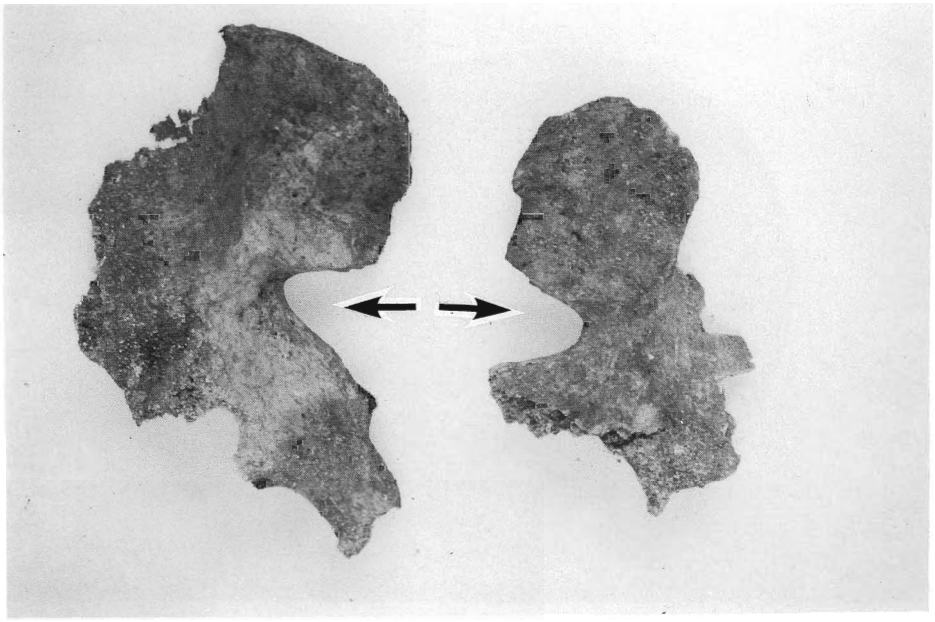
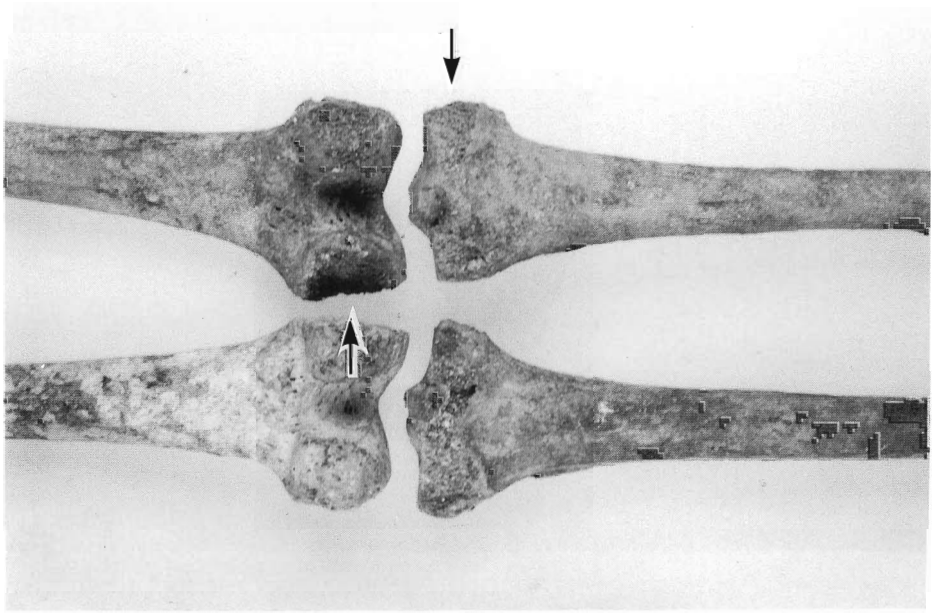
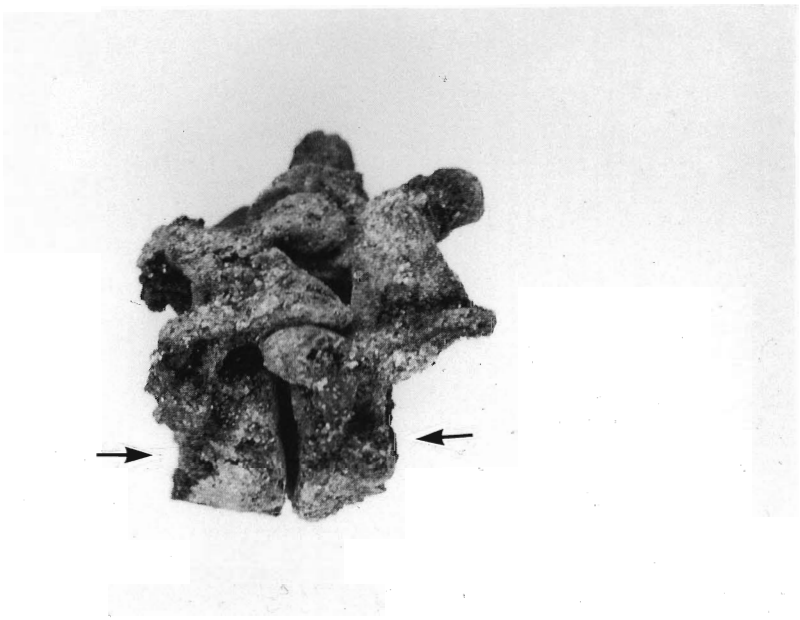


寛骨大坐骨切痕（鋭角）　　矢印



右大腿骨内側上顆後面の創　　下矢印
右脛骨外側外側顆後面の創　　上矢印

鼻腔内の鼻中隔弯曲（軽度）　　矢印



3号穴　　熟年女性

腰椎骨椎体の圧迫骨折の疑い　　矢印

付編Ⅱ

亀ヶ谷遺跡・殿ヶ迫横穴墓群より発掘された木炭の^{14}C年代測定

大阪府立大学先端科学研究所
アイソトープ総合研究センター
川野瑛子・柴田せつ子

1．はじめに

島根県仁多郡仁多町教育委員会より測定依頼を受けた亀ヶ谷遺跡、殿ヶ迫横穴墓群より出土した木炭の^{14}C年代測定結果について報告する。

2．原理と約束ごと

^{14}C年代測定法はLibby〔３〕によって確立された。我々はメタノール液体シンチレーション法〔１，２〕による測定法を採用している。生きている生物体の^{14}C濃度は大気中の^{14}C濃度とほぼ等しく、その死後新たな^{14}Cの取り込みは行われないので^{14}Cはその半減期で減少する。したがって生物遺体中の^{14}C濃度（A）と、その生物が生きていたときの^{14}C濃度（A_0）を測定すれば現代までに経過した年数（t）が次式から計算できる。

$$t = \frac{T_{1/2}}{0.693} \cdot \ln \frac{A_0}{A}$$

大気中^{14}C濃度が経年、地域に関係なく一定であるという仮定のもとに成立しているので、A_0は、現在の自然界の^{14}C濃度を測定すればよいことになる。現在、国際的な標準物質としてアメリカ標準局（ＮＩＳＴ）からシュウ酸〔SRM4990C〕が準備されて、1982年の国際会議でその値の74.59％値をA.D.1950年の（A_0）の値に置き換えることが約束された。

3．測定方法

試料は炭化物とし、燃焼させて生じる炭酸ガスをメタノールへ導く。このメタノールの^{14}C放射能を液体シンチレーション法により測定し、前項の式より試料の年代を計算する。

１）試料の前処理

①試料に付着している土などの夾雑物は除去する。試料は、小片に砕く

②1N-塩酸で、数時間加熱処理

③管状電気炉を用いて窒素気流中で600℃、６時間処理し炭化物とした

２）メタノールの合成

炭化物試料を燃焼管中で燃焼させ炭酸ガス（CO_2）とし、このCO_2を$LiAlH_4$と反応させメタ

ノールを合成する。方法としては直接法と分離法がある。通常用いる直接法とはCO_2と$LiAlH_4$を直接反応させる方法である。分離法は試料量が少ない場合に適用する。

殿ヶ迫横穴墓群より出土の試料（OR-151）については試料量が少量のため一旦炭酸塩に導き、dead carbonで希釈しメタノールを合成する分離法を採用した。

CO_2からメタノール合成の化学反応式は次のとおりである。合成後、２度蒸留を繰り返し分離精製を行った。

$$4CO_2 + 3LiAlH_4 \xrightarrow[\text{室 温}]{\text{ジエチルカルビトール}} LiAl(OCH_3)_4 + 2LiAlO_2$$

$$LiAl(OCH_3)_4 + 4ROH \xrightarrow[\sim 5℃]{} 4CH_3OH + LiAl(OR)_4$$

ROH；n-ブチルカルビトール

標準シュウ酸からメタノールの合成は、標準シュウ酸に硫酸酸性過マンガン酸カリ水溶液を滴下することによりCO_2を発生させ、このCO_2を$LiAlH_4$と反応させてメタノールを合成した。精製法は試料メタノールと同様の方法で行った。

３）液シンチレーションカウンターによるメタノールの^{14}C放射能測定

パッカード社製のトライカーブ2260XL型を使用、測定領域は18.4～84.0KeVに設定。シンチレーターとしてはButyl-PBDの30g,bis-MSBの0.45gをキシレン1Lに溶かしたものを用いた。測定は試料カクテルとバックグランドカクテルを100分ずつ交互に行い、必要な時間繰り返し測定した。標準シュウ酸から合成したメタノール試料についても同じ方法により液シン測定を行った。

４．^{14}C年代値の算出と結果

前項の液シン測定で得られた標準シュウ酸、試料及びバックグランドの測定値（dpm/gC）を用いて前述の式により試料の年代値を計算することができる。ここでＮＩＳＴシュウ酸値A_0は、13.576±0.020dpm/gCを用いた。計算に際して^{14}Cの半減期としてはLibbyの提唱している5568年を使用した。また、^{14}C年代値の表示法としては、1950年を起点としてこの年より幾年前であるかで示してあり、年代値の後にB.P.を添えるのが慣例である。

^{14}C年代値には必ず測定誤差が伴い、その相対誤差１％は80年となる。誤差は、通常１標準誤差で表示、これは繰り返し測定を行った場合測定値が誤差の範囲に入るものが全測定の68％であることを意味する。２標準誤差をとる場合は誤差の範囲は２倍になるが95％がその範囲に入る。

最後に^{14}C年代値の結果を示す。また較正曲線（OxCal v3.5,1998）〔４〕を用いて^{14}C年代から暦年代（範囲と確率）を算出した。

^{14}C年代、暦年代ともに１標準誤差で表示

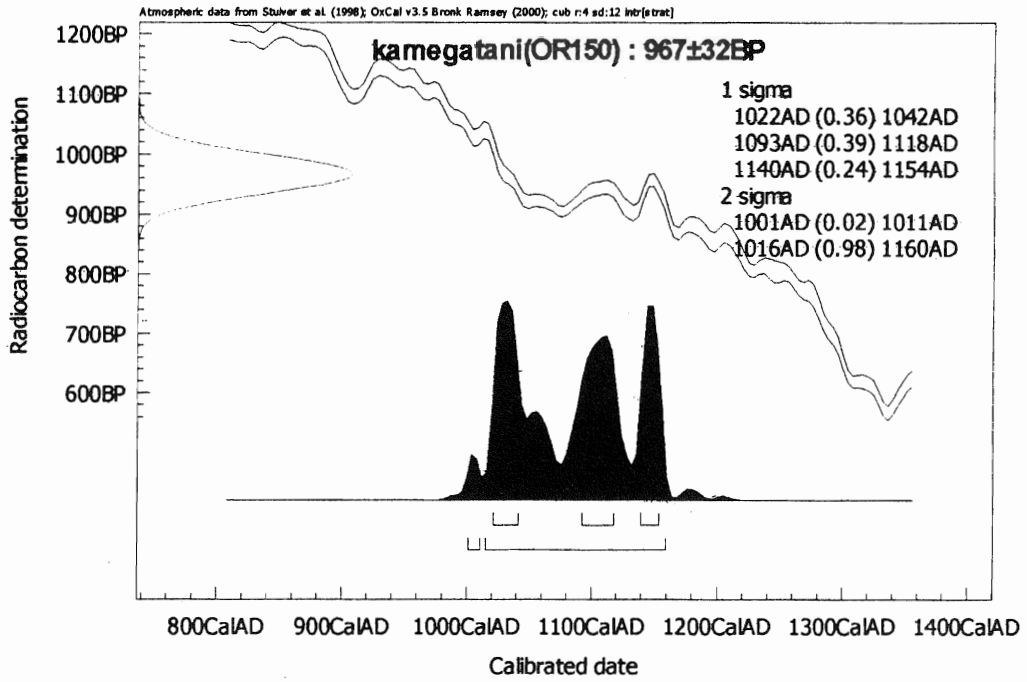
試　料　名	当方コード	^{14}C年代値 y.BP	較正年代（暦年代） 範　囲	確　率
亀ヶ谷遺跡木炭	OR-150	967±32BP	1022AD～1042AD 1093AD～1118AD 1140AD～1154AD	(0.36) (0.39) (0.24)
殿ヶ迫横穴墓群木炭	OR-151	1378±41BP	643AD～670AD	(1.00)

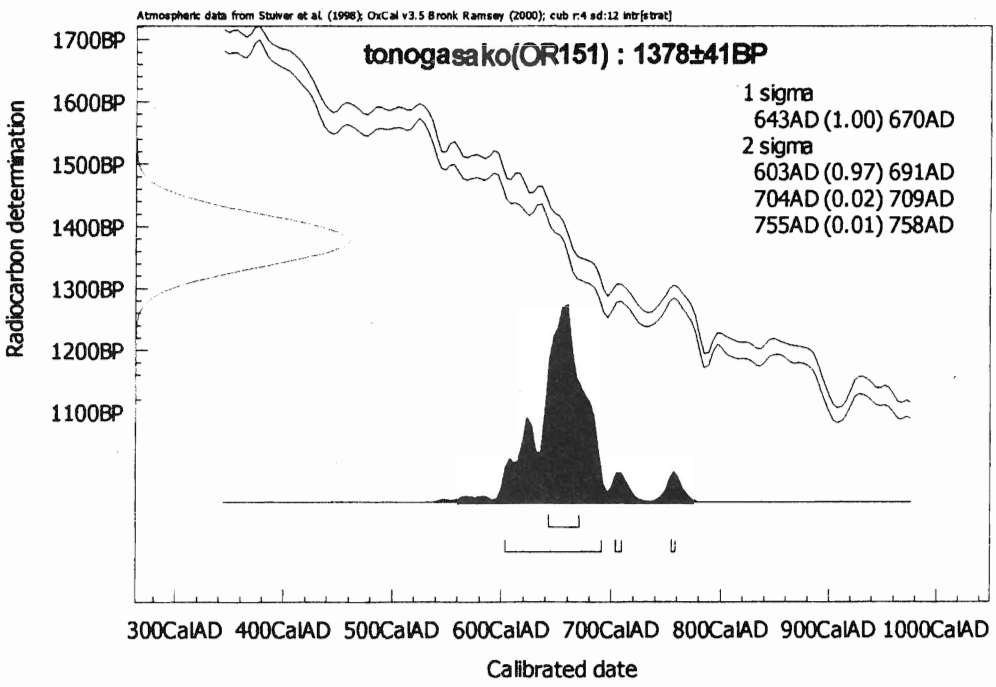
データ

＊δ-15(Nist)

（但しNBSシュウ酸 S-18-19DATA 使用）　　＊δ-22.9(Sample)

	BG	dev	Scpm	dev	Sdpm	dev	Eff (tSIE)	C(g) (ﾒﾀﾉｰﾙ,g)	dpm/gC dev	t.TIME (min)	BP dev	NIST dev	BP dev (Delta補正)
2000/11/10 OR-150 亀ヶ谷遺跡	2.220	0.019	17.013	0.062	31.575	0.116	0.539 (197.7)	2.625 (7.000)	12.028 ±0.044	5000	972 ±32	13.576 ±0.020	967±32
2000/11/16 OR-151 殿ヶ迫横穴墓群	2.216	0.016	8.163	0.040	15.149	0.074	0.539 (197.7)	1.325 (7.000)	11.429 ±0.056	8000	1383 ±41	13.576 ±0.020	1378±41





参考文献

[1] S. Shibata, E. Kawano, T. Nakabayashi, S. Kawamura and O. Yamada, Ann. Rep. Rad. Ctr. Osaka 27, 99 (1986/1987)

[2] S. Shibata, E. Kawano and T. Nakabayashi, Radiocarbon 39(1) 79-87 (1997)

[3] W. F. Libby, Radiocarbon Dating, 2nd Ed., the Univ. of Chicago Press, Chicago (1955)

[4] OxCal v3.5 ; Stuiver et al., Radiocarbon 40(3) 1041-1083 (1998)

付編Ⅲ

亀ヶ谷遺跡出土鉄滓、炉壁片の分析調査

安来市体育文化振興財団和鋼博物館

村　川　義　行

1．経緯

亀ヶ谷遺跡（仁多郡仁多町大字佐白1202）出土品鉄滓、炉壁について分析調査した結果を報告する。

本遺跡は、北面部の斜面高位で厚い黒色土層面に鉄滓堆積部とその上端辺りに炉床部を思わせる炉底滓や炉壁の破片認められた。たたら跡の年代は中世かそれ以前に属すると思われている。

2．調査資料の明細および外観観察

表１に、調査資料の明細および外観観察結果を示す。

表１　出土調査品明細

資料No.	名　称	外　観　観　察	重量(g)
1	炉底滓	炉床底部位にこびり付いた皮状のスラグ。底面は黒色土に密着。上底面共に不整合凹凸面あり。錆発生し光沢なし。比重感やや軽い。	482
2	流出滓	やや平坦な地盤を流れた様子。細流集合状でやや多孔質、比重感やや重い。流動性やや良、光沢あり。暗青灰色。	1,694
3	流出滓	細い溝に溜まった形状。流動性良く光沢あり。断面は緻密で稀に大気泡あり、比重感重し。	570
4	流出滓	樹枝状で極く細い流出滓片。比重感はやや軽く、気泡少ない。光沢あり。	85
5	炉　壁	元釜基底部と推定。外面は剥離、浅黄色。内面は黄灰色で溶融。	282

3．調査品の外観写真

調査品の外観写真を写真１～写真５に示す。

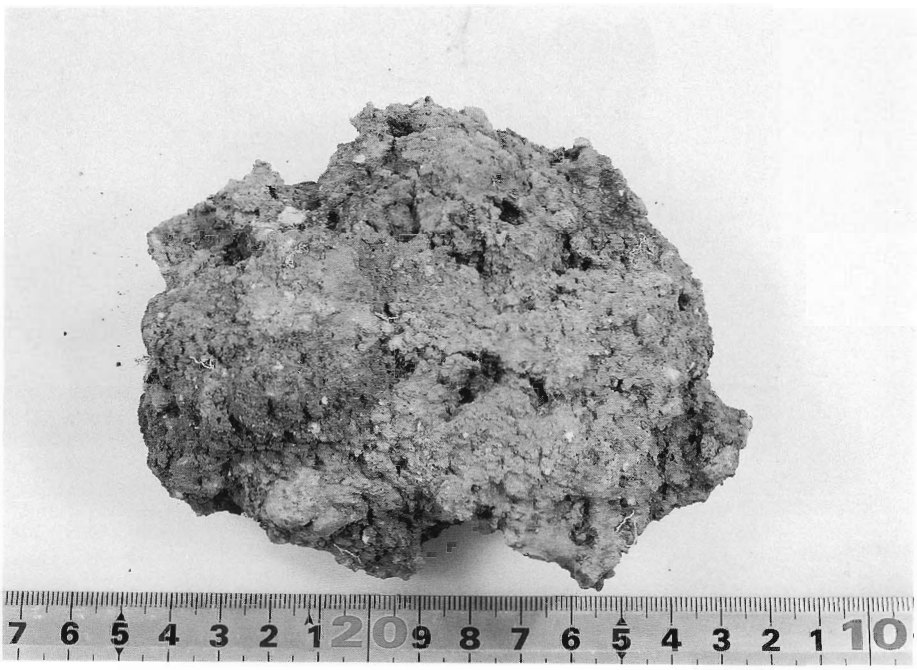
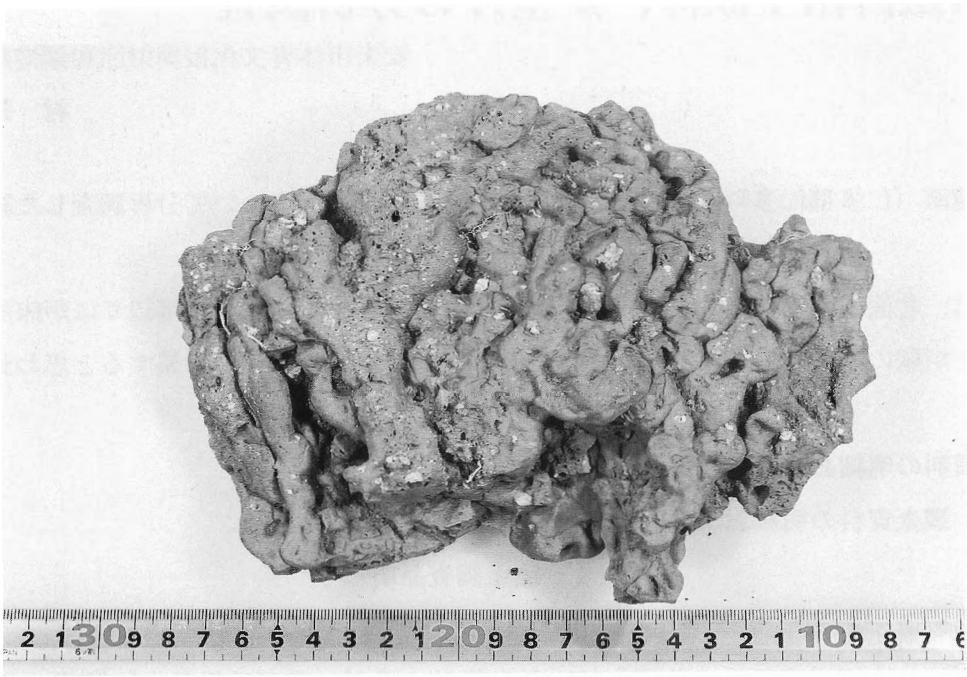
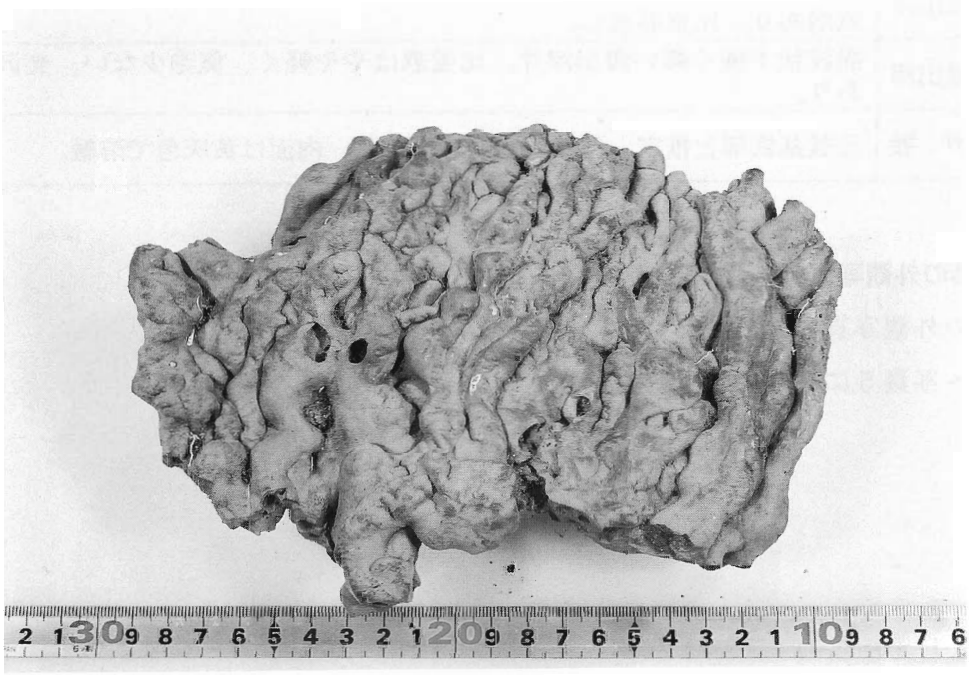


写真１

資料No.１（炉底滓）の外観（底面）



A　面

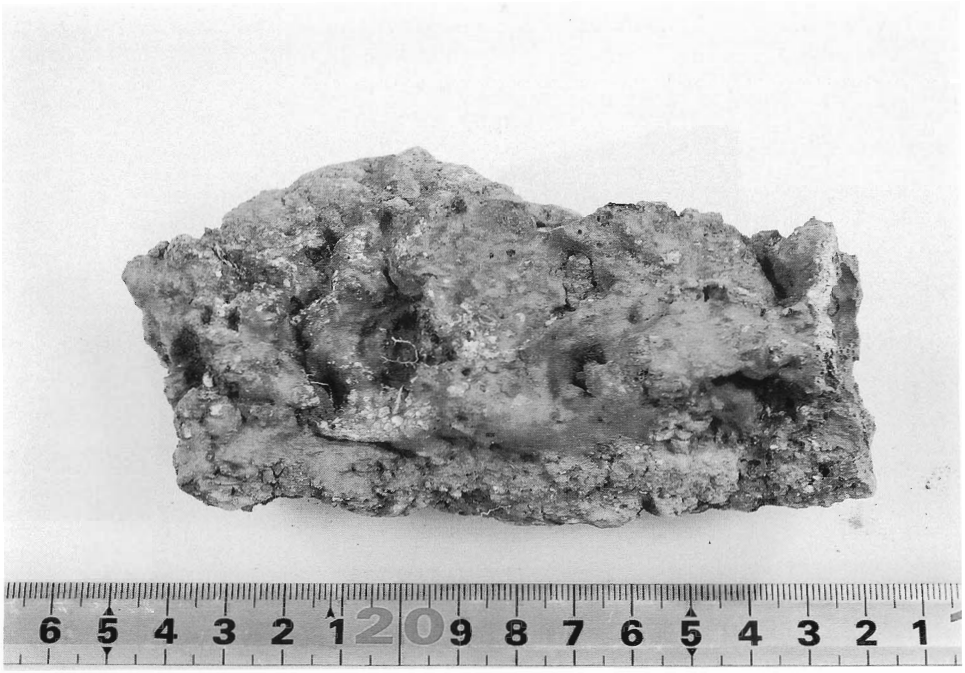


B　面

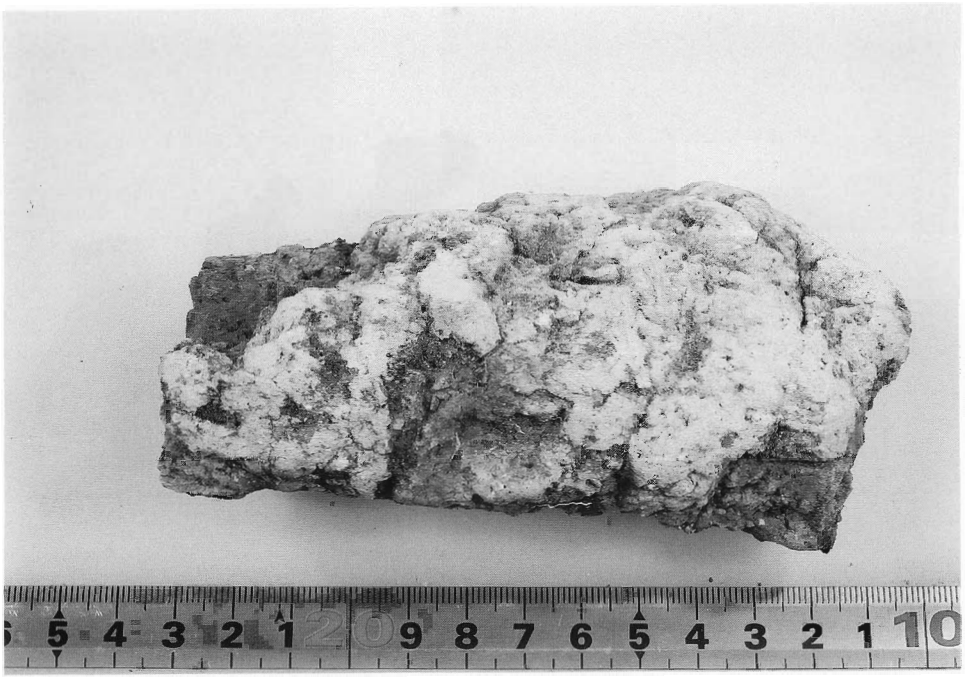
写真２　資料№.２（流出滓）の外観

写真３　資料№.３（流出滓）の外観

写真４　資料№.４（流出滓）の外観



内面（溶融部）



外面（粘土部）

写真５　資料№５（炉壁）の外観

4．化学分析結果

各資料の化学成分分析結果を表２に示す。元素中、Ｃ（炭素），Ｓ（硫黄）については、燃焼赤外線吸収法、FeO，Metal･Feは溶量法で、其の他は高周波誘導結合プラズマ発光分光分析法（ＩＣＰ）によった。

表２　化学成分分析値（wt％）

No.	名　称	SiO_2	MnO	P	S	CaO	MgO	V_2O_5	TiO_2	Cu
1	炉底滓	21.77	0.32	0.068	0.269	1.69	0.45	0.23	0.87	＜0.01
2	流出滓	24.01	0.53	0.12	0.043	2.45	0.66	0.34	1.40	＜0.01
3	流出滓	24.86	0.48	0.081	0.037	3.64	0.63	0.29	1.14	＜0.01
4	流出滓	23.84	0.60	0.12	0.040	2.92	0.72	0.35	1.55	＜0.01
5	炉壁（溶融部）	49.42	0.28	0.052	0.0064	1.60	0.75	0.10	1.23	＜0.01
	炉壁（粘土部）	56.81	0.22	0.032	0.011	0.22	0.61	0.030	1.11	＜0.01

No.	Al_2O_3	T/Fe	FeO	Fe_2O_3	M/Fe
1	5.27	45.69	23.38	39.12	0.16
2	5.43	48.87	58.11	4.83	0.32
3	5.07	44.04	54.12	2.24	0.40
4	5.17	48.70	57.31	5.45	0.34
5	20.83	15.55	15.28	4.98	0.19
	26.79	6.85	1.04	8.61	0.02

5．ミクロ組織光学金属顕微鏡観察

資料の切断面を樹脂に埋込み後ダイヤモンドペーストで研磨し、光学顕微鏡を用いて金属組織を観察した。観察結果を写真６～写真10に示す。

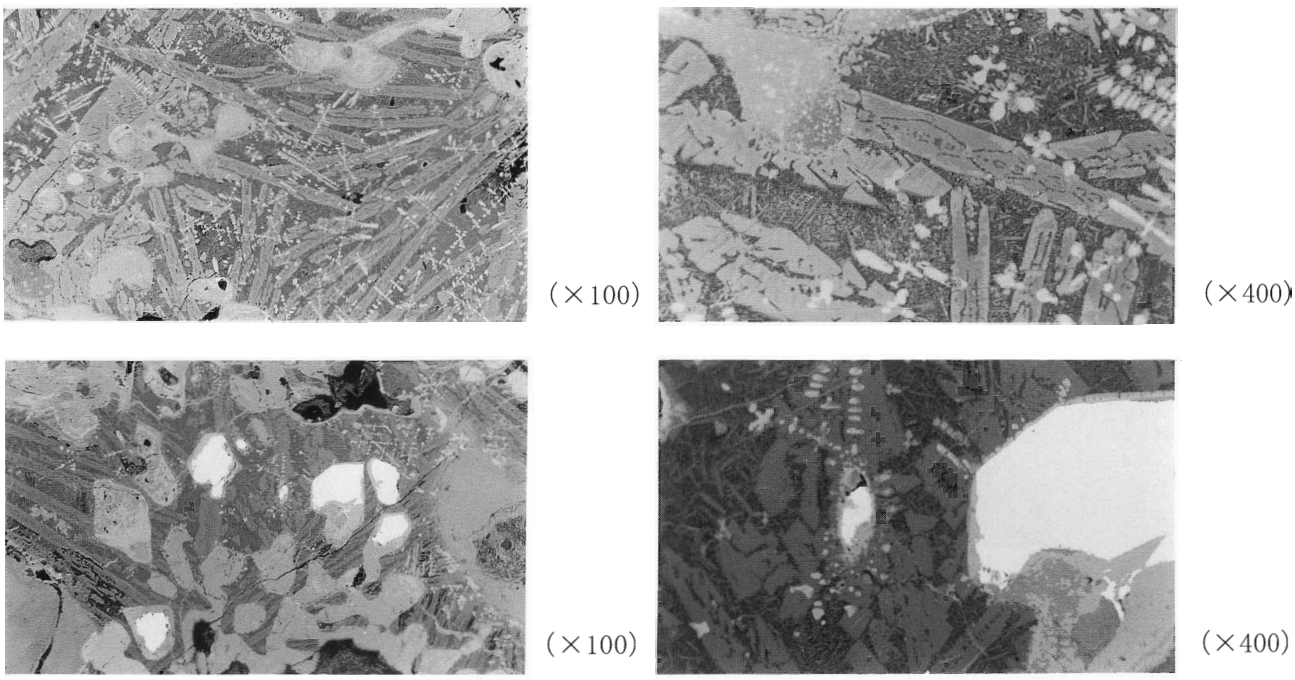


写真６　資料No.１（炉底滓）の顕微鏡組織

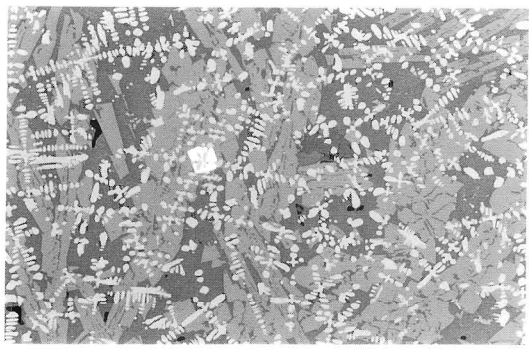
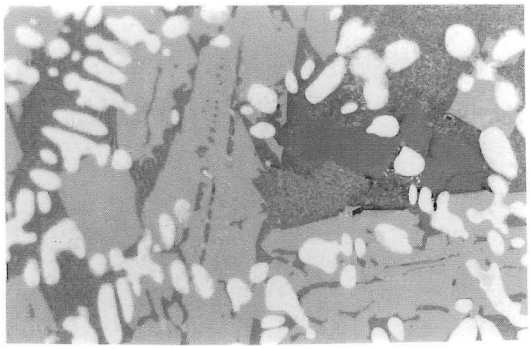

（×100）

（×400）

写真7　資料No.2（流出滓）の顕微鏡組織

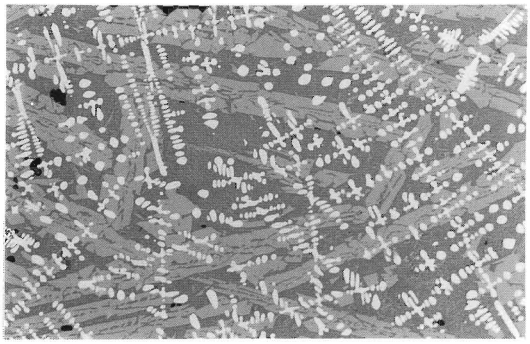
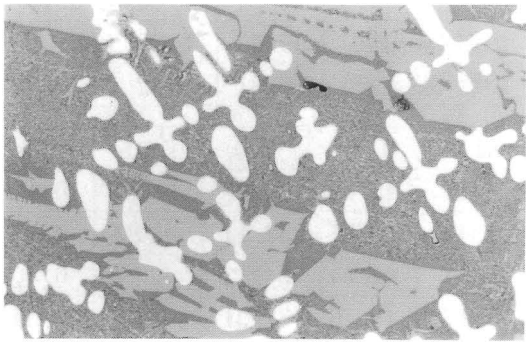

（×100）

（×400）

写真８　資料No.３（流出滓）の顕微鏡組織

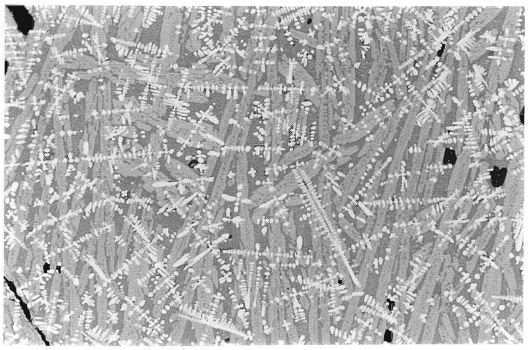
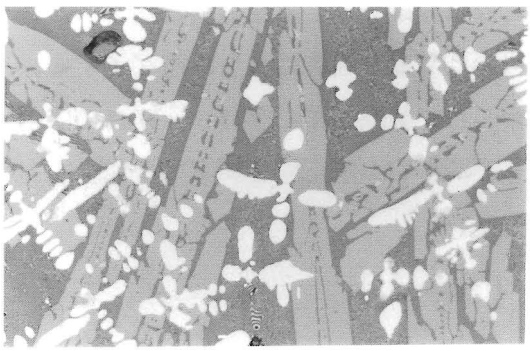

（×100）

（×400）

写真９　資料No.４（流出滓）の顕微鏡組織

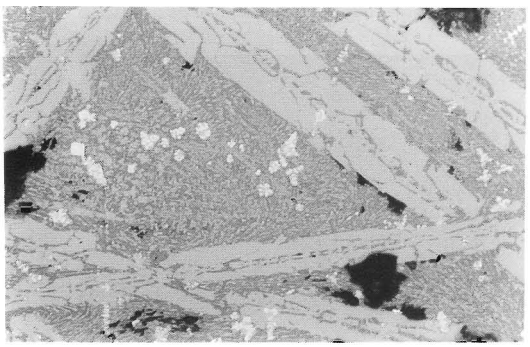
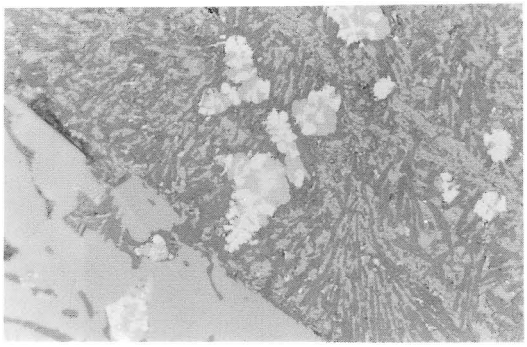
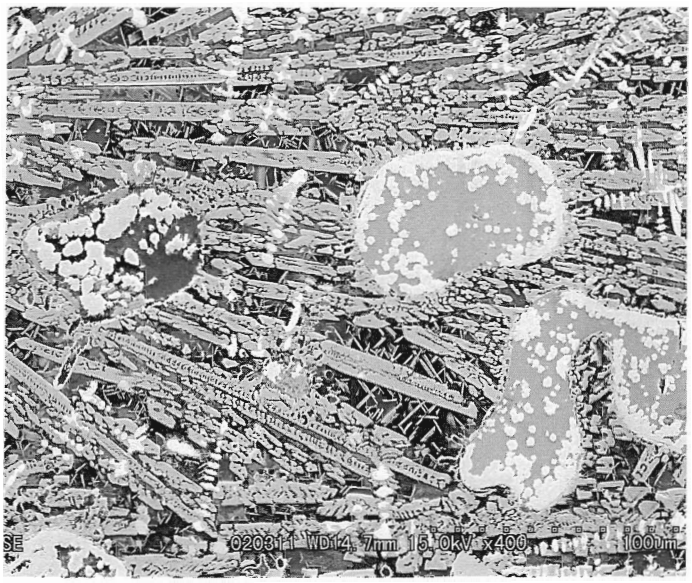

（×100）

（×400）

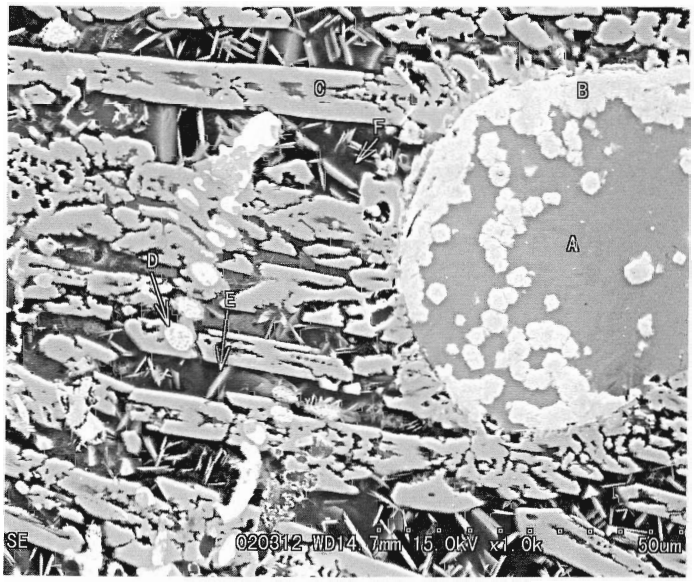
写真10　資料No.５（炉壁・溶融部）の顕微鏡組織

6．構成相の解析

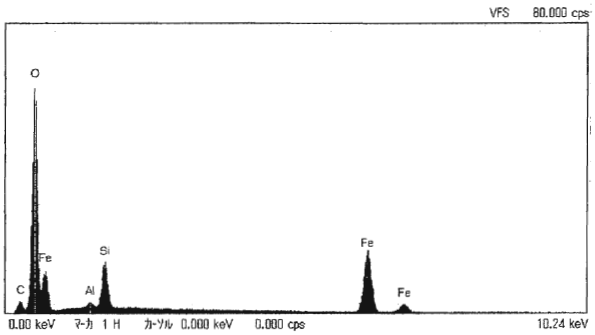
１ＳＥＭ－ＥＤＸによる組織観察および局部分析



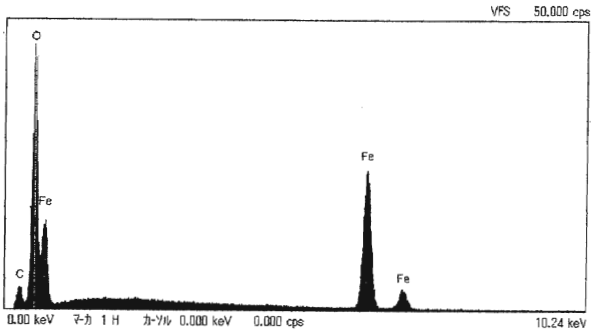
（×400）



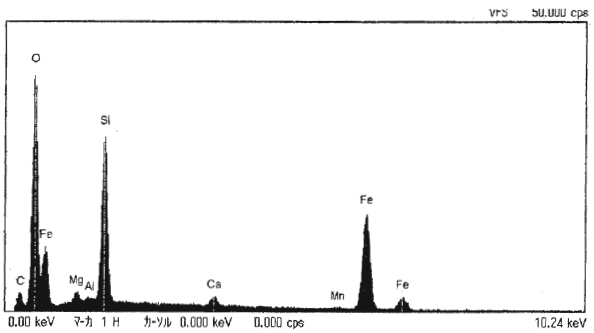
（×1000）



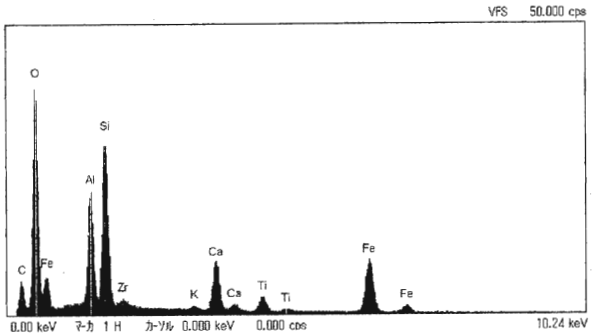
Ａ部　分析（ゲーサイト）



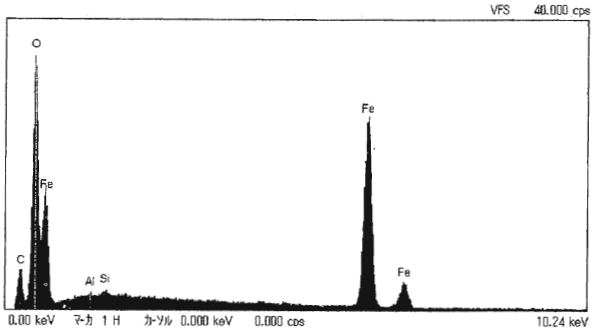
Ｂ部　分析（ヴスタイト）



Ｃ部　分析（ファイヤライト）

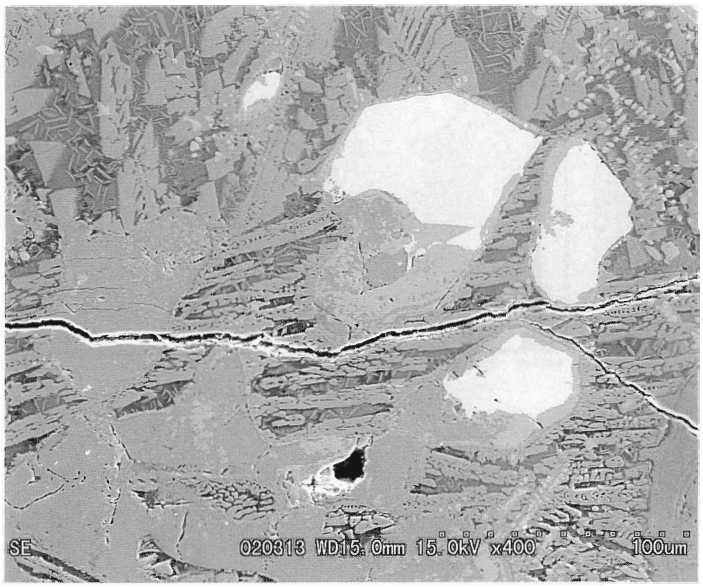


Ｅ部　分析（ガラス質）

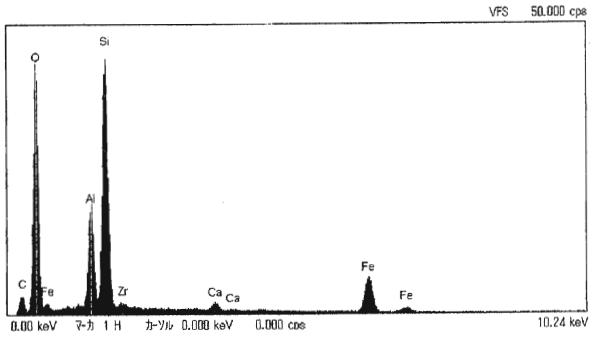


Ｄ部　分析（ヴスタイト）

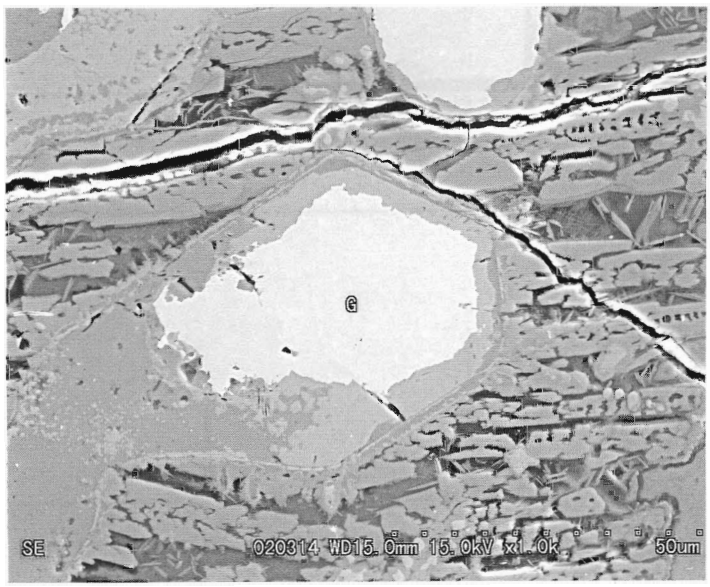
写真11　資料No.１　（炉底滓）のＳＥＭ観察像と各部のＥＤＸ分析－１



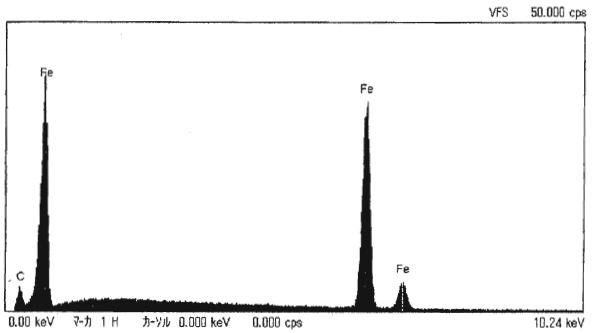
（×400）



前頁　Ｆ部　分析（ムライト）

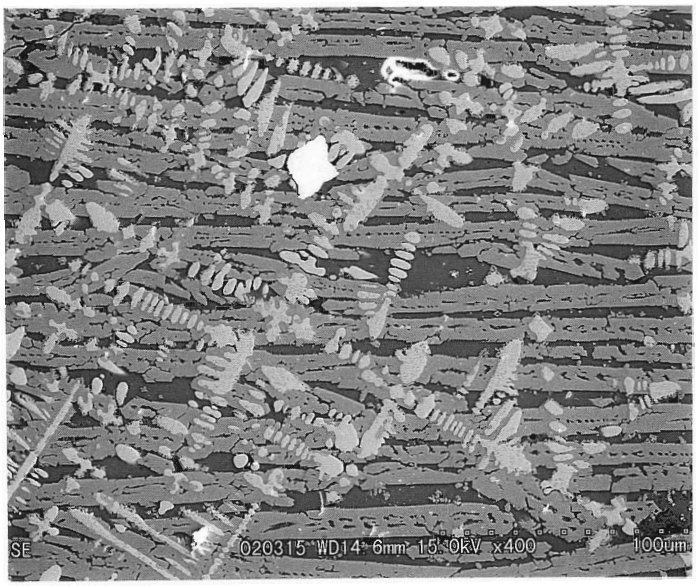


（×1000）

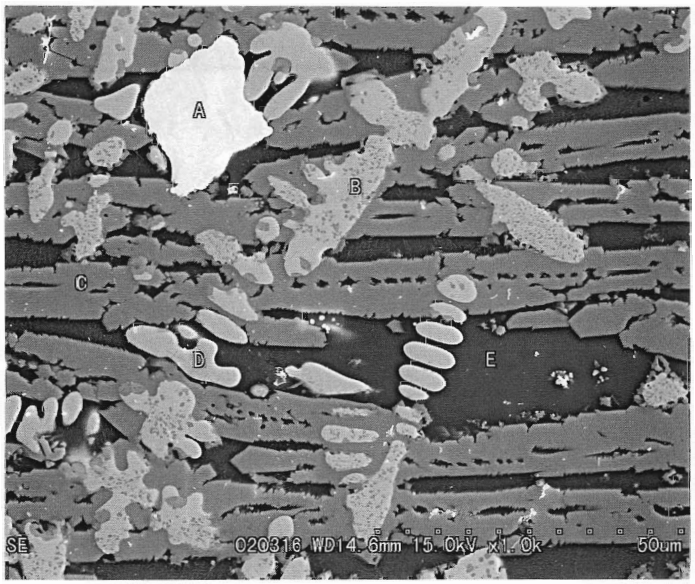


Ｇ部　分析（金属Fe）

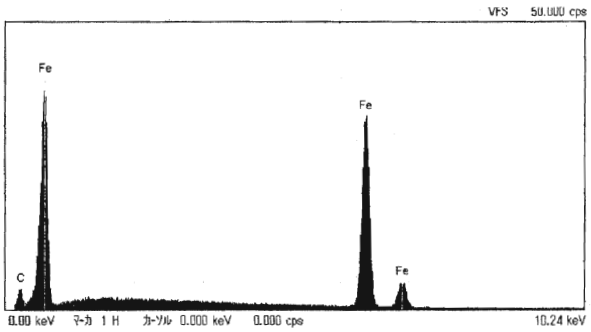
写真12　資料No.１　（炉底滓）のＳＥＭ観察像と各部のＥＤＸ分析－２



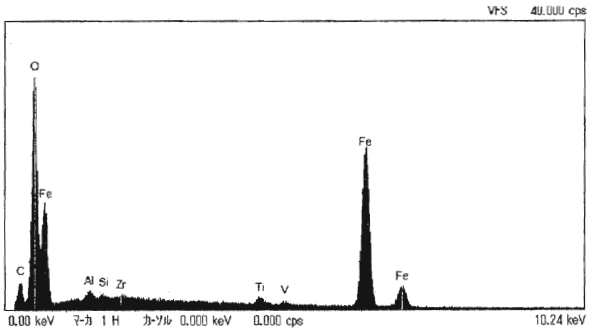
（×400）



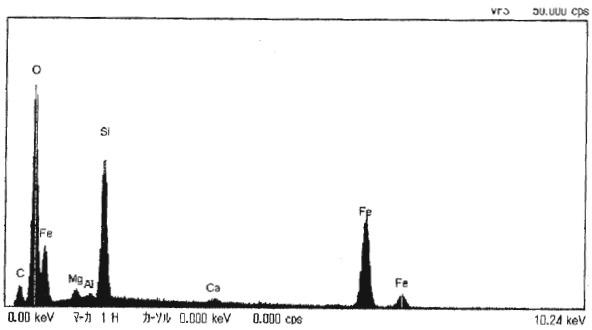
（×1000）



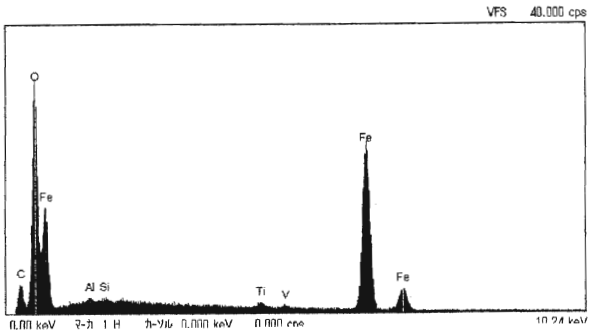
A部　分析（金属Fe）



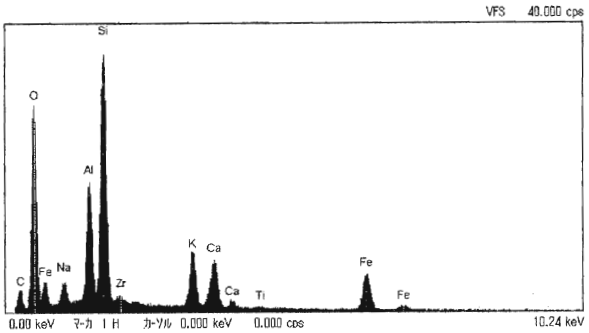
B部　分析（ヴスタイト）



C部　分析（ファイヤライト）

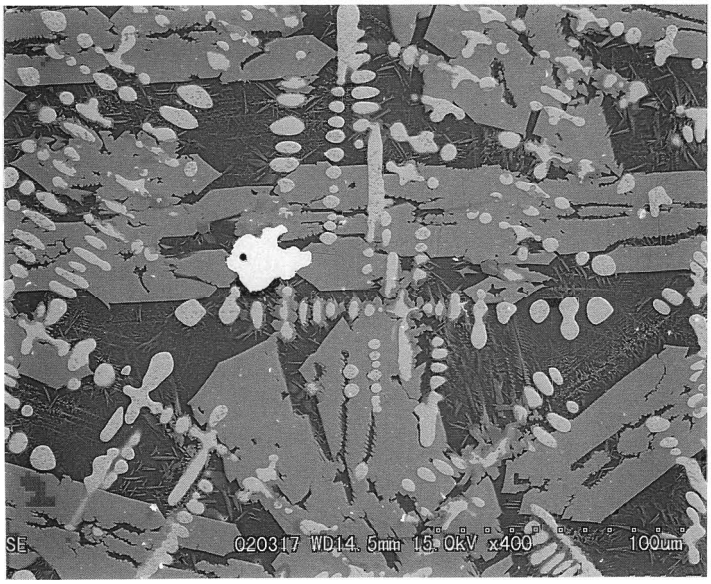


D部　分析（ヴスタイト）

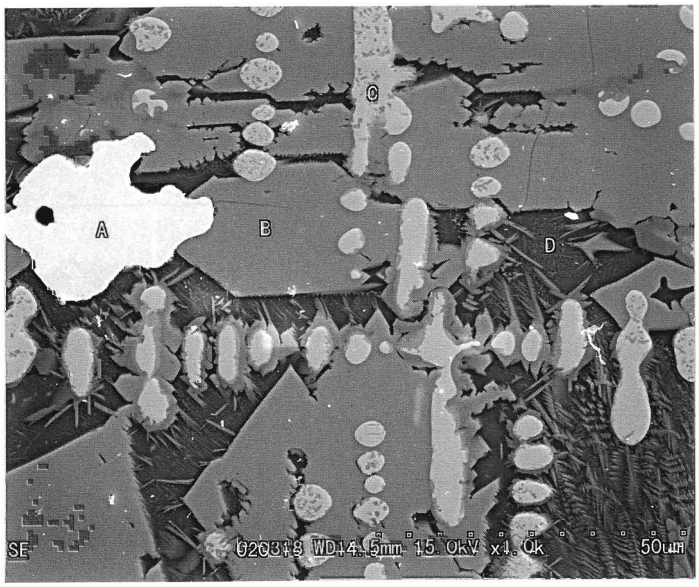


E部　分析（ガラス質）

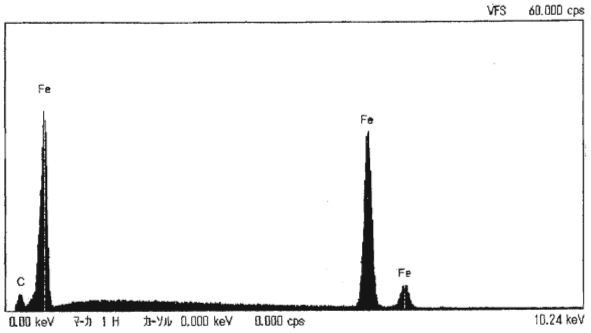
写真13　資料No.２　（流出滓）のＳＥＭ観察像と各部のＥＤＸ分析



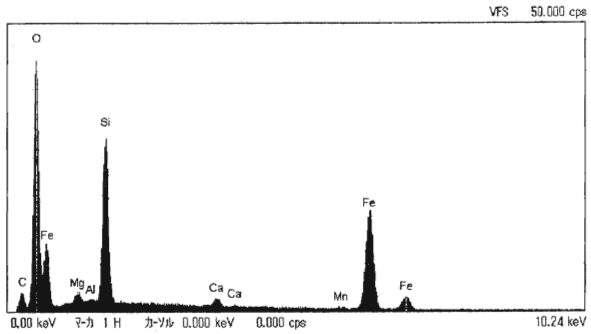
（×400）



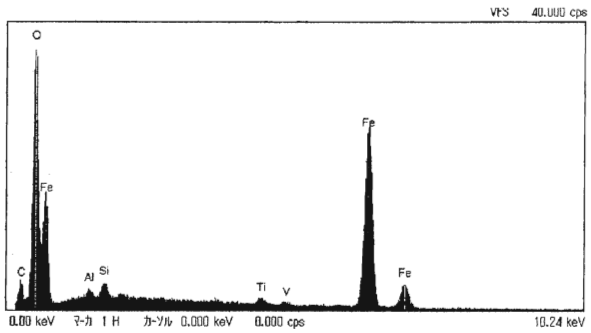
（×1000）



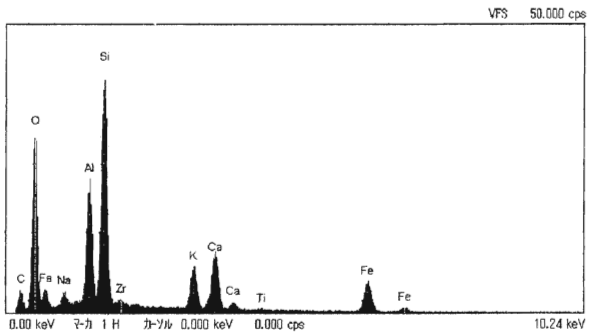
A部　分析（金属Fe）



B部　分析（ファイヤライト）

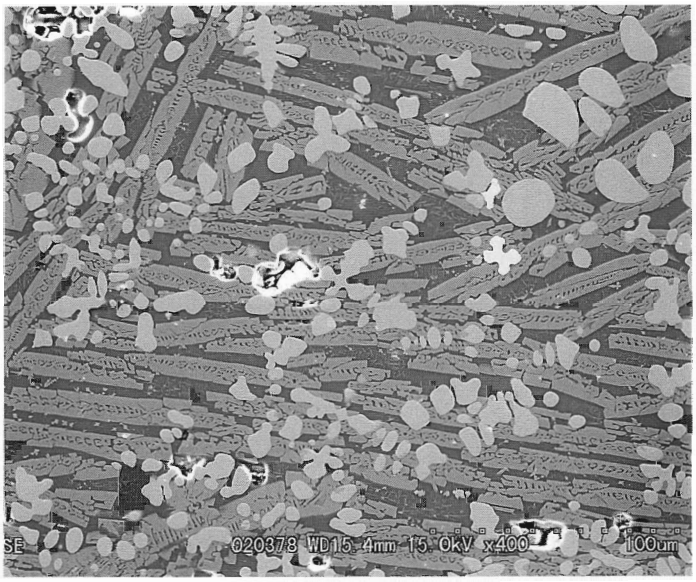


C部　分析（ヴスタイト）

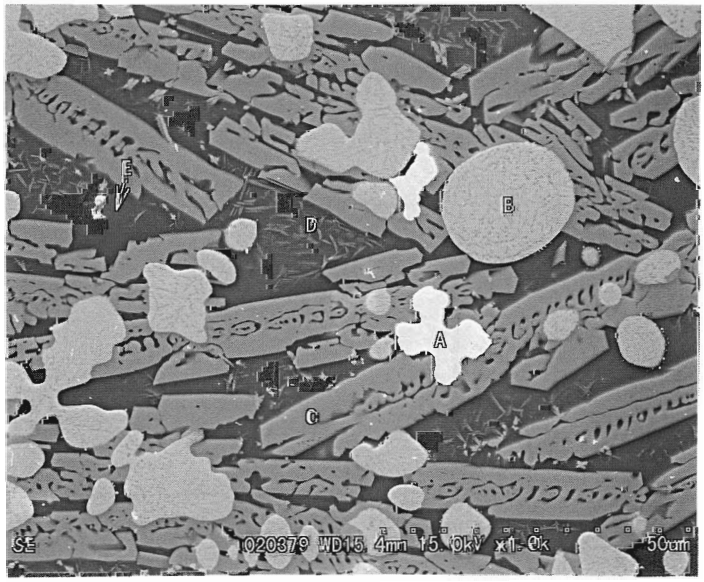


D部　分析（ガラス質）

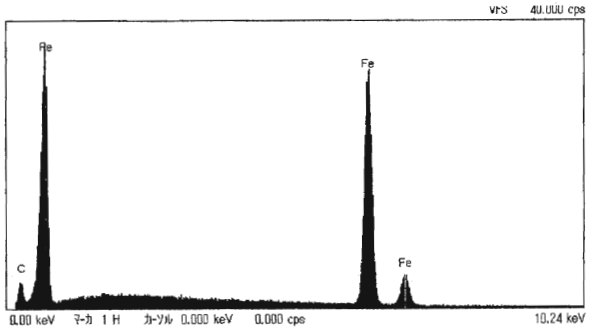
写真14　資料No.３　（流出滓）のＳＥＭ観察像と各部のＥＤＸ分析



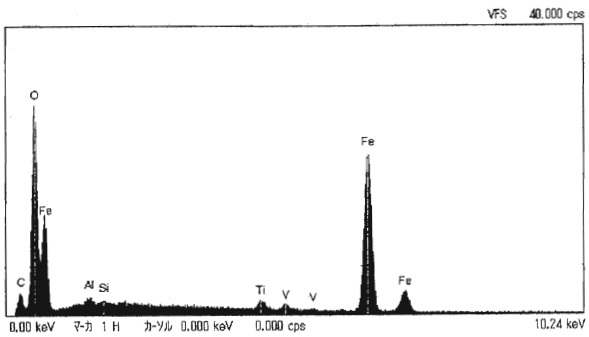
（×400）



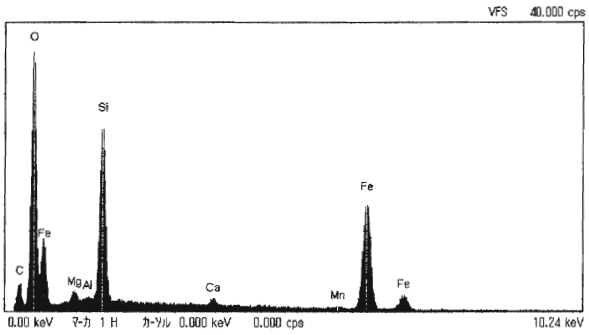
（×1000）



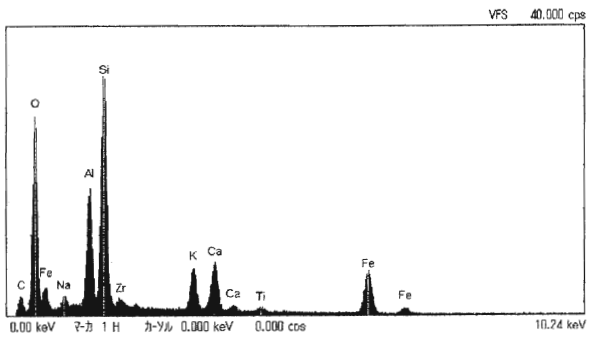
A部　分析（金属Fe）



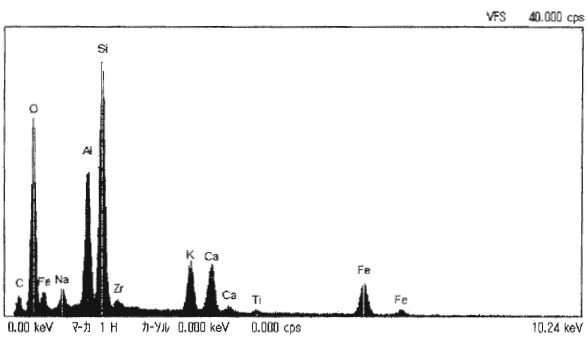
B部　分析（ヴスタイト）



C部　分析（ファイヤライト）

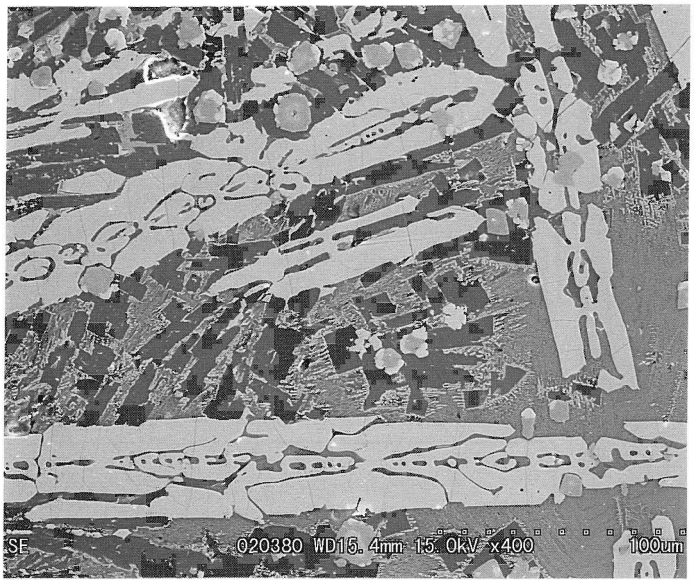


D部　分析（ヴスタイト）

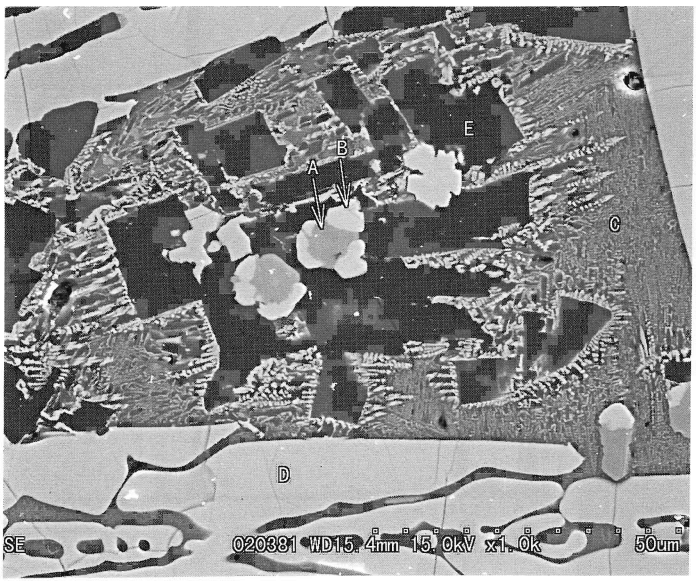


E部　分析（ガラス質）

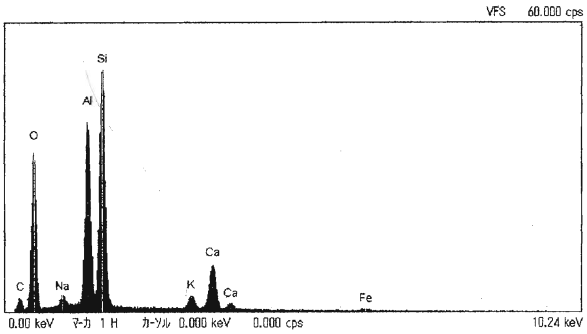
写真15　資料No.４　（流出滓）のＳＥＭ観察像と各部のＥＤＸ分析



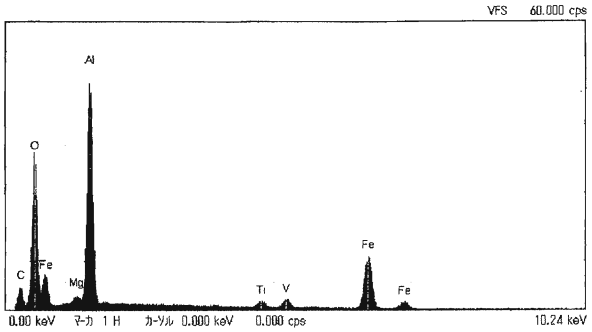
（×400）



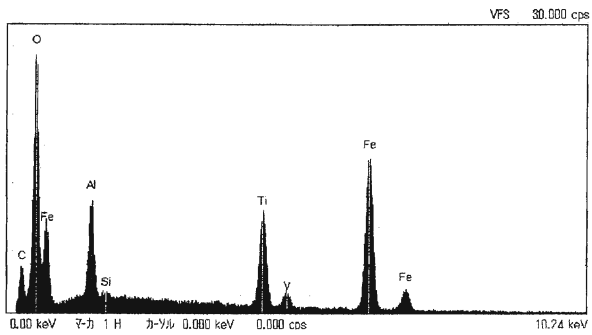
（×1000）



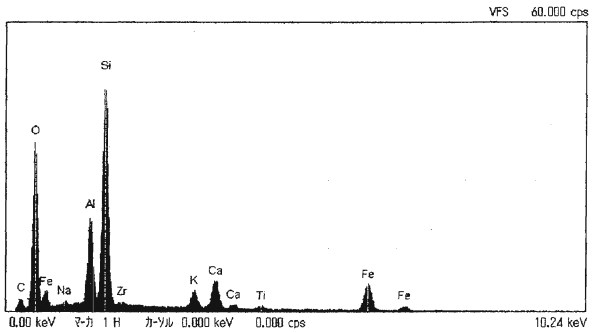
E部　分析（ガラス質）



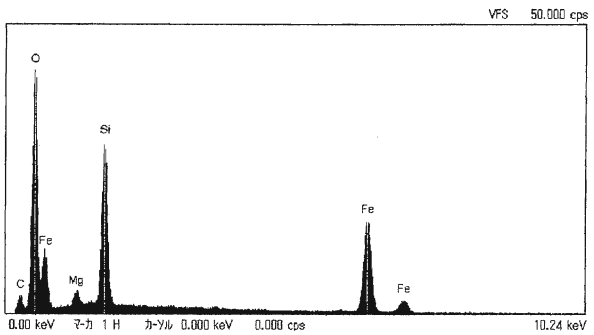
A部　分析（ハーシナイト）



B部　分析（ヴルボスピネル）



C部　分析（ガラス質）



D部　分析（ファイヤライト）

写真16　資料No.５　（炉壁・溶融部）のＳＥＭ観察像と各部のＥＤＸ分析

6．2　X線回析

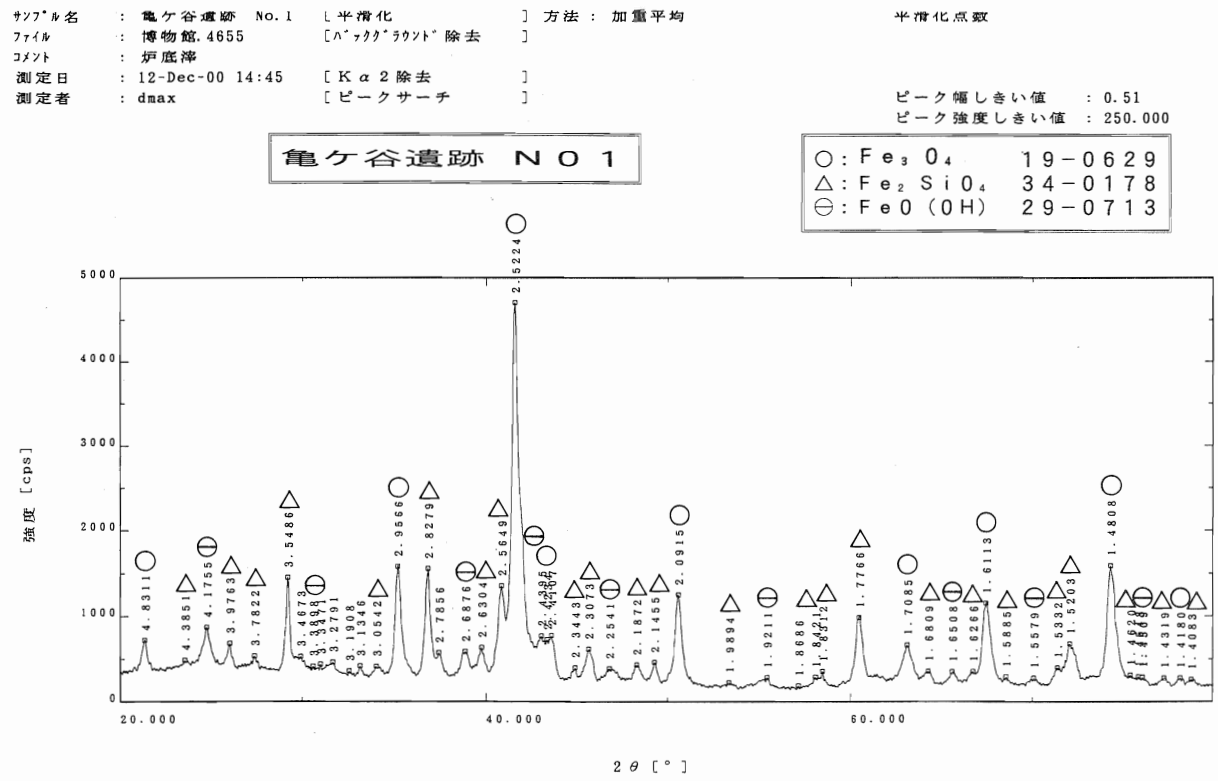


図1　　資料No.1　（炉底滓）のX線回析

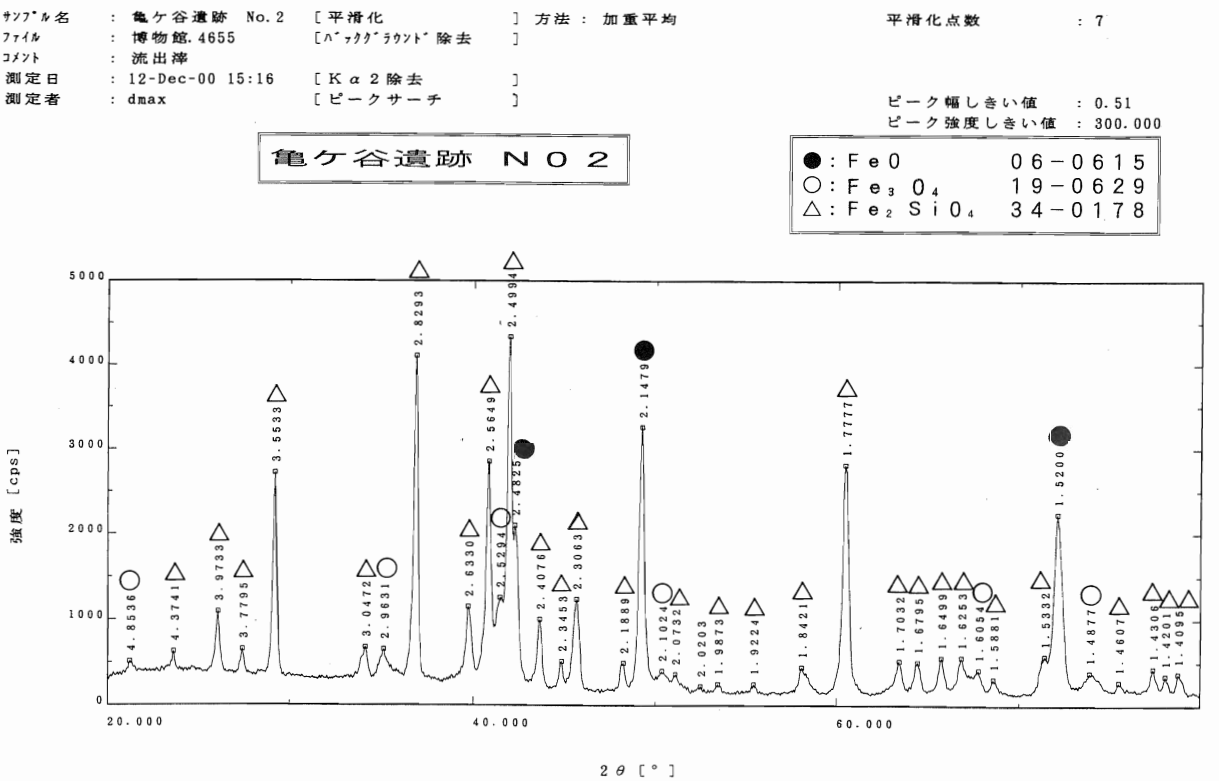


図2　　資料No.2　（流出滓）のX線回析

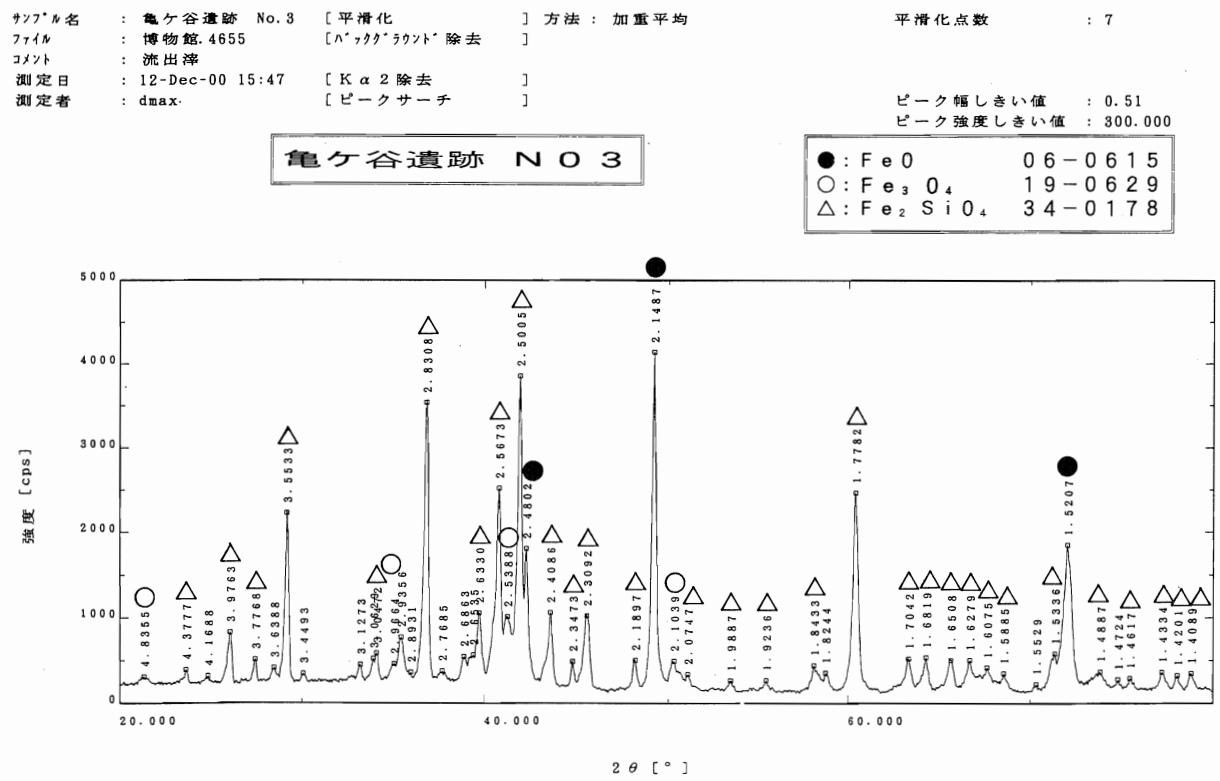


図３　　資料No.３　（流出滓）のＸ線回析

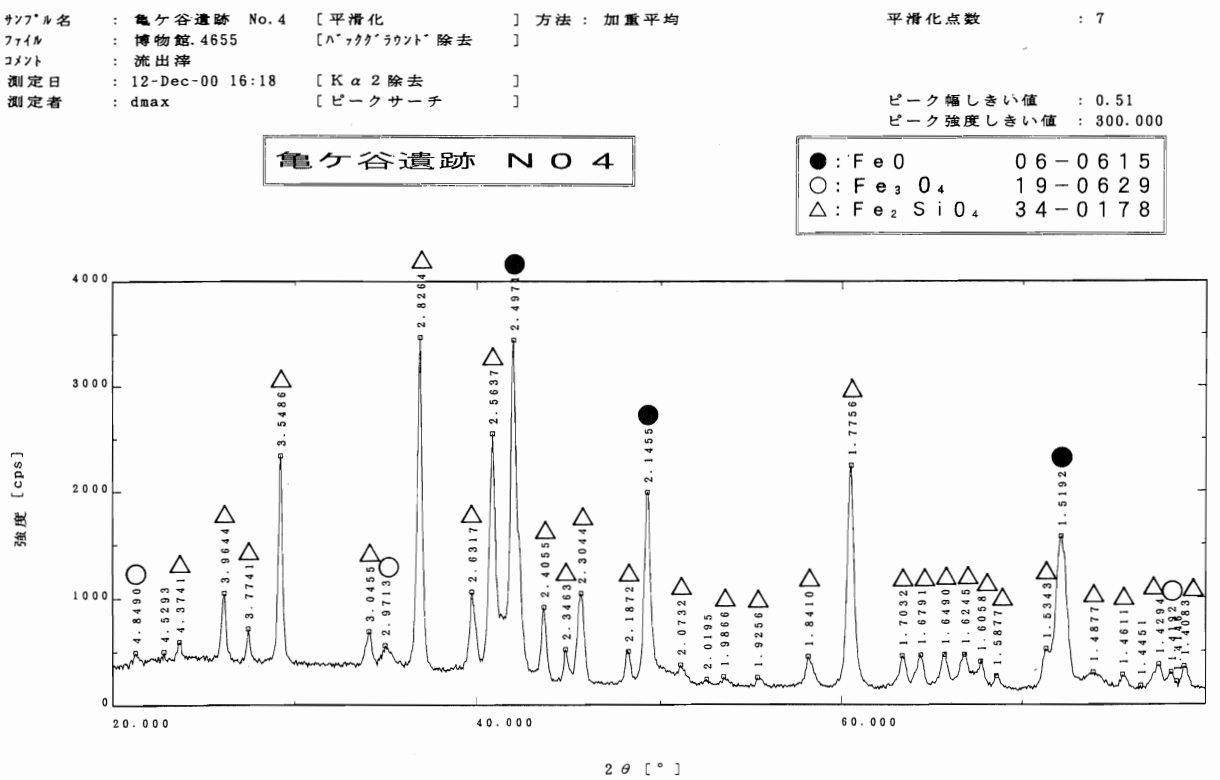


図４　　資料No.４　（流出滓）のＸ線回析

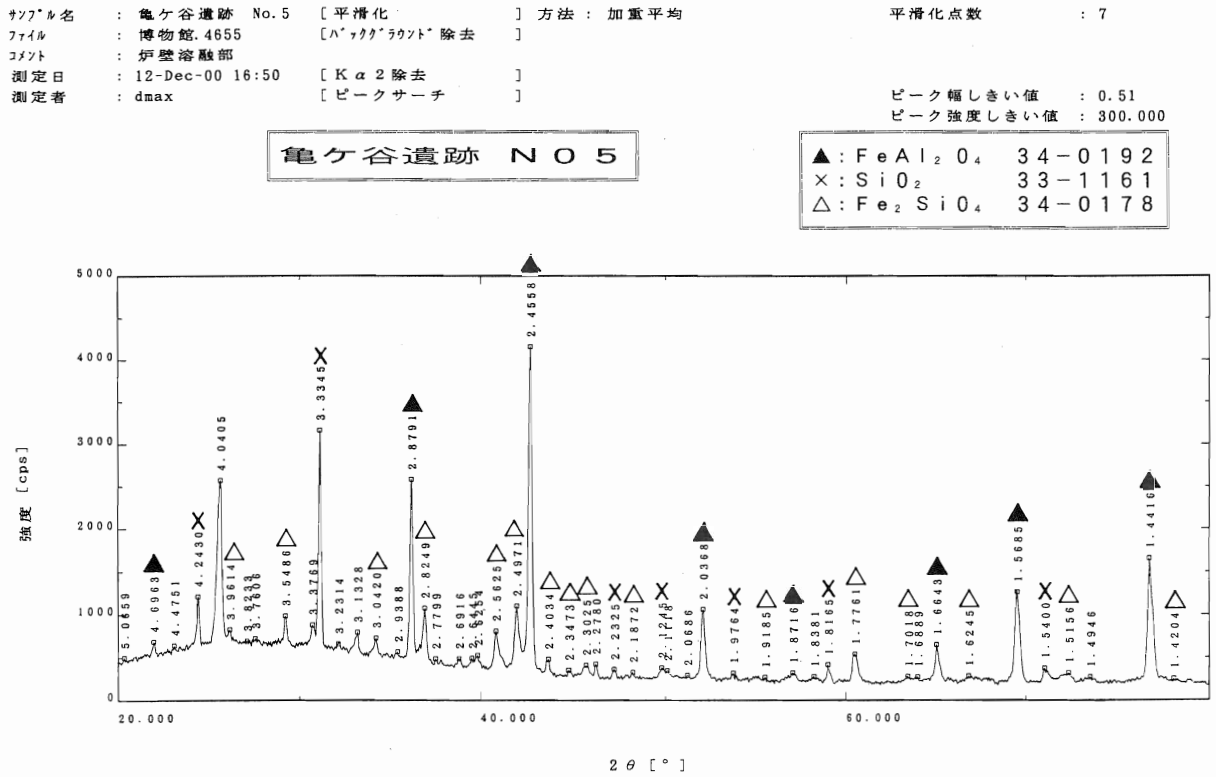


図５　　資料No.５　（炉壁・溶融部）のＸ線回析

７．まとめ

（１）資料No.１～４（鉄滓）について

資料No.１～４分析結果を、大沢正巳氏[(1)]が調査された古墳出鉄滓の化学組成および構成相のまとめを参考にして、まとめると表３のようになる。

表３　各資料の化学組成と鉱物組成

資料No.	Total Fe	造滓成分(*1)	TiO_2	V	Fe_2O_3/FeO	鉱物組成（*2）	
						Ｘ線回析	SEM－EDX
1	45.69	29.18	0.87	0.064	1.67	F,G,M	W,F,G,Mu
2	48.87	32.55	1.40	0.095	0.083	W,F,M	W,F
3	44.04	34.20	1.14	0.028	0.041	W,F,M	W,F
4	48.70	32.65	1.55	0.098	0.095	W,F,M	W,F

（*1）：造滓成分＝SiO_2＋CaO＋MgO＋Al_2O_3（*2）：F：ﾌｧｲﾔﾗｲﾄ、M：ﾏｸﾞﾈﾀｲﾄ、Mu：ﾑﾗｲﾄ、G：ｹﾞｰｻｲﾄ

全鉄分：44～49%、造滓成分：約30%は上記分類に従えば、製錬滓の範囲である。また、鉱物組成もウスタイト＋ファイヤライトを主体とした組織であることからその確度が高い。原材料が砂鉄系か鉱石系かについては、いずれもTiO_2が0.9～1.5%、またＶも0.028～約0.1%含まれることから砂鉄系であると思われるが、低いレベルであることから原料砂鉄は低Tiの真砂系であると推定される。

このうち、資料No.１については、外観形状から炉底滓と推定された鉄滓であるが、他の鉄滓

(No.２，３，４）に比べて鉄分（45.7%）、造滓成分（29.2%）ともにやや低い。また、Fe_2O_3が高くFe_2O_3／FeO＝1.7であり還元が不充分であったと推定される。また、構成する鉱物組成は、ヴスタイト＋ファイヤライトの他にゲーサイトとムライトが認められる。ゲーサイトは、残留金属鉄が風化したものであり同時にSiが検出されることから溶融還元過程で低温状態であったためSiO_2および金属鉄の分離不充分のまま、炉底に残留したと思われる。また、ムライトの存在は同様に低温状態であった為にガラス化が進まなかったものと思われる。

その他、No.１の特徴として硫黄：Ｓが約0.27%と高いが、資料の赤錆化と関係があるのか理由は不明。さらにNo.２，３，４は化学組成、鉱物組成ともによく似ている。外観形状よりいずれも流出滓と判断されるがその流れは細かく炉の規模はそれほど大きくはないと判断される。すなわち、No.４は細かい間欠的流れが固化したものを示し、No.２、３はこれらが集合した物であるが、No.２は、流れがやや連続的になりミミズ腫れ状に、No.３は流動性が良好であったため貯溜し表面が滑らかな塊状になったものと推定される。

また、資料No.２，３，４について、操作法が鍛押し的か銑押し的かを推定のため、FeO-TiO_2-SiO_2構成比を既知データーと比較すると、図６に示すようになり、本資料鉄滓は、鍛押し操業により生成したものと推察される。

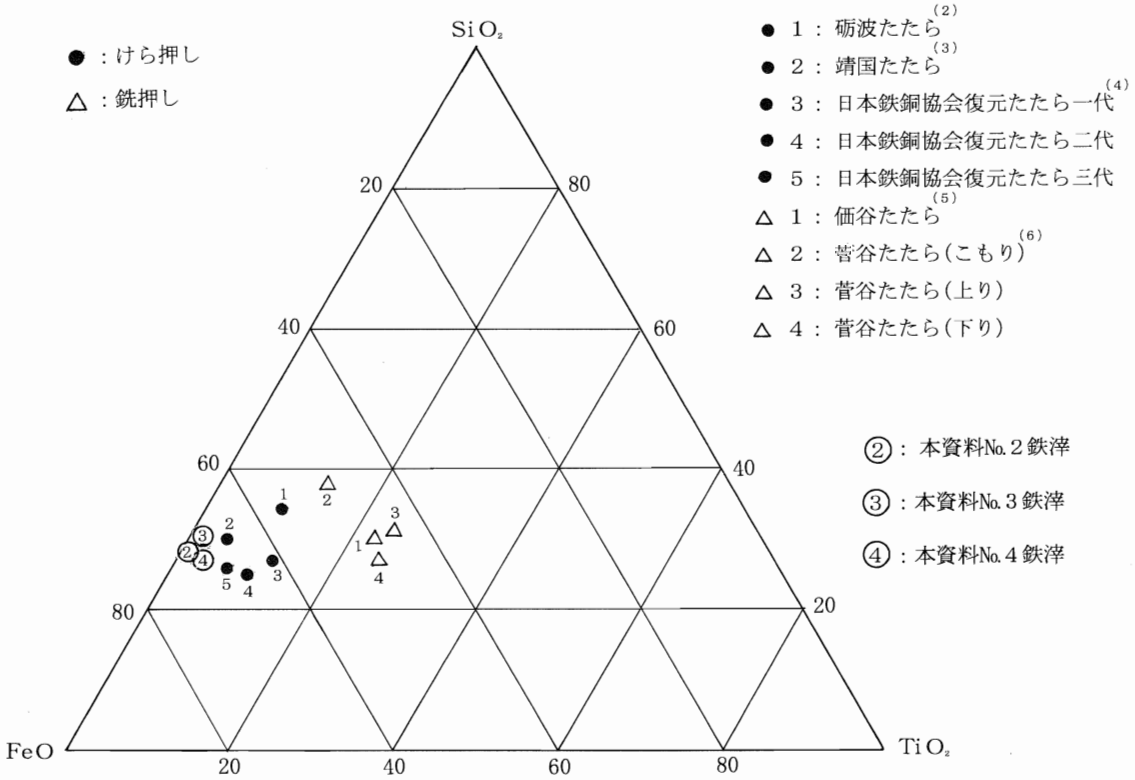


図６　　FeO－TiO_2－SiO_2　構成比

（2）資料No.5（炉壁）について

化学組成について、従来調査の製錬炉、鍛冶炉の炉壁組成と比較してみると、表4に示すようになる。

表4の外壁土質のSiO_2、Al_2O_3によれば、鍛冶炉的な炉壁組成であるが、内壁（溶融部）についてみると、鉄、CaOの富化率が高く、また、オーガイト：$(Ca,Fe,Mg)SiO_2$が構成鉱物組成として認められることから製錬炉の炉壁片であると判断される。製錬炉とした場合、SiO_2（約57%）が低い特徴がありスラグ生成には不利といえるが、Al_2O_3（約27%）が高く耐火性にすぐれた土質であるといえる。また、TiO_2（1.1%）が高く、T・Fe（6.8%）も 高めであることから砂鉄分をかなり多く含んでいると推察される。

SiO_2 はスラグの融点を下げ溶湯との分離を容易にするために必要な組成であり、不足の場合はその作用を補うため炉中へCa分の添加が考えられるが、本調査の資料No.1～No.4鉄滓がNo.5炉壁片に関わる炉で製錬されたとすれば、そのようなことはなかったと言える。

表4　炉壁の分析結果まとめ

資料	外壁（粘土部）				内壁（溶融部）			
	SiO_2	Al_2O_3	T・Fe	Al_2O_3/SiO_2	Fe	CaO	FeO/Fe_2O_3	鉱物組織（※）
No.5	56.81	26.79	6.85	0.47	2.27	7.27	3.07	FeO、$(Ca,Fe,Mg)SiO_2$
製錬炉 (3)(4)(5)(7)	64.4～77.1	13.1～18.6	1.9～3.4	0.19～0.28	2.4～3.1	増加	高い	TiO_2系, SiO_2系 Al_2O_3系
鍛冶炉 (8)(9)	54.3～56.0	19.1～24.6	3.5～7.1	0.35～0.45	〈2.3	変化無し	低い	FeO、Fe_3O_4 $FeO+Fe_2SiO_4$

（※）Fe_3O_4：マグネタイト、FeO：ウスタイト、Fe_2SiO_4：ファイヤライト、
$(Ca,Fe,Mg)SiO_2$ ：オーガイト、SiO_2 ：シリケート、Al_2O_3：アルミナ

8．結論

（1）資料No.1は低チタン砂鉄を始発原料とした製錬滓で、炉底に残留した鉄滓と思われる。

（2）資料No.2、3、4、は低チタン砂鉄を始発原料とした製錬滓で形状、光沢より流出滓と思われる。

（3）資料No.5は製錬炉の炉壁片であると思われる。

以上分析は、日立金属㈱冶金研究所、㈱ハイメック中国事業所が実施し、和鋼博物館村川義行が報告書にまとめた。

引用文献

（1）大沢正巳：日本製鉄史論集「古墳出土鉄滓からみた古代製鉄」　たたら研究会（昭和58年）

（2）中村信夫：鉄と鋼、11（1955）、225

（3）小塚寿吉：鉄と鋼、52（1966）、1763

（4）日本鉄鋼協会編：たたら製鉄の復元とそのケラについて（昭和46年）

（5）俵　国一：古来の砂鉄製錬法　丸善（1933）

（6）和鋼博物館調査報告：頓原町泉原たたら跡出土鉄片および鉄滓の調査（昭和58年）

（7）和鋼博物館調査報告：鳥上作刀鍛錬場鍛冶滓の調査（昭和63年）

（8）和鋼博物館調査報告：塩田中新田製鉄遺跡出土鉄滓の調査（平成５年）

（9）和鋼博物館調査報告：庄原市則清遺跡出土鉄の調査（平成５年）

報 告 書 抄 録

フリガナ	トノガサコ　ニシオシャ　カメガタニ　シベイシ　トキボトケ　トキボトケヤマ
書名	殿ヶ迫横穴墓群　西尾社遺跡　亀ヶ谷遺跡　シベ石遺跡　時仏遺跡　時仏山横穴墓
副書名	尾原ダム建設予定地内埋蔵文化財発掘調査報告書
編集者名	杉原 清一・野津 旭・藤原 友子・赤名卓大
編集機関	仁多町教育委員会（埋蔵文化財調査室）
所在地	〒699-1511 島根県仁多郡仁多町三成358-1 TEL0854-54-2540
発行年月日	西暦2001年７月

フリガナ 所収遺跡名	フリガナ 所在地	コード 市町村	コード 遺跡番号	北緯	東経	調査期間	調査面積(㎡)	調査原因
トノガサコ 殿ヶ迫横穴墓群	シマネケンニタグンニタチョウ 島根県仁多郡仁多町 オオアザサジロ 大字佐白1278	32341	134	35°13′05″	132°58′53″	2000.07.27 ～ 2000.09.27	1000	ダム建設
ニシオシャ 西尾社遺跡	シマネケンニタグンニタチョウ 島根県仁多郡仁多町 オオアザサジロ 大字佐白1287外	〃	135	35°12′58″	132°58′48″	2000.09.28 ～ 2000.12.08	1030	〃
カメガタニ 亀ヶ谷遺跡	シマネケンニタグンニタチョウ 島根県仁多郡仁多町 オオアザサジロ 大字佐白1202	〃	136	35°13′09″	132°59′30″	2000.06.15 ～ 2000.07.26	950	〃
シベイシ シベ石遺跡	シマネケンニタグンニタチョウ 島根県仁多郡仁多町 オオアザサジロ 大字佐白1183外	〃	137	35°12′54″	132°59′21″	2000.05.19 ～ 2000.06.14	250	〃
トキボトケ 時仏遺跡	シマネケンニタグンニタチョウ 島根県仁多郡仁多町 オオアザサジロ 大字佐白1182外	〃	138	35°12′52″	132°59′42″		621	〃
トキボトケヤマ 時仏山横穴墓	シマネケンニタグンニタチョウ 島根県仁多郡仁多町 オオアザサジロ 大字佐白1179	〃	139	35°12′47″	132°59′21″	2000.10.04 ～ 2000.10.11	700	〃

所収遺跡名	種別	主な時代	主な遺跡	主な遺物	特記事項
殿ヶ迫横穴墓群	横穴墓	古墳時代後期	横穴墓（５穴） 後背墳丘	須恵器	人骨２体(♂♀) 歯牙17ヶ（♂）
西尾社遺跡	砦跡 社祠跡	中世末 中世	虎口・掘割り路 社殿跡	土師質土器、古銭 土師質土器、陶器	
亀ヶ谷遺跡	製鉄跡 遺物散布地	古代 縄文～奈良		鉄滓、炉壁片 縄文土器、石鏃、弥生土器、土師器、須恵器、磨石、石皿	
シベ石遺跡	社祠跡	中世末～近世前	社祠基壇		
時仏遺跡			小マウンド		
時仏山横穴墓	横穴墓	古墳時代	横穴墓（１穴）	玉類	伏臥人骨１体（♀）

殿ヶ迫横穴墓群
西尾社遺跡
亀ヶ谷遺跡
シベ石遺跡
時仏遺跡
時仏山横穴墓

尾原ダム建設予定地内
埋蔵文化財発掘調査報告書
2001年７月

発行　仁多町教育委員会
〒699-1511島根県仁多郡仁多町三成358-1
TEL0854-54-2540
印刷　(有)木次印刷
島根県飯石郡三刀屋町1635