

# 石制品植物残留物分析的实验室方法

## ——以水洞沟石制品处理为例

关 莹<sup>1,2</sup>, Deborah M. Pearsall<sup>3</sup>, 高 星<sup>1</sup>, 周振宇<sup>1,2</sup>

(1. 中国科学院古脊椎动物与古人类研究所,人类演化实验室,北京 100044;

2. 中国科学院研究生院,北京 100039 3. University of Missouri-Columbia, MO 65201, US)

摘要: 残留物分析是西方上世纪七十年代发展起来的考古标本功能分析技术,现今已经在我国得到了初步发展和应用,但由于考古标本年代、埋藏环境、器类等方面的差异,针对不同标本的残留物分析手段也不尽相同,旧石器时代考古标本因其年代和性质上的特殊性成为了残留物分析的难点。西方目前已有许多通过各种试验方法进行的旧石器石制品残留物分析实例,而我国至今对旧石器时代石制品的此方面研究还没有先例。本文以水洞沟遗址石制品植物残留物处理为例,简要介绍旧石器时代石制品的植物残留物实验室处理流程、观测方法及注意事项。

关键词: 旧石器; 残留物; 实验室方法; 植物微体

中图法分类号: K871.11

文献标识码: A

文章编号: 1000-3193 (2010) 04-395-10

## 1 引言

残留物分析是西方上世纪七十年代发展起来的考古标本功能分析技术,研究者从考古标本表面提取残留物样品,利用科学的检测手段进行定性定量分析以判断残留物属性,从而了解古代动植物的加工、利用和相关载体的功能等<sup>[1][2]</sup>。这种革命性的方法,极大地推进了我们对遥远过去的认知,使我们从考古标本中获得了前所未有的信息。目前该技术在我国已经得到了初步的发展,许多研究者已经针对不同时期考古标本植硅体、淀粉粒<sup>[3-8]</sup>以及其他残留物<sup>[9-10]</sup>进行了系统分析和研究,并取得了良好的结果,奠定了植物残留物分析技术在我国发展的基础。

不同类型的残留物在土壤中保存的状况千差万别,考古标本不同的埋藏环境和出土状况也对其存在很大影响,因此不同时期不同类型的考古标本分析手段也不尽相同。另外,如何从一件考古器物表面提取尽可能丰富的信息、最大程度复原器物的使用历史也是分析的关键。旧石器时代石制品因此成为了残留物分析中的难点。第一,旧石器时代石制品类型与功能无法确定,许多石制品为一器多用,与民族学材料反映的石器功能相去甚远;第二,古

收稿日期: 2010-05-04; 定稿日期: 2010-08-24

基金项目: 国家重点基础研究发展规划项目(2006CB806400); 科技基础性工作专项(2007FY110200); 国家基础科学人才培养基金(J0630965)

作者简介: 关莹(1982-),女,吉林省四平市人,中国科学院古脊椎动物与古人类研究所博士研究生,主要从事旧石器考古学研究。E-mail: guanying@ivpp.ac.cn。

人类营生方式不可知,只能通过遗址发现的其他材料,如哺乳动物骨骼、碳粒等进行推测,已经腐烂分解的其他有机材料我们无从可知,这为史前可利用资源的判断平添了许多困难;第三,由于年代久远,残留物通常保存状况不佳,这对实验室提取、分析技术提出了更高的要求。

西方目前已有许多旧石器石制品的残留物分析实例,其中使用的实验室方法不尽相同。总体来看,从观察方式上,大致分为体式显微观测和制片观测两类;在样品处理方法上,不同研究者根据实际情况选择是否进行氧化清洗和重液浮选。Loy 进行的旧石器时代淀粉粒残留物分析是较为有代表性的一个早期研究案例<sup>[11]</sup>。他采用了体式显微镜直接观测和样片观测相结合的方法,发现了距今 28000 年的淀粉粒残留。在从石制品表面提取残留物样品、制片的过程中,Loy 并没有进行分层次采样和去除有机质的氧化处理。这种方法能够确认石制品表面残留物的位置,并且最大程度地保护了相对脆弱的淀粉粒,但是也增加了误判的风险,即无法确凿地排除来自地层堆积中的污染。Kealhofer 等<sup>[12]</sup>进行了针对植硅体的石制品残留物分析,尽管所用标本年代为全新世,但均为打制石片和石叶。样品被分为文化层土壤、附着土壤和超声波清三个层次,土壤样品参照了 Piperno<sup>[13]</sup>发表的植硅体提取方法,而超声波清洗样品则因不含大量黏土颗粒而被简化。在对阿舍利手斧的残留物分析中,Dominguez-Rodrigo 等采用了在手斧不同位置采样的方法,样品分为包裹石制品的土壤和紧贴石制品表面的土壤两个层次,然后经过六偏磷酸钠清洗、过筛、离心浓缩处理,最后制片观测<sup>[14]</sup>,最终发现了木质材料的植硅体。Hardy 等<sup>[15-16]</sup>使用体式显微镜对石制品进行了直接观测,并结合了微痕分析,以印证残留物来源。Mercader 等<sup>[17]</sup>在对非洲中石器时代的石制品残留物分析中,将样品分为水洗和超声波清洗两个层次,然后按照 Zarrillo 等<sup>[18]</sup>和 Mercader 等<sup>[19]</sup>发表的方法对样品进行了处理,即将样品离心浓缩,然后制片观测,没有进行氧化处理。其他研究实例不再一一列举。目前,我国对旧石器时代石制品的此方面研究还没有先例,本项研究选取水洞沟旧石器时代晚期遗址出土石制品,以提取植物性残留物为目的,在美国密苏里大学古人类植物学实验室进行了实验室处理。本文拟简要介绍处理流程、观测方法及其中的一些注意事项。

## 2 样品处理方法

### 2.1 石制品的选择

对石制品进行残留物分析的先决条件是避免发掘和采集过程中可能造成的污染,确保实验结果的真实可靠性,这就要求在考古发掘过程中使用非植物性工具,即金属铲、钉等,避免使用竹签、含粉末的橡胶手套等会产生植硅体、淀粉粒或其他植物微粒的用具;发掘现场禁止带入任何食品、饮料;出土石制品不经过清洗,在附着一定量土壤的情况下直接封装。这样可以最大程度地避免标本出土后受到的污染。

水洞沟遗址(SDG)是中国北方典型的旧石器时代晚期遗址,大量的年代数据表明遗址堆积年代集中于距今 3.5—2 万年<sup>[20-24]</sup>。大量石制品在文化层中与烧骨、火塘等共存,是理想的研究材料。2 号地点 1 号发掘坑(SDG2T1)在 2007 年的系统发掘中遵从了前述方法,严格控制了外来污染,建立了实验分析的基础条件。在 4915 件出土物中,石制品占绝大多数。由于残留物分析需要消耗大量时间,很难完成全部标本的处理,因此选择部分适当标本

进行检测是至关重要的一个环节。针对水洞沟出土石制品的选择,本次检测遵从了以下原则:第一,石制品形态。工具(刮削器、端刮器、尖状器、砍砸器等)和有锐利边缘的石片是最有可能被使用过的标本,因此这类石制品率先被挑选出来;第二,肉眼可见微痕。有些石制品存在着明显的肉眼可见使用痕迹,这些标本很可能被用于加工植物材料,因此也被选择为检测对象;第三,部分圆钝石制品有可能具有研磨植物的功能,也被选择为检测对象;第四,随机选择。选择此类标本的目的是对比和参照;第五,从1至3文化层均选择了一定数量的标本,以进行文化层之间的纵向比较。按照以上原则,共103件标本被选择为检测对象,分为6个批次进行了实验室处理。

## 2.2 实验室流程

水洞沟遗址埋藏于黄土堆积中,土壤呈中性或偏碱性,石制品出土的文化层均为原地埋藏,未经过流水的冲蚀,水洞沟地区常年干旱少雨,这些条件都有利于残留物的保存。但是,由于标本埋藏年代久远,在处理过程中仍需要十分谨慎,以尽量减少对残留物的破坏。根据此前的研究实例,我们认为打制石制品表面可能存在植物淀粉粒、植硅体等物质,因此选择了 Perry<sup>[25-26]</sup>、Chandler-Ezell<sup>[27]</sup>、Pearsall<sup>[28]</sup> 和 Horrocks<sup>[29]</sup> 发表的实验室方法,针对实际情况做了少许改动(图1)。

### 2.2.1 系统编号

植物残留物中最主要的两个类型是淀粉粒和植硅体,淀粉粒极易受到破坏,要首先提取,形成淀粉粒样品;对剩余物继续处理,最后提取出植硅体样品。

而每件石制品都具有三个层次的提取样品——附着土壤样品、湿洗样品及超声波清洗样品,因此要提前对将产生的所有样品进行系统编号和记录(表1)。

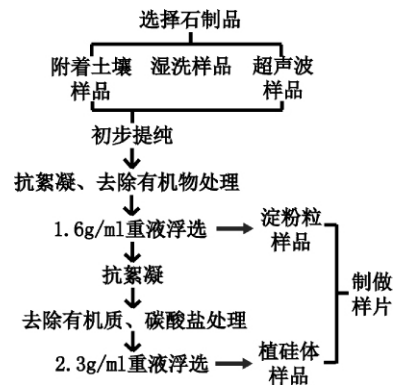


图1 石制品植物残留物实验室处理流程

Fig. 1 The lab protocol of artifact plant residue analysis

表1 样品系统编号

Tab. 1 Series Number of Samples

记录人:关莹

日期:9/16/2009

石制品地点:SDG2T1

植硅体样品 序号*	淀粉粒样品 序号*	石制品编号	石制品类型	出土地点	文化层	出土日期	残留物来源	试管编号
ps3752	ss1187	SDG2T1-6197	刮削器	SDG2-T1	Layer 1	2007年8月	湿洗样品	1
ps3753	ss1188	SDG2T1-6197	刮削器	SDG2-T1	Layer 1	2007年8月	超声波样品	2
ps3754	ss1189	SDG2T1-6295	尖状器	SDG2-T1	Layer 1	2007年8月	附着土样品	3
ps3755	ss1190	SDG2T1-6295	尖状器	SDG2-T1	Layer 1	2007年8月	湿洗样品	4
ps3756	ss1191	SDG2T1-6295	尖状器	SDG2-T1	Layer 1	2007年8月	超声波样品	5
ps3757	ss1192	SDG2T1-6310	石片	SDG2-T1	Layer 1	2007年8月	附着土样品	6
ps3758	ss1193	SDG2T1-6310	石片	SDG2-T1	Layer 1	2007年8月	湿洗样品	7
ps3759	ss1194	SDG2T1-6310	石片	SDG2-T1	Layer 1	2007年8月	超声波样品	8
...	...	.....	...	.....	...	...	.....	...

注:\* 植硅体、淀粉粒样品序号依密苏里大学古人类植物学实验室序列号编

## 2.2.2 样品提取

### A. 石制品表面附着土壤

该步骤所提取的是第一个层次的样品,即附着土壤样品。用全新且干净的牙刷将石制品表面可见附着土壤轻轻刷下并采集入已编号的相应试管(50ml离心机适用加盖试管,以下同)。加少量蒸馏水后检测样品酸碱度并记录。该层次样品所含内容物大多来自文化层的土壤堆积,极少量来自石制品的使用残留。

### B. 紧贴石制品表面样品

使用蒸馏水轻轻刷洗石制品表面,并将所得液体采集至相应试管中,即为湿洗样品,此时紧密附着在石制品表面的颗粒可被清洗下来。该层次的样品所含内容物为土壤堆积和石制品使用残留的混合物,二者比例不定。

### C. 超声波清洗样品

将待检测石制品单独放入合适大小的塑料标本袋中,加入适量蒸馏水(以没过标本为宜),封口,放入超声波清洗槽。经过5分钟超声波清洗,将标本袋中液体采集至相应试管,即为超声波清洗样品。该层次样品所含内容物大部分来自石制品在使用过程中造成的残留,极少量来自土壤堆积。

最后将石制品放置室温干燥,照相、绘图、测量。

## 2.2.3 样品的处理

石制品因为埋藏环境的差异,表面状况千差万别,有的表面附着钙皮等,需用酸液处理,而有些较为洁净,处理步骤就会相对简单。本次实验选用的石制品表面仅附着土壤,无钙皮、碳屑和其他大颗粒有机质,因此较之于地层土壤样品的处理,其处理过程更为简单。

### A. 浓缩

将蒸馏水注入每份样品,直到试管内液体达到50ml。将试管加盖放入离心机中,以2000rpm的转速离心5分钟,倾倒入掉表面液体,在试管中保留约5ml液体。此步骤目的为获得浓缩样品,同时去除了一定数量的黏土及杂质。

### B. 抗絮凝、去除有机质处理

在重液浮选以前,必须使淀粉粒及植硅体从土壤颗粒中脱离,使其自由悬浮于溶液中。并且要最大程度去除碳酸盐和有机物,避免影响最后样片的显微观测。

在每份样品中加入10ml浓度为0.1%的乙二胺四乙酸钠(NaEDTA)或乙二胺四乙酸二钠( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ )溶液。将所有样品试管加盖后固定在往复型振动器上,晃动2小时以上,以使淀粉粒从土壤颗粒中脱离出来。完成后加入蒸馏水进行离心清洗,以2500rpm的转速离心处理2分钟,倾倒入掉表面液体,保留试管底部约5ml液体。此过程再重复两次以确保清除残留的NaEDTA。

将装有样品的试管移入通风橱。在每份样品中加入约10ml浓度为5.75%的过氧化氢溶液,静置10分钟(时间不能长于10分钟,否则淀粉粒会遭到破坏)。之后加入蒸馏水,将样品放入离心机,以2000rpm的转速处理2分钟,倾倒入掉表面液体以移除过氧化氢。此过程再重复两次以确保彻底清除过氧化氢。

### C. 淀粉粒的重液浮选

制备重液:配制密度为  $1.6\text{g}/\text{cm}^3$  的 LMT 溶液<sup>①</sup>,并用比重计检测,以确保准确性。

在每份样品中加入约 5ml 密度为  $1.6\text{g}/\text{cm}^3$  的 LMT 溶液,将样品置入离心机,以 2000rpm 的转速离心 5 分钟,由于淀粉粒的密度小于  $1.6\text{g}/\text{cm}^3$ ,因此淀粉粒此时悬浮于重液之上。将试管表面液体轻轻倒入单独的淀粉粒样品试管,即为淀粉粒样品。再重复此步骤一次,以获得更多淀粉粒样品。将所得样品加入蒸馏水离心清洗以移除 LMT 溶液(以 2000rpm 的转速离心 5 分钟,倒掉表面液体,此步骤进行三次),然后将样品放置于阴凉避光处等待制片。

#### D. 植硅体样品提取

采集淀粉粒样品后的剩余物即为植硅体粗样。在每份样品中加入 10ml 浓度为 0.1% 的乙二胺四乙酸钠( $\text{NaEDTA}$ )或乙二胺四乙酸二钠( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ )溶液。将所有样品试管加盖后固定在往复型振动器上,晃动 12 小时以上,以使植硅体从土壤颗粒中脱离出来。完成后加入蒸馏水进行离心清洗,以 2500rpm 的转速离心处理 2 分钟,倾倒掉表面液体,保留试管底部约 5ml 液体。此过程再重复两次以确保彻底清除残留的  $\text{NaEDTA}$ 。

由于植硅体性质稳定,耐强酸及过氧化氢,可以利用此性质去除多余的碳酸盐及有机物。在每份样品中加入约 10ml 稀盐酸,然后将样品放入  $95\text{ }^\circ\text{C}$  的热水槽中静置 10 分钟。

同时制备强酸溶液:以同比例的浓盐酸和浓硝酸缓缓混合,得到强酸溶液。缓缓将少量强酸溶液倾倒入每份样品,观察反应情况,如反应适当且安全,再继续加入更多酸液(总量约每份样品 20ml)。静置观察,如反应适当且安全,将所有样品移入热水槽中以加速反应。时间依反应情况而定,约 30—120 分钟。以上过程均在通风橱中进行。反应结束后,在试管中加入蒸馏水,放入离心机中以 2500rpm 的转速离心处理 2 分钟,此过程重复 3 次,以去除强酸。此过程中,样品中的碳酸盐与强酸发生反应并被去除。强酸废液需单独收集、集中处理。

在每份样品中加入约 15ml 浓度为 27% 的过氧化氢溶液,然后将样品放入热水槽中静置,时间依反应情况而定,约 30—150 分钟。反应停止以后,加入蒸馏水,置入离心机中以 2500rpm 的转速离心处理 2 分钟,此过程重复 3 次,以去除过氧化氢。此过程中,样品中的有机质与过氧化氢发生反应并被去除。

#### E. 植硅体的重液浮选

制备重液:植硅石的比重范围是  $1.5\text{—}2.3\text{g}/\text{cm}^3$ <sup>[13]</sup>,因此使用密度为  $2.3\text{g}/\text{cm}^3$  的 LMT 溶液可以使植硅石浮在液体表面,而使土壤颗粒沉降到试管底部。

在每份样品中加入约 5ml 密度为  $2.3\text{g}/\text{cm}^3$  的 LMT 溶液,将样品置入离心机,以 2000rpm 的转速离心 5 分钟,将表面液体轻轻倒入植硅体样品试管,作为植硅体样品。再重复此步骤一次,以获得更多植硅体样品。将所得样品加入蒸馏水离心清洗。最后将植硅体样品置入低温炉中静置干燥。

由于重液浮选过程中,LMT 溶液起到使样品悬浮的作用,并未发生化学反应,因此可以对其进行回收处理,反复使用。

最后将得到的样品制作成样片,在生物显微镜下扫描观测。

<sup>①</sup> LMT 溶液:Lithium Metatungstate 聚阴离子  $[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}]_6$ -的锂盐溶液。

### 3 样品分析及注意事项

#### 3.1 样品的扫描观测

密苏里大学古人类植物学实验室使用的是 Zeiss 及 Nikon 生物显微镜,扫描样品时使用 300 倍放大,按照从左至右、从上至下的顺序逐行扫描,以免造成遗漏。照相时则使用 400 倍放大以获得更清晰的照片。通常在土壤样品扫描的过程中,可以选择扫描 20 行/片或 30 行/片,但残留物样品性质特殊,每张样片中存在的内容物数量十分有限,因此应扫描整张样片,即 300 倍下 40—45 行/片。对观测到的残留物详细记录其观测日期、来源石制品编号与类型、残留物类型、细节描述、测量数据,并照相、绘制草图。对样品的三维信息通过翻转观测来获得,即使用金属探针轻轻挤压盖玻片,使内容物随探针的挤压而翻转。挤压过程中要避免用力过度而破坏盖玻片,另外也要控制探针着力点的位置,以翻转预期目标。

水洞沟石制品的处理取得了较好的结果,在残留物样品中发现了大量的淀粉粒、植物组织残骸和一定量的植硅体(图 2)。现有的实验结果证实了残留物分析对于水洞沟石制品材料的可行性,为今后的进一步研究奠定了实践基础,并初步确定了残留物的分布与石制品微痕、石制品类型存在的紧密联系,即刮削器、端刮器、尖状器、边缘带有明显微痕的石制品,其表面带有植物残骸的比例远远高于其他石制品。

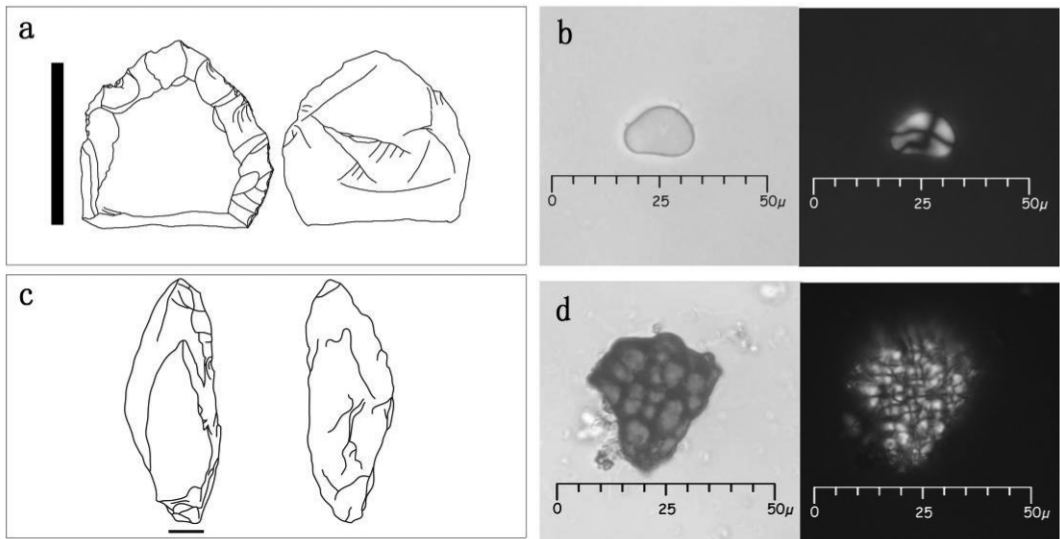


图 2 石制品标本与所发现残留物(图中石制品比例尺均为 1cm)

Fig. 2 Residue from the artifacts ( the scale bar is 1cm)

- a. SDG2T1-5446, 端刮器; b. SDG2T1-5446 残留物样品中的淀粉粒;
- c. SDG2T1-6579, 尖状器;
- d. SDG2T1-6579 残留物样品中的淀粉粒

#### 3.2 样品分析

观测之后,我们会对残留物类型和数量有初步印象。根据对附着土壤和超声波样品内容物的对比,可判断哪种残留物源自石制品的使用、哪种源自地层堆积。由于年代和埋藏环境的特殊性,在此并不能得出最后结论,还需针对遗址及出土石制品做一些辅助性工作。

首先是现代植物参考数据库的建立。对残留物中的淀粉粒、植硅体、木质部韧皮部组织等的种属及部位鉴定需要依靠与现代植物的对比来实现,这就要求实验室建立有针对性的现代植物标本数据库。根据古环境、古气候资料及文献,结合遗址所获其他信息,最大程度复原当时当地的植物资源,然后对资源种类,尤其是可食用性种类进行采集。经过实验室处理,获得现生植物的微体标本,通过与这些标本的对比,判断考古残留物的具体属性。我们已经在水洞沟第 1、2、7、8、12 地点周边进行了系统的植物标本采集,得到了包括 24 个科、51 个属、54 个种的与人类关系密切的现生植物标本。这些标本和现已发表的文献将被作为样品对比鉴定的主要依据。对现生植物标本的处理方法可参考王永吉等<sup>[30]</sup>和杨晓燕等<sup>[31-32]</sup>发表的文章,这里不再赘述。对所发现的残留物的对比鉴定工作仍在进行中。

第二,除对石制品提取分析外,还应采集对应文化层土壤,对土壤进行同样的淀粉粒、植硅体提取,将土壤内容物与残留物相对照,进一步确定石制品表面的残留物来源。此前已有学者对水洞沟遗址堆积的土壤样品进行了深入研究,结果表明,文化层堆积中发现的植硅体含量极少,仅有少量的棒形、扇形、哑铃形植硅体<sup>[21]</sup>,与石制品残留物中发现的植硅体在形态上属于完全不同的类型(图 3),证明石制品表面残留物的来源并非周边土壤。

第三,石器类型、功能分析。残留物分析是石制品功能分析的一部分,目的之一在于解决石制品使用史等相关问题,因此对石制品本身的研究是基础性工作,是不可缺少的。类型学、技术学、微痕分析方法得出与残留物分析一致或相似的结果,几者相互补充并验证,那么残留物分析才能更加真实可信,具有说服力<sup>[15-16,33]</sup>。本次实验发现的残留物与微痕、石器类型的关联,不仅验证了实验结果,还给出了石制品使用方式的更多证据与线索。

第四,遗址功能研究。通过石制品空间分布、遗迹形态及遗址规模来判断。临时性营地与大本营型驻地,在植物资源的利用、不同类型石制品的分布等方面应该存在较大差别,解决了这样几方面问题,对残留物来源的判断有着至关重要的作用。水洞沟遗址标本在空间分布上有着十分明显的规律性,火塘周围密布烧骨,另外所发现的鸵鸟蛋皮装饰品也都分布在火塘周围,强烈地指示了遗址功能和古人类行为,这对破解残留物与石制品的关系有着至关重要的意义。

### 3.3 注意事项

残留物分析的原理较为简单,但是在操作过程中有一些关键的注意事项:

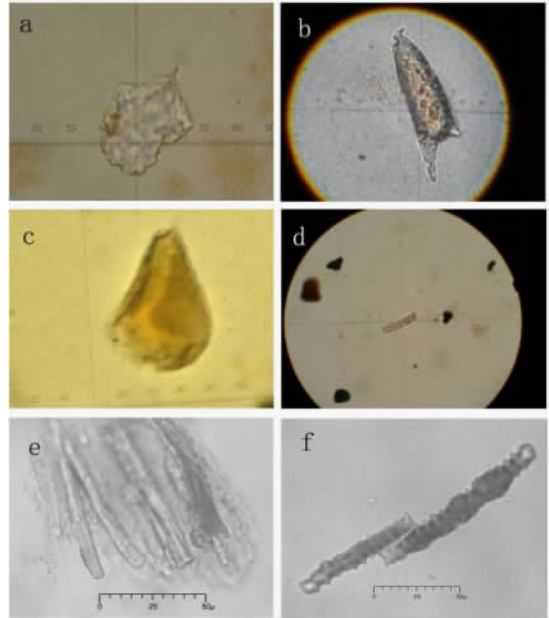


图 3 SDG2T2 土壤植硅体与石制品植硅体残留物对比  
(a、b、c、d 见文献 [21])

Fig. 3 The phytoliths from soil samples and the stone artifacts of the same layers

a-d. SDG2T2 土壤中发现的植硅体;

e-f. SDG2T1 出土石制品表面残留物中提取出的植硅体

第一,在整个操作过程中不能使用植物制作或含有植物微体颗粒的工具。此前一些学者在实验中使用了含有淀粉颗粒的橡胶手套,造成了严重的淀粉粒污染,影响了实验效果<sup>[34]</sup>。同时,在每个步骤完成之后更换或彻底清洗所用的工具至关重要,目的是为避免不同样品之间的交叉污染,从而确保结果的可靠性。本次实验中,除了对考古标本的分析测试以外,我们还对使用的无粉手套和清洁纸巾进行了检测。结果表明,无粉手套中不含任何淀粉、纤维等,而清洁纸巾中含有大量植物纤维、细胞残骸和少量淀粉粒,因此在清洁实验器皿时我们并未使用清洁纸巾,而是采用了蒸馏水清洗、倒挂阴干的方法。同时对纸巾中的物质进行了详细的记录,以便能在对考古样品的分析中剔除污染因素。

第二,在处理了一定量的样品之后,可以得到一批石制品残留物的初步印象,此时可以将附着土样品、湿洗样品和超声波清洗样品相对照,得出异同。当湿洗样品与超声波清洗样品区别甚微时,可以将二者合并,即在刷掉附着土壤之后直接将石制品放入超声波清洗槽中,得到超声波清洗样品。本次样品处理中,经过两个批次的处理和观测,我们认为针对水洞沟石制品,湿洗样品与超声波清洗样品产生的残留物类型与性质基本相同,因此在随后的处理中将二者合并。

第三,体式显微镜观测方法。在有些研究中,研究者采用体式显微镜,直接观察石制品表面,获得残留物信息<sup>[11,15-16]</sup>。这是一种简单易行的方法,能够在短时间内对残留物的分布状况做出判断,但存在一些问题。首先是石制品表面附着土壤的处理,过多的土壤颗粒会阻碍视线,使观测失败;另外,通过这种方法,无法翻转所发现的植硅体或淀粉粒,很难获得样品的三维信息;而且由于放大倍数较高,扫描整个石制品要消耗大量时间。所以,此种方法通常是寻找石制品的使用部位进行集中观测,对一些使用部位不明,或者我们做出了错误判断的标本,观测就失去了准确性。另外,由于显微镜载物台的局限,无法扫描尺寸巨大的石制品(如手镐、手斧等)。

第四,本次实验中并未使用淀粉粒染色技术。一些学者在相似的残留物测试中使用染色试剂对淀粉粒样品进行染色<sup>[35]</sup>,这样可以快捷省力地发现淀粉粒遗存,但是,所有染色试剂都会不同程度地破坏淀粉粒,导致其失去消光十字或造成其他结构上的破坏。水洞沟石制品年代较早,表面残留物的数量与保存状况均不可预料,为确保提取尽可能多的信息,未使用染色处理。

综上所述,针对水洞沟石制品残留物的提取和分析,大致遵循浓缩、抗絮凝、氧化、浮选这几个基本步骤,根据标本的具体情况可做细节上的修改,如去除有机质和碳酸盐的时间等。需要指出的是,目前对所发现的淀粉粒及植硅体分析较少,更深入的与埋藏土壤本身植物包含物的比较也没有完成,这些工作正在进行中,结果将在以后的文章中另行发表。针对旧石器时代晚期材料,我们需扬长避短,结合微痕、类型学等方面的技术手段,相信能够在对水洞沟遗址及文化面貌的解释过程中起到有效作用。同时,针对与水洞沟遗址相同或相似的北方旧石器时代晚期遗址,我们认为,植物残留物分析方法都可以发挥良好的作用,从有限的出土材料中揭示出更多的古人类生存信息。

致谢:密苏里大学人类学系的 Christine Hudson、Neil Duncan、Abigail Middleton 对实验室工作提供了许多帮助和指导;陈福友、李锋、仪明洁参与了石制品的整理与挑选工作。



## 参考文献:

- [ 1 ] Briuer FL. New clues to stone tool function: Plant and animal residues [J]. *American Antiquity*, 1976, 41(4): 478-484.
- [ 2 ] Shafer HJ, G Holloway. Organic residue analysis in determining tool function [A]. In: Hayden B ed. *Lithic Use-wear Analysis* [R]. New York: Academic Press, 1979, 385-399.
- [ 3 ] 李明启, 杨晓燕, 王辉等. 甘肃临潭陈旗磨沟遗址人牙结石中淀粉粒反映的古人类植物性植物 [J]. *中国科学: 地球科学*, 2010, 40(4): 486-492.
- [ 4 ] 杨晓燕, 蒋乐平. 淀粉粒分析揭示浙江跨湖桥遗址人类的食物构成 [J]. *科学通报*, 2010, 55(7): 596-602.
- [ 5 ] Yang XY, Yu JC, Lu HY *et al.* Starch grain analysis reveals function of grinding stone tools at Shangzhai site, Beijing [J]. *Science in China D-Earth Sci*, 2009, 52(8): 1164-1171.
- [ 6 ] 吕烈丹. 甄皮岩出土石器表面残余物的初步分析 [A]. 见: 中国社会科学院考古研究所等编. *桂林甄皮岩* [M]. 北京: 文物出版社, 2003, 646-651.
- [ 7 ] 王强. 海岱地区史前时期磨盘、磨棒研究 [D]. 博士学位论文. 山东大学考古学及博物馆学, 2008.
- [ 8 ] Lu H, Yang X, Ye M *et al.* Millet noodles in late Neolithic China [J]. *Nature*, 2005, 437: 967-968.
- [ 9 ] 杨益民, 郭怡, 马颖等. 出土青铜酒器残留物分析的尝试 [J]. *南方文物*. 2008, (1): 108-111.
- [ 10 ] McGovern PE, Underhill AP, Fang Hui *et al.* Chemical identification and cultural implications of a mixed fermented beverage from late prehistoric China [J]. *Asian Perspectives*, 2005, 44(2): 249-275.
- [ 11 ] Loy TH, Spriggs M, Wickler S. Direct evidence for human use of plants 28000 ago: starch residues on stone artefacts from the northern Solomon Island [J]. *Antiquity*, 1992, 66: 898-912.
- [ 12 ] Kealhofer L, Torrence R, Fullagar R. Integrating phytoliths within use-wear/residue studies of stone tools [J]. *Journal of Archaeological Science*, 1999, 26(5): 527-546.
- [ 13 ] Piperno DR. *Phytolith analysis: an archaeological and geological perspective* [M]. New York: Academic Press, 1988
- [ 14 ] Dominguez-Rodrigo M, Serrallonga J, Juan-Tresserras J *et al.* Woodworking activities by early humans: a plant residue analysis on Acheulian stone tools from Peninj (Tanzania) [J]. *Journal of Human Evolution*, 2001, 40(4): 289-299.
- [ 15 ] Hardy B. Investigation of stone tool function through usewear, residue and DNA analyses at the middle paleolithic site of La Quina, France [D]. Doctoral dissertation, Indiana University, 1995.
- [ 16 ] Hardy BL, Kay M, Marks AE *et al.* Stone tool function at the paleolithic sites of Starosele and Buran Kaya III, Crimea: behavioral implications [J]. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 2001, 98(19): 10972-10977.
- [ 17 ] Mercader J, Bennett T, Raja M. Middle stone age starch acquisition in the Niassa Rift, Mozambique [J]. *Quaternary Research*, 2008, 70(2): 283-300.
- [ 18 ] Zarrillo S, Kooyman B, Evidence for berry and maize processing on the Canadian plains from starch grain analysis [J]. *American Antiquity*, 2006, 71(3): 473-499.
- [ 19 ] Mercader J, Barton H, Gillespie J *et al.* 4300-year-old chimpanzee sites and the origins of percussive stone technology [J]. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 2007(104): 3043-3048.
- [ 20 ] 刘德成, 王旭龙, 高星等. 水洞沟遗址地层划分与年代测定新进展 [J]. *科学通报*, 2009, 54(19): 2879-2885.
- [ 21 ] 刘德成. MIS3 阶段织机洞与水洞沟地区古人类生存环境对比研究 [D]. 博士学位论文, 北京大学城市环境学院, 2008.
- [ 22 ] 高星, 袁宝印, 裴树文等. 水洞沟遗址沉积、地貌演化与沉积环境 [J]. *科学通报*, 2008, 53(10): 1200-1206.
- [ 23 ] 高星, 李进增, Madsen DB 等. 水洞沟的新年代测定及相关问题讨论 [J]. *人类学学报* 2002, 21(3): 211-218.
- [ 24 ] Madsen DB, Li Jingzen, Brantingham PJ *et al.* Dating Shuidonggou and the Upper Palaeolithic blade industry in North China [J]. *Antiquity*, 2001, 75: 706-716.
- [ 25 ] Perry L. Prehispanic subsistence in the middle Orinoco basin: starch analyses yield new evidence [D]. Ph. D. Dissertation. South Illinois University, 2001.

- [26] Perry L. Starch analyses reveal the relationship between tool type and function: an example from the Orinoco valley [J]. *Journal of Archaeological Science*, 2004, 31(8): 1069-1081.
- [27] Chandler-Ezell K, Pearsall DM. "Piggyback" microfossil processing: Joint starch and phytolith sampling from stone tools [J]. *Bulletin of the Society for Phytolith Research*, 2003, 15(3): 2-8.
- [28] Pearsall DM, Chandler-Ezell K, Zeidler JA. Maize in ancient Ecuador: Results of residue analysis of stone tools from the Real Alto site [J]. *Journal of Archaeological Science*, 2004, 31(4): 423-442.
- [29] Horrocks M. A combined procedure for recovering phytoliths and starch residues from soils, sedimentary deposits and similar materials [J]. *Journal of Archaeological Science*, 2005, 32(8): 1169-1175.
- [30] 王永吉, 吕厚远, 衡平. 植物硅酸体的研究方法 [J]. *植物学报*, 1994, 36(10): 797-804.
- [31] 杨晓燕, 孔昭宸, 刘长江等. 中国北方粟、黍及其野生近缘植物淀粉粒形态数据分析 [J]. *第四纪研究*, 2010, 31(2): 355-362.
- [32] 杨晓燕, 孔昭宸, 刘长江等. 中国北方主要坚果类淀粉粒形态对比 [J]. *第四纪研究*, 2009, 29(1): 153-158.
- [33] Barton H, Torrence R, Fullagar R. Clues to stone tool function re-examined: comparing starch grain frequencies on used and unused obsidian artifacts [J]. *Journal of Archaeological Science*, 1998, 25(12): 1231-1238.
- [34] Wadley L, Lombard M, Williamson B. The first residue analysis blind tests: result and lessons [J]. *Journal of Archaeological Science*, 2004, 31(11): 1491-1501.
- [35] Lamb J, Loy TH. Seeing red: the use of Congo Red dye to identify cooked and damaged starch grains in archaeological residues [J]. *Journal of Archaeological Science*, 2005, 32(10): 1433-1440.

## Plant Residue Analysis Method of Stone Artifacts in the Laboratory: Based on the Shuidonggou Lithic Materials

GUAN Ying<sup>1, 2</sup>, Deborah M PERSALL<sup>3</sup>, GAO Xing<sup>1</sup>, ZHOU Zhen-yu<sup>1, 2</sup>

(1. *Institute of Vertebrate Paleontology and Paleoanthropology, Laboratory of Human Evolution, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100044*; 2. *The Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039*; 3. *University of Missouri-Columbia, MO 65201, US*)

**Abstract:** Residue analysis used to assess the function of archaeological objects was first developed in the 1970s. Nowadays, this technique has been applied to research around the world, including China, but, with different time periods, depositional environments, artifact types, etc., the laboratory methods of this type of analysis are, often numerous. Based on this research, we believe that plant residues could be extracted from the Shuidonggou stone artifacts. The Shuidonggou site is a typical Upper Paleolithic site in northwestern China, a vital area for assessing ancient human migration in Eurasia. The semi-arid environment of the site is considered a good condition for the preservation of plant residues. In this study, 103 pieces of chipped stone artifacts were processed for residue analysis in the Paleoethnobotany Lab at University of Missouri-Columbia. The processing included the following steps: concentration, deflocculation, pre-treatment, removal of carbonate and organic matter, and heavy liquid flotation. Plant residues including starch grains, plant tissue fragments and phytoliths collected from the Shuidonggou artefacts suggest that ancient humans were engaged in a number of plant processing activities.

**Key words:** Paleolithic; Residue analysis; Plant microfossils