

# 常三島遺跡第3・5次調査における放射性炭素年代測定

## (株) 加速器分析研究所

### 1. 測定対象試料

常三島遺跡は、徳島県徳島市南常三島町2-1に所在し、吉野川の河口付近のデルタに立地する。測定対象試料は、第3・5次調査のSK145から出土した人骨と木片の合計2点である(表1)。SK145は火葬墓とされ、火葬された人骨No.1(右大腿骨)と、木棺もしくは燃料の薪とされる木片No.2(炭化していない)を試料とした。木片No.2については、樹種同定を実施し、マツ属複雑管束亜属に同定された((株)加速器分析研究所2017)。

時期は、17世紀代と推定されている。

### 2. 測定の意義

火葬骨の年代を測定し、木片の年代と比較してその妥当性を検証する。

### 3. 化学処理工程

#### (1) 木片の化学処理

- 1) メス・ピンセットを使い、付着物を取り除く。
- 2) 酸-アルカリ-酸(AAA: Acid Alkali Acid)処理により不純物を化学的に取り除く。その後、超純水で中性になるまで希釈し、乾燥させる。AAA処理における酸処理では、通常1mol/l(1M)の塩酸(HCl)を用いる。アルカリ処理では水酸化ナトリウム(NaOH)水溶液を用い、0.001Mから1Mまで徐々に濃度を上げながら処理を行う。アルカリ濃度が1Mに達した時には「AAA」、1M未満の場合は「AaA」と表1に記載する。
- 3) 試料を燃焼させ、二酸化炭素(CO<sub>2</sub>)を発生させる。
- 4) 真空ラインで二酸化炭素を精製する。
- 5) 精製した二酸化炭素を、鉄を触媒として水素で還元し、グラファイト(C)を生成させる。
- 6) グラファイトを内径1mmのカソードにハンドプレス機で詰め、それをホイールにはめ込み、測定装置に装着する。

## (2) 火葬骨の化学処理

焼骨の<sup>14</sup>C年代測定を検討した Lanting et al. 2001、Naysmith et al. 2007 を参考に、以下の処理を行った。

- 1) ブラシ等を使い、試料から根・土等の付着物を取り除く。さらに超純水に浸し、超音波洗浄を行う。
  - 2) 1.5%の次亜塩素酸ナトリウム (NaClO) で2日間、1Mの酢酸 (CH<sub>3</sub>COOH) で1日間処理を行う。
  - 3) 試料をリン酸と反応させ、二酸化炭素 (CO<sub>2</sub>) を発生させる。
- 以下、(1) 4)以降と同じ。

## 4. 測定方法

加速器をベースとした<sup>14</sup>C-AMS専用装置 (NEC社製) を使用し、<sup>14</sup>Cの計数、<sup>13</sup>C濃度 (<sup>13</sup>C/<sup>12</sup>C)、<sup>14</sup>C濃度 (<sup>14</sup>C/<sup>12</sup>C) の測定を行う。測定では、米国国立標準局 (NIST) から提供されたシュウ酸 (HOx II) を標準試料とする。この標準試料とバックグラウンド試料の測定も同時に実施する。

## 5. 算出方法

- (1)  $\delta^{13}\text{C}$  は、試料炭素の<sup>13</sup>C濃度 (<sup>13</sup>C/<sup>12</sup>C) を測定し、基準試料からのずれを千分偏差 (‰) で表した値である (表1)。AMS装置による測定値を用い、表中に「AMS」と注記する。
- (2) <sup>14</sup>C年代 (Libby Age : yrBP) は、過去の大気中<sup>14</sup>C濃度が一定であったと仮定して測定され、1950年を基準年 (0yrBP) として遡る年代である。年代値の算出には、Libbyの半減期 (5568年) を使用する (Stuiver and Polach 1977)。<sup>14</sup>C年代は $\delta^{13}\text{C}$ によって同位体効果を補正する必要がある。補正した値を表1に、補正していない値を参考値として表2に示した。<sup>14</sup>C年代と誤差は、下1桁を丸めて10年単位で表示される。また、<sup>14</sup>C年代の誤差 ( $\pm 1\sigma$ ) は、試料の<sup>14</sup>C年代がその誤差範囲に入る確率が68.2%であることを意味する。
- (3) pMC (percent Modern Carbon) は、標準現代炭素に対する試料炭素の<sup>14</sup>C濃度の割合である。pMCが小さい (<sup>14</sup>Cが少ない) ほど古い年代を示し、pMCが100以上 (<sup>14</sup>Cの量が標準現代炭素と同等以上) の場合 Modern とする。この値も $\delta^{13}\text{C}$ によって補正する必要があるため、補正した値を表1に、補正していない値を参考値として表2に示した。
- (4) 暦年較正年代とは、年代が既知の試料の<sup>14</sup>C濃度をもとに描かれた較正曲線と照らし合わせ、過去の<sup>14</sup>C濃度変化などを補正し、実年代に近づけた値である。暦年較正年代は、<sup>14</sup>C年代に対応する較正曲線上の暦年代範囲であり、1標準偏差 ( $1\sigma = 68.2\%$ ) あるいは2標準偏差 ( $2\sigma = 95.4\%$ ) で表示される。グラフの縦軸が<sup>14</sup>C年代、横軸が暦年較正年代を表す。暦年較正プログラムに入力される値は、 $\delta^{13}\text{C}$ 補正を行い、下1桁を丸めない<sup>14</sup>C年代値である。なお、較正曲線および較正プログラムは、データの蓄積によって更新される。また、プログラムの種類に

よっても結果が異なるため、年代の活用にあたってはその種類とバージョンを確認する必要がある。ここでは、暦年較正年代の計算に、IntCal13 データベース (Reimer et al. 2013) を用い、OxCalv4.2 較正プログラム (Bronk Ramsey 2009) を使用した。暦年較正年代については、特定のデータベース、プログラムに依存する点を考慮し、プログラムに入力する値とともに参考値として表 2 に示した。暦年較正年代は、 $^{14}\text{C}$  年代に基づいて較正 (calibrate) された年代値であることを明示するために「cal BC/AD」(または「cal BP」) という単位で表される。

## 6. 測定結果と若干の考察

### (1) 測定結果

測定結果を表 1、2 に示す。

試料の  $^{14}\text{C}$  年代は、火葬骨 No. 1 が  $390 \pm 20\text{yrBP}$ 、木片 No. 2 が  $260 \pm 20\text{yrBP}$  である。暦年較正年代 ( $1\sigma$ ) は、No. 1 が 1450 ~ 1612cal AD、No. 2 が 1637 ~ 1793cal AD の間に各々 2 つの範囲で示される。なお、No. 2 の較正年代については、記載された値よりも新しい可能性がある点に注意を要する (表 2 下の警告参照)。

火葬墓とされる SK145 から出土した人骨 No. 1 と木片 No. 2 の年代値は、いずれも推定される 17 世紀代を含んでいるが、2 点の年代値はわずかにずれて重ならない。No. 2 の木片は、最外年輪を確認できていないことから、最外年輪が形成された年代 (樹木が死んだ年代) より古い年代値が示されている可能性がある (古木効果)。これに対して、人骨 No. 1 がさらに若干古い値を示している。後述のように、焼骨の  $^{14}\text{C}$  年代測定については、なお不確かな部分もある。No. 1、2 の年代は、ともにおよそ 17 世紀前半頃で整合しているとも言えるが、他の考古学的な証拠と合わせて検討する必要がある。

木片試料 No. 2 の炭素含有率 (=回収された二酸化炭素に含まれる炭素相当量/燃烧された試料量  $\times 100$ ) は、60%を超える十分な値であった。火葬骨試料 No. 1 の炭素含有率 (=試料中の炭酸カルシウムに含まれていた炭素量/リン酸と反応させた試料量  $\times 100$ ) は 0.2% である。Lanting らは実験結果に基づき、焼骨 (煨焼骨) の炭素含有率を約 0.1% 以上としており (Lanting et al. 2001)、今回の試料については適正な範囲内と見なされる。

### (2) 焼骨の $^{14}\text{C}$ 年代測定に関する問題の整理

骨の  $^{14}\text{C}$  年代測定は、骨中に含まれるコラーゲンを抽出して行われるのが一般的である。コラーゲンは熱に弱く、被熱によって失われるため、焼骨からコラーゲンを抽出することは困難である。

他方、骨を構成する物質の中で炭酸カルシウム ( $\text{CaCO}_3$ ) には炭素が含まれるため、この炭素を用いて年代測定することも原理的には可能である。しかし、土中に埋没している間に外部から入り込む炭酸の影響を受けると考えられ、得られる年代値を骨が形成された年代と見なすことができず、年代測定の試料として適切でないとされる。焼骨についても同様に理解されているが、近年焼骨の処理方法等を検討し、年代測定を積極的に行う研究も見られる。

Lanting らによると、火葬骨は600℃以上の温度にさらされ、骨を構成するほとんどの鉱物が再結晶化することで、外部からの影響を受けにくくなるという (Lanting et al. 2001)。上述の化学処理方法とおおむね同じ処理を行った焼骨の年代値は、同年代と見られる木炭の年代値や、ほかの手がかりから推定される年代などとよく一致し、焼骨は有効な試料と結論付けている。Naysmith らも同じ処理方法で焼骨を検討し、推定される年代と一致するとした。さらに、同一試料を複数の測定機関で処理、測定して再現性の検証を試み、良好な結果が得られたとしている (Naysmith et al. 2007)。

常三島遺跡出土火葬骨 No. 1 については、試料の状態に問題は認められなかった、得られた年代値は、同じ SK145 から出土した木片 No. 2 に近く、おおむね妥当な結果と考えられる。しかし、上述のように、厳密には若干古い値とも見られるため、他の証拠との比較検討が必要と考えられる。

## 文 献

- Bronk Ramsey C. 2009 Bayesian analysis of radiocarbon dates, *Radiocarbon* 51(1), 337-360
- Lanting, J.N. et al. 2001 Dating of cremated bones, *Radiocarbon* 43(2A), 249-254
- Naysmith, P. et al. 2007 A cremated bone intercomparison study, *Radiocarbon* 49(2), 403-408
- Reimer, P.J. et al. 2013 IntCal13 and Marine13 radiocarbon age calibration curves, 0-50,000 years cal BP, *Radiocarbon* 55(4), 1869-1887
- Stuiver M. and Polach H.A. 1977 Discussion: Reporting of  $^{14}\text{C}$  data, *Radiocarbon* 19(3), 355-363
- (株)加速器分析研究所 2017 常三島遺跡第3・5次調査出土木材の樹種, 国立大学法人徳島大学埋蔵文化財調査室紀要3, 123-125

表1 放射性炭素年代測定結果 (δ<sup>13</sup>C 補正值)

測定番号	試料名	採取場所	試料 形態	処理 方法	δ <sup>13</sup> C (‰) (AMS)	δ <sup>13</sup> C 補正あり	
						Libby Age (yrBP)	pMC (%)
IAAA-160865	No.1	常三島遺跡3次 SK145	火葬骨		-21.00 ± 0.43	390 ± 20	95.29 ± 0.28
IAAA-160866	No.2	常三島遺跡3次 SK145	木片	AAA	-25.72 ± 0.55	260 ± 20	96.82 ± 0.29

[#8137-1, 2]

表2 放射性炭素年代測定結果 (δ<sup>13</sup>C 未補正值、暦年較正用<sup>14</sup>C年代、較正年代)

測定番号	δ <sup>13</sup> C 補正なし		暦年較正用(yrBP)	1σ 暦年代範囲	2σ 暦年代範囲
	Age (yrBP)	pMC (%)			
IAAA-160865	320 ± 20	96.07 ± 0.26	387 ± 23	1450calAD - 1492calAD(57.7%) 1602calAD - 1612calAD(10.5%)	1443calAD - 1522calAD(74.2%) 1575calAD - 1624calAD(21.2%)
IAAA-160866	270 ± 20	96.67 ± 0.27	259 ± 23	1637calAD - 1665calAD(61.7%)* 1785calAD - 1793calAD(6.5%)*	1524calAD - 1559calAD(14.6%)* 1631calAD - 1669calAD(69.4%)* 1781calAD - 1799calAD(11.3%)*

[参考値]

\* Warning! Date may extend out of range

(この警告は較正プログラム OxCal が発するもので、試料の<sup>14</sup>C年代に対応する較正年代が、当該暦年較正曲線で較正可能な範囲を超える新しい年代となる可能性があることを表す。)

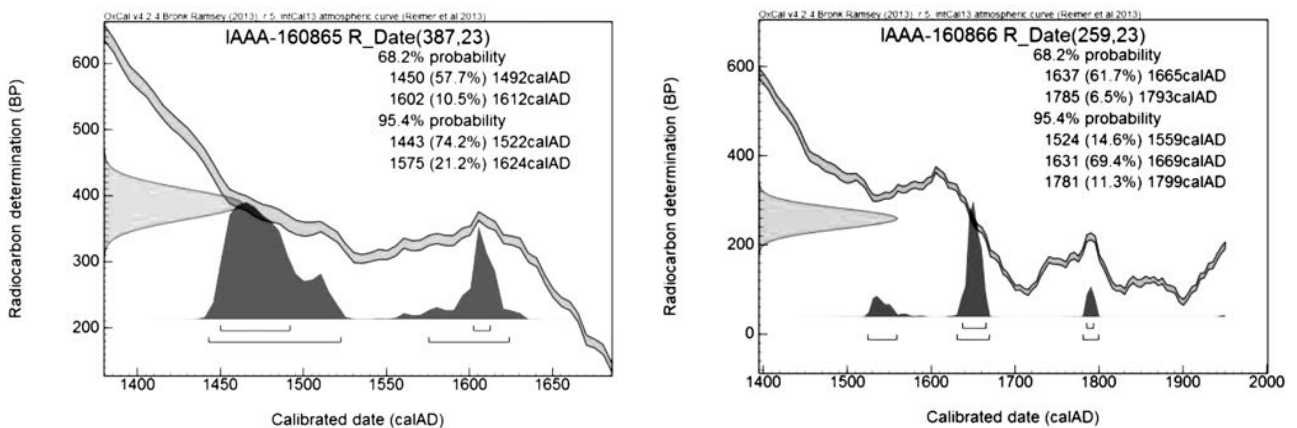


図1 暦年較正年代グラフ