

Moesgaard, 4 februari 2022

Waardering van tien fytolietenmonsters van zoutproductiesites te Leffinge, 's Gravenpolder, Middelburg en Hulst, België (FHM 4296/3566)

Inleiding

In het kader van het doctoraatsonderzoek van Michiel Dekoninck van de Universiteit Gent over zoutproductie in Noord-Frankrijk, België en Zuid-Nederland in de Romeinse tijd, zijn op verschillende sites archeologische contexten bemonsterd ten behoeve van fytolietenanalyse (zie tabel 1). Alle sites waren gelegen in een kustlandschap dat in ieder geval in een bepaalde periode onderhevig is geweest aan getijdeninvloed.

De archeologische contexten, die in verband gebracht worden met zoutproductie, betreffen twee aslagen, een stookgat van een oven en een vulling van een andere oven in Leffinge, en daarnaast aslagen in 's Gravenpolder, Middelburg Oude Vlissingeweg en Hulst Tivoliweg, België. De sites Leffinge, 's Gravenpolder en Middelburg worden geïnterpreteerd als zoutproductiesites. De onderzochte contexten van deze sites dateren in de late tweede, begin derde eeuw na Chr. De site Hulst wordt geïnterpreteerd als zoutproductiecentrum. De onderzochte aslaag van deze site dateert in de Middeleeuwen. Er zijn behalve monsters uit de archeologische contexten te 's Gravenpolder ook twee controlemonsters verzameld van veenlagen in zich in de ondergrond van deze archeologische site bevonden (zie figuur 1). Het betreft een monster van bosveen en een monster van rietveen. Het was op het moment van het schrijven van dit rapport niet bekend welk veenmonster welke was.

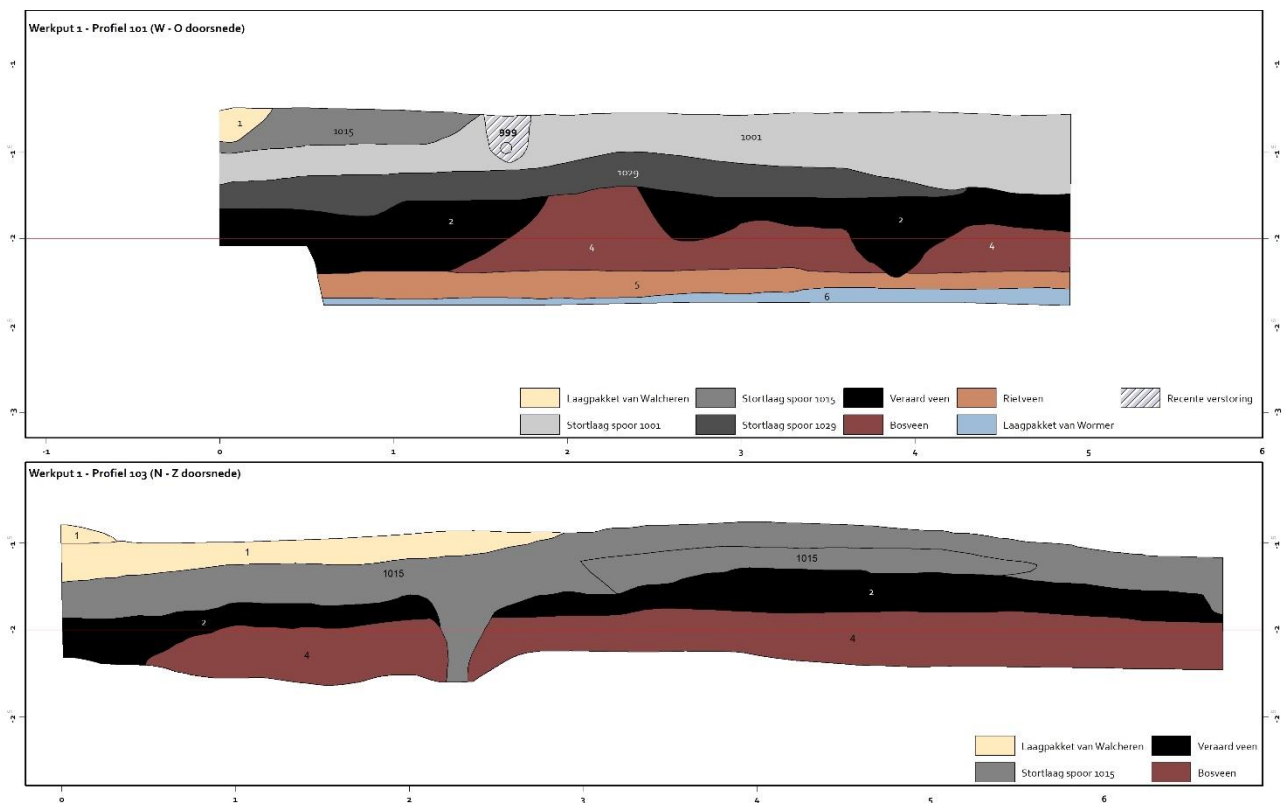
Het doel van fytolietenanalyse is te onderzoeken wat voor brandstof er is gebruikt tijdens de zoutproductie. Fytolietenanalyse is ingezet omdat er weinig tot geen houtskool in de contexten is aangetroffen. In eerste instantie is het waarderend onderzoek uitgevoerd om te bepalen of de fytolietenmonsters geschikt zijn voor verdere analyse. Dit rapport presenteert de waarderingsresultaten en de mogelijkheden voor verdere analyse. De waardering is uitgevoerd in opdracht van Michiel Dekoninck van de Universiteit Gent.

Fytolieten zijn microscopische, minerale plantenresten van gehydrateerd silica ($\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) die gevormd worden in plantencellen en ook in en tussen plantaardige celwanden. Sommige taxa produceren aanzienlijk meer fytolieten dan andere taxa en er treedt ook selectieve bewaring op. In Noordwest-Europa worden vooral veel fytolieten van grassen aangetroffen en daarnaast ook van zegges. Een kenmerk van fytolieten is dat een enkele plantensoort meerdere verschillende fytolietenmorfotypes (typen fytolieten) kan produceren, terwijl individuele morfotypes regelmatig in meerdere verschillende taxa voorkomen. Niettemin kan fytolietenanalyse identificaties van plantentaxa opleveren alsmede identificaties van plantendelen, zoals bijvoorbeeld stengels, bladeren en/of kaf (Piperno 2006).

Fytolieten blijven goed bewaard onder veel verschillende omstandigheden; ze overleven vertering in het verteringssysteem van mens en dier en kunnen ook bewaard blijven bij verbranding op temperaturen tot 900 °C. In basische tot zeer basische milieus (vanaf pH-waarde 9) raken fytolieten wel aangetast.

Tabel 1. Belgische zoutproductiesites Leffinge, 's Gravenpolder, Middelburg Oude Vlissingseweg en Hulst Tivoliweg, context en verwachte ouderdom van de gewaardeerde fytolietenmonsters.

Monster-nr.	Site	Datering	Context
1	Leffinge	Late 2 ^{de} , begin 3 ^{de} eeuw na Chr.	Stookgat oven 17
2	Leffinge	Late 2 ^{de} , begin 3 ^{de} eeuw na Chr.	Vulling oven 14
3	Leffinge	Late 2 ^{de} , begin 3 ^{de} eeuw na Chr.	76/11/b' (aslaag in buurt van verhittingsstructuren)
4	Leffinge	Late 2 ^{de} , begin 3 ^{de} eeuw na Chr.	75/7/monster 1 (stortlaag van as)
5	s Gravenpolder	Late 2 ^{de} , begin 3 ^{de} eeuw na Chr.	Monster 608, spoor 1029, vulling 1 (aslaag)
6	s Gravenpolder	Late 2 ^{de} , begin 3 ^{de} eeuw na Chr.	Monster 606, spoor 1001, vulling 1 (aslaag)
7	Middelburg Oude Vlissingseweg	Late 2 ^{de} , begin 3 ^{de} eeuw na Chr.	1282-1 (aslaag)
8	Hulst Tivoliweg	Middeleeuws	Monster 124; Spoor 5; Vulling 1617 (middeleeuwse aslaag)
9	s Gravenpolder		Referentiemonster veen; vlak 109; spoor 5, vulling 1; monster 650
10	s Gravenpolder		Referentiemonster veen; vlak 109; spoor 4; vulling 1; monster 648



Figuur 1. 's Gravenpolder, locatie van de bemonsterde veenlagen ten opzichte van de archeologische context (spoor 1001 en spoor 1029). Figuur: M. Dekoninck.

Materiaal en methode

Van de fytolietenmonsters die waren opgestuurd door Michiel Dekoninck zijn deelmonsters van ongeveer 1 cm³ uitgenomen en gewogen. De monsters zijn in 2021 bereid door Mevr. A.L. Philip, Instituut voor Biodiversiteit en Ecosysteem Dynamica, Universiteit van Amsterdam. De bereiding was gebaseerd op een intern protocol, waarbij de monsters behandeld werden met H₂O₂ (33%), HCl (10%) en een overmaat van KMnO₄ om calciumcarbonaten en organisch materiaal te verwijderen, en vervolgens gezeefd werden op een 212 µm zeef. Daarna zijn de monsters behandeld met Na₄P₂O₇ (10%) om kleideeltjes van elkaar te scheiden. Tenslotte zijn de verschillende minerale fracties (zand, klei en silt) van elkaar gescheiden m.b.v. een bromoformscheiding (soortelijk gewicht 2.3), gebaseerd op het verschil in dichtheid van de verschillende fracties. De centrifugesnelheid was maximaal 1500 rpm. De monsters zijn ingebed in Naphrax.

De fytolietenmonsters zijn gewaardeerd door Dr. W. Out bij een vergroting van 600x op Moesgaard Museum, Afdeling for Konservering og Naturvidenskab. Hierbij is tenminste één complete preparaatregel per monster bekeken, verdeeld over twee verschillende plekken in het preparaat. De randen van de preparaten zijn ook gedeeltelijk gescand. Ten behoeve van de waardering zijn de volgende aspecten bekeken: 1) de hoeveelheid fytolieten in de monsters 2) eventuele onderlinge verschillen tussen de monsters.

Resultaten

De resultaten van de waardering staan weergegeven in tabel 2. Er zijn nauwelijks fytolieten aangetroffen in de archeologische monsters. Er is wel ander materiaal in de monsters aangetroffen; dit ziet eruit als sediment. Er zijn in verschillende monsters ook enkele fragmenten van diatomeeën en spondsnaalden aangetroffen. Dit is meestal het geval in fytolietenmonsters uit Noordwest-Europa.

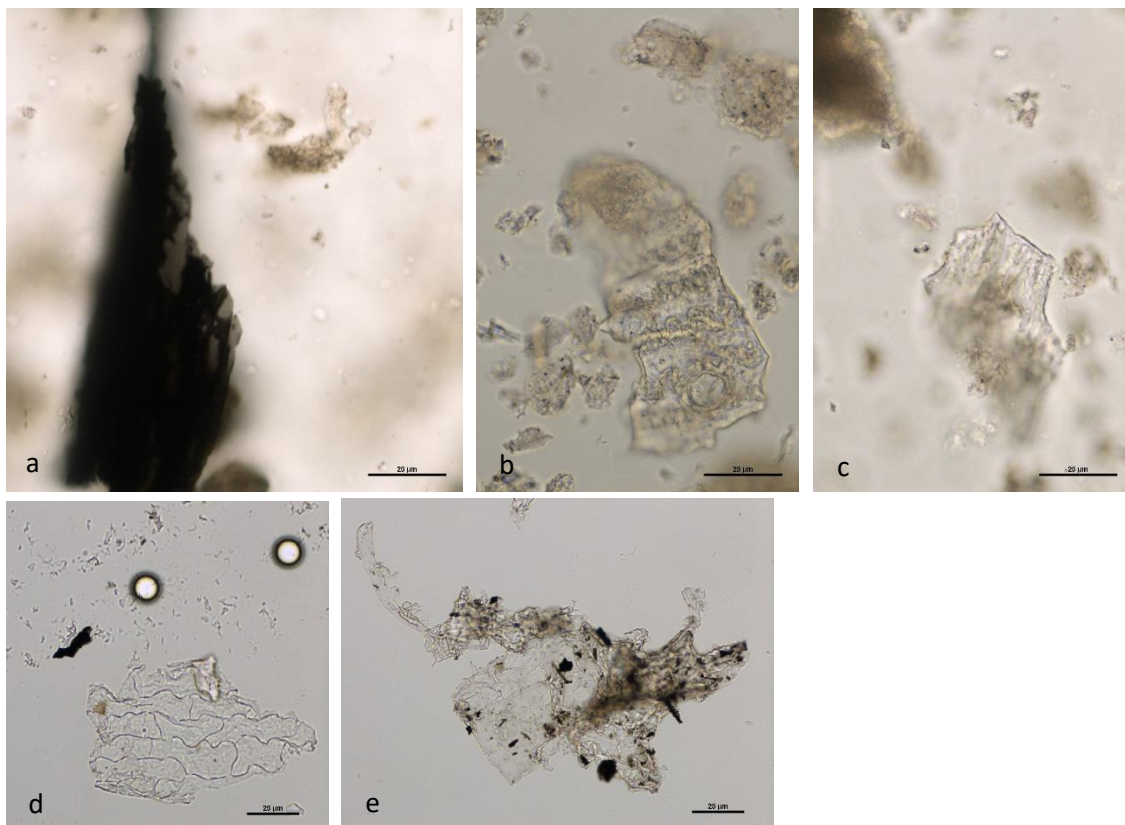
Normaalgesproken wordt tijdens een waardering van fytolietenmonsters de bewaring van fytolieten ook bekeken, maar het aantal aangetroffen fytolieten is zo gering dat het moeilijk is daar goede uitspraken over te doen. De bewaring liep uiteen tussen de verschillende monsters. In monsters 2 en 3 was een deel van die resten, die vermoedelijk fytolieten waren, zeer verweerd. Door het geringe aantal is het echter niet duidelijk of deze resultaten ook daadwerkelijk met de individuele monsters samenhangt of dat het toeval is. De diatomeeënfragmenten waren in de regel goed bewaard.

Ondanks het geringe aantal fytolieten dat in de monsters is aangetroffen, zijn er enige uitspraken te doen. In monster 3, afkomstig van een aslaag in de buurt van verhittingsstructure te Leffinge, is zwart en amorf materiaal aangetroffen (zie figuur 2a). Hetzelfde monster wijkt bovendien af van de andere monsters omdat het meerdere clusters (silica skeletons) van grasfytolieten en vermoedelijke grasfytolieten bevat (zie figuur 2b en 2c). Het betreft in ieder geval een duidelijk fragment van kaf van een C3-gras, waartoe de meeste inheemse wilde grassen van België behoren, waaronder riet, evenals de granen tarwe, gerst, haver en rogge. In monster 5, afkomstig van een aslaag te 's Gravenpolder, is een enkele fytoliet van kaf van gras aangetroffen. In biologie is één echter géén: dit is een zeer klein aantal om stevige conclusies aan te verbinden. In de aslaag van Middelburg zijn enkele kortcellen (silicacellen) van grassen aangetroffen, waaronder crenates en rondels, die eveneens als afkomstig van C3-grassen geïnterpreteerd kunnen worden. De aangetroffen fytolieten laten het niet toe de grassen verder te determineren.

Veenreferentiemonster 9 was praktisch leeg. In veenreferentiemonster 10 zijn aanzienlijke hoeveelheden gesilicificeerd fragmenten van plantenepidermis aangetroffen (bijlage 1, figuur d en e). Deze resten zijn niet afkomstig van gras of zegges, maar van tweekiembladige planten (dicotyledonen).

Tabel 2. Belgische zoutproductiesites, resultaten van de waardering van de fytoietenmonsters. Hoeveelheid: - = zeer gering, +++ = veel.

Monster-nr.	Site	Context	Hoeveelheid fytoieten	Opmerkingen
1	Leffinge	Stookgat oven 17	-	
2	Leffinge	Vulling oven 14	-	
3	Leffinge	Aslaag in buurt van verhittingsstructuren	-	schaars zwart microscopische materiaal; fytoietenclusters van gras, inclusief kaf
4	Leffinge	Stortlaag van as	-	
5	s Gravenpolder	Aslaag	-	
6	s Gravenpolder	Aslaag	-	fytoiet van kaf van gras
7	Middelburg Oude Vlissingeweg	Aslaag	-	kortcelfytoieten van gras: crenates en rondels
8	Hulst Tivoliweg	Aslaag	-	
9	s Gravenpolder	Referentiemonster veen	-	
10	s Gravenpolder	Referentiemonster veen	+++	veel clusters van puzzelstukvormige fytoieten



Figuur 2. a) Leffinge, armorf zwart materiaal (foto 3_30); b en c) Leffinge, fytoieten van gras en vermeend gras (fotos 3_50 en 3_43); d en e) veenreferentiemonster 10, gesilicificeerd epidermis (fotos 10_10 en 10_12). Fotos: W. Out.

Interpretatie

Fytoieten zijn nauwelijks aangetroffen in de onderzochte archeologische monsters uit de aslagen. Geeft dit informatie over brandstofgebruik op de zoutproductiesites?

Hout. Er zijn geen grote aantallen fytoieten aangetroffen die duiden op het gebruik van hout als brandstof. Nu is het echter het geval dat hout weinig fytoieten produceert en dat deze fytoieten minder goed

bewaard blijven dan fytolieten van gras (Cabanès et al. 2015). Niettemin komt de schaarsheid van fytolieten afkomstig van hout overeen met de schaarsheid van houtskool in de onderzochte monsters.

Bij verbranding van hout op lage temperaturen kunnen er calciumoxalaatkristallen vrijkomen (Gur-Arieh en Shahck-Gross 2020). Deze zijn niet in de onderzochte monsters aangetroffen. Bij hogere verbrandingstemperaturen worden de calciumoxalaatkristallen omgezet in aspseudomorfen. Deze zijn, afhankelijk van de tafonomische processen op een site, relatief kwetsbaar en instabiel. Ze worden soms aangetroffen op vindplaatsen met droge, stabiele bewaringsomstandigheden. Het is echter de vraag of ze verwacht kunnen worden op vindplaatsen die onder invloed zijn geweest van water, zoals het geval is met de onderzochte sites, die onderhevig zijn geweest aan getijdeninvloed. Aspseudomorfen overleven het fytolietenmonsterbereidingsproces bovendien niet: ze kunnen alleen in onbereide sedimentmonsters aangetroffen worden.

Gras en zegges (Poaceae en Cyperaceae). De enorme schaarste van fytolieten in de monsters duidt er in eerste instantie op dat er geen overtuigend bewijs is voor gebruik van gras en/of zegges, al dan niet afkomstig uit veen, als brandstof. Niettemin zijn er op drie verschillende vindplaatsen, Leffinge, 's Gravenpolder en Middelburg, zeer kleine hoeveelheden fytolieten van grassen aangetroffen tijdens de waardering. De aanwijzingen voor het monster afkomstig uit de aslaag nabij verhittingsstructuren te Leffinge zijn het meest substantieel; hier zijn meerdere clusters van fytolieten van gras en vermeend gras aangetroffen. Een analyse zou wenselijk zijn om dit verder te bekijken. De hoeveelheid aangetroffen fytolieten of tenminste de fytolietenconcentratie is echter te gering om een analyse van de monsters uit te kunnen voeren. Op basis van de resultaten kan geconcludeerd worden dat grassen mogelijk als brandstof zijn gebruikt. Omdat er slechts zeer geringe hoeveelheden fytolieten van grassen zijn aangetroffen, waren grassen echter hoogstwaarschijnlijk niet de primaire component van de brandstof, en zou het zelfs ingewaaid materiaal kunnen betreffen.

Veen Veen kan bestaan uit veel verschillende soorten planteresten, hieronder gras en zegges, hout en/of andere planten. Deze categorie overlapt dus gedeeltelijk met de bovenstaande categorieën "hout" en "gras en zegges".

Een van de veenreferentiemonsters bevatte gesilicificeerd plantenepidermis, dat expliciet niet afkomstig is van gras of zegges. Vergelijkbaar materiaal is echter niet aangetroffen in de archeologische monsters. Aan de ene kant geven de fytolietenmonsters dus geen bewijs dat dit soort veen is gebruikt als brandstof. Aan de andere kant betekent dat echter niet dat het tegenovergestelde bewezen is; mogelijk is dit materiaal om één of andere reden onder invloed van depositieprocessen en/of tafonomische processen niet bewaard gebleven in de archeologische monsters. Het andere veenreferentiemonster was praktisch leeg. Mogelijk was dit afkomstig van bosveen (omdat hout weinig fytolieten produceert). Als dit veen is gebruikt als brandstof, is de kans om daar iets van terug te vinden in fytolietenmonsters nihil. Ook hier geldt: er is geen bewijs voor het gebruik van dit type veen als brandstof, maar het kan niet uitgesloten worden.

In de loop van het onderzoek door Universiteit Gent is de hypothese geopperd dat er Ericaceaeveen als brandstof gebruikt is. Ericaceae in het algemeen staan bekend als planten die weinig fytolieten produceren (Piperno 2006, p. 7). Een Spaanse studie naar fytolieten in Ericaceae heeft bovendien aangetoond dat Ericaceae die op venige grond groeien relatief weinig fytolieten produceren (Bujan 2013). Afgaand op een vergelijking van het materiaal in het veenreferentiemonster 10 en afbeeldingen van fytolieten van bladeren van struikheide (*Calluna vulgaris*, Ericaceae) in Bujan (2013) zou het materiaal in het referentiemonster mogelijk deze plant kunnen betreffen. Dit is echter niet met zekerheid te zeggen omdat het er geen vergelijking is gemaakt met andere taxa die misschien ook in aanmerking komen.

Mest In geval van het gebruik van mest als brandstof wordt er verwacht dat dit materiaal tenminste resten van gras bevat: zie grassen en zegges. Monsters met resten afkomstig van mest bevatten mogelijk ook mogelijk fecale sferulieten (*dung spherulites*) bevatten. Net als aspseudomorfen zijn deze echter zeer vergankelijk en overleven ze het fytolietenbereidingsproces niet. Het is bovendien de vraag of fecale sferulieten bewaard zouden zijn gebleven in contexten in Noordwest-Europa die onder invloed zijn geweest van regen en getijdeninvloed.

Zeewier Mogelijk is er zeewier als brandstof gebruikt, of mest van dieren die zeewier hebben gegeten. Onderzoek naar referentiemateriaal van zeewiersoorten die in de relevante periode aan de Beligische kust voorkwam, al dan niet verteerd door dieren, zou meer informatie kunnen geven over de mogelijke af- en aanwezigheid van zeewier in de onderzochte monsters.

Aanbeveling

Op basis van de resultaten wordt verdere fytolietenanalyse van de archeologische fytolietenmonsters niet aangeraden.

De hypothese dat Ericaceaeveen is gebruikt als brandstof zou verder getoetst kunnen worden door de aanwezigheid van aspseudomorfen in onbereide monsters te onderzoeken. Het is echter onduidelijk of aspseudomorfen uit de onderzochte contexten überhaupt bewaard zouden kunnen zijn gebleven i.v.m. de invloed van het klimaat en het tij. Recente onderzoeksresultaten van een mariene site in Israël laten zien dat het niet per se is uitgesloten (pers. comm. S. Gur-Arieh, 2022). Analyse van onbereide monsters laat ook onderzoek naar de aanwezigheid van fecale sferulieten toe, om het gebruik van mest te toetsen.

Literatuur

- Bujan E. 2013. Elemental composition of phytoliths in modern plants (Ericaceae). *Quaternary International* 287, pp. 114-120.
- Cabanes D., Shahack-Gross R. (2015) Understanding Fossil Phytolith Preservation: The role of partial dissolution in Paleoecology and Archaeology. *PLoS ONE* 10(5): e0125532.
- Gur-Arieh S., Shahack-gross R. 2020. Ash and dung calcitic micro-remains. In: Henry, A.G. (red.), *Handbook for the analysis of micro-particles in archaeological samples. Interdisciplinary Contributions to Archaeology*. Springer, Switzerland, pp. 117-147.
- Piperno D.R. 2006. *Phytoliths: a comprehensive guide for archaeologists and paleoecologists*. AltaMira Press, Lanham.

Welmoed Out, Ph.D.

Moesgaard Museum

Afdeling for Konservering og Naturvidenskab

Rapporterne fra Afdeling for Konservering og Naturvidenskab, Moesgaard Museum fremlægger resultater i forbindelse med specialundersøgelser af arkæologisk genstandsmateriale.

Hovedvægten er lagt på undersøgelser med en naturvidenskabelig tilgangsvinkel. Heriblandt kan nævnes arkæobotaniske undersøgelser, vedanatomiske undersøgelser, antropologiske undersøgelser af skeletter samt zooarkæologiske undersøgelser.

Der optræder også andre typer dokumentationsfremlæggelser, som f.eks. besigtigelse af marinarkæologiske lokaliteter og metodebeskrivelser af konserveringsteknisk karakter.

Alle rapporterne kan downloades fra Moesgaard Museums hjemmeside.

Eftertryk med kildeangivelse tilladt.