



Małgorzata Bochenek

Archiwum Narodowe w Krakowie

Tomasz Lech

ORCID: 0000-0002-8307-0914

Wyższa Szkoła Zdrowia w Gdańsku

Pierwsze badania dokumentu lokacyjnego miasta Krakowa – ocena stanu zachowania, integralność zachowanej luzem pieczęci Bolesława Wstydlivego z dokumentem

**The first research on the location document of the city of Krakow –
assessment of the current state, and integrity of the loosely preserved
seal of Bolesław the Chaste with the document**

SŁOWA KLUCZOWE: Kraków, dokument lokacyjny, konserwacja, badania genetyczne, technika wykonania

KEY WORDS: Krakow, location document, conservation, genetic testing, preparation technique

ABSTRAKT: W latach 2013–2017 w Archiwum Narodowym w Krakowie zrealizowano pierwszy projekt badawczy dokumentu lokacyjnego miasta Krakowa wystawionego w 1257 r. przez księcia Bolesława Wstydlivego. Powołany zespół ekspertów kierowany przez dr hab. Elżbietę Jabłońską, prof. Uniwersytetu Mikołaja Kopernika w Toruniu, przeprowadził badania w dwóch obszarach: konserwatorskim i historycznym. Badania były prowadzone w różnych ośrodkach naukowo-badawczych w Polsce oraz w Wielkiej Brytanii. Celem badań konserwatorskich (zebranych w czterech raportach powykonawczych) była identyfikacja techniki wykonania dokumentu, ocena stanu zachowania, analiza czystości mikrobiologicznej, zajęcie stanowiska ws. potrzeb konserwatorskich dokumentu oraz wyznaczenie warunków jego długotrwałego przechowywania. Badania historyczne oparte na identyfikacji genetycznej pergaminów (ujęte w dwóch raportach), dotyczyły ustalenia integralnego związku podłoża pergaminowego dokumentu z fragmentem zdegradowanego pergaminu zachowanego przy pieczęci luznej Bolesława Wstydlivego. Przeprowadzone w projekcie badania odpowiedziały na pytania zadane przez Zespół projektowy. Sporządzony został opis technologiczny dokumentu i ocena stanu zachowania. Badania genetycz-

ne nie potwierdziły integralnego związku fragmentu pergaminu zachowanego przy pieczęci książęcej z dokumentem. Zespół nakreślił kierunki dalszych pogłębionych badań technologicznych oraz oceny stanu zachowania dokumentu opartych na nowoczesnej aparaturze badawczej i obrazowaniu cyfrowym.

ABSTRACT: The years 2013–2017 in the National Archives in Krakow saw the first research project concerning the location document of the city of Krakow issued in 1257 by Prince Bolesław the Chaste. The appointed team of experts led by Dr. Elżbieta Jabłońska, professor at the Nicolaus Copernicus University in Torun, conducted research in two areas: conservation and historical. The research was conducted in various research centres in Poland and Great Britain. The aim of the conservation research (collected in four reports) was to identify the document preparation technique, assess the current state, analyse the microbiological purity, establish a position on the conservation needs of the document and determine the conditions for its long-term storage. The historical research, based on the genetic identification of parchments (covered in two reports), concerned the establishment of an integral connection between the parchment of the document and a fragment of degraded parchment preserved with the loose seal of Bolesław the Chaste. The research conducted in the project provided answers to the questions asked by the project team. A technological description of the document and an assessment of its current state were prepared. Genetic tests did not confirm an integral connection between the fragment of parchment with the prince's seal and the document. The team outlined directions for further in-depth technological research and assessment of the current state of the document based on modern research equipment and digital imaging.

W zasobie Archiwum Narodowego w Krakowie przechowywany jest przywilej lokacyjny miasta Krakowa, którym książę Bolesław Wstydlivy 2 czerwca 1257 r. lokował Kraków na prawie magdeburskim¹. To jeden z najstarszych i najcenniejszych obiektów w zasobie Archiwum oraz jeden z najstarszych dokumentów lokacyjnych przechowywanych w sieci archiwów państwowych w Polsce. Znaczenie dokumentu dla historii miasta Krakowa jest fundamentalne, stanowi on również znakomity przykład średniowiecznej kultury prawniczej i dyplomatycznej. Potwierdzeniem jego szczególnego charakteru jest wpisanie w 2014 r. na Krajową Listę Programu UNESCO „Pamięć świata”², którego celem jest podejmowanie działań słu-

¹ ANK, Zbiór dokumentów pergaminowych, sygn. 29/657/2.

² Barbara Berska, *Prezentacja aktu lokacyjnego miasta Krakowa z 1257 roku*, „Kra-kowski Rocznik Archiwalny” 2013, t. 19, s. 161–162; Kamila Follprecht, *Pamięć mia-*

żących ratowaniu, udostępnianiu oraz zachowaniu światowego dziedzictwa dla przyszłych pokoleń.

Dokument od wielu lat jest przedmiotem zainteresowania badaczy, w tym głównie mediewistów próbujących ustalić, czy zachowana luzem w zasobie Archiwum pieczęć księcia Bolesława Wstydliwego³ jest pieczęcią w przeszłości oderwaną od dokumentu⁴. Potencjał naukowo-badawczy dokumentu jest ciągle otwarty. Dokument nigdy nie został poddany badaniom technologicznym, nie był przedmiotem oceny konserwatorskiej, nie ma również swojej monografii.

Przywilej spisany jest na pergaminie w kształcie prostokąta o wymiarach ok. 475 mm x 527 mm + zakładka 75 mm. Tekst dokumentu, w języku łacińskim, napisany jest atramentem żelazo-garbnikowym w jednej kolumnie w 33 wierszach. Z pięciu pieczęci woskowych uwierzytelniających dokument zachowane są tylko dwie zewnętrzne: Adama, kasztelana krakowskiego o średnicy ok. 40 mm z wizerunkiem rycerza na koniu oraz pieczęć Mikołaja, wojewody krakowskiego o średnicy 25 mm, z wizerunkiem przerwanej pierścienia połączonego z krzyżem. Są one dowieszony do pergaminu na sznurach jedwabnych. Po dwóch pieczęciach zachowane są tylko jedwabne wiązadła dowiązane do pergaminu, po pieczęci wystawcy dokumentu, w środkowej części zakładki, pozostało przedarcie i ubytek pergaminu. Pod zakładką pergaminu przechowywany jest fragment nici jedwabnych oderwanych od pieczęci Adama, kasztelana krakowskiego o długości ok. 130 mm. Na odwrocie dokumentu występują dawne naprawy pergaminowe. W centralnej części naklejona jest łąta o wymiarach ok. 475 mm x 155 mm, na bocznych marginesach mniejsze łąty: lewa w kształcie prostokąta ze ściętym bokiem o wymiarach ok. 265 mm x 95 mm (długość krótszego boku 40 mm) i prawa ok. 475 mm x 55 mm.

sta. Archiwum w dziejach Krakowa, „Rocznik Krakowski” 2021, t. 87, s. 126, 128; Kamila Follprecht, Karolina Zięba, Paweł Ząbczyński, *Na drodze do współczesności. Archiwum Narodowe w Krakowie: Ludzie – Miejsca – Praca 1878–2021*, Kraków 2021, s. 261.

³ ANK, Zbiór luźnych pieczęci, sygn. 29/1597/111.

⁴ Bożena Wyrozumska, *Dwa wielkie przywileje średniowiecznego Krakowa*, Kraków 1994; Krystyna Jelonek-Litewka, *Czy odnaleziona pieczęć Bolesława Wstydliwego jest pieczęcią oderwaną od aktu lokacyjnego miasta Krakowa?*, „Krakowski Rocznik Archiwalny” 2003, t. 9, s. 31–38; Bożena Wyrozumska, *Przywileje ustanawiające gminy miejskie wielkiego Krakowa (XIII–XVIII wiek)*, Kraków 2007.

Powołanie Zespołu ds. badań dokumentu lokacyjnego

Nowy rozdział w historii badań dokumentu został otwarty 8 kwietnia 2013 r. Z inicjatywy dyrektor Archiwum Narodowego w Krakowie dr Barbary Berskiej powołano „Zespół ekspertów do spraw określenia zakresu badań, konserwacji zabezpieczającej oraz sposobu przechowywania i prezentacji aktu lokacyjnego miasta Krakowa”⁵. Jego przewodniczącą została dr hab. Elżbieta Jabłońska, prof. Uniwersytetu Mikołaja Kopernika w Toruniu, kierownik Zakładu Konserwacji Papieru i Skóry Instytutu Zabytkoznawstwa i Konserwatorstwa, ekspert w dziedzinie badań i konserwacji dokumentów pergaminowych i pieczęci woskowych.

W skład zespołu weszli przedstawiciele różnych dyscyplin, specjalizujący się w dziedzinie konserwacji, opracowania, zabezpieczania, przechowywania oraz badań obiektów dziedzictwa historycznego:

1. Małgorzata Bochenek – kierownik Oddziału VIII ds. Konserwacji i Zabezpieczania Zasobu Archiwum Narodowego w Krakowie,
2. Monika Bogacz-Walska – kierownik Oddziału V Konserwacji Archiwaliów Archiwum Państwowego w Olsztynie,
3. Anna Czajka – kierownik Centralnego Laboratorium Konserwacji Archiwaliów Archiwum Głównego Akt Dawnych w Warszawie,
4. dr hab. Tomasz Łojewski – kierownik Pracowni Badań nad Trwałością i Degradacją Papieru Wydziału Chemii Uniwersytetu Jagiellońskiego w Krakowie,
5. Barbara Kalfas – kierownik Pracowni Konserwacji Tkanin Królewskiej Katedry na Wawelu,
6. dr hab. Zenon Piech – kierownik Zakładu Nauk Pomocniczych Historii Uniwersytetu Jagiellońskiego w Krakowie,
7. dr Tomasz Lech – z Katedry Mikrobiologii Uniwersytetu Ekonomicznego w Krakowie (dołączył do prac zespołu w 2014 r.),
8. Krystyna Jelonek-Litewka – wieloletni pracownik Archiwum Narodowego w Krakowie, badaczka dziejów dokumentu lokacyjnego miasta Krakowa (dołączyła do prac zespołu w 2014 r.).

Zespół projektowy został powołany w celu przeprowadzenia pierwszych w historii dokumentu interdyscyplinarnych badań naukowych zdefiniowa-

⁵ Barbara Berska, *Zabezpieczenie aktu lokacyjnego miasta Krakowa, jednego z najcenniejszych dokumentów z zasobu Archiwum Narodowego w Krakowie*, „Krakowski Rocznik Archiwalny” 2013, t. 19, s. 163.

nych w dwóch kierunkach: historycznym oraz konserwatorskim. Połączenie wiedzy i doświadczenia konserwatorów dzieł sztuki, historyków i archiwistów z kompetencjami badaczy nauk ścisłych (chemików, biologów) miało na celu oszacowanie potrzeb badawczych dokumentu, przeprowadzenie analiz instrumentalnych, ocenę stanu zachowania oraz wyznaczenie warunków zabezpieczania, przechowywania i czasowego eksponowania dokumentu. Jednym z celów projektu było również potwierdzenie lub obalenie hipotezy dotyczącej związku zachowanej luzem pieczęci Bolesława Wstydlivego z dokumentem.

Założenia Zespołu projektowego

Na pierwszym posiedzeniu Zespołu w dniach 17–18 kwietnia 2013 r. przeprowadzono pierwsze podstawowe obserwacje dokumentu w celu zapoznania się z techniką wykonania, stanem zachowania oraz zlecono pierwsze badania technologiczne. W części konserwatorskiej projektu założono przeprowadzenie identyfikacji materiałowej i stanu zachowania dokumentu (pergaminu, atramentu, wosku, wiązań, napraw), analizę światłotrwałości atramentu oraz identyfikację przyczyn i mechanizmów powstałych zniszczeń dokumentu. Zespół uzgodnił również, że wyda opinię, czy dokument powinien być poddany pracom konserwatorskim, czy może być pozostawiony w obecnym stanie zachowania.

W części historycznej projektu Zespół założył przeprowadzenie badań genetycznych i archiwalnych pozwalających na potwierdzenie proveniencji pieczęci księcia Bolesława Wstydlivego oraz potwierdzenie przynależności zachowanych luzem nici pieczętnych, przechowywanych pod zakładką pergaminu⁶, do pieczęci Adama, kasztelana krakowskiego.

Na pierwszym posiedzeniu członkowie Zespołu zaplanowali, że projekt będzie realizowany etapami, przez kilka lat, w różnych ośrodkach naukowo-badawczych, począwszy od badań podstawowych (wyjściowych), po zaawansowane badania laboratoryjne. Przewodnicząca Zespołu zdecydowała, że każdy nowy etap projektu musi być wspólnie uzgodniony i poprzedzony analizą otrzymanych raportów przed zleceniem kolejnych badań.

⁶ Fotografie dokumentu lokacyjnego miasta Krakowa wykonane w latach 40. XX w. dokumentują, że z pieczęci Adama, kasztelana krakowskiego wychodzą nici pieczętne. Obecnie nici zachowane są luzem, nie ma informacji, kiedy zostały oderwane od pieczęci. Wykonane analizy chemiczne nici oraz informacje przekazane przez Krystynę Jelonek-Litewkę potwierdzają, że nici pochodzą z pieczęci Adama, kasztelana krakowskiego.

Zespół zajął wspólne stanowisko, że każde nowe badanie musi mieć jasno określony cel, w tym uzasadnienie naukowe lub konserwatorskie oraz w jak najmniejszym stopniu może ingerować w substancję zabytkową dokumentu. W planowanych analizach chemicznych została dopuszczona możliwość poboru mikropróbek materiałowych z pergaminu, pieczęci, wiązań oraz z dawnych reperacji⁷. Zgodnie z założeniem, pobrane próbki miały być wykorzystywane do przeprowadzenia różnych badań w celu zebrania jak największej liczby danych ułatwiających interpretację wyników oraz udzielenie odpowiedzi na zadane w projekcie pytania. Zakres planowanych badań Zespół musiał dostosować do decyzji dyrektora Archiwum. Ze względów bezpieczeństwa prace z dokumentem mogły być prowadzone tylko w siedzibie Archiwum, miejscu przechowywania dokumentu⁸. Realizacja projektu *in situ* automatycznie przełożyła się na zawężenie pola badawczego do analiz możliwych do przeprowadzenia z zastosowaniem przenośnej aparatury badawczej.

Przygotowania do badań

W okresie od 29 kwietnia do 10 maja 2013 r. w Archiwum przeprowadzono techniczne prace przygotowawcze do badań dokumentu. Zarówno na potrzeby prac projektowych, jak i zebrań Zespołu została wytypowana sala wykładowa w budynku przy ulicy Siennej 16 (w miejscu przechowywania dokumentu)⁹. Pomieszczenie zostało czasowo zaadaptowane na pracownię wyposażoną w niezbędne materiały i sprzęty (blaty robocze, oświetlenie studyjne, mikroskop, komputer, kartony, filce, narzędzia konserwatorskie itp.). Zapewniono też możliwość instalacji przenośnej aparatury instrumentalnej. Do badań musiał być również przygotowany sam dokument, co wynikało

⁷ Do każdego badania została określona ilość próbek, ich wielkość, metodyka oraz miejsce poboru. Do pobrania próbek zostały wskazane konserwatorzy Archiwum: Małgorzata Bochenek i Anna Seweryn, próbki miały być pobierane przy udziale wykonawców poszczególnych badań.

⁸ Dokument lokacyjny miasta Krakowa należy do grupy materiałów archiwalnych najcenniejszych w zasobie ANK przewidzianych jako pierwsze do ewakuacji na wypadek wystąpienia sytuacji kryzysowej. Pod względem konserwatorskim, ze względu na technikę wykonania i stan zachowania, dokument jest zaliczony do grupy archiwaliów o bardzo niskiej odporności na uszkodzenia mechaniczne i bardzo wysokiej wrażliwości na zmianę warunków środowiskowych.

⁹ Od 2021 r. siedzibą Archiwum Narodowego w Krakowie oraz miejscem przechowywania zasobu archiwalnego jest nowoczesny budynek przy ul. Rakowickiej 22E.

z faktu, że od 1957 r. pozostawał on w wykonanej na wymiar przeszklonej gablocie ekspozycyjnej¹⁰ umieszczonej w magazynie archiwalnym. Wyjęcie dokumentu z gabloty musiała poprzedzić stabilizacja warunków środowiskowych, wykonanie nowego opakowania ochronnego oraz zabezpieczenie pergaminu i pieczęci. Specjalistycznego unieruchomienia wymagały zwłaszcza dwie pieczęcie: pieczęć luźna Bolesława Wstydliwego pęknięta wzdłuż średnicy z zachowanym przy sznurze zdegradowanym fragmentem pergaminu oraz pieczęć Mikołaja połączona z pergaminem tylko na jednej nitce. Pieczęć Bolesława Wstydliwego została przygotowana do badań przez konserwatorki Archiwum: M. Bochenek, Annę Seweryn i Irenę Grudnik-Kolofotias. Po wyjęciu z oryginalnego pudełeczka ochronnego¹¹ pieczęć została ułożona na kartonie wyścielonym miękką włókniną, następnie odkurzona i ustabilizowana na kartonie za pomocą kształtek wyciętych na wymiar pieczęci z cienkiego kartonu. Nici wychodzące z pieczęci zostały rozplątane i uporządkowane, a fragment pergaminu zachowanego przy niciach wyprostowany i delikatnie oczyszczony, obrys krawędzi pergaminu przeniesiono na papier do dalszych analiz porównawczych. Pieczęć Mikołaja została przygotowana do badań przez konserwatkę tkaniny B. Kalfas. Przed wyjęciem dokumentu z gabloty prawy dolny narożnik dokumentu (pieczęć, wiązadło oraz fragment zakładki pergaminu) ustabilizowano w uszytym z jedwabiu naturalnego woreczku ze ścięciem ręcznych przesyć minimalizujących ruch pieczęci. Takie mocowanie umożliwiała bezpieczne manewrowanie dokumentem, bez ryzyka oderwania pieczęci i przzerwania wychodzących z niej nitki¹².

¹⁰ W 1957 r. na potrzeby prezentacji dokumentu lokacyjnego miasta Krakowa na wystawie zorganizowanej przez Muzeum Historyczne Miasta Krakowa z okazji 700-lecia lokacji miasta została wykonana gablota ekspozycyjna, w której dokument był przechowywany do 2013 r. Opis gabloty: pulpitowa, pozioma, z postumentem, wykonana z drewna (podstawa i ściany boczne), z uchyloną przeszkloną ścianą przednią obudowaną drewnianą ramą, zamykana na klucz. Dokument ułożony był we wnęce gabloty wyciętej na jego wymiar, unieruchomiony w narożnikach za pomocą skórzanych pasków przymocowanych do podstawy gabloty, pieczęcie umieszczone były w zagłębieniach wyciętych na ich wymiar.

¹¹ Do 2013 r. pieczęć luźna Bolesława Wstydliwego była przechowywana w ANK w historycznym opakowaniu ochronnym, tj. pudełku aptekarskim z luźnym wiekiem, K. Jelonk-Litewka, *Czy odnaleziona pieczęć Bolesława Wstydliwego...*, s. 36.

¹² Podczas późniejszych relokacji dokumentu osłabiona strukturalnie nitka łącząca pieczęć Mikołaja, wojewody krakowskiego z pergaminem odspoiła się do misy poczytnej.

Po zabezpieczeniu pieczęci konserwatorki Archiwum wyjęły dokument z gabloty i przenieśli na podkładkę z kartonu muzealnego wyposażoną w ograniczniki do stabilizacji pergaminu i kształtki do unieruchomienia pieczęci i wiązań. Do przechowywania dokumentu, zgodnie z wytycznymi Zespołu, introligatorzy Archiwum przygotowali pudło ochronne z luźnym wiekiem oraz uchylną ścianką przednią. Zostało ono wykonane z atestowanych materiałów o jakości archiwalnej do długoterminowego przechowywania obiektów zabytkowych¹³. Pudło wyposażono dodatkowo w materiały pomocnicze do bezpiecznego odwracania dokumentu podczas badań (kartony i filce z wyciętymi otworami na wymiar pieczęci).

Przebieg badań

Pierwsze badania dokumentu przeprowadzono w okresie od 13 maja do 15 listopada 2013 r. Zespół pod kierunkiem dr. hab. T. Łojewskiego wykonał kompleksową dokumentację fotograficzną w światłach analitycznych, analizę pierwiastkową linii atramentowych oraz napraw i wiązań pieczętnych, badanie światłotrwałości atramentu oraz pomiar grubości pergaminu. Dokumentacja fotograficzna, badania atramentu oraz grubości pergaminu zostały wykonane w Archiwum. Natomiast badania próbek materiałowych pobranych z dokumentu przeprowadzono w Pracowni Badań nad Trwałością i Degradacją Papieru na Wydziale Chemii Uniwersytetu Jagiellońskiego w Krakowie oraz w Laboratorium Analiz Nieniszczących i Badań Obiektów Zabytkowych Muzeum Narodowego w Krakowie. Wyniki badań zostały zamieszczone w „Raporcie z badań wykonanych na zlecenie Archiwum Narodowego w Krakowie dla aktu lokacyjnego miasta Krakowa” z dnia 15 listopada 2013 r.¹⁴ (dalej: Raport nr 1). Pierwsze wyniki badań dokumentu lokacyjnego miasta Krakowa były przedmiotem obrad drugiego posiedzenia Zespołu projektowego w dniu 24 czerwca 2014 r. W trakcie obrad

¹³ Materiały spełniają wymogi normy ISO 9706, atest PATg; tektura, karton muzealny, papier wykonane z czystszej celulozy 100%, pH >7,5, rezerwa alkaliczna >0,4 mol/kg, liczba Kappa <5, brak migracji barwników, bez rozjaśniaczy optycznych, gramatura g/m²: tektura 1300, karton muzealny 1680, papier 160; kolory: tektura szary, karton muzealny ivory, papier jasnoniebieski, naturalne płótno bawełniane Kanafas; klej skrobiowy Wheat Starch Adhesive; folia wykonana w 100% z poliestru, pH naturalne, kolor transparentny, włóknina SOFT w 100% z poliestru, kolor biały.

¹⁴ Archiwum zakładowe ANK, znak sprawy: DN.002.1.2013, s. 73–88 („Raport z badań wykonanych na zlecenie Archiwum Narodowego w Krakowie dla aktu lokacyjnego miasta Krakowa” – Raport nr 1).

przeprowadzono obserwacje makro- i mikroskopowe dokumentu połączone z analizą porównawczą fotografii dokumentu wykonanych w latach 1941–1942¹⁵ oraz 2000–2007¹⁶ oraz identyfikacją zmian zachodzących na powierzchni pergaminu. W toku dyskusji analizie poddano czynniki mające bezpośredni wpływ na stan zachowania dokumentu, w tym historię przechowywania, dawne naprawy pergaminu¹⁷, wpływ środowiska drewnianej gabloty na pergamin oraz warunki udostępniania dokumentu i profilaktykę konserwatorską. Kolejnym etapem projektu badawczego była identyfikacja materiałowa nici wiązań pieczętnych. Badania próbek nici pobranych ze wszystkich wiązań przeprowadziła w okresie od 17 października 2014 do 18 listopada 2015 r. dr inż. Katarzyna Lech w Katedrze Chemii Analitycznej Wydziału Chemicznego Politechniki Warszawskiej. Wyniki badań zostały zamieszczone w „Raporcie wykonania badania HPLC-UV-VIS_ESI MS/MS nici dowieszonych do aktu lokacyjnego Krakowa” z dnia 18 listopada 2015 r.¹⁸ (dalej: Raport nr 2). Kolejny etap projektu był poświęcony badaniom mikrobiologicznym dokumentu, które przeprowadził dr T. Lech z Katedry Mikrobiologii Uniwersytetu Ekonomicznego w Krakowie w okresie od 3 listopada 2014 do 16 lutego 2016 r. Próbkę wymazową do oceny czystości mikrobiologicznej dokumentu zostały pobrane z pergaminu, pieczęci oraz wiązań. Dodatkowo, na marginesach dokumentu, na okres 10 tygodni umieszczono sterylne próbki modelowe współczesnego pergaminu do samoistnej kontaminacji. Badania biologiczne dokumentu były połączone z kompleksową analizą warunków środowiskowych zarejestrowanych w magazynie nr 16, w miejscu przechowywania dokumentu. Wyniki badań

¹⁵ ANK, Zbiór fotograficzny, sygn. 29/670/6489, fotografia czarno-biała, 10 x 15 cm, fot. Stanisław Kolowca, ok. 1941; *Krakau dokumente zur stadtgeschichte*, Herausgegeben Vom Stadthauptmann Der Stadt Krakau, 1942, karta nr 3, wydrukowane zdjęcie dokumentu lokacyjnego miasta Krakowa, druk czarno-biały, wymiar karty 40 x 40 cm.

¹⁶ Kopie cyfrowe dokumentu wykonane w pracowni reprograficznej ANK, fot. Małgorzata Multarzyńska-Janikowska, wydruki kopii cyfrowych dokumentu, znak sprawy: DN.002.1.2013, s. 104a–141.

¹⁷ Przed 1873 r. dokument lokacyjny był zdublowany od odwrocica na płótno, Franciszek Piekosiński, *Kodeks dyplomatyczny miasta Krakowa*, t. 1, Kraków 1879, s. 3; przed 1942 r. dokument został poddany reperacjom, płótno zastąpiły trzy łąty pergaminowe, K. Jelonek-Litewka, *Czy odnaleziona pieczęć Bolesława Wstydlivego...*, s. 37.

¹⁸ Archiwum zakładowe ANK, znak sprawy: DN.002.6.2014, s. 137–218 („Raport wykonania badania HPLC-UV-VIS_ESI MS/MS nici dowieszonych do aktu lokacyjnego Krakowa” – Raport nr 2).

zostały zamieszczone w ekspertyzie „Akt lokacji miasta Krakowa – analiza mikrobiologiczna” z dnia 16 lutego 2016 r.¹⁹ (dalej: Raport nr 3). W trakcie analiz mikrobiologicznych dokumentu rozpoczęto kolejny etap projektu poświęcony badaniom integralności dokumentu z pieczęcią książęcą Bolesława Wstydlivego. Ze względu na specyfikę i innowację badania, analizy pobranych próbek materiałowych z pergaminu dokumentu i z fragmentu pergaminu zachowanego przy pieczęci książęcej przeprowadzono w dwóch częściach, w trzech różnych laboratoriach. Pierwszą badania przeprowadził dr T. Lech w laboratorium genetycznym Katedry Mikrobiologii Uniwersytetu Ekonomicznego w Krakowie oraz w pracowni biologii molekularnej Zakładu Genetyki i Ewolucjonizmu Uniwersytetu Jagiellońskiego w Krakowie w okresie od 16 marca 2015 do 17 lutego 2016 r. Ich wyniki zostały zamieszczone w raporcie „Badanie integralności dokumentu Aktu Lokacji Miasta Krakowa z pieczęcią Książęcą Bolesława Wstydlivego” z dnia 17 lutego 2016 r.²⁰ (dalej: Raport nr 4). Drugą część badań uzupełniających badanie integralności fragmentu pergaminu przy pieczęci książęcej z dokumentem oraz badanie stopnia degradacji fragmentu pergaminu przy pieczęci książęcej przeprowadzili dr T. Lech oraz dr Sarah Fiddymont w Katedrze Archeologii Uniwersytetu w Yorku w Wielkiej Brytanii. Wyniki badań naukowcy zamieścili w raporcie „Badania integralności dokumentu Aktu Lokacji Miasta Krakowa z pieczęcią Książęcą Bolesława Wstydlivego. Ocena stopnia degradacji kolagenu w pergaminie Aktu Lokacji Miasta Krakowa” z dnia 10 września 2016 r.²¹ (dalej: Raport nr 5). Ostatnie badania dokumentu, stanowiące opis techniki wykonania oraz stanu zachowania pergaminu, tekstu, pieczęci, wiązań oraz dawnych napraw przeprowadzili prof. dr hab. E. Jabłońska oraz dr Tomasz Koziół w okresie od 18 lipca 2016 do 20 maja 2017 r. Badania mikro- i makroskopowe dokumentu przeprowadzono w Archiwum, natomiast analizy pobranych próbek zostały

¹⁹ Archiwum zakładowe ANK, znak sprawy: DN.002.6.2014, s. 219–276 („Akt lokacji miasta Krakowa – analiza mikrobiologiczna” – Raport nr 3).

²⁰ Archiwum zakładowe ANK, znak sprawy: DN.002.6.2014, s. 277–282 („Badanie integralności dokumentu Aktu Lokacji Miasta Krakowa z pieczęcią Książęcą Bolesława Wstydlivego” – Raport nr 4).

²¹ Archiwum zakładowe ANK, znak sprawy: DN.002.6.2014, s. 295–298 („Badania integralności dokumentu Aktu Lokacji Miasta Krakowa z pieczęcią Książęcą Bolesława Wstydlivego. Ocena stopnia degradacji kolagenu w pergaminie Aktu Lokacji Miasta Krakowa” – Raport nr 5).

wykonane w Zakładzie Konserwacji Papieru i Skóry Uniwersytetu Mikołaja Kopernika w Toruniu. Wyniki badań zamieszczono w raporcie „Wyniki badań dokumentu lokacyjnego miasta Krakowa wystawionego w 1257 roku” z dnia 20 maja 2017 r.²² (dalej: Raport nr 6).

Wyniki badań dokumentu – technika wykonania, stan zachowania

1. Podłoże pergaminowe

Pergamin wykonany jest ze skóry cielęcej²³, jego grubość bez podklejeń wynosi od 0,2 do 0,3 mm²⁴. Pergamin jest dobrze odwłoszony, obustronnie wyszlifowany w obróbce mechanicznej. Pierwotnie było do niego dowiezionych pięć pieczęci woskowych, obecnie z dokumentem połączone są tylko dwie pieczęcie zewnętrzne. Po dwóch pieczęciach zachowane są tylko wiązadła. Po pieczęci wystawcy dokumentu (w centralnej części zakładki) pozostało rozdarcie i ubytek pergaminu. Dokument pierwotnie był złożony na kilka części, obecnie jest rozprostowany z zachowanymi śladami dawnych zagięć (trzy linie pionowe, dwie poziome). Pergamin jest pofalowany z kilkucentymetrowymi odkształceniami od płaszczyzny. Na jego powierzchni zarejestrowano obecność żelatynowych produktów degradacji, stan włókien oceniono jako dostatecznie dobry. Lico i odwrocie pergaminu są zakurzone, występują zabrudzenia powierzchni, miejscowe zaplamienia oraz rdza. Najbardziej zabrudzone są brzegi oraz środkowy fragment zakładki. Bardzo brudny jest tył pergaminu, zwłaszcza powierzchnia pomiędzy łątami. W przeprowadzonych badaniach nie wykluczono, że w przeszłości odwrocie było powierzchniowo przetarte substancją uczytelniającą niewidoczne zapisy atramentowe. Na odwrocie pergaminu występują dawne naprawy, tj. trzy łąty pergaminowe, różnej wielkości, naklejane w celu wzmocnienia pergaminu oraz scalenia rozległych rozdarć, pęknięć i ubytków. Dawne naprawy przyczyniły się do miejscowego usztywnienia oraz deformacji

²² Archiwum zakładowe ANK, znak sprawy: DN.002.6.2014, s. 315–564 („Wyniki badań dokumentu lokacyjnego miasta Krakowa wystawionego w 1257 roku” – Raport nr 6).

²³ Badanie genetyczne pochodzenia pergaminu przeprowadzono metodą izolacji DNA i amplifikacji produktów PCR oraz analizy sekwencji mitochondrialnego i genomowego DNA, więcej informacji w Raporcie nr 4, s. 280–281 i w Raporcie nr 5, s. 296.

²⁴ Pomiar pergaminu przeprowadzono ręcznym grubościomierzem papierniczym produkcji Hans Schmidt & Co, o rozdzielczości 0,001 mm, zakresie pomiarowym do 1mm, zasięgu pomiarowym w głąb do 2 cm, więcej informacji w Raporcie nr 1, s. 86.

pergaminu²⁵. Badania mikrobiologiczne pergaminu potwierdziły obecność mikroflory grzybowej i bakteryjnej typowej dla materiałów archiwalnych. Potencjał niszczący części zidentyfikowanych bakterii i grzybów oceniono jako wysoki i mogący w sprzyjających warunkach stanowić zagrożenie procesem biodeterioracji²⁶.

2. Tekst dokumentu

Tekst główny dokumentu (lico pergaminu) naniesiony jest atramentem żelazo-garbnikowym²⁷. W zbadanych miejscach linii atramentowych nie stwierdzono obecności jonów żelaza Fe (II), na powierzchni atramentów nie zaobserwowano obecności wysoleń. Barwę atramentów określono jako ciemnobrązową i brązową, litery jasnobrązowe występują rzadko. Powierzchnia zapisów atramentowych jest zakurzona i zabrudzona, stan zachowania liter jest różny. Na tekście zaobserwowano miejscowe zmechacenie w obszarze liter oraz punktowe odpryśnięcia atramentu z pozostawioną warstwą wsiąkniętą w pergamin. W badaniach nie zaobserwowano przebijania atramentów na drugą stronę podłoża pergaminowego²⁸. W badaniach dopisków występujących na odwrociu pergaminu (w centralnej części pomiędzy łatami środkową i prawą) stwierdzono, że zostały naniesione atramentem o innym składzie chemicznym niż tekst główny dokumentu (atrament może zawierać dodatek barwnika, pigmentu, kationu metalu innego

²⁵ Badania pergaminu przeprowadzono z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) 1430 VP LEO Electron Microscopy Ltd, mikroskopu Nikon Optiphot 2, aparatu cyfrowego Canon EOS DIGITAL REBEL Xsi (promiennik podczerwieni emitujący promieniowanie o długości 860 nm), lampy UV-A U Philips Blacklight Blue PL-S 9W BLB/4P ICT, więcej informacji w Raporcie nr 6, s. 337–382.

²⁶ Badanie przeprowadzono na podstawie analizy materiału pobranego z powierzchni obiektu przy pomocy jałowych wymazówek oraz taśmy Fungi Tape (Thermo Fisher, USA), materiał posiano na podłoża MEA i agar Sabourauda z glukozą SGA oraz podłoże kazeino-sojowe TSA, grzybowe DNA izolowano zestawem NucleoSpin®Plant II (Macherey-Nagel GmbH & Co. KG, Germany), więcej informacji w Raporcie nr 3, s. 223–241.

²⁷ Badanie przeprowadzono z wykorzystaniem ręcznego spektrometru fluorescencji rentgenowskiej (XRF) model Tracer III SD, więcej informacji w Raporcie nr 1, s. 75–77, oraz paskami PELL (Indicatorpaper for iron (II) ions) i obserwacji pod mikroskopem stereoskopowym Opta-Tech oraz w świetle analitycznym VIS, UV-A, IR, więcej informacji w Raporcie nr 6, s. 383–401.

²⁸ Raport nr 6, s. 383.

niż żelazo, w szczególności siarczaniu żelaza)²⁹. Badanie światłotrwałości tekstu głównego dokumentu przeprowadzone na literach o różnym stopniu stężenia atramentu wykazało stabilność chemiczną atramentu³⁰.

3. Dawne naprawy pergaminu

Naprawy występujące na odwrociu pergaminu zostały wykonane przy użyciu łąt z pergaminu cielęcego lub bydłęcego. Na powierzchni łąt widoczne są pozostałości ciemnej okrywy włosowej. Naprawy zostały przyklejone do pergaminu za pomocą kleju skrobiowego. W badaniu stwierdzono, że przed wykonaniem napraw pergamin był najprawdopodobniej zdublowany na płótno, w warstwie kleju zidentyfikowano resztki włókien po usunięciu w przeszłości płótnie³¹. W przeprowadzonych badaniach dawnych napraw od strony kleju skrobiowego nie stwierdzono obecności mikroorganizmów³².

4. Pieczęcie woskowe

Pieczęcie kasztelana i wojewody krakowskiego wykonane są z wosku pszczelego. Pieczęć kasztelana zabarwiona jest pigmentem zielonym, najprawdopodobniej miedzianką, natomiast pieczęć wojewody pigmentem zielono-niebieskim (w masie woskowej badanej próbki wykryto pierwiastki, których nie zinterpretowano w badaniu). Pieczęć Bolesława Wstydlivego wykonana jest z wosku pszczelego niepodbarwionego (w masie woskowej zidentyfikowano obecność wapnia, co może świadczyć o dodatku węgla wapnia lub obecności zanieczyszczeń). W przeprowadzonych badaniach pieczęci kasztelana i wojewody zidentyfikowano uszkodzenia mechaniczne, w tym ubytki oraz częściowe rozwarstwienie misy. W pieczęci kasztelana zaobserwowano nierówne zabarwienie masy woskowej pigmentem oraz tworzenie się rozwarstwień i obecność mikroskopowych drobinek

²⁹ Badania przeprowadzono metodą obserwacji w świetle analitycznym UV-A, IR, Raport nr 6, s. 383 i 395.

³⁰ Badanie odporności na starzenie światłem przeprowadzono mikrofedometrem z wykorzystaniem wzorca niebieskiej wełny (*Blue Wool Standard No. 1*, BWS 1), po 400 sekundach testu ΔE dla BWS 1 wynosi 8, dla ciemnej linii atramentowej $\Delta E=0,4$, dla jasnej linii $\Delta E=1,2$, więcej informacji w Raporcie nr 1, s. 84–86.

³¹ Badania przeprowadzono z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM), obserwacji pod mikroskopem optycznym w świetle przechodzącym i odbitym, w świetle analitycznym VIS, UV-A, IR oraz w badaniu mikroreakcji chemicznej próbki z czernią amidową 10B, płynem Lugola na obecność skrobi, z aluminium na obecność jonów AL^{3+} , więcej w Raporcie nr 6, s. 403–430.

³² Raport nr 6, s. 403.

(dodatków do wosku lub zanieczyszczeń). W badanej próbce wosku pieczęci wojewody stwierdzono obecność mikroorganizmów (grzybów pleśniowych). Stan zachowania pieczęci Bolesława Wstydlivego oceniono jako zły. Pieczęć jest pęknięta przez całą jej średnicę, detal odcisku pieczętnego jest zatarty, występują ubytki oraz rozwarstwienia masy woskowej. W badaniu zidentyfikowano powierzchnię krystalizację składników masy, liczne przebarwienia oraz pozostałości kolonii grzybów. Na powierzchni misy (w strukturze masy woskowej) zaobserwowano drobinki substancji niezidentyfikowanej w badaniu³³.

5. Wiązadła pieczętne

Wszystkie wiązadła pieczętne dowiązane do dokumentu (dwa zewnętrzne z pieczęciami oraz dwa środkowe bez pieczęci), jak również wiązadło pieczęci luźnej Bolesława Wstydlivego wykonane są z nici jedwabnych³⁴. Wszystkie nici były barwione prawdopodobnie za pomocą korzenia marzanny barwierskiej (*Rubicatinctorum*). W przeprowadzonych badaniach określono kolor nici wiązadeł pieczętnych przewleczonych przez pergamin oraz fragmentu sznura zachowanego luzem (nitki barwy złotej, pomarańczowej, bordowej)³⁵ oraz kolor nici sznura pieczęci Bolesława Wstydlivego (czerwony)³⁶. Z przeprowadzonych badań wynika, że barwniki zastosowane do barwienia nici zostały osadzone na związkach wapnia. Należy

³³ Badania pieczęci przeprowadzono z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) z detektorem EDX, spektrometru FTIR IR ALPHA z przystawką ATR, analizatora termicznego TG/DSC-STA 6000 oraz mikroskopu optycznego Nikon Optiphot 2, więcej informacji w Raporcie nr 6, s. 431–506.

³⁴ Identyfikację mikroskopową włókien przeprowadzono na podstawie obserwacji budowy morfologicznej w mikroskopie optycznym, więcej informacji w Raporcie nr 6, s. 541.

³⁵ Badanie przeprowadzono z wykorzystaniem układu chromatograficznego HPLC z jednowiązkowym detektorem spektrofotometrycznym UV-Vis, Agilent 1220 Series i 1200 VWD, spektrometru mas ESI QqQ MS, Agilent 6460 Triple Quad LC/MS. Identyfikacja koloru nici: pieczęć kasztelana – kolor pomarańczowo-łososiowy, fragment sznura oderwanego od pieczęci kasztelana pomarańczowo-złoty, kolor nici pierwszego wiązadła bez pieczęci czerwono-pomarańczowy i żółto-zielonkawy cieniowany na pomarańczowo, drugiego wiązadła bez pieczęci czerwono-łososiowo-pomarańczowo-ciemnożółty i jasnożółty, pieczęci wojewody krakowskiego brązowo-żółto-pomarańczowy, więcej informacji w Raporcie nr 2, s. 143, 151, 159, 169, 175, 185, 191.

³⁶ Raport nr 2, s. 201.

przypuszczać, że do osadzenia barwnika (jako zaprawy) użyto siarczanu glinowo-potasowego³⁷.

6. Analiza mikrobiologiczna

Dokument i jego otoczenie (warunki środowiskowe w magazynie archiwalnym nr 16) poddano ocenie stopnia skażenia mikrobiologicznego i określenia aktywności biodeterioracyjnej pozyskanych izolatów mikroorganizmów. Materiał do badań dokumentu został pobrany za pomocą suchych bawełnianych wymazówek oraz próbek współczesnego pergaminu i papieru pozostawionych przy dokumencie do samoistnej kontaminacji³⁸. Próbkę powietrza pozyskano próbnikiem MAS-100 Eco (Merck). W analizach mikrobiologicznych dokumentu i środowiska zastosowano klasyczne metody hodowlane oraz zaawansowane metody biologii molekularnej polegającej na identyfikacji grzybów i bakterii na podstawie odpowiednio sekwencji ITS oraz 16 sRNA, a także analizie różnorodności taksonów grzybowych metodą Polymerase Chain Reaction-Denaturing Gradient Gel Electrophoresis PCR-DGGE³⁹. W badaniach ilościowych i jakościowych próbek pobranych z dokumentu i fragmentu pergaminu przy pieczęci stwierdzono obecność mikroflory grzybowej i bakteryjnej charakterystycznej dla materiałów archiwalnych i innych obiektów dziedzictwa kulturowego. Pozyskano 27 izolatów bakteryjnych oraz 15 izolatów grzybowych. Przeprowadzono analizę zdolności mikroorganizmów do enzymatycznego rozkładu pergaminu (na podstawie weryfikacji ich zdolności do porostania pergaminu oraz rozkładu żelatyny). Potencjał niszczący części wyizolowanych na pergaminie bakterii i grzybów oceniono jako wysoki, który stanowi potencjalne zagrożenie procesem biodeterioracji. W zbadanym powietrzu ujawniono obecność bakterii na poziomie 405 cfu/m³ oraz grzybów

³⁷ Badania pierwiastków wiązań pieczętnych przeprowadzono z wykorzystaniem metody SEM/EDX i SEM/BSE oraz mikroskopu optycznego Opta-Tech, więcej informacji w Raporcie nr 6, s. 541.

³⁸ Z pergaminu, pieczęci oraz wiązań pobrano próbki wymazowe przy pomocy klasycznych wymazówek celulozowych i komercyjnych (zastosowano materiały różniące się stopniem adhezji) oraz materiał pozyskany po samoistnej trzymiesięcznej kontaminacji sterylnych próbek pergaminu i papieru, więcej informacji w Raporcie nr 3, s. 219.

³⁹ Reakcja łańcuchowa polimerazy w połączeniu z elektroforezą w gradiencie denaturacji, dzięki której możliwe jest pozyskanie struktury genotypowej biocenozy na podstawie analizy różnic w wybranych sekwencjach genomu, więcej informacji w Raporcie nr 3, s. 222–242.

na poziomie 43 cfu/m³⁴⁰. W podsumowaniu wyników badań podkreślono, że aktywność enzymatyczna/ metaboliczna zidentyfikowanych mikroorganizmów zależy nie tylko od ich właściwości gatunkowych, ale również od zewnętrznych czynników środowiskowych (temperatury i wilgotności powietrza, pH, czystości powietrza). W celu uniemożliwienia wzrostu i rozwoju mikroorganizmów zalecono podjęcie działań prewencyjnych, zapewniających utrzymanie stałych i właściwych warunków klimatu wewnętrznego oraz prowadzenie kontrolnych badań mikrobiologicznych.

7. Badania integralności pieczęci Bolesława Wstydlivego z dokumentem

Celem badań było potwierdzenie lub obalenie hipotezy dotyczącej pierwotnego, integralnego związku fragmentu pergaminu zachowanego przy pieczęci książęcej z dokumentem. Badania były prowadzone w dwóch etapach. W pierwszym przeprowadzono wstępną identyfikację materiałową oraz badania porównawcze z wykorzystaniem indeksu jakości pergaminów (*Parchment Quality Index*), w drugim wykonano zasadnicze badania integralności z wykorzystaniem technik genetycznych. Badania były prowadzone na próbkach materiałowych pobranych z fragmentu pergaminu zachowanego przy pieczęci oraz z dokumentu⁴¹. Do wstępnej identyfikacji gatunkowej skóry wykorzystano metodę opartą na identyfikacji kolagenu z wykorzystaniem wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC) oraz analizy spektrometrii mas (MC)⁴². Przeprowadzone badania umożliwiły wstępną identyfikację gatunkową próbek i wskazanie, że w obu przypadkach jest to materiał cielęcy. Indeks jakości pergaminu, wykorzystany do wstępnego badania integralności obiektów, wyznaczano na podstawie pomiaru poziomu deaminacji glutaminy w kolagenie (tj. różnicowania próbek na podstawie analizy wielkości uszkodzeń kolagenu wynikających bezpośrednio z pro-

⁴⁰ Raport nr 3, s. 241.

⁴¹ Próbkę do badań stanowiły tzw. opiłki pergaminowe powstałe w wyniku delikatnego ścierania miękką gumką marginesu dokumentu oraz próbki pergaminu pobrane z centralnej części marginesu zakładki dokumentu i z fragmentu pergaminu zachowanego przy pieczęci książęcej. Wszystkie próbki zostały pobrane przez konserwatorki ANK we współpracy z wykonawcą badań.

⁴² HPLC (ang. *high-performance liquid chromatography*) rozdzielającej białka trawione trypsyną i analizy spektrometrii mas (MS).

cesu obróbki pergaminu)⁴³. Badania porównawcze wskazały, że pergamin próbki pobranej z dokumentu posiada więcej uszkodzeń (wyższy stopień deaminacji glutaminy) niż pergamin próbki pobranej z pergaminu przy pieczeniu, co sugeruje, że dwa pergaminy zostały wytworzone w różnych procesach i prawdopodobnie nie mogły stanowić pierwotnie integralnej całości. Mając na uwadze fakt, że badania nie dały jednak stuprocentowej pewności, że próbki pochodzą ze skór różnych cieląt, przystąpiono do drugiego etapu badań z zastosowaniem metod genetycznych. Decyzję o przeprowadzeniu dalszych badań z wykorzystaniem identyfikacji gatunkowej na podstawie mitochondrialnego i jądrowego DNA oraz analizy polimorficznych krótkich tandemowych powtarzalnych sekwencji (STR)⁴⁴ podjęto ze względu na potrzebę potwierdzenia pochodzenia gatunkowego materiałów oraz specyfikę analizy markerów STR umożliwiającą badanie indywidualnych osobników poprzez stworzenie ich własnego profilu genetycznego. Techniki molekularne coraz częściej są wykorzystywane w badaniach obiektów dziedzictwa kulturowego. W literaturze dostępne są informacje nt. możliwości analizy aDNA izolowanego z zabytkowych pergaminów, skór czy kości⁴⁵.

⁴³ Metoda badawcza opracowana w Katedrze Archeologii Uniwersytetu w Yorku (dane niepublikowane), badania próbek pergaminowych zostały przeprowadzone przy współpracy z dr Sarah Fiddymment, pracownikiem Katedry. Próbki wysokiej jakości *high quality* (posiadają mniej uszkodzeń w kolagenie), próbki niskiej jakości *low quality* (posiadają więcej uszkodzeń w kolagenie).

⁴⁴ STR – ang. *short tandem repeat*.

⁴⁵ Ceiridwen J. Edwards, David E. MacHugh, Keith M. Dobney, Louise Martind, Nerissa Russel, Liora K. Horwitz, *Ancient DNA analysis of 101 cattle remains: limits and prospects*, "Journal of Archaeological Science" 2004, vol. 31 (6), s. 695–710, DOI:10.1016/j.jas.2003.11.001; Nikos Poulakakis, Agamemnon Tselikas, Ioannis Bitsakis, Moysis Mylonas, Petros Lymberakis, *Ancient DNA and the genetic signature of ancient Greek manuscripts*, "Journal of Archaeological Science" 2007, vol. 34 (5), s. 675–680, DOI: 10.1016/j.jas.2006.06.013; Domenico Pangallo, Katarina Chovanova, Alena Makova, *Identification of animal skin of historical parchments by polymerase chain reaction (PCR)-based methods*, "Journal of Archaeological Science" 2010, vol. 37 (6), s. 1202–1206, DOI: 10.1016/j.jas.2009.12.018; Margaret E. Newman, Jillian S. Parboosingh, Peter J. Bridge, Howard Ceri, *Identification of archaeological animal bone by PCR/DNA analysis*, "Journal of Archaeological Science" 2002, vol. 29 (1), s. 77–88, DOI: 10.1006/jasc.2001.0688; Mim A. Bower, Michael G. Campana, Caroline Checkley-Scott, Barry Knight, Christopher J. Howe, *The potential for extraction and exploitation of DNA from parchment: a review of the opportunities and hurdles*, "Journal of the Institute of Conservation" 2010, vol. 33 (1), s. 1–11, DOI: 10.1080/19455220903509937; Scott R. Woodward, Gila Kahila, Patricia

Biologia molekularna nie tylko poszerza zakres badań historycznych, ale coraz częściej staje się kluczowym narzędziem w rozwiązywaniu niewyjaśnionych problemów badawczych. Należy zaznaczyć, że badania integralności dokumentu lokacyjnego miasta Krakowa z fragmentem pergaminu zachowanym przy pieczęci luźnej Bolesława Wstydliwego z wykorzystaniem technik biologii molekularnej były w Polsce rozwiązaniem innowacyjnym i wymagającym wielu dodatkowych badań i przygotowań. W pracach przygotowawczych została opracowana czuła i wydajna metoda do izolacji materiału DNA z pergaminu. Badania początkowo obejmowały poszukiwanie metod izolacji DNA z próbek współczesnego pergaminu, następnie prowadzono badania na różnych próbkach z historycznych obiektów⁴⁶. Jednak, pomimo opracowania zadawalającej techniki izolacji materiału genetycznego z testowych pergaminów, badania docelowe projektu wymagały zastosowania dodatkowej procedury oczyszczania i amplifikacji pozyskanego materiału genetycznego. Wykonane w pierwszej kolejności analizy sekwencji produktów PCR⁴⁷ dla uniwersalnych starterów cytochromu b pozwoliły na identyfikację gatunkową obu badanych próbek pergaminowych oraz na potwierdzenie, że są to skóry bydlęce z prawdopodobieństwem 99% (dla fragmentu pergaminu przy pieczęci książęcej) i 86% (dla dokumentu). Na podstawie uzyskanych wyników badań przystąpiono do dalszych analiz próbek pod kątem bydlęcego DNA. Przeprowadzono identyfikację gatunkową z wykorzystaniem specyficznych starterów dla bydlęcego mitochondrialnego DNA. Wyniki sekwencjonowania potwierdziły, że próbka pobrana z fragmentu pergaminu zachowanego przy pieczęci książęcej jest wykonana ze skóry bydlęcej (poziom identyfikacji 99,1%), próbka pobrana z dokumentu lokacyjnego jest także wykonana ze skóry bydlęcej (poziom identyfikacji

Smith, Charles Greenblatt, Joe Zias, Magen Broshi, *Analysis of Parchment Fragments from the Judean Desert Using DNA Techniques*, [w:] *Current Research and Technological Developments on the Dead Sea Scrolls*, eds. Donald W. Parry, Leiden 1996, s. 215–238, DOI:10.1163/9789004350229_012; Joachim Burger, Susanne Hummel, Bernard Herrmann, *Palaeogenetics and cultural heritage. Species determination and STR-genotyping from ancient DNA in art and artefacts*, “*Thermochimica Acta*” 2000, vol. 365 (1–2), s. 141–146.

⁴⁶ Badania zostały opublikowane w artykule Tomasz Lech, *Ancient DNA in historical parchments – identifying a procedure for extraction and amplification of genetic material*, “*Genetics and Molecular Research*” 2016, s. 1–9, DOI: 10.4238/gmr.15028661.

⁴⁷ PCR – ang. *polymerase chain reaction*.

98,5%)⁴⁸. Zarówno analiza sekwencji uniwersalnych dla cytochromu b, jak i sekwencji gatunkowo specyficznych dla mitochondrialnego DNA ujawniły, że próbki pobrane z dokumentu i fragmentu pergaminu przy pieczęci są wykonane z materiału bydłęcego. Natomiast kluczowym rozwiązaniem w badaniu integralności fragmentu pergaminu zachowanego przy pieczęci książęcej z pergaminem dokumentu lokacyjnego była analiza polimorficznych krótkich tandemowych powtarzalnych sekwencji genetycznych (STR) pozwalająca na stworzenie unikalnego profilu genetycznego jednostki poprzez identyfikację zmienności w krótkich sekwencjach DNA⁴⁹. Sam wybór odpowiedniej sekwencji był poprzedzony dogłębną analizą literatury oraz wieloma konsultacjami z ekspertami z Instytutu Zootechniki Państwowego Instytutu Badawczego w Balicach oraz Instytutu Ekspertyz Sądowych w Krakowie. Wytypowanie unikalnych sekwencji, a następnie analityczne wyznaczenie warunków amplifikacji sekwencji starterowych było procesem złożonym i czasochłonnym. Produkty dla każdego markera otrzymywano w osobnej reakcji, żeby precyzyjnie dostosować warunki reakcji dla każdej pary starterów. Optymalizacja warunków PCR jest szczególnie ważna przy amplifikacji trudnych i krótkich sekwencji, a w prowadzonym procesie badawczym dodatkowym wyzwaniem był mocno zdegradowany materiał genetyczny. Zastosowanie odpowiednich warunków PCR umożliwia otrzymanie specyficznych produktów i minimalizuje możliwości pojawienia się produktów niespecyficznych, co w prowadzonych badaniach udało się osiągnąć. Ponadto, aby ograniczyć ryzyko kontaminacji próbek, podjęto rygorystyczne środki bezpieczeństwa i higieny, wszystkie prace z materiałem genetycznym były prowadzone w rękawiczkach, maseczkach, czepkach oraz fartuchach ochronnych. Każdorazowo przed przystąpieniem do izolacji błaty robocze oraz pomieszczenia laboratoryjne były dokładnie czyszczone i dezynfekowane. W laboratoriach, w których prowadzono ekstrakcję DNA nigdy wcześniej nie pracowano z bydłym materiałem genetycznym.

⁴⁸ Zarówno analiza sekwencji uniwersalnych dla cytochromu b, jak i dla sekwencji gatunkowo specyficznych dla mitochondrialnego DNA ujawniły, że obydwie badane próbki są wykonane z materiału bydłęcego.

⁴⁹ Standardowo analizy STR są stosowane np. w medycynie, weterynarii, kryminalistyce i sądownictwie, gdzie m.in. pozwalają na weryfikację rodzicielstwa, sprawdzanie rodowodów zwierząt czy badania śladów biologicznych. Natomiast w przypadku badań historycznych możliwa jest identyfikacja osobników, rekonstrukcja rodowodów oraz dostarczenie cennych informacji na temat populacji i ewolucji danego gatunku.

W celu uniknięcia możliwości kontaminacji próbek materiału genetycznego izolowanego z próbek pobranych z dokumentu i fragmentu pergaminu przy pieczęci, najbardziej newralgiczne etapy badań rozdzielono w czasie i przestrzeni – badania były prowadzone w dwóch różnych placówkach badawczych, tj. Laboratorium Genetycznym Katedry Mikrobiologii Uniwersytetu Ekonomicznego w Krakowie oraz Pracowni Biologii Molekularnej Zakładu Genetyki i Ewolucjonizmu Uniwersytetu Jagiellońskiego. W przeprowadzonych badaniach wykorzystano 11 loci STR, a prawidłowe wyniki dla obu badanych próbek uzyskano w 9 przypadkach. Wśród 9 markerów, dla których uzyskano prawidłowe produkty, aż 7 markerów różnicowało badane próbki, świadcząc o pochodzeniu badanych pergaminów ze skóry różnych zwierząt. Jednakże należy zaznaczyć, iż badanie kopalnego DNA (ang. *ancient DNA*) jest bardzo trudne i skomplikowane. Materiał genetyczny izolowany z tego typu obiektów jest najczęściej mocno zdegradowany i bardzo podatny na kontaminacje zarówno innym DNA kopalnym, jak i DNA współczesnym. Dlatego też pomimo wykazania braku kontaminacji w niniejszych badaniach, otrzymane wyniki należy rozpatrywać jako wysoce prawdopodobne, ale zachować w sferze wnioskowania⁵⁰.

Dokumentacja fotograficzna, cyfrowe kopie zabezpieczające dokumentu

Dokumentacja fotograficzna dokumentu w świetle widzialnym i analitycznym⁵¹ została sporządzona przez dr. hab. T. Łojewskiego. Zarejestrowano 70 zdjęć lica pergaminu o wysokiej skali powiększenia (10x), 6 zdjęć odwrocia, 20 makrofotografii w świetle analitycznym. Fotografie doku-

⁵⁰ Całość badań została opublikowana w artykule Tomasz Lech, *A Discovered Ducal Seal Does Not Belong to the Incorporation Charter for the City of Krakow Solving the Mystery Using Genetic Methods*, “PLOS ONE” 2016, s. 1–12, DOI:10.1371/journal.pone.0161591.

⁵¹ Fotografie w świetle widzialnym zostały wykonane aparatem fotograficznym Fujifilm X-E1 o rozdzielczości 16 megapikseli, z obiektywem stałogniskowym Zeiss Planar 50/1.4, rozmiar zarejestrowanych obrazów cyfrowych wynosi 4896x3264 pikseli. Fotografie w podczerwieni wykonano aparatem Nikon D80 z filtrem Cokin 89 Infra-Red (50% transmisji dla fali o długości powyżej 720 nm, jako oświetlacza użyto reflektorów z podczerwonymi diodami LED o długości fali 850 i 940 nm). Fotografie w świetle ultrafioletowym wykonano aparatem Fujifilm X-E2 z lampą UV o długości 365 nm. Obróbkę wybranych zdjęć w świetle podczerwonym wykonano przy użyciu programu *Machinery* do tworzenia zdjęć z wysokiej rozpiętości tonalnej, HDR.

mentują stan zachowania dokumentu, poza tym uwidoczniły trudno czytelne i ukryte pod naprawami elementy tekstu. W celu zachowania wierności z oryginałem wygenerowane pliki cyfrowe nie zostały poddane obróbce. Cyfrowo obrobione zostały tylko fotografie wykonane w świetle podczerwonym w celu uwidocznienia detalu i podkreślenia uszkodzeń pergaminu. Cyfrowa kopia zabezpieczająca dokumentu została wykonana w pracowni digitalizacyjnej Archiwum na skanerze SMA ScanMaster 1 w rozdzielczości 600 PPI⁵² przez laboranta ds. digitalizacji Iwonę Pilucik. Dokumentacja fotograficzna została również sporządzona z przebiegu badań dokumentu w siedzibie Archiwum. Konserwatorka A. Seweryn zarejestrowała przebieg prac z dokumentem (wyjmowanie z gabloty, zabezpieczanie, stabilizacja pieczęci, pobór i identyfikacja próbek itp.) oraz prace Zespołu projektowego (mikro- i makroobserwacje dokumentu, prezentacje).

Zakończenie

Pierwszy projekt badawczy dokumentu lokacyjnego miasta Krakowa przeprowadzony w latach 2013–2017 został zakończony. Założenia badawcze Zespołu projektowego zostały zrealizowane, uzyskane wyniki badań odpowiedziały na postawione pytania. W części konserwatorskiej projektu dokument został rozpoznany pod względem techniki wykonania i mechanizmów powstałych zniszczeń, jego stan zachowania określono jako stabilny. Potencjał badawczy dokumentu jest nadal otwarty. Zespół wskazał konieczność kontynuacji badań w kierunku technologicznym oraz stanu zachowania. Pojawiające się na rynku nowoczesne techniki badawcze, w tym obrazowania cyfrowego, stwarzają możliwość przeprowadzenia badań uzupełniających z zastosowaniem technik nieinwazyjnych. Wskazane obszary badań dotyczą budowy strukturalnej pergaminu, pogłębionej oceny stanu zachowania, przeprowadzenia analizy, wartościowania dokumentu, oceny wpływu klimatu pasywnego na stan zachowania oraz dyskusji nt. konserwacji dokumentu i możliwości jego przechowywania w środowisku beztlenowym. Sformułowane pytania będą kierowane zarówno do członków Zespołu, jak również do innych naukowców specjalizujących się w konserwacji i badaniach dokumentów pergaminowych.

W części historycznej projektu celem przeprowadzonych badań materiałowych było sprawdzenie, czy fragment pergaminu zachowany przy luźnej

⁵² <https://www.szukajwarchiwach.gov.pl/jednostka/-/jednostka/30189150>.

pieczęci Bolesława Wstydliwego stanowi brakującą część podłoża pergaminowego dokumentu. Uzyskane przez naukowców wyniki zarówno wstępnych badań identyfikacji materiałowej, jak również szczegółowych badań za pomocą technik genetycznych wykazały, że oba pergaminy wykonane są ze skóry bydłowej, ale pochodzą ze skór różnych osobników. Zastosowane w projekcie innowacyjne badania genetyczne odegrały kluczową rolę w weryfikacji integralności historycznego dokumentu z fragmentem pergaminu zachowanym przy pieczęci luźnej, co podkreśla ich znaczenie jako nowoczesnego narzędzia w dziedzinie ochrony dziedzictwa kulturowego. Przeprowadzone badania pozwalają na uznanie, że odnaleziona pieczęć nigdy nie stanowiła integralnej części dokumentu lokacyjnego, jednak należy mieć na uwadze kopalny charakter materiału genetycznego użytego do badań. Inaczej byłoby w sytuacji, kiedy badania dotyczyłyby próbek współczesnego materiału genetycznego, czy wręcz „świeżego”, wówczas mogliśmy mówić o pewności w zakresie uzyskanych wyników. Rozwijająca się nauka i postęp technologiczny otwierają kolejne możliwości badawcze do weryfikacji autentyczności i integralności obiektów z wykorzystaniem jeszcze bardziej czułych i precyzyjnych narzędzi badawczych niż te dostępne w czasie prowadzonych badań i opisanych w niniejszym artykule.

BIBLIOGRAFIA

Źródła rękopiśmienne

Archiwum Narodowe w Krakowie

Zbiór dokumentów pergaminowych, sygn. 29/657/2.

Zbiór luźnych pieczęci, sygn. 29/1597/111.

Zbiór fotograficzny, sygn. 29/670/6489.

Archiwum zakładowe Archiwum Narodowego w Krakowie

Znak sprawy: DN.002.1.2013, DN.002.6.2014.

Wydawnictwa źródłowe

Krakau dokumente zur stadtdgeschichte. Krakau: Herausgegeben Vom Stadthauptmann Der Stadt Krakau, 1942.

Piekosiński Franciszek: *Kodeks dyplomatyczny miasta Krakowa*. T. 1. Kraków: Nakładem Akademii Umiejętności Krakowskiej, 1879.

Opracowania

Berska Barbara: *Prezentacja aktu lokacyjnego miasta Krakowa z 1257 roku*. „Krakowski Rocznik Archiwalny” 2013, t. 19, s. 161–162.

- Berska Barbara: *Zabezpieczenie aktu lokacyjnego miasta Krakowa, jednego z najcenniejszych dokumentów z zasobu Archiwum Narodowego w Krakowie*. „*Krakowski Rocznik Archiwalny*” 2013, t. 19, s. 163.
- Bower Mim A., Campana Michael G., Checkley-Scott Caroline, Knight Barry, Howe Christopher J.: *The potential for extraction and exploitation of DNA from parchment: a review of the opportunities and hurdles*. “*Journal of the Institute of Conservation*” 2010, vol. 33 (1), s. 1–11. DOI: 10.1080/19455220903509937.
- Edwards Ceiridwen J., MacHugh David E., Dobney Keith M., Martind Louise, Russel Nerissa, Horwitz Liora K. et al.: *Ancient DNA analysis of 101 cattle remains: limits and prospects*. “*Journal of Archaeological Science*” 2004, vol. 31 (6), s. 695–710. DOI:10.1016/j.jas.2003.11.001.
- Follprecht Kamila: *Pamięć miasta. Archiwum w dziejach Krakowa*. „*Rocznik Krakowski*” 2021, t. 87, s. 119–133. DOI: 10.36123/RK.2021.87.06.
- Follprecht Kamila, Zięba Karolina, Ząbczyński Paweł: *Na drodze do współczesności. Archiwum Narodowe w Krakowie: Ludzie – Miejsca – Praca 1878–2021*. Kraków: Archiwum Narodowe w Krakowie, 2021.
- Jelonek-Litewka Krystyna: *Czy odnaleziona pieczęć Bolesława Wstydliwego jest pieczęcią oderwaną od aktu lokacyjnego miasta Krakowa?* „*Krakowski Rocznik Archiwalny*” 2003, t. 9, s. 31–38.
- Lech Tomasz: *A Discovered Ducal Seal Does Not Belong to the Incorporation Charter for the City of Krakow Solving the Mystery Using Genetic Methods*. “*PLOS ONE*” 2016, s. 1–12. DOI:10.1371/journal.pone.0161591.
- Lech Tomasz: *Ancient DNA in historical parchments – identifying a procedure for extraction and amplification of genetic material*. “*Genetics and Molecular Research*” 2016, s. 1–9. DOI: 10.4238/gmr.15028661.
- Newman Margaret E., Parboosingh Jillian S., Bridge Peter J., Ceri Howard: *Identification of archaeological animal bone by PCR/DNA analysis*. “*Journal of Archaeological Science*” 2002, vol. 29 (1), s. 77–88. DOI: 10.1006/jasc.2001.0688.
- Pangallo Domenico, Chovanova Katarina, Makova Alena: *Identification of animal skin of historical parchments by polymerase chain reaction (PCR)-based methods*. “*Journal of Archaeological Science*” 2010, vol. 37 (6), s. 1202–1206. DOI: 10.1016/j.jas.2009.12.018.
- Poulakakis Nikos, Tselikas Agamemnon, Bitsakis Ioannis, Mylonas Moysis, Lymberakis Petros: *Ancient DNA and the genetic signature of ancient Greek manuscripts*. “*Journal of Archaeological Science*” 2007, vol. 34 (5), s. 675–680. DOI: 10.1016/j.jas.2006.06.013.
- Woodward Scott R., Kahila Gila, Smith Patricia, Greenblatt Charles, Zias Joe, Broshi Magen: *Analysis of Parchment Fragments from the Judean Desert Using DNA Techniques*. W: *Current Research and Technological Developments on the Dead Sea Scrolls*. Eds. Parry Donald W. Leiden: Brill, 1996, s. 215–238. DOI: 10.1163/9789004350229_012.
- Wyrozumska Bożena: *Dwa wielkie przywileje średniowiecznego Krakowa*. Kraków: Oficyna Cracovia Agencja Publicystyczno-Wydawnicza Opress, 1994.
- Wyrozumska Bożena: *Przywileje ustanawiające gminy miejskie wielkiego Krakowa (XIII–XVIII wiek)*. Kraków: Towarzystwo Miłośników Historii i Zabytków Krakowa, 2007.

AUTORZY:

Małgorzata Bochenek – mgr historii, absolwentka studiów podyplomowych Politechniki Krakowskiej na Wydziale Konserwacji Zabytków Instytutu Historii Architektury oraz na Wydziale Chemii Uniwersytetu Jagiellońskiego w Krakowie w zakresie Nowoczesnych Technic Analitycznych dla Konserwacji Obiektów Zabytkowych. Od 1998 r. pracuje w Archiwum Narodowym w Krakowie, od 2012 r. kieruje oddziałem ds. konserwacji i zabezpieczania zasobu archiwalnego. W pracy zawodowej uczestniczy w ogólnopolskich projektach naukowo-badawczych, współpracuje z instytucjami kultury, pracuje w zespołach konserwatorskich. Jest autorką wystąpień konferencyjnych, szkoleń oraz publikacji w zakresie zabezpieczania archiwaliów. Specjalizuje się w profilaktyce konserwatorskiej oraz długoterminowym przechowywaniu zasobu archiwalnego; e-mail: mbochenek@ank.gov.pl.

Tomasz Lech – profesor nadzwyczajny, doktor habilitowany nauk ekonomicznych, doktor nauk biologicznych, ceniony naukowiec z bogatym doświadczeniem zdobytym w wiodących polskich i zagranicznych ośrodkach naukowo-badawczych. Autor i współautor wielu publikacji naukowych, które skupiają się na badaniach mikrobiologicznych i genetycznych dotyczących zbiorów dziedzictwa kulturowego. Ponadto kierownik i wykonawca licznych projektów badawczych oraz ekspertyz związanych z zagrożeniami mikrobiologicznymi obiektów dziedzictwa kulturowego, ich zabezpieczaniem oraz warunkami przechowywania. Jego zainteresowania naukowe koncentrują się na identyfikacji zagrożeń mikrobiologicznych towarów przy użyciu innowacyjnych metod biologii molekularnej oraz poszukiwaniu sposobów ich eliminacji. Dzięki swojej wszechstronnej wiedzy i doświadczeniu przyczynia się znacząco do ochrony i zachowania dziedzictwa kulturowego, łącząc nauki biologiczne z praktycznymi zastosowaniami w dziedzinie konserwacji i ochrony zabytków; e-mail: tomasz.lech@wsz.pl.

AUTHORS:

Małgorzata Bochenek – MA in history, graduate of postgraduate studies at the Krakow University of Technology in the Faculty of Monument Conservation of the Institute of the History of Architecture as well as at the Faculty of Chemistry of Jagiellonian University in the field of Modern Analytical Techniques for the Conservation of Historic Objects. Since 1998 she has worked in the National Archives in Krakow, and since 2012 has directed the department for conservation and protection of archival resources. In her professional work, she participates in nationwide scientific and research projects, cooperates with cultural institutions, and works in conservation teams. She is the author of conference speeches, training programs, and publications on safeguarding archives. She specialises in preventive conservation and long-term storage of archival materials; e-mail: mbochenek@ank.gov.pl.

Tomasz Lech – associate professor, Ph.D. in economic sciences, Ph.D. in biological sciences, a valued scientist with extensive experience gained in leading Polish and foreign scientific and research centres. Author and co-author of many scientific publications that focus on microbiological and genetic research into cultural heritage collections. Director and contractor of numerous research projects and expert's opinions concerning micro-

biological threats to cultural heritage objects, their protection and storage conditions; research interests: identification of microbiological threats to goods using innovative molecular biology methods and searching for ways to eliminate them. Owing to his comprehensive knowledge and experience, he contributes significantly to the protection and preservation of cultural heritage, combining biological sciences with practical applications in the field of conservation and protection of monuments; e-mail: tomasz.lech@wsz.pl.