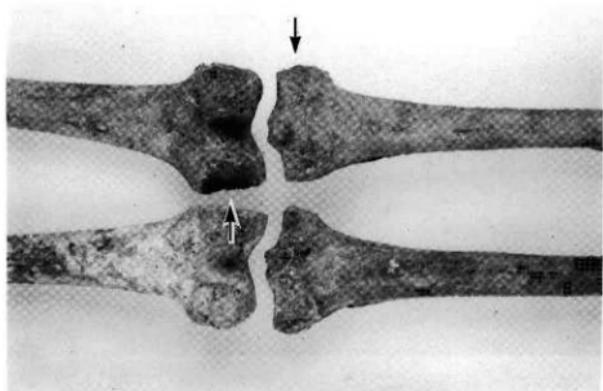


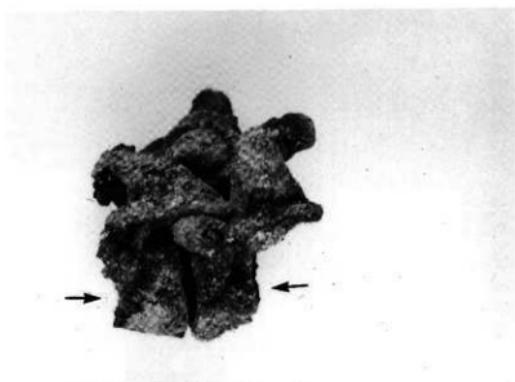
寛骨大半骨切痕（鋭角） 矢印



右大腿骨内側上頸後面の創 下矢印
右脛骨外側外側頸後面の創 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¹⁴C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¹⁴C年代測定結果について報告する。

2. 原理と約束ごと

¹⁴C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¹⁴C濃度は大気中の¹⁴C濃度とはほぼ等しく、その後新たな¹⁴Cの取り込みは行われないので¹⁴Cはその半減期で減少する。したがって生物遺体中の¹⁴C濃度（A）と、その生物が生きていたときの¹⁴C濃度（A₀）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¹⁴C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、A₀は、現在の自然界の¹⁴C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（A₀）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¹⁴C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、小片に碎く
- ②IN-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°C、6時間処理し炭化物とした

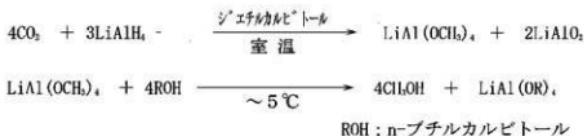
2) メタノールの合成

炭化物試料を燃焼管中で燃焼させ炭酸ガス(CO₂)とし、このCO₂をLiAlH₄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CO₂とLiAlH₄を直接反応させる方法である。分離法は試料量が少ないと適用する。

筆者より出上の試料（OR-151）については試料量が少量のため、CO₂とLiAlH₄を直接反応させる方法である。分離法は試料量が少ないと適用する。

CO₂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。



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CO₂を発生させ、このCO₂をLiAlH₄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¹⁴C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. ¹⁴C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NSTシュウ酸値は、13.576±0.020dpm/gCを用いた。計算に際して¹⁴C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、¹⁴C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おり、年代値の後にB.P.を添えるのが慣例である。

¹⁴C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¹⁴C年代値の結果を示す。また校正曲線(OxCal v3.5, 1998) [4] を用いて¹⁴C年代から暦年代(範囲と確率)を算出した。

¹⁴C 年代、曆年代とともに 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(曆年代) 範囲	確率
亀ヶ谷遺跡木炭	OR-150	967±32BP	1022AD~1042AD	(0.36)
			1093AD~1118AD	(0.39)
			1140AD~1154AD	(0.24)
殿ヶ迫横穴墓群木炭	OR-151	1378±41BP	643AD~670AD	(1.00)

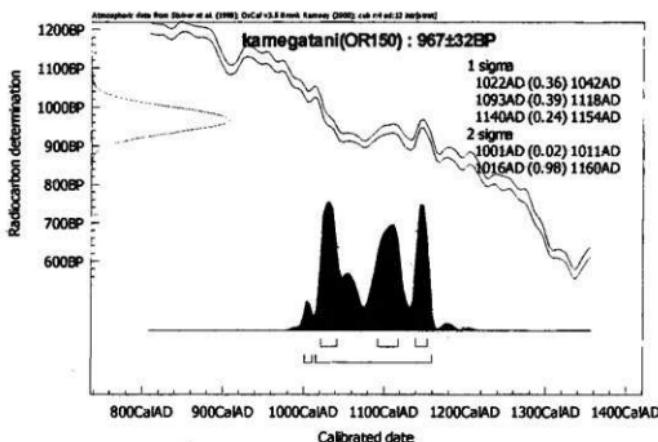
データ

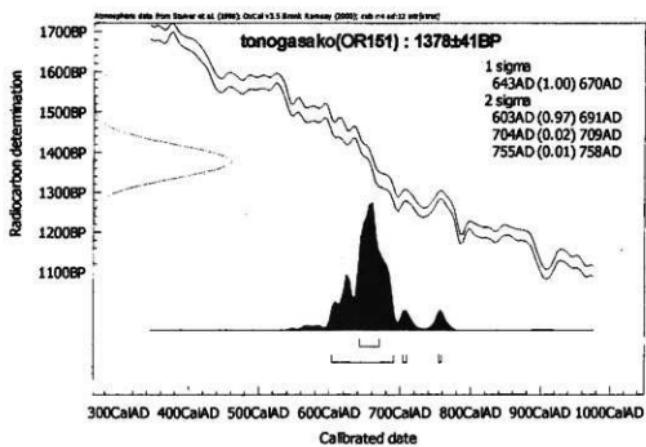
* δ -15 (Nist)

(但し NBS シュウ酸 S 18-19DATA 使用)

* δ -22.9 (Sample)

	BG	dev	Scpm	dev	Sdpm	dev	Eff (tSTE)	C(g) (μg-f.g)	dpm/gC	L.TIMe dev (min)	BP	NIST dev	BP dev (Delta補正)
2000/11/10													
OR-150	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	13.576 ± 32 ± 0.020	967±32
亀ヶ谷遺跡													
2000/11/16													
OR-151	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	13.576 ± 41 + 0.020	1378±41
殿ヶ迫横穴墓群													





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銅博物館

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。流动性やや良、光沢あり。暗青灰色。	1,694
3	流出滓	細い溝に溜まった形状。流动性良く光沢あり。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

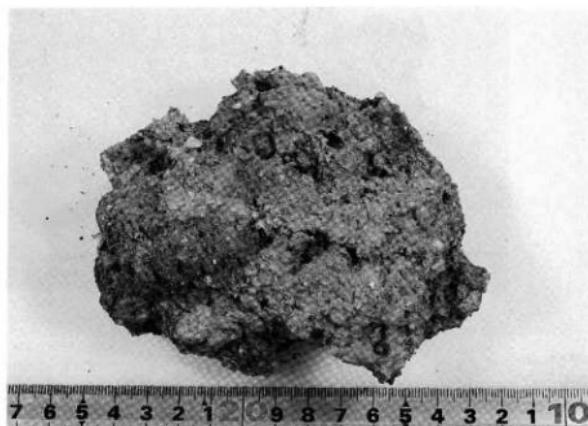
調査品の外観写真を

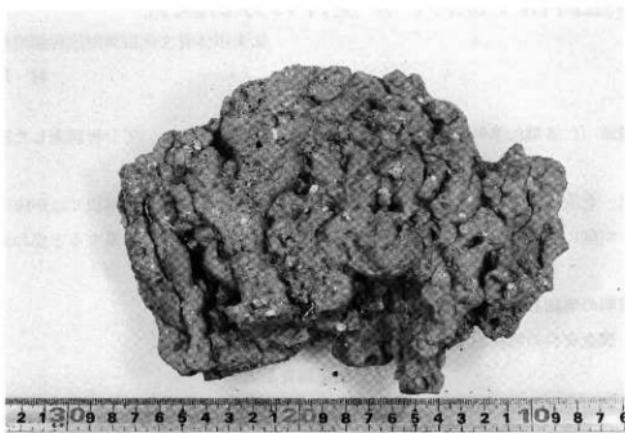
写真1～写真5に示す。

写真1

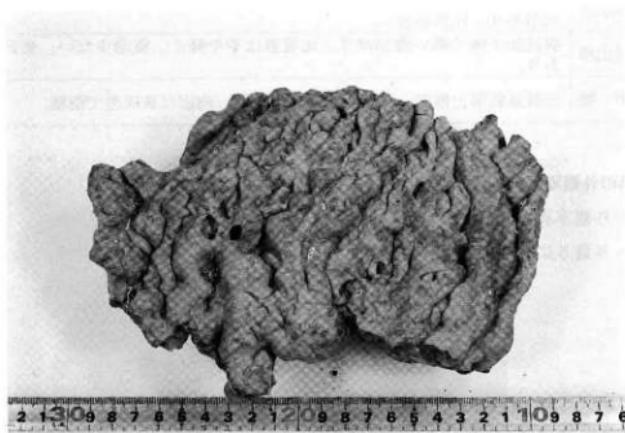
資料No.1（炉底滓）

の外観（底面）





A 面



B 面

写真2 資料No.2 (流出津) の外観



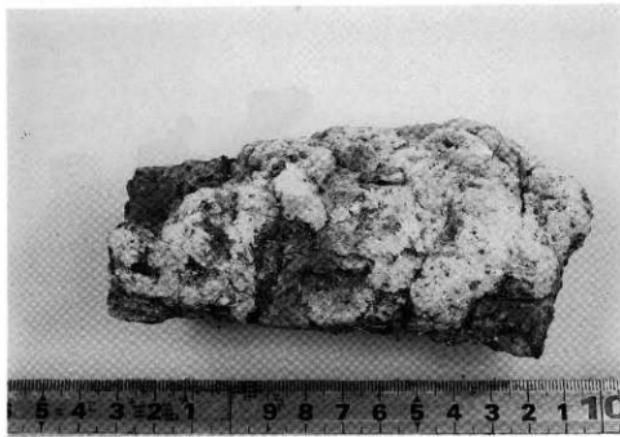
写真3 資料No.3（流出溝）の外観



写真4 資料No.4（流出溝）の外観



内面（溶融部）



外面（粘土部）

写真5 資料No.5（かわ壁）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、其の他のは高周波誘導結合プラズマ発光分光分析法(ICP)によった。

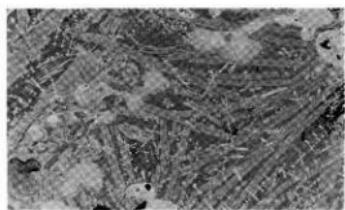
表2 化学成分分析値(wt%)

Na	名 称	SiO ₂	MnO	P	S	CaO	MgO	V ₂ O ₅	TiO ₂	Cu
1	炉底津	21.77	0.32	0.068	0.269	1.69	0.45	0.23	0.87	<0.01
2	流出津	24.01	0.53	0.12	0.043	2.45	0.66	0.34	1.40	<0.01
3	流出津	24.86	0.48	0.081	0.037	3.64	0.63	0.29	1.14	<0.01
4	流出津	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

Na	Al ₂ O ₃	T/Fe	FeO	Fe ₂ O 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

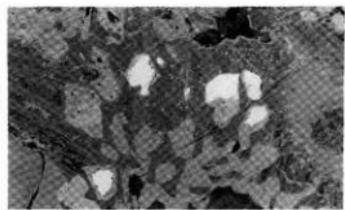
資料の切断面を樹脂に埋込み後ダイヤモンドベーストで研磨し、光学顕微鏡を用いて金属組織を観察した。観察結果を写真6～写真10に示す。



(×100)



(×400)



(×100)



(×400)

写真6 資料No.1(炉底津)の顕微鏡組織

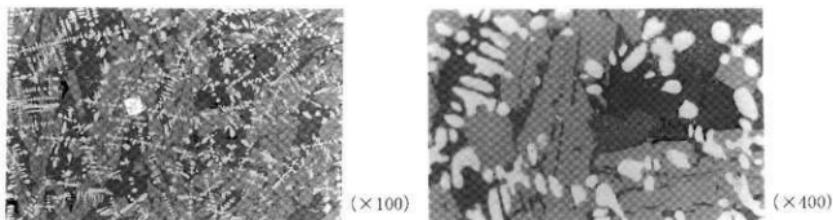


写真7 資料No.2（流出溝）の顕微鏡組織

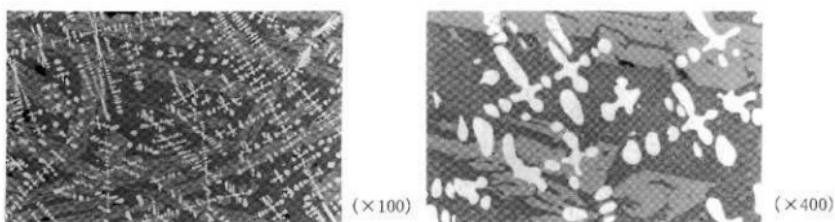


写真8 資料No.3（流出溝）の顕微鏡組織

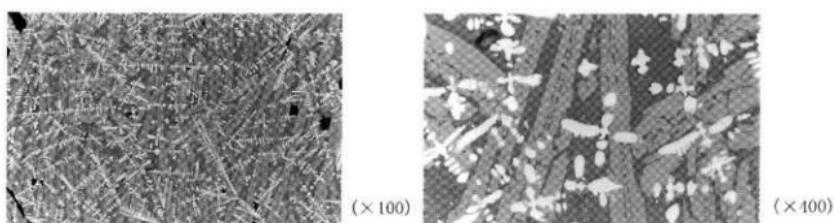


写真9 資料No.4（流出溝）の顕微鏡組織

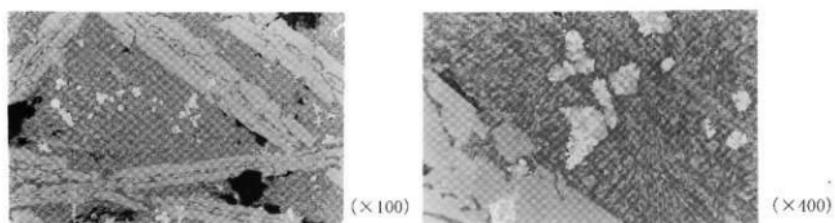


写真10 資料No.5（炉壁・溶融部）の顕微鏡組織

6. 構成相の解析

1 SEM-EDXによる組織観察および局部分析

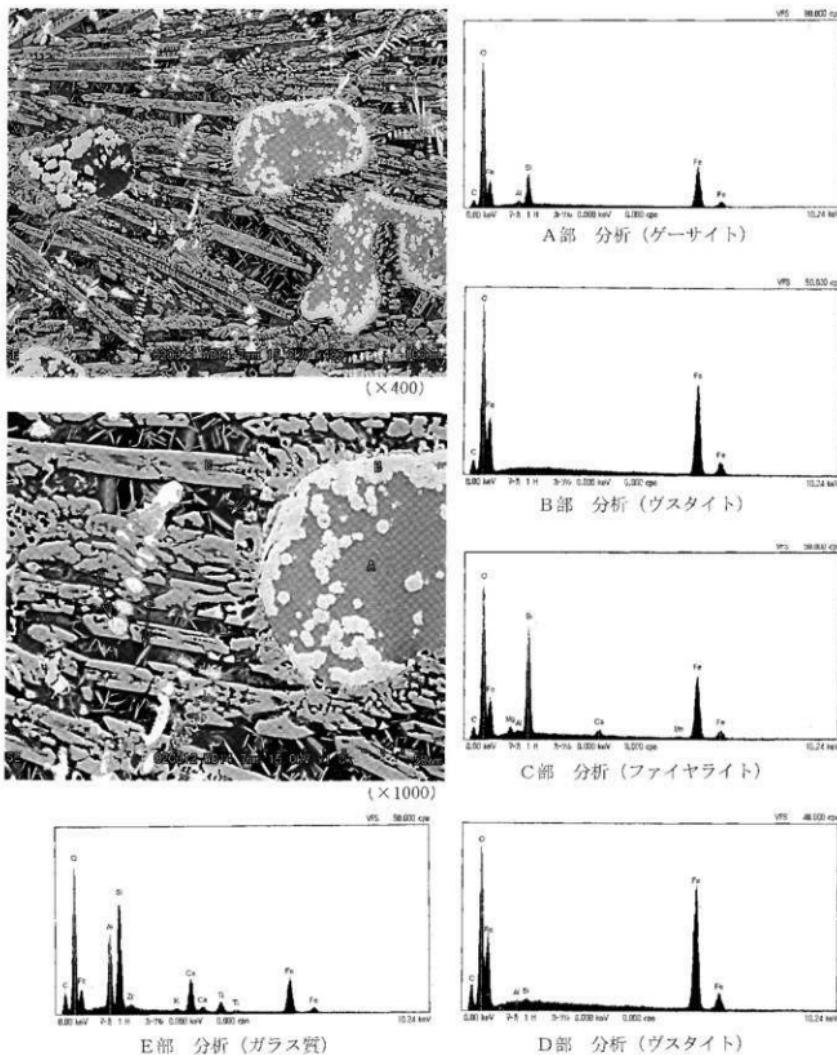
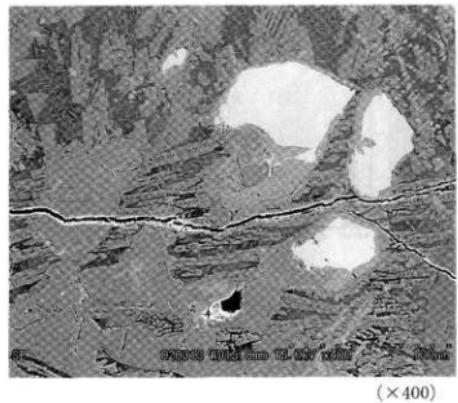
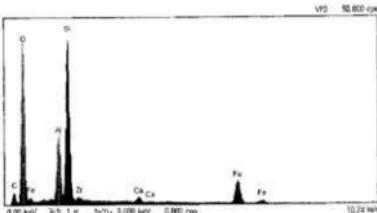


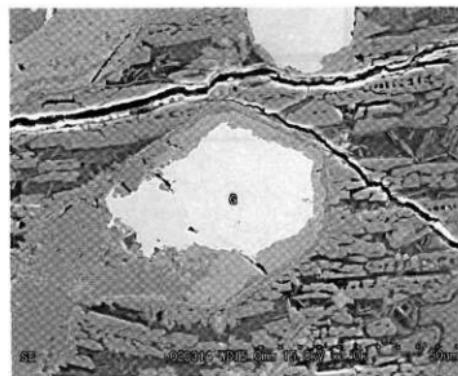
写真11 資料No.1 (炉底滓) の SEM 観察像と各部の EDX 分析 - 1



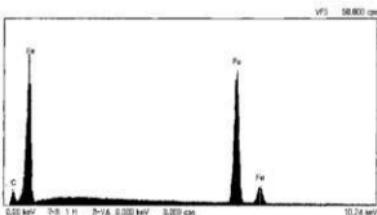
(×400)



前頁 F部 分析 (ムライト)



(×1000)

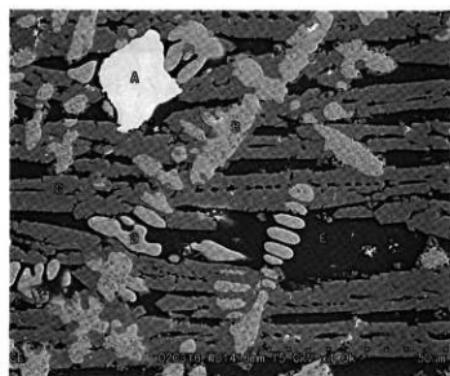
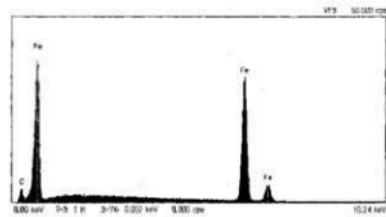


G部 分析 (金属Fe)

写真12 資料No.1 (炉底澤) の SEM観察像と各部のEDX分析－2



(×400)



(×1000)

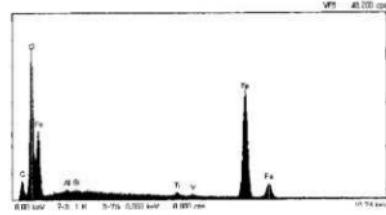
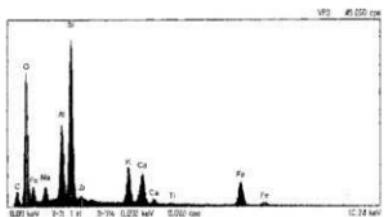
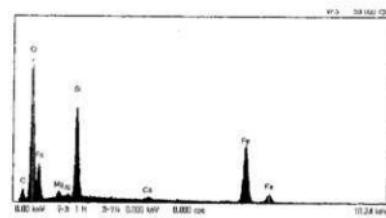
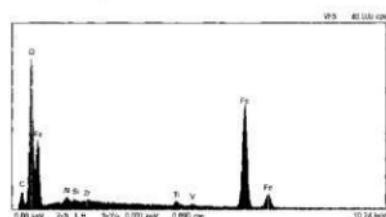
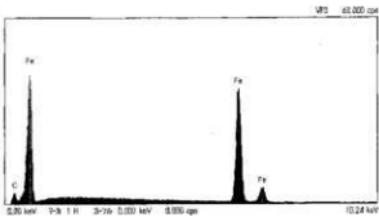


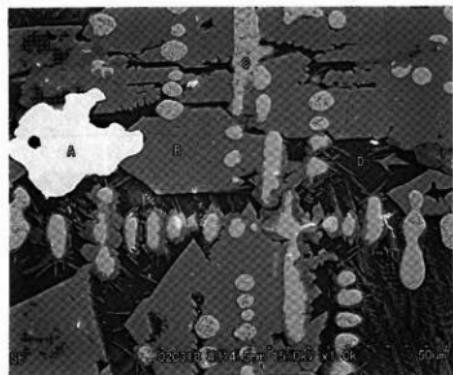
写真13 資料No.2 (流出浮) の SEM観察像と各部の EDX分析



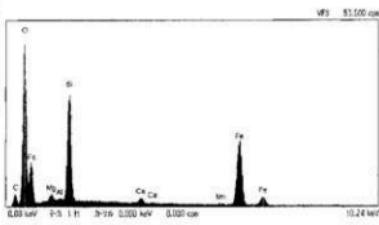
(×400)



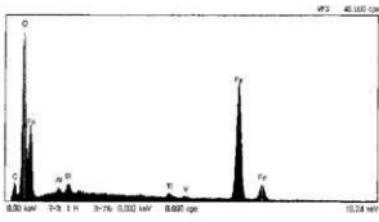
A部 分析 (金属Fe)



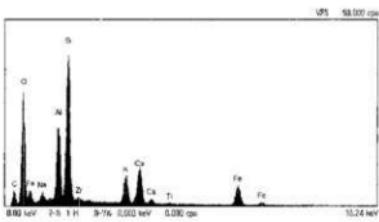
(×1000)



B部 分析 (ファイヤライト)

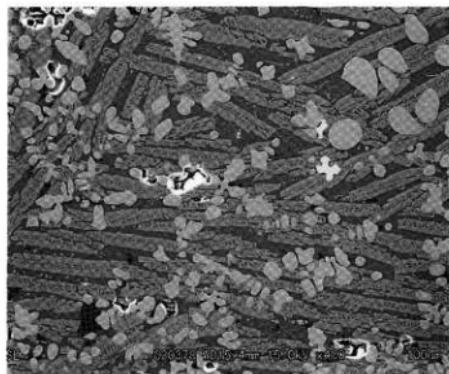


C部 分析 (ヴスタイト)

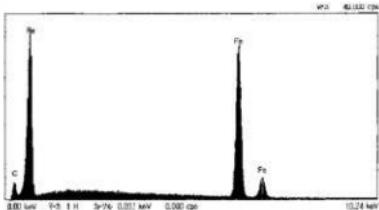


D部 分析 (ガラス質)

写真14 資料Na.3 (流出津) の SEM観察像と各部のEDX分析



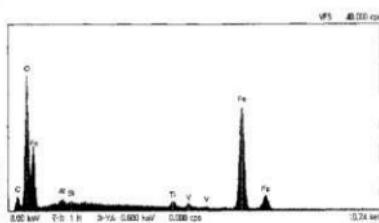
(×400)



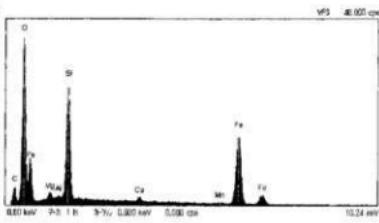
A部 分析 (金属Fe)



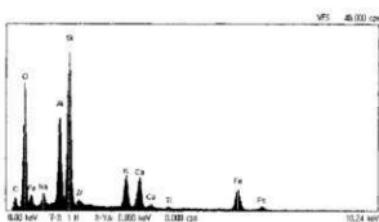
(×1000)



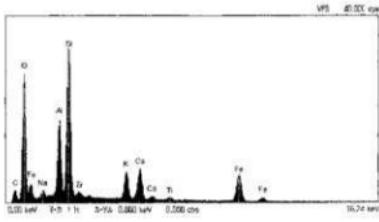
B部 分析 (ヴスタイト)



C部 分析 (ファイヤライト)

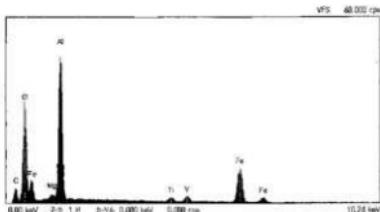
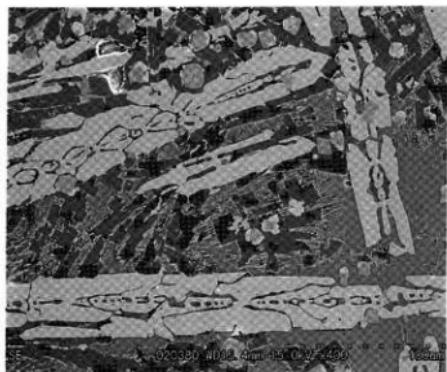


E部 分析 (ガラス質)

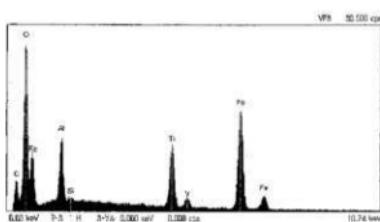
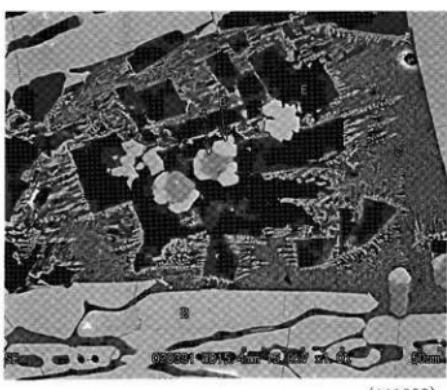


D部 分析 (ヴスタイト)

写真15 資料No.4 (流出溝) の SEM観察像と各部のEDX分析

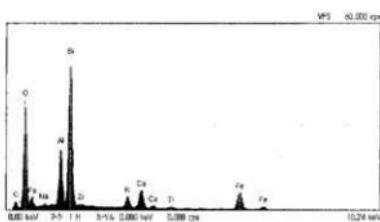


A部 分析 (ハーシナイト)

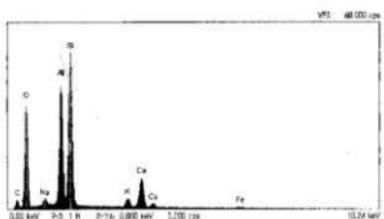


B部 分析 (カルボスピニエル)

($\times 1000$)



C部 分析 (ガラス質)



D部 分析 (ファイヤライト)

E部 分析 (ガラス質)

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線回折

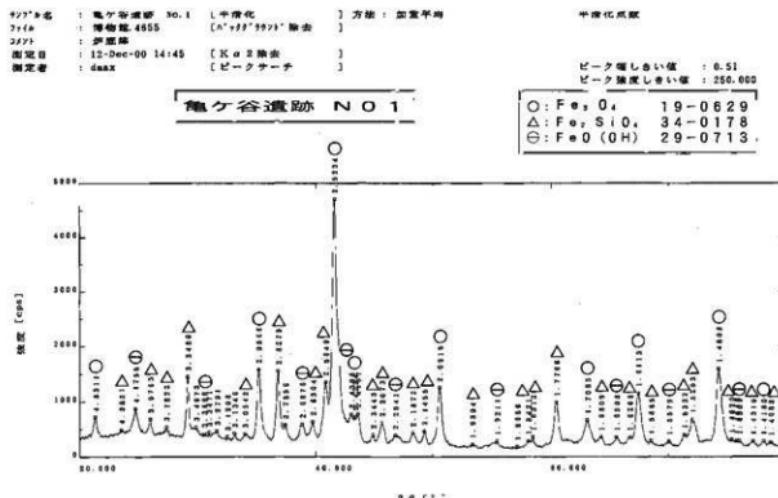


図1 資料No.1 (炉底岸) のX線回折

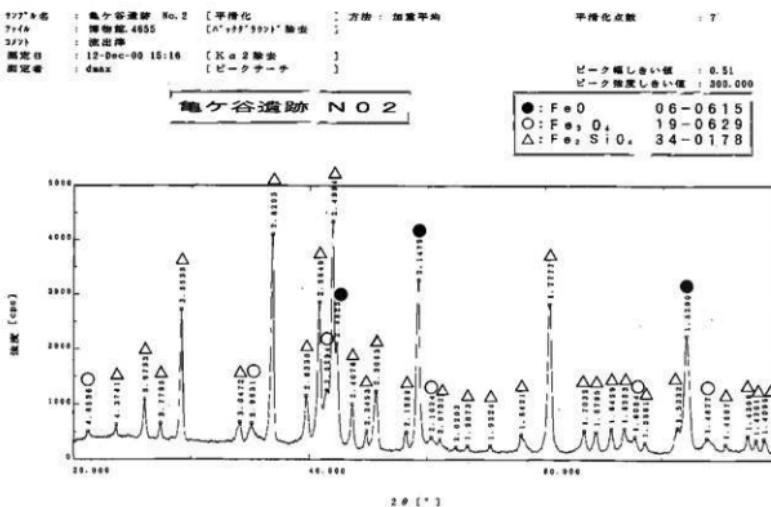


図2 資料No.2 (流出岸) のX線回折

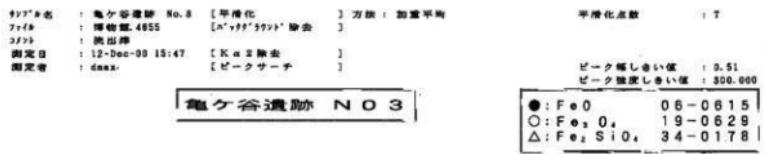


図3 資料No.3 (流出浮) のX線回析

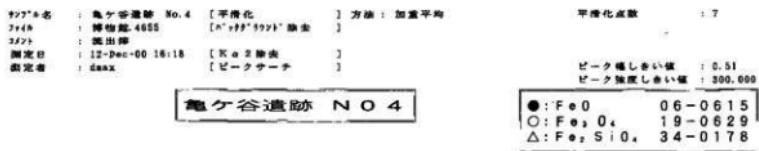


図4 資料No.4 (流出浮) のX線回析

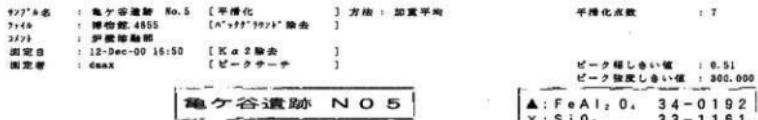


図5 資料No.5 (炉壁・溶融部)のX線回析

7.まとめ

(1) 資料No.1～4(鉄溶)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溶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	造渣成分(*1)	TiO ₂	V	Fe ₂ O 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

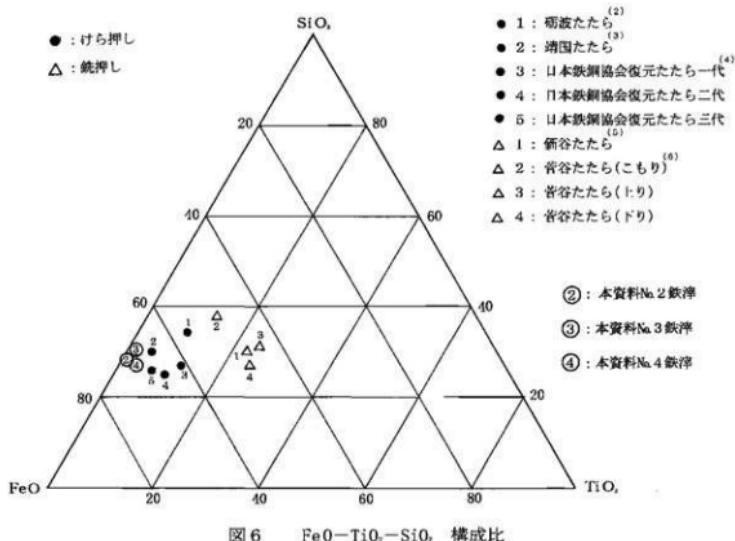
(*1) : 造渣成分 = SiO₂+CaO+MgO+Al₂O₃ (*2) : F : フィライト, M : マグネサイト, Mu : ムライト, G : ゲーリット
 全鉄分 : 44～49%、造渣成分 : 約30%は上記分類に従えば、製錬溶の範囲である。また、鉱物組成もウスタイト+ファイアライトを主体とした組織であることからその確度が高い。原材料が砂鉄系か鉄石系かについては、いずれも TiO₂ が 0.9～1.5%、また V も 0.028～約 0.1% 含まれることから砂鉄系であると思われるが、低いレベルであることから原料砂鉄は低 Ti の真砂系であると推定される。

このうち、資料No.1については、外観形状から炉底溶と推定された鉄溶であるが、他の鉄溶

(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、 $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{FeO} = 1.7$ 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、ヴスタタイト+ファイア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、資料の赤銹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の判断される。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留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、操作法が錫押し的か銅押し的かを推定のため、 $\text{FeO}-\text{TiO}_2-\text{SiO}_2$ 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、錫押し操業により生成したものと推察される。



(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の外壁十質の 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： $(\text{Ca}, \text{Fe}, \text{Mg})\text{SiO}_4$ 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、 $\text{T} \cdot \text{Fe}$ (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)				鉱物組織(※)
	SiO_2	Al_2O_3	$\text{T} \cdot \text{Fe}$	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$	Fe	CaO	$\text{FeO}/\text{Fe}_2\text{O}_3$		
No.5	56.81	26.79	6.85	0.47	2.27	7.27	3.07	$\text{FeO}, (\text{Ca}, \text{Fe}, \text{Mg})\text{SiO}_4$	
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	增加	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	$\text{FeO}, \text{Fe}_2\text{O}_3$ $\text{FeO}+\text{Fe}_2\text{SiO}_4$	

(※) Fe_2O_4 ：マグネタイト、 FeO ：ウスタイト、 Fe_2SiO_4 ：ファイヤライト、

$(\text{Ca}, \text{Fe}, \text{Mg})\text{SiO}_4$ ：オーガイト、 SiO_2 ：シリケート、 Al_2O_3 ：アルミナ

8. 結論

- 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。
- 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、光沢より流川滓と思われる。
- 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：古來の砂鉄製鍊法 丸善（1933）
- (6) 和鋼博物館調査報告：順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：島上作刀鎌鍊場銀治溝の調査（昭和63年）
- (8) 和鋼博物館調査報告：塙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 錄

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・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 所在名	コード 市町村 遺跡番号	北緯 東経		調査期間	調査面積 (m ²)	調査原因
			北緯	東経			
トノガサコ 殿ヶ迫横穴墓群	島根県仁多郡仁多町 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	島根県仁多郡仁多町 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	島根県仁多郡仁多町 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	島根県仁多郡仁多町 大字佐白1183外	〃	137°35'12"54"	132°59'21"	2000.05.19	250	〃
トキボトケ 時仏遺跡	島根県仁多郡仁多町 大字佐白1182外	〃	138°35'12"52"	132°59'42"	2000.06.14	621	〃
トキボトケヤマ 時仏山横穴墓	島根県仁多郡仁多町 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	皆跡 社祠跡	中世 中世	虎口・掘割り路 社殿跡	上師質土器、古錢 上師質土器、陶器	
亀ヶ谷遺跡	製鉄跡	古代		鐵滓、炉壁片 縄文土器、石鐵、弥生 土器、上師器、須恵器、 磨石、石皿	
シベ石遺跡	社祠跡	中世末～近世前	遺物散布地 縄文～奈良	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
鬼ヶ谷遺跡
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
Tel.0854-54-2540
印刷 (有)木次印刷
島根県飯石郡三刀屋町1635