

Arkeologiska forskningslaboratoriet
Uppdragsrapport 24

Lipidanalys av Neolitiska keramikskärvor från Glamilders, Åland.

Ludvig Pappmehl-Dufay, 2005

Metodbeskrivning

Totalt fem krukskärvor från Glamilders har analyserats med avseende på bevarade absorberade fettrester i keramikgodset. Analyserna utfördes på Arkeologiska Forskningslaboratoriet vid Stockholms universitet under hösten och vintern 2004-2005. Beroende på respektive skärvas storlek togs mellan 1,5 och 2,7 gram keramikpulver från varje skärva för analys. Proverna togs med en kakelfräs vid låga varvtal, och pulvret samlades upp i aluminiumfolie. Själva provtagningen föregicks av att den yttersta millimetern på skärvan slipades bort i syfte att undvika ytlig kontamination, och kakelfräsen tvättades med kloroform mellan varje provtagning/slipning. Proven togs genomgående från kärlets insida. Till proven sattes 10-20 µg internstandard (n-hexatriakontan (C36), Aldrich) kvantitativt. Extraktionen av lipidrester utfördes med kloroform och metanol, 2:1 (v:v), i ultraljudsbad 2 x 15 minuter. Rören centrifugerades i 30 minuter med 3000 varv per minut. De nu klara extrakten överfördes till preparatrör och lösningsmedlet avdunstades med hjälp av kvävgas. De erhållna lipidresterna behandlades med bis(trimetylsilyl)trifluoracetamid med 10% (v) klortrimetylsilan, i ugn vid 70°C i 20 minuter. Överbliven reagens avlägsnades med kvävgas. De derivatiserade proverna löstes i n-hexan, och 1 µl injicerades i GCMS:n.

Analysen utfördes på en HP 6890 Gaskromatograf med en SGE BPX5 kapillärkolonn (15m x 220mm x 0,25mm) av opolär karaktär. Injektionen gjordes *pulsed splitless* (pulstryck 17,6 Psi) vid 325°C via ett *Merlin Microseal™ High Preassure Septum*. Ugnen var temperaturprogrammerad med en inledande isoterm på två minuter vid 50°C. Därefter ökades temperaturen med 10°C per minut till 350°C följt av en avslutande isoterm på 15 minuter. Som bärgas användes helium (He) med ett konstant flöde på 2,0 ml per minut. Gaskromatografen var kopplad till en HP 5973 Masselektiv detektor via ett interface med temperaturen 350°C. Fragmenteringen av separerade föreningar gjordes genom elektronisk jonisering (EI) vid 70 eV. Temperaturen i jonkällan var 230°C. Massfiltret var satt att skanna i intervallet m/z 50-700, vilket ger 2,29 scan/sec, och dess temperatur är 150°C. Insamling och bearbetning av data gjordes på en HP Vectra XM med mjukvaran HP Chemstation ver. A.03.00. Resultaten av analyserna har tolkats i nära samråd med Dr Sven Isaksson, Arkeologiska forskningslaboratoriet, Stockholms universitet.

Analysresultat

GL 1: F87, ÅM 726:9. Stor skärva från mynning-hals-skuldra-buk på fiskbensmöstrat kärl c 19 cm i yttre mynningsdiameter, med låg starkt konkav hals och konvex buk, b-profil. Dekoren utgörs av streckstämplat fiskbensmönster, och på halsen finns även ett koniskt borrhål c 8-9 mm i diameter nedtill. Skärvan har sotig beläggning både på utsidan och på insidan.

Lipidanalysen visade på stora mängder fettrester (1058 µg/g krukskärva). Kvoten stearinsyra/palmitinsyra var omkring 0,23 vilket tyder på marint animaliskt alternativt vegetabiliskt ursprung. Kolesterol, vilket är diagnostiskt för animalier i största allmänhet, kunde inte påvisas, dock ej heller fyosterol eller vaxrester vilket skulle indikera vegetabilier. Närvaron av de två isoprenoida fettsyrororna 4, 8, 12-trimetyltetradekansyra (4, 8, 12-TMTD) och 3, 7, 11, 15-tetrametylhexadekansyra (3, 7, 11, 15-TMHD), talar för att fettrester i provet härstammar från marina djur och fiskar. Närvaron av ω (o-alkylfenyl)fettsyror med 16, 18 och 20 kolatomer, vilket är ett resultat av nedbrytning av fleromättade ω -3-fettsyror, utgör en indikation för upphettning av fett från marina fiskar. Toppen för C18 är här dock något kraftigare än för de båda andra, vilket skulle kunna tyda på att det även finns vegetabiliska oljor i provet. Spår av molekyler från rök och sot finns i form av terpenener (dehdryoabietinsyra, DHA). Kontamination finns i form av ftalater, flyktiga ämnen som

finns bland annat i plast. Den sammantagna tolkningen för detta prov är att skärvan representerar ett kokkärl med rikliga rester av marint animaliskt fett samt eventuellt någon vegetabilisk olja.

GL 2: F30, ÅM 726:10. ”äggkopp”, egentligen liten tunnväggig rundad botten, c 5 mm tjock, härstammandes från ett litet kärl uppskattningsvis c 10 cm i diameter och omkring 10 cm högt. Om dessa mått stämmer faller kärlet inom ramen för den större varianten av så kallade minikärl.

Lipidanalysen visade på mycket små mängder fettrester (0,64 µg/g krukskärva), i princip bara något palmitinsyra samt föroreningar i form av ftalater. Avsaknaden av fett i proven kan möjligen kopplas till kärlets användning, emellertid kan det också bero på att provet härstammar från den nedre delen av kärlet där fett inte nödvändigtvis deponeras vid användning (t.ex. kokkärl).

GL 3: F36, ÅM 726:8. Fiskbensmönstrat (svag kamstämpel) och gropornerat kärl, tjockväggigt och c 16 cm i yttre mynningsdiameter med konkav hals och mjukt s-formad profil, poröst gods.

Lipidanalysen visade på mycket små mängder fettrester (2,0 µg/g krukskärva). Kvoten stearinsyra/palmitinsyra gick pga den ringa mängden palmitinsyra och den totala avsaknaden av stearinsyra inte att beräkna. Terpener (DHA) finns i liten mängd vilket kan härröra från rök eller sot och således möjligen eventuellt indikera användning i samband med eld. Kontamination finns i form av mjukgörare. Tolkningen av provet är p.g.a. den ringa mängden bevarade fettrester osäker, möjligen kan den låga halten i sig säga något om kärlets användning.

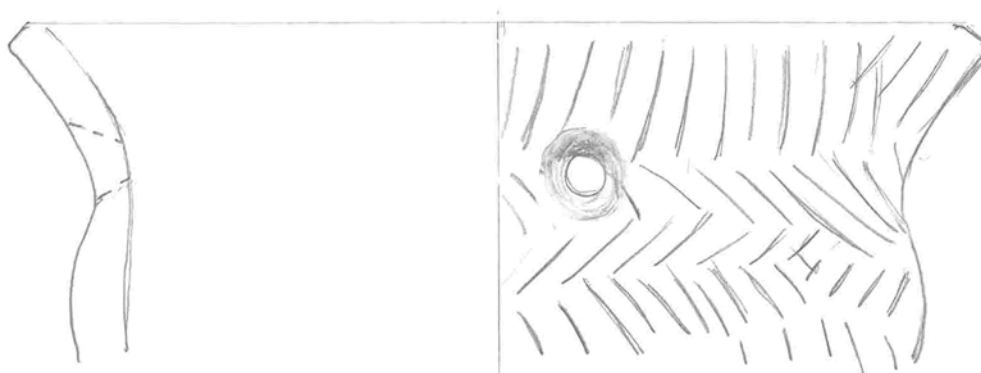
GL4. F? ÅM 726:7. Poröst gods, starkt konvex buk och konkav hals, med dekor av horisontella streck i ett horisontellt fält och under det vertikalt snedställd flertandad stämpel. Största bukdiametern är ca 15 cm. Svart beläggning på insidan.

Lipidanalysen visade på stora mängder fettrester (946,7 µg/g krukskärva). Förutom de nedbrutna fettresterna (fria fettsyror) påvisades även mindre mängder intakta fetter (triacylglyceroler) samt delvis nedbrutet fett (diacylglyceroler), vilket visar att fett brutits ner i krukskärvan och således att fettresterna i provet är gamla. Kvoten stearinsyra/palmitinsyra var 0,41, vilket ligger strax inom gränsen för marint animaliskt alternativt vegetabiliskt fett. Närvaron av kolesterol talar för ett animaliskt ursprung. Även kolestenon identifierades (oxiderat kolesterol). Närvaron av de två isoprenoida fettsyrororna 4, 8, 12-trimetyltetradekansyra (4, 8, 12-TMTD) och 3, 7, 11, 15-tetrametylhexadekansyra (3, 7, 11, 15-TMHD), talar för att fettrester i provet härstammar från marina djur och fiskar. Närvaron av ω (o-alkylfenyl)fettsyror med 16, 18 och 20 kolatomer, vilket är ett resultat av nedbrytning av fleromättade ω -3-fettsyror, utgör en indikation för upphettning av fett från marina fiskar. Varken fytosteroler eller vaxrester påvisades, vilket talar mot ett vegetabiliskt ursprung. Sammantaget blir tolkningen av resultaten att kärlet representerar ett kokkärl med rikliga rester av marint animaliskt fett.

GL5. F8, ÅM726:6. Svagt konvex buk med heltäckande vertikalt snedställd respektive vertikal flertandad stämpel, beläggning på insidan. Största bukdiametern är ca 22 cm.

Lipidanalysen visar på små mängder fett (51,3 µg/g krukskärva). Kvoten stearinsyra/palmitinsyra (0,11) talar starkt för antingen marint animaliskt eller vegetabiliskt ursprung, dock finns inga andra indikationer på marint eller animaliskt fett vilket talar för ett vegetabiliskt ursprung. Inte heller några fyosteroler eller vaxrester kunde emellertid påvisas, vilkas närvaro skulle ha stärkt vegetabilie-

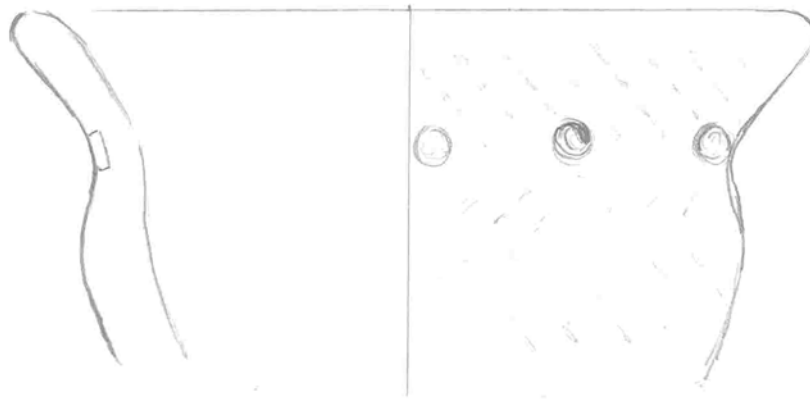
hypotesen. Kontamination finns förutom ftalater även i form av skvalen vilket kan härröra från fingeravtryck. Tolkningen av provet är det innehåller relativt små mängder fettrester av förmodligen vegetabiliskt ursprung.



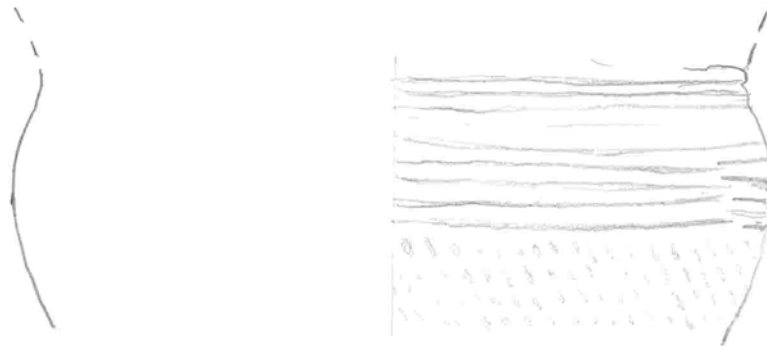
GL 1



GL2



GL3



GL4



GL5

