

## 第6節 焼骨・炭化材の放射性炭素年代（AMS 測定）

株式会社 加速器分析研究所

### 1. 測定対象試料

谷地遺跡は、宮城県刈田郡蔵王町大字円田字谷地（北緯 38° 06′ 01″、東経 140° 39′ 05″）に所在し、阿武隈川水系白石川圏域の松川左岸、矢附段丘面上に立地する。測定対象試料は、SI20 竪穴住居跡の堆積土 3 層から出土した焼骨と炭化材の合計 6 点である（第 1 表）。焼骨試料 1～3 の写真を写真 1 に示した。試料 1 はニホンジカ角 1 片、試料 2 はニホンジカ角 3 片、試料 3 はニホンジカまたはニホンイノシシ下顎骨下端部（写真右端）を含む 2 片（写真では割れて破片数が多くなっている）を試料とした。

これらの試料が出土した遺構は縄文時代中期前半の大木 7b～8a 式期と考えられている。

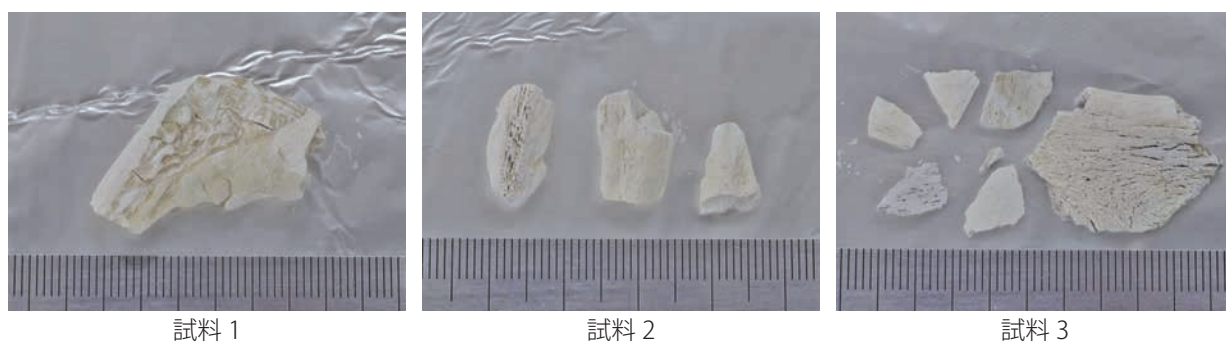


写真 1 測定資料（焼骨）

### 2. 化学処理工程

#### （1）炭化材の化学処理

- 1) メス・ピンセットを使い、根・土等の付着物を取り除く。
- 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）焼骨の化学処理

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。

### 3. 測定方法

加速器をベースとした  $^{14}\text{C}$ -AMS 専用装置 (NEC 社製) を使用し、 $^{14}\text{C}$  の計数、 $^{13}\text{C}$  濃度 ( $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ )、 $^{14}\text{C}$  濃度 ( $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ ) 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 ( $\text{HOx II}$ ) 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  $^{13}\text{C}$  濃度 ( $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ) 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 (第1表)。AMS 装置による測定値を用い、表中に「AMS」と注記する。
- (2)  $^{14}\text{C}$  年代 (Libby Age : yrBP) は、過去の大気中  $^{14}\text{C}$  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)。 $^{14}\text{C}$  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。補正した値を第1表に、補正していない値を参考値として第2表に示した。 $^{14}\text{C}$  年代と誤差は、下1桁を四捨五入して10年単位で表示される。また、 $^{14}\text{C}$  年代の誤差 ( $\pm 1\sigma$ ) は、試料の  $^{14}\text{C}$  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  $^{14}\text{C}$  濃度の割合である。pMC が小さい ( $^{14}\text{C}$  が少ない) ほど古い年代を示し、pMC が 100 以上 ( $^{14}\text{C}$  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、補正した値を第1表に、補正していない値を参考値として第2表に示した。
- (4) 暦年較正年代とは、年代が既知の試料の  $^{14}\text{C}$  濃度をもとに描かれた較正曲線と照らし合わせ、過去の  $^{14}\text{C}$  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、 $^{14}\text{C}$  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  $^{14}\text{C}$  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桁を四捨五入しない  $^{14}\text{C}$  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第2表に示した。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。

### 5. 測定結果と若干の考察

#### (1) 測定結果

測定結果を第1、2表に示す。

試料の  $^{14}\text{C}$  年代は、焼骨が  $4440 \pm 30\text{yrBP}$  (試料2) から  $4410 \pm 30\text{yrBP}$  (試料3)、炭化材が  $4410 \pm 30\text{yrBP}$  (試料6) から  $4370 \pm 30\text{yrBP}$  (試料5) の間にある。各々誤差 ( $\pm 1\sigma$ ) の範囲で一致する狭い範囲に収まっており、双方の間でも重なる範囲が見られる。

暦年較正年代 ( $1\sigma$ ) は、6点の中で最も古い焼骨試料2が  $5260 \sim 4971\text{cal BP}$ 、最も新しい炭化材試料5が  $4960 \sim 4874\text{cal BP}$  の間に各々複数の範囲で示される。焼骨と炭化材の暦年代範囲は重なっているが、若干焼骨の方が古い傾向も認められる。谷地遺跡が所在する東北地方南半部の測定例を検討すると、今回測定された6点の年代値は縄文時代中期中葉大木8a式期の事例におおむね一致する。ただし、中期前葉大木7b式

第1表 放射性炭素年代測定結果（ $\delta^{13}\text{C}$ 補正值）

測定番号	試料名	採取場所	試料 形態	処理 方法	$\delta^{13}\text{C}$ (‰) (AMS)	$\delta^{13}\text{C}$ 補正あり	
						Libby Age (yrBP)	pMC (%)
IAAA-131645	1 (YT-B-423)	SI20 竪穴住居跡 堆3層	焼骨		-29.54 $\pm$ 0.59	4,420 $\pm$ 30	57.66 $\pm$ 0.20
IAAA-131646	2 (YT-B-425)	SI20 竪穴住居跡 堆3層	焼骨		-27.11 $\pm$ 0.53	4,440 $\pm$ 30	57.52 $\pm$ 0.20
IAAA-131647	3 (YT-B-424)	SI20 竪穴住居跡 堆3層	焼骨		-18.96 $\pm$ 0.84	4,410 $\pm$ 30	57.78 $\pm$ 0.21
IAAA-131648	4 (YT-C-237)	SI20 竪穴住居跡 堆3層	炭化材	AAA	-24.92 $\pm$ 0.18	4,390 $\pm$ 30	57.90 $\pm$ 0.19
IAAA-131649	5 (YT-C-238)	SI20 竪穴住居跡 堆3層	炭化材	AAA	-22.57 $\pm$ 0.18	4,370 $\pm$ 30	58.04 $\pm$ 0.18
IAAA-131650	6 (YT-C-239)	SI20 竪穴住居跡 堆3層	炭化材	AAA	-24.47 $\pm$ 0.22	4,410 $\pm$ 30	57.75 $\pm$ 0.19

[#6102]

第2表 放射性炭素年代測定結果（ $\delta^{13}\text{C}$ 未補正值，暦年校正用 $^{14}\text{C}$ 年代，較正年代）

測定番号	$\delta^{13}\text{C}$ 補正なし		暦年校正用 (yrBP)	1 $\sigma$ 暦年代範囲	2 $\sigma$ 暦年代範囲
	Age (yrBP)	pMC (%)			
IAAA-131645 (試料1)	4,500 $\pm$ 30	57.13 $\pm$ 0.18	4,422 $\pm$ 27	5211calBP- 5202calBP (3.5%) 5048calBP- 4960calBP (61.8%) 4926calBP- 4920calBP (1.8%) 4897calBP- 4894calBP (1.1%)	5265calBP- 5242calBP (2.2%) 5237calBP- 5222calBP (1.5%) 5215calBP- 5186calBP (7.1%) 5117calBP- 5114calBP (0.2%) 5061calBP- 4872calBP (84.4%)
IAAA-131646 (試料2)	4,480 $\pm$ 30	57.27 $\pm$ 0.19	4,442 $\pm$ 28	5260calBP- 5244calBP (4.9%) 5235calBP- 5224calBP (3.3%) 5214calBP- 5188calBP (13.0%) 5056calBP- 4971calBP (47.0%)	5280calBP- 5164calBP (33.4%) 5134calBP- 5105calBP (4.6%) 5076calBP- 4958calBP (53.2%) 4932calBP- 4885calBP (4.2%)
IAAA-131647 (試料3)	4,310 $\pm$ 30	58.49 $\pm$ 0.18	4,406 $\pm$ 28	5038calBP- 4995calBP (28.3%) 4986calBP- 4959calBP (17.1%) 4930calBP- 4888calBP (22.9%)	5212calBP- 5201calBP (1.7%) 5049calBP- 4869calBP (93.7%)
IAAA-131648 (試料4)	4,390 $\pm$ 30	57.91 $\pm$ 0.18	4,389 $\pm$ 25	5028calBP- 5020calBP (4.9%) 4973calBP- 4950calBP (16.6%) 4942calBP- 4878calBP (46.7%)	5039calBP- 4995calBP (18.3%) 4985calBP- 4868calBP (77.1%)
IAAA-131649 (試料5)	4,330 $\pm$ 30	58.33 $\pm$ 0.18	4,371 $\pm$ 25	4960calBP- 4927calBP (29.2%) 4920calBP- 4874calBP (39.0%)	5034calBP- 5013calBP (6.5%) 4978calBP- 4860calBP (88.9%)
IAAA-131650 (試料6)	4,400 $\pm$ 30	57.81 $\pm$ 0.18	4,410 $\pm$ 25	5041calBP- 4960calBP (58.0%) 4927calBP- 4915calBP (5.9%) 4900calBP- 4892calBP (4.4%)	5211calBP- 5203calBP (1.3%) 5048calBP- 4873calBP (94.1%)

[参考値]

期の事例が乏しいため、不明な部分もある（早瀬 2010）。他地域の検討成果も踏まえて対比すると、中期前葉から中葉頃に相当すると見られる（小林編 2008）。試料が出土した遺構は大木 7b ～ 8a 式期と考えられており、調査所見におおむね整合する結果である。

試料の炭素含有率を確認すると、焼骨では試料 1 が 0.1%、試料 2 が 0.2%、試料 3 が 0.3% で、Lanting らによる約 0.1% という実験結果におおむね近い（Lanting et al. 2001）。炭化材はいずれも 60% を超える十分な値であった。

## （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

## 第4章 自然科学的分析

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いわれる。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。

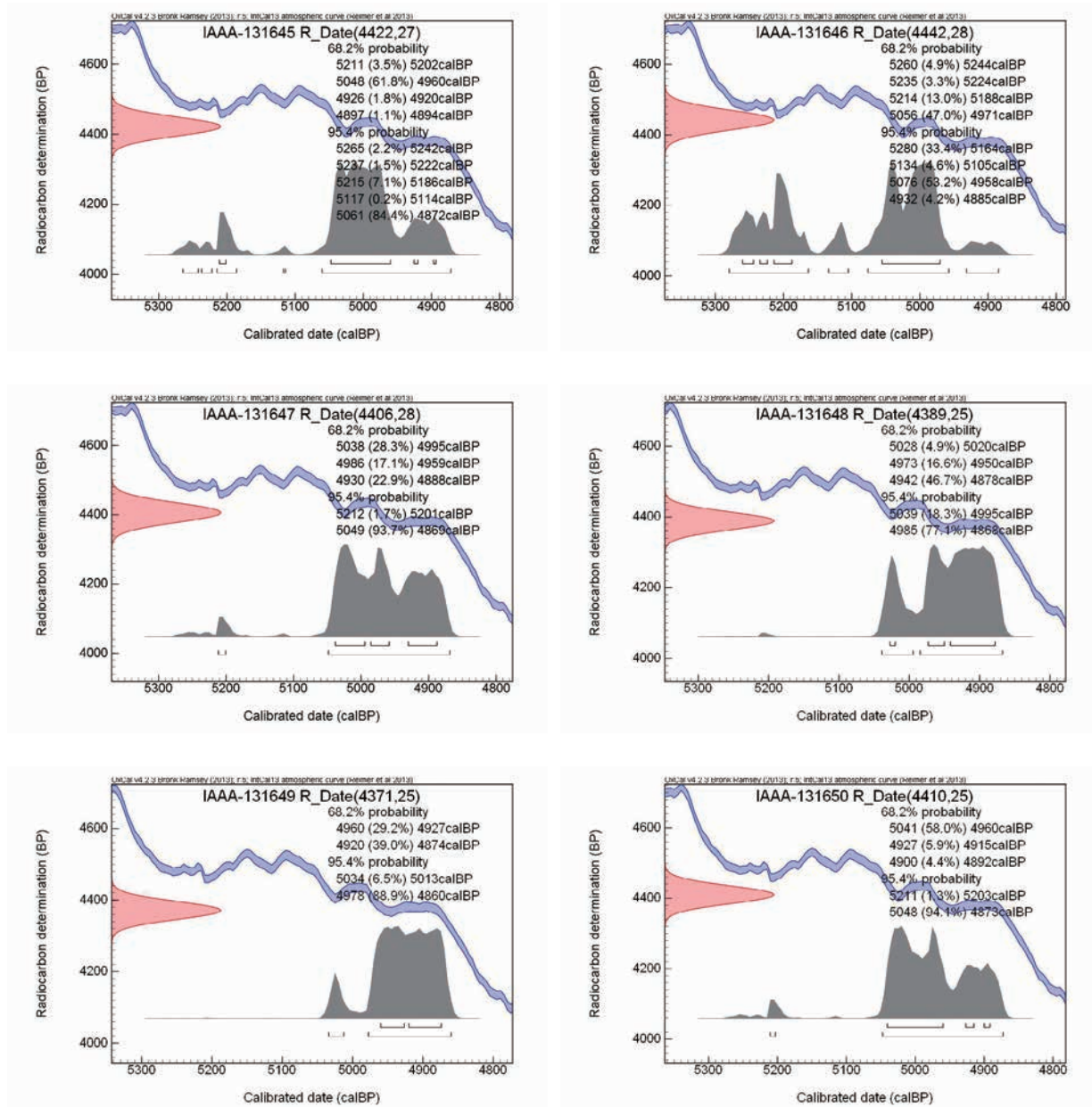
Lanting らによると、火葬骨は 600℃以上の温度にさらされ、骨を構成するほとんどの鉱物が再結晶化することで、外部からの影響を受けにくくなるという (Lanting et al. 2001)。上述の化学処理方法とおおむね同じ処理を行った焼骨の年代値は、同年代と見られる木炭の年代値や、ほかの手がかりから推定される年代などによく一致し、焼骨は有効な試料と結論付けている。Naysmith らも同じ処理方法で焼骨を検討し、推定される年代と一致するとした。さらに、同一試料を複数の測定機関で処理、測定して再現性の検証を試み、良好な結果が得られたとしている (Naysmith et al. 2007)。なお、焼骨の炭酸塩に含まれる炭素の由来については、燃焼中に大気や燃料との間で炭素の交換が生じることによる可能性も指摘されている (Huls et al. 2010)。

谷地遺跡では、同じ遺構埋土から出土した焼骨と炭化材を測定し、両者の年代値がおおむね一致する結果が得られた。出土土器の時期とも整合している。このため、今回の測定は、この方法による焼骨の年代測定の有効性を検証する上で貴重な 1 事例になると考えられる。

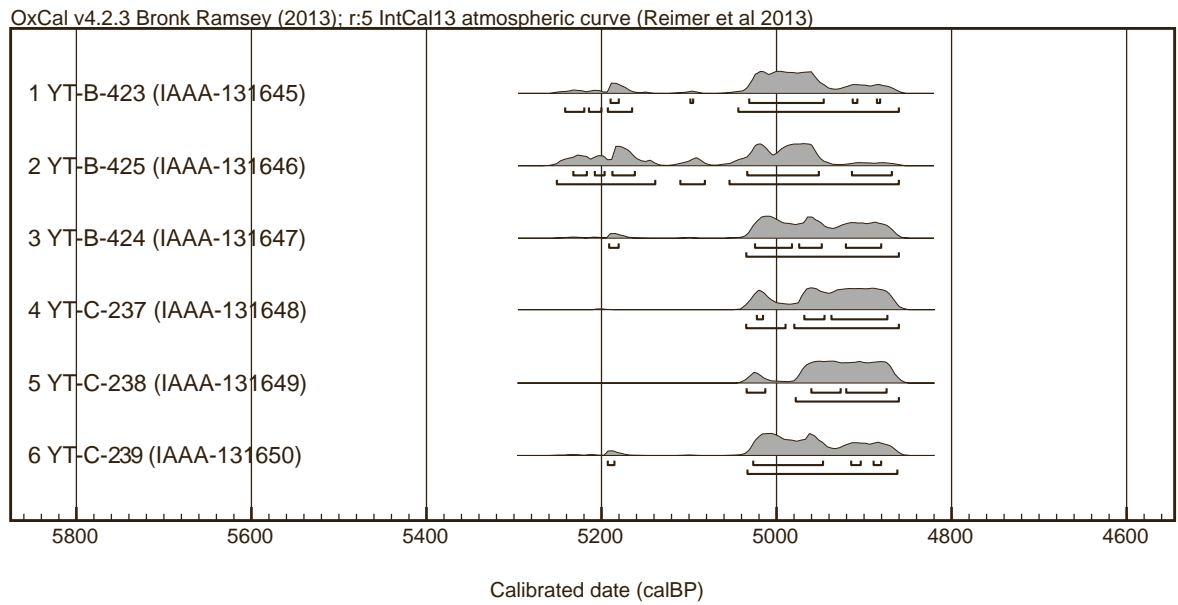
### 文献

- Bronk Ramsey C. 2009 Bayesian analysis of radiocarbon dates, *Radiocarbon* 51(1), 337-360
- 早瀬亮介 2010 東北地方縄文時代の  $^{14}\text{C}$  年代 — 南半部の事例集成を中心に —, 平成 22 年度日本学術振興会科学研究費補助金・基盤研究 (B) 公開シンポジウム予稿集 河川流域の縄文景観, 79-90
- Huls et al. 2010 Experimental study on the origin of cremated bone apatite carbon, *Radiocarbon*, 52(2-3), 587-599
- 小林達雄編 2008 総覧縄文土器, 総覧縄文土器刊行委員会, アム・プロモーション
- 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

第6節 焼骨・炭化材の放射性炭素年代（AMS測定）



第1図 [参考] 暦年較正年代グラフ



第 2 図 暦年較正年代マルチプロット図