



Universiteit  
Leiden  
The Netherlands

## Refining techniques for radiocarbon dating small archaeological bone samples

Fewlass, H.K.

### Citation

Fewlass, H. K. (2020, March 24). *Refining techniques for radiocarbon dating small archaeological bone samples*. Retrieved from <https://hdl.handle.net/1887/137931>

Version: Publisher's Version

License: [Licence agreement concerning inclusion of doctoral thesis in the Institutional Repository of the University of Leiden](#)

Downloaded from: <https://hdl.handle.net/1887/137931>

**Note:** To cite this publication please use the final published version (if applicable).

Cover Page



Universiteit Leiden



The handle <http://hdl.handle.net/1887/137931> holds various files of this Leiden University dissertation.

**Author:** Fewlass, H.K.

**Title:** Refining techniques for radiocarbon dating small archaeological bone samples

**Issue date:** 2020-03-24

---

# Samenvatting

Directe koolstofdateringen van menselijke resten zijn crucial voor een correcte interpretatie van de prehistorie. Echter, gezien de schaarste aan prehistorische menselijke resten wordt directe datering voor veel belangrijke fossielen vaak als te destructief beschouwd. De vermindering van de monstergrootte die nodig is voor het dateren van bot is daarom van groot belang voor archeologen, maar de versturende factoren van moleculaire preservatie en contaminatie vormen grote uitdagingen voor de koolstofdateringsgemeenschap.

Dit proefschrift onderzoekt de vermindering van de monstergrootte in de voorbehandelings- en koolstofmetingstadia voor het koolstofdateren van paleolithisch bot. Methodologische tests werden uitgevoerd op een selectie archeologische botten die de reikwijdte van de koolstofdateringsmethode omvatten op verschillende niveaus van preservatie. Ons standaardprotocol voor ~500 mg bot werd verfijnd tot <100 mg bot. Collageen geëxtraheerd van vaste botfragmenten (in plaats van verpoederd bot) en een gereduceerde lengte van het gelatinisatie-stadium verbeterden collageenopbrengsten voor kleine monsters. De kwaliteit van het geëxtraheerde collageen werd geevalueerd aan de hand van de collageenopbrengst, elementaire en stabiele isotopenwaardes en de verkregen koolstafdateringen.

Na de extractie kan collageen van geschikte kwaliteit gedateerd worden door middel van accelerator massaspectrometrie (AMS) op twee manieren. Als er genoeg materiaal is wordt collageen (~één-derde koolstof) verbrandt tot CO<sub>2</sub>, omgezet in grafiet en gemeten in een AMS als vast doelwit, dat normaal gesproken 0.5-1 mg koolstof bevat. De gasionenbron van de **Mini Carbon Dating System (MICADAS) AMS**, ontwikkeld bij ETH ZURICH, maakt het mogelijk <sup>14</sup>C uit CO<sub>2</sub> rechtstreeks te meten, voor minder dan 100 µg koolstof, maar de lagere ionenstromen die worden bereikt met de directe meting van kleine CO<sub>2</sub>-monsters resulteren in lagere nauwkeurigheidsniveaus in vergelijking met grotere, vaste doelwitten. Het instrument is gebruikt in milieutoepassingen maar niet voor archeologische monsters die een hoge nauwkeurigheid en precisie vereisen. Dit proefschrift documenteert uitgebreide testen van de nauwkeurigheid en precisie van de recent verbeterde gasionenbron van de AixMICADAS voor het dateren van kleine archeologische collageenmonsters. De resultaten tonen aan dat de gasionenbron nauwkeurige en reproduceerbare resultaten oplevert en een nauwkeurigheidsniveau bereikt, dat bruikbaar is voor het beantwoorden van archeologische vragen. Dit geeft aan dat de techniek geschikt is voor het dateren van paleolithisch collageen waarbij de hoeveelheid beschikbaar materiaal voor datering beperkt is.

De menselijke resten van Dolní Věstonice II en Pavlov I, Tjechie, zijn enkele van de meest intensief bestudeerde skeletresten van het Europese laat-paleolithicum en hebben fascinerende inzichten opgeleverd in de biologie en het gedrag van Gravettien-mensen. Sinds hun opgraving in de 20<sup>ste</sup> eeuw zijn de menselijke resten alleen indirect gedateerd op basis van geassocieerde houtskool. Na oud-DNA onderzoek aan de menselijke skelteresten in 2013 waren alleen zeer kleine hoeveelheden botmateriaal over van zeven botten afkomstig uit zowel graf- als geïsoleerde contexten. Zeer kleine botmonsters (32-203 mg) werden voorbehandeld, en de eerste resultaten gaven aan dat ze exceptioneel goed bewaard waren. Het hoge preservatieniveau stond datering toe van het geëxtraheerde collageen met zowel grafietdoelwitten als de gasionenbron, wat het verder vergelijken van beide methoden mogelijk maakte. De resultaten gaven aan dat de twee methoden statistisch gezien niet te onderscheiden zijn. Het onderzoek bevestigt dat de menselijke resten stammen uit het Gravettien en levert een hoge-resolutie chronologie op van deze belangrijke menselijke skeletresten.

De Bacho Kiro grot in Bulgarije omvat een omvangrijk Initial Upper Palaeolithic (IUP) assemblage, dat normaal gesproken toegewezen wordt aan de eerste verschijning van laat-paleolitische *Homo sapiens* in Europa. Recente opgravingen op de vindplaats hadden als doel nieuw onderzoeksmateriaal te verkrijgen en de opzet van een robuuste chronologie. Dit proefschrift bevat de resultaten van een koolstafdateringsonderzoek en Bayesian model van de gehele midden- tot laat-paleolithische stratigrafie, met een focus op de IUP lagen. De grote dataset omvat voornamelijk menselijk bewerkte faunaresten met uitzonderlijke preservatieniveaus. De hoge-precisie AMS chronologie gaat van >51,000 BP in de midden-paleolitische lagen onderin de stratigrafie tot ~35,000 BP bovenin de stratigrafie. Tijdens het identificeren van de onidentificeerbare botten door middel van collageen peptide fingerprinting (ZooMS) werden zes kleine menselijke botfragmenten ontdekt in de IUP (n = 4) and laat-paleolithische (n = 2) lagen. Kleine monsters (80-110 mg) van de menselijke botresten werden voorbehandeld voor koolstofdatering. Het hoge preservatieniveau van het collageen stond de datering toe van alle menselijke resten door middel van grafietdoelwitten. De twee menselijke botten van de jongste laag werden ook gedateerd door middel van de gasionenbron van de AixMICADAS om de resultaten te verifiëren. De koolstofdateringen bevestigen de associatie van de vier menselijke resten met het IUP assemblage. Het onderzoek levert een robuuste, hoge-precisie chronologie gebaseerd op menselijke en dierlijke skeletresten voor één van de meest cruciale vindplaatsen met betrekking tot eerste verschijning van *Homo sapiens* in Europa.

Dit proefschrift is gericht op de verkleining van de monstergrootte voor het koolstofdateren van paleolithisch botmateriaal. Het onderzoek draagt 13 menselijke individuen bij aan het kleine aantal direct gedateerde menselijke skeletresten van het laat-paleolithicum in Europa. Het verkleinen van de monstergrootte zou het mogelijk moeten maken een groter aantal unieke menselijke

resten en artefacten direct te dateren door middel van koolstofdatering. Dit maakt het mogelijk om een steeds meer verfijnde chronologie op te stellen van het laat-paleolithicum in Europa.