

# British Columbiaから採取された獣骨および人骨のAMS<sup>14</sup>C年代

南 雅代<sup>1)</sup>・Brian Chisholm<sup>2)</sup>・武藤宏男<sup>3)</sup>・中村俊夫<sup>4)</sup>

- 1) 名古屋大学大学院理学研究科地球惑星理学専攻
- 2) Department of Anthropology and Sociology, University of British Columbia, CANADA
- 3) 名古屋大学大学院人間情報学研究科物質・生命情報学専攻
- 4) 名古屋大学年代測定総合研究センター

## 1. はじめに

化石骨自身の放射性炭素 (<sup>14</sup>C) 年代を従来の放射線 (β線) 計数法で測定するのは多量の試料を必要とするうえに時間もかかり、困難であるがために、これまで、同じ地層から出土した木片の<sup>14</sup>C年代を測定し、その年代から化石の年代を推定する方法が多く用いられてきた。しかし近年、少量の炭素量で測定可能な加速器質量分析法が実用化され、1g以下の化石骨で直接その年代を測定することが可能となった。

動物の骨、歯、角には硬タンパク質の一種であるコラーゲンが含まれている。骨を構成する無機分画であるヒドロキシアパタイト等は、酸性土壌中では容易に分解されたり、外部との交換が起きたりするため、化石骨の炭素・窒素同位体比、<sup>14</sup>C年代測定用の試料としては、化学的風化作用に対してより安定であるとされている有機分画のコラーゲンが用いられてきた。しかし、大多数の化石骨は大なり小なりコラーゲン続成作用を受け、また、かなりの量のフミン酸・フルボ酸など、化石が埋まっていた堆積物に由来する有機物によって汚染されている。続成が進んだ化石骨ほど骨タンパク質の化学的特徴が失われているため、骨本来の炭素と外来の有機物とを分離するのが困難になると考えられる。

骨から外来の有機物を取り除く方法としては、90℃の弱酸性の水にフミン酸は不溶であることを利用し、コラーゲンのゼラチン化を行う方法が一般的である (Sinex and Faris, 1959; Longin, 1971)。しかし、ゼラチンコラーゲンの収率が0.7%に満たない、いわゆる保存が悪く、風化が進んだ化石に対しては、実際より若返った<sup>14</sup>C年代値を示すことが報告されており (沢田ほか, 1992; 中村ほか, 1996)、ゼラチンコラーゲン抽出法に対する問題点も指摘されている。最近、骨化石から外来有機物を取り除くもっと効果的な処理方法として、XAD樹脂という吸着ポリマーを用いる方法 (Stafford *et al.*, 1987, 1988) や、陽イオン交換樹脂を用いてコラーゲン特有のアミノ酸を分離する方法 (Stafford *et al.*, 1982, 1987, 1988; Gillespie *et al.*, 1984) が報告されている。

我々は、化石骨を脱灰した後、加水分解してアミノ酸を抽出し、この抽出成分をXAD-2樹脂に通して外来有機物を取り除く方法を試み、今までのゼラチンコラーゲン抽出法と比較して、信頼度の高い $^{14}\text{C}$ 年代、炭素・窒素同位体比を得るのに有効であるかどうかの検討を行ってきた（南・中村, 1997; 1998; 1999; 2000）。その結果、ゼラチンコラーゲンの収率が少ない化石骨試料においては、”脱灰前の骨片の状態でのアルカリ処理+ゼラチン抽出法”によって骨化石から外来炭素を除去するのは不十分であり、正確な $^{14}\text{C}$ 年代を与えていない可能性が示唆された。それに対して、骨試料を脱灰後、加水分解してアミノ酸を抽出し、さらにXAD-2吸着樹脂を用いて外来有機物を取り除く方法は、骨本来の信頼度の高い $^{14}\text{C}$ 年代値を得るのに有効であることがわかった。

人間を含め哺乳類動物の化石に含まれている硬タンパク質のコラーゲンの窒素同位体比は、摂取した食資源の同位体比を反映することが知られており、食性復元、ひいては古環境解析に利用されている。化石の $^{14}\text{C}$ 年代とともに得られる炭素・窒素安定同位体比の情報は、残された過去の記録を読みとる有力な手段と考えられる。

本研究では、British Columbia の中心部から採取された獣骨、North Pender Island, Pender Canal から採取された人骨に対してゼラチン抽出法を試み、 $^{14}\text{C}$ 年代、炭素・窒素安定同位体比の情報を得ることを目的とした。これらの化石骨は比較的保存がよく、また年代も古くないので、ゼラチン抽出法によって正確な $^{14}\text{C}$ 年代、炭素・窒素安定同位体比が得られるものと考えられる。

## 2. 試料

### 2-1. シカの骨

本研究に用いた化石骨試料 #1～#3は、British Columbia の中心部DhRa-02から採取されたシカの骨である (*Odocoileus hemionus*)。DhRa-02は高さ8m、幅30mの岩でできた防護壁で囲まれた地域であり、Similkameen 川へ流れる小さな支流上に位置し（北緯 $49^{\circ} 19' 02''$ 、西経 $120^{\circ} 02' 02''$ ）、海面から1,600m隆起している。4～6cm厚さの火山灰（Mazamaテフラ；6,800 yrBP）を地層に含んでいて、その上と下に文化財が堆積している（図1）。unit Bやunit Cに見られるように、窪み状に最近の堆積物によって乱されている地層が存在する。岩には絵文字が描かれていて、Similkameen 初期国家がこの辺りを領土としていた重要な証拠とされている。unit A からunit Eの5つの採掘地点からは、中世に特徴的な加工品が2ヶ、後期中世に特徴的な加工品が1ヶ見ついている。

試料 #1は層序学的に火山灰の上であり、試料 #2は火山灰が降り積もった後、貫入したpitから得られたものである（図1）。試料 #3は火山灰の下層から採取されたものである。

### 2-2. 人骨

試料 #4～#6は、British Columbia のNorth Pender Island, Pender Canal（およ

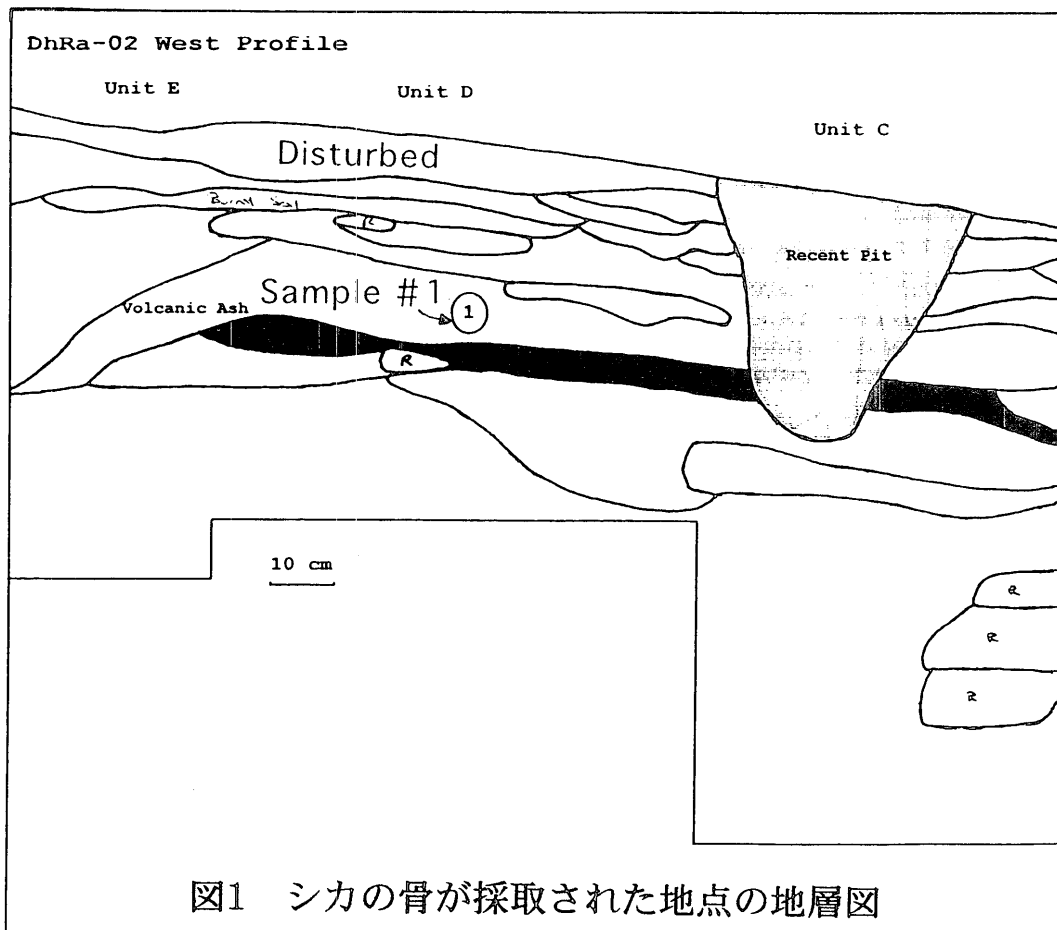
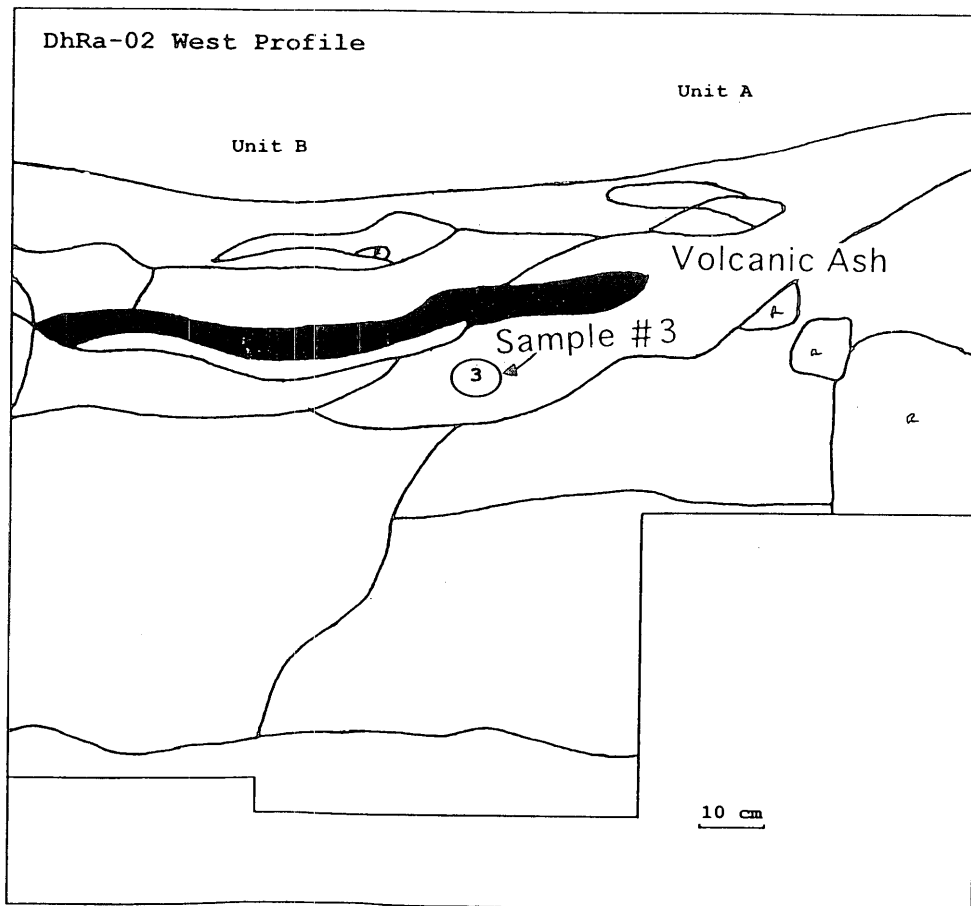


図1 シカの骨が採取された地点の地層図

### DhRa-2 Unit B South Profile

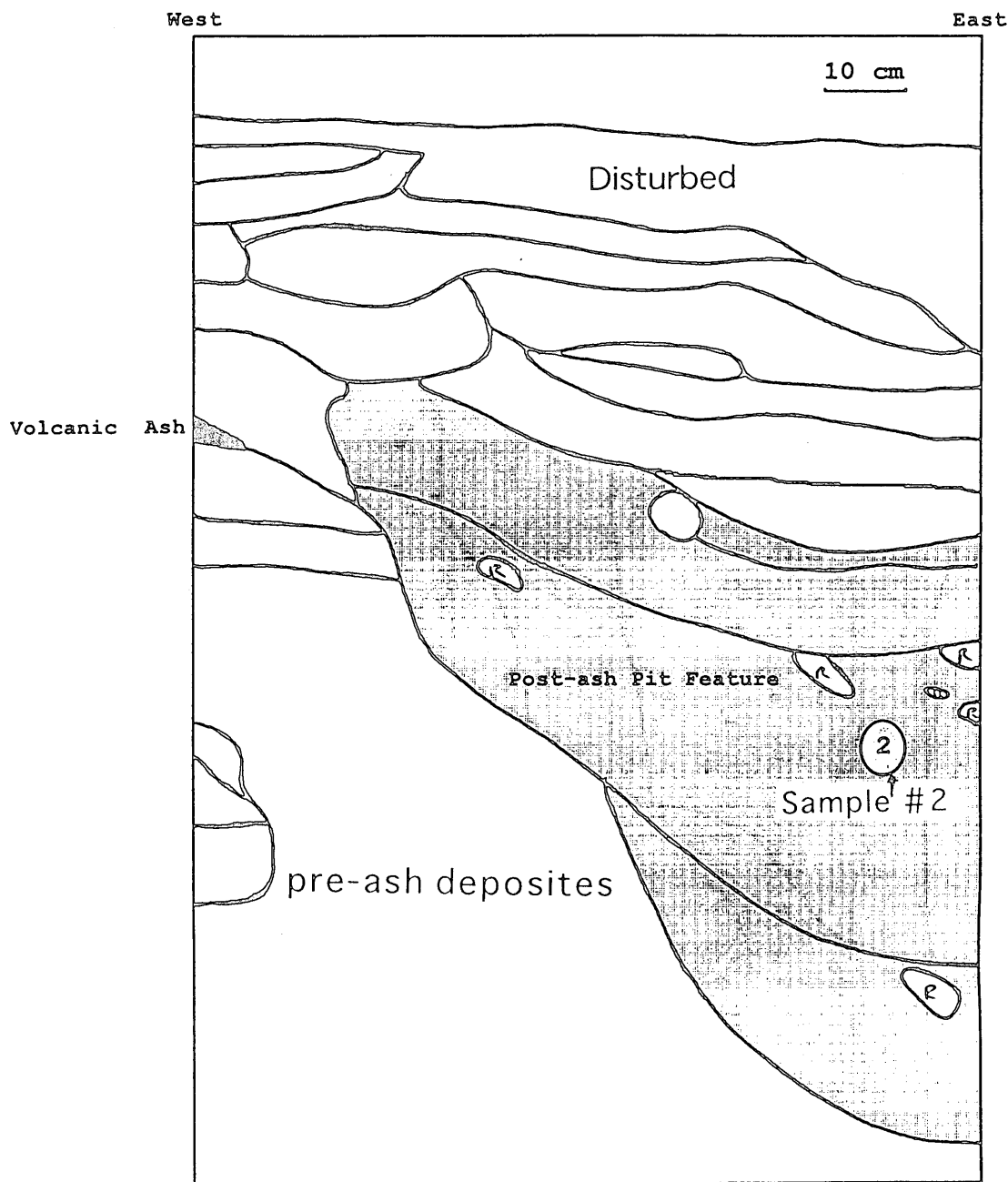


図1 続き

そ北緯48° 46' , 西経123° 15' ) から採取された人骨である。この地域は海面と同じ高さにあり、高潮の時には海面下になる。Coast Salish 人の領土であり、彼らは主にサケ、カレイ、ニシンなどの海産物、シカやアザラシなどを食して生活していたものと考えられる。

### 3. 実験方法

#### 3-1. 試料粉碎

化石骨試料は表面の汚れをカッターで削り取った後、蒸留水中で繰り返し超音波洗浄し、さらに0.2M NaOH中で超音波洗浄を行い、アルカリ水溶液に可溶な不純物を除去する。蒸留水で洗浄の後、試料を凍結乾燥し、ステンレス乳鉢によって粉碎する。

#### 3-2. ゼラチン抽出

約1~2 gの粉末試料を、一端をクリップで封じた長さ15cm位のセルロースチューブに入れ、蒸留水を用いて完全に流し込み、他端をクリップで閉じる。これを0.8M HClを満たしたビーカーに入れ、マグネティックスターラでビーカー内を静かに攪拌させながら4℃で24時間、脱灰操作を行う。脱灰後、ビーカー内の溶液を捨て、蒸留水に換え、セルロース内の塩酸を透析して除去する。セルロースチューブ内には塩酸や水に可溶性コラーゲンと不溶性コラーゲンが存在するため、遠心分離した上澄み液を吸引ろ過して回収し、これを凍結乾燥して可溶性コラーゲンを得る。不溶成分は蒸留水で洗浄した後、約100 mgをフタ付きの試験管に移し、約20mlの蒸留水を加えて、アルミニウムブロックヒーター内で90℃で10時間反応させてゼラチン抽出を行う。試験管の溶液を吸引ろ過して回収し、凍結乾燥してゼラチンコラーゲンを得る。

#### 3-3. 加水分解

試料# 1のみ、アミノ酸成分も抽出した。約1~2gの粉末試料を直接ビーカーに入れ、0.8M HClを約100ml加えて、4℃で24時間、脱灰操作を行う。ビーカー内の溶液を遠沈管に移し、遠心分離して上澄みを捨てる。脱灰成分を蒸留水で洗浄した後、凍結乾燥する。凍結乾燥した脱灰成分約50 mgをフタ付きの試験管に移し、約10mlの蒸留水を加えて、アルミニウムブロックヒーター内で110℃で24時間反応させてゼラチン抽出を行う。試験管内は、窒素ガスで置換しておく。加水分解後、試験管の溶液を吸引ろ過して回収し、あらかじめ6M HClで平衡化しておいたXAD-2樹脂 (20~50 mesh) を詰めたカラムに通し、6M HClでアミノ酸集合体を溶出させる。XAD-2処理されたアミノ酸成分はロータリーエバポレーターで濃縮後、凍結乾燥する。

分析に用いた塩酸はアミノ酸分析用、水は2回蒸留した超純水である。XAD-2樹脂はアセトン、水で繰り返し洗浄した後、3M HCl, 3M NaOHによって上澄みを捨てながら洗浄し、さらにメタノールによるソックスレー抽出を行い、最後に蒸留水で洗浄してきれいにしたものをを用いた。

### 3-4. 試料のガス精製および測定

直径6mmで長さ5cmのバイコール管に線状酸化銅を約1g入れ、さらにコラーゲン試料を入れた後、1cm長さの銀線を数本入れる。直径9mmのバイコール管に線状還元銅を約500mg入れ、その上にコラーゲン試料の入った6mmバイコール管を入れ、石英綿を軽く詰める。真空ラインに接続して排気し、封管した後、マッフル炉内で850℃、4時間加熱する。その後、ゆっくりと冷却して、コラーゲン中の炭素を酸化してCO<sub>2</sub>に、窒素を還元してN<sub>2</sub>にする。真空ラインに接続し、まず、N<sub>2</sub>を回収する。N<sub>2</sub>の分離は線状モレキュラシーブス(13X, 1/16)を用いた。直径6mmのバイコール管にモレキュラシーブスを数粒入れ、真空ラインに接続して、バーナーでバイコール管の下部をあぶってモレキュラシーブスの焼き出しをしておく。ラインに試料ガスを導入し、3箇所液体窒素トラップを段階的にくぐらせて十分にCO<sub>2</sub>やH<sub>2</sub>Oを取り除いた後、N<sub>2</sub>を液体窒素で冷却したモレキュラシーブスにトラップさせて封じ切る(南ほか, 1998)。その後、液体窒素トラップ(-196℃)、ペンタントラップ(-128℃)、エタノール-液体窒素トラップ(約100℃)を冷媒として用いてCO<sub>2</sub>を精製した。このCO<sub>2</sub>を鉄-水素還元法によりグラファイト化し、名古屋大学年代測定総合研究センターに設置されているタンデトロン加速器質量分析計を用いて<sup>14</sup>C年代測定を行った。なお、N<sub>2</sub>および分取した一部のCO<sub>2</sub>は気体用質量分析計(MAT-252)により $\delta^{15}\text{N}$ 値、 $\delta^{13}\text{C}$ 値を測定した。

## 4. 結果と考察

測定結果を表1に示す。

### 4-1. コラーゲン収率, C/N比

#1のゼラチンコラーゲン収率が0.25%とかなり低く、#3も0.76%とさほど高くないが、それ以外の試料、特に#4~#6の人骨試料は6%以上の高い収率を示した。一般に、新鮮な骨から抽出されるコラーゲンは、ゼラチンコラーゲンの方が可溶性コラーゲンに比べて含有率が高く、年代が古く、保存状態が悪いほど、可溶性コラーゲンの割合が増加する傾向にある。本研究においては、#1~#3の獣骨試料は可溶性コラーゲンの方がゼラチンコラーゲンに比べて含有率が高く、一方、#4~#6の人骨試料はゼラチンコラーゲンの含有率が非常に高く、可溶性コラーゲンはほとんど得られなかった。人骨試料は特に保存状態がよかったと考えられる。一般に新鮮な骨から抽出されたゼラチンコラーゲンが示す40~50%の範囲であり、いずれの試料のコラーゲン成分もこの範囲内の炭素含有量を示していることから、得られる炭素・窒素安定同位体比、<sup>14</sup>C年代値は信頼できるものと考えられる。

コラーゲンのようにグリシンの多いタンパク質のC/N比は $3.2 \pm 0.5$ を示すといわれているが(Hare and von Endt, 1990)、本研究で分析した骨コラーゲンもこの範囲の値を示した。ゼラチンコラーゲンのほうが、可溶性コラーゲンよりも0.2~1.0低いC/N比が得られたが、ゼラチンコラーゲンの方が、骨の本質コラーゲンに近いものであり、ゼラチン抽出によって、より本質コラーゲンが抽出されていることがわかる。

#### 4-2. $^{14}\text{C}$ 年代値

#1は層序的に火山灰から採取された骨試料なので、火山灰のテフラ年代（6800 yrBP）より若いと予想されたが、 $1180 \pm 60$  yrBPという非常に若い年代が得られた。この試料については、加水分解をし、XAD-2樹脂処理を行なって得られたアミノ酸成分についても測定を行なったが、 $1260 \pm 50$  yrBPとなり、ゼラチンコラーゲン成分とほぼ一致した年代が得られた。#2は、火山灰が降り積もった後、貫入した”Post-ash Pit Feature”から採取されたもので、 $3010 \pm 220$  yrBPという若い年代が得られた。#3は火山灰の下層から採取されたため、火山灰の年代より古い年代を示すと予想されたが、実際は $3820 \pm 180$  yrBPと、これもかなり若い年代が得られた。したがって、火山灰が堆積する前の層からではなく、若い層から採取されたものと考えられる。Mount St. Helen's 層と呼ばれる若い層がこの火山灰層の近くに存在しており、今回分析した#3はこれらの若い層から採取された可能性が考えられる。

#4～#6の人骨は、 $3120 \sim 3550$  yrBP の $^{14}\text{C}$ 年代を示した。

#### 4-3. 炭素・窒素安定同位体比

動物の化石骨から抽出されるコラーゲンの炭素および窒素安定同位体比の値は、その動物が生存中に摂取した食資源の同位体比を反映するとされており、食性復元的手段として用いられている（van der Merwe and Vogel, 1978; DeNiro and Epstein, 1981; 南川, 1993）。コラーゲタンパクは、その動物体より炭素同位体比が約+3.5%ずれ、また、動物体は食物より約+1%ずれるので、摂取したタンパク質よりも約4.5%高い値を示す。従って、C3植物（ $\delta^{13}\text{C} = -25 \sim -30\%$ ）を食する陸上の草食動物のコラーゲタンパクが示す $\delta^{13}\text{C}$ 値は $-20\% \sim -27\%$ とされている（DeNiro and Epstein, 1981; Schoeninger and DeNiro, 1984; Sealy *et al.*, 1987; 南川, 1993）。一方、窒素同位体比においても約4～5%高くなるという一定の同位体分別を示すという報告もあるが、乾燥した環境におかれると $\delta^{15}\text{N}$ 値が高くなるという報告もある（Heaton *et al.*, 1986）。一般に、陸上の草食動物の骨コラーゲンが示す $\delta^{15}\text{N}$ 値は $-3\% \sim +8\%$ 、一方、海獣類の骨コラーゲンの $\delta^{13}\text{C}$ 値は $-15\% \sim -20\%$ 、 $\delta^{15}\text{N}$ 値は $+15\% \sim +20\%$ 、魚貝類の骨コラーゲンの $\delta^{13}\text{C}$ 値は $-12\% \sim -20\%$ 、 $\delta^{15}\text{N}$ 値は $+5\% \sim +15\%$ とされている（Minagawa and Akazawa, 1992）。#1～#3はシカの骨であり、骨コラーゲンの $\delta^{13}\text{C}$ 値は $-21 \sim -22\%$ と、C3植物を食する陸上の草食動物の骨コラーゲンの値を示し、C3植物に強く依存した食性を示している。#1の $\delta^{15}\text{N}$ 値が+8%と、#2、#3に比べて高い値を示しているが、Heaton *et al.* (1986) が報告しているように、#1が生存していた1200 yrBPは、#2、#3が生存していた3000 yrBP以前よりも、この地域が乾燥していたなど、環境が異なっていた可能性が考えられる。

#4～#6の人骨試料の $\delta^{13}\text{C}$ 値は $-13\%$ 、 $\delta^{15}\text{N}$ 値は+18%といずれも非常に高い値を示した。彼らは主に海産物、海獣類を食して生活していたと考えられ、上の海獣類、魚貝類の食資源の $\delta^{13}\text{C}$ 値、 $\delta^{15}\text{N}$ 値から計算される炭素・窒素同位体比と調和的である。

表1 British Columbiaから採取された獣骨および人骨のC/N比,  $\delta^{13}\text{C}$ 値,  
 $\delta^{15}\text{N}$ 値および $^{14}\text{C}$ 年代値

		コラーゲン 収率(%)	コラーゲン中 のC収率(%)	C/N比	$\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}$ (‰)	$\delta^{15}\text{N}_{\text{AIR}}$ (‰)	$^{14}\text{C}$ 年代 (yr BP)
#1	GC <sup>1)</sup>	0.25	41.4	—	-21.7	8.1	1180 ± 60 <sup>4)</sup>
	SC <sup>2)</sup>	0.47	42.8	—	-22.0	—	—
	XAD <sup>3)</sup>	0.55	?	3.1	—	7.8	1260 ± 50
#2	GC	2.45	40.6	3.1	-20.7	4.9	3010 ± 220
	SC	2.04	—	3.3	—	—	—
#3	GC	0.76	43.4	3.2	-20.7	4.6	3820 ± 180
	SC	1.55	—	3.6	—	—	—
#4	GC	5.96	44.3	2.8	-12.6	—	3490 ± 190
	SC	0.16	—	3.8	—	—	—
#5	GC	9.45	44.8	2.9	-12.6	—	3120 ± 80
	SC	0.25	—	3.5	—	—	—
#6	GC	8.74	?	2.9	-13.1	18.4	3550 ± 30
	SC	0.25	—	3.6	—	—	—

1) GC:ゼラチン抽出法によって得られたゼラチンコラーゲン成分

2) SC:可溶性コラーゲン成分

3) XAD: XAD-2樹脂処理されたコラーゲン加水分解成分

この成分の $^{14}\text{C}$ 年代のみ2号機で測定されたもので、後は全て1号機による測定結果である。年代が若いので、1号機と2号機による差は無視できると考えられる。

4)  $^{14}\text{C}$ 年代の誤差は1 $\sigma$

5) データ欄の"—"は未測定, "?"測定ミス of データ

## 5. まとめ

British Columbia の中心部から採取されたシカの骨, North Pender Island, Pender Canal から採取された人骨に対してゼラチン抽出法を試み,  $^{14}\text{C}$ 年代, 炭素・窒素安定同位体比を測定した。#1のシカの骨を除いて, 骨から抽出されたゼラチンコラーゲンの収率は, 0.7%より高く, 特に#4~#6の人骨試料は収率が6%以上と, 保存状態がよかったと考えられる。#1に対して抽出したアミノ酸成分もゼラチンコラーゲン成分をほぼ同じ $^{14}\text{C}$ 年代値を示した点, そしていずれの骨試料も比較的保存がよく, また年代も古くない点から, 全ての骨試料に対し, ゼラチン抽出法によって正確な $^{14}\text{C}$ 年代, 炭素・窒素安定同位体比が得られたと考えられる。



#4～#6の人骨試料の $\delta^{13}\text{C}$ 値は $-13\%$ 、 $\delta^{15}\text{N}$ 値は $+18\%$ といずれも非常に高い値を示した。彼らは主に海産物、海獣類を食して生活していたと考えられ、上の海獣類、魚貝類の食資源の $\delta^{13}\text{C}$ 値、 $\delta^{15}\text{N}$ 値から計算される炭素・窒素同位体比と調和的である。#4と#5の人骨試料のゼラチンコラーゲン成分の $\delta^{15}\text{N}$ 値は未測定であり、今後、これらの $\delta^{15}\text{N}$ 値、そしてさらに、全ての試料の可溶性コラーゲン成分の $\delta^{13}\text{C}$ 値、 $\delta^{15}\text{N}$ 値、 $^{14}\text{C}$ 年代測定も行なって考察を深めていく予定である。

## 引用文献

- DeNiro, M. J. and Epstein, S. (1981) Influence of diet on the distribution of nitrogen isotopes in animals. *Geochim. Cosmochim. Acta*, 45, 341-351.
- Gillespie, R., Hedges, R. E. M. and Wand, J. O. (1984) Radiocarbon dating of bone by accelerator mass spectrometry. *J. Archaeol. Sci.*, 11, 165-170.
- Hare, P. E. and von Endt, D. (1990) Variable preservation of the organic matter in fossil bone. Annual Report of Director of the Geophysical Laboratory, Carnegie Institute, Washington, 1989-1990, Geophysical Laboratory, Washington D.C., 115-118.
- Heaton, T. H. E., Vogel, J. C., von la Chevallierie, G. and Collet, G. (1986) Climatic influence on the isotopic composition of bone nitrogen. *Nature*, 322, 822-823.
- Longin, R. (1971) New method of collagen extraction for radiocarbon dating. *Nature*, 230, 241-242.
- 南 雅代・中村俊夫 (1997) 骨化石試料に対する信頼度の高い $^{14}\text{C}$ 年代、炭素同位体比測定の試み。名古屋大学加速器質量分析計業績報告, VIII, 235-242.
- 南 雅代・中村俊夫 (1998) 化石骨のアミノ酸抽出とその $^{14}\text{C}$ 年代。名古屋大学加速器質量分析計業績報告, IX, 46-54.
- 南 雅代・青木浩・中村俊夫 (1998) 名古屋大学年代測定資料研究センター。MAT-252における窒素安定同位体比測定について。名古屋大学加速器質量分析計業績報告, IX, 316-322.
- 南 雅代・中村俊夫 (1999) ナウマンゾウ臼歯化石のAMS $^{14}\text{C}$ 年代-XAD-2樹脂を用いて。名古屋大学加速器質量分析計業績報告, X, 139-148.
- 南 雅代・中村俊夫 (2000) XAD-2樹脂処理法による化石骨のAMS $^{14}\text{C}$ 年代-ゼラチン抽出法との比較-。第四紀研究, 39, 547-557
- 南川雅男 (1993) アイソトープ食性解析法。日本第四紀学会編「第四紀試料分析法 2 研究対象別分析法」: 404-414.
- Minagawa, M. and Akazawa, T. (1992) Dietary patterns of Japanese Jomon hunter-fisher-gatherers: stable nitrogen and carbon isotope analyses of human bone. C. M. Aikens and S. N. Rhee (eds.) *Pacific northeast Asian prehistory: research into the emergence of hunter-fisher-gatherers, farmers, and socio-political elites*, 59-68, University Washington Press

- 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.
- 沢田 健・有田陽子・中村俊夫・秋山雅彦・亀井節夫・中井信之 (1992) 加速器質量分析計を用いた $^{14}\text{C}$ 年代測定による野尻湖層の編年. *地球科学*, 46, 133-142.
- Schoeninger, M. J. and DeNiro, M. J. (1984) Nitrogen and carbon isotopic composition of bone collagen from marine and terrestrial animals. *Geochim. Cosmochim. Acta*, 48, 625-639.
- Sealy, J. C., van der Merwe, N. J., Lee-Thorp, J. A. and Lanham, J. L. (1987) Nitrogen isotopic ecology in South Africa: Implications for environmental and dietary tracing. *Geochim. Cosmochim. Acta*, 51, 2707-2717.
- Sinex, F. M. and Faris, B. (1959) Isolation of gelatin from ancient bones. *Science*, 129, 969.
- Stafford, T. W. JR., Duhamel, R. C., Haynes, C. V. JR. and Brendel, K. (1982) Isolation of proline and hydroxyproline from fossil bone. *Life Sci.*, 31, 931-938.
- Stafford, T. W. JR., Jull, A. J. T., Brendel, K., Duhamel, R. C. and Donahue, D. (1987) Study of bone radiocarbon dating accuracy at the University of Arizona NSF accelerator facility for radioisotope analysis. *Radiocarbon*, 29, 24-44.
- Stafford, T. W. JR., Brendel, K. and Duhamel, R. C. (1988) Radiocarbon,  $^{13}\text{C}$  and  $^{15}\text{N}$  analysis of fossil bone: Removal of humates with XAD-2 resin. *Geochim. Cosmochim. Acta*, 52, 2257-2267.
- van der Merwe, N. J. and Vogel, J. C. (1978)  $^{13}\text{C}$  content of human collagen as a measure of prehistoric diet in Woodland North America. *Nature*, 276, 815-816.

AMS  $^{14}\text{C}$  ages of deer and human bones collected from British ColumbiaMasayo Minami<sup>1)</sup>, Brian Chisholm<sup>2)</sup>, Hiroo Muto<sup>3)</sup>, Toshio Nakamura<sup>4)</sup>

- 1) Department of Earth and Planetary Sciences, Graduate School of Science,  
Nagoya University, Chikusa, Nagoya 464-8602 JAPAN
- 2) Department of Anthropology and Sociology, University of British Columbia,  
6303 N. W. Marine Drive, Vancouver, B. C., V6T 1Z1, CANADA
- 3) Graduate School of Human Informatics, Nagoya University, Chikusa, Nagoya  
464-8601 JAPAN
- 4) Center for Chronological Research, Nagoya University, Chikusa, Nagoya  
464-8602 JAPAN

We measured  $^{14}\text{C}$  ages, carbon and nitrogen stable isotopic ratios of gelatin-collagens extracted from deer and human bones at British Columbia, Canada. The deer bone samples, samples #1 ~ #3, come from a site in the interior of British Columbia, designated as DhRa-02 site. The human bone samples, samples #4 ~ #6, are from the Pender Canal site, on North Pender Island, British Columbia.

In general, reliable  $^{14}\text{C}$  ages, carbon and nitrogen stable isotopic ratios can be obtained for collagens extracted from fossil bones, provided that the collagens have been preserved well from weathering in nature. Experimental yields of gelatin-collagens were higher than 0.7%, except for sample #1 with 0.25%. For sample #1, we tried to extract amino acid fractions by hydrolyzation and XAD-2 treatment and to measure its  $^{14}\text{C}$  age. The age is the same as that of gelatin-collagen, about 1200 yrBP. Samples #1 and #2 are situated stratigraphically above a volcanic ash, identified as Mazama tephra ca 6800 yrBP, and have post-ash dates, 1260 and 3010 yrBP, respectively. Sample #3 shows 3820 yrBP, younger than the age of Mazama tephra, though #3 comes from a pre-ash layer. Samples #4 ~ #6 have relatively high gelatin yields of 6 ~ 9%, and show the  $^{14}\text{C}$  ages of 3120 ~ 3550 yrBP. The  $\text{CO}_2$  yields from the gelatin-collagens of samples #1 ~ #6 are over 41%, consistent with the value of 40 ~ 50% for gelatin-collagen extracted from fresh bones. Thus, the  $^{14}\text{C}$  ages, carbon and nitrogen stable isotopic ratios obtained for the gelatin-collagens seem to be reliable.

The deer bone samples #1 ~ #3 demonstrate  $\delta^{13}\text{C}$  value of  $\sim -21\text{‰}$  and  $\delta^{15}\text{N}$  value of  $+5\text{‰}$  ~  $+8\text{‰}$ , which are the values of C3 millets. On the other hand, the human bone samples #4 ~ #6 show relatively high  $\delta^{13}\text{C}$  value of  $-13\text{‰}$  and  $\delta^{15}\text{N}$  value of  $+18\text{‰}$ . It is thought that they ate marine products such as fishes and shellfishes, with  $\delta^{13}\text{C}$  value of  $-15\text{‰}$  ~  $-20\text{‰}$  and  $\delta^{15}\text{N}$  value of  $+15\text{‰}$  ~  $+20\text{‰}$ , when they were alive. The high  $\delta^{13}\text{C}$  and  $\delta^{15}\text{N}$  values for the human bones are caused by the food resources.