

第9章 宇木汲田貝塚から出土した雑穀の炭化穎果における放射性炭素年代

米田 穰・尾寄大真・大森貴之（東京大学総合研究博物館）

宇木汲田貝塚から出土したアワ、キビなどの炭化穎果4資料において放射性炭素年代測定を実施した。雑穀の穎果はサイズが小さいため上層から混入した危険があり、確実な帰属年代を決めるためには直接的な放射性炭素年代測定が望ましい（安藤 2009）。しかし、年代測定を実施するためには多数の穀粒を破壊する必要がある、その直接的な測定の試みは少ない。宇木汲田貝塚では日本最古の年代を示す炭化米が検出されており（宮本 2018）、弥生時代初頭の農業文化複合において水稻とともに雑穀が構成要素であったかを、確認することは重要である。そこで本研究では、加速器質量分析（AMS）で一般的に行われているグラファイトによる測定ではなく、より微量でも長時間の測定が可能なセメントタイトによる微量測定で雑穀の炭化穎果を直接年代測定することを試みた。この方法を応用することで、従来では0.5～1 mg 必要だった炭素量を、0.1mg 程度までに減らすことが可能である（大森ら 2017）。今回は、宇木汲田遺跡 LF-9地点 F-8-d グリッド Xa 層①から出土した雑草と思われるイネ科植物（完形穎果1点）、キビ（完形3点）、アワ（完形2点）に加えて、LF-14地点 G-8-c グリッド Xa 層①から出土したアワ（完形3点）を加えた合計4資料で年代測定を行った（表34）。

資料と方法

炭化物では二次的な炭酸塩や土壤有機物の汚染によって年代が変化する可能性があるため、塩酸と水酸化ナトリウムを用いた酸・アルカリ・酸処理を前処理として行う（de Vries & Berendsen 1954）。具体的には、次の手順で放射性炭素測定の前処理を行った。最初に、純水中で超音波洗浄によって表面から異物を除去し、二次的に吸着した炭酸塩を除去するために、1.2M の塩酸と80℃で4時間反応させた。次に、0.001M の水酸化ナトリウムと80℃で30分間反応させて、土壤有機物のフミン酸とフルボ酸を除去した。アルカリ処理によって大気中から二酸化炭素を吸着している可能性があるため、再度1.2M 塩酸と80℃で6時間反応させた後に、超純水で中性になるまで洗浄した。これを80℃で乾燥させたものを秤量して、イネ科雑草についてはグラファイトを作成し、雑穀穎果についてはセメントタイトを作成して（大森ら 2017）、AMS 測定に供した。

前処理を実施した試料を銀カップに秤量し、elementar 社製 vario ISOTOPE SELECT 元素分析計にて燃焼して二酸化炭素を発生する。吸着トラップで精製された二酸化炭素を真空ガラスラインに導入し、グラファイト作成の場合は2 mg、セメントタイト作成の場合は4 mg の鉄触媒を設置したコック付き反応管に水素ガスとともに封入して、650℃で6時間加熱した（Omori et al. 2017）。これによって、二酸化炭素が還元して触媒上に炭素結晶が得られる。グラファイトは反応後の重量から、セメントタイトでは二酸化炭素圧力から炭素重量を評価した。

グラファイトあるいはセメントタイトの放射性炭素同位体比の測定は、東京大学総合研究博物館が所有する加速器質量分析装置（National Electrostatics Corp. Compact-AMS）を用いて測定した。どちらの測定でも、同量の¹⁴C 濃度既知標準物質を同時に測定して、測定中に発生する同位体分別効果を補正して慣用放射性炭素年代（Conventional Radiocarbon Age）を算出した（Stuiver and Polach

1977)。資料における同位体比分別の補正に用いる $\delta^{13}\text{C}$ 値は AMS にて同時測定した値を用いた。また、暦年較正には専用プログラム OxCAL4.2 (Bronk Ramsey, 2009) を使用し、較正データとして IntCal13 (Reimer et al. 2013) を用いた。

分析に用いた4点の資料は、宇木汲田遺跡 LF-9地点 F-8-d グリッド Xa 層①から出土した雑草と思われるイネ科植物（完形穎果1点）、キビ（完形3点）、アワ（完形2点）、LF-14地点 G-8-c グリッド Xa 層①から出土したアワ（完形3点）を加えた4資料である（表35）。

結果と考察

前処理の前後における資料の量と回収率を表36に、AMS 測定に用いたグラファイトとセメンタイトの量を表37に、AMS 測定による慣用放射性炭素年代（未較正年代）を表38に示す。IntCal13によって較正した年代における1標準偏差（68.2%）と2標準偏差（95.4%）に相当する確率分布範囲を表39（cal. BP 単位）と表40（cal. BC 単位）に示す。AMS による $\delta^{13}\text{C}$ 値の測定では、アワとキビが C_4 植

表35 分析に用いた資料

資料名	地点	グリッド	層序	完形数	破片数
LF-9_F-8-d_イネ科雑草	FL-9	F-8-d	Xa-2-5	1	0
LF-9_F-8-d_アワ	FL-9	F-8-d	Xa-2-5	2	0
LF-9_F-8-d_キビ	LF-9	F-8-d	Xa-2-5	3	0
LF-14_G-8-c_アワ	LF-14	G-8-c	Xa-9-19	3	2

表36 前処理（酸・アルカリ・酸処理）の結果

資料名	処理前試料	処理後試料	回収率
LF-9_F-8-d_イネ科雑草	2.20 mg	1.49 mg	67.6%
LF-9_F-8-d_アワ	0.82 mg	0.50 mg	60.6%
LF-9_F-8-d_キビ	4.19 mg	2.45 mg	58.5%
LF-14_G-8-c_アワ	1.25 mg	0.82 mg	65.6%

表37 グラファイト化・セメンタイト化の結果

資料名	試料重量	炭素重量	Fe 重量	C/Fe 比
LF-9_F-8-d_イネ科雑草	1.49 mg	0.80 mg	2.02 mg	0.396
LF-9_F-8-d_アワ	0.28 mg	0.16 mg	4.03 mg	0.004
LF-9_F-8-d_キビ	0.32 mg	0.18 mg	3.73 mg	0.048
LF-14_G-8-c_アワ	0.27 mg	0.15 mg	4.11 mg	0.036

表38 放射性炭素年代測定の結果（ ^{14}C 年代の誤差は1標準偏差）。

資料名	測定 ID	^{14}C 年代	補正用 $\delta^{13}\text{C}$	注記
LF-9_F-8-d_イネ科雑草	TKA-19681	2800 \pm 25 BP	-21.5 \pm 0.4 ‰	
LF-9_F-8-d_アワ	TKA-19447	2726 \pm 28 BP	-5.1 \pm 0.4 ‰	微量測定 0.16 mgC
LF-9_F-8-d_キビ	TKA-19448	2721 \pm 27 BP	-4.7 \pm 0.5 ‰	微量測定 0.18 mgC
LF-14_G-8-c_アワ	TKA-19449	2706 \pm 27 BP	-1.6 \pm 0.4 ‰	微量測定 0.15 mgC

表39 推定される較正年代（cal BP 表記）

資料名	較正年代（1SD）	較正年代（2SD）	注記
LF-9_F-8-d_イネ科雑草	2941（2.0%）2939 cal BP 2929（66.2%）2865 cal BP	2965（95.0%）2844 cal BP 2812（0.4%）2807 cal BP	
LF-9_F-8-d_アワ	2846（68.2%）2786 cal BP	2870（95.4%）2763 cal BP	微量測定 0.16 mgC
LF-9_F-8-d_キビ	2844（68.2%）2783 cal BP	2864（95.4%）2763 cal BP	微量測定 0.18 mgC
LF-14_G-8-c_アワ	2843（27.0%）2817 cal BP 2803（41.2%）2768 cal BP	2853（95.4%）2759 cal BP	微量測定 0.15 mgC

表40 推定される較正年代 (cal BC 表記)

資料名	較正年代 (1SD)	較正年代 (2SD)	注記
LF-9_F-8-d_ イネ科雑草	992 (2.0%) 990 cal BC 980 (66.2%) 916 cal BC	1016 (95.0%) 895 cal BC 863 (0.4%) 858 cal BC	
LF-9_F-8-d_ アワ	897 (68.2%) 837 cal BC	921 (95.4%) 814 cal BC	微量測定 0.16 mgC
LF-9_F-8-d_ キビ	895 (68.2%) 834 cal BC	915 (95.4%) 814 cal BC	微量測定 0.18 mgC
LF-14_G-8-c_ アワ	894 (27.0%) 868 cal BC 854 (41.2%) 819 cal BC	904 (95.4%) 810 cal BC	微量測定 0.15 mgC

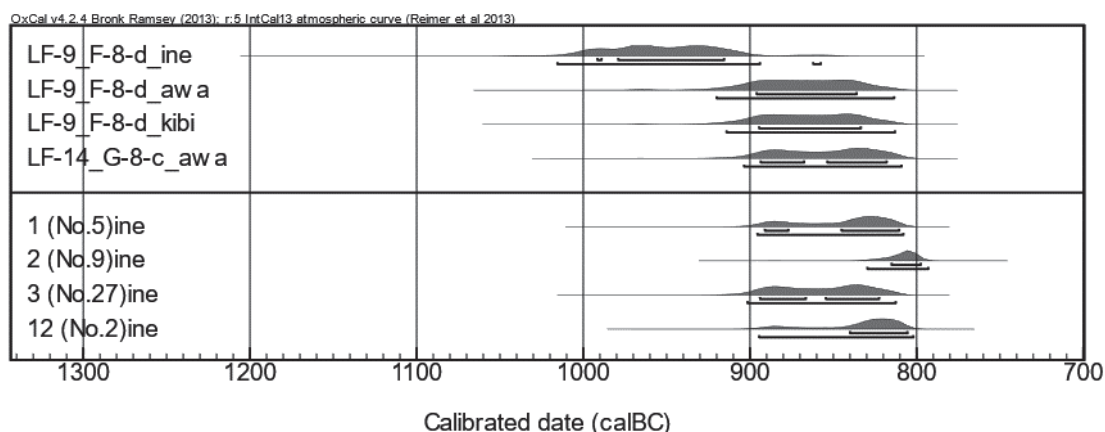


図116 本研究で測定したイネ科雑草 (ine) と雑穀 (awa と kibi) の較正年代 (上段) と、先行研究 (宮本 2018) によるイネの較正年代 (下段) の比較

物の特徴である高い $\delta^{13}\text{C}$ 値を示しており、イネ科雑草は低い $\delta^{13}\text{C}$ 値を示す C_3 植物であることがわかる。得られた4つの慣用放射性炭素年代は2700～2800BPで近似した年代を示している。LF-9地点から得られた3点ではイネ科雑草がアワとキビよりもやや古い年代を示しているが、雑穀では、LF-9地点のアワとキビとLF-14地点のアワと近似した年代を示している。

宇木久田遺跡ではXa層ならびにIXa層から出土した4点の炭化米について、2750～2860cal. BPの較正年代が報告されており (宮本 2018)、今回測定したアワとキビの年代測定から推定された雑穀3点の較正年代とよく一致する (図116)。この結果から、畠作雑穀であるアワとキビは水田稲作農耕とほぼ同時に北部九州に紀元前9世紀には伝来していたと推定できる。

しかし、雑穀3点については微量でAMS測定が可能なセメントイトで測定したのに対して、通常のAMS測定法であるグラファイトで測定したイネ科雑草1点は紀元前10世紀にさかのぼる古い年代が示された。異なる地点で得られた雑穀類が同様の年代を示すことから、イネ科雑穀が下層から混入した可能性が高いと現時点では想定できるが、微量測定による系統的な誤差により若干若い年代を示している可能性は否定できない。今回の微量測定の結果は予備的なものと考えて、今後、異なる地点・遺跡でも共伴したイネと雑穀の測定データを増やすし、それぞれの確実な出現年代を評価することで、渡来初期の弥生時代農耕文化についての実相を検討する必要がある。

謝辞

宇木汲田貝塚出土植物遺存体の分析については、高宮広土先生から資料を分与して頂いた。宮本一夫先生には貴重な資料を分析する機会を賜った。記して謝意を表する。

引用文献

- Bronk Ramsey, C. (2009). Bayesian analysis of radiocarbon dates. *Radiocarbon* 51(4), 337-360.
- de Vries, H., G.W. Barendsen (1954). Measurements of age by the carbon-14 technique. *Nature* 174, 1138-1141.
- Omori, T., Yamazaki, K., Itahashi, Y., Ozaki, H., Yoneda, M., (2017). Development of a simple automated graphitization system for radiocarbon dating at the University of Tokyo. The 14th International Conference on Accelerator Mass Spectrometry.
- Reimer, P.J., E. Bard, A. Bayliss, J.W. Beck, P.G. Blackwell, C. Bronk Ramsey, C.E. Buck, H. Cheng, R.L. Edwards, M. Friedrich, P.M. Grootes, T.P. Guilderson, H. Haflidason, I. Hajdas, C. Hatte, T.J. Heaton, D.L. Hoffmann, A.G. Hogg, K.A. Hughen, K.F. Kaiser, B. Kromer, S.W. Manning, M. Niu, R.W. Reimer, D.A. Richards, E.M. Scott, J.R. Southon, R.A. Staff, C.S.M. Turney, J. van der Plicht (2013). IntCal13 and Marine13 radiocarbon age calibration curves 0-50,000 years cal BP. *Radiocarbon*, 55(4), 1869-1887.
- Stuiver, M., H.A. Polach (1977). Discussion: Reporting of ^{14}C data. *Radiocarbon* 19(3), 355-363.
- 安藤広道 (2009).「弥生農耕の特質」『弥生時代の考古学 5 食糧の獲得と生産』(設楽博己・藤尾慎一郎・松木武彦), pp. 23-38, 同成社
- 大森貴之・山崎孔平・梶澤貴行・板橋悠・尾寄大真・米田穰 (2017). 微量試料の高精度放射性炭素年代測定. 『第20回 AMS シンポジウム要旨集』
- 宮本一夫 (2018).「弥生時代開始期の実年代再論」『考古学雑誌』 100(2), 1-27.