

Uusia ajoituksia vanhoista luista

Högne Jungner

Johdanto

Eräs radiohiilen uuden mittaustekniikan eli kiihdytinpohjaisen massaspektrometrian (AMS) uusi sovellutus on poltettujen luiden ajoittaminen. Menetelmä otettiin käyttöön laboratoriossamme pari vuotta sitten ja tässä artikkelissa kerron lyhyesti menetelmästä ja keskustelen saaduista tuloksista.

Radiohiilimenetelmän alkuaikoina 1950-luvulla tehtiin jonkin verran luujajoituksia käyttäen luun epäorgaanista hiiltä. Tulokset olivat kuitenkin hyvin hajanaisia ja luiden ajoituksia pidettiin epävarmoina (Sellstedt *et al.* 1967). Pian todettiin kuitenkin, että luun orgaaninen komponentti, kollageeni antaa luotettavia tuloksia (Sellstedt *et al.* 1966). Kollageenia on elävässä luussa muutama prosentti ja puolet siitä on hiiltä. Ongelmana on, että kollageeni häviää hitaasti luusta ja vanhoissa luissa sitä on joskus hyvin vähän. Jos luuta poltetaan, kollageeni samalla häviää ja siten sitä voi löytää ainoastaan palamattomista luista. Happamassa maaperässämme luut yleensä liukenevat ja tämä rajoittaa vanhojen luiden säilymistä.

Laboratoriossa on kehitetty erilaisia menetelmiä kollageenin separoimiseen luusta. Eräs pohjatyö on ranskalaisen Longinin väitöskirja vuodelta 1970 (Longin 1970). Laboratoriossamme on käytetty siitä kehitettyä menetelmää, jossa humusaineita poistetaan ennen kollageenin eristämistä (Berglund *et al.* 1976). Olsson *et al.* (1974) ovat kirjoittaneet

katsauksen luunäytteiden kemiallisista käsittelymenetelmistä.

Biokarbonaatin käyttö ajoitukseen

Lyonissa vuonna 1998 pidetyssä kokouksessa ”Radiocarbon and Archaeology” ranskalaiset tutkijat (Person *et al.* 1998; Saliège *et al.* 1998) esittivät ajoitustuloksia poltetuista luista. Ajoitukseen he olivat käyttäneet luun sisältämää biokarbonaattia. Kansainvälisessä Radiohiilikokouksessa Jerusalemissa vuonna 2000 Lanting *et al.* (2001) esittivät laajan tutkimuksen, jossa he olivat verranneet biokarbonaatista saatuja tuloksia hiili- ja kollageeninäytteistä saatuihin tuloksiin samoista konteksteista. Nuorimmat näytteet olivat noin 1000 vuotta vanhoja ja vanhimmat noin 10 000 vuotta. Yhteensopivuus tulosten välillä oli varsin hyvä koko aika-alueella. Koska meillä Suomessa on laaja aineisto poltettuja luita, päätimme aloittaa niiden ajoittamisen. Näytteiden käsittelyssä seuraamme Lantingin ryhmän esittämää menetelmää.

Käsittely laboratoriossa

Laboratoriossa näyte puhdistetaan ensin mekaanisesti, jolloin pintaan tarttuneet epäpuhtaudet poistetaan. Tämän jälkeen se murskataan, jotta kemiallinen käsittely olisi tehok-

Hela-	Ikä (BP)	$\delta^{13}\text{C}$ (‰)	määrä (g)
498	3510	-21,4	3,4
541	5185	-27,0	2,2
542	6950	-26,1	2,6
543	6970	-25,7	3,0
544	9265	-26,4	3,8
545	7315	-22,5	2,3
550	3855	-26,2	2,8
551	6845	-25,3	1,7
552	9480	-25,8	3,6
556	5260	-13,8	1,4
611	5945	-25,9	2,6
612	6810	-25,5	4,9
613	6950	-20,1	3,4
614	9250	-26,2	2,0
615	8535	-28,8	1,4
644	2945	-23,1	15,0
645	3000	-14,8	2,9
646	2930	-23,9	15,0
647	2020	-18,6	15,0

Taulukko 1. Esimerkkejä laboratoriossamme ajoitetuista luista. Taulukossa on annettu laboratorionumero, saatu ikä, näytteen stabiili hiili-isotooppikoostumus ja ajoitukseen käytetty luun määrä.

kaampi. Näytteen sisältämä orgaaninen aines, joka lähinnä on absorboitunutta humusta, poistetaan natriumhypokloriittiliuoksen avulla. Käsittely kestää pari vuorokautta. Sen jälkeen helposti hajoavat karbonaattit poistetaan etikkahapolla. Jäljelle jäävä näyte sisältää pääasiassa apatiittia, mutta myös pienen määrän biokarbonaattia, jota käytetään ajoitukseen. Näyte käsitellään fosforihapolla, jolloin karbonaattista vapautuu hiilidioksidia. Kaasu kerätään ja puh-

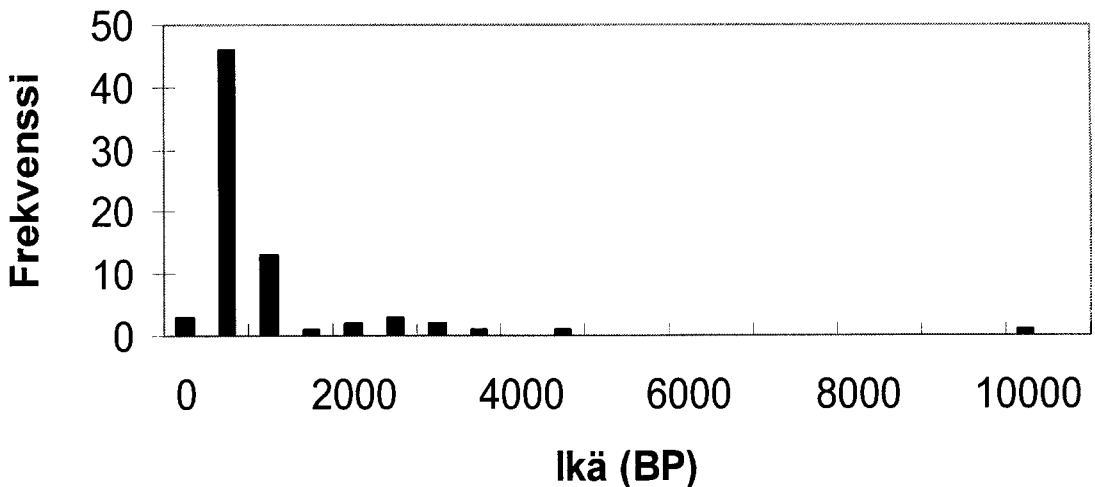
distetaan ja siitä valmistetaan grafiittia, josta AMS-mittaus tehdään. Koko prosessiin kuuluu aikaa noin viikon verran.

Taulukon 1 viimeisessä sarakkeessa on ilmoitettu käsittelyyn otettu alkuperäinen näytemäärä grammoissa. Kuten arvoista näkee, tarvitaan ajoitukseen muutama gramma luuta. Tästä määrästä saadaan lopuksi vain muutama milligramma biokarbonaattia. Mutta se riittää kiihdytinajoitukseen.

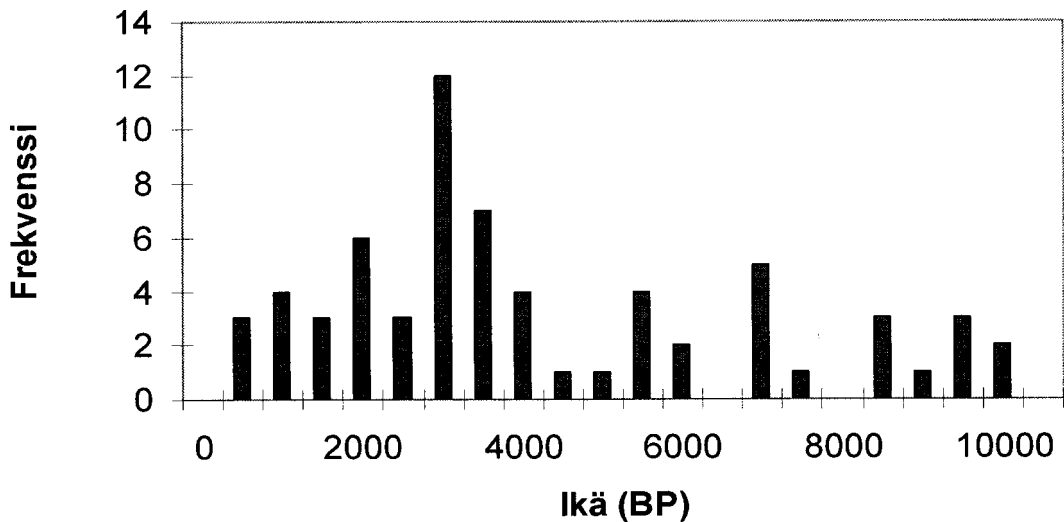
Tuloksia

Konventionaalisella radiohiilimenetelmällä olemme ajoittaneet melko vähän luunäytteitä. Niiden ikäjakauma on esitetty kuvassa 1. Suurin osa näytteistä on alle tuhat vuotta vanhoja. Kiihdytintekniikan myötä luunäytteiden osuus kaikista ajoitetuista näytteistä on kasvanut. Kuvassa 2 esitetään niiden ikäjakauma. Ajallisesti kuvat on rajattu holoseenikauteen ja yli 10 000 vuotta vanhat näytteet, lähinnä mammutit, on jätetty pois. Sekä kuvan 1 että 2 tulokset on tehty luun kollageenista. Näytteet liittyvät sekä arkeologisiin että muihin tutkimusprojekteihin. Erityisesti voi mainita, että kuvassa 2 olevat vanhimmat näytteet liittyvät jääkauden jälkeisen faunan leviämiseen.

Poltettuja luuta on tähän asti ajoitettu 19



Kuva 1. Konventionaalisella tekniikalla ajoitettujen luunäytteiden ikäjakauma.



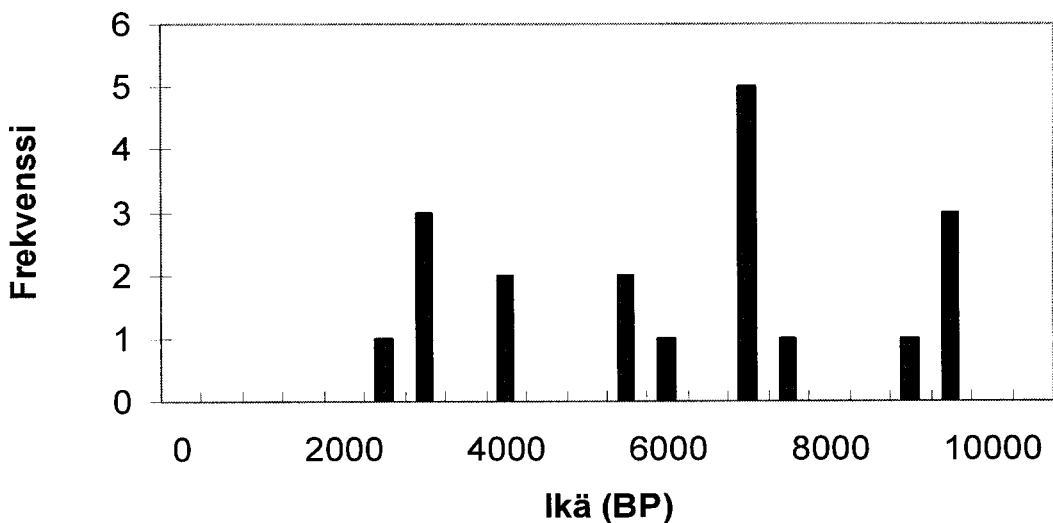
Kuva 2. Kiihdytinteillä ajoitettujen luunäytteiden ikäjakauma.

näytettä. Vertailun vuoksi niiden ikäjakauma on koottu kuvaan 3. Kaikki nämä luut liittyvät arkeologisiin löytöpaikkoihin.

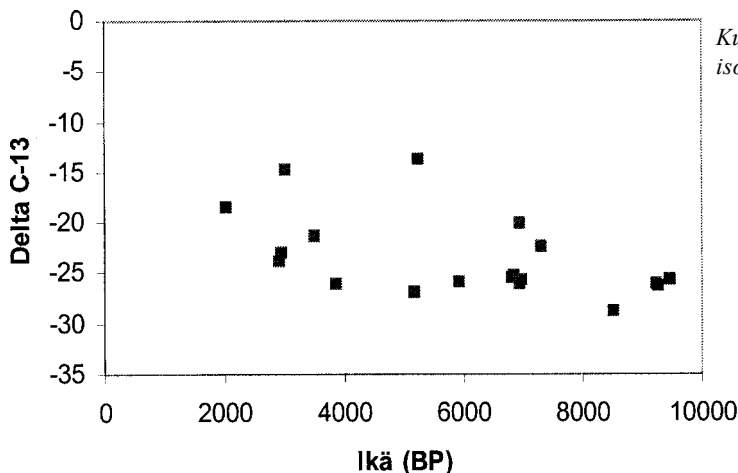
Keskustelua

Taulukkoon 1 on koottu tietoja laboratoriossamme ajoitetuista poltetuista luista. Kaikki näytteet liittyvät arkeologisiin löytöpaikkoihin. Suurin osa näytteistä ajoittuu kivikauteen ja muutama näyte ajoittaa aikaisimpia vaiheita.

Biokarbonaatin säilymisen selitetään johtuvan apatiitti ja karbonaattikiteiden kasvusta, kun luuta kuumennetaan yli 650 asteen. (Stiner *et al.* 1995). Käytännössä ongelmana on selvittää onko luunäytettä todella kuumennettu riittävästi. Shipman *et al.* (1984) ovat esittäneet väri skaalan, jonka perusteella polttolämpötila voitaisiin päätellä. Mitä vaaleampi luu sitä korkeampi on ollut polttolämpötila. Kokeissaan Shipmanin ryhmä myös osoitti, että luu, joka on ollut nuotion alla, ei yleensä ole kuumennettu riittävästi. Maassa luut kuitenkin värjäyty-



Kuva 3. Ajoitettujen poltetujen luunäytteiden ikäjakauma.



Kuva 4. Poltettujen luiden stabiili hiili-isotooppikoostumus.

vät eri tavalla riippuen maaperän koostumuksesta ja geokemiallisista oloista, joten väriskaalan perusteella ei aina ole helppoa päätellä polttolämpötilaa.

Arkeologiassa luista on haettu myös tietoa ruokavaliosta, mikä heijastuu kollageenin stabiilien hiili- ja typpi-isotooppien suhteessa. Poltetuista luista tämä tieto on hävinnyt.

Taulukossa 1 ja kuvassa 4 on mainittu myös näytteiden $\delta^{13}\text{C}$ -arvot. Arvojen hajonta on hyvin suuri. Kaikkien kuvissa 1 ja 2 olevien kollageeninäytteiden $\delta^{13}\text{C}$ -arvon keskiarvo on 19,2 ‰ ja standardipoikkeama 1,0 ‰. Syy biokarbonaattinäytteiden stabiili-isotooppiarvojen hajontaan ei vielä tunneta.

Lähteet

- Berglund, B.E., Håkansson, S. and Lagerlund, E. 1976. Radiocarbon-dated mammoth (*Mammuthus primigenius* Blumenbach) finds in South Sweden. *Boreas* 5, 177-191.
- Lanting, J.N., Aerts-Bijma A.T. and van der Plicht, J., 2001. Dating of cremated bones. *Radiocarbon* 43, 2, 249-254.
- Longin R. 1970. *Extraction du collagen des fossils pour leur datation par la méthode du carbone 14*. Thesis, Lyon.
- Olsson, I.U. El-Daoushy, M.F.A.F., Abd-El-Mageed, A.I. and Klasson, M. 1974. A comparison of different methods for pretreatment of bones I. *Geologiska Föreningens i Stockholm Förhandlingar* 96, 171-181.
- Person, A., Saliège, J.-F., Gerard, Paris, F. 1998. Utilisation d'un indice caractéristique de la diagenèse de la fraction mineral d'ossements archéologiques en milieu désertique pour discuter de la fiabilité de ces matériaux comme support de datation par le radiocarbone, application à deux nécropoles néolithique de l'Air (Niger). *Pré-actes du 3ème Congrès International ^{14}C et Archéologie, Lyon 1998*, 77-78.
- Saliège, J.-F., Person, A., Paris, F. 1998. Datation du carbonate-hydroxylapatite d'ossements Holocènes du Sahel (Mali, Mauritanie, Niger). *Pré-actes du 3ème Congrès International ^{14}C et Archéologie, Lyon 1998*, 172-173.
- Sellstedt, H., Engstrand L. and Gejvall, N.-G. 1966. New application of radiocarbon dating to collagen residue in bones. *Nature* 212, 572.
- Sellstedt, H., Engstrand L. and Gejvall, N.-G. 1967. Benvävnad som analysmaterial vid kol-14 datering. *Fornvännen* 3, 145-154.
- Shipman, P., Foster, G.F. and Schoeninger, M., 1984. Burnt bones and teeth: an experimental study of colour, morphology, crystal structure and shrinkage. *Journal of Archaeological Science* 11, 307-325.
- Stiner, M.C., Kuhn, S.L., Weiner, S. and Bar-Yosef, O., 1995. Differential Burning, Recrystallization, and Fragmentation of Archaeological Bone. *Journal of Archaeological Science* 22, 223-237.