

Jan Stora

2010

Stockholms universitet

Arkeologiska forskningslaboratoriet

Osteoarkeologiska forskningslaboratoriet

| | |
|--|------------|
| Dokument | 0 |
| Inlämnat | 2010-03-23 |
| Dnr | 2009019671 |
| STATENS KRIMINALTEKNISKA LABORATORIUM | |

Remiss 2009019671

Analys av inlämnade prover för SKL

Stockholms
universitet



K O P I A

Bilag 1

Inledning

SKL har till Osteoarkeologiska forskningslaboratoriet (OFL) vid Stockholms universitet inlämnat tre små benprover för analys med beteckning F-9 och F-12, remiss 2009019671. SKL önskade att osteologiska analyser skulle utföras med målsättning att svara på två frågor;

1. Är materialet från människa eller djur?

samt

2. Om materialet är från människa, går det att bestämma om det kommer från ett barn eller en vuxen person?

Fragmenten överlämnades till OFL den 8 februari 2010. De utförda analyserna har utförts vid OFL och Arkeologiska forskningslaboratoriet (AFL) vid Stockholms universitet. Analyserna har utförts av Universitetslektor Jan Storå och forskarassistent Anna Kjellström vid OFL samt docent Sven Isaksson och forskningsingenjör Maria Wojnar-Johansson, båda vid AFL. Dessutom har fragmenten granskats okulärt av forskare Ylva Svenfelt, som har bred erfarenhet av arbete med kremerade och brända skelettmaterial.

Analysresultat

Inledningsvis granskades de inlämnade fragmenten av Jan Storå. De tre fragmenten är alla kolsvarta till färgen och mycket sköra och lätta. F-9 omfattar ett fragment medan F-12 innehåller två fragment. Två av fragmenten består enbart av ett sprött spongiöst material (F-9 och det mindre fragmentet i F-12). Fragmentet i F-9 är platt medan det mindre fragmentet i F-12 är avlångt och består av ett mycket skört material med en nättliknande struktur. Det större fragmentet i F-12 har ett yttre tjockare skal med ett spongiöst material "i mitten" liknande den i de två andra fragmenten. Den spongiosa strukturen genombrutar det tjockare skalet på något ställe. Samtliga tre fragment är av samma material och vid en okulär granskning påminner det spongiosa materialets utseende i samtliga tre fragment om den inre vävnad som finns i ben. På det större fragmentet i F-12 finns dessutom en genomskinlig, plastliknande massa som har smält fast mot det svarta materialet. Den genomskinliga massan är homogen och väl avgränsad mot det mörka materialet.

1 En granskning i mikroskop (stereomikroskop med förstoring 10-20 ggr) visade att det mörka materialet skiljer sig från benvävnad. Materialet är mycket homogent och uppvisar inte en för ben karakteristisk balkstruktur. Den kompakta massan på det största fragmentet ser poröst ut och inte heller detta material ser ut som typiskt ben. Slutsatsen bekräffas av forskarassistent Anna Kjellström vid OFL och också forskare Ylva Svenfelt, se bilagor.

2 Efter den första okulära undersökningen fortsatte undersökningarna med hjälp av svepelkronmikroskopi (SEM). Denna utfördes av Arkeologiska forskningslaboratoriet, se separat bilaga. Syftet var att undersöka materialets struktur närmare och också utföra en analys av materialets sammansättning. Analysen visade att det svarta materialet inte är ben. Den svarta massan består till största

delen av kol (C) och syre (O) och en mindre del calcium (Ca). Materialet innehåller endast spår av fosfor (P) som är en viktig beståndsdel i ben. Det genomskinliga smälta materialet består nästan uteslutande av kol och syre. Som jämförelse analyserades ett bränt ben från en människa och detta uppvisar en annan kemisk sammansättning med c.5% fosfor (P). Mikroskopbilderna visar också att materialet inte uppvisar en för ben typisk struktur.

3 För att komplettera SEM-undersökningen och fastställa det svarta materialets sammansättning närmare utfördes även en XRD-analys vid Arkeologiska forskningslaboratoriet, se separat bilaga. Syftet var att fastsätta om det största fragmentet (F-12) innehöll hydroxyapatit som är en huvudkomponent i ben. Analysen visade att det svartbrända fragmentet inte innehöll hydroxyapatit och är således inte ben. En jämförelse med hur resultaten bör se ut i ben redovisas i den separata rapporten.

Undersökningarna i mikroskop, SEM samt XRD visar att de inlämnade proverna inte är ben.

Sammanfattande slutsats:

Analysens slutsats är att de inlämnade fragmenten inte är ben varvid analysens övriga frågeställningar inte kan besvaras.



Jan Stora
FD, universitetslektor i Osteoarkeologi

Osteoarkeologiska forskningslaboratoriet

Bilagor:

Utlåtande av Anna Kjellström

Utlåtande av Ylva Svenfelt

SEM-analys av brända benfynd av Maria Wojnar-Johansson

XRD-analys av Sven Isaksson



Stockholms
universitet

Institutionen för arkeologi och antikens kultur

Osteoarkeologiska forskningslaboratoriet

Stockholm 2010-03-17

Utlåtande angående brända benrester (SKL 2009019671 F12)

Efter en förfrågan från enhetsansvarige Jan Storå vid Osteoarkeologiska forskningslaboratoriet har två svarta fragment undersökts. Syftet med undersökningen var att bedöma om fragmenten består av ben. Min bedömning är att så inte är fallet.

Materialbeskrivning

Det större fragmentet har en största längd på ca. 2,8 cm och en vikt på 0,38 g. Fragmentet har en yttre del med en fastare och tätare karaktär och en inre luftigare med en balkliknande uppbyggnad. I den yttre delen syns en rak skåra/spricka (0,7 cm) in i det balkliknande materialet, sträckningen går tvärs emot fragmentets längdriktning. Centralt i det inre materialet finns även en blank genomskinlig massa som inte ursprungligen tycks tillhöra fragmentet. Det andra fragmentet, med en största längd på ca. 1 cm och vikt på 0,1 g, består enbart av det balkartade materialet. Båda fragmenten är kraftigt brända och svarta till färgen utan påtaglig skiftning.

Resultat

Vid första anblicken ger fragmenten intryck av att bestå av ben. Framförallt gäller detta det större fragmentet där den fastare delen till utseendet påminner om en kortex dvs. det yttre benskalet hos rörben. Det inre materialet liknar spongiosa dvs. det inre svampiga material som finns inuti ben. Det andra fragmentet tycks enbart bestå av spongiosa. Det är emellertid flera faktorer som gör det mindre sannolikt att det rör sig om benfragment.

När fragmenten studeras i mikroskop (10-40 ggr förstoring) framkommer att:

- Några av balkarna i det svampartade materialet hos fragmenten är blanka med en hög densitet vilket inte är fallet hos brända ben. Den blanka ytan påminner till utseendet om tjära.
- Några av balkarna tycks ha smält vilket inte sker med bränd spongiosa.
- Förmen hos det mindre fragmentets balkar bildar tillsammans ett rör vilket inte påträffas hos ben.
- Det är min erfarenhet att brända benfragment generellt skiftar i färg från yttre sida till inre. Denna skiftning orsakas av att ut- och insidan hos skelettelementet vanligen nås olika mycket av värmekällan.

Med anledning av ovan nämnda faktorer anser jag att det inte är sannolikt att fragmenten består av ben.



Anna Kjellström, Fil Dr, Osteoarkeologiska forskningslaboratoriet

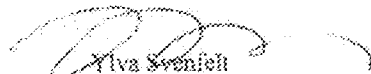
Ylva Svenfelt
Lönsvik
195 91 Märsta

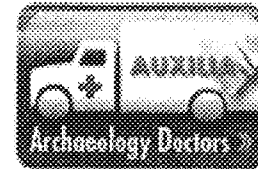
Stockholm 2010-03-17

Urlåtande avseende remiss: SKL 2009019671

Undertecknad är osteolog och som fristående forskare verksam med analyser av kremerade skelettmaterial med tonvikt på metodproblem vid bedömningar av brända ben.

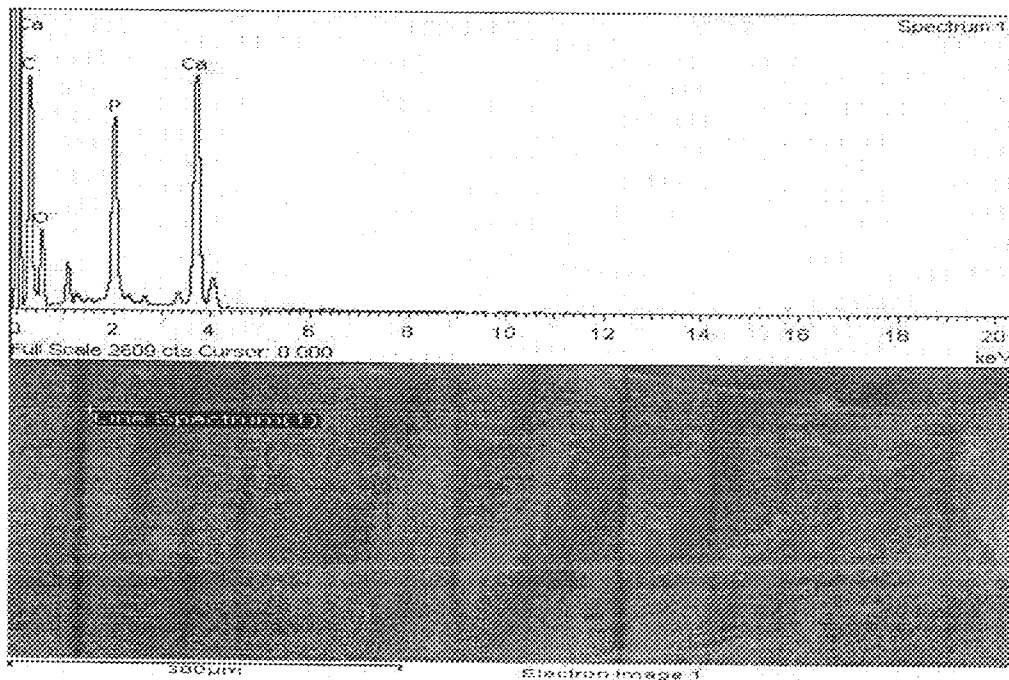
Jag har gjort en morfologisk bedömning av de aktuella fragmenten F9 och F12.
Fragmenten uppvisar en struktur som är otypisk för brända ben.
Min slutsatsen är att materialet inte består av ben.


Ylva Svenfelt
fil.mag. i osteoarkeologi



Uppdragsrapport nr 152

SEM - EDS analys av brända benfragment



Maria Wojnar-Johansson
Stockholms universitet
Mars 2010

Introduktion

För analys och identifiering av benmaterial inlämnades av Jan Storå från Osteoarkeologiska forskningslaboratoriet två brända benfragment, en av dem var referensmaterial. Det brända referensbenet hade en vit till ljusgrå kompakt yta med svart spongiös del. Det brända benfragmentet hade en kraftig sprött spongiös del och färgen på den kompakta ytan och den spongiösa delen var kolsvart. På en av utkanterna av benfragmentet fanns en beläggning av en genomskinlig massa.

Analysmetod

Benfragmenten analyserades med syveelektronmikroskop SEM LEO 1455VP i kombination med energidispersiv röntgenfluorescensspektrometri (EDS) analysenheten OXFORD, INCA 300.

Analysen utfördes genom att placera benfragmenten i SEM provkammare och bestråla dem med en elektronstråle som tränger in 0,5 – 3 µm i provytan. I provkammaren sker en växelverkan mellan elektronstrålen och provet (Hogmark, Jacobson, Kassman-Rudolphi, 1998). Den karakteristiska röntgenstrålning som bildas vid växelverkan mäts av en EDS detektor och beskrivs i ett röntgenspektrum, där topparna motsvaras av mängden atomer i provet.

Resultat

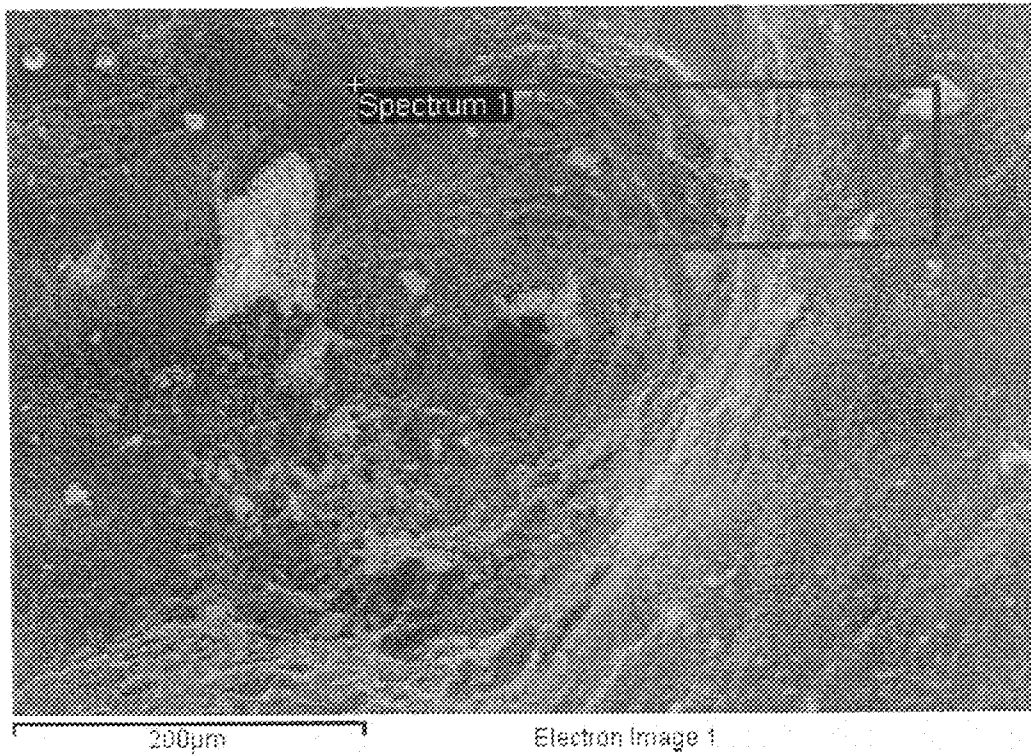
Varje benfragment analyserades i SEM flera gånger för att identifiera kemisk sammansättning.

Tab.1

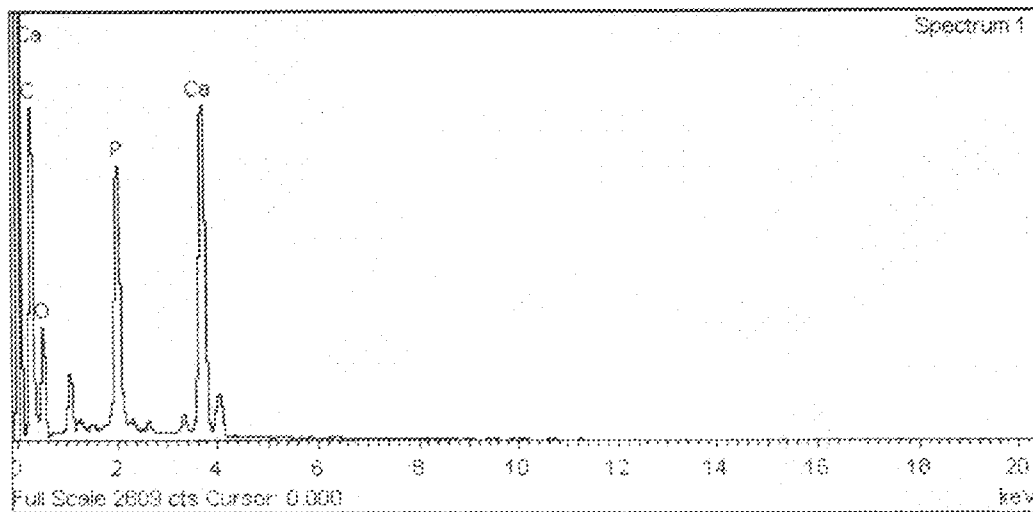
| Prov | C % | O % | P % | Ca % |
|--|--------|--------|--------|---------|
| Bränt referensben | 54,42 | 32,80 | 5,26 | 7,52 |
| Bränt benfragment | 54,06 | 40,94 | 0,38 | 4,62 |
| Bränt benfragment – genomskinlig massa | 67,23 | 32,16 | 0,11 | 0,50 |

SEM analys av bränt referensben visade på ett innehåll av ca 54 % kol, 33 % syre, 5 % fosfor och 8 % kalcium.

Figur 1 Bränt referensben (SEM foto av M. Wojnar-Johansson)

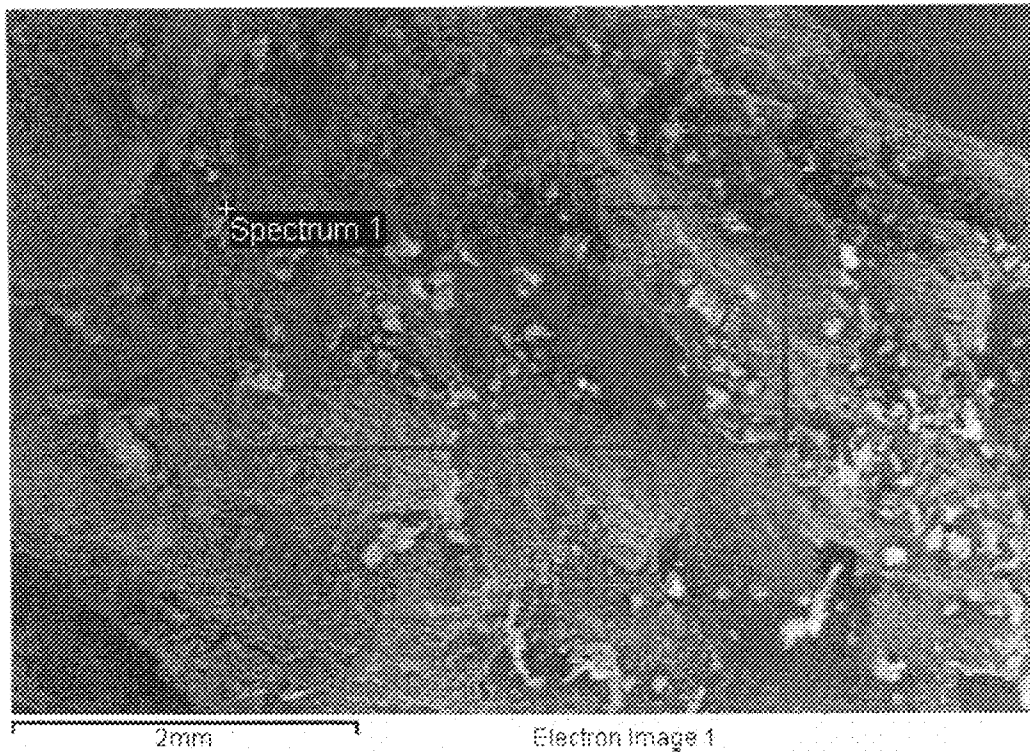


Figur 1a Bränt referensben (SEM spektra med analysresultat)

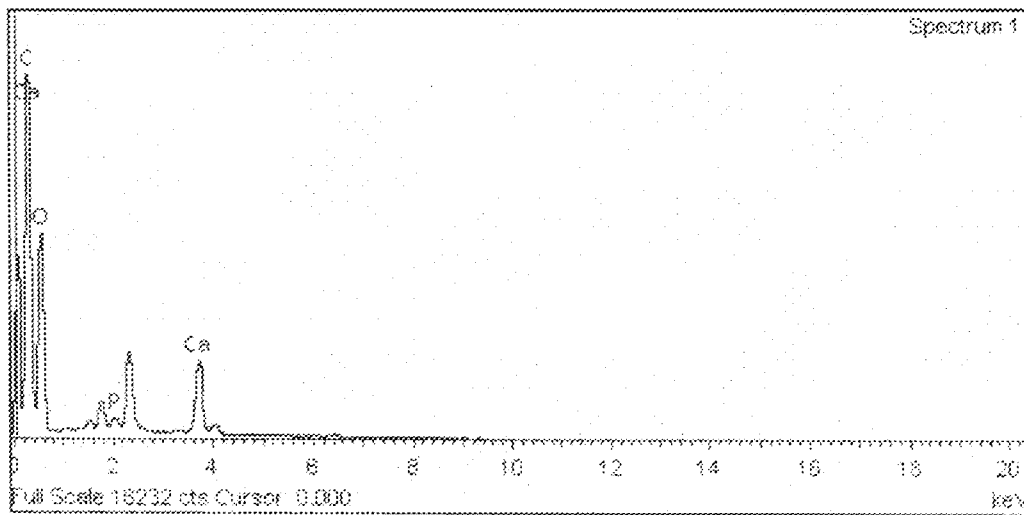


SEM analys av bränt benfragment visade på ett innehåll av ca 54 % kol, 41 % syre, spår av fosfor och 5 % kalcium. Den genomsnittliga massan på benfragmentet visade på innehåll av 67 % kol, 32 % syre och spår av fosfor och kalcium.

Figur 2 Bränt benfragment (SEM foto av M. Wojnar-Johansson)



Figur 2a Bränt benfragment (SEM spektra med analysresultat)



Diskussion och slutsatser

Torr ben består till 30 % av en organisk del samt till 70 % av en oorganisk del (Fischer 1995). Den organiska delen består till 85-90 % av kollagen som är ett protein. Den oorganiska delen i benet består av kalcium- och fosfatjoner i proportion ca 2:1. Dessa joner bildar en struktur, kalcium - hydroxyapatit $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$.

Eftersom det analyserade benfragmentet innehåller ca 5 % av kalcium med bara spår av fosfor konstateras att fragmentet inte kan bestå av kalcium hydroxyapatit som brända ben till största delen består av. Den genomskinliga massan troligen kan vara smält plast.

För att närmare bestämma kemisk struktur rekommenderas FTIR eller XRD analys.

Referenser

Hogmark S, Jacobson S, Kassman-Rudolphi Å, 1998, Svepelektromikroskopi i praktik och teori, *Ångströmlaboratoriet, Uppsala Universitet*

Fisher C, 1995, Kremerade gravsättningar i megalitgravar, *C/D uppsatser i laborativ arkeologi läsår 94/95 volym 1*

Rapport avseende röntgendiffraktionsanalys av prov F12

Sven Isaksson

2010-03-18

Inledning

Prov F12 analyserades med avsikt att avgöra om det var av ben. Till detta användes en analysteknik som tidigare med framgång använt för att analysera såväl recenta som förhistoriska ben i syfte att pröva arkeologiska frågeställningar (Fischer 1995, Blücher 2009). En av huvudkomponenterna i ben är hydroxyapatit. I levande vävnad är denna i stor utsträckning amorf men blir vid upphettning och bränning snabbt kristallin. I ett kristallint material är atomerna arrangerade i ett regelbundet tredimensionellt mönster som är unikt för varje förening. När en röntgenstråle tränger in i ett sådant material kommer strålen att påverkas av atomerna och diffrakteras (böjes) med högre intensitet i vissa riktningar. Bragg har visat att den ökade intensiteten uppstår när röntgenstrålen som diffrakteras är i fas med parallella atomplan, d.v.s. när avståndet mellan atomplanen är en heltalsmultipl av röntgenstrålningens våglängd. Detta beskrivs av Braggs lag:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta$$

där λ är våglängden, d är atomavståndet, θ är infallsvinkeln (diffraktionsvinkeln = 2θ) och n är en heltalsmultipl.

Röntgendiffraktion fungerar enligt principen att när provet bestrålas sprids strålen i riktningar som är karakteristiska för komponenterna i provet. Genom att mäta vinklarna där diffraktionstopparna uppstår och deras intensitet kan man bestämma vilka dessa komponenter är och även deras halter.

Analysteknik

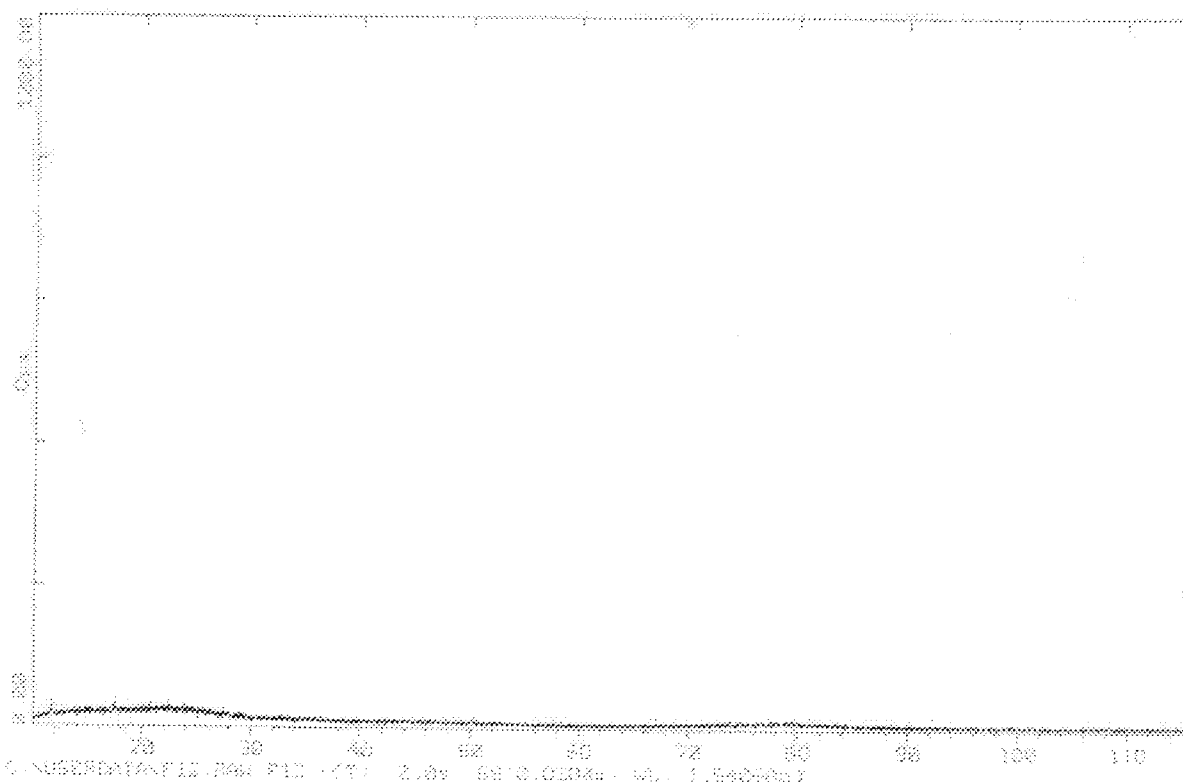
Ett litet prov togs av det svartbrända materialet med hjälp av en skalpell. Materialet var mycket lätt att skära i och påminde mer om kol än ben till sin konsistens. Provet pulveriserades i en agatmortel tillsammans med etanol (absolut finsprit, 99,5 %). Genom att pulverisera provet i alkohol förhindras mekanisk deformation, i form av t.ex. fasförändringar och reaktioner i fast tillstånd (*solid-state reactions*), som annars kan äga rum till följd av pulveriseringens mekaniska inverkan (Bish & Reynold, 1989:74). Provet applicerades sedan på provhållaren genom att alkoholen med pulvret i suspension droppades på med pasteurpipett, varefter alkoholen avdunstades. Provhållaren utgjordes av en enkristallin kiselkiva skuren mot kiselkristallens kristallplan, vilket gör att provhållaren inte avger några störande reflexer eller diffraktion. Detta är till stor fördel vid små provmängder.

Analysen utfördes på en Siemens D5000 diffraktometer. Monokromatisk $\text{CuK}\alpha$ -strålning (våglängd (λ) = 1,5406Å), vid 40 kV och 40 mA, användes. Infallsvinkeln ($^{\circ}\theta$) och diffraktionsvinkeln ($^{\circ}2\theta$) varierades automatiskt med ett mätprogram som styr separata stegmotorer för de olika vinklarna och den aktuella mätningen gjordes mellan 10 och 116 $^{\circ}2\theta$ med 2,0 sekunders mätning med 0,020 $^{\circ}2\theta$ mellanrum. Detta gav en mättid på ca 2 timmar 57 minuter. Provet roterades med 30 varv per minut för att utjämna så kallade orienteringseffekter. Även om hydroxyapatiten i obränt ben till stor del är amorf så ger den ändå upphov till mätbar diffraktion med denna teknik (Fisher 1995:20ff).

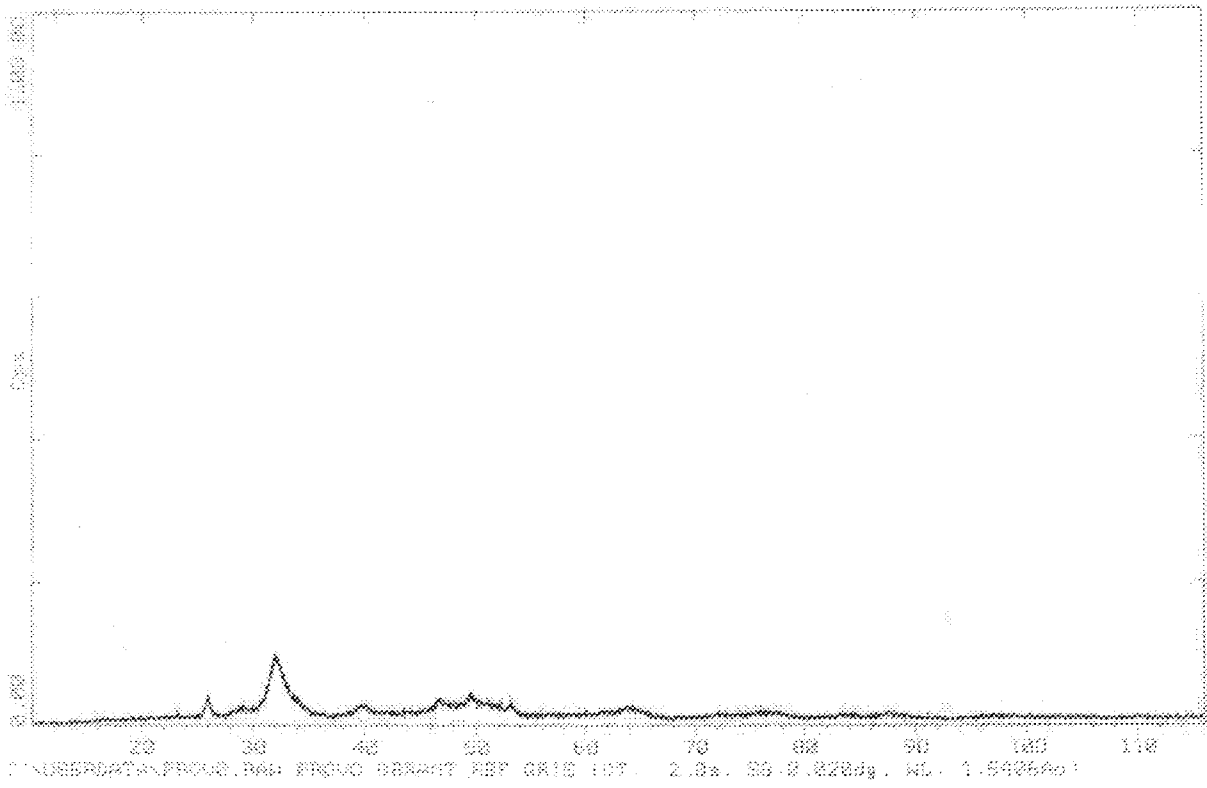
Den diffrakterade röntgenstrålningen detekterades med en scintillationsdetektor, signalen förstärks och överförs till en dator. Det erhållna diffraktogrammet utvärderades med programvaran Diffrac-AT v. 3.0.

Resultat

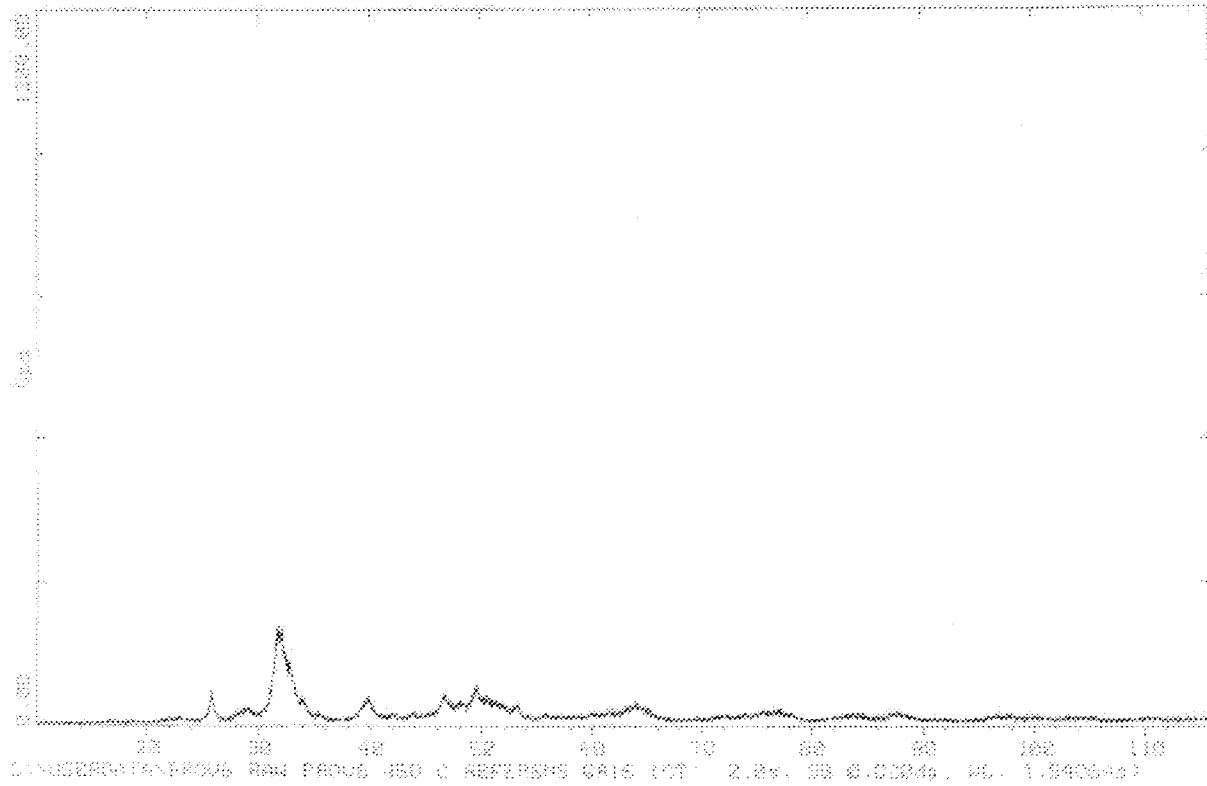
Det erhållna diffraktogrammet från provet visas i figur 1. I figur 2a-d visas diffraktogram uppmätta på ben (gris, *Sus domestica*) som utsatts för olika värmebehandling men som analyserats på precis samma sätt som provet F12.



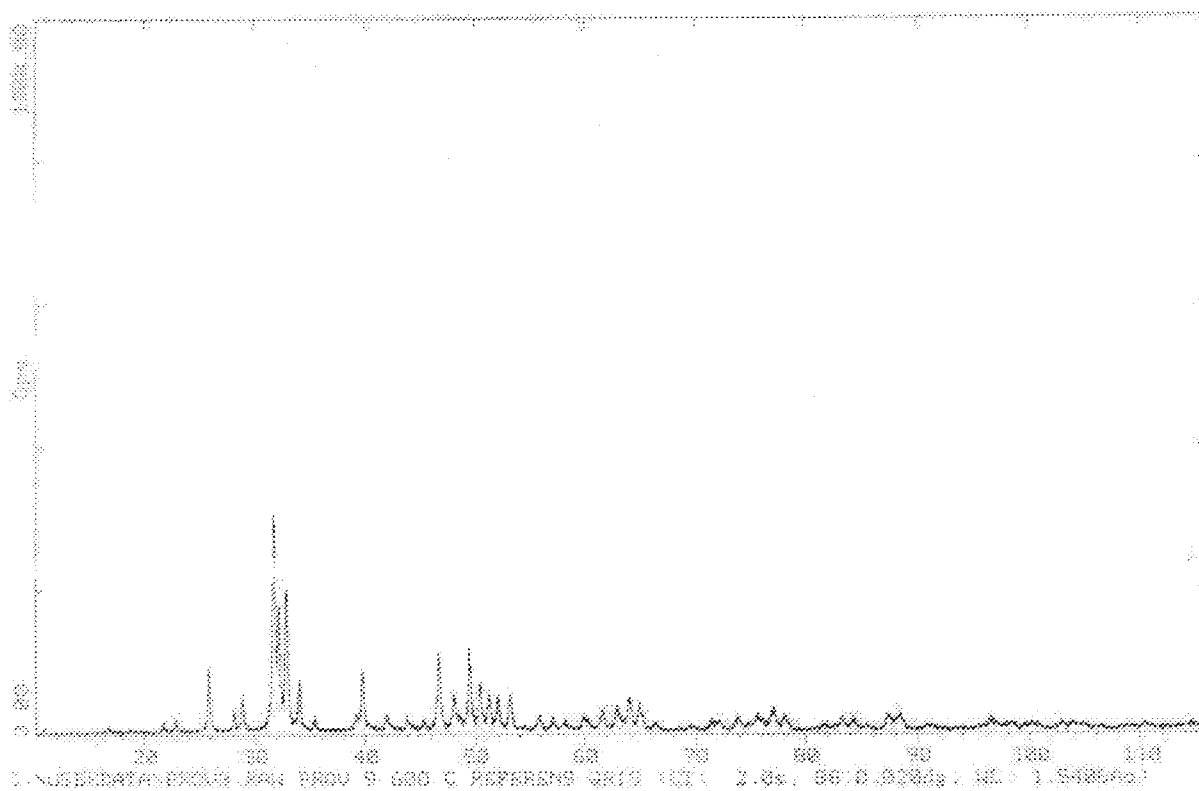
Figur 1. Diffraktogram från prov F12. Längs x-axeln redovisas diffraktionsvinkeln (2θ) och längs y-axeln redovisas intensiteten (counts per second, cps) som skalats upp för att motsvara intensiteten i diffraktogrammen i figur 2.



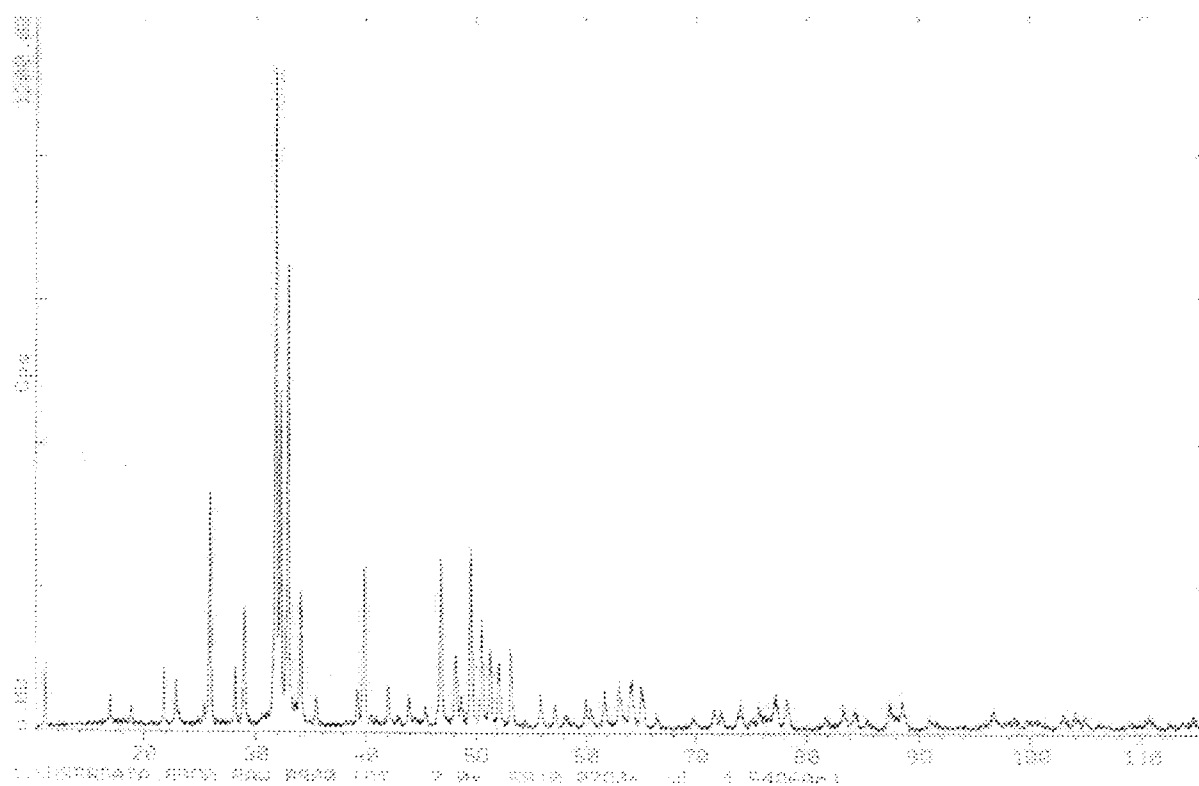
Figur 2a



Figur 2b



Figur 2c



Figur 2d

Figur 2. Diffraktogram från ben (gris, *Sus domestica*). a) Inte upphettat alls. b) Upphettat till 450 °C. c) Upphettat till 600 °C. d) Upphettat till 900 °C. (a, b och c från Fischer (1995), d från Blücher (2009)).

Slutsats

Utifrån röntgendiffraktionsanalysen av prov F12 innehåller detta prov ingen hydroxyapatit och i synnerhet ingen hydroxyapatit som utsatts för hetta eftersom en sådan behandling skulle ha givit en ännu tydligare signal. Materialet i fråga utgörs inte av ben.

Referenser

Bish, D. L. & Reynolds, R. C. Jr. 1989. Sample Preparation for X-Ray Diffraction. I: Modern Powder Diffraction. *Review in Mineralogy* 20. Michigan.

Blücher, R. 2009. En metodstudie med XRD och FTIR på moderna grisben för att bedöma exponeringstemperatur för tillförlitligare ^{14}C -datering av brända ben. Masteruppsats i laborativ arkeologi. Arkologiska forskningslaboratoriet, Stockholms universitet.

Fischer, C. 1995. Kremerade gravsättningar i megalitgravar. C/D-uppsatser i laborativ arkeologi läsåret 94/95. Volym 1. Arkologiska forskningslaboratoriet, Stockholms universitet.