



Author(s) of the report: Ina Vanden Berghe, Maaike Vadorpe

Report date: 19/11/2021

1. Doel

Het doel is de materiaal-technische studie van geselecteerde textiel- en metaaldraden afkomstig van vier fragmenten van het besloten hofje teneinde een beeld te krijgen over de gebruikte materialen voor het maken van replica's in het kader van trillingstesten (onderzoek gefinancierd door Fonds Comhaire, Koning Boudewijn Stichting).

De studie bestaat uit de identificatie van de vezels en kleurstoffen van vier geselecteerde onderdelen van het besloten hofje alsook de identificatie van de verschillende componenten waaruit de metaaldraad is samengesteld. Ook worden de degradatieverschijnselen aan het vezeloppervlak gedocumenteerd. Bijkomend worden de vier onderdelen van het besloten hofje ook onder een digitale microscoop (Hirox, Digitale microscoop KH-8700) bekeken en metingen van vezel- en metaaldraad afmetingen genomen.

2. Analyse van monsters

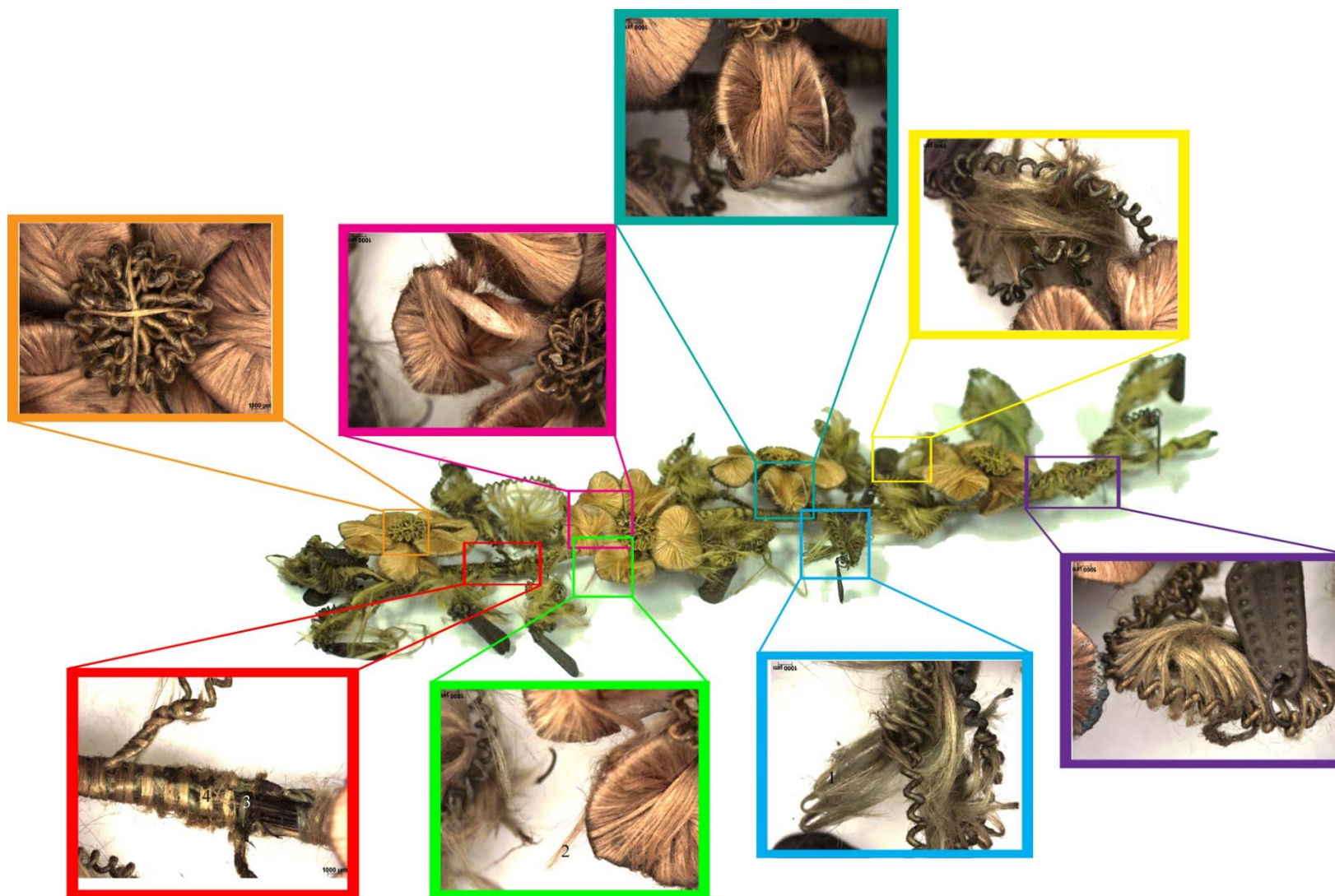
2.1. Monstername

Vier onderdelen van het besloten hofje werden onder de microscoop (Stemi, Zeiss) onder kleine vergroting bekeken en bemonsterd. Stalen worden genomen van textieldraden in verschillende

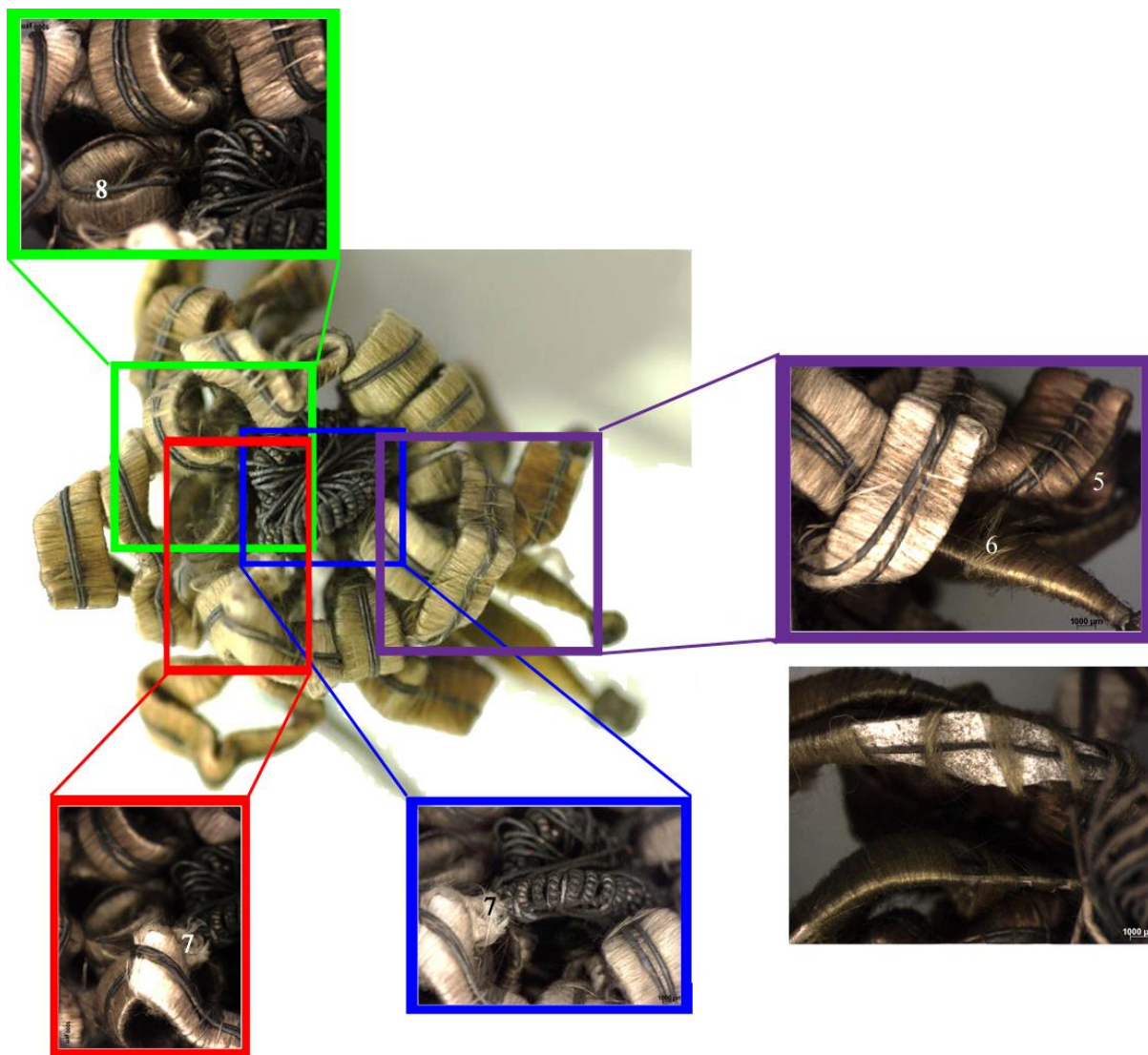
ornamenten op plaatsen waar fysische degradatie of verkleuring wordt waargenomen. De bedoeling is om van deze stalen de exacte opbouw te kennen zodat significantie replica's kunnen worden aangemaakt voor verder trillingsonderzoek.¹

De plaats van monsternamen wordt aangeduid in figuur 1-4.

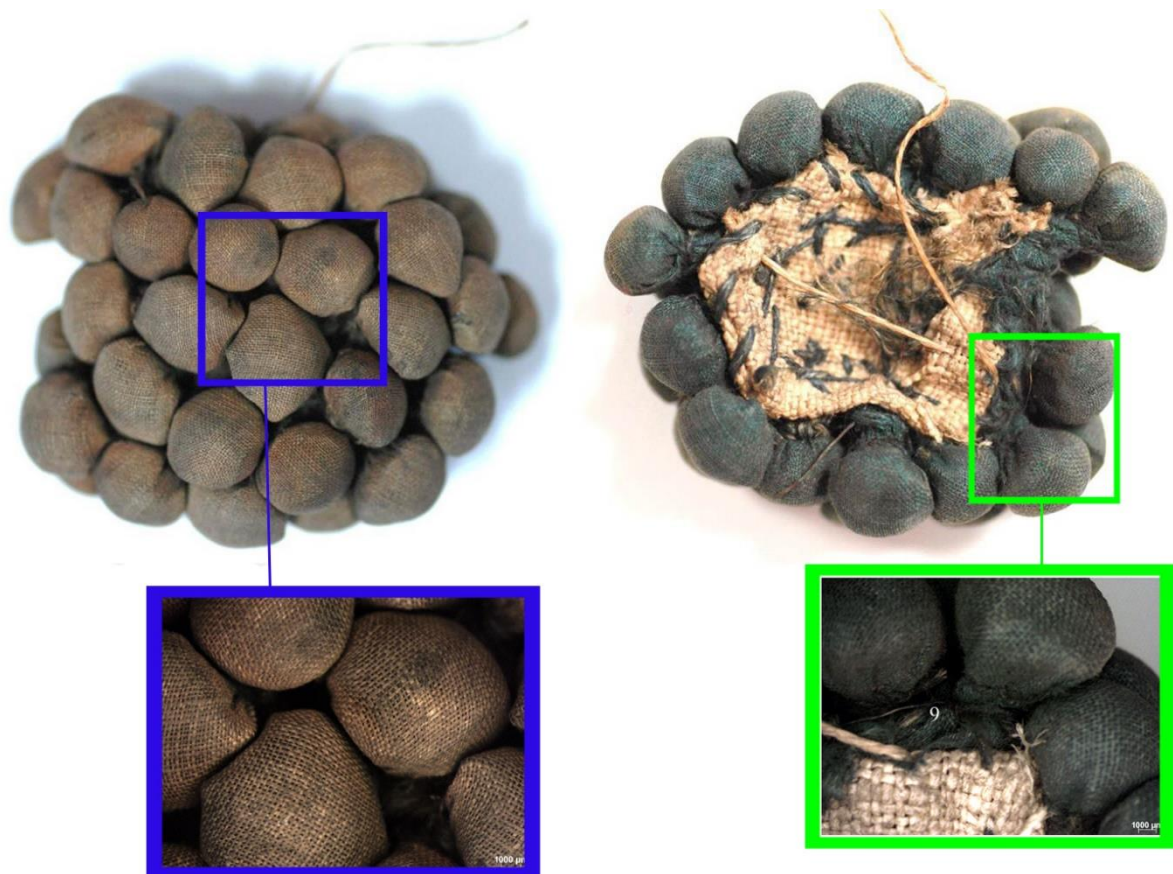
¹ Deze studie kadert in het onderzoek van Willemien Anaf (KBS- Comhaire project)



Figuur 1: Onderdeel V-039-ML-OL met plaatsaanduiding monstername (staal 1-4)



Figuur 2: Onderdeel V-036-ML-OL met plaatsaanduiding monsternamen (staal 5-8)



Figuur 3: Onderdeel B-085-M met plaatsaanduiding monstername (staal 9)



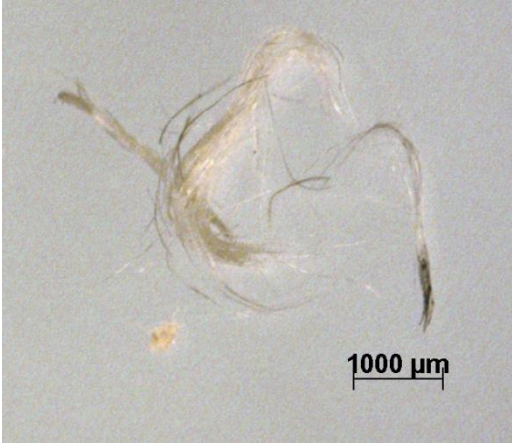
Figuur 4: Onderdeel V-046-BL met plaatsaanduiding monstername (staal 10)

Een overzicht en omschrijving van de genomen stalen wordt gegeven in tabel 1.

Tabel 1: Overzicht en omschrijving van de stalen van besloten hofje 1

Textiel-fragment	KIK nummer	Afbeelding	Info
Onderdeel: V-039-ML-OL			
1	12893/01		Losgekomen groene draden van groen bladmotief
2	12893/02		gele of beige draden van bloemblaadje op perkament
3	12893/03		Groene losgekomen draad van de stengel. De draden vormen een omwikkeling rond een kern van metaaldraden.

4	12893/04		Gele draden rond stengel
Onderdeel: V-036-ML-OL			
5	12893/05		Roze/rode draden rond een perkamentkern, deel van een bloemmotief
6	12893/06		Gele draden rond een perkamentkern, deel van een bloemmotief

7	12893/07		Witte zijdevezels in contact met de uit metaaldraden bestaande kern van het bloemmotief (zeer broze vezels)
8	12893/8		Metaaldraad met textielkern, deel van bladmotief
Onderdeel: B-085-M			
9	12893/09		Blauwe vezels genomen op achterkant van de druiven

Onderdeel: V-046-BL			
10	12893/10		Geel (a)/groene (b) vezels van blaadje. De vezels zijn grotendeels losgekomen (afgebroken), als gevolg van degradatie door contact met de metaaldraadstructuur.

2.2. Methodologie

Optische microscopie (OM)

De identificatie van de vezels is gebaseerd op microscopisch onderzoek van de vezelmorfologie (optische microscoop Axiomager M1, Zeiss) met behulp van doorvallende belichting. Vooraf wordt de macroscopische structuur van de draad bekeken met een binoculair. Ook werd de vezelmorfologie nader bekeken teneinde een beter inzicht te krijgen in de degradatietoestand van de vezels. Hiervoor werden de vezels onderzocht met een elektronen microscoop (Jeol, Oxford Instrument).

SEM-EDX

De elementaire samenstelling is bestudeerd met SEM-EDX (scanning elektronenmicroscopie in combinatie met energiedispersie röntgenspectroscopie, Jeol en detector van Oxford Instruments). Vóór de analyse werden de monsters gecoat met een dunne laag koolstof. De secundaire elektronenbeelden van de monsters met aanduiding van de geanalyseerde zones, evenals de overeenkomstige spectra, worden getoond.

HPLC-DAD

Voor de identificatie van organische kleurstofcomponenten wordt gebruik gemaakt van hogedruk vloeistofchromatografie met PDA (photo diode array) detectie. Voorafgaand aan de analyse wordt elk staal onder een binoculair bekeken en eventueel aanwezige contaminanten verwijderd.

De kleurstoffen worden aan het substraat onttrokken door middel van milde zure extractie op basis van oxaalzuur (OA). De identificatie van de aangetroffen kleurstofcomponenten gebeurt op basis van vergelijking van de retentietijd en absorptiespectrum met een interne referentiedatabank.

De informatie over de analyse en analyseresultaten wordt voor elk staal opgesomd in tabel 2.

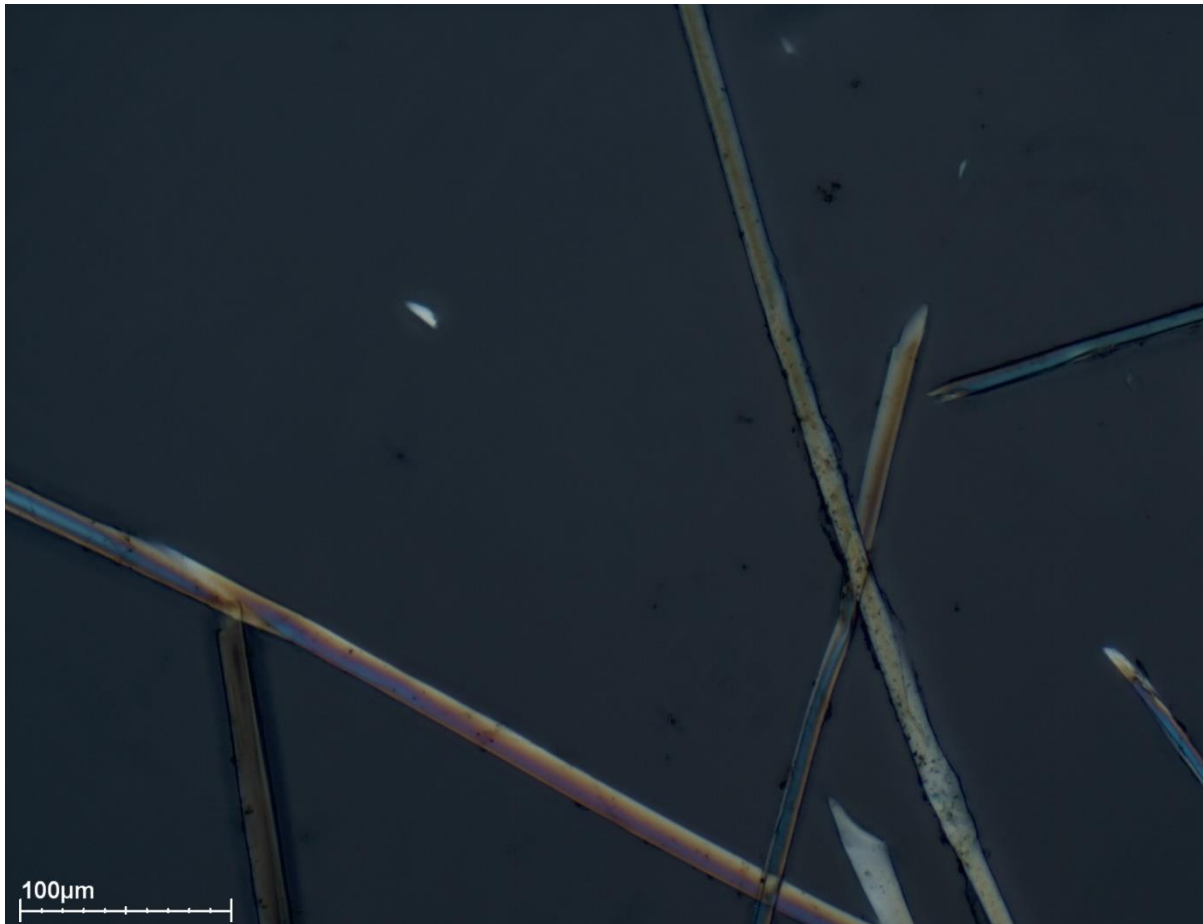
De beschrijving van de afgekorte gedetecteerde organische componenten is terug te vinden in tabel 3. In tabel 4 worden plantaardige of dierlijke kleurstofbronnen vermeld waarmee het staal werd geverfd.

2.3. Resultaten

Vezelidentificatie

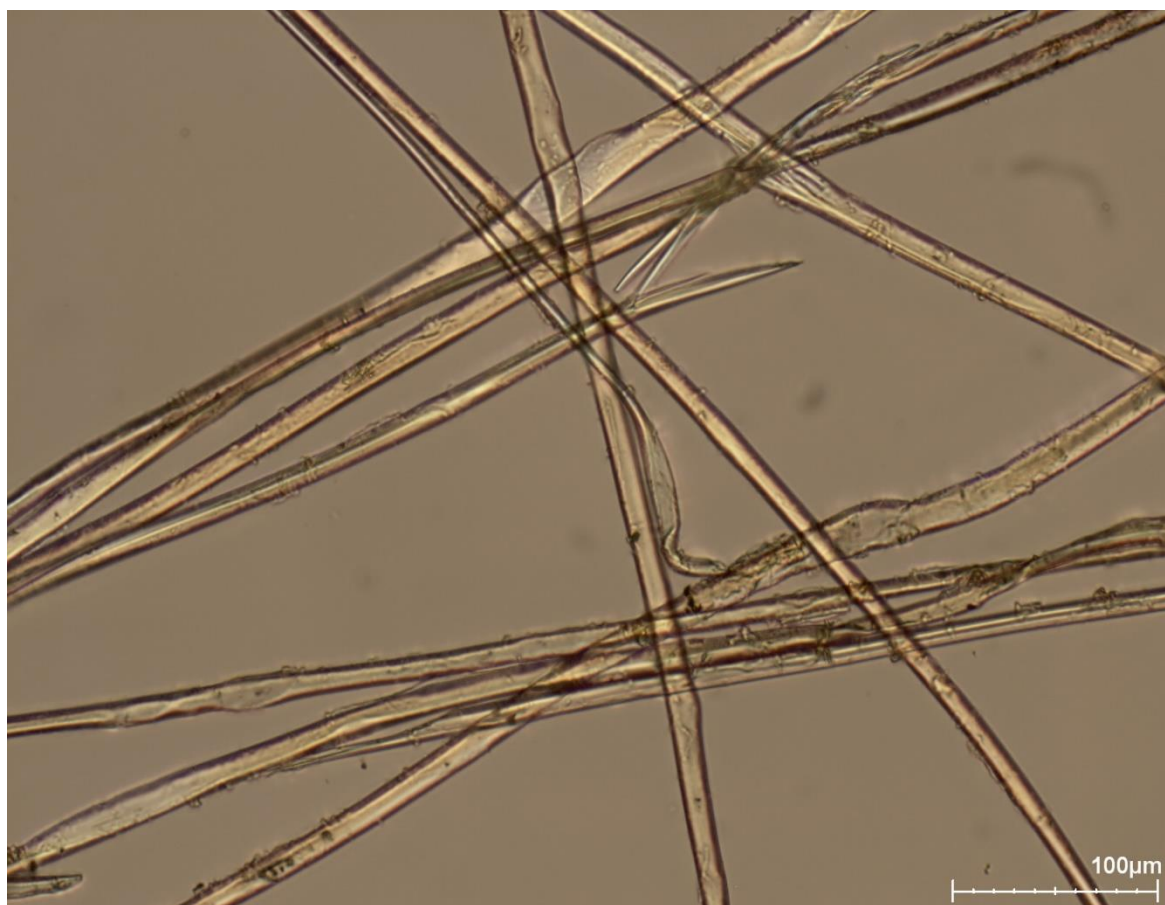
V-039-ML-OL

De vezelanalyse van het groene blad (12893/01) toont vooral fijne lange vezels met een egale oppervlaktestructuur (figuur 5) wat wijst op het gebruik van ontgomde gecultiveerde zijde (*Bombyx mori* L.).



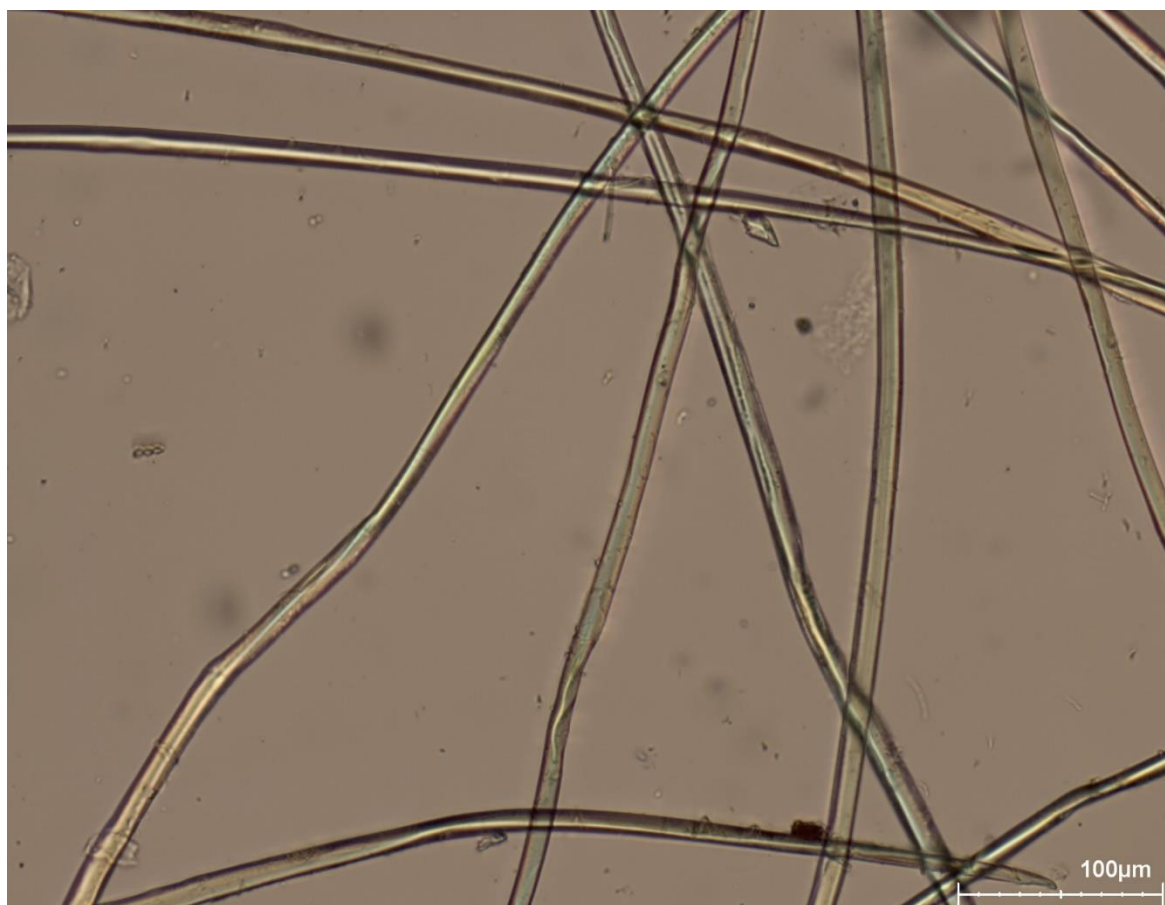
Figuur 5: Staal 12893/01 de vezels zijn hebben een gemiddelde dikte van $13 \pm 3 \mu\text{m}$ (Zeiss Imager, vergroting 200x onder gepolariseerd licht)

De geel/beige vezels van het bloemblaadje (12893/02) waren makkelijk te scheiden. Onder de microscoop werd duidelijk dat de vezels dun (gemiddelde dikte: $14 \pm 2 \mu\text{m}$) en lang zijn en een heel egaal oppervlak hebben. Dit alles wijst op het gebruik van zijdefilamenten.



Figuur 6: Staal 12893/02 de vezels zijn lang, egaal en dun (Zeiss Imager, vergroting 200x)

De groene vezels van de stengel (12893/03) bestaan net als de vorige stalen uit lange, dunne vezels (gemiddelde dikte: $11 \pm 2 \mu\text{m}$) met een egaal oppervlak. Dit wijst dus ook op ontgomde, gecultiveerde zijde (*Bombyx mori* L.).



Figuur 7: Staal 12893/03 de vezels zijn lang, dun en egaal (Zeiss Imager, vergroting 200x)

De gele vezels van de stengel (12893/04) zijn ook dun (gemiddelde dikte $12 \pm 3 \mu\text{m}$), egaal en lang, ook voor dit deel van de stengel werden dus zijdevazels gebruikt.

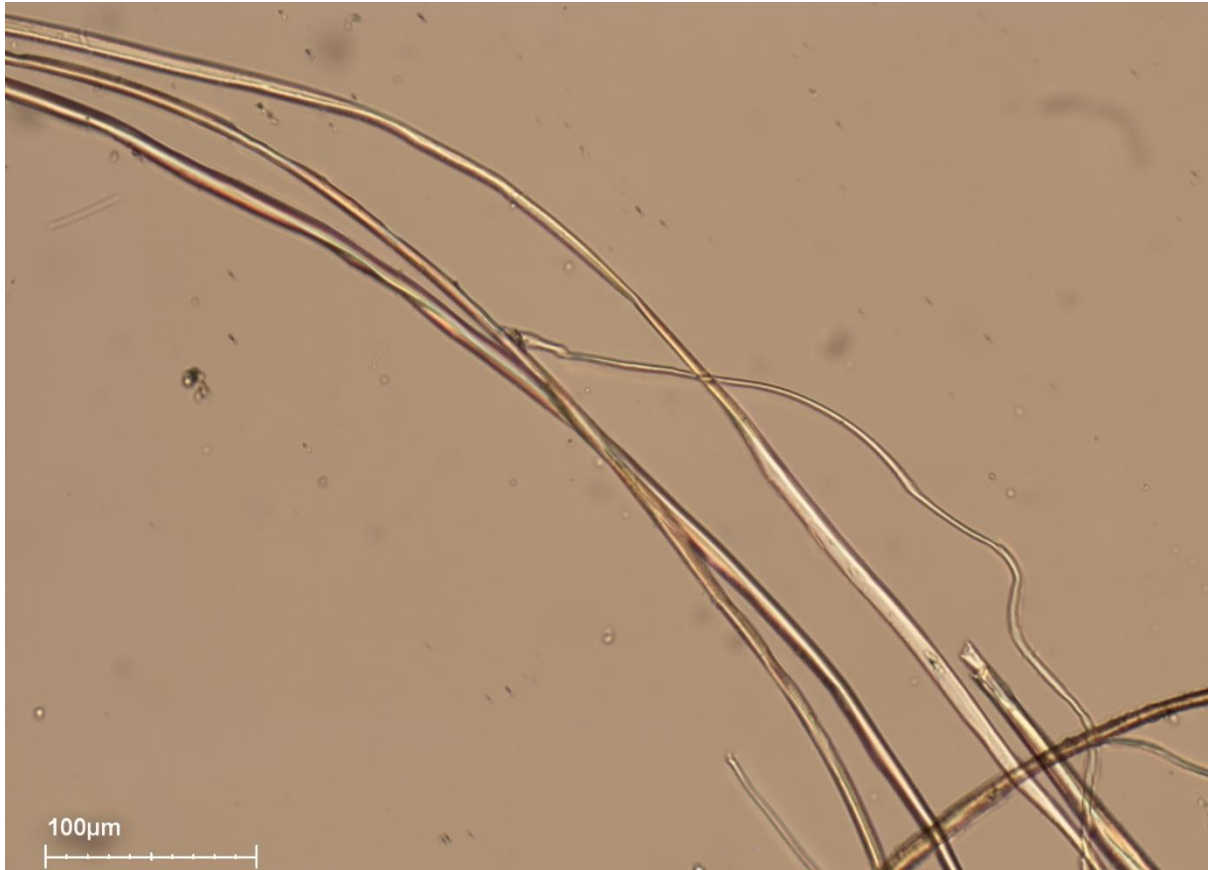


Figuur 8: Staal 12893/04 het staal bestaat uit lange, egale vezels (Zeiss Imager, vergroting 200x)

Alle onderzochte stalen van object V-039-ML-OL, afkomstig van het bloemblad, de stengel en de blaadjes aan de stengel, werden vervaardigd met behulp van ontgomde, gecultiveerde zijde (*Bombyx mori* L.).

V-036-ML-OL

De rode vezels (12893/05) die een bloemmotief voorstellen zijn dun ($8 \pm 2 \mu\text{m}$), hebben een egaal oppervlak en zijn lang (figuur 9). Deze kenmerken tonen aan dat hier ontgomde, gecultiveerde zijdevezels werden gebruikt (*Bombyx mori* L.).



Figuur 9: Staal 12893/05 bestaat uit lange, egale vezels (Zeiss Imager, vergroting 200x)

De gele vezels (12893/06), ook deel van een bloemmotief, hebben dezelfde kenmerken als de rode vezels van het bloemmotief (12893/06) (gemiddelde dikte: $14 \pm 2 \mu\text{m}$). Voor dit bloemmotief werden dus ook zijdevezels gebruikt (figuur 10).



Figuur 10: Staal 12893/06 lange egale vezels, zoals staal 12893/05 (Zeiss Imager, vergroting 200x)

De witte vezels van staal 12893/07 zijn ook afkomstig van het bloemmotief, maar werden rond een kern van metaaldraad gewikkeld, waardoor ze na verloop van tijd zeer broos zijn geworden. Hierdoor worden bij het microscopisch onderzoek minder lange vezels gevonden dan in de vorige stalen (figuur 11). De vezels zijn daarentegen wel egaal en hebben een gemiddelde dikte van $11 \pm 1 \mu\text{m}$ waardoor er kan besloten worden dat ook voor de kern van het bloemmotief ontgomde zijdevezels werden gebruikt.

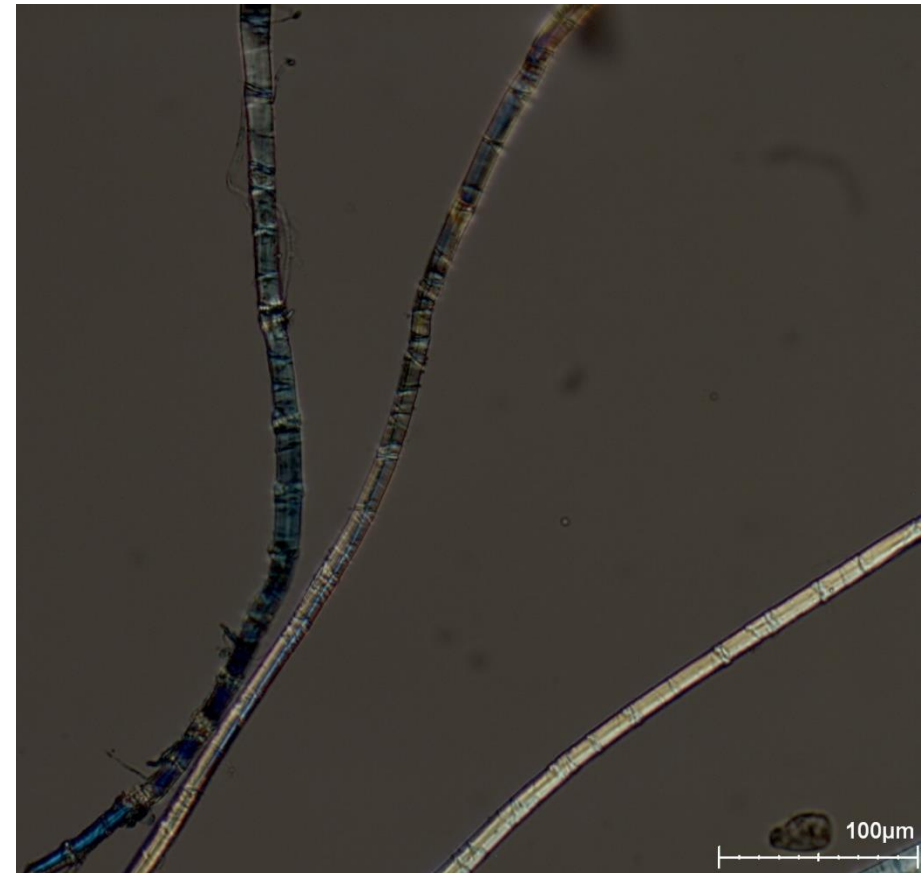
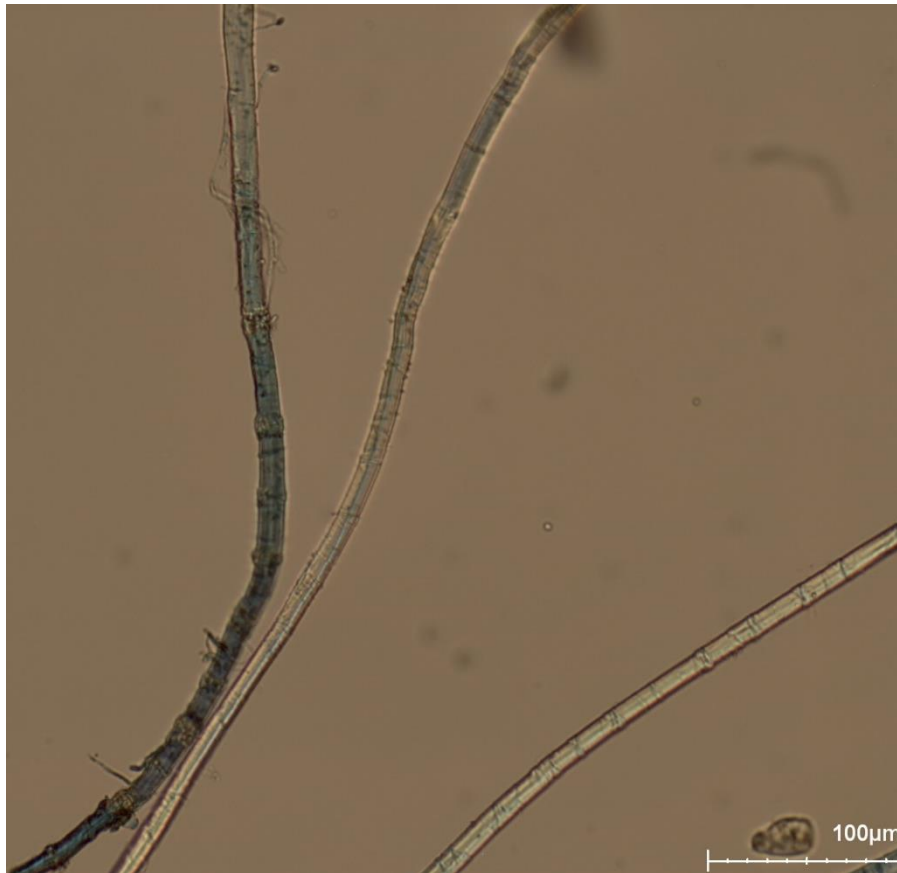


Figuur 11: Staal 12893/07 de vezels zijn egaal en dun (Zeiss Imager, vergroting 200x)

Het bloemmotief van object V – 036 – ML – OL werd, volgens de stalen die genomen en onderzocht werden, uitgevoerd met ontgomde, gecultiveerde zijde (*Bombyx mori* L.).

B-085-M

De blauwe vezels van staal 12893/09 voelen bij het nemen van het staal vrij stug aan. Bij het microscopisch onderzoek worden onder transmissielicht vaag kleine kruisjes zichtbaar, onder gepolariseerd licht worden de kruisjes duidelijk zichtbaar (figuur 12). Dit kenmerk wijst er op dat voor dit object bastvezels (vlas, hennep, jute of ramie) gebruikt werden.



Figuur 12: Staal 12893/09 onder transmissielicht zijn vaag kleine kruisjes zichtbaar (links) onder gepolariseerd licht zijn de kleine kruisjes heel duidelijk (rechts) (Zeiss Imager, vergroting 200x)

V-046-BL

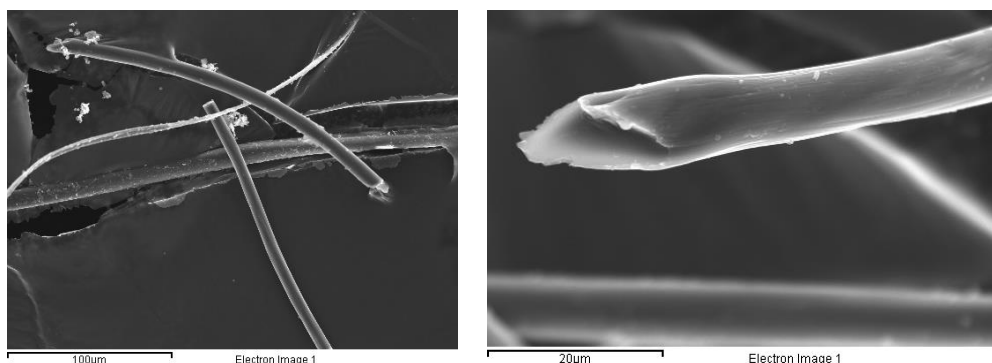
De gele vezels van staal 12893/10 worden gebruikt voor de microscopische analyse. De vezels zien er over het algemeen lang en dun (gemiddelde dikte: $14 \pm 2 \mu\text{m}$) uit. Het oppervlak bevat contaminatie doordat de vezels rond een metalen kerndraad gewikkeld werden. Daardoor kan besloten worden dat ook voor dit object ontgomde, gecultiveerde zijde (*Bombyx mori* L.) gebruikt werd.



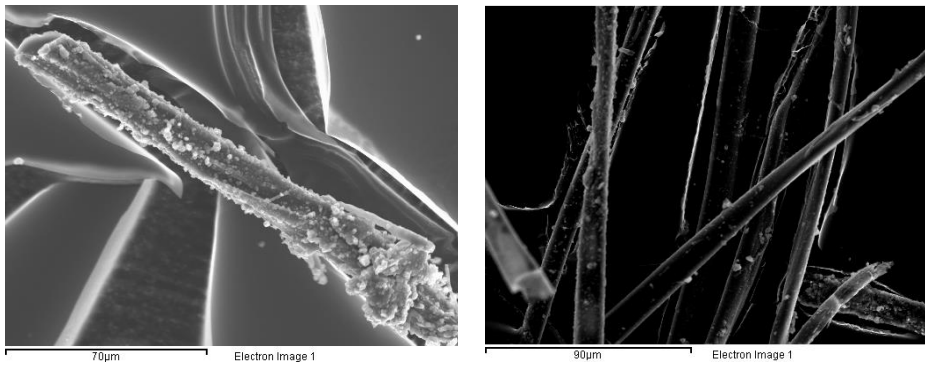
Figuur 13: Staal 12893/10 de vezels zijn lang en dun maar sterk gecontamineerd (Zeiss Stemi, vergroting 200x)

Degradatietoestand

Voor alle stalen die uit zijdevetzels bestaan (alle stalen behalve 12893/08 en 12893/09) kan een algemeen besluit genomen worden in verband met de degradatietoestand. De vezels breken makkelijk waardoor puntige uiteinden en korte stukjes vezel waarneembaar zijn (figuur 14). Verder bevatten alle zijdevetzels die rond een metalen kerndraad gewikkeld zijn (12893/03, 12893/07, 12893/10) contaminatie. Dit is duidelijk op de beelden van de (optische) microscopische analyse en op de secundaire elektronen beelden (figuur 13 en 15).

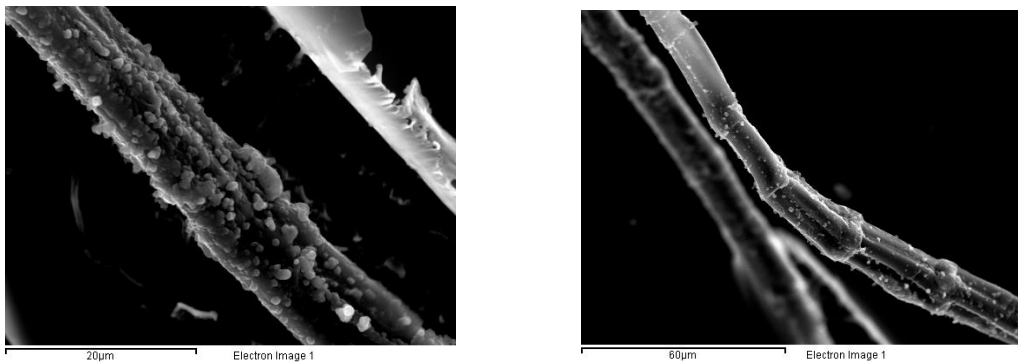


Figuur 14: de vezels breken af in kleine stukken met puntige uiteinden, onder andere bij staal 12893/05 (links, vergroting 430x) en 12893/07 (rechts, vergroting 2000x), (Jeol, Oxford Instrument)



Figuur 15: de vezels zijn sterk gecontamineerd, onder andere bij staal 12893/10 (links, vergroting 750x) en 12893/03 (rechts, vergroting 600x), (Jeol, Oxford Instrument)

De vezels van staal 12893/09 zijn in vrij goede staat, er zijn geen kleine afgebroken stukken. De vezels vertonen wel vrij veel contaminatie. Merk ook op dat er duidelijk “verdikkingen” waarneembaar zijn, dit zijn de kruisjes uit de microscopische analyse en zijn dus nog maar eens een bewijs dat deze vezels bastvezels zijn (figuur 16).



Figuur 16: staal 12893/09, de vezels zijn sterk gecontamineerd (links, vergroting 1025x) en bevatten verdikkingen (rechts, vergroting 900x), (Jeol, Oxford Instrument)

Metaaldraad

Staal 12893/08 is onderdeel van object V-036-ML-OL . Het is een metaaldraad in S-torsie gewonden rond een textielkern (figuur 17). Het metaal werd met behulp van een pincet van de textielkern gewikkeld om afzonderlijk te kunnen analyseren. De textieldraad zelf bestaat uit een ook met een S-torsie gesponnen draad (figuur 17) en voelt vrij stug aan.

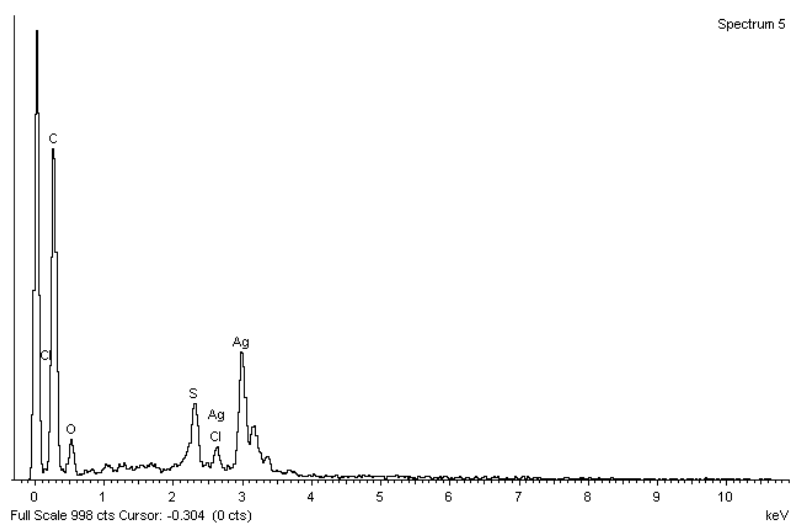
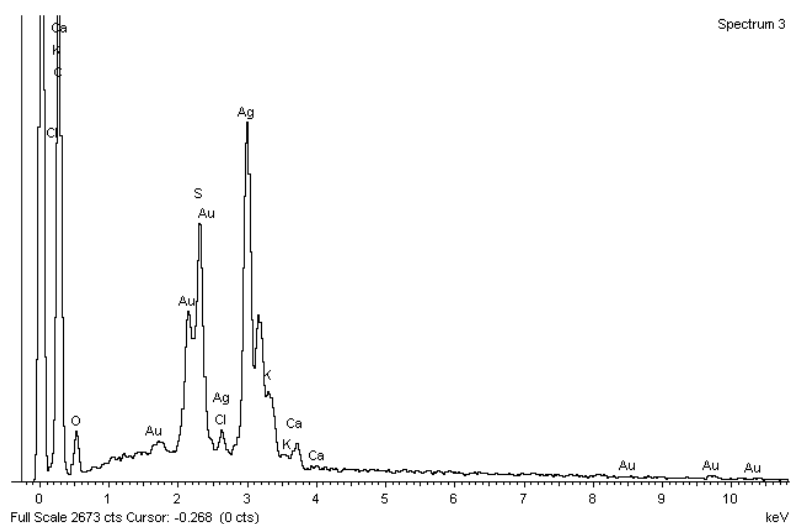
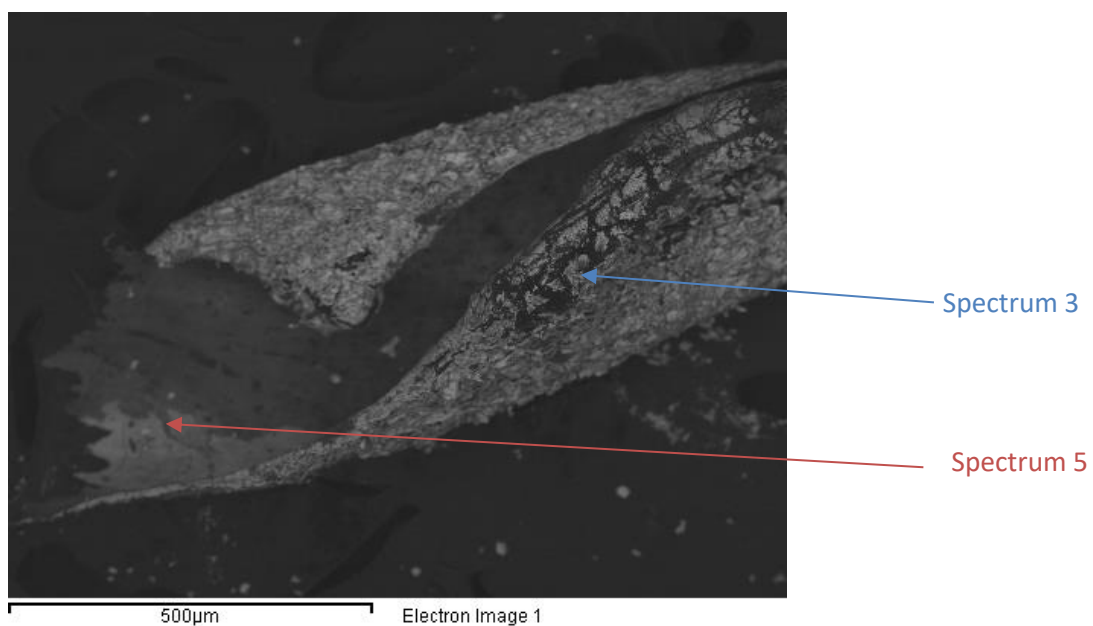


Figuur 17: Staal 12893/08 de metaaldraad is in een S-tors om de kern gewikkeld (boven), de textielkern bestaat zelf uit in S-tors gesponnen vezels (onder) (Zeiss Stemi, vergroting 10x)

Het metaalgedeelte is soepel en kan gemakkelijk van de textielkern afgewikkeld worden. Macroscopisch onderzoek wijst op het gebruik van een darmvlies waarop de metaallaag werd aangebracht (figuur 18). Uit de SEM-analyse blijkt dat er aan de buitenkant goud en zilver aanwezig is (figuur 19, midden) terwijl aan de binnenkant enkel zilver teruggevonden wordt (figuur 19, onder).



Figuur 18: metaalgedeelte bestaand uit darmvlies met een metaallaag (Zeiss Stemi, vergroting 50x)



Figuur 19: Resultaten van de SEM-analyse met bovenaan de aanduiding van de meetplaatsen, in het midden het spectrum van de buitenkant van de metaaldraad en onderaan het spectrum van de meting van de binnenkant

De vezels uit de kerndraad vertonen onder gepolariseerd licht laterale knopen wat erop wijst dat er voor deze draad bastvezels gebruikt werden (figuur 20).



Figuur 20: Kerndraad van staal 12893/08 de vezels vertonen onder gepolariseerd licht laterale knopen wat er op wijst dat dit bastvezels zijn (Zeiss Stemi, vergroting 200x)

De kerndraad is geel geverfd door middel van de plantaardige kleurstofbron wouw (*Reseda luteola* L.).

De metaaldraad is opgebouwd uit een darmvlies voorzien van een vergulde zilverlaag, in S-tors gewikkeld rond een textielkern. Deze bestaat uit een textieldraad uit bastvezels in S-tors gesponnen en geverfd met behulp van wouw, een plantaardige gele kleurstofbron. Het verguld zilverdarmvlies bedekt bijna volledig de textielkern waardoor het geheel de indruk geeft van een zeer fijne, volle ronde metaaldraad.

Kleurstofidentificatie met HPLC-PDA

Tabel 2: HPLC-DAD analyses. Kleurstofcomponenten (uitgedrukt in percentage van de relatieve verhouding van de oppervlakte van de componenten geïntegreerd bij 255 nm)

Code KIK/IRPA	Kleur	Extr.	Analyse nummer	Kleurstofcomponenten	λ (nm)
12893 / 01	Groen	OA	05/221015/01	16 lu, 7 ap, 3 chry, 7 in, 14 lu 3',7-di-O-glu, 24 lu 7-O-glu, 4 Σ lu', 11 Σ ap', 13 Σ rt 24'	255
12893 / 02	Beige	OA	06/221015/01	96 orh, 2 al, 2 nor	255
12893 / 03	Groen	OA	07/221015/01	11 lu, 3 ap, 1 chry, 6 in, 11 lu 3',7-di-O-glu, 29 lu 7-O-glu, 5 ap 7-O-glu, 3 Σ lu', 2 Σ ap', 28 Σ rt 24'	255
12893 / 04	Geel	OA	09/221015/01	7 lu, 2 ap, 1 chry, 3 in, 15 lu 3',7-di-O-glu, 43 lu 7-O-glu, 5 Σ lu', 9 Σ ap', 15 Σ rt 24'	255
12893 / 05	Rood	OA	10/221015/01	93 orh, 6 ea, 1 in	255
12893 / 06	Geel	OA	11/221015/01	14 lu, 3 ap, 2 chry, 6 in, 18 lu 3',7-di-O-glu, 31 lu 7-O-glu, 3 Σ lu', 10 Σ ap', 13 Σ rt 24'	255
12893 / 07	Wit		-	-	
12893 / 08	Geel	OA	13/221015/01	15.5 rt 24', 50 lu 3',7-di-O-glu, 12 ap', 23 lu'	255
12893 / 09	Blauw	OA	14/221015/01	93 in, 7 ru	255
12893 / 10	Geel +groen	OA	15/221015/01	6 ap, 44 in, 18 lu 3',7-di-O-glu, 20 lu 7-O-glu, 8 lu', 4 Σ ap'	255

Tabel 3: HPLC-DAD analyses. Afkortingen kleurstofcomponenten

Afkorting	Component
lu	luteoline
ap	apigenine
chry	chrysoeriol
lu-3', 7-O-glu	luteolin 3', 7-di-O-glucoside
lu 7-O-glu	luteolin 7-O-glucoside
rt24	Onbekende component met retentietijd 24', aanwezig in vervingen met wouw (Vis absorptie. max. 416 nm)
ap 7-O-glu	apigenin 7-O-glucoside
in	indigotine
ir	indirubine
ru	rubiadine
orh	Onbekende component, marker voor roodhout
ea	ellagzuur
al	alizarine
nor	nordamnacanthal
Lu', ap', ...'	Componenten met zelfde absorptiespectrum als resp. lu, ap
Σx	Som van de piekoppervlakte (berekend bij de opgegeven golflengte) van component x

Tabel 4: HPLC-DAD analyses. Biologische kleurstofbronnen

Code KIK/IRPA	Kleur	Analyse nummer	Biologische kleurstofbronnen
12893 / 01	Groen	05/221015/01	Wouw (<i>Reseda luteola</i> L.) en indigo (<i>Indigofera</i> of <i>Polygonum</i> sp.) of wede (<i>Isatis tinctoria</i> L.)
12893 / 02	Beige	06/221015/01	Roodhout (<i>Caesalpinia</i> sp.) en een spoor van meekrap (<i>Rubia tinctorum</i> L.)
12893 / 03	Groen	07/221015/01	Wouw (<i>Reseda luteola</i> L.) en indigo (<i>Indigofera</i> of <i>Polygonum</i> sp.) of wede (<i>Isatis tinctoria</i> L.)
12893 / 04	Geel	09/221015/01	Wouw (<i>Reseda luteola</i> L.) en indigo (<i>Indigofera</i> of <i>Polygonum</i> sp.) of wede (<i>Isatis tinctoria</i> L.)
12893 / 05	Rood	10/221015/01	Roodhout (<i>Caesalpinia</i> sp.), looistof en indigo (<i>Indigofera</i> of <i>Polygonum</i> sp.) of wede (<i>Isatis tinctoria</i> L.)
12893 / 06	Geel	11/221015/01	Wouw (<i>Reseda luteola</i> L.) en indigo (<i>Indigofera</i> of <i>Polygonum</i> sp.) of wede (<i>Isatis tinctoria</i> L.)
12893 / 07	Wit	-	-
12893 / 08	Geel textielkern	13/221015/01	Wouw (<i>Reseda luteola</i> L.)
12893 / 09	Blauw	14/221015/01	indigo (<i>Indigofera</i> of <i>Polygonum</i> sp.) of wede (<i>Isatis tinctoria</i> L.)
12893 / 10	Geel+groen	15/221015/01	Wouw (<i>Reseda luteola</i> L.) en indigo (<i>Indigofera</i> of <i>Polygonum</i> sp.) of wede (<i>Isatis tinctoria</i> L.)

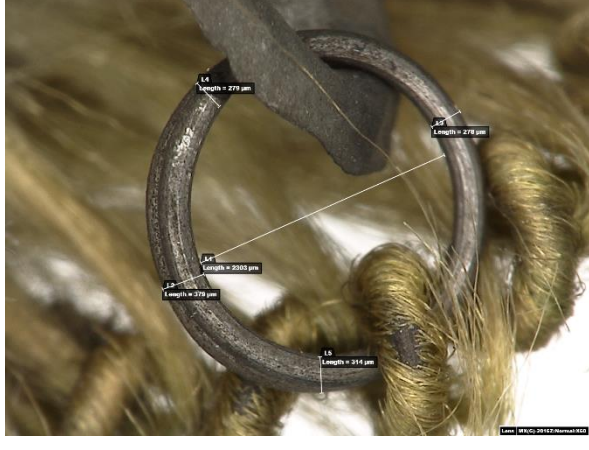
Gemiddelde lengte/dikte van specifieke onderdelen

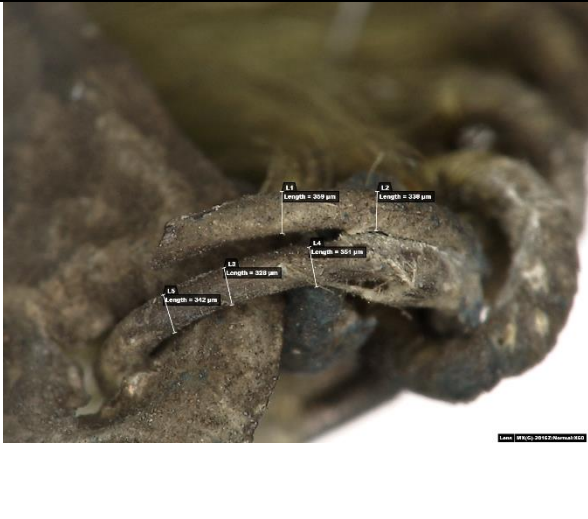
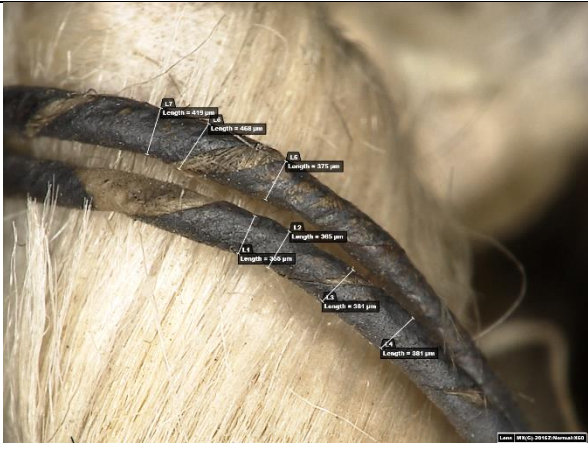
Teneinde de replica's zo optimaal mogelijk te kunnen maken naar voorbeeld van de originele materialen gebruikt in het Besloten Hofje, werden specifiek metingen uitgevoerd om de gemiddelde dikte van enkele metaaldraden en het perkament te bepalen. Dit werd uitgevoerd met behulp van de digitale microscoop Hirox. De resultaten zijn in tabel vijf terug te vinden.

Tabel 5: De gemiddelde lengte en dikte van metaaldraden en perkament

Textiel-fragment	Afbeelding	Info
Onderdeel: V-039-ML-OL		
Bloemenhart		De gemiddelde dikte van de metaaldraad in het bloemenhart is 255 +/- 5 µm. Merk ook de witte contaminatiekorrels op.
Stengel		De gemiddelde dikte van de metaaldraad in de stengel is 245 +/- 5 µm. De metaaldraad van de zijstengel is 430 +/- 5 µm.
Perkament in bloemblad		De gemiddelde dikte van het perkament bedraagt 410 +/- 5 µm.

		De gemiddelde dikte van het perkament bedraagt 330 +/-5µm.
Blad loof		De gemiddelde dikte van de metaaldraad is 290+/-5 µm. De gemiddelde afstand tussen de kromming van de spiraal is 1430 +/-5µm. De diameter van het ringetje in het lovertje bedraagt 2520 +/-5µm.

Metaaldraad rond bloemblad		De gemiddelde dikte van de metaaldraad is 270 +/-5µm. De gemiddelde afstand tussen de kromming van de spiraal is 950 +/-5µm. De diameter van het ringetje in het lovertje bedraagt 2440 +/-5 µm.
Ringetje door lovertje		De binnenste diameter van het ringetje bedraagt 2300 +/-5 µm. De gemiddelde dikte van het ringetje is 315 +/-5µm.

Dubbel ringetje door lovertje	 Microscopic image showing a double ring structure passing through a hole. Measurements are provided for five points: L1 (Length = 309 µm), L2 (Length = 308 µm), L3 (Length = 305 µm), L4 (Length = 305 µm), and L5 (Length = 302 µm).	De gemiddelde dikte van het ringetje is 345 +/- 5µm.
Onderdeel: V-036-ML-OL		
Metaaldraad op bloemblad	 Microscopic image showing a metal wire on a flower petal. Measurements are provided for six points: L1 (Length = 418 µm), L2 (Length = 408 µm), L3 (Length = 370 µm), L4 (Length = 365 µm), L5 (Length = 361 µm), and L6 (Length = 361 µm).	De gemiddelde dikte van de metaaldraad is 390 +/- 5 µm.
Parel	 Microscopic image showing a pearl with a metal wire. Measurement is provided for point L1 (Length = 629 µm).	De opening van de parel is 630 +/- 5µm. Let ook op de groene contaminatie.

Perkament in bloemblad		De gemiddelde dikte van het perkament is 220 +/- 5µm.
Metaaldraad stengel		De gemiddelde dikte van de metaaldraden die deel uitmaken van de stengel is 285 +/- 5µm.

3. Besluit

De resultaten van de materiaal technische studie (type vezel, type kleurstoffen) en het morfologisch vezelonderzoek (degradatietoestand materialen) werd gebundeld in samenvattende tabel 6.

Op basis van de geïdentificeerde kleurstoffen kan de oorspronkelijke kleur van de zijdedraden afgeleid worden. Stalen /01, /03, /04, /06 en /10 waren oorspronkelijk groen geverfd (blad- en stengelonderdelen), staal /08 geel (kern metaaldraad) en staal /09 was blauw (blauwe druiven).

De actuele beige/roze draad van het bloemblaadje op het perkament van V-039-ML-OL (staal /02) was oorspronkelijk rood, terwijl staal/05, eveneens een roze/rode draad rond een perkamentkern deel uitmakend van een bloemmotief van V-036-ML-OL, mogelijks eerder een roze of paarse tint had.

Tabel 6: Samenvatting materiaal technische studie van geselecteerde onderdelen van BH1

	Metaal	Vezelidentificatie	degradatietoestand	kleurstofidentificatie
V-039-ML-OL				
12893/01	-	zijdevezel	broos	wouw en indigo/wede
12893/02	-	zijdevezel	broos	roodhout en meekrap
12893/03	-	zijdevezel	broos en gecontamineerd	wouw en indigo/wede
12893/04	-	zijdevezel	broos	wouw en indigo/wede
V-036-ML-OL				
12893/05	-	zijdevezel	broos	roodhout, looistof en indigo/wede
12893/06	-	zijdevezel	broos	wouw en indigo/wede
12893/07	-	zijdevezel	broos en gecontamineerd	/
12893/08	goud/zilver	bastvezel	gecontamineerd	wouw
B-085-M				
12893/09	-	bastvezel	gecontamineerd	indigo/wede
V - 046 - BL				
12893/10	-	zijdevezel	broos en gecontamineerd	wouw en indigo/wede

Ina Vanden Berghe
Hoofd Textielonderzoek