

コラーゲンを含む試料の簡便な調製

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，〒464-01 名古屋市千種区不老町

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

1. はじめに

動物の歯や牙といったコラーゲンを含む試料の¹⁴C年代は，抽出されたコラーゲンをを用いて測定された値が最も信頼のおけるものであるといわれている．しかし一般にコラーゲン抽出には時間がかかり，諸般の事由によりそれを行う時間的猶予がない場合がある．今回，極めて保存状態のよい含コラーゲン試料（象牙）11点についてコラーゲン抽出を行わずに¹⁴C測定を行ったので紹介する．

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．

試料はあらかじめステンレス製の乳鉢で粉碎可能な大きさ（厚さ2mm程度の板状）に切り出しておく．まず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後，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，蒸留水でよく洗って60℃の乾燥器中で一晩乾燥させた．

乾燥した試料をステンレス製乳鉢で粉碎した後，炭素及び窒素含有率をC/Nコーダーにて測定した．炭素約3mgを得るのに必要な試料の量をこの値より見積もった．

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蓚酸(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 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

Sample No.	C content / %	N content / %	C/N ratio	^{14}C content / pM	$\delta^{13}\text{C}$ / ‰
IVORY-1	16.59	5.62	2.95	113.3 ± 1.2	-25.4 ± 0.1
IVORY-2	15.74	5.35	2.94	112.1 ± 1.3	-23.9 ± 0.1
IVORY-3	16.74	5.68	2.94	113.6 ± 1.3	-24.1 ± 0.1
IVORY-4	15.48	5.22	2.96	125.9 ± 1.5	-25.6 ± 0.1
IVORY-5	16.22	5.53	2.93	116.0 ± 1.4	-25.8 ± 0.1
IVORY-6	15.90	5.40	2.94	136.5 ± 1.4	-23.6 ± 0.1
IVORY-7	16.90	5.76	2.93	117.3 ± 1.3	-24.6 ± 0.1
IVORY-8	16.45	5.63	2.92	121.9 ± 1.3	-24.8 ± 0.1
IVORY-9	15.95	5.43	2.93	116.6 ± 1.2	-24.5 ± 0.1
IVORY-10	15.77	5.35	2.94	116.1 ± 1.2	-25.7 ± 0.1
IVORY-11	15.81	5.53	2.85	145.1 ± 1.3	-22.0 ± 0.1

3. 結果

Table 1に各試料の炭素及び窒素含有率, C/N比, ^{14}C 量(pM)及び $\delta^{13}\text{C}$ を示した.

象牙質には約20%の有機物が含まれており, その大部分はコラーゲンとよばれる繊維状の蛋白質であるが(秋山, 1995), 化石試料ではその割合が少なくなり, 保存状態の良い試料でも数%程度であることが多い(有田ほか, 1990; 沢田ほか, 1992; 中村ほか, 1996). 本件の試料11点はいずれも炭素を試料の15%以上(平均16.1%), 窒素を5%以上(平均5.5%)含んでおり, これらの大部分がコラーゲンに由来するものであると仮定すると, 試料のコラーゲン含量は極めて高いと予想される.

今後は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立証するために, 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

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.

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.

秋山雅彦 (1995) よみがえる分子化石 — 有機地質学への招待. 共立出版, 40pp.

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.

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.

A Simple Preparation of Collagen containing Samples

Akiko IKEDA and Toshio NAKAMURA

Dating and Materials Research Center, Nagoya University.

Chikusa, Nagoya 464-01 JAPAN

Tel: +81-52-789-2578 FAX: +81-52-789-3095

We showed the data of carbon content, nitrogen content, ^{14}C content (pM) and $\delta^{13}\text{C}$ of collagen containing samples (ivory) prepared by a simple preparation method. The bulk samples were directly combusted into CO_2 , instead of collagen extraction. All the samples showed high carbon and nitrogen contents, suggesting high collagen contents.

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