

別編2 自然科学分析

第1節 放射性炭素年代

（株）加速器分析研究所

1 測定対象試料

秋田城跡の測定対象試料は、土器埋設遺構や堅穴建物跡等の遺構や焼土層から出土した焼骨 1 点と炭化物 13 点の合計 14 点である（別編2 表 1）。

2 化学処理工程

（1）炭化物の化学処理

- 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」と別編2 表 1 に記載する。
- 3) 試料を燃焼させ、二酸化炭素（CO₂）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）焼骨の化学処理

焼骨の ¹⁴C 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（CH₃COOH）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（CO₂）を発生させる。

以下、（1）4）以降と同じ。

3 測定方法

加速器をベースとした ¹⁴C-AMS 専用装置（NEC 社製）を使用し、¹⁴C の計数、¹³C 濃度（¹³C/¹²C）、¹⁴C 濃度（¹⁴C/¹²C）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。

4 算出方法

- （1） $\delta^{13}\text{C}$ は、試料炭素の ¹³C 濃度（¹³C/¹²C）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（別編2 表 1）。AMS 装置による測定値を用い、表中に「AMS」と注記する。
- （2）¹⁴C 年代（Libby Age : yrBP、別編2 表 1）は、過去の大気中 ¹⁴C 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）を使用し、 $\delta^{13}\text{C}$ によって同位体効果を補正する（Stuiver and Polach 1977）。¹⁴C 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、¹⁴C 年代の誤差（ $\pm 1\sigma$ ）は、試料の ¹⁴C 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 ^{14}C 濃度の割合である。pMC が小さい (^{14}C が少ない) ほど古い年代を示し、pMC が 100 以上 (^{14}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 $\delta^{13}\text{C}$ によって補正されている (別編 2 表 1)。
- (4) 暦年較正年代 (または単に較正年代) とは、年代が既知の試料の ^{14}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 ^{14}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、 ^{14}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 ($1\sigma = 68.3\%$) 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 ^{14}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 ^{14}C 年代値である (別編 2 表 2 の「暦年較正用 (yrBP)」。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、IntCal20 較正曲線 (Reimer et al. 2020) を使い、OxCal v4.4 較正プログラム (Bronk Ramsey 2009) を使用した。暦年較正の結果を別編 2 表 2 ($1\sigma \cdot 2\sigma$ 暦年代範囲) に示す。暦年較正年代は、 ^{14}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。今後、較正曲線やプログラムが更新された場合、「暦年較正用 (yrBP)」の年代値を用いて較正し直すことが可能である。

5 測定結果

(1) 測定結果

測定結果を別編 2 表 1、2 に示す。

試料 14 点の ^{14}C 年代は、全体で $1410 \pm 20\text{yrBP}$ (試料 No. 7) から $1130 \pm 20\text{yrBP}$ (試料 No. 4) の間にある。較正年代では 7~10 世紀となっている。

SX2599 土器埋設遺構からは焼骨 1 点と炭化物 4 点が測定され、5 点の間には若干年代差が認められる。埋設土器内部の炭化物 No. 2、3 は 8 世紀後葉から 10 世紀後半頃のほぼ同年代を示し、同じく埋設土器内部の焼骨 No. 1 は主要な暦年代範囲が 8 世紀後葉から 9 世紀後葉頃となり、No. 2、3 の古い範囲で重なる。掘り込み埋土下層炭化物層の炭化物 No. 4、5 の主要な暦年代範囲は 9 世紀後葉から 10 世紀後葉頃で、No. 2、3 の新しい範囲で重なる。これら 5 点が本来すべて同年代であるとすれば、年代が重なる 9 世紀後葉頃がこの遺構の年代として最も可能性が高い。ただしこれらの測定結果からは、焼骨となった人物の死亡時期が遺構の構築より先行するなど、異なる解釈も可能である。

SI2623・SI2625 竪穴建物跡、SX2494 からは各 2 点の炭化物が測定された。SI2625 の試料 No. 8、9 と SX2494 の試料 No. 10、11 は各遺構でおおむね近い年代値を示したが、SI2623 の試料 No. 6、7 の間には年代差が認められる。

OT-85 グリッド焼土層からは炭化物 3 点が測定され、年代が重なる範囲もあるが、主要な較正年代の範囲では No. 13、14 がほぼ同年代で、No. 12 はこれらより新しい。

今回測定された試料のうち、炭化物 No. 2~14 の多くは木炭であると観察され、いずれも樹皮は残存しない。このため、以下に記す古木効果を考慮する必要がある。同じ遺構から出土した試料間の年代差については、これが影響している可能性もある。

樹木は外側に年輪を形成しながら成長するため、その木が伐採等で死んだ年代を示す試料は最外年輪から得られ、内側の試料は年輪数の分だけ古い年代値を示す (古木効果)。今回測定された炭化物の多くは木炭と

観察され、樹皮が残存せず、本来の最外年輪を確認できないことから、測定された年代値は、その木が死んだ年代よりも古い可能性がある。

炭化物試料の炭素含有率はすべて 60%を超える十分な値で、化学処理、測定上の問題は認められない。

(2) 焼骨の ^{14}C 年代測定に関する問題の整理

骨の ^{14}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 (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、2000 年代以降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進められている。海外の研究事例が多いが、日本国内でも徐々に測定例が蓄積されており、山田・岡本 (2022) によって検討されている。

Lanting らによると、火葬骨は 600°C 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によく一致し、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)。日本国内の事例についても、焼骨の年代が同一遺構から出土した炭化物の年代や土器の型式と整合することなどが確認されるとともに、関連する問題点等も整理されている (山田・岡本 2022)。

秋田城跡出土焼骨 No. 1 については、同じ埋設土器内部から出土した炭化物 No. 2、3 とも近い年代値となったことから、おおむね妥当な年代値が得られたと考えられる。ただし、炭素含有率が 2.5% となり、焼骨に通常見られる値 (1% 未満、特に 0.1~0.3% が多い) より高いことは注意を要する。

引用文献

- Bronk Ramsey, C. 2009 Bayesian analysis of radiocarbon dates, *Radiocarbon* 51 (1), pp. 337-360
- Lanting, J.N. et al. 2001 Dating of cremated bones, *Radiocarbon* 43 (2A), pp. 249-254
- Naysmith, P. et al. 2007 A cremated bone intercomparison study, *Radiocarbon* 49 (2), pp. 403-408
- Reimer, P.J. et al. 2020 The IntCal20 Northern Hemisphere radiocarbon age calibration curve (0-55 cal kBP), *Radiocarbon* 62 (4), pp. 725-757
- Stuiver, M. and Polach, H.A. 1977 Discussion: Reporting of ^{14}C data, *Radiocarbon* 19 (3), pp. 355-363
- 山田しょう・岡本洋 2022 「焼骨の放射性炭素年代測定」『青森県埋蔵文化財調査センター研究紀要』27, pp. 27-36

別編2表1 放射性炭素年代測定結果（ $\delta^{13}\text{C}$ 、 ^{14}C 年代(Libby Age)、pMC)

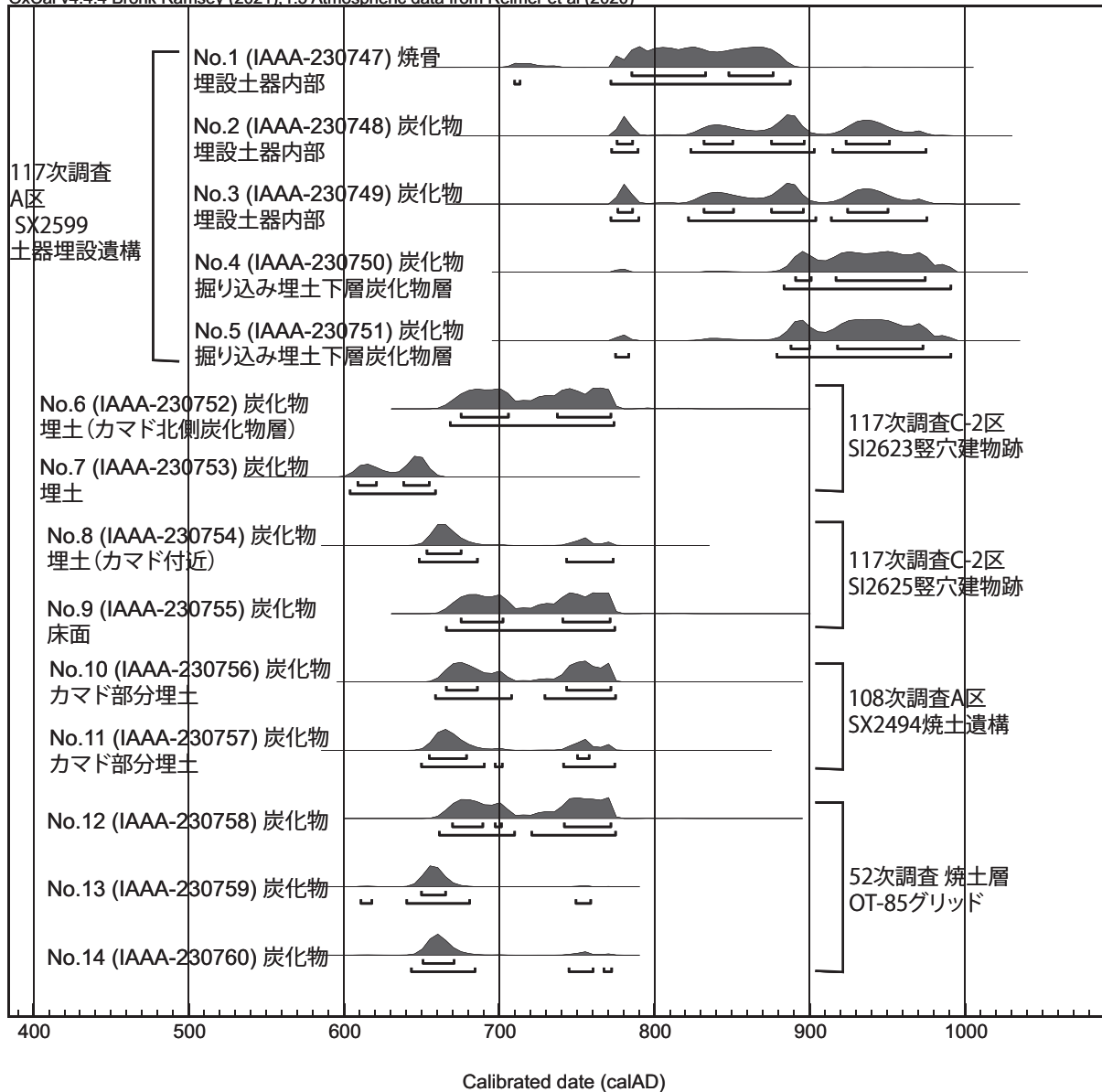
測定番号	試料名	採取場所	試料 形態	処理 方法	炭素 含有率 (%)	$\delta^{13}\text{C}$ (‰) (AMS)			$\delta^{13}\text{C}$ 補正あり					
									Libby Age (yrBP)			pMC (%)		
IAAA -230747	No. 1	117次調査A区 SX2599土器埋設遺構 埋設土器内部	焼骨	本文 参照	2.5	-22.28	±	0.24	1,210	±	20	86.03	±	0.24
IAAA -230748	No. 2	117次調査A区 SX2599土器埋設遺構 埋設土器内部	炭化物	AAA	71	-25.98	±	0.21	1,160	±	20	86.56	±	0.24
IAAA -230749	No. 3	117次調査A区 SX2599土器埋設遺構 埋設土器内部	炭化物	AAA	67	-26.10	±	0.22	1,160	±	20	86.55	±	0.24
IAAA -230750	No. 4	117次調査A区 SX2599土器埋設遺構 掘り込み埋土 下層炭化物層	炭化物	AAA	68	-22.68	±	0.25	1,130	±	20	86.89	±	0.23
IAAA -230751	No. 5	117次調査A区 SX2599土器埋設遺構 掘り込み埋土 下層炭化物層	炭化物	AAA	67	-26.09	±	0.25	1,140	±	20	86.82	±	0.24
IAAA -230752	No. 6	117次調査C-2区 SI2623竪穴建物跡 埋土 (カマド北側炭化物層)	炭化物	AAA	67	-28.27	±	0.27	1,290	±	20	85.19	±	0.24
IAAA -230753	No. 7	117次調査C-2区 SI2623竪穴建物跡 埋土	炭化物	AAA	64	-27.47	±	0.23	1,410	±	20	83.91	±	0.23
IAAA -230754	No. 8	117次調査C-2区 SI2625竪穴建物跡 埋土（カマド付近）	炭化物	AAA	69	-27.07	±	0.26	1,340	±	20	84.60	±	0.23
IAAA -230755	No. 9	117次調査C-2区 SI2625竪穴建物跡 床面	炭化物	AAA	61	-27.09	±	0.24	1,290	±	20	85.14	±	0.23
IAAA -230756	No. 10	108次調査A区 SX2494焼土遺構 カマド部分埋土	炭化物	AAA	64	-27.76	±	0.24	1,310	±	20	84.95	±	0.23
IAAA -230757	No. 11	108次調査A区 SX2494焼土遺構 カマド部分埋土	炭化物	AAA	68	-27.80	±	0.23	1,340	±	20	84.66	±	0.23
IAAA -230758	No. 12	52次調査 焼土層 OT-85グリッド	炭化物	AAA	68	-24.16	±	0.27	1,300	±	20	85.05	±	0.23
IAAA -230759	No. 13	52次調査 焼土層 OT-85グリッド	炭化物	AAA	71	-26.13	±	0.27	1,370	±	20	84.36	±	0.23
IAAA -230760	No. 14	52次調査 焼土層 OT-85グリッド	炭化物	AAA	72	-26.22	±	0.27	1,360	±	20	84.47	±	0.24

[IAA登録番号：#C162]

別編2表2 放射性炭素年代測定結果（暦年較正用¹⁴C年代、較正年代）

測定番号	試料名	暦年較正用 (yrBP)			較正条件	1 σ 暦年代範囲	2 σ 暦年代範囲
IAAA-230747	No. 1	1, 208	±	22	OxCal v4.4 IntCal20	785calAD - 833calAD (41.8%) 848calAD - 876calAD (26.5%)	710calAD - 713calAD (0.7%) 772calAD - 887calAD (94.8%)
IAAA-230748	No. 2	1, 159	±	21	OxCal v4.4 IntCal20	776calAD - 786calAD (9.3%) 832calAD - 850calAD (12.4%) 875calAD - 896calAD (22.1%) 923calAD - 951calAD (24.5%)	772calAD - 789calAD (11.6%) 823calAD - 903calAD (49.5%) 915calAD - 975calAD (34.4%)
IAAA-230749	No. 3	1, 160	±	22	OxCal v4.4 IntCal20	776calAD - 786calAD (9.4%) 832calAD - 851calAD (13.8%) 875calAD - 896calAD (22.1%) 924calAD - 950calAD (23.0%)	772calAD - 790calAD (11.9%) 822calAD - 904calAD (50.7%) 914calAD - 975calAD (32.9%)
IAAA-230750	No. 4	1, 128	±	21	OxCal v4.4 IntCal20	891calAD - 901calAD (9.8%) 917calAD - 974calAD (58.4%)	883calAD - 991calAD (95.4%)
IAAA-230751	No. 5	1, 135	±	21	OxCal v4.4 IntCal20	888calAD - 900calAD (12.1%) 918calAD - 973calAD (56.2%)	775calAD - 783calAD (2.1%) 879calAD - 991calAD (93.4%)
IAAA-230752	No. 6	1, 287	±	22	OxCal v4.4 IntCal20	675calAD - 706calAD (32.4%) 737calAD - 772calAD (35.8%)	668calAD - 774calAD (95.4%)
IAAA-230753	No. 7	1, 408	±	21	OxCal v4.4 IntCal20	609calAD - 621calAD (23.2%) 638calAD - 655calAD (45.1%)	604calAD - 659calAD (95.4%)
IAAA-230754	No. 8	1, 343	±	21	OxCal v4.4 IntCal20	653calAD - 675calAD (68.3%)	648calAD - 686calAD (76.0%) 743calAD - 773calAD (19.5%)
IAAA-230755	No. 9	1, 292	±	21	OxCal v4.4 IntCal20	675calAD - 702calAD (30.7%) 741calAD - 771calAD (37.5%)	666calAD - 774calAD (95.4%)
IAAA-230756	No. 10	1, 309	±	21	OxCal v4.4 IntCal20	666calAD - 686calAD (27.7%) 743calAD - 772calAD (40.6%)	659calAD - 708calAD (47.4%) 729calAD - 775calAD (48.1%)
IAAA-230757	No. 11	1, 337	±	22	OxCal v4.4 IntCal20	655calAD - 679calAD (57.2%) 750calAD - 758calAD (11.0%)	650calAD - 690calAD (66.4%) 697calAD - 702calAD (1.2%) 741calAD - 774calAD (27.8%)
IAAA-230758	No. 12	1, 300	±	22	OxCal v4.4 IntCal20	670calAD - 689calAD (23.7%) 697calAD - 701calAD (4.2%) 742calAD - 772calAD (40.4%)	661calAD - 710calAD (44.4%) 721calAD - 775calAD (51.1%)
IAAA-230759	No. 13	1, 366	±	22	OxCal v4.4 IntCal20	650calAD - 665calAD (68.3%)	611calAD - 618calAD (1.1%) 640calAD - 681calAD (92.2%) 749calAD - 759calAD (2.2%)
IAAA-230760	No. 14	1, 355	±	22	OxCal v4.4 IntCal20	651calAD - 671calAD (68.3%)	643calAD - 684calAD (87.1%) 745calAD - 760calAD (7.1%) 767calAD - 772calAD (1.2%)

OxCal v4.4.4 Bronk Ramsey (2021); r:5 Atmospheric data from Reimer et al (2020)



別編2 図1 暦年較正年代グラフ（マルチプロット図）