

(A) = Åpen, kan bestilles fra Universitetet i Stavanger / Arkeologisk museum

(B) = Begrenset distribusjon

(C) = Kan ikke utleveres



Konservering og undersøking
av ovalspenner, bein og
organisk materiale frå båtgrav
S12421, Tjora, gnr. 10,
bnr. 19. Sola kommune,
Rogaland.

AM saksnummer: 07/10560

Journalnummer:

Dato: 03.12.2015

Sidetall: 45

Opplag: 4

Oppdragsgiver: AM

Stikkord: konservering, båtgrav, vikingtid, ovalspenner,
messing, tekstil, menneskebein

Oppdragsrapport 2015/24
Universitetet i Stavanger,
Arkeologisk museum,
Avdeling for fornminnevern

Utgiver:
Universitetet i Stavanger
Arkeologisk museum
4036 STAVANGER
Tel.: 51 83 31 00
Fax: 51 84 61 99
E-post: post-am@uis.no

Stavanger 2015

Konservering og undersøking av ovalspenner, bein og organisk materiale fra båtgrav S12421, Tjora, gnr. 10 bnr. 19. Sola kommune, Rogaland.

Hege Ingjerd Hollund



Universitetet
i Stavanger

Arkeologisk museum

Universitetet i Stavanger Arkeologisk museum OPPDRAGSRAPPORT	RAPPORTNUMMER 2015/24
Universitetet i Stavanger Arkeologisk museum, 4036 Stavanger Telefon: 51832600, fax: 51832699, e-post: post-am@uis.no	TILGANG:
RAPPORT TITTEL Konservering og undersøking av ovalspenner, bein og organisk materiale frå båtgrav S12421, Tjora, gnr. 10 bnr. 19. Sola kommune, Rogaland.	SIDETALL: 45 sider + vedlegg
	OPPLAG: 4
	DATO: 03.12.2015
AM Journalnr SAKSHANDSAMAR: FORFATTAR(AR): Hege I. Hollund	

OPPDRAGS GJEVAR Arkeologisk Museum	OPPDRAGS GJEVERS REF.
REFERAT I 2008 vart det avdekka ei båtgrav frå vikingtid ved utgravingar på Orshaugen, Tjora, Sola kommune. Grava var relativt funn-rik, med restar etter båtnaglar, i tillegg til gravgods som smykke og reiskapar av jern, koparlegering, glas og stein, inkludert eit sett typiske ovalspenner frå 800-talet. Metallet var sterkt korrodert, men ovalspennene var stort sett heile og med alle delar intakt. Denne rapporten skildrar konservering og undersøking av spennene, i tillegg til organisk materiale som vart funne på/ved spennefragmenta. Undersøkinga av metallet viste at spennene er av messing og har mest sannsynleg vore dekorert med knoppar av sølvfolie. Eit større stykke kypertvevd tekstil vart funne ved den eine spenna, i tillegg til restar etter tjukke og tynne snorer rundt jernnålene på begge spenner. Små fragment av ubrente menneskebein vart òg funne ved spennene, inkludert biter av ein ryggvirvel, og elles små flate flak, truleg av flatbein som til dømes skulderblad. Ulike analysar er blitt utført i samband med eit PhD-prosjekt med sikte på å skildre tilstanden og informasjonspotensialet til skjelettmaterialet. Analysane er summert i rapporten. Konserveringa av spennene innebar mekanisk reinsing med skalpell og styrking av lokalt skjøre områder ved hjelp av konsolidering med etylmetalakrylat (Paraloid B72) og støtte med japanpapir. I sum er ovalspennene etter konservering stabile, relativt robuste og som nesten komplette gjenstandar eit godt døme på typiske smykke frå vikingtid. Dei mange små fragmenta av organisk materiale, inkludert menneskebein, er eit unikt funn av stor vitskapleg verdi.	
STIKKORD	
konservering	menneskebein
båtgrav	tekstil
vikingtid	
ovalspenner	
messing	

Innhald

1	Innleiing.....	2
2	Beskriving av funnstad og kontekst	3
3	Beskriving av gjenstandar	7
3.1	Ovalspenner.....	7
3.2	Organisk materiale, bein og tenner.....	11
3.2.1	Tekstilmateriale og hår/pels	12
3.2.2	Bein	16
3.2.3	Insekt	18
3.2.4	Tre	18
3.3	Oppsummering	19
4	Analysar.....	19
4.1	Metodar	19
4.1.1	Røntgen	19
4.1.2	Lysmikroskopi.....	20
4.1.3	Sveipelektronmikroskop (SEM) og kjemisk analyse ved røntgenspektrografi (EDS)..	20
4.1.4	Kjemisk analyse ved portabelt røngenfluorescensapparat (pXRF)	21
4.1.5	Kjemisk analyse ved Fourier Transform Infrarød Spektroskopi (FTIR).....	22
4.2	Resultat og diskusjon.....	22
4.2.1	Kjemisk analyse av metall-legering ved pXRF	22
4.2.2	Sveipelektronmikroskopi av fiber	25
4.2.3	SEM-EDS og FTIR analyse av korrosjonsprodukt	28
4.2.4	Diverse analysar av beinmateriale for å karakterisere bevaringstilstand på mikroskopisk, kjemisk og biomolekylært nivå	32
4.3	Oppsummering	43
5	Behandling.....	43
5.1	Ovalspennene	43
5.2	Det organiske og beina	45
6	Framtidig forskning og anbefalingar	45
7	Samandrag	46

1 Innleiing

I samband med utviding av verksemda Baker-Hughes, vart det i 2008 og 2009 utført arkeologiske undersøkingar på Tjora gnr.10 bnr. 5 og 19 i Sola kommune. I 2008 vart eit gravfelt på ei lita høgd kjent som Orshaugen undersøkt der det vart funne minst 22 graver frå ein periode på 3000 år, frå slutten av yngre steinalder og fram til vikingtid. Det vart òg funne dyrkingslag, kokegroper og restar etter langhus. For meir detaljar om lokaliteten og utgravinga sjå den arkeologiske rapporten (Fyllingen and Armstrong, 2012).

Ei av vikingtidsgravene var ei båtgrav, gravrøys nr. 6 (S12421) og denne var særleg funnrik. Ovalspenner og jernfragment dukka opp i felt og desse vart tatt ut i eitt større gipspreparat. Preparatet var om lag 30 cm i diameter, og 14 cm djupt. Røntgenfoto og utgraving i laboratoriet viste at preparatet innehaldt:

- to ovalspenner, koparlegering, med bevart organisk materiale på/nær overflata: tekstil, pels/hår, insekt (S12421.15).
- nøkkel, jern (S12421.11).
- kniv, jern, med mineralisert tre (S12421.9).
- sigd, jern (S12421.10).
- tre fragment av koparlegering, mogleg pinsett (S12421.16).
- to glasperler (S12421.8 og S12421.13).
- ei klebersteinsperle (S12421).
- sju snorperler av metalltråd, koparlegering (S12421.14).
- fem stk jernspiker med mineralisert tre (S12421.3).
- ein klinknagle med mineralisert tre (S12421.2).
- fragment av ubrente menneskebein og tenner (S12421.12).

Denne rapporten vil omhandle konservering og analyse av ovalspennene, i tillegg til det organiske materialet (S12421.15) og bein/tannfragmenta (S12421.12) funne tett ved smykkene.

2 Beskriving av funnstad og kontekst

Gården Tjora ligg mellom Hafrsfjord i aust og Nordsjøen i vest. I aust grensa planområdet opp til RV 509, mot nord til eit industriområde (Baker-Hughes Norge AS), og mot sør og vest til ope landbrukslandskap. Sjølve Orshaugen var ein markant og dominerande fjellknaus med lite lausmassar, og var brukt til beite. Det finst ikkje jordsmonnsskart for sjølve Orshaugen, men områda rundt består av moreneavsetjingar i sjølvdrenerande jord, dels umbrisol, og dels podsol. Begge desse jordsmonnstypene har låge innhald av næringsstoff og må gjødslast. Dei undersøkte områda låg 15-33 m.o.h. og tilhøyre eit geologisk område med kaledonske bergartar. Havnivået har vore noko høgare i vikingtid, men det har ikkje hatt direkte innverknad på lokalitetane på Tjora. Vegetasjonen og landskapet har sidan jernalder vore liknande som det er i dag (Prøsch-Danielsen, 2006; Prøsch-Danielsen and Simonsen, 2000).

Gravrøys nr. 6 (S12421) på Tjora-feltet var lite synleg og difor ikkje tidlegare registrert. Røysa var ca. 6x8 meter og bestod av eitt lag stein utan jordkappe. Under steinlaget vart det funne naglar frå ein båtsøm i ei lengd på fem meter. Dette tyder at kjølen må ha vore minst fem meter, og at den totale lengda må ha vore minst sju meter. Det kan ha vore ein færing. Båten var lagt rett på berget, og det låge steinlaget tyder på at båten låg open, og at steinane var lagt i botnen for å stabilisere. Det er dermed ingenting som tyder på at båtgrava har vore dekkja av ein haug. Det er mogleg at det i Rogaland kan sporast ein lokal tradisjon når det gjeld gravskikk, der båten ikkje har vore dekkja til, men har stått open til han rotne og falt saman.



Fig. 1: Under utgraving og isolering av jordklump med bronse- og jerngjenstandar. På foto til venstre: Junko Mudaster, Kim Davies og Hege Hollund frå konserveringsavdelinga.



Fig. 2: Førebuing av gipspreparat i felt, konservatorar Nathalie Hanna og Kim Davies.

Ovalspennene, dei små bronsefragmenta og jernfragment var synlege i felt. Sigda var fragmentert og berre den største delen, som låg inn under eine ovalspenna, vart tatt med i preparatet. Kniven låg tett i og delvis under den andre ovalspenna. Alle dei mindre gjenstandane som blei grove fram i laben låg om lag på same nivå som kanten på ovalspennene. Rekka med små spikrar låg underst, rett under spenne og perler. Båtnaglen låg under eine spenna, direkte under kanten, og det var bevart eit lag med mineralisert tre, om lag like stort som spenna, rundt stilken. Det låg massar med nedbrote organisk materiale (tekstil, pels/hår) og bein/tenner i området rundt spennene og i denne massen fanst mange insekt-skall (pupper) av same typen.

materiale og bein. Funn av organsik materiale er sjeldan og metall er oftast sterkt korrodert. Godt drenerte lag av sand- og grus tyder god tilgang på oksygen og rask utvasking av nedbrote materiale, et miljø som er svært øydeleggjande for de fleste materialgrupper (Nielsen-Marsh et al., 2007). I røys 6 har dette problemet vore enno meir prekært ettersom den døde og gjenstandane i det minste i ein periode etter døden, har lagt ope. På grunn av rask metallkorrosjonen ligg tilhøva likevel til rette for bevaring av mineraliserte eller delvis mineraliserte restar av organisk materiale i samanheng med sterkt korroderte metallgjenstandar, særleg koparlegering ettersom kopar er giftig og hindrar biologisk nedbryting (Janaway 1987). Det vart difor gjort eksepsjonelle og sjeldne funn i Tjora-grava av menneskebein og tekstilar, materiale som har stort vitskapleg potensiale.

3 Beskriving av gjenstandar

3.1 Ovalspenner

Dei to ovalspennene liknar på Rygh figur 649 variant F, som var vanleg i siste del av 800-talet e.Kr. Spennene er 6,5 x 10 cm store, enkeltskall med relieff. Mønsteret har ei rombisk inndeling med to hovudfelt på toppen, to større sideparti og fire mindre endeparti. Overgangen mellom felta er markert med sju knoppar. Dekorasjonen på dei to store sidefelta består av ein stilisert ansiktsfigur med oppståande, hornliknande øyrer som ser ut til å gå opp til den øvre del av feltet. Nåla er av jern.

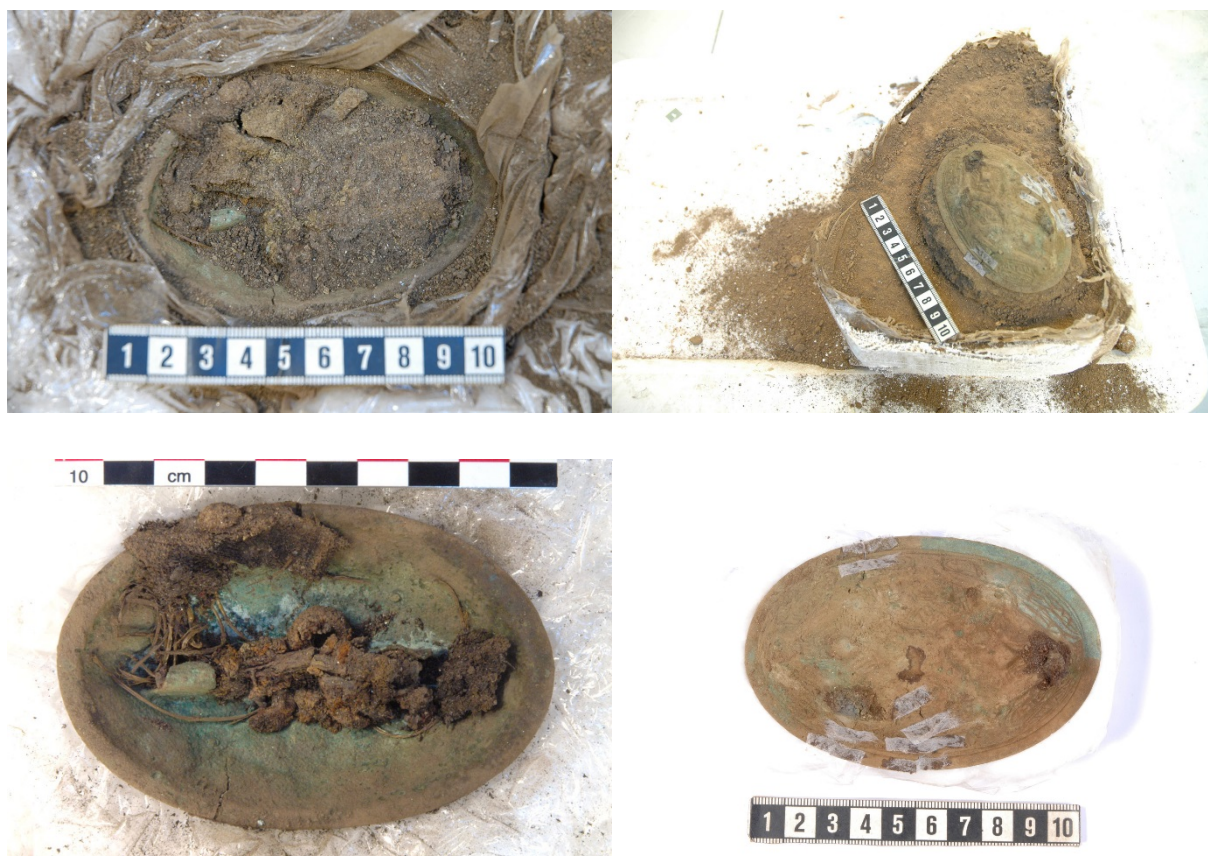


Fig. 4: Foto av spenne nr. 1 under og etter konservering. Til venstre: undersida med restar av ubrent bein og tekstilar. Eit fragment av ein ryggvirvel vart funne i laget som viser på bildet øvst til venstre. Dette er sendt til DNA-analyse (sjå avsnitt 3.2.2 og 4.2.3.5). Til høgre oversida.

Spennene er relativt godt bevart i og med at dei er komplette og med dekorative detaljar intakt. Det er større sprekker i begge spennene og det losna små fragment langs kanten under handtering. På spenne nr. 1 var det i tillegg eit ca 1 cm stort hol på midten av spennen der ein kunne sjå tekstilrestane på undersida. Knoppene manglar, og den jern-nålene er skjøre og fragmenterte. Metallet er sterkt korrodert og truleg med lite/ikkje noko metall bevart. Men, den originale overflata med alle dekorative detaljar er godt bevart i form av dels svært skjøre korrosjonslag. Innsida på begge spennene har ei ruglete overflate som truleg er det negative avtrykket av teksten brukt til å lage støypeformene. Somme stader kan ein sjå restar av små flekker med kvitmetall, særleg på overflata der knoppene var festa. Ved somme av knoppfestene var det bevart små bitar av oppsmuldra bronse som kan ha vore fyll/loddemasse (jmf ovalspenner frå Hove-Sørbø prosjektet, 2012). Dette låg meir eller mindre laust i jorda på spennen. I tillegg, i nærleiken av knoppfester vart det funne to små (nokre få mm) fragment av metallfolie der kjemisk analyse stadefesta at begge er av sølv. Dette kan vere dei einaste

restane vi har av knoppane, som kan ha vore av reint sølv. På den eine spenna ser ein òg restar av eit meir gyllent metallbelegg på stiftane som stikk ut på undersida, som er restane etter stiftane brukt til å feste knoppane. Desse er ikkje analysert, men kan òg vise til at knopane var av sølv, og kanskje festa med forsølva stiftar. Fleire analysar vart gjort på overflata av spennene og viste at desse var laga av ei kopar-sink-legering, altså messing, med høgt innhald av bly (sjå analysekapittel).

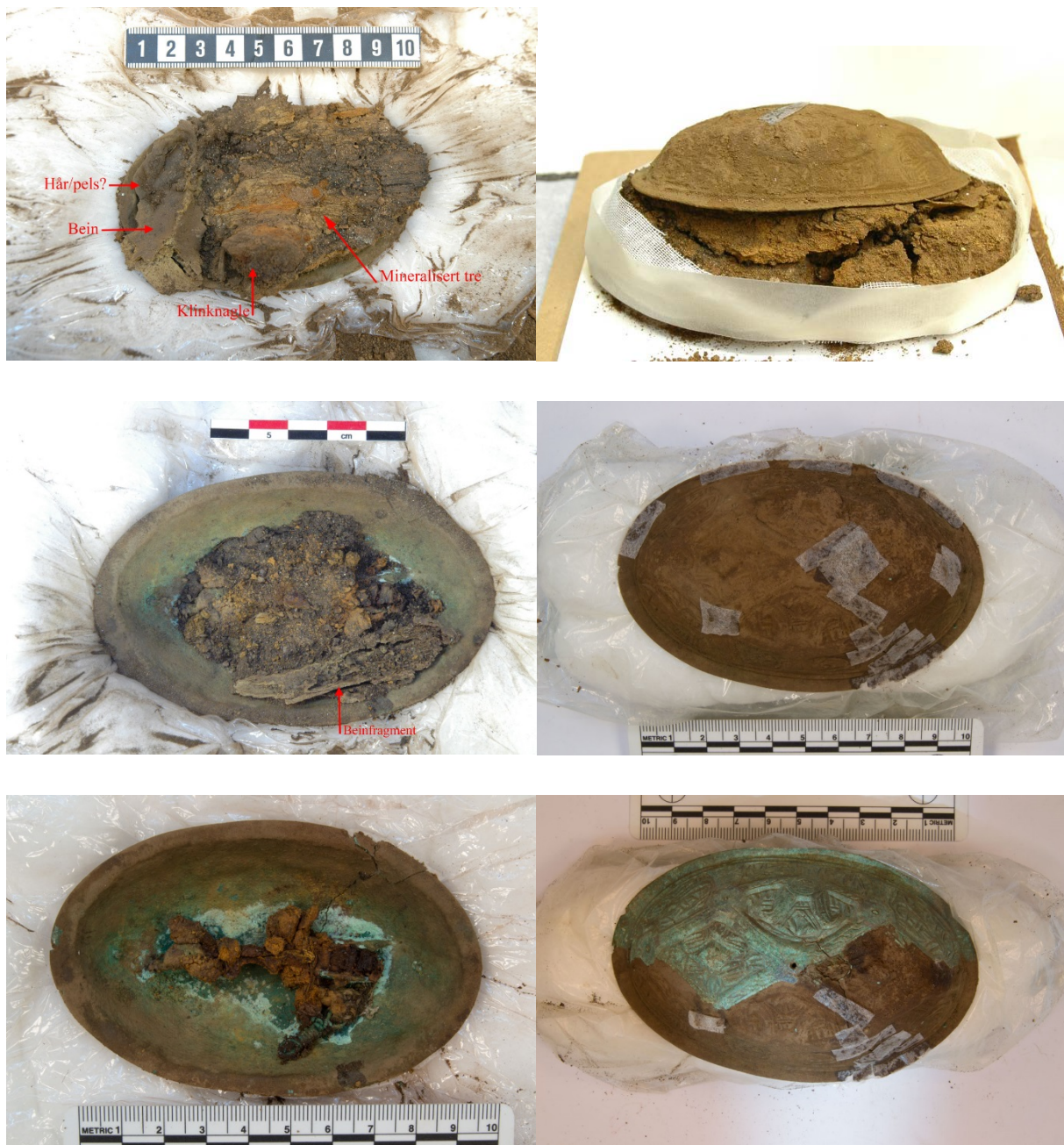


Fig. 5: Foto av spenne nr. 2 under og etter konservering. Til venstre: undersida med restar av ubrent bein, klinknagle og mineralisert tre m.m. Til høgre oversida.

Den originale overflata var dekkja av jordblanda, grøn voksaktig korrosjon som lett lot seg fjerne ved mekanisk reinsing. Den karakteristiske metallstrukturen ein får ved støyping av koparlegeringar (dendrittisk struktur) er særleg tydleg på spenne nr. 2, der overflata òg var noko skjørare enn for spenne nr. 1. Berre i små områder er det bevart ei glatt mørkgrøn metalloverflate (malakitt?) med restar av eit kvitmetall som ved analyse viste seg å vere sink

(sjå analysekapittel). På begge spennene var det to ujamne korrosjonslag over den originale overflata i eit felt langs midten under jernnålene og tekstilrestar og dels på nålefestene. Eit hardt irgrønt korrosjonslag ligg her over eit mjukt, pulveraktig og lyst irgrønt korrosjonslag. Ettersom dette likna på aktiv korrosjon, såkalla bronsesyke, vart det tatt prøvar for kjemisk analyse ved SEM-EDS, men analysen viste at det ikkje var koparklorid til stades (sjå analysekapittel). Under det pulveraktige korrosjonslaget er den originale overflata korrodert med små korrosjonsgroper.



Fig. 6: Begge ovalspennene etter konservering. Øvst, spenne nr. 1, nedst spenne nr. 2.

3.2 Organisk materiale, bein og tenner

Det var særleg tjukke massar med organisk materiale under spenne nr. 2, inkludert eit stykke mineralisert tre, truleg frå båtboard i og med at det sat rundt ein nagle, i tillegg til større

beinfragment. Over beinet fanst òg flak med lause fibrar som kan vere hår/pels. I direkte kontakt med metalloverflata fanst det på begge spennene diverse tekstilrestar, i form av vevd tekstil og vevd og tvinna snorer/trådar. I jorda rundt begge spennene fanst det små restar av trådar, fibrar, insekt og beinsmular/pulver. Ein del av dette er tatt vare på som prøvemateriale. Ettersom ovalspennene har blitt oppbevart i tørrboks (med silikagel, RF ca. < 20%), er ein del av dette organiske materialet òg tørka ut.

3.2.1 Tekstilmateriale og hår/pels

Tekstil – diamantkypert? Sjå Fig. 7. Eit større stykke tekstil (ca 4,5x2 cm), relativt godt bevart, sat på innsida av spenna. Vevemønsteret kan sjå ut til å vere kypert. Somme stader kan det sjå ut som om trådane i den eine retninga går over to og under to, og i den andre retninga under ein og over to (altså, ein 2/1 kypert?). Trådane i begge retningar er z-tvinna. Tekstilen sat laust og vart fjerna slik at begge sider kan studerast. Undersida er dekkja av sand/jord som er vanskeleg å fjerne. Fibrane ser ut til å vere animalske, men vidare analysar er nødvendig. Det finst òg fire små 1-2 cm store stykke av same tekstilen. Den største tekstilbiten ser ut til for det meste å framleis vere organisk, men kan vere delvis mineralisert (av kopar). Fibrane er svarte/mørkbrune på farge. På undersida sit det eit tett lag av jord/korrosjon som gjer at ein ser lite av tekstilstrukturen. Eit par røter har grodd gjennom tekstilen. Fibrane er stive og sprø, og det er fine korn av jord/sand og korrosjon i/på tekstilen.



Fig. 7: Bevarte tekstilfragment frå under ovalspennene, kypertvevd. Målestokk til venstre i millimeter. Foto til høgre av det største fragmentet, tatt i mikroskop, viser vevstruktur og spinne-retning.

Lerretsvevd snor. Sjå Fig. 8. Biter av snora som truleg er brukt til å feste spennene på kjolen. Denne ser ut til å vere laga av ein tjukk (bretta/surra?), lerretsvevd tekstil. Mesteparten av dette er sterkt jernmineralisert, oransje og særskilt skjørt, og det er truleg lite organisk materiale att. Delar er korrodert fast på nåla/spenna, medan andre delar er lause og vart lagt til side. På spenne nr. 2 var i tillegg restar av ei betre bevart snor som kjem ut frå den fastkorroderte tekstilmassen ved nåla, lys brun/beige på farge, og som går gjennom ei av snorperlene av kopartråd. Denne ser ut til å kunne vere av plantebaserte fibrar som t.d. lin, men vidare analyse er nødvendig for stadfesting.



Fig. 8: Fragment av jernmineralisert lerretsvevd snor/bretta tekstil.

Pels? Sjå Fig. 9. To større flak, ca 4 cm, med ei uryddig masse av jord og fine, animalske fibrar, truleg pels, men så langt av uviss art (kan heller ikkje utelukke at det er menneskehår). På eine sida av flaket er små bitar av eit anna fiberbasert brunt materiale, kanskje tre eller

nedbrote bein, eventuelt tjukk tekstil eller røtter Fiberflaka er infiltrert med jord/sand. Fibrane er brune på farge og ser ut til å vere i relativt god stand.



Fig. 9: Flak med lause fibrar, kanskje restar av pels. Målestokk i millimeter.

Fin snor. Sjå Fig. 10 og 11. To stk ca. 2,5 cm lange fragment av snor/tråd frå underside spenne nr. 2, som ser ut til å ha bestått av to til tre z-tvinna trådar.



Fig. 10: Fragment av fin snor av to til tre z-tvinna trådar. Sjå òg Fig. 11.



Fig. 11: Detaljfoto frå undersida av spenne nr. 2 som viser bronseperle in-situ. Eine løkka av perla er tredd på ei tjukk, delvis mineralisert snor, kanskje av plantebaserte fibrar. Heilt til høgre ser vi to av dei tynne snorene av tvinna trådar (sjå òg Fig. 10).

Undersøking av lause fibrar med lysmikroskop og elektronmikroskop stadfesta at det fanst fibrar med skjellstruktur på overflata, som tyder på at desse er animaliske (eventuelt menneskehår), og noko er tydeleg saueull. I tillegg fanst fibrar som mangla denne strukturen, og alternative kandidatar er då lin og/eller silke (sjå analysekapittel). Vidare analysar er

nødvendige for å stadfeste kva type fibrar det er snakk om og kva dei ulike tekstilrestane er laga av.

3.2.2 Bein

Beinmaterialet består dels av små fragment og mjuke flak, noko som kan tyde på at ein del av mineralet er vaska ut, men at ein del av den organiske delen, beinproteinet, har overlevd.

Ulike typar analysar stadfesta dette (sjå analysekapittelet). Eitt fragment er større og betre bevart og tydleg del av ein ryggvirvel, medan mesteparten er flate flak av ulike storleik, truleg del av eit flatt bein som skulderblad. Diverse analysar har blitt utført som del av eit doktorgradsarbeid (sjå kapittel 4.2.4, analysedelen). Ein bit av ryggvirvelen vart sendt for DNA-analyse i Uppsala, Sverige (Oddny Osk Sverrisdottir). Målet er å teste om DNA kan bevarast i slikt sterkt nedbrote materiale. Resultata føreligg enno ikkje. Fleire fragment er brunlege og blågrøne på farge, det siste truleg frå koparkorrosjon (sjå Fig. 12 og analysekapittel).



Fig. 12: Større bevarte beinfragment, truleg frå flatt bein som til dømes skulderblad. Målestokk i millimeter.

Det vart òg funne fleire små fragment (ca 0,5 cm) med tannemalje, inkludert små restar av sjølve tannbeinet (dentin) som utgjer røtene (sjå Fig. 13). Emaljen er blåleg medan den ytre overflata er lys brun. Tannbeinet er brunt og sterkt nedbrote.

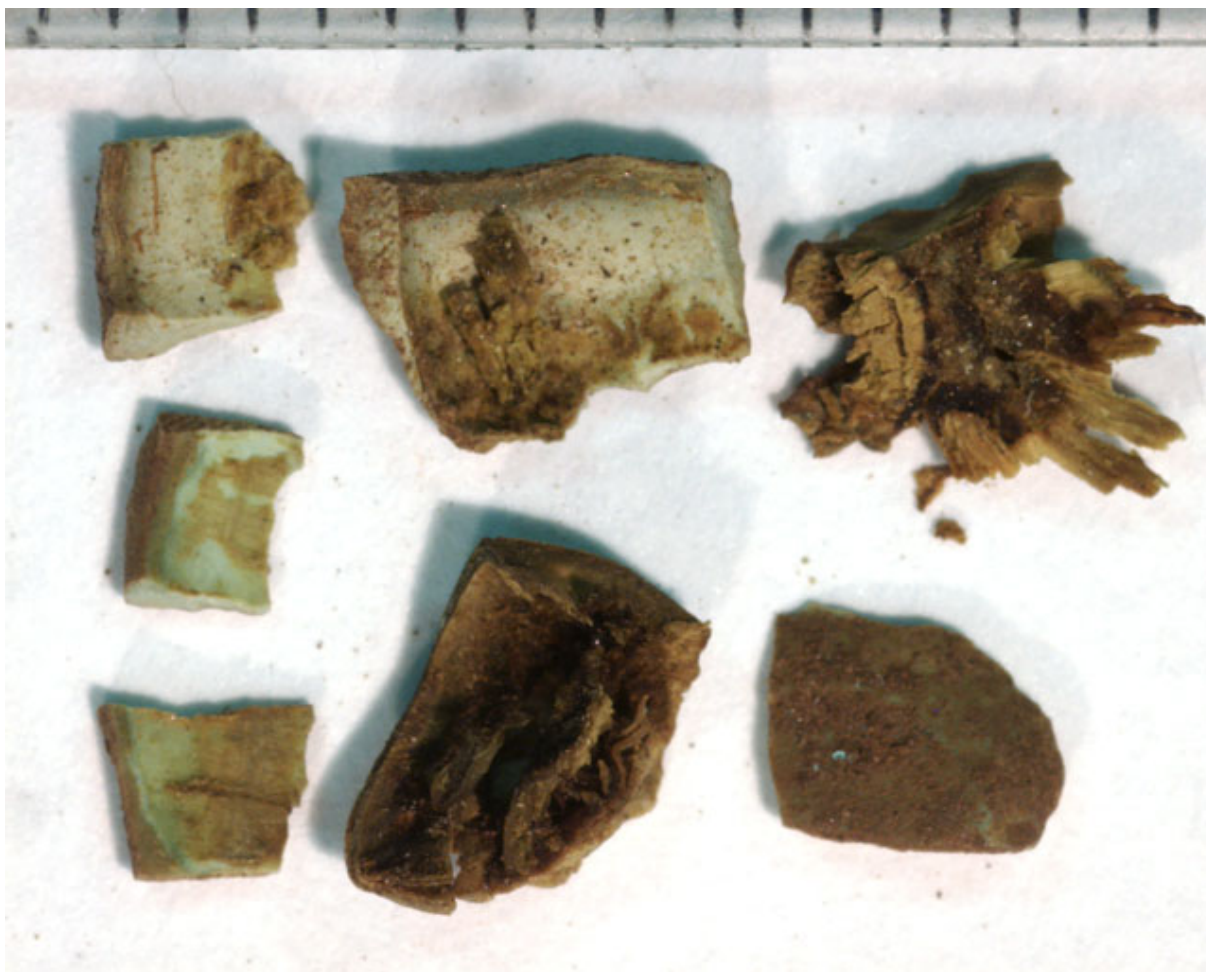


Fig. 13: Små fragment av tannemalje og tannbein. Målestokk er i millimeter.

Både bein, emalje og tannbein er brunleg, sterkt fragmentert og dels oppsprukke. Misfarginga kan vere både frå humussyrer (organiske nedbrytingsprodukt), mangan/jern både frå naturen og gjenstandar, og koparkorrosjonsprodukt. Den generelt dårlege tilstanden kjem truleg av god oksygentilgong, god drenering og eit surt miljø (låg pH), inkludert sur nedbør i ein periode i moderne tid.

3.2.3 Insekt

I jorda i direkte kontakt med ovalspennene vart det funne eit utal av same type insektpupper (Fig. 14). Desse har ikkje blitt identifisert av entomolog, men er truleg ein variant av spyflugefamilien. Desse er ofte dei første insekta som kjem til eit kadaver (Davies and Harvey, 2013). Gjennomsnittleg tid for utvikling frå egg til fluge er 2-4 veker (Pickering et al., 2015). At vi finn desse puppene tyder dermed på at liket har vore tilgjengeleg for fluger i minst ei veke for å kunne rekke puppestadiet. Altså, kroppen til Tjorakona har i denne tida ikkje vore fullstendig dekkja av jord, noko som kan samsvare med arkeologane sin teori om at ho var lagt i ein båt som ikkje vart dekkja med jord. Det vart òg funne nokre få eksemplar av andre typar insekt, moglege insektegg og -vinger.

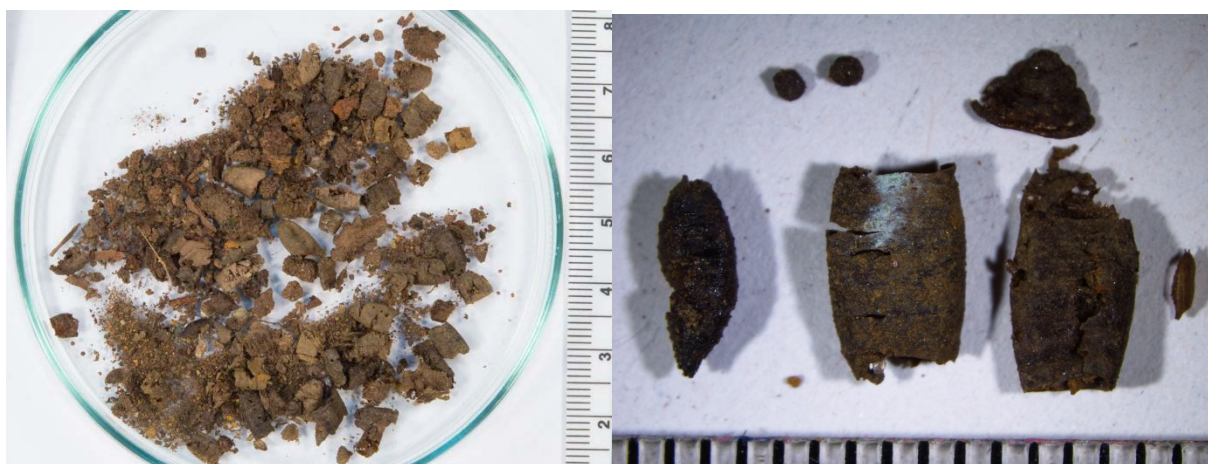


Fig. 14: Restar av insektpupper funne på overflata av ovalspennene og i jordmassane rundt. Målestokk på foto til høgre i millimeter.

3.2.4 Tre

Restar av mineralisert tre var bevart rundt båtnaglen som låg direkte under spenne nr. 2 (Sjå Fig. 5). Dette var fullstendig mineralisert og særskjørt.

3.3 Oppsummering

Mikroutgraving i konserveringslaboratoriet av gipspreparat frå båtgrav avdekka to gjennomkorroderte, men komplette smykkespenner i koparlegering, inkludert nål i jern og mikroskopiske restar av dekorative sølvknoppar. Vidare var det bevart mineralisert og dels mineraliserte tekstilrestar, truleg av både animaliske (t.d. ull) fibrar og plantefibrar, på undersida av ovalspennene, særleg rundt nåla. Flak av lause fibrar, kanskje pels, vart òg funne. Under spennene og i jorda rundt fanst òg bevarte restar av bein og tenner, og insekt pupper.

4 Analysar

4.1 Metodar

4.1.1 Røntgen

Røntgenfotografering er ein sær s viktig reiskap i konserveringsarbeidet for å identifisere og dokumentere gjenstandar og materiale. Det er ofte vanskeleg å identifisere arkeologiske gjenstandar når dei kjem ut av jorda, sterkt nedbrotne og fragmenterte, ofte dekkja av rust og jord. Røntgenfotografering bruker prinsippet om at ulike material, med ulik tjukkeleik og tettleik, vil vere meir og mindre ‘gjennomsiktig’ for røntgenstråler. Edelmetall eller bly vil difor vise godt som kvite områder, medan sprekker og hol i ein gjenstand vil vise som svarte felt. Røntgenfotografiet blir ein nyttig dokumentasjon der ein kan studere opphavleg form (inkludert dekorative detaljar), mål og eventuelle sprekker, bevaringsgrad etc., og prioritere vidare arbeid ut frå sikringsbehov og informasjonsverdi. For mekanisk reinsing av metallgjenstandar er røntgenfotografiet nødvendig for den vidare prosessen med å avdekke original overflate og form. Det same gjeld i tilfelle av ‘mikroutgraving’ i laboratoriet av gjenstandsmateriale tatt inn i frå felt i gipspreparat, som var tilfelle her. Røntgenfotograferinga førte til oppdaging av nye gjenstandar som ikkje var synlege på overflata og var såleis ei nyttig hjelp under utgravinga (Fig. 3).

4.1.2 Lysmikroskopi

Ein annan sær viktig reiskap er mikroskopet. Etter røntgenfotografering vil alle gjenstandar og fragment bli undersøkt i mikroskop for vidare karakterisering av materiale og tilstand. Ein stor del av mekaniske reinseprosessar føregår under mikroskoplupa, for å ha full kontroll på det ein gjer. Mikroskopa brukt er eit Leica MS 5 med forstørring opp til 40 gonger. I tillegg kan somme materiale bli studert både i pålys med eit mikroskop med opp til 112 gonger (Nikon SMZ 1500) og ved gjennomlysning av små prøvar ved enno høgare forstørring (opp til cirka 600 gonger).

4.1.3 Sveipelektronmikroskop (SEM) og kjemisk analyse ved røntgenspektrografi (EDS)

Elektronmikroskopi gjer det mogleg å fokusere på sær små område og forstørre det ein ser opp til to hundretusen gonger. I tillegg er såkalla røntgenspektrografisk analyseutstyr (EDS analysator) kopla til mikroskopet, så ein kan gjere grunnstoffsanalyse av det ein ser i mikroskopet. Prinsippet er at ein bruker ein stråle av elektron i staden for lys til å 'sjå' prøven. Elektronstrålen sveipar over prøven og elektrona reagerer med prøvematerialet slik at ulike typar stråling blir reflektert eller generert, sendt tilbake, og treff ulike detektorar. Denne reflekterte strålinga blir brukt til å forme eit bilde som kjem opp på ein skjerm (Watt, 1997 s 25). Ulike typar reflektert stråling vil bli 'oppfatta' av ulike typar detektorar i mikroskopet, og dei gjev forskjellig informasjon om prøvematerialet. Det som blir kalla *sekundærelektron*, og *backscatter elektron*, blir brukt ved elektronmikroskopi til å forme eit bilde.

Sekundærelektron er elektron frå atoma i prøvematerialet som blir slått ut av atomet.

Sekundærelektron er nyttige for å få gode bilde med sær høg oppløysing, og den reflekterte strålinga gjer ein 'skyggeeffekt' slik at overflatetopografien på prøven kan studerast.

Backscatter elektron er elektron frå primærstrålen som treff atoma i prøvematerialet og blir sendt ut att av prøven med ein energi som reflekterer vekta til atoma dei treff. Det gråskala bildet som blir danna vil, på same måte som ved røntgenfotografering, sei noko om dei ulike materiala prøven består av: lysare områder betyr tyngre grunnstoff.

Den primære elektronstrålen som treff atoma i prøvematerialet, kan òg kollidere med elektron i prøven på ein slik måte at energi blir frigitt i form av røntgenstråler. Energien og bølgelengda til desse røntgenstrålane er karakteristiske for ulike grunnstoff, og vi kan difor få informasjon om den kjemiske samansetninga til det analyserte området på prøven (Watt, 1997, s 30-45). Denne metoden vil heretter bli kalla SEM-EDS. Tolking av

røntgenspektrografiske resultat er nødvendig ettersom fleire grunnstoff kan ha same energi. Ofte er dette uproblematisk ettersom potensielle grunnstoff lett kan avvisast av den grunn at det er høgst usannsynleg at det finst i den type prøvematerial vi ser på. Med andre ord så må ein har noko førehandskjennskap til materialet og kva ein kan forventa å finne i prøven.

4.1.4 Kjemisk analyse ved portabelt røngenfluorescensapparat (pXRF)

Portabelt røntgenfluorescensapparatet, heretter kalla pXRF, er ein annan røntgenspektrografisk analyseteknikk som fungerer på grunnlag av same prinsipp som skildra for SEM-EDS, men primærstrålen består av røntgenstråling i staden for elektronar. Resultatet er mykje det same som ved bruk av SEM-EDS: vi får eit spektrum med toppar som reflekterer grunnstoffsamansetninga. Ein skilnad er at det er noko meir begrensa kva ein kan måle med pXRF i samanlikning med SEM-EDS: pXRF vil ikkje kunne måle dei lettaste grunnstoffa som karbon og oksygen, det vil altså sei at organisk materiale ikkje kan analyserast. Fordelen med pXRF er at det er eit relativt billig, brukarvennleg og portabelt instrument der ein får resultat innan sekund/minutt, utan noko form for prøvepreparering. Vidare er pXRF-apparatet meir sensitivt samanlikna med SEM-EDS analyse: Lågare konsentrasjonar av eit gitt grunnstoff kan målast. Spektra kan tolkast på same måte som SEM-EDS spektra. Den horisontale aksen viser fluorescensenergi som er karakteristisk for type grunnstoff, medan den vertikale aksen viser tal atom per grunnstoff. Kvar topp representerer ulike grunnstoff og høgda på toppane seier noko om relativ mengd av grunnstoffa. Analysane utført her er først og fremst kvalitative – for å identifisere kva typar materiale som er til stades. Oftast vart fleire analysar utført per gjenstand og det vil vere synleg i Fig.en ved at det er fleire kurver med ulike farge. Strekane med merkelappar i ulik farge viser kva grunnstoff kvar topp er tolka til å vere.

Instrumentet brukt er av typen Tracer III-SD fra Bruker. Ulike innstillingar (energi, tid og straumstyrke) og filter kan brukast for å optimalisere for ulike typar materiale. Her har vi berre analysert metall og instillingane var som følger:

Energi: 40 kV; Straum: 12,3 mA; Tid: 120 sek; Filter: gult filter.

Alle analysane vart gjort i laboratoriet med apparatet i stativ og ved å legge gjenstanden/prøven på analysestativet. pXRF-apparatet var kontrollert frå ein berbar PC og tolking av spektra kunne gjerast i spesialisert software (Artax) med det same analysen var utført.

4.1.5 Kjemisk analyse ved Fourier Transform Infrarød Spektroskopi (FTIR)

Såkalla FTIR er ein kjemisk analyseteknikk som eignar seg særleg godt for identifisering av organiske samansette materiale, men òg pigment, korrosjonsprodukt og andre mineral. I motsetning til røntgenspektrografiske teknikkar er det ikkje grunnstoffsamansetninga vi får informasjon om, men ulike bindingar og deler i eit molekyl (altså ein større del som er sett saman av fleire ulike grunnstoff). Prinsippet for å kunne identifisere desse er derimot det same: ulike grunnstoff har ulik energi, og blir dermed påverka på ulike måtar når det blir utsett for stråling. Ved FTIR blir prøvematerialet utsett for infrarød stråling. Infrarød stråling har for låg energi til å påverke elektronar i materialet, men det får molekylet til å bevege seg og dermed absorbere energi. Måten molekyl beveger seg på er avhengig av strukturen til molekylet, og ulike rørsler vil føre til at infrarød stråling med ulik bølgelengde og energi blir absorbert. Dette resulterer i eit spektrum med toppar som representerer dei ulike energiane absorbert, og desse er karakteristiske for ulike molekyldele (Derrick et al., 1999, s 8). Dette spekteret kan så bli samanlikna med spektrum frå analyse av kjente referansemateriale. Slik analyse vart utført på beinfragment som del av doktorgradsarbeidet til Hege Hollund (Hollund, 2013), med mål om tilstandsvurdering av beinmaterialet, både beinproteinet og mineralet. Resultatet vil bli kort summert i avsnitt 4.2.2.

4.2 Resultat og diskusjon

4.2.1 Kjemisk analyse av metall-legering ved pXRF

Det har tidlegare blitt slått fast at alle analyserte ovalspenner, inkludert dei i samlinga vår, ikkje er av bronse, men messing, altså ei kopar-sink-legering (Kobbe and Smestad Moore, 2011; Eremin et al., 1998. Sjå òg konserveringsrapport frå Hove-Sørbø-prosjektet, Hollund in prep). Analyse av fleire område på Tjora-spennene stadfesta at dette òg er ei kopar-sink-legering med relativt mykje bly. Det vart òg målt små mengder tinn, og spor av sølv (Fig. 15).

Inga kvantifisering av dei ulike typane metall vart gjort, men høgda på toppane representerer som sagt den relative mengda av dei ulike metall, vel og merke på overflata.

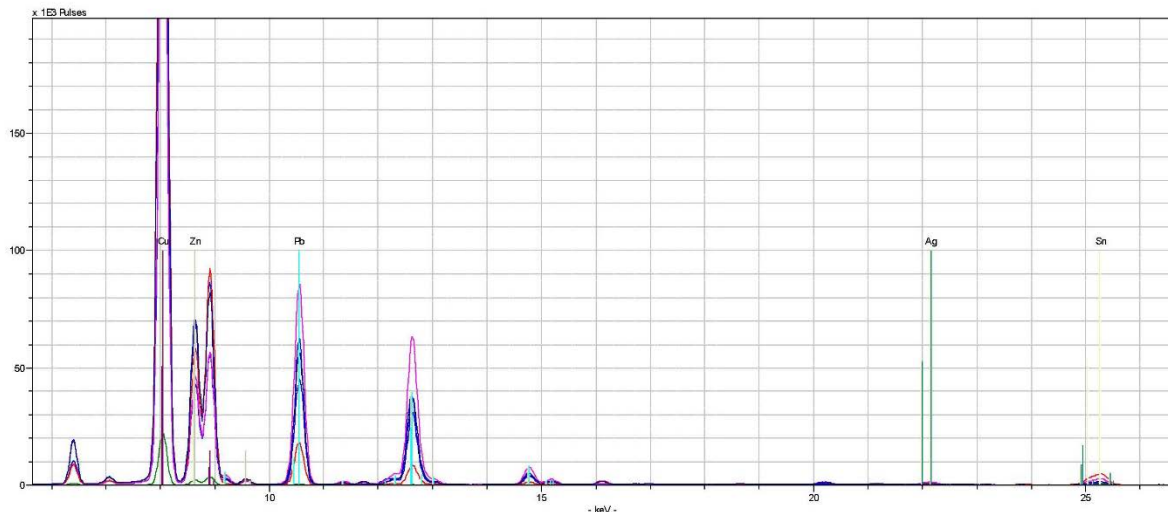


Fig. 15: Spektrum frå fem analysar gjort på fem ulike områder (ca 2x3 mm) på ovalspenneoverflatene, som viser den same grunnstoffsprofilen: Kopar, sink, bly, små mengder tinn og spor av sølv.

Eremin et al. (1998) si analyse av ei mengde ovalspenner frå graver i Storbritannia viste at desse stort sett hadde moderate til høge verdjar av sink, opp til 27 %. Unntaket var sterkt korroderte spenner som hadde lågare verdjar, ned til 5% (Eremin et al., 1998). Tjora-metallet er sterkt korrodert, og ved galvanisk korrosjon mistar ein det minst edle metallet medan den edlare koparen blir beskytta. *Desinkifisering* er eit kjent fenomen (Scott, 2002). Det kan skje anten ved at sink blir selektivt fjerna frå legeringa, ein svært langsam prosess, eller ved at både kopar og sink løyser seg, men koparen blir re-deponert medan sinken blir vaska ut. Heterogent tap av sink er mest vanleg i klorid-rike miljø (Scott, 2002). Tinn kan òg bli fjerna på same måten ved selektiv korrosjon (Meeks, 1986). Det faktum at vi kan måle sink i relativt sett store mengder (etter høgda på toppen i høve til dei andre grunnstoffstoppane), og berre små mengder tinn, tyder på at ovalspenna er av messing. Flekkar med kvitmetall på knoppestene kan vere resultata av oppløysing og utfelling av sink, eventuelt restar av fortinning. Ei analyse på eit slikt område målte begge metallene i relativt sett like store mengder som andre stader på spennene.

Alle ovalspennene som Eremin (Eremin et al., 1998) analyserte inneholdt òg ein del bly. Bly er vanleg i koparlegeringar. Metallet vart tilsett for å gjere metallblandinga meir flytande og for å senke smeltetemperaturen (Craddock, 1985; Craddock and Picton, 1986). Bly løyser seg ikkje opp i koparen men eksisterer som separate små kuler, og kan ved produksjon samle seg og utgjere større områder av reint bly (Craddock and Picton, 1986).

Eremin (1998) fann at den mest vanlege forma for dekorasjon av ovalspennene var forgylling og fortinning. Han fann ingen tilfelle av forsølving, men derimot var det vanleg at det var små mengder sølv i sjølve legeringa, slik vi òg ser det i Tjora-spennene. I tillegg er knoppene på ovalspenner ofte laga av sølvfolie (Eremin et al., 1998). Knoppene på Tjora-spenna mangla, men to små (0,5-1 cm) fragment funne nær knoppfester såg ut som restar av sølvfolie, og dette vart stadfesta ved analyse. Det var òg små mengder gull registrert ved analyse av metallfoliet, og relativt høge mengder tinn og bly (Fig. 16).

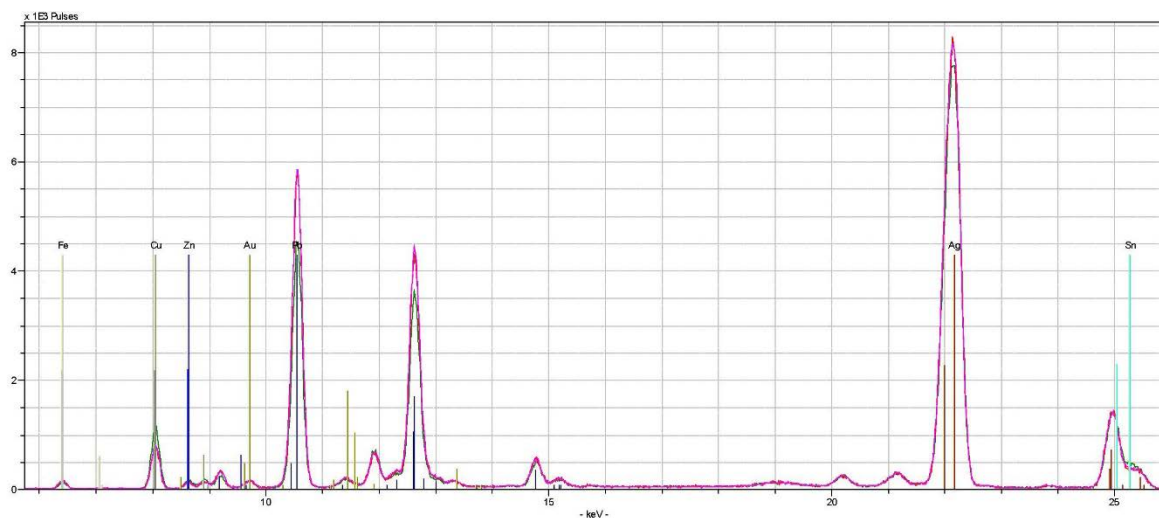


Fig. 16: To målingar gjort på overflate av metallfolie. Foliet består i hovudsak av sølv. Små mengder gull var òg målt. I tillegg relativt sett store mengder tinn i tillegg til bly, kopar og sink – truleg frå korrosjonsprodukt på overflata av sølvfolie.

Korrosjonsprodukt funne ved knoppene vart analysert. Spørsmålet var om dette kunne vere restar av ei bly-tinn masse brukt til å fylle/feste dei dekorative knoppene (Eremin et al., 1998), slik som vi fann på Sørbø-spennene (Hollund in prep), og som indikert ved analyse av

sølvfoliet. Denne typen legering er eit vanleg loddemateriale for kopargjenstandar i Europeisk jernalder og middelalder (Vianco and Frear, 1993). Dei par analysane utført så langt fann ikkje dette. Analysane gav kopar, sink og bly og materialet skilte seg difor ikkje vidare ut frå resten av spennene. Men, det utelukkar ikkje at vidare analyse av meir materiale kan føre til andre resultat.

Det er interessant å merke seg at analyse av lakka metalloverflate gav dramatisk svakare signal, og sølv vart ikkje målt i det heile. Analyse av konservert materiale krev difor at lakken blir fjerna først.

4.2.2 Sveipelektronmikroskopi av fiber

Nokre få fibrar funne på/ved ovalspennene vart undersøkt ved SEM. Dette viste at det er dyrehår til stades (med skjellstruktur på overflata), og mest sannsynleg er noko av dette ull (Fig. 17).

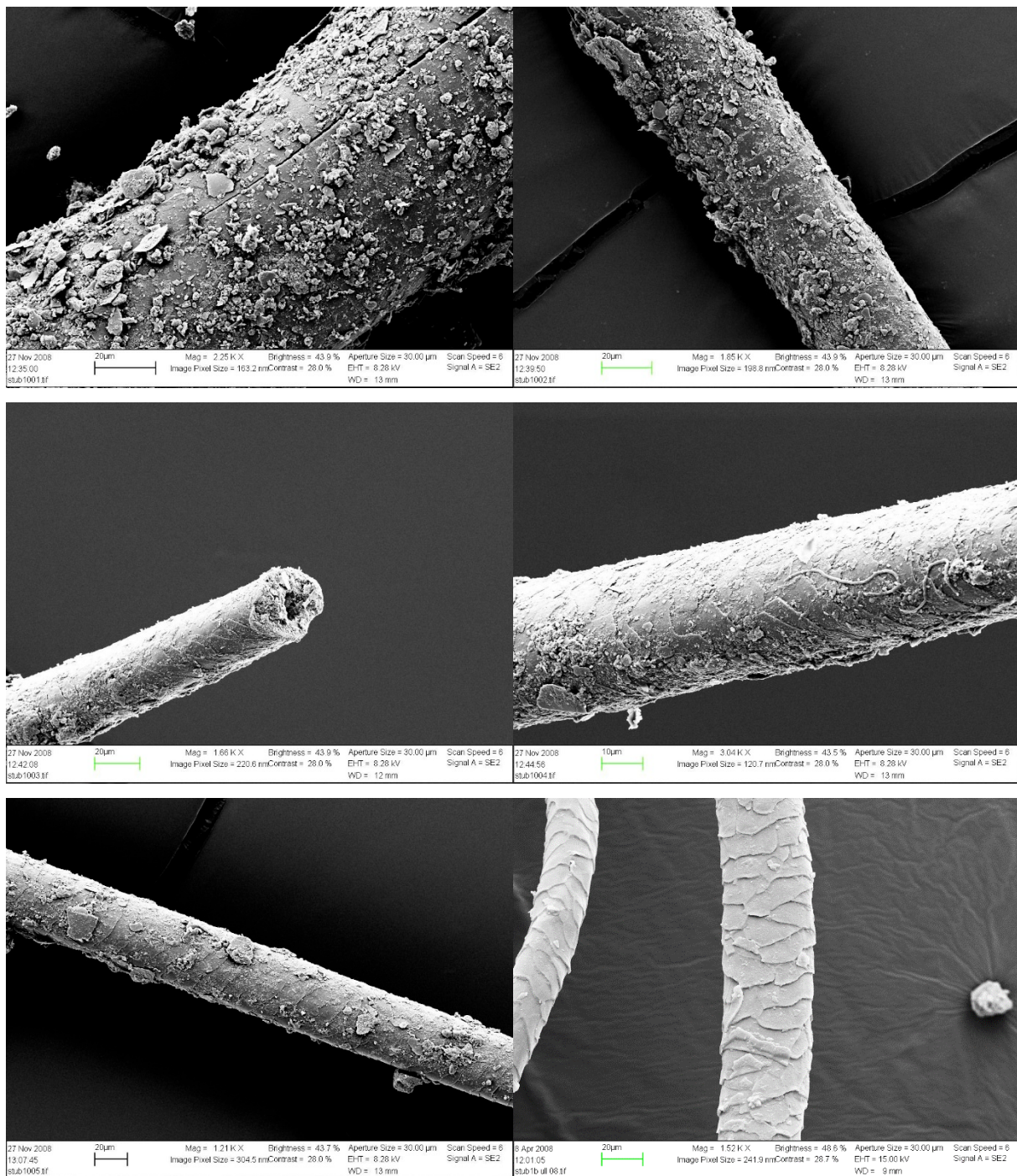


Fig. 17: SEM-bilde av fibrar funne ved ovalspennene. Nedst til høgre er SEM-bilde av ein moderne ull-fiber, til samanlikning. Der overflatestrukturen er synleg tyder dette på at i det minste noko av tekstilmaterialet frå Tjora er av ull.

Ei anna gruppe fibrar hadde ikkje denne skjellstrukturen, men det er usikkert kva type fiber det er, moglegvis lin (Fig. 18). SEM-bildene viser òg tilstand. Overflata er dekkja av mange små korn, truleg korrosjon og anne forureining frå omgjevnadane. Dette gjer det vanskeleg å

studere overflatestrukturen, og ved eventuelle nye analysar bør ein vurdere å forsiktig reinse fibrane først.

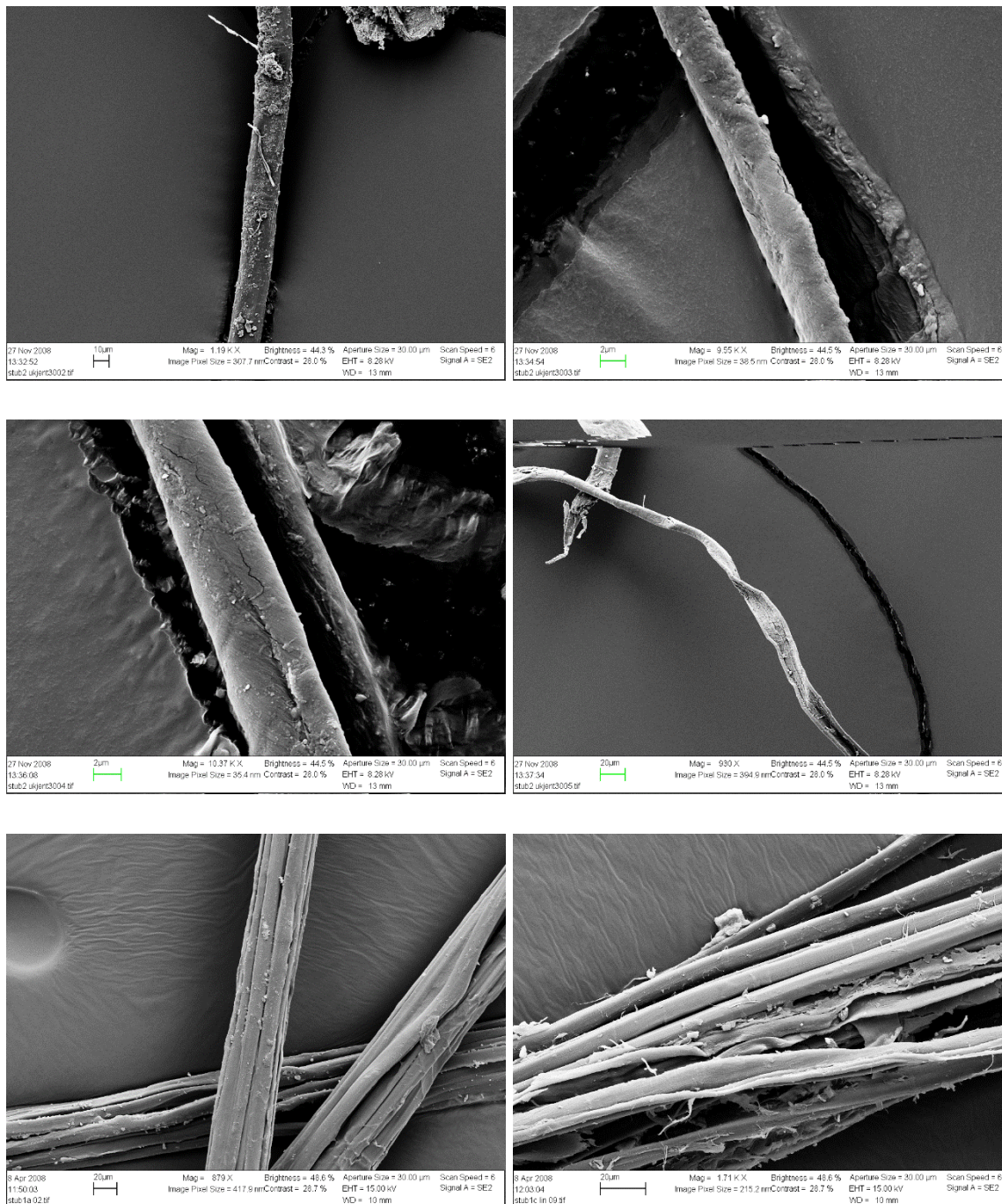


Fig. 18: Fibrar frå overflate ovalspenne, moglegvis lin. Øvst til venstre kan ei ane små tversgåande strukturar, typiske for lin. På dei tre neste bilda kan ein ikkje sjå desse strukturane. Kanskje dette kan vere silke? Til samanlikning er bildet nedst til venstre av moderne silkefiber, medan bildet nedst til høgre er av moderne linfiber.

4.2.3 SEM-EDS og FTIR analyse av korrosjonsprodukt

Tilfeldigvis kom det med eit fragment av ei insektpuppe på eit av SEM-preparata. På overflata av denne fanst mikroskopiske metallkrystallar som viste seg å bestå av bly og fosfor (blyfosfat?). Dei er interessante å merke seg ettersom dei i form liknar på det som vert kalle for 'krøllete malakitt' (curly malachite), ein type koparkorrosjon som metallurgar framleis prøver å forstå (Eggert, 2007). Slike krøllete metallkrystallar oppstår gjerne der metall og organisk er i kontakt. Såkalla koparsåper er korrosjonsprodukt som er eit resultat av at kopar og organiske syrer reagerer og ein får koparacetat som på form liknar mykje på blykrystallane vi ser her (Brühl, 2013).

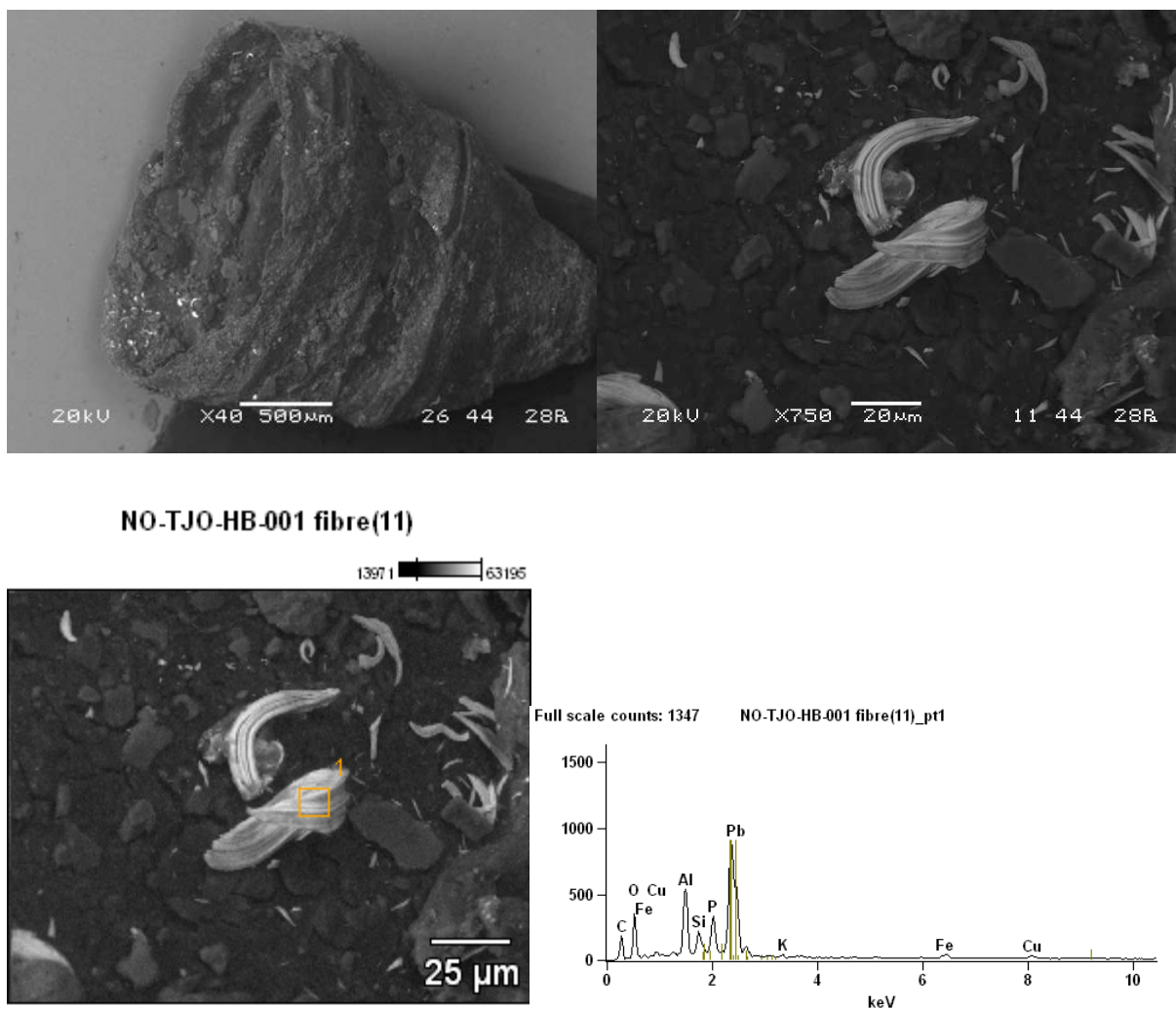


Fig. 19: SEM-bilde øverst til venstre viser insektpuppa. På innsida (nedst i høgre hjørne) kan ein sjå små kvite prikkar. Dette er dei blyhaldige krystallane som vi ser forstørta i SEM-bildet til høgre. Nedst

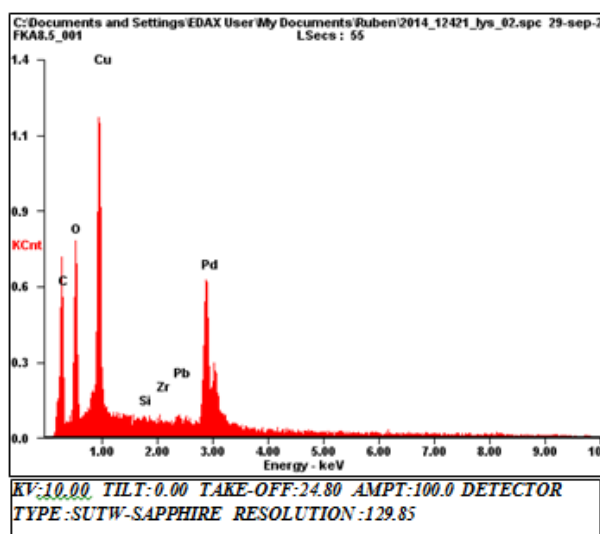
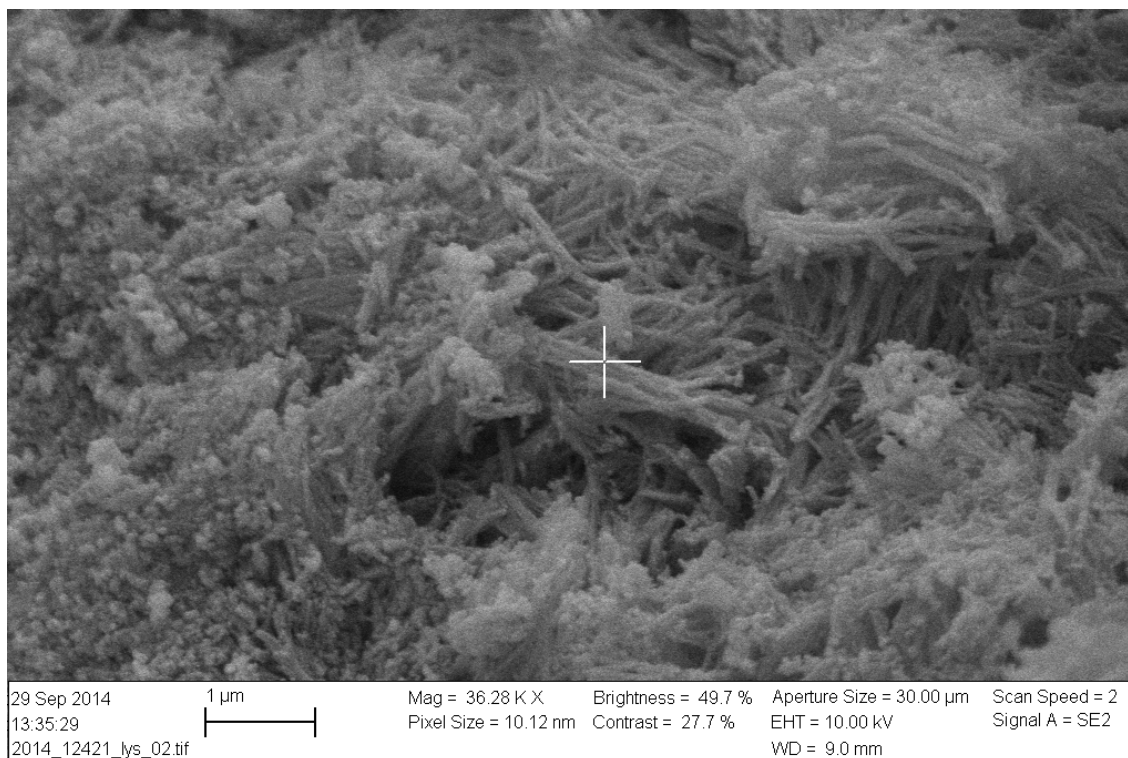
til venstre viser kor det vart utført ein EDS-analyse, og til høgre er resultatet i form av eit spektrum der ein ser kva slags grunnstoff er tilstades. Den høgaste toppen er for bly (Pb), altså dette er hovudbestanddelen av krystallane, i tillegg til at det finst fosfor (P). Aluminium (Al), silisium (Si), karbon (C) og oksygen (O) er truleg frå jord/sand og anna materiale i omgjevnadane. Små spor av jern (Fe) og kopar (Cu) er òg å forvente med tanke på at det fanst gjenstandar av jern og kopar i nærleiken.

På undersida av ovalspennene fanst i tillegg to særigne korrosjonslag: eit mjukt, voksaktig lysare irrgønt lag over eit hardt mørkare grønt lag. Det vart tatt prøvar av begge desse (Fig. 20) for å sjå om dei kunne innehalde koparklorid (nantokitt og paratakamitt), noko som ville sei at metallet står i fare for aktiv korrosjon, såkalla bronsesjuka.



Fig. 20: Viser områda kor det vart tatt ut prøve av lyse og mørke korrosjonsprodukt for SEM-EDS og FTIR-analyse.

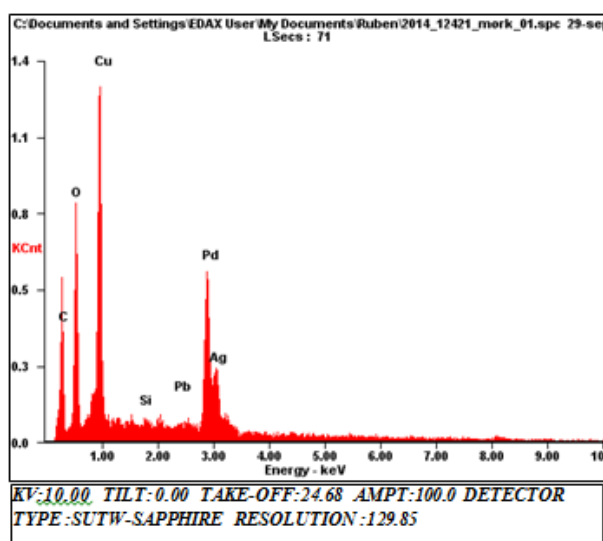
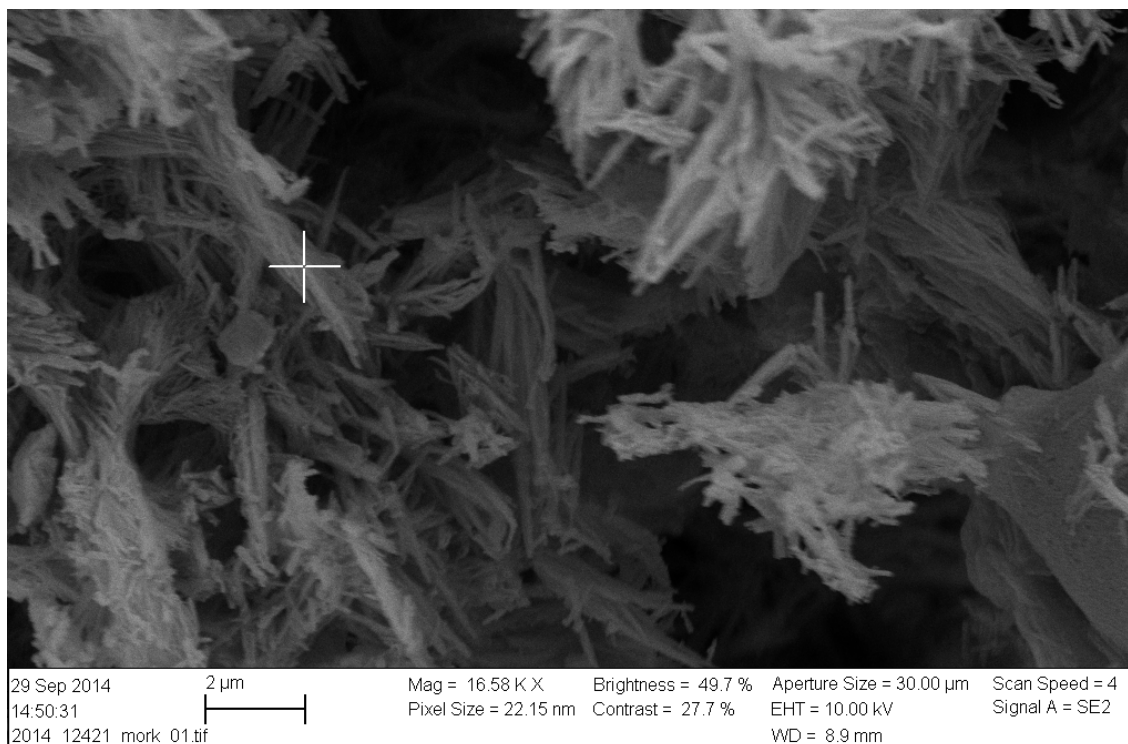
SEM-EDS analysen av begge korrosjonsprodukta viste at klorid ikkje var til stades, og at begge i hovudsak består av kopar, karbon og oksygen (Fig. 21 og 22). Det er difor sannsynleg at dette er det stabile korrosjonsproduktet koparkarbonat, malakitt. Forskjell i farge og tekstur kan kome av ulikskapar i krystallstrukturen, noko som òg vart observert i SEM (Fig. 21 og 22).



Element	Wt %	At %
C K	19.46	36.16
O K	32.65	45.55
Cu L	44.58	15.66
Si K	03.31	02.63

EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS SEC
TABLE: USER

Fig. 21: SEM-BSE bilde av mineralkrystallane og SEM-EDX analyseresultat av dei lysegrøne korrosjonsprodukta: i hovudsak kopar (Cu), oksygen (O) og karbon (C).



Element	Wt %	At %
C K	13.93	27.97
O K	33.54	50.57
Cu L	42.04	15.96
P K	05.64	04.39
Pd L	04.86	01.10

EDAX ZAF QUANTIFICATION STANDARDLESS SEC
TABLE : USER

Fig. 22: SEM-BSE bilde av mineralkrystallar og SEM-EDX analyseresultat, av dei mørkegrøne korrosjonsprodukta: i hovudsak kopar (Cu), oksygen (O) og karbon (C).

For ytterlegare undersøking av kva slags mineral desse to korrosjonsprodukta bestod av, vart det òg utført FTIR-analyse. Dette stadfesta at begge korrosjonsprodukt er koparkarbonatet malakitt (Fig. 23).

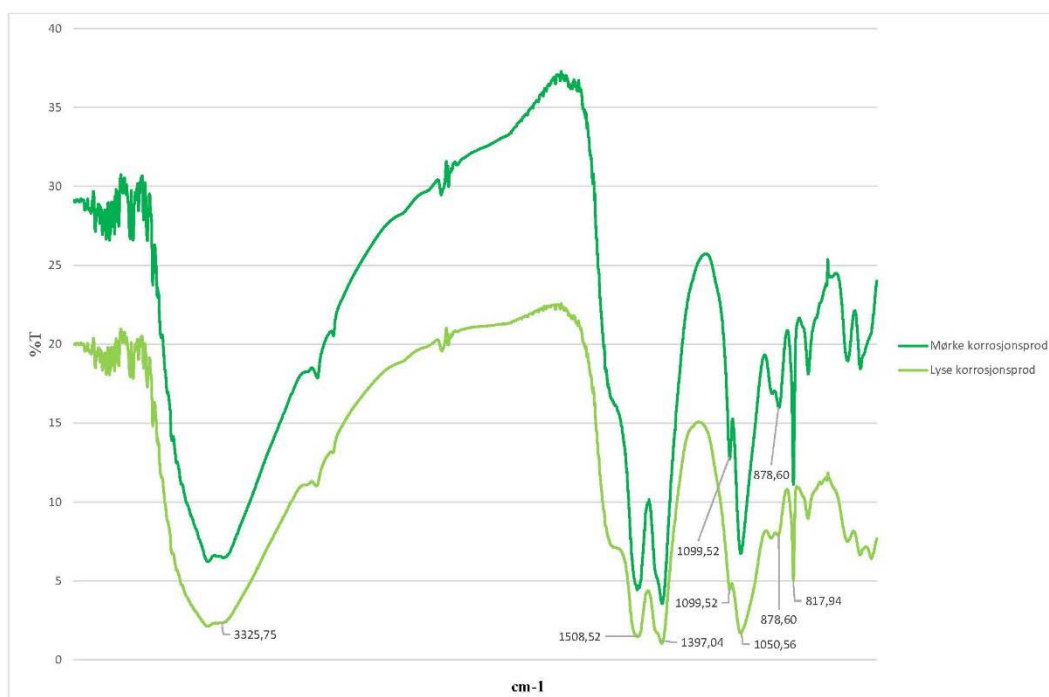


Fig. 23: Viser spektra danna ved FTIR-analyse av dei lyse og mørke korrosjonsprodukta. Spektra viser toppar ved 3325, 75 cm^{-1} , 1508,52 cm^{-1} , 1397,04 cm^{-1} , 1099,52 cm^{-1} , 1050,56 cm^{-1} , 878,60 cm^{-1} og 817,94 cm^{-1} , karakteristiske for koparkarbonatet malakitt (Derrick, Stulik og Landry, 1999:199). Bandet som i spekteret for dei mørkare korrosjonsprodukta vart registrert ved 1099,52 cm^{-1} , er i spekteret for den lyse korrosjonen skjult i bandet ved 1051,56 cm^{-1} , men kan sjåast som en liten tapp i det same området. Det same gjeld for bandet ved 878,60 cm^{-1} .

4.2.4 Diverse analysar av beinmateriale for å karakterisere bevaringstilstand på mikroskopisk, kjemisk og biomolekylært nivå

Diverse prøvar vart tatt ut for ulike typar analyse i samband med doktorgradsarbeidet til Hege Hollund (2013), som i stor grad handla om tilstandsvurdering av beinmateriale. Dette var ei av mange hundre prøvar som vart analysert i prosjektet, men resultatane for sjølve Tjora-beinet er så langt ikkje diskutert i detalj i noko vitenskaplege publikasjon. Det finst ei kort skildring i Hollund (2012). I tillegg vart første analysar og forskingsspørsmål knytt til materialet presentert som ein poster ved *UK Archaeological Science Conference* i Cardiff, 2013. Kopi av posteren er lagt ved som vedlegg (II) til rapporten. Ei oppsummering av alle analysane utført og resultatane så langt følgjer her.

4.2.4.1 FTIR

Fig. 25 viser FTIR spekteret for ein prøve av Tjora-bein. Berre eit par milligram beinpulver er nødvendig for å utføre analysen. Resultata er spektra som viser dei ulike molekylartane i samansette organiske molekyl, eit slags fingeravtrykk som må samanliknast med referansespektrum av moderne beinmateriale, for å kunne identifisere endringar som har skjedd på grunn av nedbryting.



Fig. 24: Foto av beinfragment, små mjuke flak, brukt til FTIR-analyse. Målestokk er i millimeter.

Ved å samanlikne med eit spektrum for moderne bein (Fig. 25), kan ein sjå at Tjora-materialet produserer eit liknande spektrum, med ein amid(protein)-topp rundt 1615 cm^{-1} , ein karbonat-topp rundt 1415 cm^{-1} , ein høg fosfat-topp ved 1030 cm^{-1} , og ein dobbel fosfat-topp ved 605 og 565 cm^{-1} (Weiner and Bar Yosef, 1990) (Fig. 25). Høgda på toppane reflekterer relativ mengde av dei ulike molekylartane. Det ser difor ut at i Tjora-beinet er høvet mellom protein og mineral mykje større enn normalt. Altså, det er sannsynleg at vi har å gjere med sterkt

nedbrote beinmateriale der mykje av mineralet er forsvunne, men delar av den organiske delen, proteinet, er bevart.

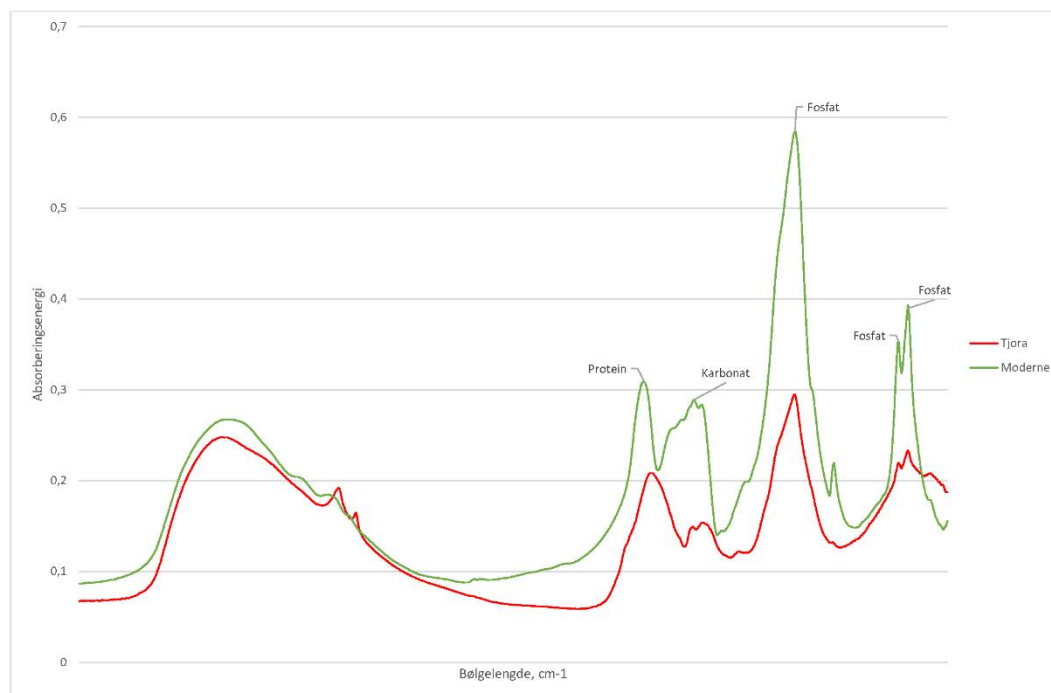


Fig. 25: FTIR-spektra. Den røde streken er spektrum for ein prøve av Tjora-bein. Den grøne streken representerer ein prøve av moderne bein. Den horisontale aksene viser bølgelengd, karakteristisk for ulike molekylartar, medan den vertikale aksene viser absorberingsenergi, som er eit uttrykk for relativ mengd av dei ulike molekyldelane.

På bakgrunn av FTIR-spektra kan ein rekne ut ulike verdiar som gjer ein peikepinn om den relative endringa i materialet, i samanlikning med moderne, ferske bein. Ved nedbryting skjer ofte ei endring i krystallinitet; beinmineralet blir meir krystallinsk. Samtidig blir proteinet ofte brote ned og forsvinn. Forma og den relative høgda på karbonat og fosfat-toppene (ein verdi som blir kalla 'splitting factor', SF, og karbonat:fosfat, C/P) reflekterer krystallinitet, medan den relative høgda på proteintoppen (amid) i høve til fosfat-toppen reflekterer mengd protein (amid:fosfat, Am/P) (Weiner and Bar Yosef, 1990). Samanliknar vi desse verdiane med moderne bein (tabell 1), ser det ikkje ut til at mineralet har blitt mykje meir krystallinsk, sjølv

om CP-verdien indikerer noko rekrystallisering og auka krystallinitet. Det ser òg ut til at det er meir protein i høve til mineral, samanlikna med moderne bein. Det støttar opp om at hovudprosessen her er *demineralisering* pga låg pH; mineralet løyser seg opp og blir etter kvart vaska ut, medan proteinet i større grad har blitt bevart.

Prøve	SF (krystallinitet)	C/P (krystallinitet)	Am/P (proteinmengde)	Vektprosent protein, %
Tjora	2,70	0,21	0,52	25,2
Moderne bein	2,75	0,36	0,36	22,0

Tabell 1: Verdier rekna ut på basis av FTIR-spektrum, for beinprøve frå Tjora. Verdiane for moderne bein er òg rapportert, til samanlikning. SF = splitting factor: dess høgare verdier, dess meir krystallinsk. C/P = karbonat:fosfat: dess lågare verdier, dess mindre karbonat. Am/P = amid:fosfat: dess høgare verdier, dess større del protein i høve til mineral. Vektprosent protein er rekna ut på basis av Am/P verdien (Trueman et al., 2008).

4.2.4.2 Prosent nitrogen

Ettersom proteinet i bein inneheld nitrogen, er mengda nitrogen i ei prøve òg ein indikasjon på proteinbevaring. Moderne bein inneheld om lag 4% nitrogen. Prosent nitrogen blir brukt som ein kvalitetssjekk før radiokarbon-datering og isotopanalyse (Tisnerat-Laborde et al., 2003). Dersom prøva inneheld meir enn 0,76% nitrogen tyder dette at sannsynet for å få ut nok godt bevart protein for datering er 84%, altså det er ein veldig god sjanse for å få ut godt daterbart materiale (Brock et al., 2010c). For å bestemme mengd protein trengst òg berre nokre få milligram prøve, og dette vart utført ved Radiokarbonlaboratoriet ved Universitetet i Oxford i England. Resultatet frå analyse av tre delprøvar er rapportert i tabell 2. Prosent nitrogen varierer frå 1,8 til 2,3, som igjen viser at ein stor del av proteinet er bevart (Rachel Wood, pers. komm.).

Delprøve	Vekt Nitrogen per mg	%Nitrogen $\pm 0,2$
1	3	1,9
2	3,6	1,3
3	3,2	2,8

Tabell 2: Resultat nitrogenmengdeanalyse av tre delprøvar av beinpulver.

4.2.4.3 *Histologi: Undersøking av mikrostruktur ved hjelp av lysmikroskop og sveipelektronmikroskop*

Ein viktig reiskap i tilstandsvurdering av bein er mikroskopi. Det har vist seg at vurdering av makroskopisk tilstand, altså ei vurdering med det blotte auga til dømes av fragmenteringsgrad, farge, overflateerosjon osv. ikkje nødvendigvis har samanheng med informasjonspotensialet på mikroskopisk og biokjemisk nivå. Skildring av tilstand og nedbrytingsprosessar på histologisk nivå, det vil sei, mikroanatometisk nivå, har vist seg å vere særst nyttig (Turner-Walker and Jans, 2008; Jans, 2005; Hollund et al., 2012). Eit tverrsnitt av eit lite beinflak frå Tjora (Fig. 26) vart preparert både som tynnslip for gjennomlysmikroskopi, og for sveipelektronmikroskopi.

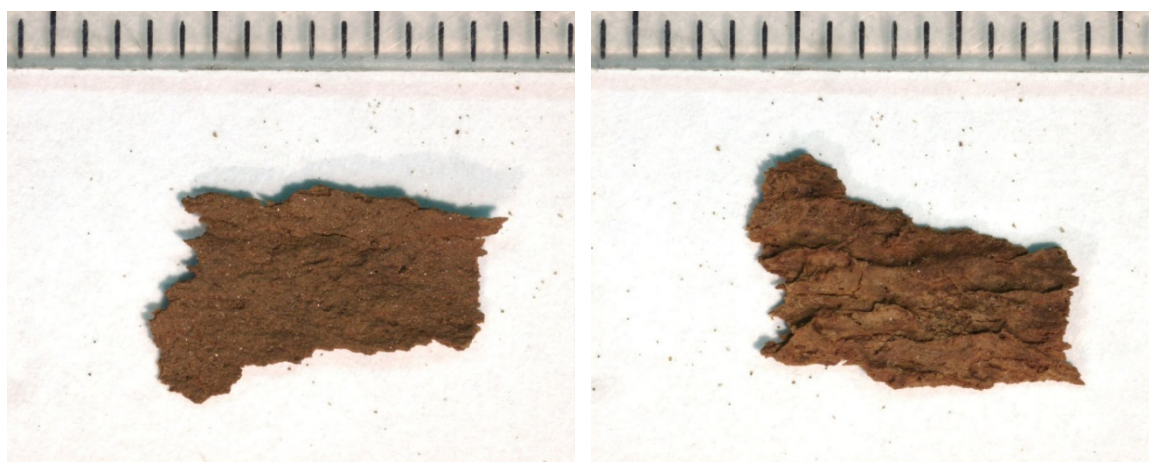


Fig. 26: Beinflak frå Tjora, over- og underside, brukt til histologisk undersøking. Målestokk er i millimeter.

Undersøkinga av tynnslip i lysmikroskop viste at beinmaterialet er brunleg på farge heile vegen gjennom, og at store delar av den opphavlege mikrostrukturen er øydelagt på grunn av etsing, altså, mineralet løyser seg opp på grunn av låg pH og/eller proteinet blir brote ned kjemisk. I tillegg er det teikn til ein tidleg fase med bakteriell nedbryting. Trass i sterk forvitring, kan ein somme stader sjå restar etter strukturar som ein reknar med er resultat av at bakteriar lagar tunnellar i materialet. Slik bakteriell nedbryting skjer helst i miljø der pH er nær nøytral, og det er god tilgang på oksygen. Dette er difor sannsynleg prosessar som har skjedd tidleg *post-mortem*. Etter kvart har truleg nedbryting av organisk materiale, korrosjon av metall (giftig for mikroorganismar) og tildekking med jord gjort miljøet mindre attraktivt for bakteriar, medan resulterande låg pH og produksjon av humussyrer har sørga for etsing og misfarging av beinmineralet. Likevel, sjølv i dette vesle sterkt nedbrotne fragmentet kan vi sjå ørsmå lommer av godt bevart mikroanatomi. Ein kan kjenne igjen beinstruktur i form av ringforma lamellar (lag) rundt blodårekanalane. Desse utgjer små einingar i mikrostrukturen kalla *osteon*. Somme stader kan ein òg sjå at porene etter beincellene (osteocyte lacunae) er bevart. Dette blir særleg tydleg i polarisert gjennomlys (lyset blir filtrert på ein særskild måte). Godt bevart beinmateriale vil sleppe gjennom polarisert lys, medan det ikkje er tilfelle om materialet er nedbrote slik at mikrostrukturen har endra seg (Fig xA-X).

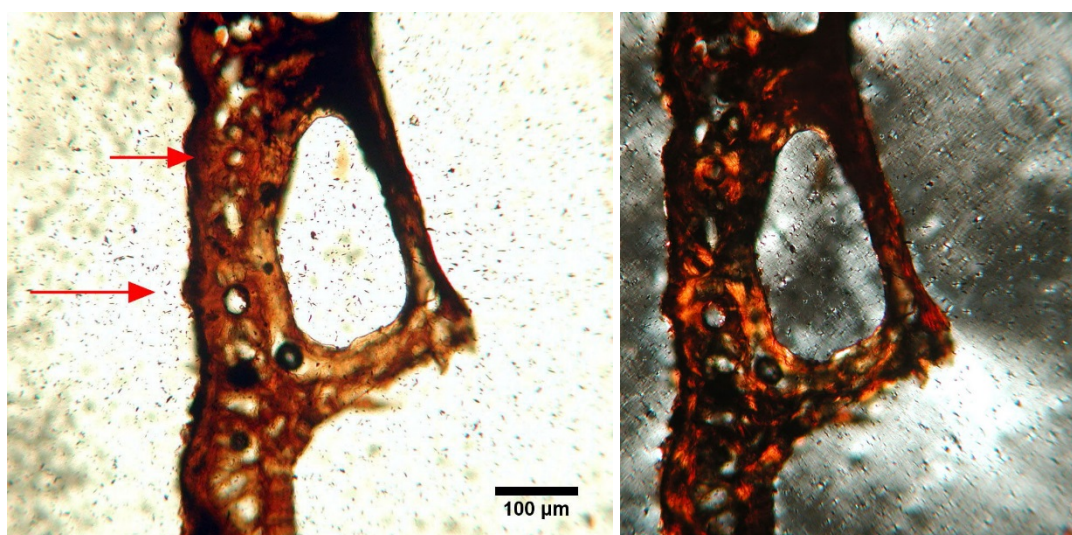


Fig. 27: Mikroskopfoto av ein del av tynnslipet i gjennomlys (til venstre) og polarisert lys (høgre). Brunleg misfarging og total øydelegging av mikrostrukturen er tydleg. Pilene på foto til venstre viser

to osteon, runde former rundt ei pore som tidlegare var kanal for blodårer. I polarisert lys til høgre er dei lys-oransje felta indikasjon på små områder der den opphavlege mikrostrukturen er bevart.

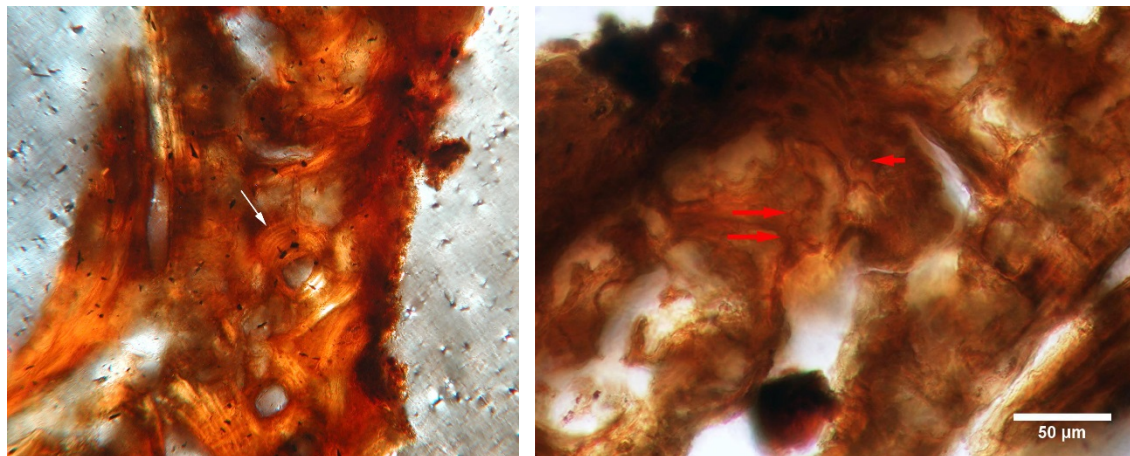


Fig. 28: Mikroskopfoto av beinprøve som viser mikrostrukturelle detaljar: Til venstre ser vi restar av opphavleg struktur (pil) i form av fine lamellar (lag) i ring rundt ein blodårekanal. Dei små svarte flekkane er porer for blodceller (osteocyte lacunae). Til høgre ser vi eit område der mikroanatomien er totalt øydelagd, både på grunn av bakteriell nedbryting (tverrsnittet av runde tunellar lagd av bakteriar er markert med piler), og oppløysing av beinmineralet.

Undersøking i sveipelektronmikroskop gjer det mogleg å studere beinprøva i enno større detalj, i tillegg til å gjere kjemisk analyse av det ein ser i mikroskopet (sjå avsnitt 4.1.5). Det blei gjort ei kartlegging av dei ulike grunnstoffa til stades i beinet som viser relativ mengde ved hjelp av fargekoding. Resultata er lagt ved rapporten (Vedlegg I). Analysen viste at beinet er infiltrert med kopar frå metallgjenstandane, men òg jern og mangan frå gjenstandar og omgjevnadane. Jern- og mangansamansetningar vil òg kunne føre til rødbrun, brun eller svart misfarging av beinet.

4.2.4.4 Isotopanalyse

Sidan både FTIR-analyse og måling av mengd nitrogen viste at det fanst mykje protein bevart, kunne isotopanalysar bli utført. Undersøkinga av tynnslip i mikroskop viste vidare at sjølv eit lite, sær nedbrotne fragment, innehaldt små mikroskopiske lommer med godt bevart beinmateriale der ein òg kan forvente å finne protein av god kvalitet.

Ved isotopanalyse av beinprotein, der det blir gjort måling av høvet mellom nitrogenisotopane ^{15}N : ^{14}N , og mellom karbonisotopane ^{13}C : ^{12}C , er målet rekonstruksjon av kosthold. Desse to verdiane, rapportert som delta-verdiar ($\delta^{15}\text{N}$ og $\delta^{13}\text{C}$), reflekterer kor ein er i næringskjeda (planteeter eller kjøtteter), og kor hovudparten av proteinet i kostholdet kjem frå; om det er marint protein (t.d. fisk), eller landbasert protein (t.d. brød, sauekjøt etc). Dette er no ein mykje brukt metode i arkeologi og det finst mengder litteratur om dette (Tauber, 1981; DeNiro and Epstein, 1978; Ambrose, 1990; Naumann et al., 2014a; Naumann et al., 2014b). Metoden og bakgrunnen for denne vil difor ikkje bli nærare skildra her. Her vil det berre blir rapportert om resultata for Tjora-materialet, og det dei fortel om bevaringstilstand.

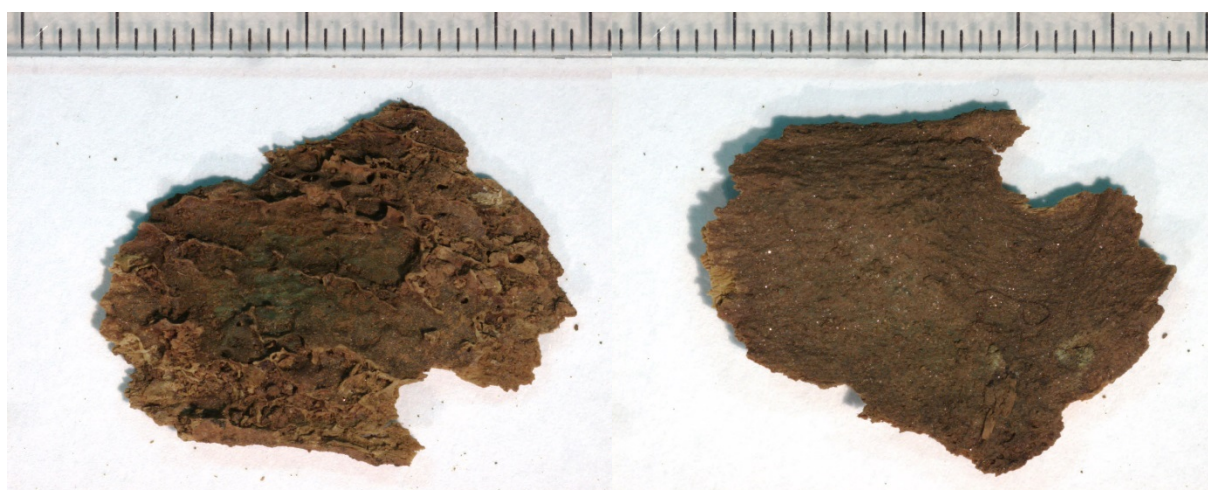


Fig. 29: Beinfragment, under- og overside, brukt til preparering av beinprotein (kollagen) og isotopanalyse av proteinet. Legg merke til brunfargen, kanskje frå humussyrer, eventuelt jern/mangan, og grønfarge, truleg frå koparkorrosjon. Målestokken er i millimeter.

Resultatet av isotopanalysen er rapport i tabell 3. I tillegg til isotopverdiane av ulike delprøvar, er det òg målt fleire kvalitetsindikatorar for proteinet, som prosent karbon (%C), nitrogen (%N), og høvet mellom karbon og nitrogen (CN atomic ratio).

Delprøve	Beskriving	δ 15N ‰	% N	δ 13C ‰	%C	CN atomic ratio
TJOA1	Ultrafiltrert protein (> 30kD)	12,92	11,10	-20,80	38,27	4,02
TJOB1		12,80	11,32	-20,48	36,85	3,80
TJOC1		12,66	12,50	-20,47	40,84	3,81
Gjennomsn.		12,79	11,64	-20,58	40,84	3,88
TJOC2	Rest etter ultrafiltr (< 30kD)	12,45	8,36	-21,71	37,98	5,30
TJOB2		12,44	7,22	-21,76	32,57	5,26
TJOCX	Rest etter grovfiltrering (forureining)	12,98	3,99	-23,96	20,29	5,94

Tabell 3: Resultat av isotopanalyse av ulike delprøver av Tjora-materialet.

Hos moderne, godt bevart protein er høvet karbon:nitrogen (atomvekt) mellom 2,9-3,5 (DeNiro, 1985; van Klinken, 1999). Ein reknar difor med at prøvar med verdier som ligg utanfor dette spennet vil vere nedbrote og/eller forureina. Dette vert brukt som ein kvalitetsindikator og slike prøvar vil ikkje kunne brukast for radiokarbondatering eller isotopanalysar (van Klinken, 1999; Brock et al., 2010c). Som ein ser frå tabell 3 hadde alle delprøvene (A, B og C) karbon:nitrogen verdier høgare enn 3,5. Det vil sei at vi ikkje kan stole på at isotopverdiane reflekterer kosthold ettersom det er sannsynleg at dei er forureina.

I tillegg til det preparerte og reinsa proteinet, vart delprøver av nedbrytingsprodukt og/eller forureina materiale analysert (B2, C2 og CX). Som del av prepareringa av prøven var inkludert både ei grovfiltrering (Eezee-filter) av proteinet i løysing for å fjerne forureining, og det som vert kalla ultrafiltrering. Ultrafilteret skil molekyl som er større og mindre enn 30 kilodalton (kD). Kollagen er opphavleg lange molekyl og tanken er at delen av proteinløysinga som består av molekyl større enn 30 kD, vil bestå av godt bevart protein. Ein

kvittar seg då med dei mindre, nedbrotne kollagen-fragmenta og eventuelt andre forureinande molekyll (Brock et al., 2010a). Frå tabell 3 kan ein sjå at nitrogenisotop-verdiane til dei ulike delprøvane (ultrafiltrert protein og forureining) er relativt like, medan karbonisotopverdiane av det nedbrote/forureina materialet har lågare (meir negative) karbonisotopverdiar. Det er difor høgst sannsynleg at proteinet er forureina av humussyrer (som for det meste består av plantemateriale med lågare karbonisotopverdiar enn dyre/menneskeprotein), og prøveprepareringa har ikkje klart å fjerne desse heilt. Dette kan ha å gjere med at humusprodukt og/eller anna type forureining bind seg til kollagen (van Klinken and Hedges, 1995), og desse store kollagen-forureining kompleksa vil bli igjen i filteret (Brock et al., 2013). Det er likevel tydleg at ultrafiltreringa har hatt ein effekt og ført til at karbonverdiane er blitt noko høgare. Vi kan plote isotopverdiane av delprøvane for samanlikning, og i tillegg samanlikne med isotopverdiane til bein funne under Stavanger domkyrkje, som daterer til vikingtid og middelalder (Fig. 30).

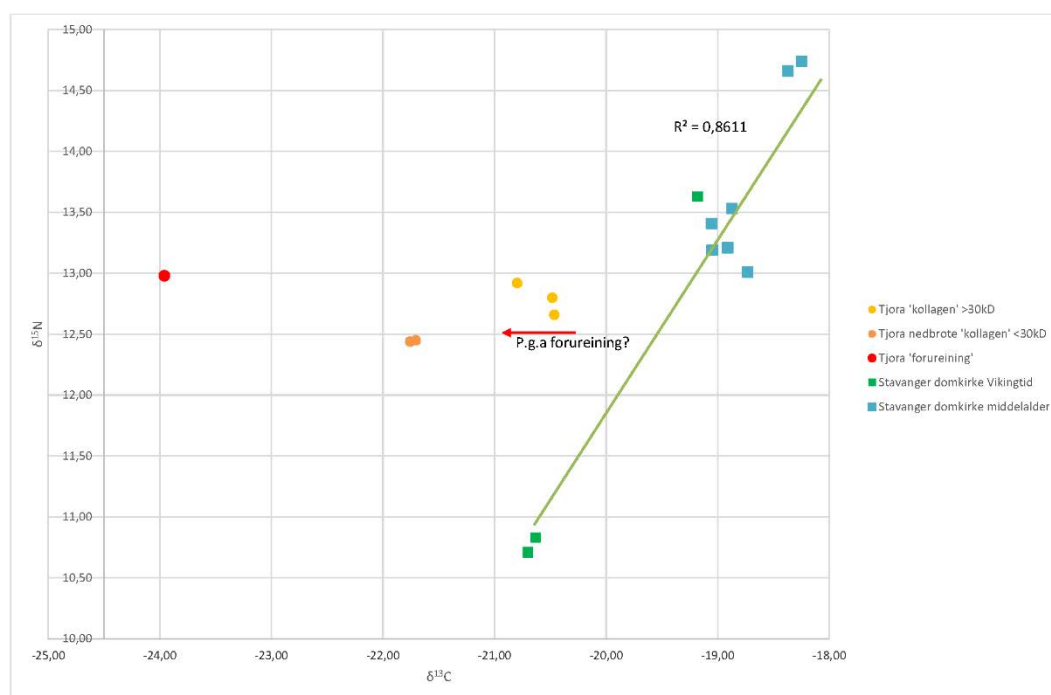


Fig. 30: Grafisk samanlikning av isotopverdiane for delprøvane frå Tjora, og isotopverdiar for prøvar av bein frå Stavanger domkyrkje, datert til vikingtid og middelalder. Data på materialet frå domkyrkja utgjer ei sterk trendlinje, som reflekterer kosthold. Til samanlikning ligg Tjora-verdiane til venstre for

trendlinja, med lågare karbonisotopverdiar enn ein skulle forventa om Tjora-materialet skulle følgje same trenden. Det kan tyde på at sjølv etter filtrering finst det restar av forureinande materiale.

Kollagenet i prøvane frå domkyrkjematerialet var vurdert til å vere av god kvalitet. Karbon- og nitrogenisotopverdiane frå denne studia viste ein klar trend der prøvar med høgare nitrogenverdiar òg har høgare karbonverdiar. Dette vart tolka som ein variasjon i mengd marint protein: jo høgare verdiar, jo meir sjømat i kostholdet (van der Sluis, 2012; Hollund and Van der Sluis, 2012; Hollund et al., 2013). Det er interessant å sjå at nitrogenverdiane til Tjora-prøvene ligg i same området som vikingtidsmaterialet, medan karbonverdiane er forskyvd i høve til trendlinja som domkyrkjematerialet utgjer. Dei meir negative karbonverdiane vi ser for forureininga og nedbrote protein frå Tjora kan forklare dette. Humussyrer er for det meste planteprodukt og inneheld relativt lite nitrogen i samanlikning med beinproteinet (van Klinken and Hedges, 1995), og består for det meste av karbon. Slik forureining vil difor ha ein større effekt på karbonisotop-verdiane enn nitrogenisotop-verdiane. Det kan difor hende at nitrogenverdiane her i stor grad reflekterer kosthold, medan karbonisotopverdiane er resultat av forureining. Likevel, kvalitetsindikatorane tilseier at vi ikkje kan bruke desse resultata, og nye analysar bør eventuelt utførast. Eksperiment har vist at det er vanskeleg å reinse prøvar forureina med humussyrer (van Klinken and Hedges, 1995). I dag er det fleire som bruker alkalisk vask (Brock et al., 2010a) eller andre måtar for å fjerne så mykje forureining som mogleg (Yuan i Brock 2013). Sjølv om analysen har vist at materialet er problematisk, kan nye forsøk med meir reinsing av materialet gje betre resultat. Det er òg viktig å notere seg at dei fragmenta som er brukt i analysane skildra ovanfor er små, og kan vere meir nedbrotne enn dei større bevarte fragmenta vi har att.

4.2.4.5 DNA-analyse

I 2009 vart ein bit av ryggvirvelfragmentet sendt til DNA-analyse ved Evolusjonsbiologisk sentrum, Uppsala universitet. Dette var som del av to doktorgradsprosjekt, for Hege Hollund (VU universitetet, Amsterdam), og Oddný Ósk Sverrisdóttir (Uppsala, vegleiar Anders Götherström, no Stockholm universitet). Hovudmålet var først og fremst å teste om DNA i det heile tatt kan ha blitt bevart i dette sterkt nedbrote materialet, truleg dels infiltrert med humussyrer og koparkorrosjonsprodukt. Sverrisdóttir fekk utført første del av

prøveprepareringa, slik at det no føreligg ein DNA-prøve i Uppsala klar for analyse. Det er eit mål å få ferdigstilt analysen i løpet av 2015, og publisere dette i løpet av 2016-17.

4.3 Oppsummering

Kjemisk analyse ved pXRF viste at ovalspennene er laga av messing, og var truleg dekorert med knoppar av sølvfolie. Studie av lause fibrar i SEM viste at ull-tekstilar har vore til stades i grava. Tekstilar av silke og/eller lin kan òg ha vore til stades, men vidare analysar er her nødvendig. Eit interessant, mogleg sjeldan korrosjonsprodukt vart oppdaga i form av 'krølla' blykrystallar. SEM-mikroskopi og EDS-analyse av to ulike koparkorrosjonsprodukt viste at ingen av desse inneheldt ustabile koparkloridsamanbindingar som kunne ha ført til såkalla 'bronsesjuka'. Beinmaterialet funne ved ovalspennene vart analysert i samband med eit doktorgradsarbeid, med som mål og vurdere tilstand og informasjonspotensiale. Ulike analysar viste at materialet er sterkt forvitra, der særleg mineralet er øydelagd og dels vaska ut. Beinproteinet var relativt godt bevart, men er forureina, truleg av humussyrer. Dette gjer bruk av materialet for stabil isotopanalyse (for kostholdsrekonstruksjon) og radiokarbon datering vanskeleg og eit første forsøk på isotopanalyse av eitt fragment gav forureina verdiar.

5 Behandling

5.1 Ovalspennene

Under utgraving i laboratoriet vart sprekker sikra ved små biter japanpapir dynka i akrylbasert lim (Paraloid B72 i etanol). Utgraving vart utført med trespatel, trepinningar, børstar og med regelmessig sjekk i mikroskop. På grunn av det tjukke laget med organisk materiale under spenne nr. 2 vart det her grove eit par cm ned og rundt spenna. Denne mindre jordklumpen med spenna på toppen vart så snudd, og materialet under gravd ut lag for lag (sjå fig. x ovanfor), under mikroskop. Ettersom det var planlagt å legge til side ein beinprøve for DNA-analyse, der faren for forureining med moderne DNA kan være sær problematisk, vart delar av utgravinga utført i så reine omgjevnadar som mogleg:

- utgravinga vart utført i analyse-laben av konservator Hege Hollund. Ingen andre kom inn i rommet medan dette føregjekk.
- benken, alle reiskapar brukt og hanskar vart vaska i klorin. Reiskapar brukt: pinsett, tannlegereiskapar, mjuk pensel og liten "blåsebelg".
- konservator var ikledd steril, heildekkande Tyvek-drakt, munnbind og hanskar.
- beinfragment for DNA-prøva (ein ca. 3x2x1 cm stor bit av ryggvirvel) vart overført til steril prøve-tube raskt etter avdekking.

Då alt laust materiale, tekstilar, beinbitar etc, var fjerna, vart begge spennene reinsa mekanisk ved hjelp av skalpell og børster under mikroskop. Bomullspinne fukta med etanol vart brukt til å mjukne korrosjonslaget før det vart forsiktig skrapa vekk, og for å fjerne laus korrosjon og jord. Under arbeidet med den mekaniske reinsinga var det i somme områder nødvendig med lokal konsolidering med ca. 5% Paraloid B72 (løyst i aceton/etanol), for å styrke særleg skjøre områder. I somme områder var det vanskelegare å fjerne jord og korrosjon på grunn av at overflata var så skjør, særleg på spenne nr. 2.

På begge spennene løsna det små fragment langs kanten der det allereie var større sprekker. På spenne nr. 1 vart desse limt med 30% Paraloid B72 (i etanol), og det limte området vart styrka ved å lime japanpapir på baksida (fint papir av ulike typar plantefiber). Lause fragment av jernnåla og nålfestet vart òg limt. For den andre spenna var det vanskelegare å lime fragmenta ettersom metallet hadde vridt seg noko etter sprekkedanninga, men store sprekker vart sikra ved å lime japanpapir på baksida. Det ubehandla fragmentet vart i staden lagt til side, og kan kanskje egne seg for eventuelle metallurgiske analysar i framtida.

Oversida på spenne nr. 2 vart lakka med eitt lag 5% Paraloid B72 (i aceton/etanol), ettersom denne var særleg skjør. Spenne nr. 1 og undersidene på begge spenne vart berre konsolidert lokalt, rundt sprekker og langs kantane. Ein del av det mineraliserte tekstilmaterialet korrodert fast på spennene vart òg delvis konsolidert med Paraloid B72, og lause stykker tekstil vart limt med 30% Paraloid B72 til baksida for at det ikkje skulle falle av ved handtering.

5.2 Det organiske og beina

Det organiske materialet og beina vart så langt som råd ikkje behandla. Det er mange ulike kjemiske analysemetodar tilgjengeleg for slikt materiale (datering, analyse av protein og DNA etc.). Eventuell påføring av lim og konsolideringsmiddel kan gjere slike analysar vanskelege eller umoglege. Somme av dei mest mineraliserte tekstilfragmenta måtte likevel påførast konsolideringsmiddel (5% Paraloid B72) for å forhindre at dei smuldra opp. Større fragment er pakka i gjennomsiktige esker og posar slik at ein unngår unødig direkte handtering.

6 Framtidig forskning og anbefalingar

Ovalspennene er relativt godt bevart, nær komplette og såleis moglege utstillingsobjekt. Konserveringsbehandlinga har òg gjort dei meir robuste og dei er relativt enkle å handtere. Det er ingen teikn på at metallet er kjemisk ustabilt, men ein bør likevel ha som mål å oppbevare dei i rimeleg tørt og stabilt klima, helst under 45 % relativ luftfuktigheit. Det organiske materialet er særleg skjørt og det meste må handterast forsiktig og med pinsett.

Framtidige mikroskopiske undersøkingar av tekstilfiber og pels vil vere særst interessant for å stadfeste kva slags materiale som vart brukt til klede og eventuelt til innretning av grava. Dei kjappe analysane gjort så langt viser at det finst godt bevarte fibrar med gode moglegheiter både for mikroskopisk undersøking, og potensielt kjemiske/biomolekylære analysar. Dei små beinfragmenta utgjer òg eit sjeldant funn av menneskeleg biologisk materiale frå vikingtid i Rogaland. Sjølv om det er snakk om små og sterkt nedbrøtne fragment, kan diverse analysar vere mogleg. Protein er bevart, men det må takast høgde for forureining om dette skal analyserast. DNA-analyse er undervegs for å teste om dette molekylet er bevart, og i kva stand det er, om det er analyserbart.

7 Samandrag

I 2008 vart det avdekka ei båtgrav frå vikingtid ved utgravingar på Orshaugen, Tjora, Sola kommune. Grava var relativt funn-rik, med restar etter båtnaglar, i tillegg til gravgods som smykker og reiskapar av jern, koparlegering, glas og stein, inkludert eit sett typiske ovalspenner frå 800-talet. Metallet var sterkt korrodert, men ovalspennene var stort sett heile og med alle delar intakt. Denne rapporten har skildra konservering og undersøking av spennene, i tillegg til organisk materiale som vart funne på/ved spennefragmenta.

Undersøkinga av metallet viste at spennene er av messing og har mest sannsynleg vore dekorert med knoppar av sølvfolie, som no manglar sett bort frå to små fragment. Analysar vart òg utført på korrosjonsprodukt for å teste for aktiv korrosjon (kloridsambindingar, 'bronsesyke'), men berre stabile korrosjonsprodukt (koparkarbonat) vart observert. Eit større stykke kypertvevd tekstil vart funne ved den eine spenna, i tillegg til restar etter tjukke og tynne snorer rundt jernnålene på begge spenner. Desse er i ulik grad mineralisert. I tillegg kan samlingar av lause fibrar vere restar etter pels. Første fiberanalysar har vist at noko av tekstilen mest sannsynleg er av ull, men at det òg finst andre typar fiber til stades, kanskje både lin og silke. Små fragment av bein vart òg funne ved spennene, inkludert biter av ein ryggvirvel, og elles små flate flak, truleg av flatbein som til dømes skulderblad. Ulike analysar er blitt utført i samband med eit PhD-prosjekt med sikte på å skildre tilstanden og informasjonspotensialet til skjelettmaterialet. Analysane er summert i rapporten. Ein bit av ryggvirvelen er i tillegg sendt til DNA-analyse og resultat er forventa i løpet av 2016. Funn av relativt store mengder insekt fortel om ei relativt open grav, og kan òg sei noko om tid på året/miljø.

Konserveringa av spennene innebar mekanisk rensing og styrking av lokalt skjøre områder ved hjelp av konsolidering med etylmetalakrylat (Paraloid B72) og støtte med japanpapir. Det organiske materialet vart så langt som råd ikkje tilført noko konserveringsmiddel.

I sum er ovalspennene etter konservering stabile, relativt robuste og som nesten komplette gjenstandar eit godt døme på typiske smykker frå vikingtid. Dei mange små fragmenta av organisk materiale, inkludert menneskebein, er eit unikt funn av stor vitskapleg verdi.

OVERSIKT OVER MATERIALE OG METODAR BRUKT

Tiltak	Metode	Materiale/løysing	Handelsnavn	Beskriving
Undersøkelse av gjenstanden/ materiale	Mikroskopi	Stereo-mikroskop	Leica MS5	Max 40 ganger forstørrelse
	Røntgen	Fosforplater	Industrial phosphor imaging plate (GE technologies)	Digitale røntgenopptak
		Digital scanner	CRx tower (GE technologies)	
		Røntgenrøyr	Philips	
	Grunnstoffsanalyse	<i>Portable X-ray Fluorescence</i> (pXRF)	Tracer III-SD fra Bruker	Apparatet i stativ og kontrollert frå PC
	Mikroskopi og grunnstoffsanalyse	Sveiplektronmikroskopi med kjemisk analyse, SEM-EDX	Zeiss Supra 35VP	Prøvar på stub med karbontape. Organisk materiale coata med palladium.
Fjerning av jord og korrosjonsprodukt	Kjemisk analyse av molekylsamansetjing.	Fourier-transform infrared spectrometry (FTIR)	Perkin-Elmer Spectrum One	Pellets med kaliumbromid, manuell presse
	Mekanisk rensing	Skalpell		Undersøkende rensing under mikroskop
Stabilisering	Kjemisk	Etanol		Påført korrosjonsproduktene med bomullspinne.
	Overflatekonsolidering	Etyl-metakrylat i acetone/etanol, 5 % løysning	Paraloid B-72	Påført gjenstanden med pensel
Klima-kontroll	Sikring av sprekker/brot	Fint papir av plantefiber	Japanpapir	Limt ved hjelp av ca 5% Paraloid B72
	Oppbevaring av metall i tørrmagasin	RF-kontrollert magasin		AMUiS har tørrmagasin for oppbevaring av metallgjenstandar
Pakking for lagring og transport	Pakka i boks og støtta med skum og silkepapir	Polystyren-esker	Frå Ultraplast http://www.ultraplast.dk/	Etafoam og tyvek-tekstil støtter opp gjenstanden i den støtsikre boksen av polystyren
		Polyetylen-skum	Etafoam	
		Polyetylen-tekstil	Tyvek	

REFERANSAR

Ambrose SH. 1990. Preparation and characterization of bone and tooth collagen for isotopic analysis. *Journal of Archaeological Science* **17**: 431-451.

Brock F, Geoghegan V, Thomas B, Jurkschat K, Higham TFG. 2013. Analysis of bone 'collagen' extraction products for radiocarbon dating. *Radiocarbon* **55**: 445-463.
10.2458/azu_js_rc.55.16304

Brock F, Higham T, Ditchfield P, Bron C. 2010a. Current Pretreatment Methods for AMS Radiocarbon Dating at the Oxford Radiocarbon Accelerator Unit (ORAU). *Radiocarbon* **52**:

Brock F, Higham T, Ramsey CB. 2010c. Pre-screening techniques for identification of samples suitable for radiocarbon dating of poorly preserved bones. *Journal of Archaeological Science* **37**: 855-865.

Brühl B. Year. Published. Copper sopas on ethnographic and decorative art objects. In: Hyslop E, Gonzalez V, Troalen L, Wilson L, eds. METAL 2013 Interim Meeting of the ICOM-CC Metal Working Group, 2013 Edinburgh. Historic Scotland, 261-265.

Craddock PT. 1985. Medieval copper alloy production and West African bronze analyses - Part I. *Archaeometry* **27**: 17-41. doi: 10.1111/j.1475-4754.1985.tb00344.x

Craddock PT, Picton J. 1986. Medieval copper alloy production and West African bronze analyses - Part II. *Archaeometry* **28**: 3-32. doi: 10.1111/j.1475-4754.1986.tb00371.x

Davies K, Harvey ML. 2013. Internal Morphological Analysis for Age Estimation of Blow Fly Pupae (Diptera: Calliphoridae) in Postmortem Interval Estimation*. *Journal of Forensic Sciences* **58**: 79-84. doi: 10.1111/j.1556-4029.2012.02196.x

Deniro MJ. 1985. Postmortem preservation and alteration of in vivo bone collagen isotope ratios in relation to palaeodietary reconstruction. *Nature* **317**: 806-809.

Deniro MJ, Epstein S. 1978. Influence of diet on the distribution of carbon isotopes in animals. *Geochimica et Cosmochimica Acta* **42**: 495-506.

Derrick MR, Stulik D, Landry JM. 1999. *Infrared spectroscopy in conservation science*. J. Paul Getty Trust:

Eggert G. 2007. Pseudomorph or corrosion? The enigma of the curly malachite. In: *When archaeometry and conservation meets. METAL07.*, pp 57-60.

Eremin K, Graham-Campbell J, Wilthew P. Year. Published. Analysis of copper-alloy artefacts from pagan Norse graves in Scotland. In: Jerem E, Biró KT, eds. *Archaeometry* 98, 1998 Budapest. Oxford: Archaeopress, 343-349.

Fyllingen H, Armstrong NJO 2012. Arkeologisk utgravning på Tjora, gnr. 10 bnr. 5, 17 og 19. Sola kommune, Rogaland. Sesong 2008 - id 14854 og id. 158316. *Oppdragsrapport*. Stavanger: Universitetet i Stavanger, Arkeologisk museum.

Hollund HI. 2012. The afterlife of bones: A narrow path to salvation or a road to destruction? Skeletal material as an archive of past life-histories; The importance of addressing post-mortem effects. . In: *May contain traces of milk. Investigating the role of dairy farming and milk consumption in the European Neolithic.*, Feulner F, Gerbault, P., Gillis, R., Hollund, H., Howcroft, R., Leonardi, M., Liebert, A., Raghavan, M., Salque, M., Sverrisdottir, O. O., Teasdale, M., Van Doorn, N., Wright, C. (ed.) University of York: York; pp 59-74.

Hollund HI. 2013. Diagenetic screening of bone samples; tools to aid taphonomic and archaeometric investigations. Ph.D thesis, Department for Geo- and Bioarchaeology.

Hollund HI, Jans MME, Collins MJ, Kars H, Joosten I, Kars SM. 2012. What happened here? Bone histology as a tool in decoding the postmortem histories of archaeological bone from Castricum, The Netherlands. *International Journal of Osteoarchaeology* **22**: 537-548. doi: <http://dx.doi.org/10.1002/oa.1273>

Hollund HI, Van Der Sluis L. 2012. Til jord skal vi bli? *Haug ok Heidni*

Hollund HI, Van Der Sluis L, Denham SD. 2013. Bevarte skjelett som arkiv for levd liv: Nye metodar for undersøking av beinmateriale frå Domkyrkja. *Stavangeren* **3**: 95-100.

Jans MME. 2005. *Histological characterisation of diagenetic alteration of archaeological bone*. Department for Geo- and Bioarchaeology: Amsterdam.

Kobbe A, Smestad Moore H. 2011. Overraskende resultater ved bruk av røntgenfluorescensspektrometer (XRF). *Haug ok Heidni* **4**: 20-26.

Meeks ND. 1986. Tin-rich surfaces on bronze - some experimental and archaeological considerations. *Archaeometry* **28**: 133-162.

Naumann E, Krzewińska M, Götherström A, Eriksson G. 2014a. Slaves as burial gifts in Viking Age Norway? Evidence from stable isotope and ancient DNA analyses. *Journal of Archaeological Science* **41**: 533-540. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jas.2013.08.022>

Naumann E, Price TD, Richards MP. 2014b. Changes in dietary practices and social organization during the pivotal late iron age period in Norway (AD 550–1030): Isotope analyses of merovingian and viking age human remains. *American Journal of Physical Anthropology* n/a-n/a. doi: 10.1002/ajpa.22551

Pickering CL, Hands JR, Fullwood LM, Smith JA, Baker MJ. 2015. Rapid discrimination of maggots utilising ATR-FTIR spectroscopy. *Forensic Science International* **249**: 189-196. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.forsciint.2015.01.036>

Prøsch-Danielsen L. 2006. *Sea level studies along the coast of southwestern Norway. With emphasis on three short-lived Holocene marine events*. Arkeologisk museum, Stavanger: Stavanger.

Prøsch-Danielsen L, Simonsen A. 2000. *The deforestation patterns and the establishment of the coastal heathland of southwestern Norway*. Arkeologisk museum i Stavanger: Stavanger.

Scott DA. 2002. *Copper and Bronze in Art*. The Getty Conservation Institute: Los Angeles, US.

Tauber H. 1981. Carbon isotope analysis of separate chemical phases in modern and fossil bone. *Nature* **292**: 333-335.

Tisnerat-Laborde N, Valladas H, Kaltnecker E. 2003. AMS Radiocarbon dating of bones at LSCE. *Radiocarbon* **45**: 409-419.

Trueman CN, Privat K, Field J. 2008. Why do crystallinity values fail to predict the extent of diagenetic alteration of bone mineral? *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* **266**: 160-167. doi: [10.1016/j.palaeo.2008.03.038](https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2008.03.038)

Turner-Walker G, Jans M. 2008. Reconstructing taphonomic histories using histological analysis. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* **266**: 227-235. doi: [10.1016/j.palaeo.2008.03.024](https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2008.03.024)

Van Der Sluis L. 2012. A view into the lives of early Christians: palaeodietary investigation of a multiperiod churchyard in Stavanger, Norway, using stable isotopes (C, N, H, S) of bone collagen. In: Kars H (ed.) *IGBA report*. Amsterdam: VU University.

Van Klinken GJ. 1999. Bone collagen quality indicators for palaeodietary and radiocarbon measurements. *Journal of Archaeological Science* **26**: 687-695.

Van Klinken GJ, Hedges REM. 1995. Experiments on collagen-humic interactions: Speed of humic uptake, and effects of diverse chemical treatments. *Journal of Archaeological Science* **22**: 263-270. doi: 10.1006/jasc.1995.0028

Vianco P, Frear D. 1993. Issues in the replacement of lead-bearing solders. *JOM* **45**: 14-19. doi: 10.1007/BF03222374

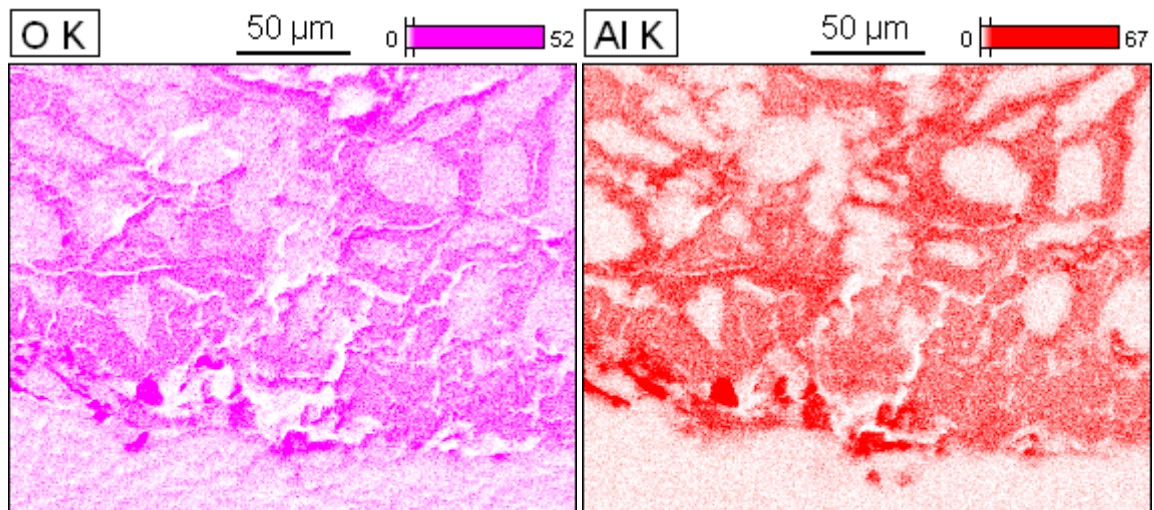
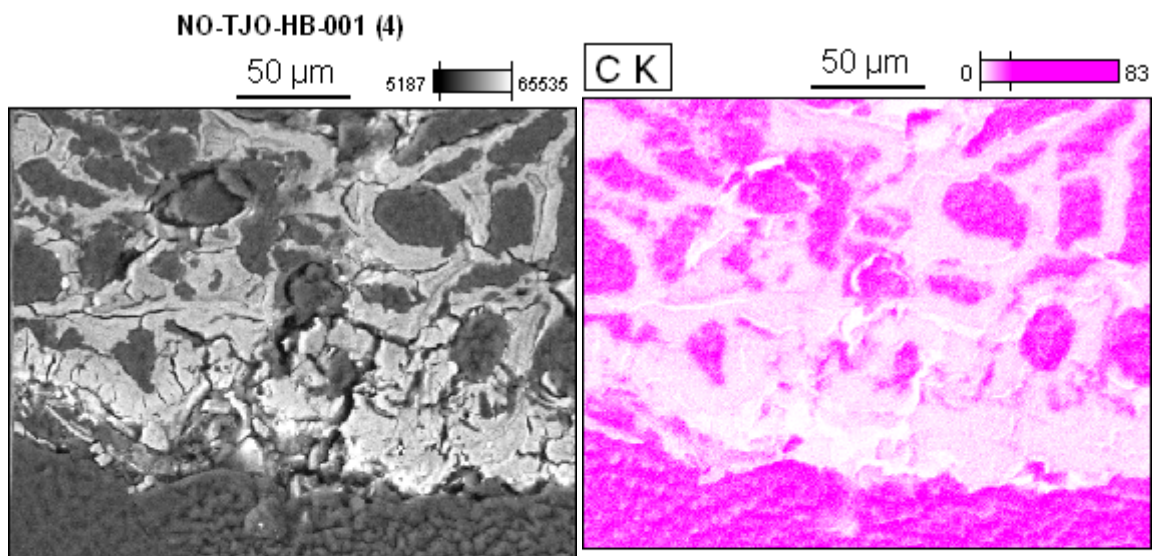
Watt IM. 1997. *The principles and practice of electron microscopy*. Cambridge university press

Weiner S, Bar Yosef O. 1990. States of preservation of bones from prehistoric sites in the Near-East - A survey. *Journal of Archaeological Science* **17**: 187-196. doi: 10.1016/0305-4403(90)90058-D

VEDLEGG I

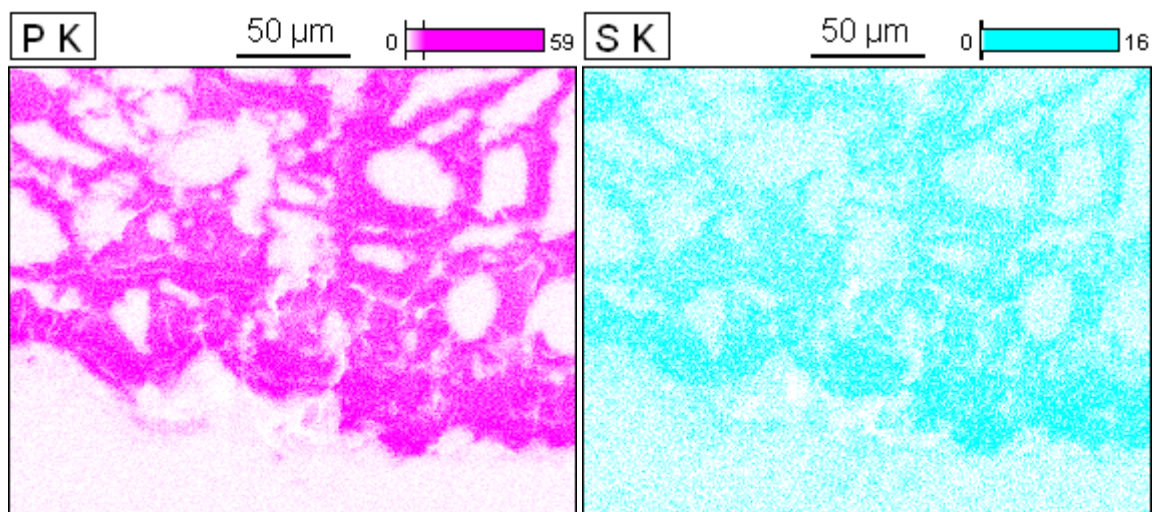
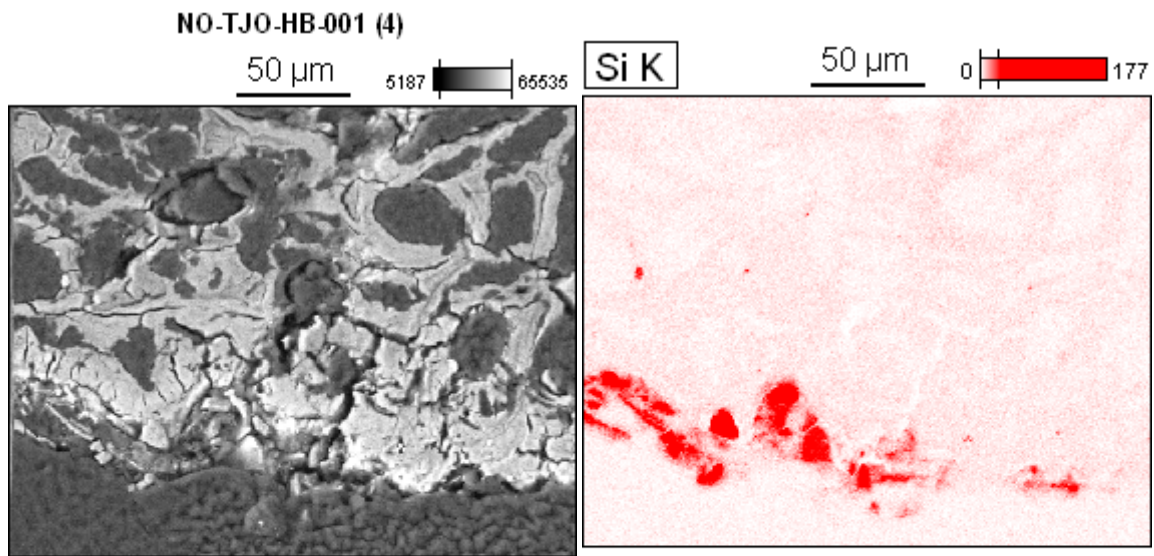
Grunnstoffskart - SEM-EDS analyse av beinfragment

Project: Hege bone
User Name: Ineke Joosten
Company Name: ICN



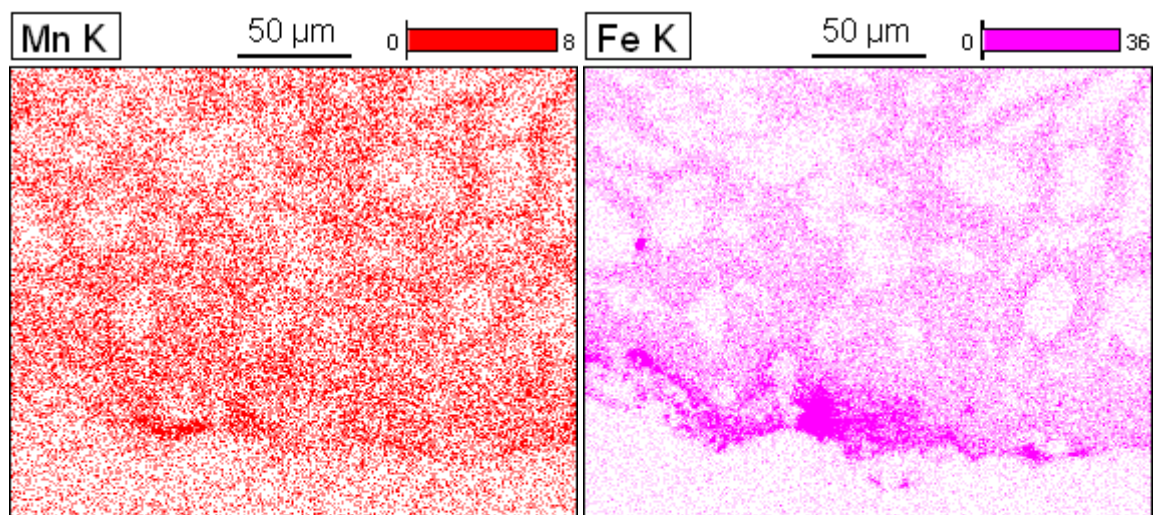
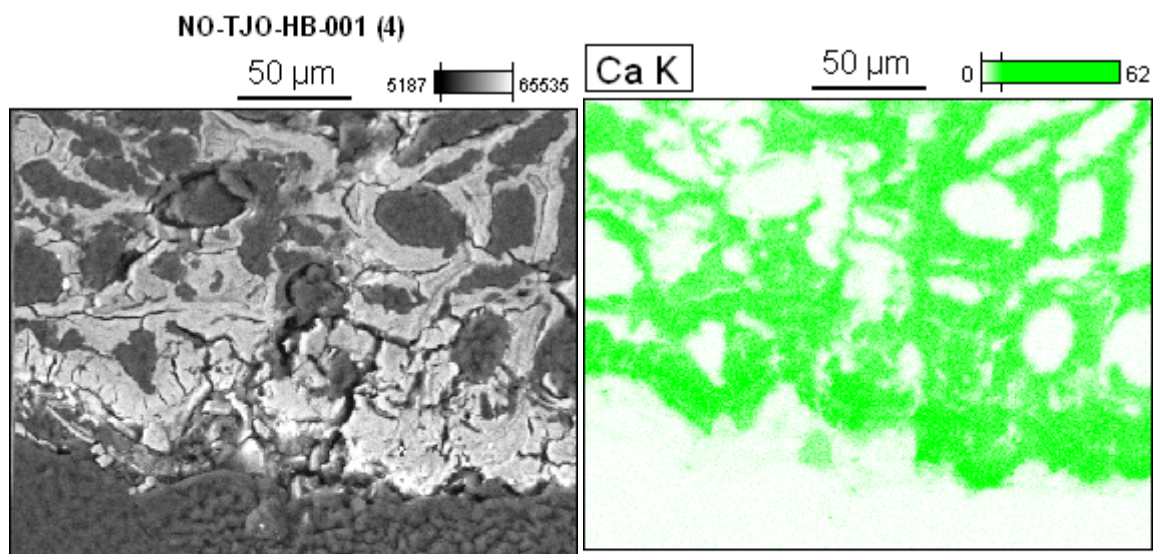
Data Type: Counts Mag: 500 Acc. Voltage: 20.0 kV

Project: Hege bone
User Name: Ineke Joosten
Company Name: ICN



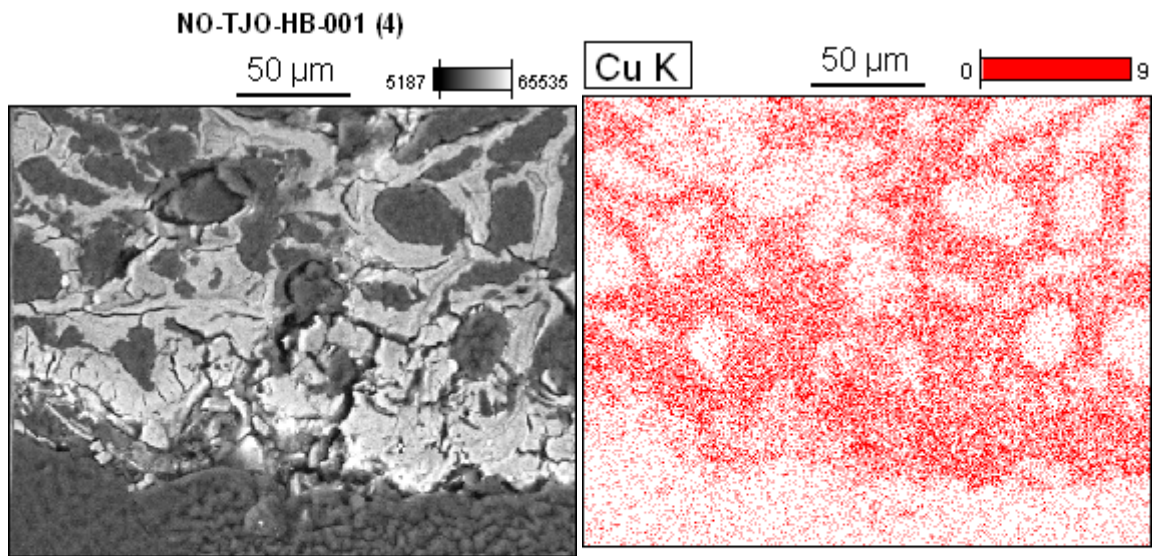
Data Type: Counts Mag: 500 Acc. Voltage: 20.0 kV

Project: Hege bone
User Name: Ineke Joosten
Company Name: ICN



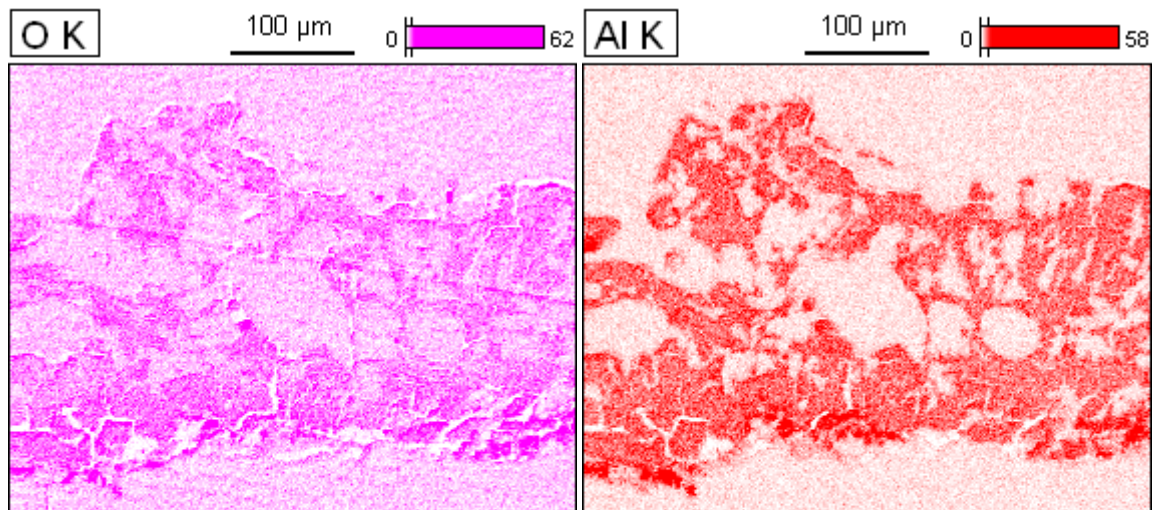
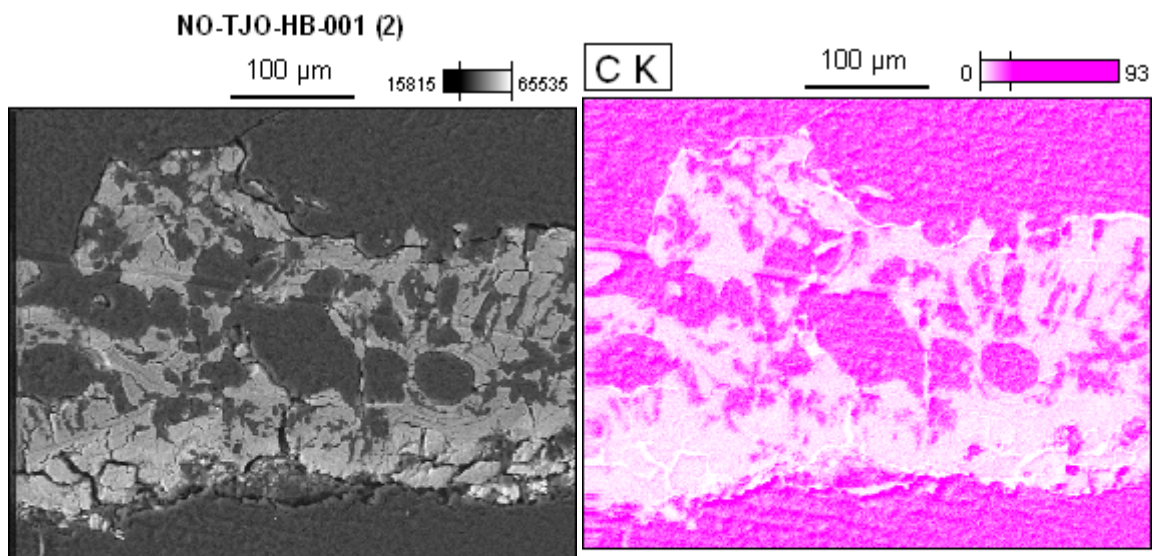
Data Type: Counts Mag: 500 Acc. Voltage: 20.0 kV

Project: Hege bone
User Name: Ineke Joosten
Company Name: ICN



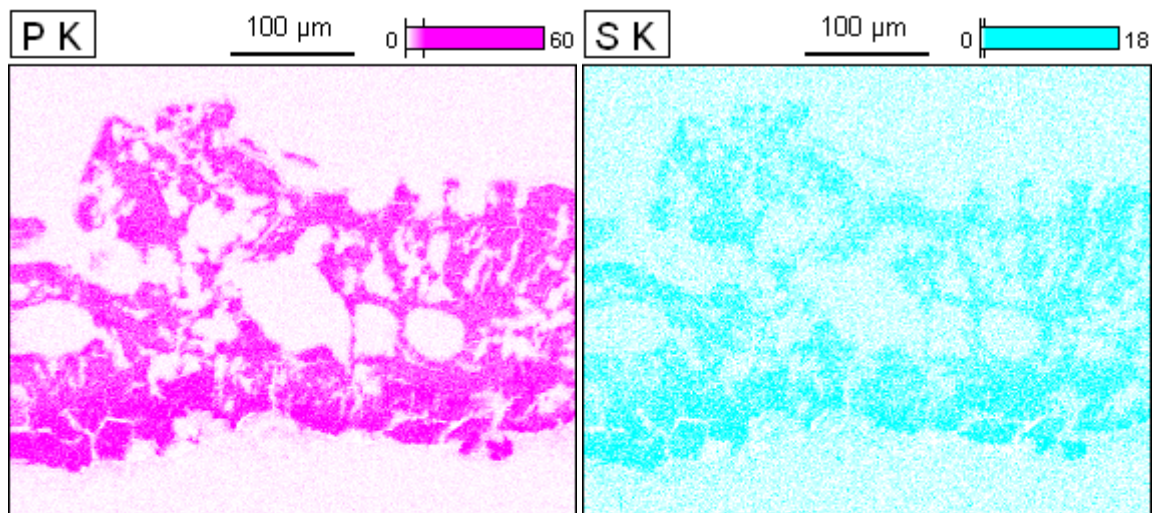
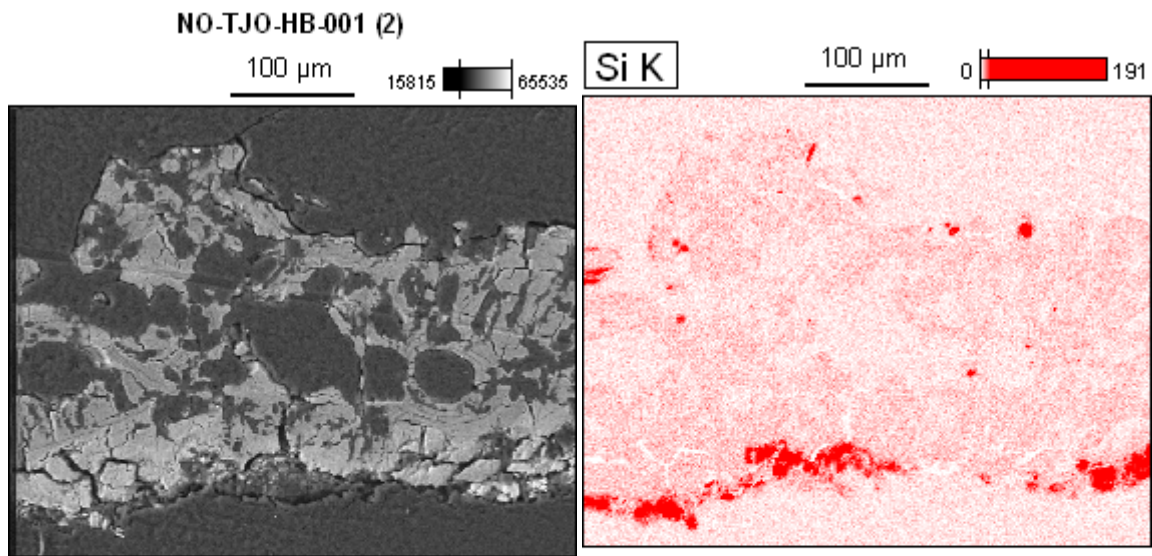
Data Type: Counts Mag: 500 Acc. Voltage: 20.0 kV

Project: Hege bone
User Name: Ineke Joosten
Company Name: ICN



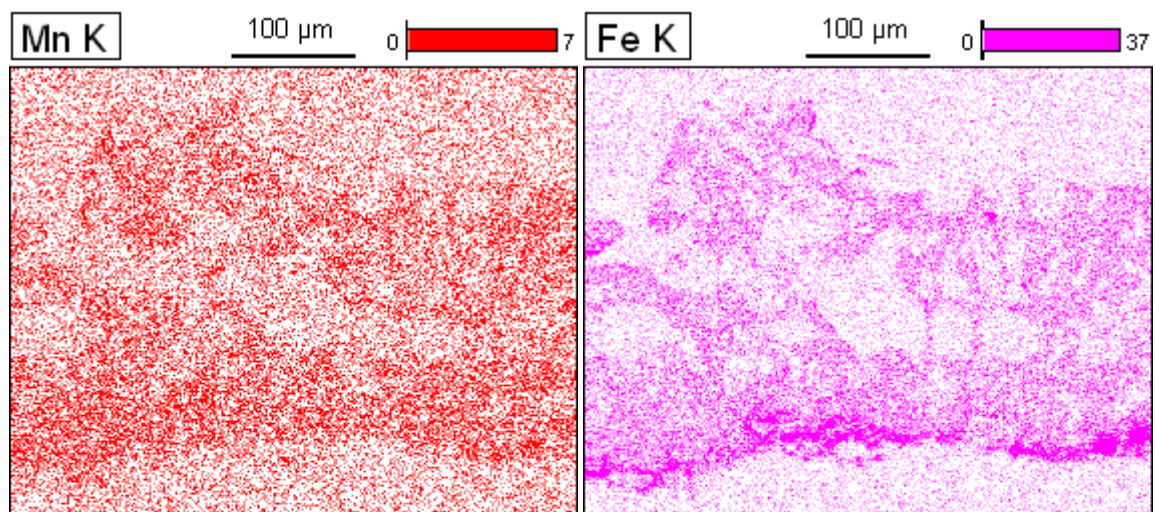
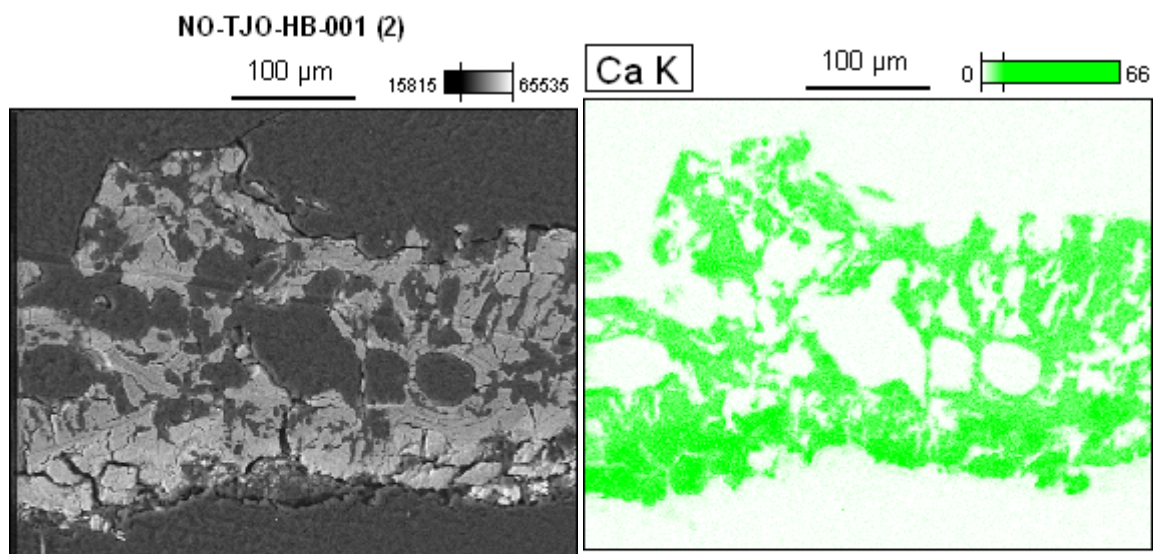
Data Type: Counts Mag: 270 Acc. Voltage: 20.0 kV

Project: Hege bone
User Name: Ineke Joosten
Company Name: ICN



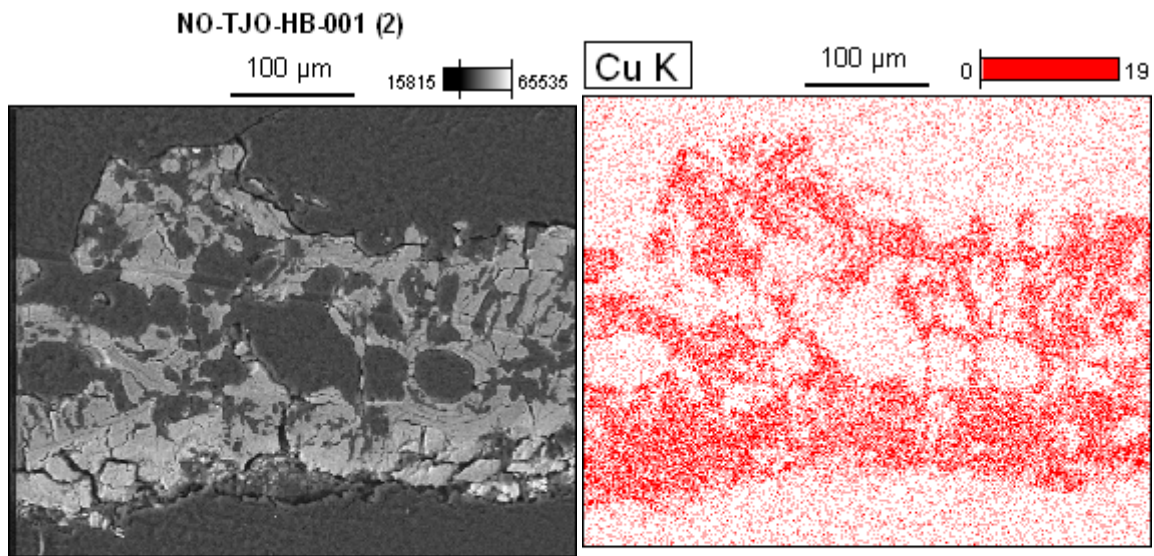
Data Type: Counts Mag: 270 Acc. Voltage: 20.0 kV

Project: Hege bone
User Name: Ineke Joosten
Company Name: ICN



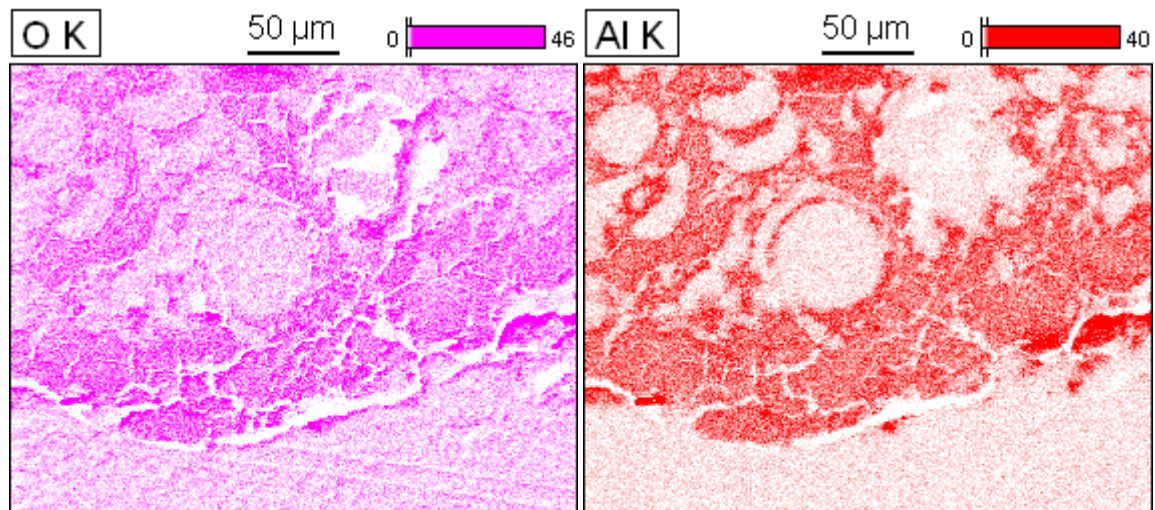
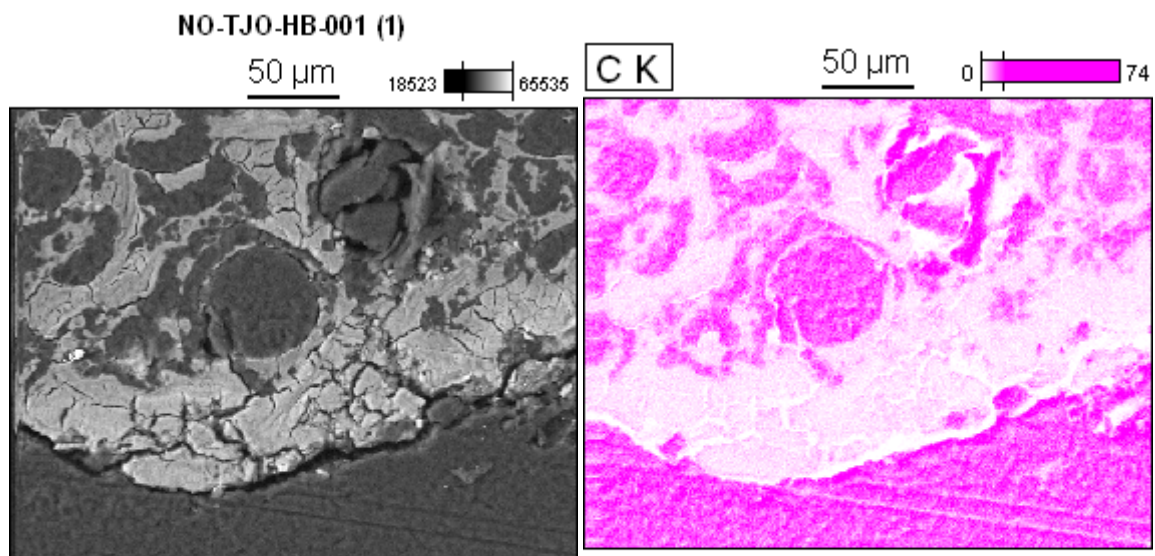
Data Type: Counts Mag: 270 Acc. Voltage: 20.0 kV

Project: Hege bone
User Name: Ineke Joosten
Company Name: ICN



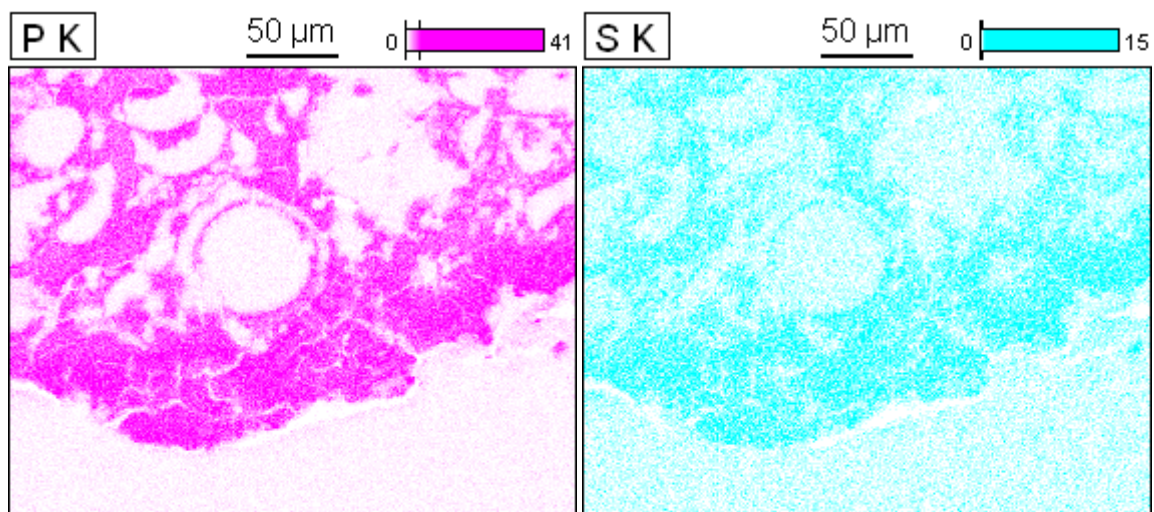
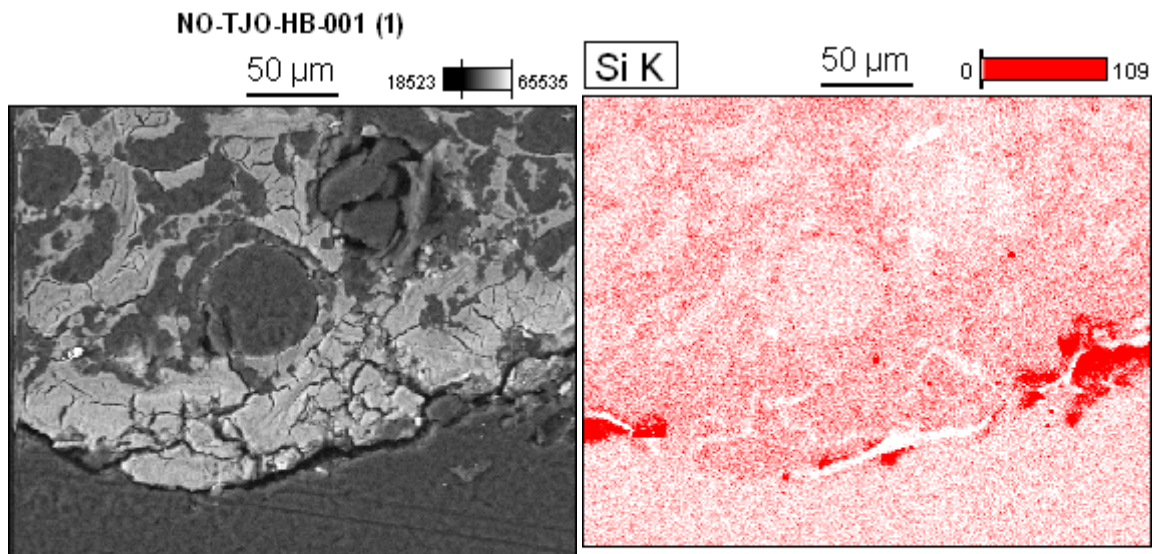
Data Type: Counts Mag: 270 Acc. Voltage: 20.0 kV

Project: Hege bone
User Name: Ineke Joosten
Company Name: ICN



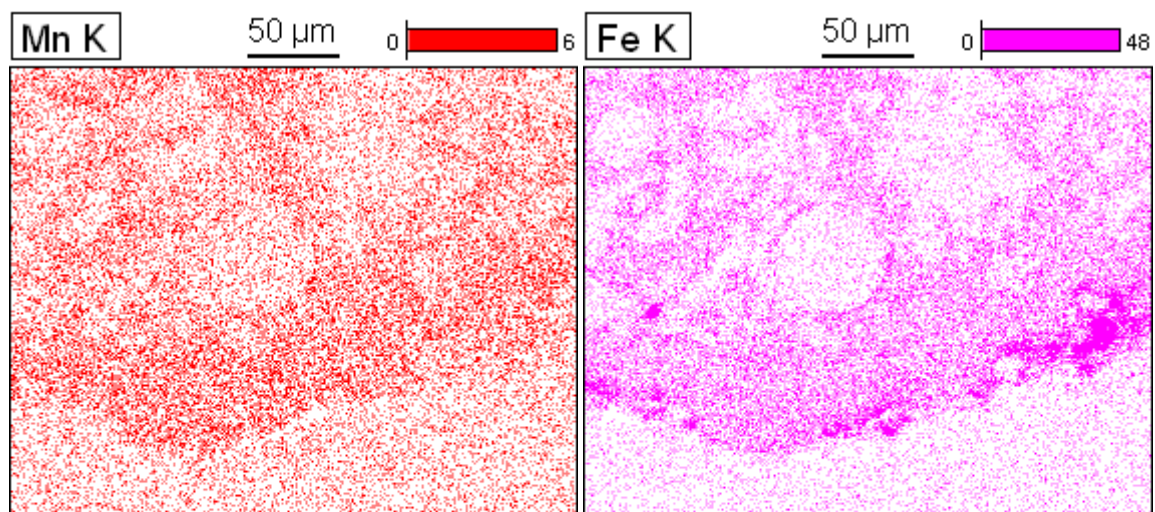
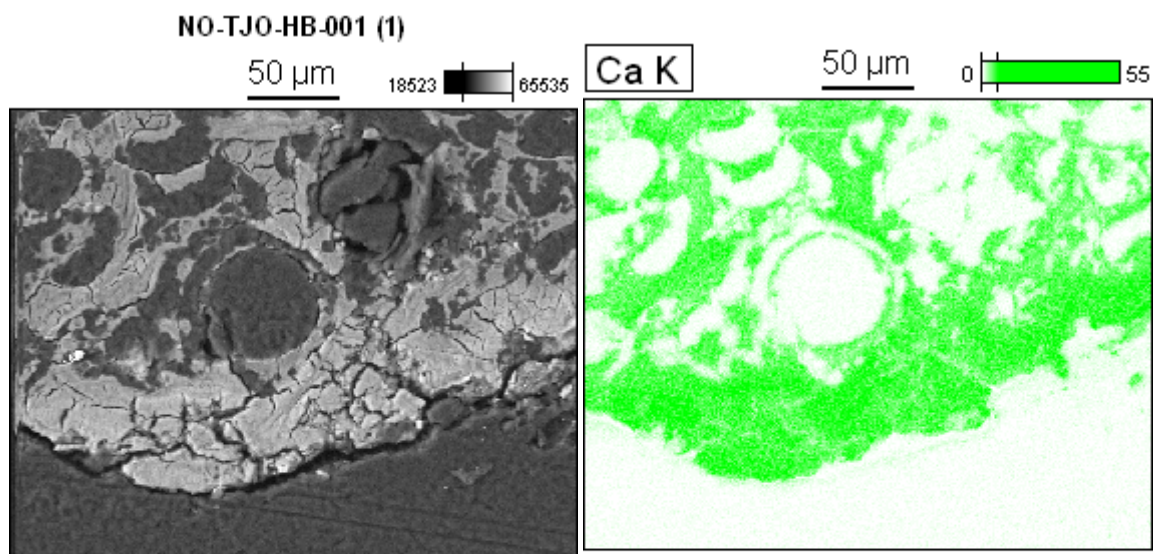
Data Type: Counts Mag: 400 Acc. Voltage: 20.0 kV

Project: Hege bone
User Name: Ineke Joosten
Company Name: ICN



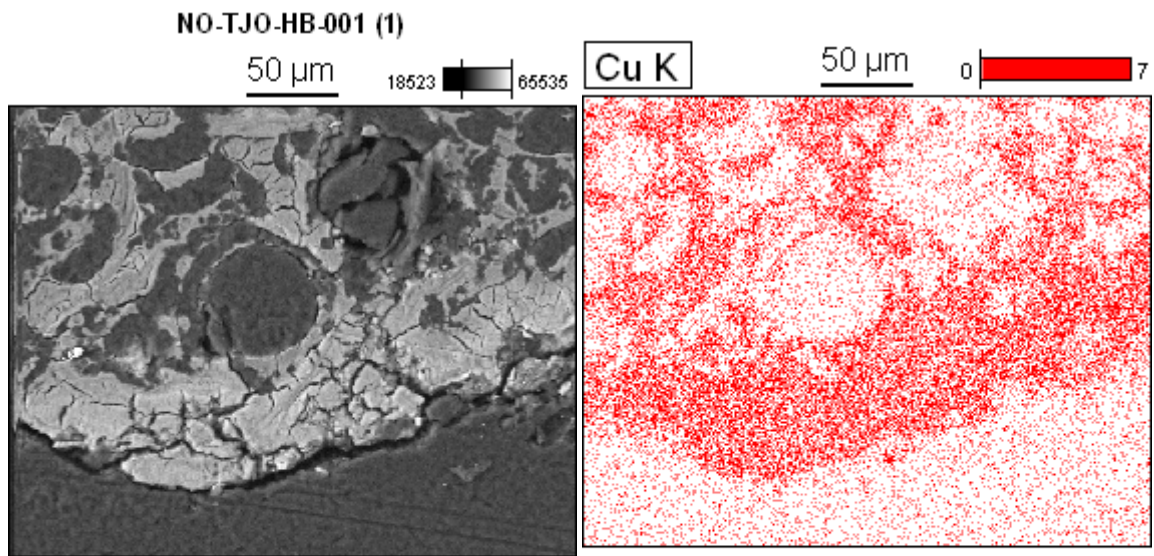
Data Type: Counts Mag: 400 Acc. Voltage: 20.0 kV

Project: Hege bone
User Name: Ineke Joosten
Company Name: ICN



Data Type: Counts Mag: 400 Acc. Voltage: 20.0 kV

Project: Hege bone
User Name: Ineke Joosten
Company Name: ICN



Data Type: Counts Mag: 400 Acc. Voltage: 20.0 kV

VEDLEGG II

Poster presentert ved *UK Archaeological Science Conference*
Cardiff, 2013

The information potential of metal-protected organics: Two case studies

Hollund HI*, Jans MME, Sverrisdóttir OÓ, van Doorn NL, Joosten I, Bjørdal E

Organics in corrosive environments

Remains of organic material from two Viking Age burials are being analysed using various **microscopic, chemical and biomolecular techniques**. The remains were protected in an otherwise **corrosive environment** due to the association with **copper-alloy brooches**, which created a **microenvironment** beneficial to preservation. Such mineralized/partially mineralized organic material is a poorly studied material group in archaeology.

The aims are to understand:

- o Diagenetic processes - HOW is it preserved?
- o Information potential - WHAT is preserved?

Work is ongoing. Results of the first analyses are presented here.

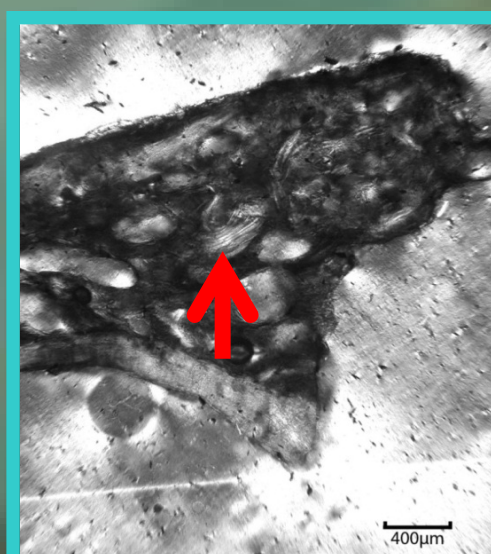
CASE 1



- o Boat grave
- o Earth/stone mound
- o Copper alloy brooches and other metal artefacts found
- o **Bone** fragments were found under the brooches (arrow)
- o In addition, insect remains and textile fragments

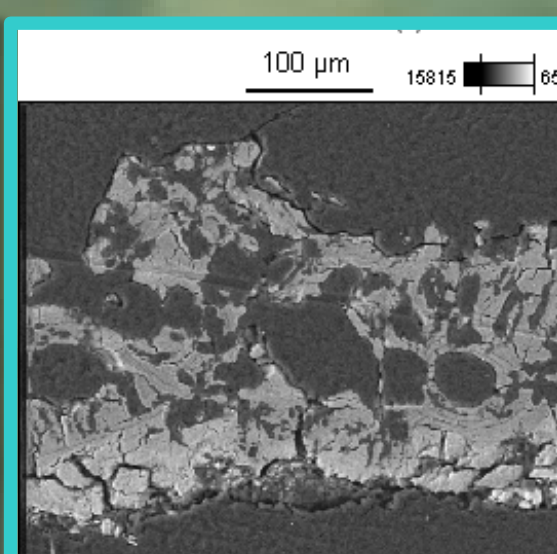


Bone:
Small flakes of a flat bone and fragment of a vertebra.



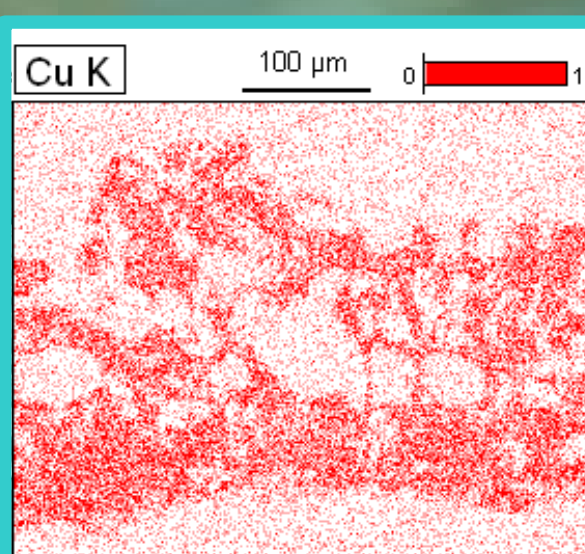
Microscopy of bone thin section:

- o Staining
- o Mineral dissolution
- o Small, well preserved areas (arrow)



SEM-image and EDX elemental map show:

- **Copper infiltration** – trace amounts of copper were found by spot analysis and the map show that copper permeates the whole bone fragment
- The infiltration is likely to have **aided protein preservation**. The presence of copper would inhibit microbial decay and may have made the material physically and chemically more stable



Results – Bone protein

- o FTIR analyses, collagen extraction and stable isotope analyses of the bone fragments showed that **plenty protein is preserved**.
- o The crystallinity index, obtained by FTIR, suggested that no/little recrystallisation has occurred. The high collagen yield, and the microscopic investigations, suggest that bone mineral may have been dissolved and leached out – despite this, collagen is present in large amounts.
- o **However**, C:N ratio and carbon isotope values revealed **contamination**.

Is there DNA?

Analysis of the vertebra fragment will be carried out in the near future. The challenge here is not only degree of preservation, but also contamination. Both the presence of humic substances (indicated by the brown staining and C:N ratio) and the presence of copper may inhibit DNA amplification.

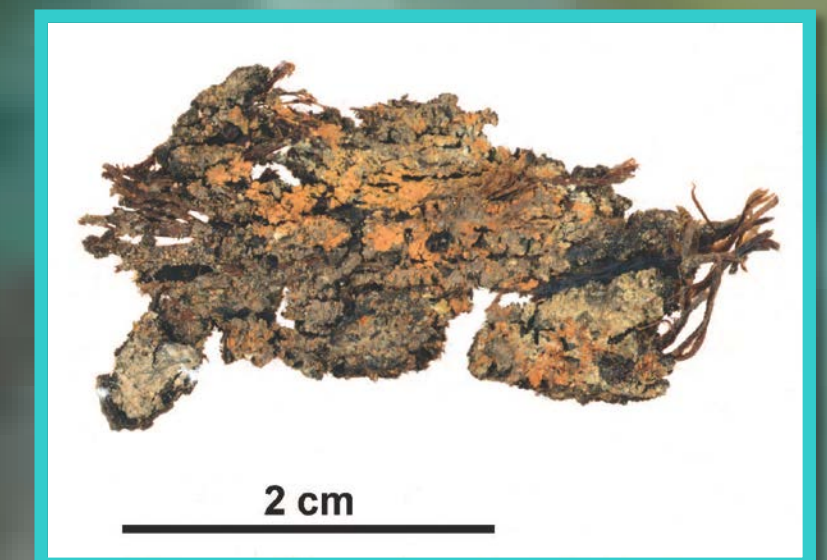
CASE 2



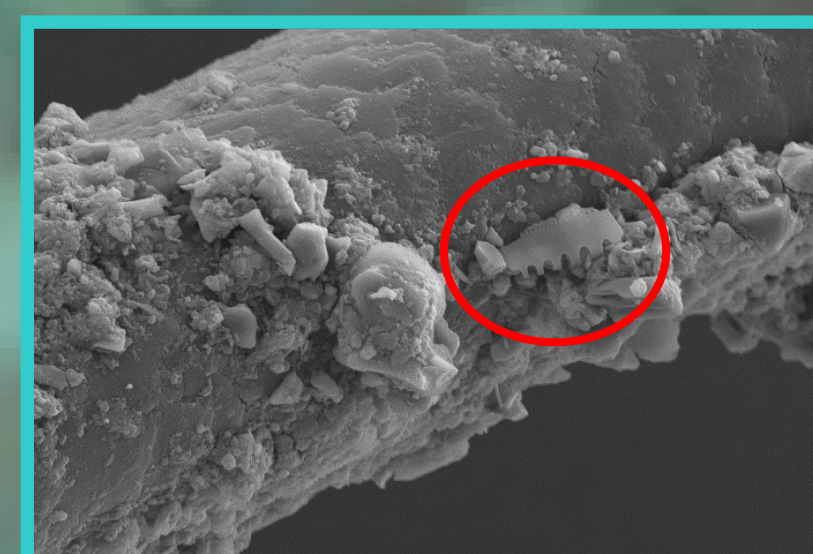
- o Pit burial
- o Damaged by ploughing
- o Copper alloy brooches and associated organics only artefacts found
- o **Fibrous** material: Animal fibres and possible **skin**
- o In addition, plant material (moss), insect remains and textile fragments



Various animal fibres

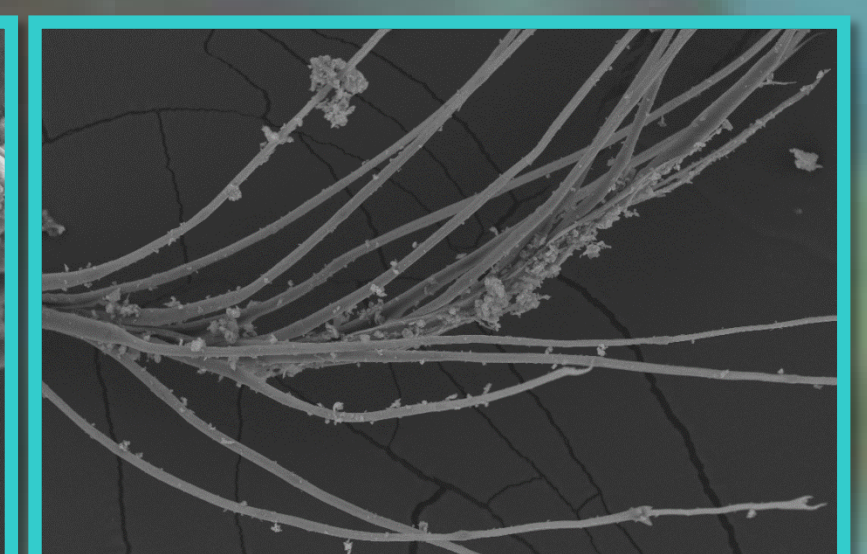


Fibrous fragments
Human skin?



SEM-image of animal fibres :

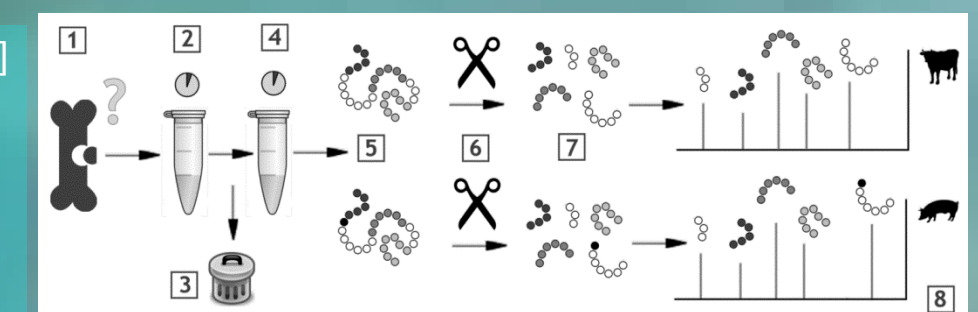
- o Preserved fibre surface morphology – confirmed animal origin, but further analysis is necessary for species identification
- o **Phytoliths** (red circle) on fibre surface. If anyone has experience with this, please **contact main author**



SEM-image of 'piles' of fine, short fibres showed that these are **down feathers**.

Which species? Zooarchaeology by Mass Spectrometry (ZooMS) is a method used for identification of animal origin in bone through collagen fingerprinting. Recent work on parchment and leather has shown that ZooMS is not restricted to mineralized tissues such as bone, teeth or antler. Analysis is underway.

Basic set-up for ZooMS (see Figure): [1] Small particle of material collected (0.2-5.0 mg); [2] sample is incubated for an hour at 65°C in ammonium bicarbonate buffer pH 8.0; [3] the supernatant – containing protein and potentially interfering particles – is discarded; [4] incubation for another hour; [5] the second extract containing collagen is collected; [6] trypsin added to cleave the protein into peptides; [7] dependent on the primary sequence of collagen, peptides with varied masses are obtained; [8] these variations are visualised in the mass spectra and a species identity can be assigned, using pattern matching across a database. For additional information contact Nienke van Doorn (nienke@palaeo.eu).



Small fragments – Great information potential

The two case-studies illustrate the potential information value of these types of finds. Zooming in from the poor preservation observed at macroscopic level, characteristic micromorphology can be recognized and biomolecules are present.

However, contamination may prove a challenge for further analyses of protein and DNA. We hope that the results and experiences from these cases will aid the assessment of preservation and analytical potential in similar material. How well DNA and possibly other chemical compounds such as textile dyestuffs may preserve in mineralized organics, remains to be investigated.

Acknowledgements

Some of this research was conducted within the framework of a Marie Curie Training Network, LECHE (7th Framework Programme, project number 215362). The Museum of Archaeology, University of Stavanger, are acknowledged for providing the sample materiale. We thank Ingunn Cecilie Oddsen at the University of Stavanger for help with the SEM-analysis of fibres.

*hege.hollund@uis.no



BIBLIOGRAPHY

- Janaway, R. C. 1987. The preservation of organic materials in association with metal artefacts deposited in inhumation graves. In: Boddington, A., Garland, A. N. And Janaway, R. C. (ed.) *Death, decay and reconstruction. Approaches to archaeology and forensic science*. Manchester: Manchester University Press
- Joosten, I et al. 2006. Micro Analysis on Hallstatt Textiles: Colour and Condition. *Microchimica Acta*, 155, 169-174.
- Buckley M et al. (2009) Distinguishing between archaeological sheep and goat bones using a single collagen peptide. *Journal of Archaeological Science* 37:13-20.
- Matheson CD et al. (2009) Technical note: Removal of metal ion inhibition encountered during DNA extraction and amplification of copper-preserved archaeological bone using size exclusion chromatography. *American Journal of Physical Anthropology* 140:384-391.

MACRO



MICRO



MOLECULAR