

## コラーゲンを含む試料の簡便な調製 (3)

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

既報である、池田ほか (1997) 及び池田ほか (1998) に引き続き、極めて保存状態のよい含コラーゲン試料5点が得られたので、それらについて $^{14}\text{C}$ 濃度測定及び年代測定を行った結果を報告する。

### 2. 試料調製と加速器質量分析計による $^{14}\text{C}$ 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。

試料よりノコギリやペンチ等の工具を用いて小片を切り出し、アセトンで表面を洗って付着している有機化合物を溶かし落とし、さらに着色した部分をカッターナイフで除去した。次いで0.2N 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、少量の銀線を入れた。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 (-129℃) 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 $^{14}\text{C}$ 測定を行った (中村ほか, 1988)。

表1 含コラーゲン試料の炭素含有率,  $^{14}\text{C}$ 量,  $^{14}\text{C}$ 年代及び $\delta^{13}\text{C}$ Table 1 Carbon content,  $^{14}\text{C}$  content and  $\delta^{13}\text{C}$  of collagen containing samples

Sample No.	C content / %	$^{14}\text{C}$ content / pM	$^{14}\text{C}$ age / yBP	$\delta^{13}\text{C}$ / ‰
IVORY-17	14.46	118.5 ± 2.6	-1410 ± 180	-17.5
IVORY-18	18.73	13.1 ± 0.5	16310 ± 310	-21.3
IVORY-19	20.60	16.6 ± 0.6	14380 ± 310	-22.2
IVORY-20	15.49	116.6 ± 2.7	-1280 ± 190	-9.9
IVORY-21	16.17	127.3 ± 2.9	-1980 ± 180	-25.4

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

### 3. 結果及び考察

表1に各試料の炭素含有率,  $^{14}\text{C}$ 量(pM),  $^{14}\text{C}$ 年代値(yBP)及び $\delta^{13}\text{C}$ を示した. IVORY-17, 20及び21は $^{14}\text{C}$ 量(pM)より考えて, 1950年代以降の大気中核実験の影響を受けている試料であると考えられる. 一方, IVORY-18及び19は1万年以上経過した古い試料であることが判明した. また, IVORY-17, 20及び21の炭素含有率は, 池田ほか(1997)の現代の象牙(バルク)の持つ値に近いのに対し, IVORY-18及び19ではそれより若干高い傾向が見られた. これは時間の経過と共に試料からの脱水が起こる等, 含コラーゲン試料の化学組成に変化が起きている可能性を示している.

$\delta^{13}\text{C}$ は, IVORY-20のみが-9.9%という非常に大きい値を示した. このことより, IVORY-20は, C3植物を食物とする生物由来の試料ではない可能性が示唆される.

### 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 $^{14}\text{C}$ 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.
- 池田晃子・中村俊夫(1998) コラーゲンを含む試料の簡便な調製(2). 名古屋大学加速器質量分析計業績報告書, **IX**, 304-307.
- Kitagawa, H., Masuzawa, T., Nakamura, T. and Matsumoto, E. (1993) A batch preparation method of graphite targets with low background for AMS  $^{14}\text{C}$  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 $^{14}\text{C}$ 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  $^{14}\text{C}$  data. *Radiocarbon*, **19**, 355-363.

## A Simple Preparation of Collagen Containing Samples(3)

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,  $^{14}\text{C}$  content (pM) and  $\delta^{13}\text{C}$  of 5 collagen containing samples which were prepared by a simple preparation method. We cut off small pieces from each sample with a saw or cutting pliers, washed with acid-alkali-acid method and combusted them to produce  $\text{CO}_2$ , instead of collagen extraction.

3 samples (IVORY-17, 20 and 21) showed high  $^{14}\text{C}$  content, showing they are modern samples having an influence of nuclear bomb effect. 2 samples (IVORY-18 and 19) are old (more than 10,000 years) and also have higher carbon contents than the other 3 samples, suggesting collagen containing samples change its chemical contents with a time.

We got the result of  $\delta^{13}\text{C}$  -9.9‰ with IVORY-20, suggesting a possibility that IVORY-20 is not from an animal grown up with  $\text{C}_3$  plants.