

## EXTRAGEREA FITOLIȚILOR DIN MOSTRE DE SOL. METODOLOGIE ARHEOLOGICĂ

Iosif Moravetz

În ultimii 50 de ani interdependența dintre oameni și plante a reprezentat o temă de mare interes pentru arheologi. Această relație stă la baza paleoetnobotanicii, un subdomeniu al arheologiei, definit ca și "*analiza și interpretarea interdependențelor directe dintre oameni și plante, în orice scop specificat în raportul arheologic*" (Ford 1979:286). Cercetarea din paleoetnobotanică se concentrează asupra extragerii rămășițelor vegetale, legate de domesticirea plantelor, dezvoltarea și răspândirea agriculturii, utilizarea plantelor sălbatice, co-evoluția interacțiunilor om/plantă și reconstituirea micromediilor.

În paleoetnobotanică, studierea fitoliților vegetali este utilizată în cercetări legate de modele de regim alimentar umane și animale, utilizarea non-dietară a plantelor, originile agriculturii, tehnologia agriculturală, funcțiile uneltelor, reconstituirea atât a micromediilor, cât și a macromediilor și chiar datarea absolută. Fitoliții sunt produși în cantități mari de către plante și ei pot varia considerabil în ceea ce privește tipul, forma și mărimea, nu numai între specii diferite de plante, ci și în cadrul unei singure specii. Studiile incipiente despre fitoliți au rezultat în identificarea ierburilor cultivate (Netolitzky 1900), a prezenței fitoliților de grâu și orz în fragmente de ceramică preistorică (Schellenberg 1908) și a fitoliților de orez în ceramica chineză neolitică (Edman și Söderberg 1929). Pe la sfârșitul anilor 1970 cercetarea fitoliților includea aspecte legate de originea și intensificarea agriculturii și reconstituirea mediilor din trecut (Pearsall 2000:396). Utilizând fitoliți, Carbone (1977) a oferit o reconstituire climatică de valoare pentru Valea Shenandoah, Virginia, în timp ce Lewis (1978, 1981) a reconstituit paleovegetația și schimbările privind umiditatea din situri arheologice din Wyoming, Nebraska de nord-vest și Colorado. În ultimul timp, metodologia extragerii fitoliților a fost perfecționată, oferind dovada directă a prelucrării și consumului de plante, prin extragerea lor de pe unelte de piatră (Kealhofer 1999), calculi dentari și suprafețe smălțuite (Fox *et al.* 1996).

Fitoliții vegetali iau naștere atunci când bioxidul de siliciu solubil din apă freatică este absorbit prin rădăcinile plantei, transportat prin sistemul vascular și depus în zone unde apa este utilizată sau eliminată. Cantități diferite de apă freatică și temperaturi diferite ale solului pot influența gradul absorbției de bioxid de siliciu de către plante (Jones și Handreck 1967), influențând direct producerea fitoliților.

Producerea variază și la nivelul plantei și este cea mai abundentă în țesuturile epidermice ale tulpinii și frunzelor de noncotiledonate, în timp ce la conifere și la foioase producerea de fitoliți este cea mai masivă în ace și în frunze. Fragmente de bioxid de siliciu au fost recuperate și din porțiuni lemnoase ale multor specii de copaci (Amos 1952). Tipul celulelor vegetale care acumulează bioxidul de siliciu determină morfologia fitoliților (Piperno 1988:52), permițând identificarea speciilor de plante. Acest lucru este posibil datorită creării unei “structuri” de bioxid de siliciu specifice fiecărui tip de celule vegetale.

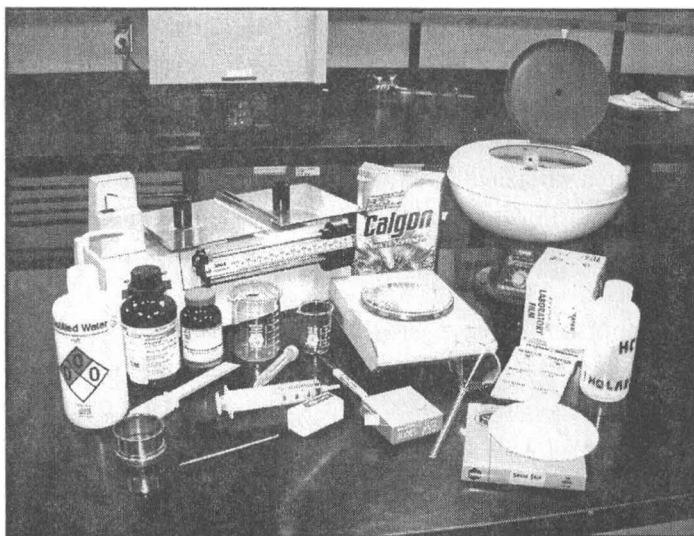
Studiul fitoliților depinde de supraviețuirea și stabilitatea bioxidului de siliciu în diferite medii de sol. După cum a fost demonstrat (Piperno 1988:45), bioxidul de siliciu este foarte rezistent la descompunere, păstrându-se în diferite “*situații de sedimentare, de la soluri cu un grad ridicat de aerisire în medii deschise și cu pădure, temperate sau tropice, până la situații relativ protejate, dedesubtul lacurilor și în proeminențele adăposturilor sub stâncă*”. În consecință, extragerea lor din mostre de sol arheologice este valoroasă în privința răspunsului la numeroase întrebări din paleoetnobotanică și, dat fiind caracterul relativ ieftin al procedurii, ar trebui să devină o parte integrantă a cercetării arheologice.

În paginile următoare ale acestei lucrări vom prezenta o metodă utilizată de noi în extragerea fitoliților din mostre de sol. În orice caz, trebuie să subliniem faptul că și extragerea fitoliților din plante vii este valoroasă pentru arheolog, în vederea identificării și clasificării.

## **Metodologie**

Extragerea fitoliților din mostre de sol este asemănătoare cu colectarea polenului din sol. După cum este prezentat în Manualul de paleoetnobotanică al lui Pearsall (2000:416), au existat diferite proceduri utilizate în extragerea fitoliților. Procedura descrisă în această lucrare a fost folosită de către autor pentru extragerea fitoliților din probe de sol colectate din situl arheologic Movila lui Deciov, comuna Dudeștii Vechi, jud. Timiș, România (Moravetz 2003). Proiectul a fost efectuat la Universitatea din Calgary, Canada, în laboratorul de paleoetnobotanică al dr. Brian Kooyman și a necesitat o serie de elemente (tabelul 1; figura 1).

Extragerea fitoliților din mostre de sol constă în cinci pași, incluzând prepararea mostrei, tratarea cu acid clorhidric, procesul de stabilizare, izolarea fitoliților și așezarea lor pe lame de microscop.



**Fig. 1:** *Echipament utilizat la extragerea fitoliților din mostre de sol*  
**Fig. 1:** *Equipment used in the extraction of phytoliths from soil samples*

ECHIPAMENT	CHEMICEALE
Tuburi de probă de 20 mL	Acid Clorhidric (HCl)
Pahar de laborator de 100 mL	Hidrat de sodiu Metatungstate
Pahar de laborator de 400 mL	Calgon (scade duritatea apei)
Pâlnie de sticlă	Entellan
Sită de 0.50 mm	Apă distilată
Cântar (balanță)	
Riglă	
Centrifugă	
Capotă fum	
Lame și lamele sticlă	
Parafilm	
Marcator permanent negru	
Spatule din metal și plastic	
Hârtie de filtru	
Siringă	

**Tabelul 1:** *Lista echipamentului și a reactivilor utilizați la extragerea fitoliților din mostre de sol*

**Table 1:** *A list of the equipment and chemicals used in the extraction of phytoliths from soil samples*

### **Pregătirea mostrei**

Pregătirea mostrei începe cu cântărirea a aproximativ 20 g de sol din fiecare mostră. Deși nu este necesar, fiecare mostră este încălzită sau autoclavată la 500°C, pentru a asigura arderea impurităților biologice. În plus, autoclavarea îndepărtează

umiditatea din mostre, permițând o selectare mai eficientă prin sita de 0,5 mm. Mostrele sunt apoi stocate în pahare de laborator de 100 mL, acoperite cu foițe de staniol, având contextul notat cu un marcator permanent negru pe fiecare recipient.

Doar o porție de 20 g de mostră de sol autoclavată este utilizată la extragerea fitoliților, și cantitatea variază în funcție de textura solului. S-a constatat că 2-4 g sunt suficiente în cazul solurilor fin texturate și 5-6 g sunt recomandate dacă sedimentele au o textură grosieră. Aceste cantități sunt dobândite prin selectarea mostrelor autoclavate cu sita de 0.5 mm.

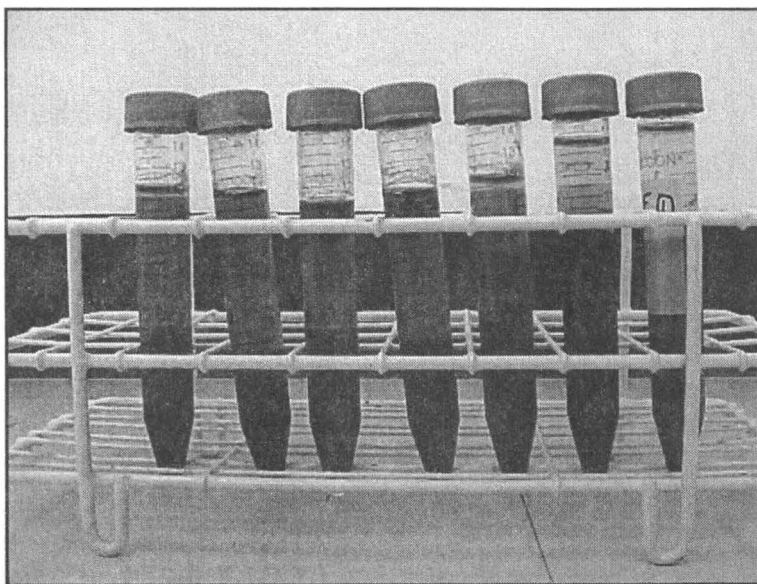
Este important să se păstreze tot echipamentul curat pentru a evita contaminarea. Sita de 0.5 mm trebuie curățată cu grijă după fiecare utilizare, cu apă distilată și perie, și dacă este posibil, uscată. Contaminarea mostrelor este un motiv major de îngrijorare, având în vedere dimensiunea redusă a fitoliților.

### *Tratamentul cu acid clorhidric*

Un pas important în procesul de extragere a fitoliților îl reprezintă îndepărtarea carbonaților, a oxizilor și a materiei organice. Dacă acestea sunt lăsate în mostre, ele vor aglomera particulele de sol și vor împiedica extragerea fitoliților. Mostrele selectate sunt plasate în pahare de laborator de 100 mL și sunt acoperite cu o soluție de concentrație 10% de acid clorhidric (HCl). Dacă este necesar, se mai adaugă acid clorhidric până când mostrele nu mai sunt efervescente, adică carbonații, oxizii și materia organică au fost eliminate. În mod normal, timpul necesar ca o mostră să nu mai fie efervescentă depinde de sol și poate dura între 0 și 4 ore.

După îndepărtarea carbonaților, a oxizilor și a materiei organice, fiecare mostră va fi plasată în eprubete din plastic de 20 mL. Amestecul, dacă depășește 20 mL, se poate evapora prin incalzire. Eprubetele sunt cântărite în perechi pe cântar, adăugând apă distilată până la 2-3 cm de marginea superioară.

Eprubetele sunt așezate, în opoziție unele față de celelalte, în centrifuga care cuprinde până la 4 mostre în același timp. Se reglează viteza centrifugală la 3000 rotații pe minut și se lasă să funcționeze timp de 5 minute. Se îndepărtează mostrele din centrifugă și se decantează acidul cu grijă, asigurându-vă că sedimentul de sol rămâne pe fundul tuburilor de probă. Se umple din nou eprubeta cu apă distilată și se agită bine ca să fie îndepărtat acidul rămas. Repetați cântărirea și centrifugarea mostrelor. În mod normal, după prima spălare suspensia va fi frecvent galben/maro la culoare datorită compușilor de clor lăsați în mostră în urma reacției hidrogenului cu carbonații (Figura 2). Se spală mostrele, până apa devine curată.



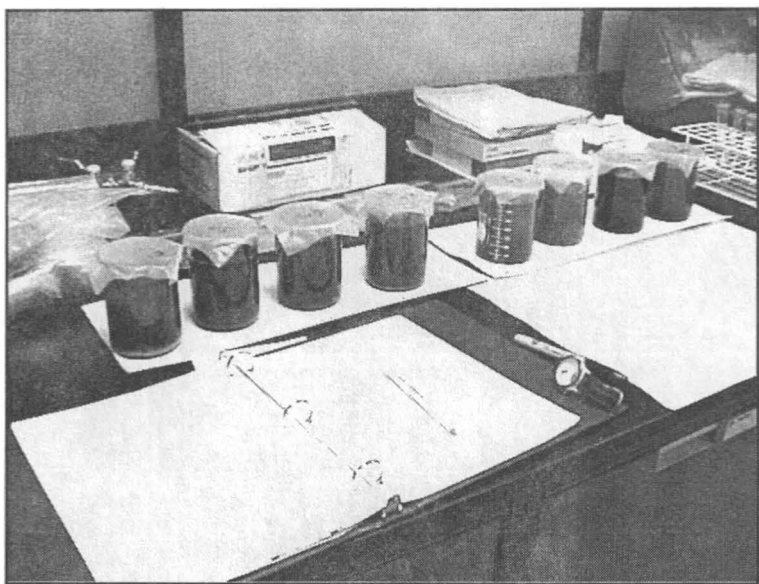
**Fig. 2:** Suspensie galben/maro în urma primei spălări

*Fig. 2: Yellow/brown supernatant following first wash*

### *Stabilizare*

Prin această procedură, particulele de argilă sunt zdrobite în mod mecanic. Adăugând Calgon-ul care se găsește în comerț pentru atenuarea durtății apei, particulele de argilă sunt desprinse și suspendate în soluție, fitoliții rămânând pe fund. Frațiunile de argilă și nămol se depun cu aproximativ 8 cm/oră în soluția de apă distilată și Calgon.

După ultima spălare în timpul tratamentului cu acid clorhidric, apa este decantată din eprubetă și conținutul decantat în pahare de laborator de 400 mL, utilizând aproximativ 150 mL de soluție de apă distilată și Calgon. Soluția este preparată adăugând 50g de Calgon la 1 litru de apă distilată. Se lasă o oră, apoi se umple cu apă distilată până la semnul de pe paharul de laborator care desemnează 8 cm de la fund (Figura 3). Se amestecă soluția și se pune deoparte pentru o oră, după care se sifonează lichidul folosind o seringă mare. Soluția de Calgon se folosește doar o singură dată în timpul primei stabilizări. La urnătoarea stabilizare, apa distilată este adăugată în mostră care este bine agitată, după care lăsată să se așeze timp de o oră. Ca și înainte, apa care conține nămol fin și argilă este sifonată, asigurându-se ca nici un sediment, care conține fitoliți, nu e atras în suspensie. În mod normal, acest pas este repetat până ce apa devine relativ clară, de obicei fiind nevoie de aproximativ 5 stabilizări. După ultima sifonare, toate mostrele sunt parțial acoperite cu parafilm și lăsate să se usuce până a doua zi.



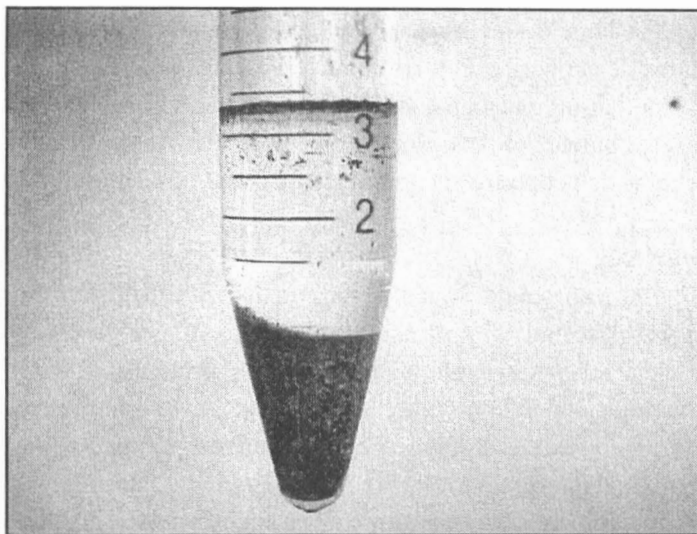
**Fig. 3:** Suspensia particulelor de argilă în lichid, timp de o oră înainte de sifonare

*Fig. 3: Suspending clay particles in liquid for one hour before syphoning*

### *Izolarea fitoliților*

În următoarea etapă din proces, fitoliții sunt îndepărtați prin suspendare într-un lichid cu densitate crescută, constând din cristale de hidrat de sodiu Metatungstate ( $\text{HMS} - 3\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) și apă distilată, având o greutate specifică situată între 2,2 și 2,7. Pentru determinarea gravității specifice a soluției de HSM și apă distilată, se măsoară și se cântăresc exact 5 mL. La o greutate specifică de 2,3, soluția de HSM și apă distilată trebuie să aibă o greutate de 11,5 g. Adăugarea unei cantități de apă distilată sau HSM la soluție poate fi necesară pentru a atinge greutatea dorită.

Se toarnă în eprubete de 20 mL, aproximativ 3 mL de soluție de HSM și apă distilată cu o greutate specifică de 2,3. Utilizând o spatulă mică de metal, se iau mostre din fiecare pahar de laborator de 400 mL, al cărui conținut a fost lăsat să se usuce peste noapte, și se adaugă la soluția HSM. În mod normal, între 3 și 5 extrageri cu spatula de metal sunt suficiente pentru extragerea fitoliților. Fitoliții rămân suspendați în lichidul dens și pot fi văzuți plutind pe suprafață (Figura 4). Înainte ca eprubetele de 20 mL să fie centrifugate, sunt echilibrate în perechi adăugând soluție HSM sau sediment și se agită bine. Procesul de centrifugare care durează 5 minute este identic cu cel de la tratamentul cu acid clorhidric.



**Fig. 4:** Eprubetă cu fitoliți plutind într-un lichid cu o densitate crescută  
*Fig. 4: Test tube showing the phytoliths floating on the heavy density liquid*

După procesul de centrifugare de 5 minute, fitoliții sunt separați de sedimente. Lichidul greu care conține fitoliți este decantat în eprubete noi și curate și fitoliții sunt scoși din suspensie prin adăugarea apei distilate. Ca și în tratarea cu HCl, se cântărește apoi fiecare tub adăugând apă distilată, se agită bine și se centrifughează timp de 5 minute la 3000 rpm. La sfârșitul acestui proces, fitoliții vor fi la baza eprubetei. Cristalele de hidrat de sodiu pot fi extrase, turnând soluția printr-o hârtie de filtru și pâlnie de sticlă într-un pahar de laborator, permițând apei distilate să se evapore. Hidratul de sodiu poate fi refolosit. Este important să se spele fitoliții de încă două ori cu apă distilată, înainte ca eșantioanele să fie așezate pe lame de sticlă. Se adaugă apă distilată la fiecare eprubetă, se cântărește și se pune în centrifugă timp de 5 minute la 3000 rotații pe minut.

#### *Fixarea fitoliților pe lame de sticlă*

Este necesară pregătirea prealabilă a lamelor de sticlă înainte de a fixa fitoliții pe ele. Lamele utilizate sunt făcute din sticlă având marginile șlefuite, cu o mărime de 25,4 mm x 76,2 mm și o grosime de 1-1,2 mm. Este important ca toate suprafețele de sticlă să fie curățate cu grijă, spălându-le în apă distilată și uscându-le cu aer comprimat pentru evitarea contaminării. O cantitate mică de sediment care conține fitoliți este transferată din fiecare eprubetă pe lamele de sticlă, utilizând o lopățiță de metal. Cu un strop de apă distilată, fitoliții sunt întinși pe suprafața lamei. Apoi se lasă toate lamele de sticlă marcate să se usuce, timp de aproximativ două ore, într-un loc ferit de curent.

După ce lamele s-au uscat, se pun câteva picături de Entellan pe lamă și se acoperă cu lame de acoperire. Pentru a evita crearea bulelor de aer, atingeți lama de acoperire și Entellan-ul la un capăt și lăsați-o încet să cadă. Un fus de lemn se poate pentru deplasarea bulele spre marginea lamei de acoperire. Entellan-ul în exces care s-a vărsat pe lama de acoperire și capătul lamei poate fi îndepărtat cu grijă.

### **Concluzii**

După cum am schițat în această lucrare, extragerea fitoliților din sedimente de sol este o metodă relativ simplă care necesită pregătire minimă. Având în vedere ușurința extragerii lor, ar fi stimulativă includerea studiului fitoliților în proiectele de cercetare arheologică. Cel puțin, arheologii pot pune deoparte mostre de sol extrase din contexte arheologice ca acestea să fie examinate mai târziu din punct de vedere al fitoliților, permițând interpretări referitoare la paleoclimat, paleoecologie, agricultură preistorică, regim alimentar, utilizarea plantelor și chiar datare absolută.

Această lucrare a fost o continuare a cercetării arheologice efectuate în situl Movila lui Deciov, comuna Dudeștii Vechi, în cadrul unui proiect finanțat parțial de o bursă a Bison Historical Services Ltd, Calgary, Canada. Autorul este recunoscător colegilor Benkö Emese și Dan Ciobotaru pentru eforturile de a traduce acest material din limba engleză în limba română.

### **Bibliografie**

**Carbone, V., 1977** - *Phytoliths as paleoecological indicators*, în *Annals of the New York Academy of Science*, 288:194-205.

**Edman, G., and E. Sörderberg, 1929** - *Auffindung von Reis in einer Tonscherbe aus einer etwas fünftausendjährigen Chinesischen Siedlung*, în *Bulletin of the Geological Society of China*, 8:363-365.

**Ford, Richard I., 1989** - *Paleoethnobotany in American Archaeology*, în *Advances in Archaeological Method and Theory*, edited by Michael Schiffer, Vol 2, pp. 286-336, Academic Press, New York.

**Fox, C.L., Jordi Juan, and Rosa M. Albert, 1996** - *Phytolith Analysis on Dental Calculus, Enamel Surface, and Burial Soil: Information about Diet and Paleoenviroment*, în *American Journal of Physical Anthropology*, 101:101-113.

**Heer, O., 1866** - *Treatise on the plants of the lake dwellings*, în *The Lake Dwellings of Switzerland and Other Parts of Europe*, (Ferdinand Keller ed, translated by John E. Lee), Longmans, Green, London.



- 1878** - Abstract of the treatise on the "Plants of the Lake Dwellings", in *The Lake Dwellings of Switzerland and Other Parts of Europe*, (Ferdinand Keller ed, translated by John E. Lee), Longmans, Green, London
- Jones, L.H.P. and Handreck K.A., 1967** - *Silica in soils, plants, and animals*, in *Advances in Agronomy*, 19: 197-149.
- Kealhofer, L., 1999** - *Integrating Phytoliths within Use-Wear/Residue Studies of Stone Tools*, in *Journal of Archaeological Science*, 26:527-546.
- Lewis, R.O., 1981** - *Use of opal phytoliths in paleoenvironmental reconstructions*, in *Journal of Ehnobiology*, 1:175-181.
- Neolitzky, F., 1900** - *Mikroskopische Untersuchung Ganzlich verkihlter vorgeschichtlicher Nahrungsmittel aus Tirol*, in *Zeitschrift Für Untersuchung der Nahrungs- und Genussmittel*, 3:401-407.
- Pearsall, D.M., 2000** - *Paleoethnobotany: A Handbook of Procedures*. Academic Press, London, England.
- Piperno, D., 1988** - *Phytolith Analysis: An Archaeological and Geological Perspective*. Academic Press, Inc, London, England.
- Roven, I., 1983** - *Plant Opal Phytolith Analysis: Major Advances in Archaeobotanical Research*, in *Advances in Archaeological Method and Theory*, edited by Michael Schiffer, vol 6:225-266, Academic Press, New York.
- Schellenberg, H.C., 1908** - *Wheat and barley from the North Kurgan, Anau*, in *Exploration in Turkestan* (R. Pumpelly, ed.), Vol. 3, pp. 471-473, Washington, D.C.: Carnegie Institution.

## ***THE EXTRACTION OF PHYTOLITHS FROM SOIL SAMPLES. A METHODOLOGY FOR ARCHAEOLOGISTS***

### *Summary*

Within the last 50 years the interrelatedness of humans and plants has been an issue of much interest to archaeologists. This relationship is at the core of paleoethnobotany, a subfield of archaeology, defined as "the analysis and interpretation of the direct interrelationships between humans and plants for whatever purpose as manifested in the archaeological record" (Ford 1979:286). Research within paleoethnobotany focuses on the recovery of plant remains, topics of plant domestica-

tion, the development and spread of agriculture, use of wild plants, the co-evolution of human/plant interactions, and the reconstruction of micro-environments.

Studies of plant phytoliths are used to address issues related to human and animal dietary patterns, nondietary use of plants, origins of agriculture, agricultural technology, tool function, reconstruction of both microenvironments and macroenvironments and even absolute dating. Phytoliths are abundantly produced in plants and can vary considerably in type, form, and size, not only between plant species but also within a single species. The procedure described in this paper was used by the author in the extraction of phytoliths from soils recovered at Movila lui Deciov, Dudestii Vechi, Romania (Moravetz 2003). The work was conducted at the University Of Calgary, Canada, in Dr. Brian Kooyman's paleoethnobotany laboratory.