexní instrumentální metodika pro posuzování pravosti výtvarných děl, databáze materiálů barevných vrstev 20. století VI20172020050 Program bezpečnostního výzkumu České republiky v letech 2015-2020

Schváleno pod č. j.:
PPR-13231-28/ČJ-2021-990540

Evidenční číslo osvědčení: 27/2021

V Praze


genmjr. Mgr. Jan ŠVEJDAR
policejní prezident





POLICIE ČESKÉ REPUBLIKY
KRIMINALISTICKÝ ÚSTAV



Pomáhat a chránit

Č. j. KU-1818-19/ČJ-2021-230502

Praha 15. 10. 2021

Počet listů: 24

Přílohy: 1/1

PRO VNITŘNÍ POTŘEBU

ODBĚR A PŘÍPRAVA VZORKŮ PRO POSUZOVÁNÍ PRAVOSTI VÝTVARNÝCH DĚL

CM VaVal č. 122

PROJEKT VI20172020050

**„KOMPLEXNÍ INSTRUMENTÁLNÍ METODIKA PRO POSUZOVÁNÍ PRAVOSTI
VÝTVARNÝCH DĚL, DATABÁZE MATERIÁLŮ BAREVNÝCH VRSTEV 20. STOLETÍ“**

(Zpráva o zpracování certifikované metodiky)

- Účel:** Metodika popisuje způsob zacházení s různými typy vzorků odebranými z uměleckých děl
- Číslo verze:** 1 - 2021
- Pracoviště:** oPV, oCHF, Kriminalistický ústav PČR
Chemicko-technologická laboratoř, Národní galerie Praha
- Klíčová slova:** vzorek, dřevo, textil, malba, polychromie, výtvarné dílo

	titul, jméno, příjmení	Datum:	Podpis:
Vypracoval:	Ing. Václava Antušková, Ph.D. Ing. Radka Šefců Mgr. Ivana Turková RNDr. Marek Kotrlý, Ph.D.	15 -10- 2021	
Zkontroloval:	plk. Ing. Pavel Kolář, CSc. NŘ PV	27 -10- 2021	
Schválil:	plk. Mgr. Ľuboš Kothaj ředitel KÚ	29 -10- 2021	
Uvolnil:	pplk. Mgr. Alena Přenosilová manažer kvality	29 -10- 2021	

pošt. schr. 62/KÚ
Strojnická 27
170 89 Praha 7

Tel.: +420 974 824 402
Fax: +420 974 824 002
Email: kup.podatelna@pcr.cz

OBSAH

1. Cíl metodiky	3
2. Vlastní popis metodiky	3
2.1 Základní pojmy	3
2.2 Typy a parametry vzorků	4
2.3 Pravidla bezpečnosti a ochrany zdraví při práci	4
2.4 Nástroje, přístroje, zařízení	4
2.5 Pomocné materiály	5
2.6 Příprava vzorků dřeva pro mikroskopické pozorování	5
2.6.1 Požadavky na vzorek	6
2.6.2 Příprava mikroskopických preparátů dřeva pro pozorování v optickém mikroskopu	7
2.6.3 Příprava vzorků dřeva pro pozorování pomocí skenovací elektronové mikroskopie SEM	11
2.7 Příprava vzorků textilu, příp. textilních vláken	12
2.7.1 Příprava mikroskopických preparátů textilních vláken pro pozorování v optickém mikroskopu	12
2.7.2 Příprava vzorků vlákna pro pozorování pomocí skenovací elektronové mikroskopie SEM	15
2.8 Příprava vzorků barevné vrstvy	16
2.8.1 Příprava nábrusu	16
2.8.2 Příprava mikroskopických preparátů pigmentů	20
2.8.3 Příprava malých vzorků pro analýzu	21
2.9 Metody zaznamenávání pozorování a výsledků	22
3. Doložení novosti postupů	22
4. Popis uplatnění metodiky (pro koho je určena a jakým způsobem bude uplatněna)	22
5. Seznam použité související literatury	22
6. Seznam publikací, které metodice předcházely, či výstupy z originální práce	23
7. Odkaz na příslušný projekt výzkumu a vývoje, dotační program	24
8. Souhlas žadatele s bezplatným využitím metodiky v policii	24

1. Cíl metodiky

Metodika se zabývá postupem při zpracování a přípravě vzorků odebraných z výtvarných uměleckých děl před samotnou analýzou (OM, PLM, SEM-EDS, MRS, FTIR). Úprava vzorků závisí na typu vzorku i na požadavcích v závislosti na aplikovaných analytických metodách. Vzhledem k charakteru uměleckého díla je snaha odběry vzorků minimalizovat a s odebranými vzorky nakládat způsobem, který umožní z jednoho vzorku získat maximum informací. Zároveň je žádoucí, aby bylo možné připravené vzorky dlouhodobě uchovat a bylo možné je případně využít v budoucnu k dalším analýzám. Průzkum uměleckých děl se obvykle zaměřuje na určení dřeva u soch a deskových obrazů, určení materiálu textilní podložky obrazů a identifikaci složek barevné vrstvy malby nebo polychromie. Odběr (mikro)vzorků provádí zkušený specialista a jeho provedení proto není obsahem této metodiky.

2. Vlastní popis metodiky

2.1 Základní pojmy

- **vzorek** – odebraný mikrofragment za účelem identifikace a analýzy výtvarných materiálů z uměleckého díla (část odebraného materiálu – dřevo, textil, malba, polychromie)
- **OM** – optická mikroskopie využívající světelné mikroskopy – stereomikroskopy, digitální mikroskopy a další vědecké materiálové mikroskopy – dokumentace odebraného vzorku, nábrusů (stratigrafií), na preparátech lze identifikovat druh dřeva, textilie
- **PLM** – polarizační světelná mikroskopie využívající polarizační mikroskopy – na preparátech lze vyhodnotit optické vlastnosti výtvarných materiálů (pigmentů/minerálů, vláken)
- **MRS** – Ramanova mikrospektroskopie – strukturní analýzu lze provést přímo na odebraném vzorku nebo na připraveném nábrusu
- **SEM-EDS** – skenovací elektronová mikroskopie s energiově disperzním spektrometrem – prvkovou analýzu lze provést přímo na mikrovzorku, příp. nábrusu
- **FTIR** – infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací v zapojení s mikroskopem – strukturní analýzu lze provést přímo na odebraném vzorku nebo na připraveném nábrusu

2. 2 Typy a parametry vzorků

U odběru vzorků z uměleckých děl je vždy nutno zohlednit účel a možnosti odběru vzorku, stav dochování a poškození díla. Při odběru vzorku by neměla být narušena kompletní integrita díla a nemělo by dojít k výraznému poškození, které by mohlo narušit jeho uměleckou hodnotu.

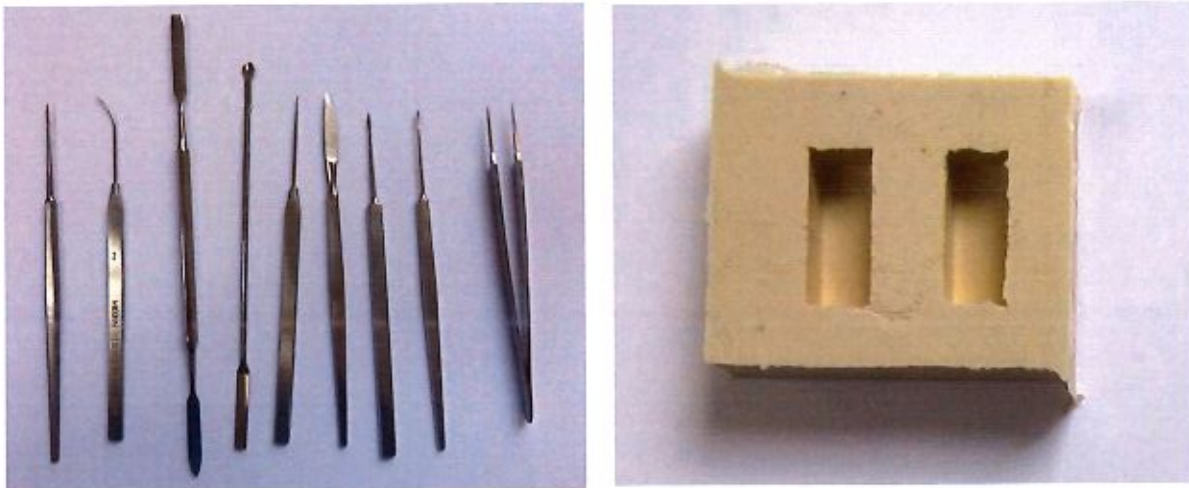
Dřevo	minimální velikost vzorků je hranol o velikosti hrany 0,3 cm, lépe 0,5 cm, optimálně 0,8–1 cm
Textil	obvykle odběr nitě z podložek závěsných obrazů, optimální velikost odebraného vzorku je 1 cm nitě. V případě posouzení dalších parametrů podložky (vazba, dostava apod.) je optimální vzorek o délce strany 1 cm. Odběr se standardně provádí z hrany zadní strany
Malba/ polychromie	u odběru vzorku a jeho velikosti je nutné nejvíce zohlednit stav uměleckého díla, obvykle se pohybuje délka jedné strany od 0,1 do 1 mm, pro specializované analýzy jako je GC-MS musí být vzorek větší (zde se doporučuje individuální přístup a konzultace s analytikem)

2. 3 Pravidla bezpečnosti a ochrany zdraví při práci

- používat ochranné pomůcky (např. rukavice) při manipulaci s teplým parafínem
- práci s rozpouštědly (xylenem) provádět v dobře větraných prostorách, příp. v digestoři
- řídit se laboratorním řádem

2. 4 Nástroje, přístroje, zařízení

- odběr vzorků je prováděn ostrými nástroji, skalpely, preparačními jehlami, pinzetami (obr. 1). Lze využít zvětšovací skla (lupy, brýle) nebo odběr provést pod stereomikroskopem. Místo odběru je vhodné dokumentovat fotoaparátem
- pro fixaci vzorků malby, polychromie a dřeva jsou potřebné formičky, lze užít i formičky na led
- podložní a krycí sklíčka
- hliníkové nosiče pro SEM-EDS
- rotační bruska s leštičkou
- sáňkový mikrotom
- USB mikroskop, stereomikroskop, 3D mikroskop, optický mikroskop



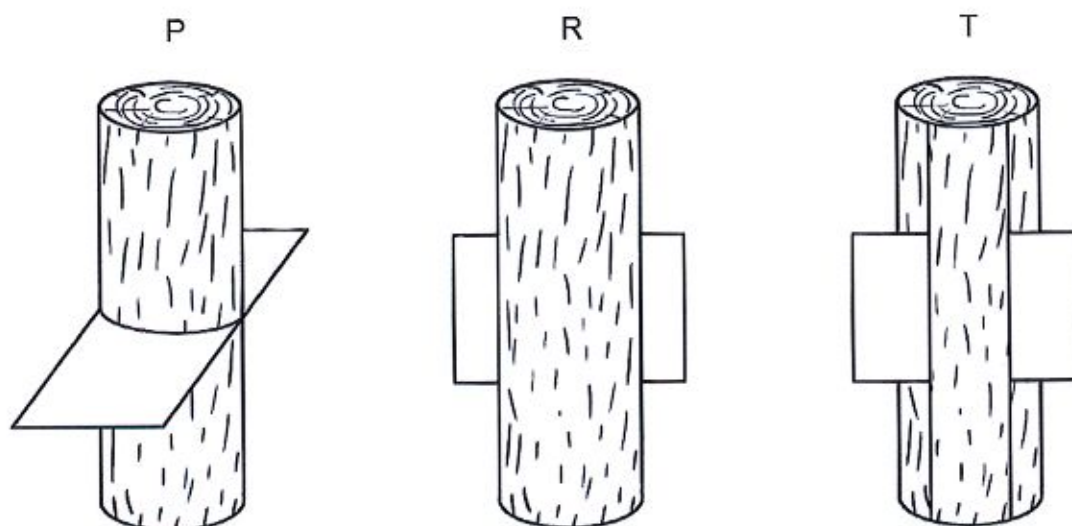
Obr. 1: Nástroje pro odběr a formička pro fixaci vzorků malby a polychromie

2. 5 Pomocné materiály

- destilovaná voda
- glycerin
- butanol
- parafín
- rozpouštědla – xylén
- médium pro přípravu trvalých preparátů, např. Eukitt® Orsatec GmbH (kopolymer butyl-methakrylátu s methyl-methakrylátem v xylenu)
- akrylátová zalévací hmota, např. Clarocit od firmy Struers GmbH, ev. epoxidová zalévací hmota
- brusný materiál, brusné papíry z karbidu křemíku s rozdílnou hrubostí, optimálně P320, P1200 a P2500

2. 6 Příprava vzorků dřeva pro mikroskopické pozorování

Určení dřeva je obecně možné na základě charakteristických makroskopických a mikroskopických znaků. Charakteristické makroskopické znaky lze nejlépe pozorovat na nedegradovaném odhaleném čistém povrchu bez jakýchkoliv úprav, které identifikaci znesnadňují. Pro výtvarná díla tento postup není obvykle možný, a je proto nutné přistoupit k odběru vzorku pro mikroskopickou identifikaci. Pro tu je třeba ze vzorku připravit tenké řezy ve třech na sebe kolmých rovinách (obr. 2) – příčný (transversální, vedený kolmo na osu kmene), radiální (vedený středem kmene) a tangenciální řez (vedený rovnoběžně s podélnou osou kmene, v rovině tečny k letokruhu). Na nich lze pozorovat rozdíly v anatomické stavbě dřeva typické pro jednotlivé dřeviny.



Obr. 2: Znárodnění základních řezů dřevem: P – příčný, R – radiální, T – tangenciální

2.6.1 Požadavky na vzorek

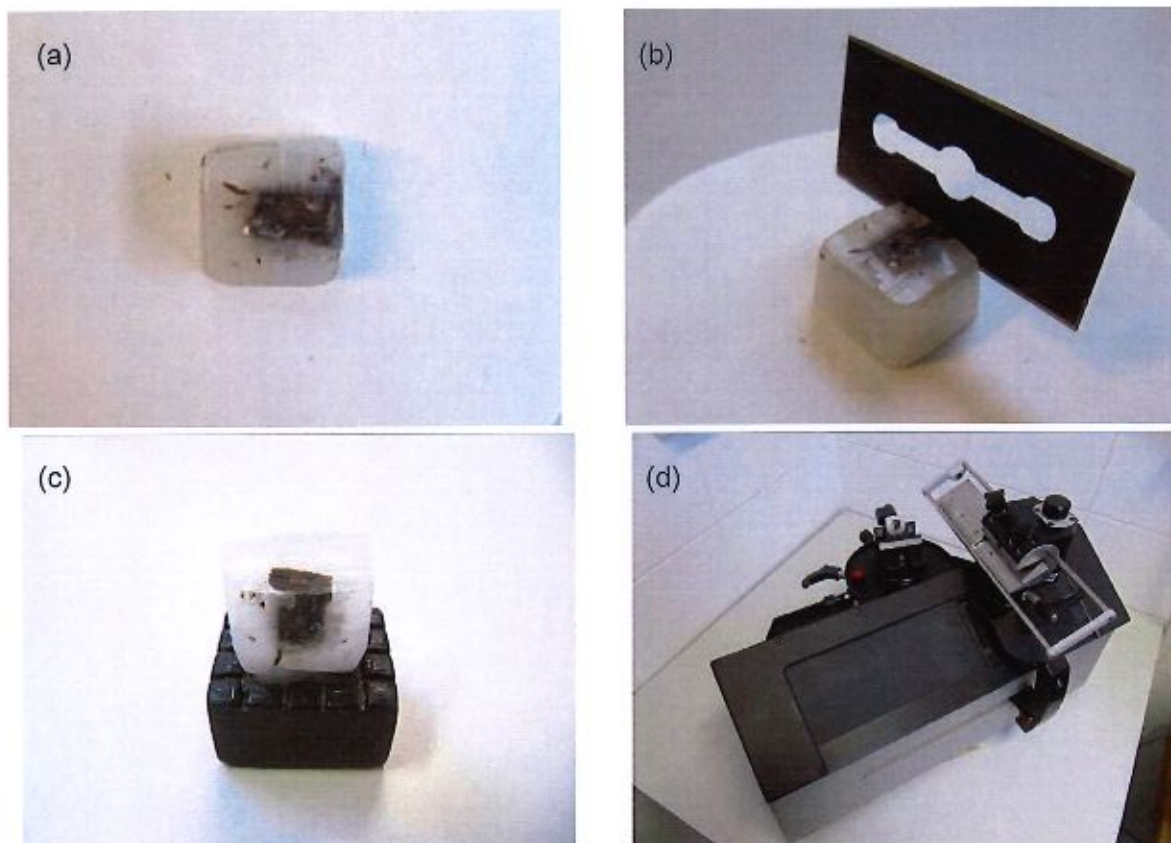
Pro přípravu všech řezů je potřeba dostatečně velký vzorek (obr. 3). Jako minimální rozměr se obvykle uvádí hranol se stranami o délce 0,5 cm, lépe 0,8–1 cm. Při odběru vzorků z uměleckých děl je vždy akcentována snaha o co nejmenší zásah do hmoty originálu. Možnost odběru bývá dále limitována i velikostí díla, v případě deskových obrazů pak tloušťkou desky. Přesto je žádoucí, aby rozměr všech stran u odebraných vzorků byl minimálně 0,3 cm. Již odběr vzorku je vhodné provádět takovým způsobem, aby jeho jednotlivé stěny odpovídaly požadovaným řezům. V řadě případů toto není možné a směry, ve kterých budou řezy vedeny, je třeba na vzorku rozpoznat dodatečně.



Obr. 3: Odebraný vzorek dřeva

2.6.2 Příprava mikroskopických preparátů dřeva pro pozorování v optickém mikroskopu

Před přípravou řezů se provádí naměkčení a dehydratace dřeva. Vzorky jsou nejprve po dobu cca 6–8 hodin povařeny v destilované vodě, následně jsou dalších 6–8 hodin ponořeny v glycerinu při zvýšené teplotě (kolem 100 °C), aby se odpařila zbylá voda a byla nahrazena glycerinem, a nakonec jsou umístěny do butanolu. V dalším kroku jsou vzorky postupně vkládány do několika (2–3) lázní rozpuštěného parafínu (teplota tání kolem 55 °C), přičemž v každé z nich jsou ponechány přibližně 1 hodinu, aby se ze vzorku dokonale odstranil butanol a došlo k jeho prosycení parafínem. Poté jsou vzorky rychle zchlazeny, aby se zabránilo nežádoucím objemovým změnám parafínu. Pro rozpouštění parafínu je možné využít např. plastové formičky na led. Před ochlazením vzorků je vhodné upravit umístění vzorků ve formičce tak, aby dřevní vlákna byla orientována rovnoběžně s protilehlými stěnami formičky a zároveň byl vzorek přisunut k jedné kolmé stěně. Po umístění vzorků se parafín ochladí nejprve ve studené vodní lázni a následně je možné jej vložit do mrazničky. Po ztuhnutí parafínu jsou vzorky ve formě parafinových bloků vyndány z formiček. Pro vyndání je možné parafín opatrně odříznout od stěn formičky např. pomocí skalpelu. Parafinový blok se poté uvolní zatlačením do měkkého dna formičky (obr. 4a).

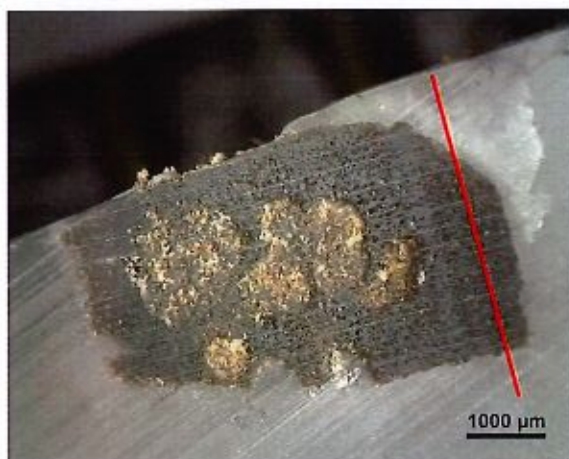


Obr. 4: Parafinový blok se vzorkem dřeva (a); vyznačení místa vedení řezu pro získání příčného řezu (b); vzorek v parafinovém bloku upevněný na držák pro mikrotom (c); sáňkový mikrotom se vzorkem dřeva připraveným k přípravě řezů (d)

Pro přípravu tenkých řezů, které jsou vhodné pro pozorování v procházejícím světle, se obvykle využívá mikrotom. Výhodou mikrotomu je, že lze přesně nastavit tloušťku řezu, který se u preparátů dřeva pohybuje obvykle mezi 20 a 25 μm . V literatuře doporučené tenčí řezy se příliš neosvědčily, protože při manipulaci s nimi dochází snadno k jejich poškození. První se většinou připravuje příčný řez vedený kolmo na dřevní vlákna, která bývají na vzorku dobře patrná. Je-li vzorek v bločku správně orientovaný, skalpelem nebo žiletkou se odřízne slabá vrstva parafínu na povrchu vzorku (obr. 4b). Následně je vzorek v parafínovém bloku upevněn na držák vzorku tak, že spodní strana parafínového bloku i držák jsou lehce zahřáty, aby došlo ke změknutí parafínu, který je přitlačen na držák a po zatuhnutí je k němu uchycen. Seřiznutá strana parafínového bloku směřuje nahoru (obr. 4c). Držák se upevní do mikrotomu (obr. 4d), nastaví se výška nože a jsou provedeny první řezy, aby se zarovnal horní plocha. Z rovne plochy jsou poté odděleny řezy, které jsou použity pro přípravu preparátů (obr. 5).



Obr. 5: Tenké řezy vzorku dřeva s parafínem

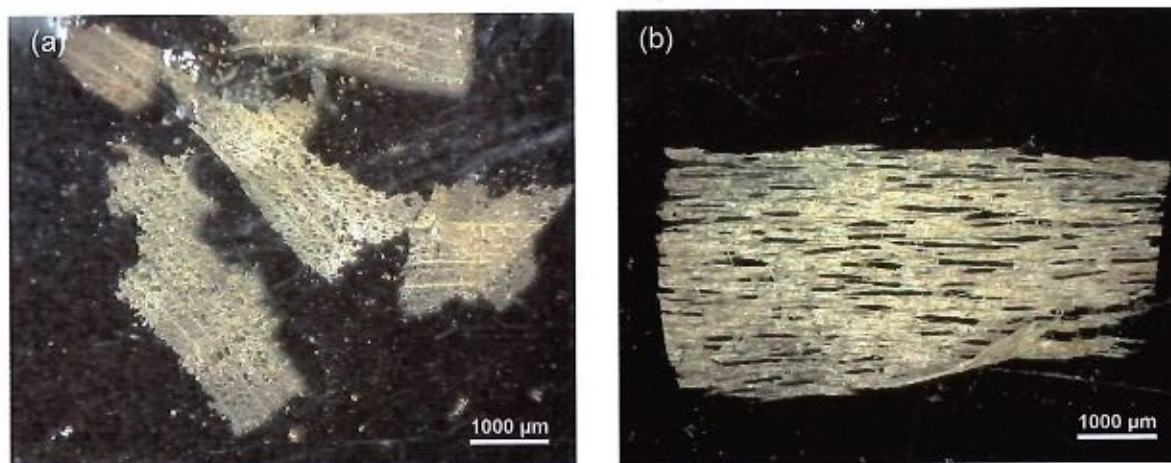


Obr. 6: Vzorek po přípravě příčného řezu s naznačenou linií, kde bude veden tangenciální řez



Obr. 7: Vzorek po přípravě tangenciálního řezu

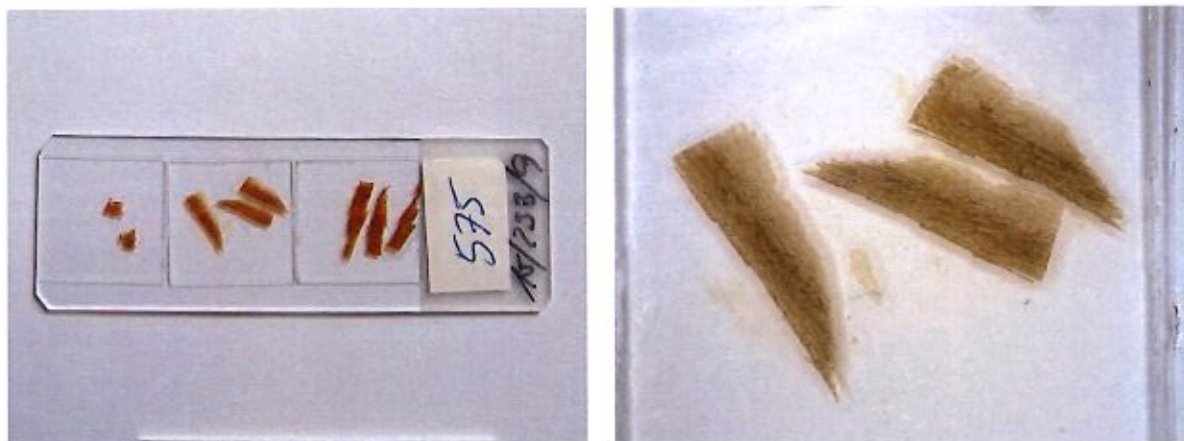
Je vhodné v každém směru připravit několik řezů, pokud by při následné manipulaci došlo k poškození, aby bylo k dispozici větší množství materiálu. Na hladké ploše po provedení příčného řezu jsou pod stereomikroskopem (cca 20–50× zvětšení) obvykle viditelné dřevové paprsky tvořené buňkami, které procházejí ze středu kmene k jeho okraji (kolmo k letokruhům). Další řez je veden kolmo k dřevovým paprskům (obr. 6). Po seříznutí vzorku je parafínový blok uvolněn (odříznut) z držáku a je znovu upevněn tak, aby nahoru směřovala nově seříznutá strana. Tenké řezy v tangenciálním směru jsou připraveny stejným způsobem jako příčné řezy (obr. 7). Jako poslední je připraven radiální řez, který je s dřevovými paprsky rovnoběžný (je kolmý k řezu tangenciálnímu i příčnému). Poslední řez je proto veden ve směru kolmém k oběma předchozím směrům. Poté je parafínový blok oddělen a znovu upevněn na držák a jsou připraveny poslední tenké řezy. Zbytek vzorku v parafínovém bloku je uchován pro případné další analýzy.



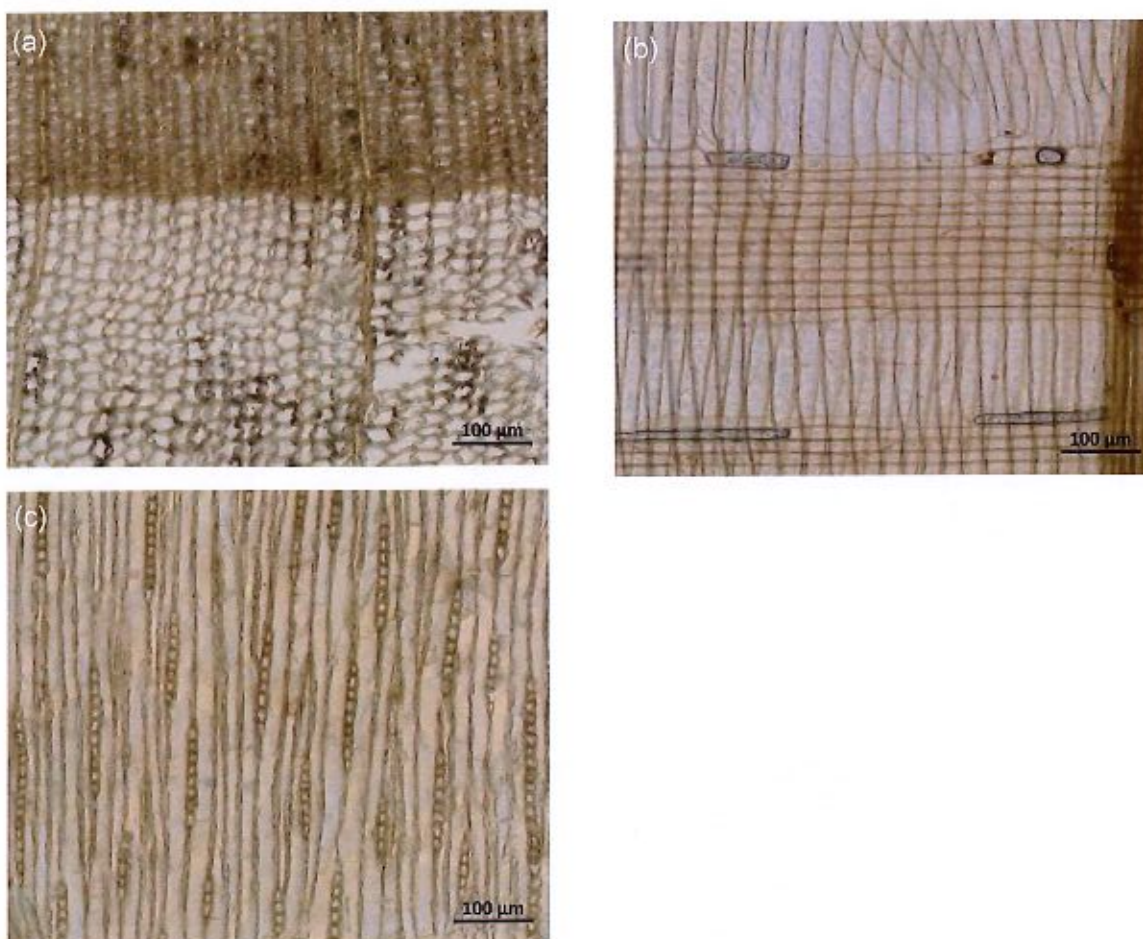
Obr. 8: Tenké řezy v podélném směru ponořené v xylenu (a); tangenciální řez po odstranění parafínu (b)

Před přípravou preparátů pro pozorování v procházejícím světle je nejprve třeba ze vzorků odstranit parafín, například rozpuštěním v xylenu. Vzorky s parafínem jsou na krátkou dobu (cca 1 minuta) ponořeny do malé nádoby s xylemem. Po rozpuštění parafínu jsou vzorky přeneseny na mikroskopické podložní sklíčko (obr. 8). Trvalé mikroskopické preparáty se získají zakápnutím vzorku na podložním sklíčku vhodným médiem a překrytím krycím sklem. Jako médium lze využít např. roztok akrylátové pryskyřice (kopolymer butyl-methakrylátu s methyl-methakrylátem) v xylenu Eukitt® Orsatec GmbH. Výhodou tohoto média je, že má index lomu podobný sklu, rychle schne a během stárnutí nezžoutne. Po zaschnutí média je preparát připraven k mikroskopickému pozorování (obr. 9). Pro zlepšení čitelnosti (zvýraznění charakteristických znaků) se preparáty někdy barví. Preparáty se pozorují pomocí optického mikroskopu v procházejícím světle obvykle při 50–200× zvětšení (obr. 10). Identifikace se provádí na základě porovnání se standardy známých dřevin, příp. podle přítomnosti charakteristických znaků, které jsou uvedeny v dostupné literatuře. Pro

jednoznačné určení dřeva obvykle nejsou nutné všechny řezy, nicméně na každém lze pozorovat jiné znaky, takže se informace získané z jednotlivých řezů mezi sebou doplňují.



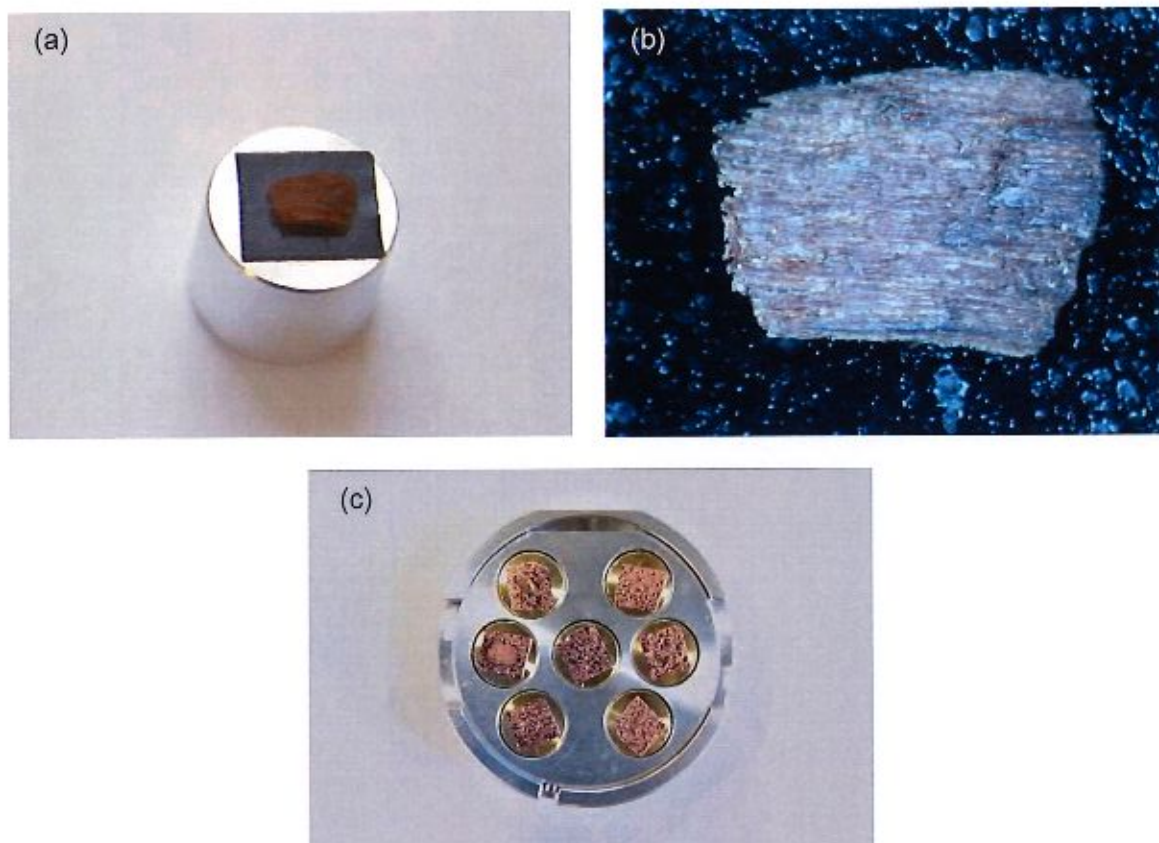
Obr. 9: Hotový preparát dřeva připravený pro pozorování v optickém mikroskopu



Obr. 10: Snímky jedlového dřeva v optickém mikroskopu, řez příčný (a), radiální (b) a tangenciální (c)

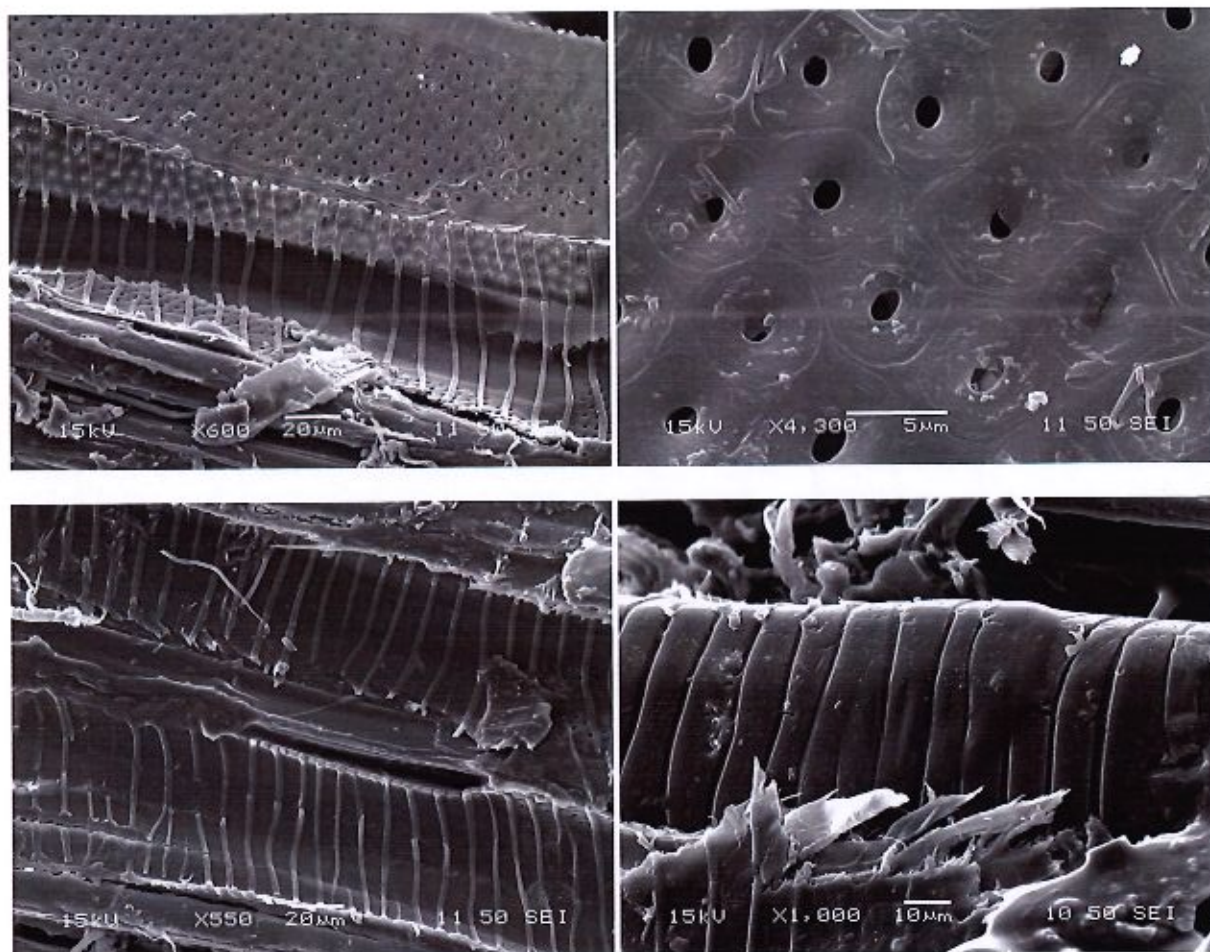
2.6.3 Příprava vzorků dřeva pro pozorování pomocí skenovací elektronové mikroskopie SEM

Alternativou k pozorování pomocí optického mikroskopu je skenovací elektronová mikroskopie. Pro tuto techniku není nutné připravovat tenké řezy, a proto je možné použít i vzorky, které jsou pro přípravu řezů příliš malé. Kousky vzorků (vhodné jsou tenčí vzorky s relativně rovným povrchem, aby je bylo možné zaostřit v celé ploše) jsou pomocí vodivé uhlíkové pásky (nebo jiného adheziva vhodného pro elektronovou mikroskopii) upevněny na nosiče určené pro vkládání do specializovaných držáků (obr. 11).



Obr. 11: Vzorek dřeva uchycený pomocí uhlíkové pásky na nosiči pro SEM (a); detail vzorku na uhlíkové pásce (b); pozlacené vzorky umístěné v držáku pro pozorování v SEM (c)

Protože dřevo není vodivé, je potřeba vzorky pokrýt vodivou vrstvou, aby se zabránilo jejich nabíjení při pozorování v elektronovém mikroskopu. Pro zlepšení vodivosti je potřeba vzorky pokovit (tloušťka vrstvy kolem 10–15 nm) nebo pouhlíkovat (tloušťka vrstvy kolem 50 nm). Vodivé vrstvy jsou natolik tenké, že nebrání sledování morfologických znaků. I pro elektronovou mikroskopii je vhodné, pokud se podaří vzorky upravit tak, aby pozorované plochy odpovídaly řezům připravovaným pro optickou mikroskopii. V porovnání s optickým mikroskopem umožňuje elektronový mikroskop pořizovat snímky při mnohonásobně větším zvětšení, nicméně při pozorování morfologických znaků dřeva není velké zvětšení potřeba (obr. 12). Maximální použité zvětšení se obvykle pohybuje do 1000×.



Obr. 12: Snímky dřeva v elektronovém mikroskopu

2.7 Příprava vzorků textilu, příp. textilních vláken

2.7.1 Příprava mikroskopických preparátů textilních vláken pro pozorování v optickém mikroskopu

Vzorky pláten nebo vláken pochází nejčastěji z textilních podložek obrazů. U dostatečně velkých vzorků je možné při pozorování pouhým okem, případně lupou, stereomikroskopem, USB mikroskopem nebo 3D mikroskopem s malým zvětšením určit vazbu, počet nití útku a osnovy a vizuálně posoudit, jestli jsou osnova i útek ze stejného materiálu (obr. 13). Rovněž lze pod mikroskopem zkontrolovat kvalitu odebraného vzorku. Pro mikroskopickou identifikaci vláken se připravují trvalé preparáty z rozvlákněných nití. K přípravě preparátu stačí ústřížek nitě v délce několika milimetrů (obr. 14). Pokud je plátno opatřené kličovým nátěrem, je potřebné před přípravou preparátu vlákna odklížit ponořením do horkého roztoku hydroxidu sodného. Po odstranění kliču a následném promytí vzorku destilovanou vodou jsou nitě umístěny na podložní skličko. Standardní přípravou preparátu vláken pro pozorování v polarizovaném procházejícím světle je zakápnutí fragmentu nitě glycerínem a rozvolnění materiálu preparační jehlou pro pozorování jednotlivých vláken. Další možnou metodou je rozvláknění nitě pomocí preparační jehly v kapce vody (obr. 15), po odpaření vody je připraven trvalý preparát zakápnutím vzorku vhodným médiem a překrytím krycím

sklem (obr. 16). Tímto postupem se získá vzorek vhodný pro pozorování v polarizačním mikroskopu v procházejícím světle.



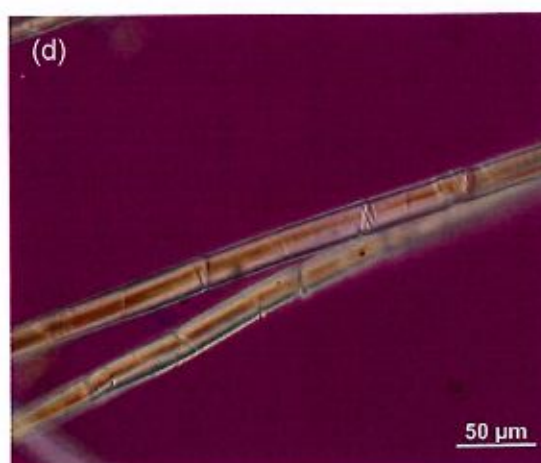
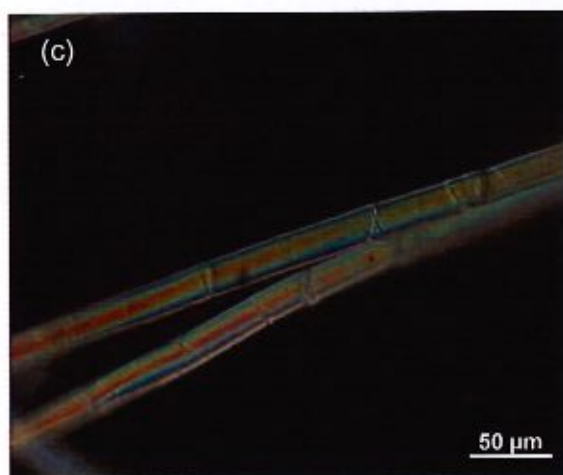
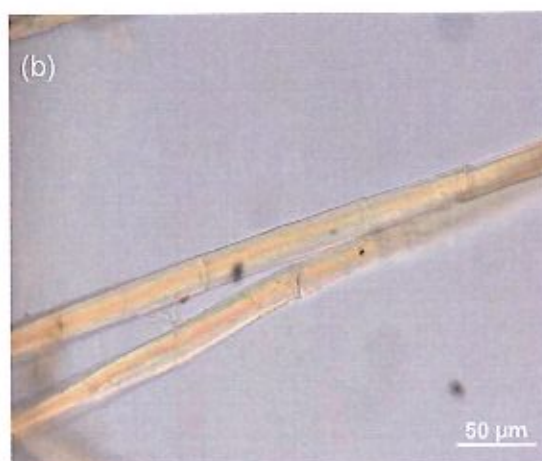
Obr. 13: Snímky textilní podložky závěsných obrazů pod USB mikroskopem



Obr. 14: Snímky odebraných textilních vláken z 3D mikroskopu



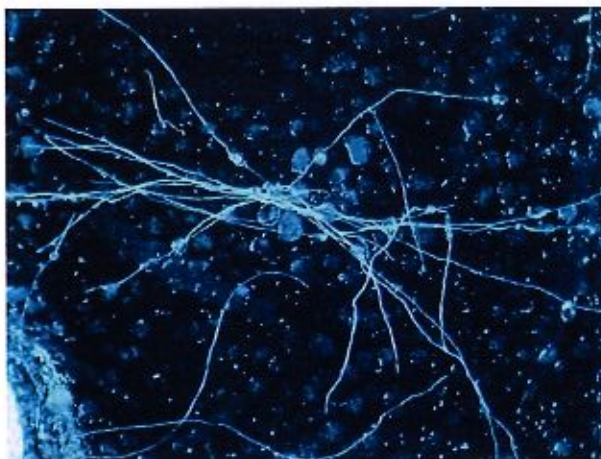
Obr. 15: Rozvláknění vlákna v destilované vodě na podložním sklíčku



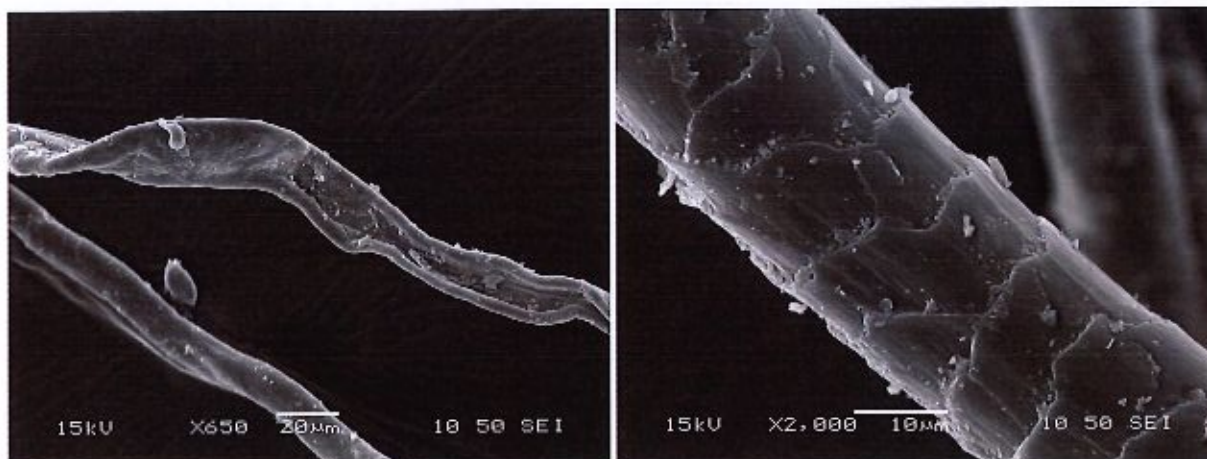
Obr. 16: Hotový preparát s rozvlákněnou nití připravený pro pozorování v optickém mikroskopu (a) v PPL (b), XPL (c) a XPL s λ (d)

2.7.2 Příprava vzorků vlákna pro pozorování pomocí skenovací elektronové mikroskopie SEM

Vzorek vlákna je možné identifikovat také pomocí SEM na základě přítomnosti charakteristických morfologických znaků. Rozvlákněné nitě z vlákna jsou pomocí vodivé uhlíkové pásky (nebo jiného adheziva vhodného pro elektronovou mikroskopii) upevněny na nosiče určené pro vkládání do specializovaných držáků (obr. 17). Pro zlepšení vodivosti je potřeba povrch vzorků pokrýt vodivou vrstvou kovu (tloušťka vrstvy kolem 10–15 nm) nebo uhlíku (tloušťka vrstvy kolem 50 nm). Při pozorování morfologických znaků vláken se obvykle využívá zvětšení mezi 500× a 2500× (obr. 18).



Obr. 17: Vlákna uchycená pomocí uhlíkové pásky na nosiči pro SEM

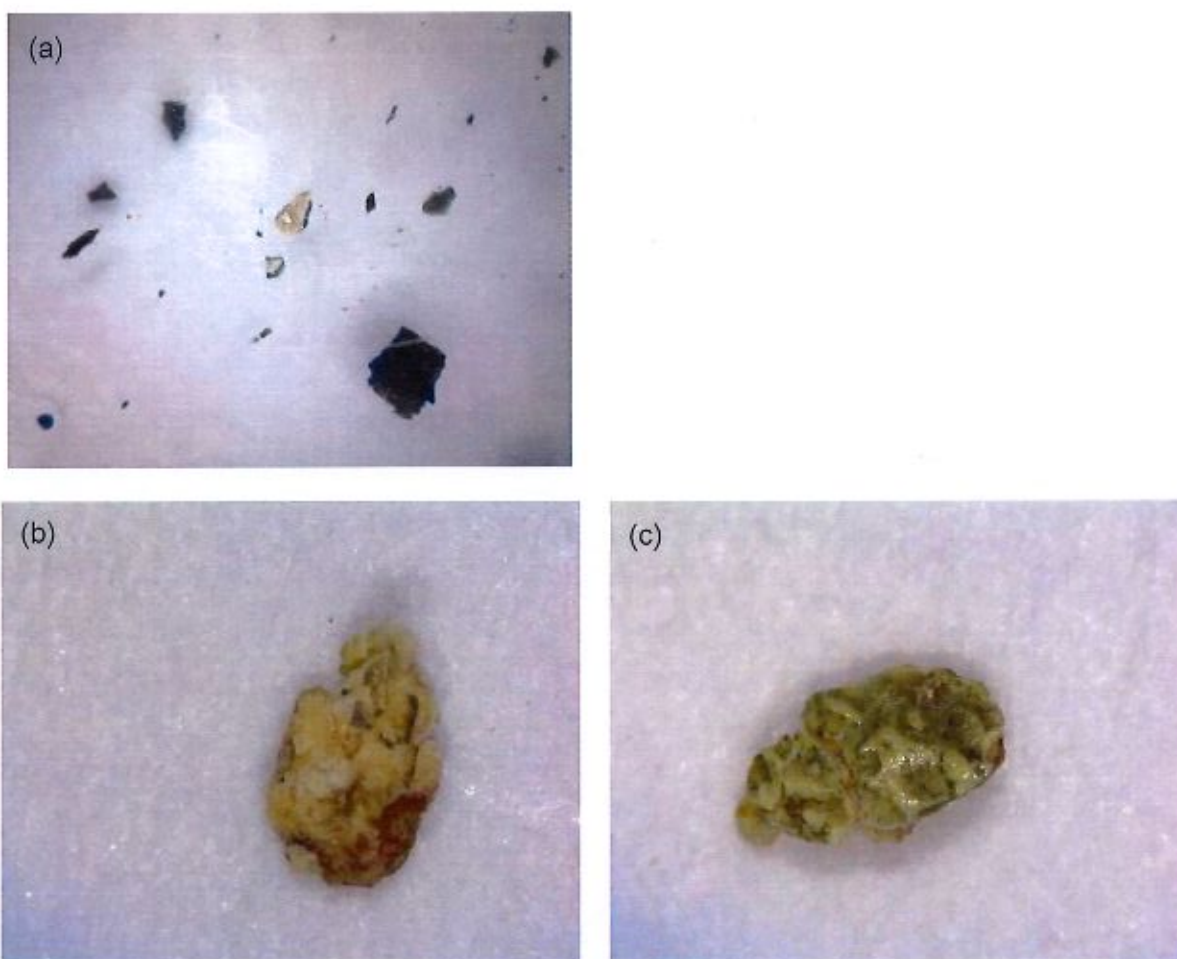


Obr. 18: Snímky textilních vláken v elektronovém mikroskopu

opu

2. 8 Příprava vzorků barevné vrstvy

Při analýze vzorků barevné vrstvy se vedle použitých materiálů sleduje také výstavba vrstevnatého systému malby nebo polychromie. Proto již odběr vzorku by měl být veden způsobem, aby v sobě vzorek nesl pokud možno kompletní informaci o všech vrstvách v souvrství. Pro studium vrstevnatého systému je zásadní příprava příčného řezu. Odebraný vzorek může tvořit víc fragmentů, takže před přípravou nábrusu je třeba vzorek důkladně prohlédnout pod stereomikroskopem (obr. 19). Pro přípravu stratigrafie se použije úlomek, který je tvořen co největším počtem vrstev. Pokud na jednom úlomku nejsou všechny vrstvy, je vhodné připravit víc příčných řezů, aby bylo zachyceno celé barevné souvrství.

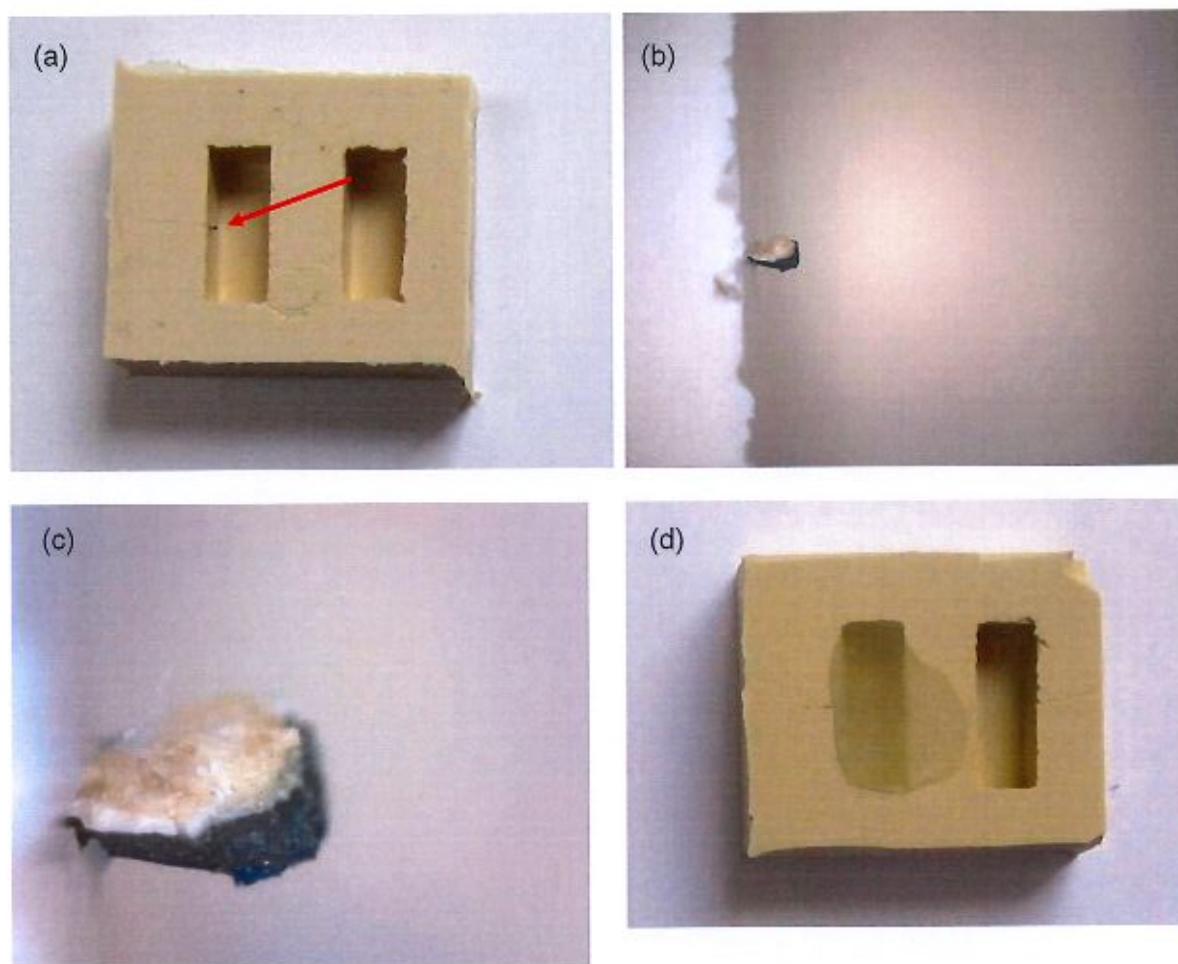


Obr. 19: Vzorek malby tvořený více fragmenty (a), dokumentace vzorku z jedné i druhé strany (b, c)

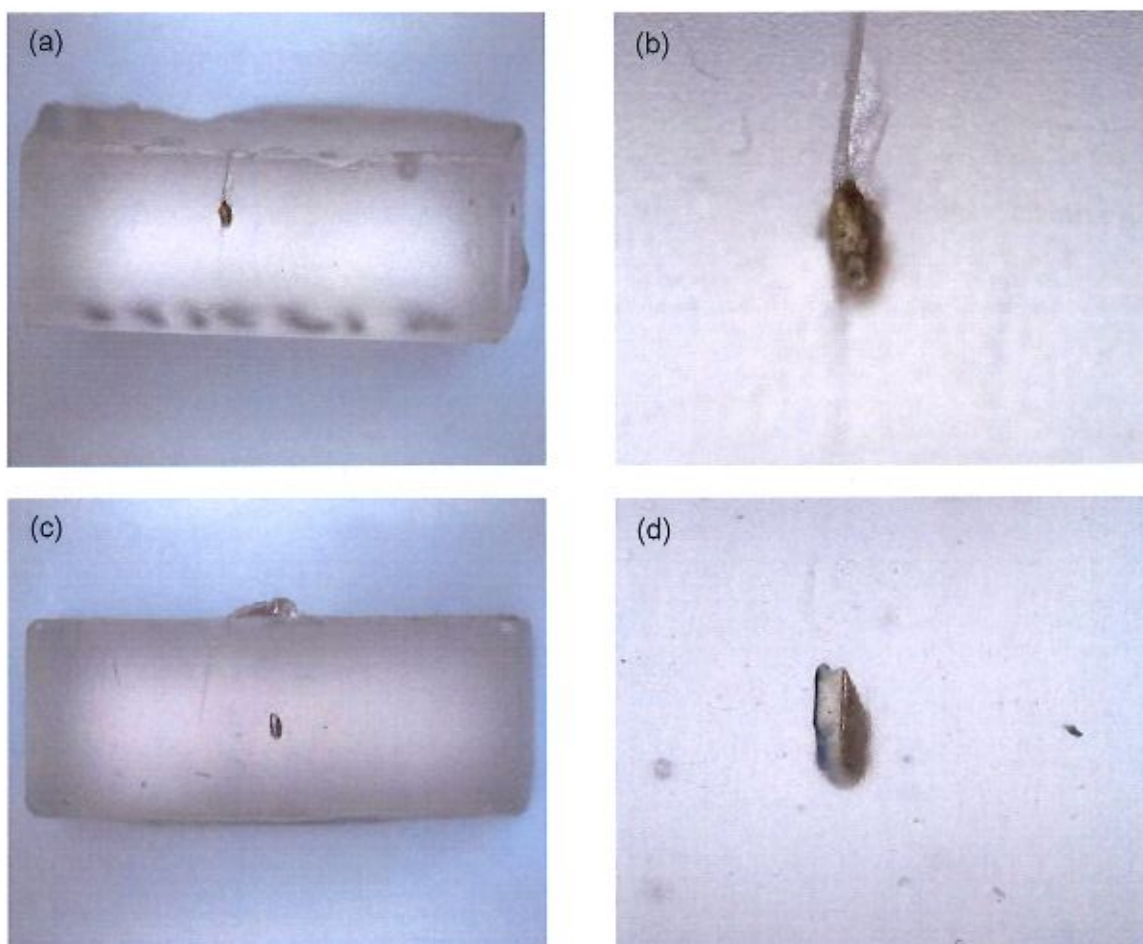
2.8.1 Příprava nábrusu

Vzorek vybraný pro přípravu nábrusu je vložen do formy ze silikonu, příp. jiného vhodného materiálu. Aby bylo možné celý vzorek co nejlépe využít a nedocházelo k velkým ztrátám vzorku při broušení je vhodné vzorek vkládat do štěrbin vyříznuté do stěny formy (obr. 20).

Při vkládání vzorku do štěrbiny je potřeba hlídat jeho orientaci i umístění, aby na připraveném příčném řezu byly viditelné všechny vrstvy. Vzorek ve formě je zalit vhodnou polymerní pryskyřicí. Obvykle se používají materiály na bázi polyakrylátů nebo epoxidů. Při volbě pryskyřice je vedle dobré zpracovatelnosti důležitým parametrem její dlouhodobá stabilita. Pryskyřice by měla být transparentní, aby neovlivňovala barevnost vzorku a během stárnutí by měla co nejméně žloutnout. U vzorků z uměleckých děl se počítá s uchováním vzorků desítky let a je proto nutné, aby byl materiál použitý při přípravě vzorků dostatečně trvanlivý a nedocházelo u něj k významné degradaci. Po zatvrdnutí pryskyřice jsou vzorky vyjmuty z formy. Část vzorku, která byla původně uvnitř štěrbiny, se seřízne ostrým nástrojem, např. skalpelem a je možné ji využít pro další analýzy. U odříznuté části je třeba mít na paměti, že při zalévání došlo k její kontaminaci zalévací pryskyřicí a toto zohlednit při prováděných analýzách. Vzorek zalitý do pryskyřice je následně broušen a leštěn, aby se odstranily nerovnosti na povrchu a kolem vzorku.



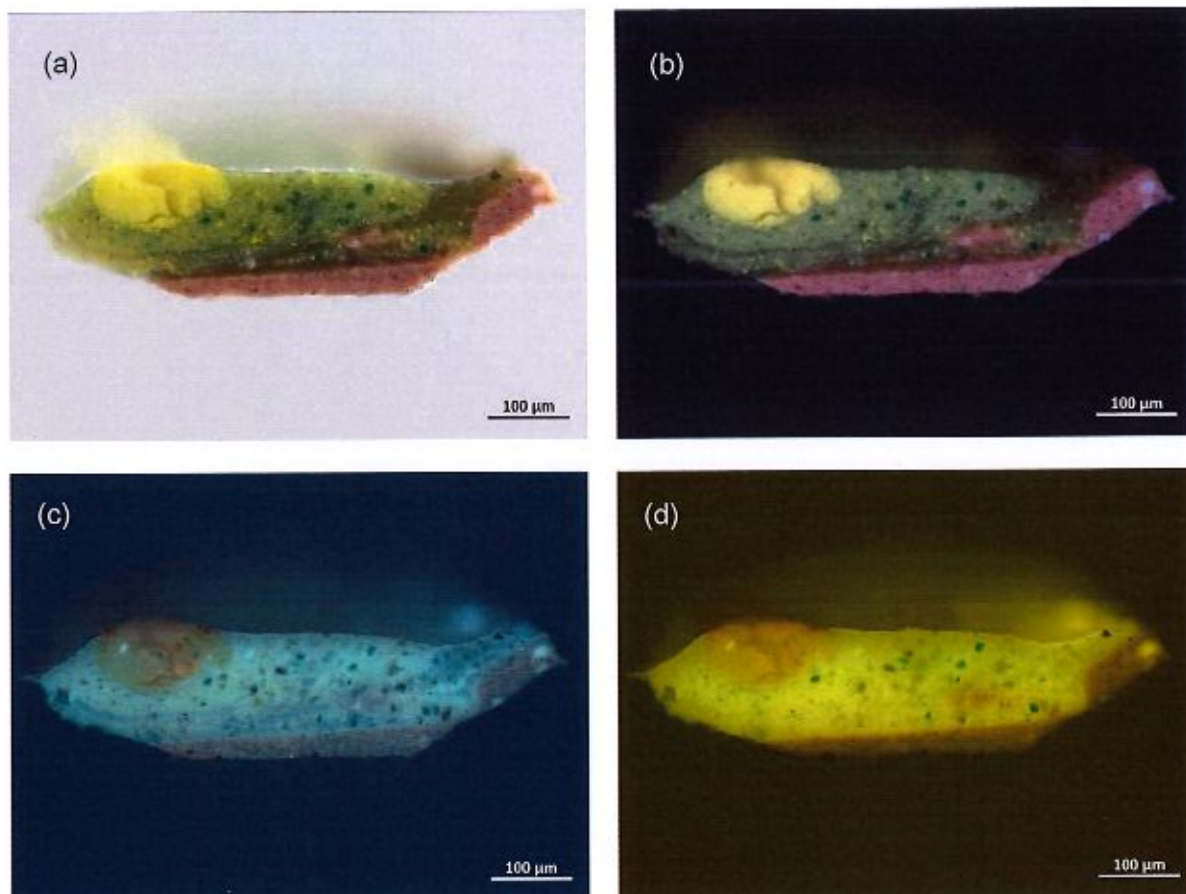
Obr. 20: Vložený vzorek do formy před zalitím (a), detail vloženého vzorku (b, c) a forma po zalití vyplněná akrylátovou pryskyřicí (d)



Obr. 21: Vzorek po vyjmutí z formy (a, b) a vybroušený a vyleštěný nábrus vzorku (c, d)

K broušení i leštění je možné využít rotační brusky s brusnými papíry z karbidu křemíku s rozdílnou hrubostí. Pro odstranění největších nerovností je možné využít papíry o hrubosti kolem P320, pro konečné doleštění je vhodná hrubost P2500. Průběh broušení je třeba průběžně sledovat pod mikroskopem, aby nedošlo k odstranění příliš velké části vzorku, příp. jeho úplnému odbroušení. Vybroušený a vyleštěný vzorek (obr. 21) je připraven pro fotodokumentaci pomocí optického mikroskopu a fluorescence (obr. 22), příp. pro analýzu metodami strukturní i prvkové analýzy (např. Ramanova mikrospektroskopie, infračervená mikrospektroskopie nebo elektronová mikroanalýza).

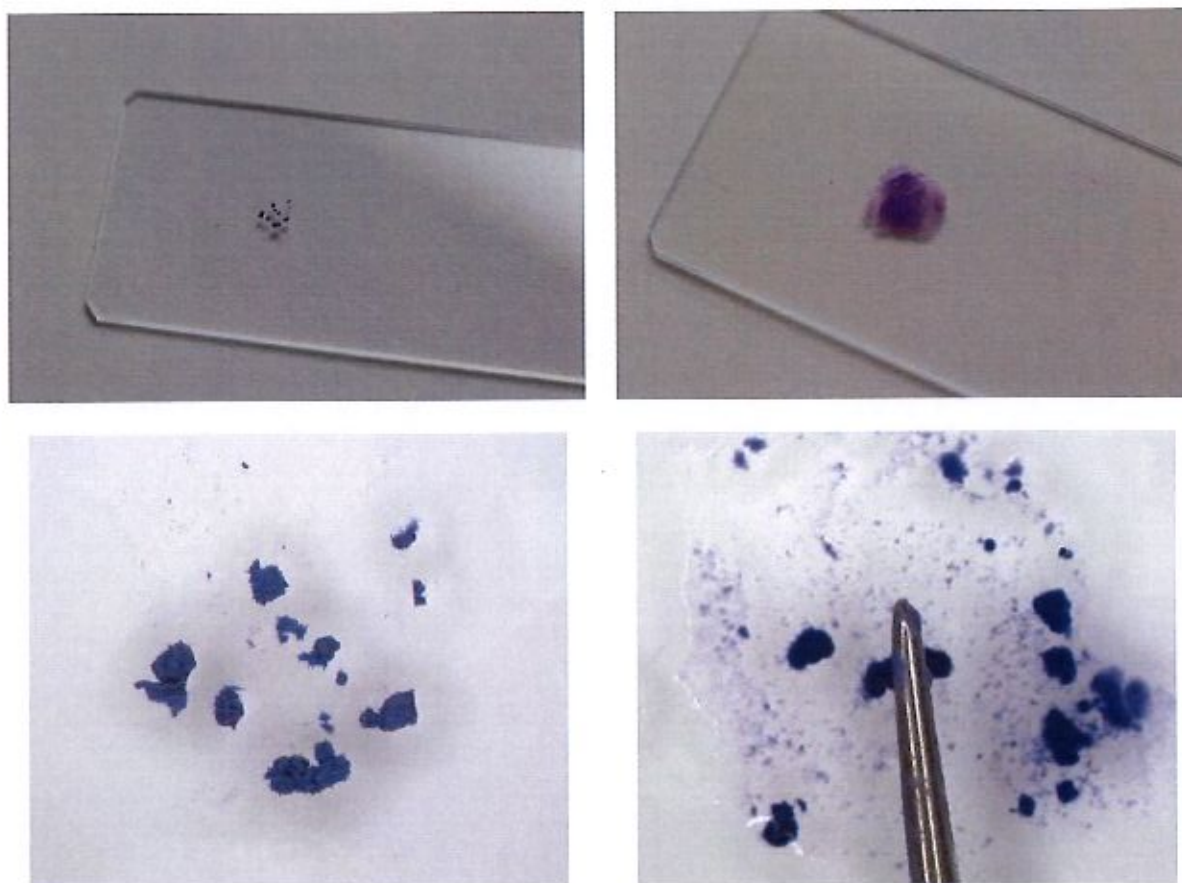
Malé a velmi křehké vzorky, které není možné umístit do štěrbin, je možné položit do formy přibližně do poloviny vyplněné zatvrdlou zalévací hmotou. Pro usnadnění broušení je vhodné vzorek umístit blízko stěny formy. Při umístění vzorku je opět potřeba brát ohled na orientaci vzorku, aby na nábrusu byly viditelné všechny vrstvy. Po zalití do pryskyřice a jejím vytvrdnutí je vzorek vybroušen a vyleštěn.



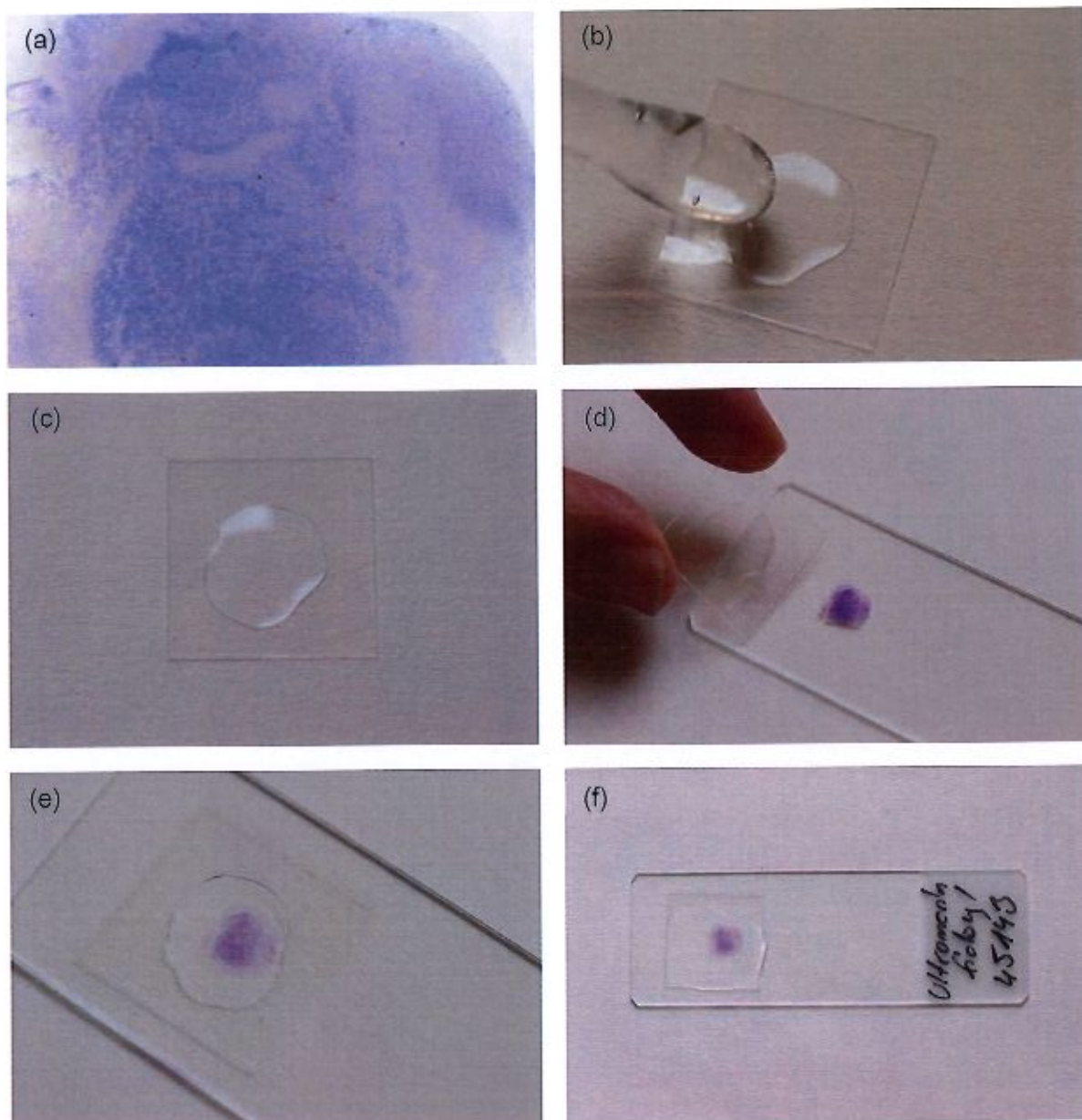
Obr. 22: Dokumentace nábrusu v optickém mikroskopu v odraženém světle (a), v temném poli (b) a po excitaci UV světlem (c, d)

2.8.2 Příprava mikroskopických preparátů pigmentů

K identifikaci pigmentů se používá také polarizační mikroskopie. K tomuto účelu jsou připravovány mikroskopické preparáty rozetřením části vzorku na podložním skle v kapce vody (obr. 23). Je vhodné připravovat zvlášť preparát z každé barevné vrstvy, pokud se je podaří od sebe oddělit. U velmi slabých vrstev nebo vrstev s podobnou barevností je obvykle možné oddělit a zvlášť připravit preparát z podkladových vrstev. Trvalý preparát je připraven zakápnutím vysušeného rozetřeného vzorku vhodným médiem a překrytím krycím sklem (obr. 24). K přípravě mikroskopických preparátů lze využít část vzorku, která byla při přípravě nábrusu umístěna ve štěrbině formy, protože v tomto případě kontaminace zalévací hmotou nemá na přípravu preparátu vliv, pouze je vhodné ze vzorku odstranit ulpělé kusy zatvrdlé zalévací hmoty.



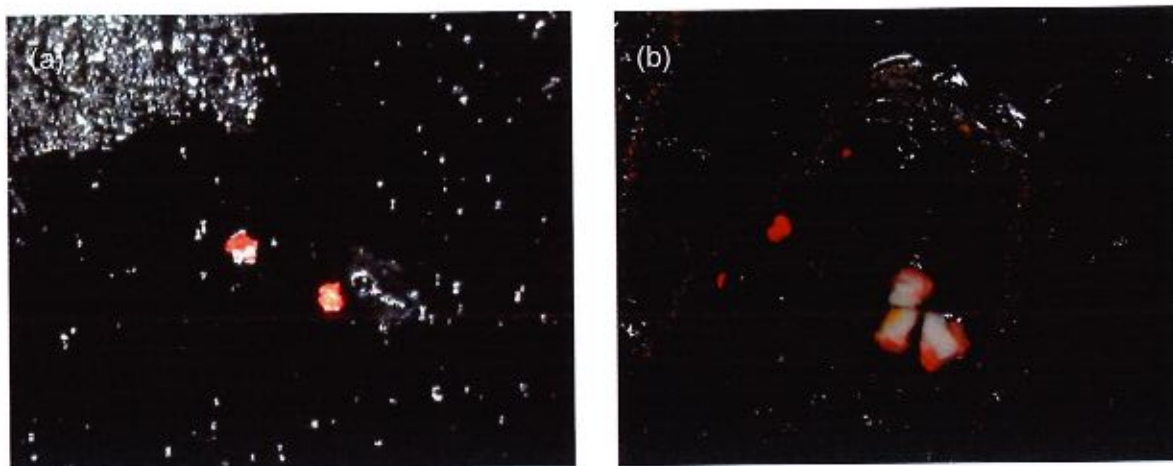
Obr. 23: Příprava preparátu, rozdužení částic v destilované vodě.



Obr. 24: Preparát po rozdužení částic (a), nanesení fixačního média (Eukitt) na krycí sklo (b, c) před přikrytím preparátu, překlopení krycího skla na podložní sklíčko (d), překrytý preparát (e) a hotový preparát (f)

2.8.3 Příprava malých vzorků pro analýzu

Příliš malé vzorky, ze kterých není možné připravit stratigrafii, je možné využít alespoň k jiným analýzám. Pro snadnější manipulaci lze vzorky umístit na nosiče opatřené vodivou páskou (obr. 25), které se vkládají do elektronového mikroskopu. Takto upevněné vzorky je možné analyzovat i s využitím dalších mikroskopických analytických metod jako je infračervená a Ramanova mikrospektroskopie.



Obr. 25: Vzorky malby umístěné na adhezni uhlíkovou vrstvu

2.9 Metody zaznamenávání pozorování a výsledků

Připravené preparáty, nábrusy a vzorky aplikované na uhlíkové pásce mohou být dokumentovány optickým a elektronovým mikroskopem. Popřípadě je na nich provedena analýza SEM-EDS, MRS, FTIR. Získaná data jsou zpracovávána v SW v příslušných instrumentacích. Pořízená fotodokumentace může být zpracována v běžných editorech pro fotografie. Zpráva ze zpracování vzorků by měla obsahovat průběh zpracování včetně specifikace použitých postupů a chemikálií. V záznamu Protokolu o odběru vzorků – viz příloha č. 1 - by měla být udána místa odběru vzorků a specifikace uložení vzorků po provedené analýze.

3. Doložení novosti postupů

Metodika nebyla dosud pro forenzní laboratoře a chemické laboratoře restaurátorů takto komplexně zpracována.

4. Popis uplatnění metodiky (pro koho je určena a jakým způsobem bude uplatněna)

Metodika je určena pro pracovníky kriminalistických laboratoří, laboratoří sbírkotvorných institucí a další, které se zabývají analýzou uměleckých děl, příp. pracují se vzorky odebranými z těchto předmětů.

5. Seznam použité související literatury

Balabán, K. Nauka o dřevě. 1. část. Anatomie dřeva, Praha 1955.

Günzler, H.; Williams, A. (eds.). Handbook of Analytical Techniques. Weinheim: Wiley, 2001.

Hřebíčková, B. Mikroskopická identifikace pigmentů. Technologia Artis, 1996, 4.

Khandekar, N. Preparation of Cross-Sections From Easel Paintings. Studies in Conservation 48, 2003, s. 52–64.

- Kolář, P., Turková, I. *Textilní materiály*. Praha: Kriminalistický ústav PČR, 2020.
- Plesters, J. (1956). *Cross-Sections and Chemical Analysis of Paint Samples*. *Studies in Conservation*, 2(3), s. 110–157.
- Schoch, W.; Heller-Kellenberger, I.; Schweingruber, F.; Kienast, F. *Wood anatomy of central European Species*, 2004.
- Schweingruber, F. *Anatomie europäischer Hölzer. Ein Atlas zur Bestimmung europäischer Baum-, Strauch- und Zwergstrauchhölzer*. Bern und Stuttgart 1990.
- Signorini, G.; Di Giulio, G.; Fioravanti, M. *Il legno nei beni culturali. Guida alla determinazione delle specie legnose*, Perugia 2014.
- Šefců, R.; Hricková, K.; Kmoníčková, M.; Antušková, V. *Specializovaná databáze pigmentů a barviv*. Národní galerie v Praze: Praha, 2017.
- Šimůnková, E.; Kučerová, I. *Dřevo*, Praha 2008.
- Tsang, J.-S.; Friedberg, E.; Lam, T., *An easy-to-use method for preparing paint cross sections*. *Journal of the American Institute for Conservation* 2019, 58 (3), s. 123–131.
- Wadum, J.; Currie, CH.; Streeton, N.; Glatigny, J.-A.; Goetghebeur, N. (eds.), *Wooden Supports in 12th–16th-Century European Paintings*, Archetype Publications 2015.
- Wheeler, E. A.; Baas, P. *Wood Identification – a review*. *IAWA Journal*, Vol. 19 (3), 1998, s. 241-264
- Wheeler B. P.; Wilson L. J. *Practical Forensic Microscopy. A Laboratory manual*. Chichester: Wiley, 2008.

6. Seznam publikací, které metodice předcházely, či výstupy z originální práce

- Antušková, V., Konvalinková, D., Pitthard, V., Kmoníčková, M., Šefců, R., Turková I. *Dripping oil and lifting paint on Black and White on Brown by Georges Mathieu: Material research and conservation treatment*, Conference on Modern Oil Paints, Amsterdam, Nizozemí, 23.-25. 3. 2018.
- Antušková, V.; Dáňová, H.; Chlumská, Š.; Pokorný, A. Šefců, R. *Materiálový průzkum a dokumentace středověkých děl. Deskové malířství a sochařství 1300-1550. Památkový postup*. Národní galerie Praha, Praha, 2018.
- Antušková, V.; Šefců, R. *Variabilita žlutých pigmentů v malbě na přelomu 19. a 20. století*, Sborník příspěvků 22. ročníku konference o speciálních anorganických pigmentech a práškových materiálech, 2020, s. 9-15.
- Bilavčíková, H.; Antušková, V.; Šefců, R.; Pitthard, V.; Zamrazilová, L. *Tempera techniques used by Czech landscape painters at the end of the 19th century*. In *Tempera painting 1800-1950. Experiment and Innovation from the Nazarene Movement to Abstract Art*; Dietemann, P., Neugebauer, W., Ortner, E., Poggendorf, R., Reinkowski-Häfner, E., Stege, H., Eds.; Archetype Publications Ltd: Londýn, 2019; s. 174–177.
- Kmoníčková, M., Šefců, R., Antušková, V. *The importance of identification of authentic artist's materials*, Conference on Modern Oil Paints, Amsterdam, Nizozemí, 23.-25. 3. 2018.
- Šefců, R.; Antušková, V.; Konvalinková, D.; Bilavčíková, H.; Wolker, J.; Turková, I.; Kotrlý, M. *Autorská databáze – SW*, 2020.

Šefců, R.; Antušková, V.; Nývtová, I.; Konvalinková, D.; Bilavčíková, H.; Kotrlý, M.; Turková, I. Workshop Průzkum malířských děl 1. poloviny 20. století; zobrazovací, neinvazivní a nedestruktivní techniky, 28. května 2019, Národní galerie Praha, Praha, 2019.

Wolker, J.; Kotrlý, M.; Šefců, R.; Turková, I.; Antušková, V.; Bajoux Kmoničková, M. Databáze výtvarných materiálů 20. století – SW, 2019.

7. Odkaz na příslušný projekt výzkumu a vývoje, dotační program

Metodika vznikla v rámci Programu bezpečnostního výzkumu České republiky v letech 2015-2020 (BV III/1-VS) MV ČR v projektu Komplexní instrumentální metodika pro posuzování pravosti výtvarných děl, databáze materiálů barevných vrstev 20. století, identifikační kód VI20172020050.

8. Souhlas žadatele s bezplatným využitím metodiky v policii, který je udělen po předchozím projednání s autorem/autory metodiky (u projektů realizovaných v programu BV-veřejná soutěž)

Autoři metodiky souhlasí s jejím bezplatným využitím v rámci odborných složek Policie ČR.

Příloha č. 1: Protokol odběru vzorků

datum odběru:
datum předání k zpracování:
Předpokládaný autor díla:
Název díla:
inventární, registrační číslo:
číslo stopy:
rozměry:
předpokládaná doba vzniku:
země původu:
majitel:
účel rozboru:
Odebrané vzorky, popis:
1.
2.
3.
4.
5.
Poznámky:
Příloha: zakres odběrových míst