

骨胶原 C、N 稳定同位素分析实验手册

南开大学文博考古实验教学中心

科技考古实验室

骨骼胶原蛋白的 C、N 稳定同位素分析需以下步骤，即骨胶原提取、测试，以及数据结果的处理。其中骨胶原提取属于样品前处理，可以在南开大学文博考古实验教学中心科技实验室完成，而测试分析由于涉及同位素质谱仪和元素分析仪等价格昂贵仪器，暂无能力购买，但是目前可以将样品制备好之后送往诸如本校的测试分析中心或中国农业科学院等单位进行测试。获得测试数据后，研究人员对数据进行分析，并撰写文章等。具体分析和测试实验流程如下：

1、骨胶原的提取

骨胶原的提取依据 M.P. Richards 和 R.E. Hedges 文中骨胶原的提取法进行。

(1) 切割机切下 2-3g 骨骼样品，登记并在标签袋上记录出土编号，每个样品都要有一个唯一的实验编号，并与其考古发掘现场出土的遗迹单位统一 (Lab 130)；

(2) 手术刀或牙钻去除骨样表面污染 (Lab 130)；

(3) 电子天平称取 300-500mg 骨样，记录数据 (Lab 137)；

(4) 烧杯中 0.5MHCl 溶液浸泡骨样，于冰箱 5℃ 下放置，每隔 2-3 天换新鲜酸液，直至骨样松软、无明显气泡为止 (Lab 346)；

(5) 离心机中用去离子水反复洗至中性 (Lab 346);

(6) 溶液转置试管中, 在 0.001 M HCl 溶液下放置于恒温干燥箱 70°C 明胶化 48 小时, 中间注意查看是否由于过度蒸发导致溶液流失严重 (Lab 346);

(7) 过滤装置热滤溶液, 经 Millipore Amicon Ultra-4 超滤后收集分子量 >30K 的溶液 (Lab 346);

(8) 冷冻干燥机中将样品冷冻干燥 24 小时, 收集明胶化的骨胶原 (Lab 346), 电子天平称重后密封以待测试分析 (Lab137)。

2、测试分析

所有样品均称取约 0.5mg 骨胶原于元素分析仪联用的稳定同位素质谱仪 (如 Thermo Finnigan Delta XP with Flash EA 2112 等) 上测试 C、N 含量及同位素比值。C 同位素的分析结果以相对 V-PDB 的 $\delta^{13}\text{C}$ 表示, 而 N 同位素的分析结果以相对 N_2 (气态) 的 $\delta^{15}\text{N}$ 表示。

3、数据的统计分析和解释

应用 SPSS 软件进行数据的统计分析, 以及 Origin, Photoshop 和 CorelDRAW 等软件进行绘图分析等。