

コラーゲンを含む試料の簡便な調製 (2)

池田晃子・中村俊夫

名古屋大学 年代測定資料研究センター 〒464-8602 名古屋市千種区不老町

Tel : 052-789-2578 FAX : 052-789-3095

1. はじめに

極めて保存状態のよい含コラーゲン試料については、コラーゲン抽出を行わずに¹⁴C測定を行うことが出来る可能性が池田ほか (1997) で示された。今回、新たに象牙試料5点が得られたので、それらについて¹⁴C濃度測定を行った結果を紹介する。

2. 試料調製と加速器質量分析計による¹⁴C測定

方法は有田ほか (1990) および中村ほか (1996) に改良を加えたものである。

試料をカッターナイフで細かく削り出し (IVORY-13については金槌を用いて粉碎したものを用了), アセトンで表面を洗って付着している可能性のある有機化合物を溶かし落としした。次いで1.2N 水酸化ナトリウム溶液に浸して超音波洗浄した。さらに1.2N 塩酸中で超音波洗浄したのち、蒸留水でよく洗って凍結乾燥機を用いて乾燥させた。

乾燥した試料をあらかじめ1000℃で焼きだした直径6mm, 長さ5cmのバイコール管に約500mgの線状酸化銅と試料を入れ, 950℃で焼きだした石英綿で軽くふたをした後, 銀粉末約10mgを入れた。あらかじめ1000℃で焼きだして線状還元銅を約500mg入れた直径9mm, 長さ34cmのバイコール管にこれを入れ, 真空ラインに接続排気し封管した。これを電気炉内で850℃で約2時間加熱して試料中の炭素を二酸化炭素に変えた。

真空ライン中で, 液体窒素 (-196℃) 及び液体窒素で冷却したエタノール (約-100℃) 及びペンタン (-128℃) を寒剤として用いて二酸化炭素を精製した。さらに, 約1.5mgの鉄粉末を触媒として, この二酸化炭素を水素還元してグラファイトを作成した (Kitagawa *et al.*, 1993)。出来たグラファイトを乾燥した後, アルミニウム製の試料台に圧入してターゲットを作成した。国際的に標準体として用いられている蓼酸 (NBS-MR-49) を標準体とし (Mann, W. B., 1983; Stuiver, M., 1983), 名古屋大学年代測定資料研究センターに設置されている加速器質量分析計により¹⁴C測定を行った (中村ほか, 1988)。

表 1 酸-アルカリ-酸処理後の含コラーゲン試料の炭素及び窒素含有率, C/N比, ^{14}C 量及び $\delta^{13}\text{C}$

Table 1 Carbon content, nitrogen content, C/N ratio, ^{14}C content and $\delta^{13}\text{C}$ of collagen containing samples after acid-alkali-acid treatment

Sample No.	C content / %	N content / %	C/N ratio	^{14}C content / pM	$\delta^{13}\text{C}$ / ‰
IVORY-12*	46.56	16.22	2.87	113.2 ± 1.1	-21.2
IVORY-13**	19.51	7.78	2.50	117.2 ± 1.3	-21.3
IVORY-14*	46.57	17.00	2.74	113.4 ± 1.3	-20.9
IVORY-15*	46.19	16.22	2.84	116.6 ± 1.3	-20.9
IVORY-16*	45.88	16.26	2.82	117.0 ± 1.3	-20.9

measurement error of $\delta^{13}\text{C}$: $\pm 0.1\text{‰}$

*chipped using a knife **crashed with a hammer

3. 結果及び考察

Table 1に各試料の炭素含有率, 窒素含有率, C/N比, ^{14}C 量(pM)及び $\delta^{13}\text{C}$, 炭素含有率をTable 1に示した. 池田ほか (1997) では, 試料を乳鉢で粉碎しているが, 本研究では, IVORY-13以外はカッターナイフを用いて薄く削っている. これらの試料は1.2N 塩酸で処理を行った際にかかなりの部分が溶解し, 溶け残った部分の炭素含量が試料の4割強となった. この割合は純粋なコラーゲンの炭素含量に近い. 試料を薄く削ることで, 酸処理の際に迅速な脱灰が起こり, コラーゲンが残ったと考えられる.

今後, 保存状態の良い試料に対して, コラーゲン抽出を行わずに ^{14}C 測定を行うことの妥当性をさらに確かめるために, 本件で用いた試料よりコラーゲン抽出を行い, さらに検討を加える予定である.

引用文献

- 有田陽子・中井信之・中村俊夫・亀井節夫・秋山雅彦・沢田 健 (1990) 哺乳類化石のコラーゲン抽出法とそのAMS法による ^{14}C 年代測定. 名古屋大学古川総合研究資料館報告, **6**, 45-54.
- 池田晃子・中村俊夫 (1997) コラーゲンを含む試料の簡便な調製. 名古屋大学加速器質量分析計業績報告書, **VIII**, 254-257.
- Kitagawa, H., Masuzawa, T., Nakamura, T. and Matsumoto, E. (1993) A batch preparation method of graphite targets with low background for AMS ^{14}C measurements. *Radiocarbon*, **35**, 295-300.
- Mann, W. H. (1983) An international reference material for radiocarbon dating. *Radiocarbon*, **25**, 519-527.
- 中村俊夫・大塚裕之・奥野 充・太田友子 (1996) 東シナ海の大陸棚および琉球弧の海底から採取された哺乳類化石の加速器質量分析法による ^{14}C 年代測定. 地学雑誌, **105**, 306-316.
- 中村俊夫・中井信之 (1988) 放射性炭素年代測定の基礎 — 加速器質量分析法に重点をおいて —. 地質学論集, **29**, 83-106.
- Stuiver, M. (1983) International agreements and the use of the new oxalic acid standard. *Radiocarbon*, **25**, 793-795.
- Stuiver, M. and Polach, H. A. (1977) Discussion reporting of ^{14}C data. *Radiocarbon*, **19**, 355-363.

A Simple Preparation of Collagen Containing Samples(2)

Akiko IKEDA and Toshio NAKAMURA

Dating and Materials Research Center, Nagoya University.
Chikusa, Nagoya 464-8602 JAPAN
Tel: +81-52-789-2578 FAX: +81-52-789-3095

We measured carbon content, ^{14}C content (pM) and $\delta^{13}\text{C}$ of 5 collagen containing samples (ivory) which were prepared by a simple preparation method. We chipped off small fragments from 4 samples (IVORY-12, 14, 15, 16) with a knife, washed each fragment samples with acid-alkali-acid method and combusted them to produce CO_2 , instead of collagen extraction. About IVORY-13, we crashed it into pieces with a hummer instead of chipping.

The chipped samples showed very high carbon contents (nearby the carbon content of collagen), suggesting that immediate decalcification has occurred.

In the next study, we will prepare collagen from these samples to discuss the adequacy of applying this simple preparation method for collagen containing samples that are preserved under good condition.