

光ルミネッセンス法を用いた地表面に露出した 考古遺構の年代推定の可能性

下岡 順直*

キーワード：光ルミネッセンス (OSL)、地表面に露出した考古遺構、年代推定、石英、線量分布

1. はじめに

光ルミネッセンス (Optically stimulated luminescence, OSL) 年代測定 (Huntley *et al.* 1985) は、太陽光など露光によってOSL信号がゼロリセット (初期化) された考古遺跡の堆積物などに有効な方法である。OSL法は、露光後に堆積 (埋没) してから現在までに吸収した放射線量 (蓄積線量) を、一年間に鉱物が吸収する放射線量 (年間線量) で除することで年代に換算する。この方法を用いることで、考古遺物が包含される層準の年代推定や土坑の埋没年代などを得ることができる。

その一方で、地表面上 (以下、地表面) に露出している考古遺構の年代を推定することはきわめて難しい。このような場合、考古学では層位的対比や共伴する遺構、遺物の特徴などから、さらには後世の考古遺構との切り合い関係などから相対的に年代を比定する。また、共伴する炭化物を用いた放射性炭素 (^{14}C) 年代測定も有効な手段であるが、対象となる考古遺構と確実に共伴した有機物試料が得られなければ年代推定は難しい。さらに、砂漠など乾燥した地域の場合、考古遺構に共伴する有機物試料の採取自体が困難なことが多い。

今回、地表面に露出している考古遺構の年代推定のためにOSL年代測定を試みた。考古遺構自体は地表面に露出しているが、考古遺構を構成する建材を設置した際に、その直下の土壌表面はそれまで露光されていたことによってOSL信号がゼロリセットされていることが予想される。その土壌表層をOSL年代測定することで、土壌表層が遮光されてからの経過年代を推定可能であるか検証した。

2. 測定した考古遺跡と試料採取方法について

ヨルダン・ハシミテ王国南部に位置するジャフル (Jafr)

盆地では、新石器時代の水貯蔵施設 (ダム遺構) が多数発見されている。金沢大学ヨルダン遺跡調査団の調査により、ダム遺構は「貯留式灌漑農業用の開放的大型ダム」と「貯水専用の閉鎖的小型ダム」の2種類に区別でき、前者は主に約10,800~8,500年前とされる先土器新石器文化B (PPNB) 期、後者は主に約6,400~3,500年前とされる後期新石器時代に編年できることがわかってきた。これにより、ダム遺構を用いた編年を基に、ジャフル盆地における遊牧化の過程が解明されようとしている (藤井ほか 2014)。しかし、ダム遺構を新石器時代に比定した根拠は、上述したような考古学的手法によるものであり、理化学的年代測定法による数値年代はこれまで得られていなかった。その後、ジャフル盆地北西部の丘陵地帯に位置するジャバル・ジュハイラ遺跡の発掘調査では石造ダムの一部が発見され、ダム構築面で採取できた炭化物について ^{14}C 年代測定が行われた。その結果、 $8,290 \pm 30$ yBP (IAAA-I50530) と $8,390 \pm 30$ yBP (IAAA-I50531) の ^{14}C 年代が求められ、IntCal13データベースで暦年較正すると、 2σ で9,420~9,200 cal yBP と $9,490 \sim 9,370$ cal yBP となり、PPNB期の年代が得られた。これにより、ジャフル盆地におけるダム遺構の編年は確立された (藤井ほか 2016)。ただし、ジャフル盆地で確認されている多くのダム遺構では、 ^{14}C 年代測定を行うことができる炭化物は検出できておらず、数値年代が得られていない。

本研究では、OSL法を用いて砂漠の中に存在するダム遺構の年代推定を試みた。試料採取した地点は、ワディ・アブ・トレイハ (Wadi Abu Tulayha) にある「開放的大型ダム」とされるダム遺構および隣接する住居遺構 (藤井 2009) である (図1)。ダム遺構自体は地表面に露出しているため、試料には建材となる石が設置された原位置から動いていないとみられるダム壁建材直下の土壌表層を用いた (試料1~3)。この土壌は、建

* 立正大学地球環境科学部

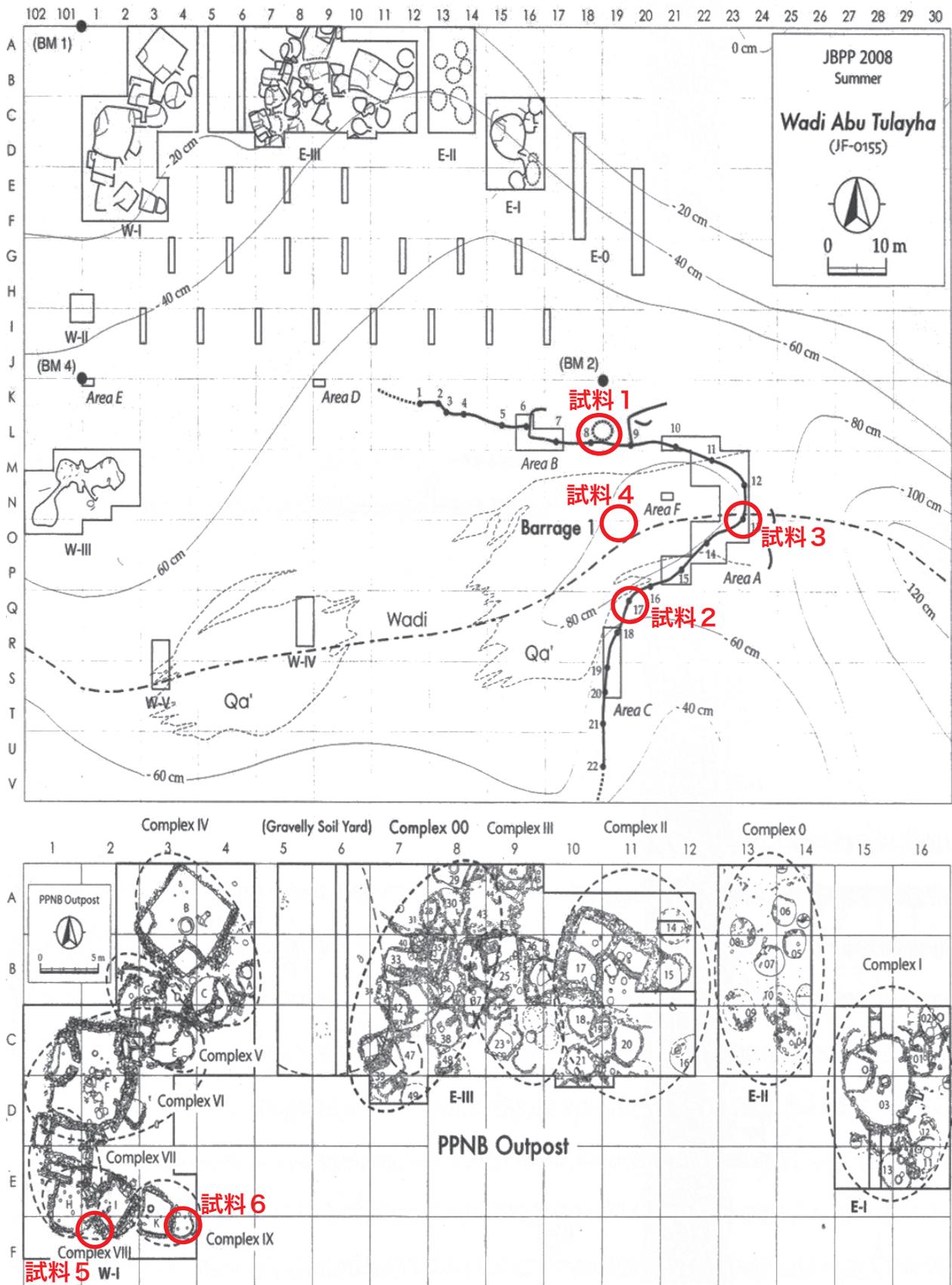


図1 ワディ・アブ・トレイハの遺構分布（藤井 2009）と試料採取位置

材となる石を設置した際に遮光されたと想定される。試料採取では、暗幕で遮光した状態で石を移動させ、できる限り石材直下の土壌の表層部を薄く剥ぐように採取した(図2)。また、ダム遺構内に堆積した土壌(試料4)のOSL年代測定も行い、ダム遺構の年代の下限(この年代よりは古い)をおさえることとした。ダム遺構に隣接する同時代のものと考えられる住居遺構においても、建材とした石材直下の表層土壌を採取した(試料5、6)。



図2 試料採取風景

3. OSL年代測定

試料処理は、1ルクス程度の暗赤色灯の暗室で行った。試料を水簸し、沈殿物のみを取り出した。まず、10%過酸化水素水12時間処理で微細な有機物を除去した。洗浄乾燥後、標準ふるいで粒度を50~150 μm に揃えた。次に、20%塩酸90分処理で炭酸塩を除去した。洗浄乾燥後、磁性鉱物を永久磁石で取り除き、非磁性鉱物(白色鉱物)を取り出した。そして、20%フッ酸90分処理で石英以外の鉱物の除去と、石英表面約10 μm 程度をエッチングした。最後に、洗浄乾燥後、標準ふるいで粒度を75~150 μm に揃えた(以下、ナチュラル試料とする)。

試料が石英に純化されているかについては、石英が赤外光ルミネッセンス(IRSL)測定では発光しない特性を利用して確認を行う。今回の試料についても、ナチュラル試料のIRSL信号がほぼバックグラウンドレベルであることから石英にほぼ純化されていると確認した。

蓄積線量評価のためのOSL測定は、立正大学に設置しているOSL自動測定装置NRL-99-OSTL2-KU(下岡ほか2015)を用いた。OSL自動測定装置に装着した小型X線管球による放射線照射は、線量率 5.0 ± 0.6 Gy/分(下岡ほか2015)とした。OSL測定は、multiple grainによるSingle aliquot regenerative-dose(SAR)法(Murray and Wintle 2000)で行った。SAR法によるOSL測定手順を表1に示す。プレヒート条件は 260°C で60秒、カットヒート条件は 160°C 、ホットブリーチ条件は 280°C で40秒とした。テストドーズ測定のための放射線量は1 Gyとした。SAR法によるOSL測定では、表1のように一連の再現線量測定(L_i)と感度補正用のテストドーズ測定(T_i)から構成され、これらから感度補正されたOSL信号(L_i / T_i)を求めた。そして、感度補正されたOSL信号を求める測定を繰り返し、感度補正された生長曲線

表1 SAR法によるOSL測定手順

Step	Treatment	Observed
1 ^(a)	Give dose, D_i	-
2	Preheat (260°C for 60 s)	-
3	Stimulate for 100 s at 125°C	L_i
4	Give test dose, 1 Gy	-
5	Cut heat (160°C)	-
6	Stimulate for 100 s at 125°C	T_i
7	Stimulate for 40 s at 280°C	-
8	Return to 1	-

(a) Step1: For the natural sample, $i = 0$ and $D_0 = 0$ Gy.

を求め、ナチュラル試料の感度補正されたOSL信号 (L_n / T_n) を内挿して等価線量を求めた。

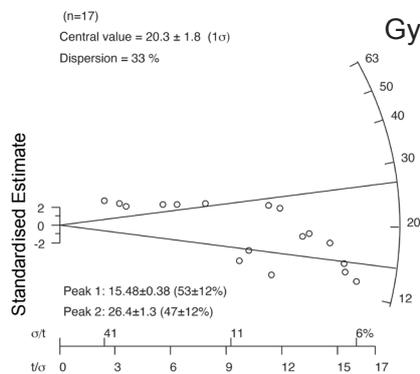
年間線量評価のための γ 線スペクトロメトリーには、ミリオンテクノロジーズ・キャンベラ株式会社製モデル7229P-7500Sのゲルマニウム半導体検出器を用いた。まず、乾燥させた試料を所定のプラスチックケースに30 g 定量して封入し、ゲルマニウム半導体検出器を用いて2日間計測した（下岡ほか 2018）。その計測値を、産業技術総合研究所が提供する岩石標準試料（Imai *et al.* 1996）で作成した検量線を用いて、ウラン、トリウム、

カリウムの濃度を求めた。そして、放射線量への換算式（Guérin *et al.* 2011）と含水比補正により、年間 β 線量および年間 γ 線量をそれぞれ見積もった。年間宇宙線量は、試料がほぼ地表面なので0.15 mGy/年とした。

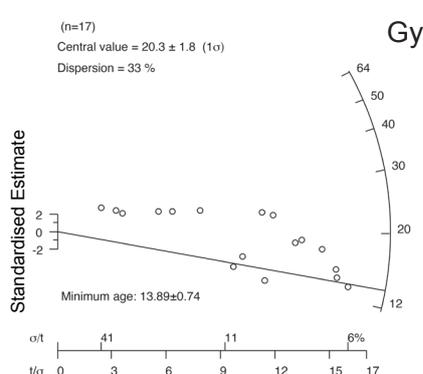
4. 結果と考察

SAR法によるOSL測定を複数回（ $n = 9 \sim 27$ ）行い、等価線量の分布をRadial plots（Vermeesch 2009）で表示した（図3）。試料の蓄積線量の評価には、複数の年

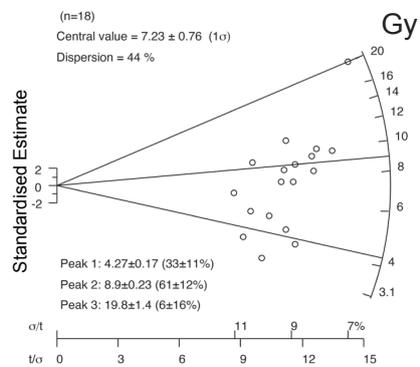
試料 1 : CAM / FMM



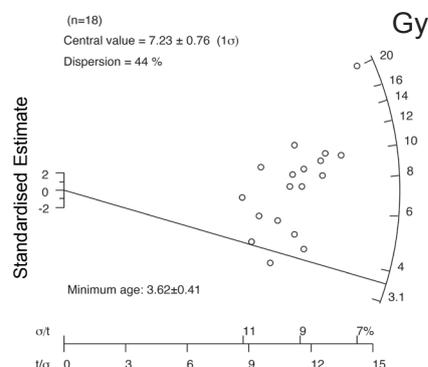
試料 1 : MAM



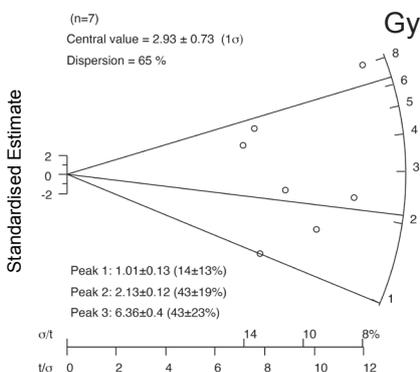
試料 2 : CAM / FMM



試料 2 : MAM



試料 3 : CAM / FMM



試料 3 : MAM

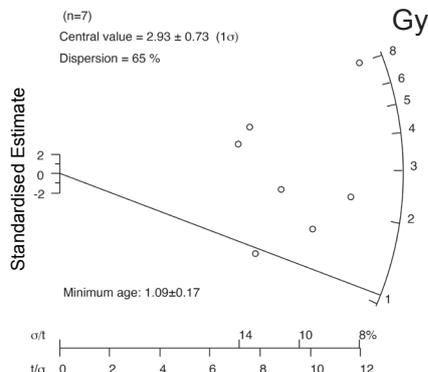
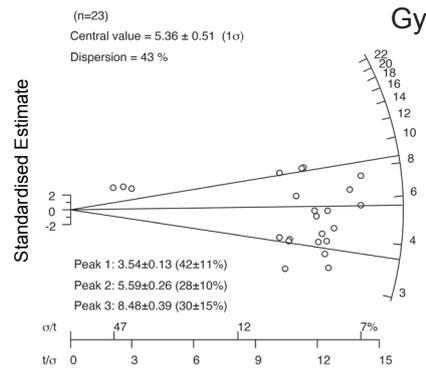
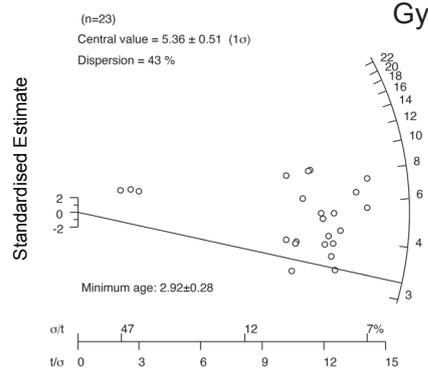


図3 各試料の等価線量のradial plots
(CAM : Central Age Model, FMM : Finite Mixture Model, MAM : Minimum Age Model)

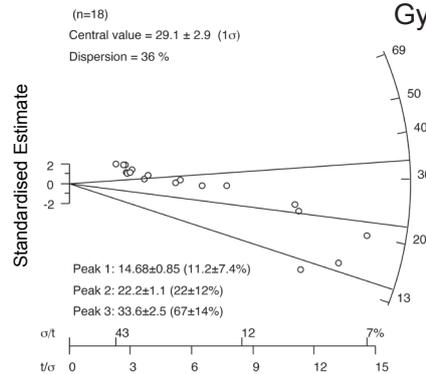
試料 4 : CAM / FMM



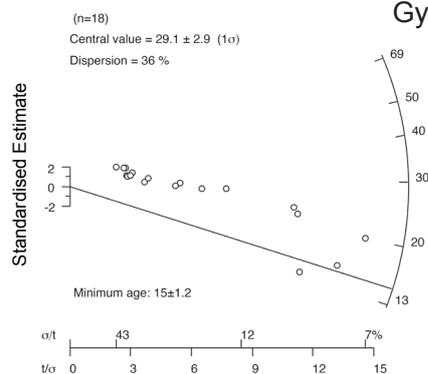
試料 4 : MAM



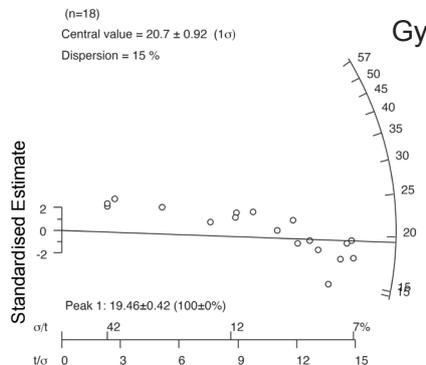
試料 5 : CAM / FMM



試料 5 : MAM



試料 6 : CAM / FMM



試料 6 : MAM

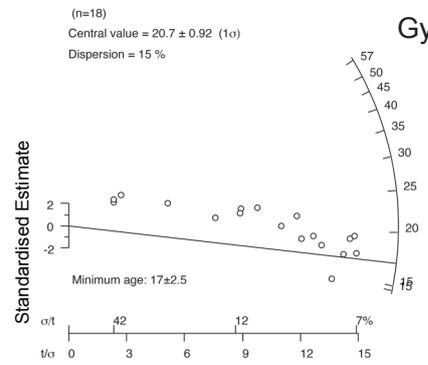


図3 (つづき) 各試料の等価線量のradial plots
(CAM : Central Age Model, FMM : Finite Mixture Model, MAM : Minimum Age Model)

代モデル central age model : CAM, finite mixture model : FMM、および minimum age model : MAM (Galbraith and Green 1990; Galbraith *et al.* 1999; Roberts *et al.* 2000) を用いて検討を行った。各試料のそれぞれの年代モデルで評価した蓄積線量を表2に示す。

本来、FMMやMAMを用いた年代モデルはsingle grainを用いた等価線量評価の場合に適用されるが、今回はmultiple grainのデータに適用して解析した。multiple grainは複数粒子に対して線量評価した値になることから、single grainと比べて等価線量の分布がや

や平滑化されてしまうものの、試料である地層(母集団)に対する代表的なデータ値の集団(群)を示す。このことから、multiple grainでFMMやMAMを成分(component)で分離する手法として用い、試料の等価線量を複数に分離することにより年代推定の参考値を得ることは妥当と考える。

蓄積線量の評価は、試料の等価線量の過分散(表2の σ_{OD})を基に判断した。 σ_{OD} が20%以下の場合、Olley *et al.* (2004)によれば、試料はゼロリセット(初期化)されていると判断される。この判断を用い、 σ_{OD} が20%

表2 各試料の年代モデルで評価した蓄積線量

Sample	n ^a	σ_{OD} ^b (%)	CAM		FMM		MAM
			Paleodose (Gy)	Paleodose (Gy)	k ^c	Prop. ^d (%)	Paleodose (Gy)
1	17/18	33	20.3±1.8	15.5±0.4 26.4±1.3	2	53±12 47±12	13.9±0.7
2	18/18	44	7.2±0.8	8.9±0.2 4.3±0.17 19.8±1.4	3	61±12 33±11 6±16	3.6±0.4
3	7/9	65	2.9±0.7	2.1±0.12 6.4±0.4 1.0±0.13	3	43±19 43±23 14±13	1.1±0.17
4	23/27	43	5.4±0.5	3.5±0.13 8.5±0.4 5.6±0.3	3	42±11 30±15 28±10	2.9±0.3
5	18/18	36	29.1±2.9	33.6±2.5 22.2±1.1 14.7±0.9	3	67±14 22±12 11±7	15±1.2
6	18/18	15	20.7±0.9	19.5±0.4	1	100±0	17±2.5

CAM - Central Age Model, FMM - Finite Mixture Model, MAM - Minimum Age Model

a - number of aliquots, accepted / measured, b - overdispersion value,

c - number of component, d - proportion of the population

表3 各試料のOSL年代測定結果

Sample	σ_{OD} (%)	Age model	Paleodose (Gy)	Annual dose (mGy/a)	Age (ka)
1	33	MAM	13.9±0.7	1.81±0.18	7.7±0.9
2	44	FMM	8.9±0.2	1.29±0.15	6.9±0.8
3	65	FMM	2.1±0.12 6.4±0.4	1.74±0.17	1.2±0.14 3.7±0.4
4	43	FMM	3.5±0.13	1.34±0.14	2.6±0.3
5	36	MAM	15±1.2	1.32±0.17	11±1.7
6	15	CAM	20.7±0.9	1.83±0.17	11±1.1

CAM - Central Age Model, FMM - Finite Mixture Model, MAM - Minimum Age Model

以下については、蓄積線量評価にCAMを採用した。また、 σ_{OD} が20%以上の場合については、Gliganic *et al.* (2012) や shitaoka *et al.* (2020) を参照にして、今回は σ_{OD} が20~40%以下の場合にはMAMで、40%以上の場合にはFMMで集団比率 (proportion of the population) が最も高い等価線量を蓄積線量として見積ることとした。

年間線量の評価は、蓄積線量測定にフッ酸でエッチング処理を行って石英表面層を除去した粒径約100 μm のナチュラル試料を用いた。そのため、年間線量には石英表面層で発光する α 線に起因したOSLは含まれない。よって、試料とした石英が1年間に吸収する年間 β 線量、

年間 γ 線量および年間宇宙線量の合計とした。

以上の結果をもとに、蓄積線量を年間線量で除することでOSL年代を計算した。蓄積線量、年間線量およびOSL年代 (ka : 千年前) を表3に示す。試料1の σ_{OD} は33%なのでMAMを採用し、蓄積線量は13.9±0.7 Gy、OSL年代は7.7±0.9 kaとなった。試料2の σ_{OD} は44%なのでFMMを採用し、蓄積線量は集団比率61%で8.9±0.2 Gy、OSL年代は6.9±0.8 kaとなった。試料3の σ_{OD} は65%なのでFMMを採用し、蓄積線量は集団比率43%で2.1±0.12 Gyと6.4±0.4 Gyの2つが評価でき、OSL年代はそれぞれ1.2±0.14 kaと3.7±0.4 kaとなった。試料4の σ_{OD} は43%なのでFMMを採用し、蓄積線量は集団

比率42%で 3.5 ± 0.13 Gy、OSL年代は 2.6 ± 0.3 kaとなった。試料5の σ_{OD} は36%なのでMAMを採用し、蓄積線量は 15 ± 1.2 Gy、OSL年代は 11 ± 1.7 kaとなった。試料6の σ_{OD} は15%なのでCAMを採用し、蓄積線量は 20.7 ± 0.9 Gy、OSL年代は 11 ± 1.1 kaとなった。

OSL年代測定の結果、ダム遺構内に堆積した土壌(試料4)は 2.6 ± 0.3 kaと評価した。これにより、ダム遺構の構築年代は2.6 kaよりも古く、新石器時代であることが明らかになった。

試料1と試料2の年代はそれぞれ 7.7 ± 0.9 kaと 6.9 ± 0.8 kaとなり、約6,400~3,500年前とされる後期新石器時代よりは古い年代が得られたが、ダム遺構を約10,800~8,500年前とされる先土器新石器文化B(PPNB)期に比定する考古学的年代観よりは若干新しくなった。試料1は、CAMを採用すると蓄積線量は 20.3 ± 1.8 Gy、OSL年代は 11 ± 1.5 kaとなる。FMMを採用すると蓄積線量は集団比率53%で 15.5 ± 0.4 Gy、OSL年代は 8.6 ± 0.9 kaとなった。これらの年代値であれば試料1はPPNB期の範疇に入ることから、採用する年代モデルの判断方法については今後類例を増やしながらか検討をしていきたい。

試料3は、試料1と試料2よりもさらに新しい年代(1.2 ± 0.14 kaあるいは 3.7 ± 0.4 ka)になった。試料1~3は同じダム構築に関わる建材であるが、試料3はダム遺構の中で最も下流側に位置している。このことから、試料1と試料2よりも試料3がさらに新しい年代となった要因として、建材が原位置を留めていなかった可能性、もしくは水の影響で建材となる石の底の土壌が流動した可能性が示唆される。

住居遺構で採取した試料5と試料6はそれぞれ 11 ± 1.7 kaと 11 ± 1.1 kaとどちらも約11 kaとなり、PPNB期の範疇に入ることから、考古学的年代観と整合性のある結果となった。

5. まとめ

今回の結果より、地表面に露出している考古遺構に対して、OSL年代測定を用いた年代推定は潜在的に可能だろう。今回のOSL測定はmultiple grainを用いたけれども、OSL信号のゼロリセット不完全(おそらく土壌の堆積年代)や後世の攪乱などによるOSL年代データのばらつきも確認することができた。しかし、年代推定の正確度をさらに向上するために、今後はsingle grainによる蓄積線量も試みる必要があるだろう。また、後世の攪乱などに対して、どの年代モデルを当てはめるべき

かの判断基準については測定例を増やすことでさらなる検証が必要である。後世の攪乱については、日本のように雨が深い地域では、雨水などの影響で建材となる石の下で土壌が流動する可能性があり、年代推定には困難が想定される。まずは、考古遺構が原位置をとどめているかを見極め、OSL測定のためにどのように試料を採取するか、その方法を確立することが重要であろう。

謝辞

本稿は、日本文化財科学会第33会大会(下岡ほか2016)および日本第四紀学会2017年大会(下岡2017)で発表した内容の一部に加筆修正したものである。試料採取では、金沢大学の藤井純夫名誉教授と足立拓朗教授、奈良文化財研究所の山藤正敏博士に大変お世話になった。本研究には、日本学術振興会科研費若手研究(A)(課題番号:25702011)の一部を使用した。記して感謝申し上げます。

参考文献

- 藤井純夫(2009)新石器時代ヨルダンの移牧春营地-ワディ・アブ・トレイハ遺跡の第6次調査(2008)-。第16回西アジア発掘調査報告会, 28-33.
- 藤井純夫・足立拓朗・山藤正敏・長屋憲慶(2014)ヨルダン南部ジャフル盆地の遊牧化過程-後期新石器時代のダムおよびキャンプ址の分布・発掘調査(2014年春・夏)-。第21回西アジア発掘調査報告会, 28-33.
- 藤井純夫・足立拓朗・長屋憲慶(2016)ヨルダン南部ジャフル盆地の遊牧化-ジャバル・ジュハイラ遺跡の第2~4次発掘調査(2015年)-。第23回西アジア発掘調査報告会, 25-29.
- Galbraith, R.F. and Green, P.F. (1990) Estimating the component ages in a finite mixture. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 17(3) 197-206.
- Galbraith, R.F., Roberts, R.G., Laslett, G.M., Yoshida, H. and Olley, J.M. (1999) Optical dating of single and multiple grains of quartz from Jinmium rock shelter, northern Australia: part 1, experimental design and statistical models. *Archaeometry*, 41, 339-364.
- Glignani, L.A., Jacobs, Z., Roberts, R., Dominguez-Rodrigo, M. and Mabulla, A.Z.P. (2012) New ages for Middle and Later stone age deposits at Mumba rockshelter, Tanzania: optically stimulated luminescence dating of quartz and feldspar grains. *Journal of Human Evolution*, 62, 533-547.
- Guérin, G., Mercier, N. and Adamiec, G. (2011) Dose-rate conversion factors: update. *Geochronometria*, 29, 5-8.
- Huntley, D.J., Godfrey-Smith, D.I., and Thewalt, M.L.W.

- (1985) Optical dating of sediments. *Nature*, 313, 105-107.
- Imai, N., Terashima, S., Itoh, S. and Ando, A. (1996) 1996 compilation of analytical data on nine GSJ geochemical reference samples, "Sedimentary rock series". *Geostandards Newsletter*, 20, 165-216.
- Murray, A.S. and Wintle, A.G. (2000) Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements*, 32, 57-73.
- Olley, J.M., De Deckker, P., Roberts, R.G., Fifield, L.K., Yoshida, H. and Hancock, G. (2004) Optical dating of deep-sea sediments using single grains of quartz: a comparison with radiocarbon. *Sedimentary Geology*, 169, 175-189.
- Roberts, R.G., Galbraith, R.F., Yoshida, H., Laslett, G.M. and Olley, J.M. (2000) Distinguishing dose populations in sediment mixtures: a test of single-grain optical dating procedures using mixtures of laboratory-dosed quartz. *Radiation Measurements*, 32, 459-465.
- 下岡順直・波多野智・田邊和明・森美比古・青木智史・阪江修 (2015) OSL/TL自動測定装置NRL-99-OSTL2-KUの設計製作とX線管球の線量率較正. *地球環境研究*, 17, 107-110.
- 下岡順直・藤井純夫・足立拓朗 (2016) 光ルミネッセンス法を用いた地表面に露出する先史遺構の年代推定の可能性. *日本文化財科学会第33回大会*, 126-127.
- 下岡順直 (2017) 地表面に露出した考古遺構のOSL法による年代推定の可能性. *日本第四紀学会2017年大会*, 92.
- 下岡順直・清水隆一・北沢俊幸・川野良信 (2018) ゲルマニウム半導体検出器を用いた γ 線スペクトロメトリーのシステム構築. *地球環境研究*, 20, 179-183.
- Shitaoka, Y., Noguchi, A. and Zahir, M. (2020) Dating of the Relevant Palaeolithic Potwar Loess Sediments in Soan Valley, Northern Pakistan Through the Optically Stimulated Luminescence Method. *Journal of Archaeohistorical studies*, 1-1, 153-158.
- Vermeesch, P. (2009) RadialPlotter: A Java application for fission track, luminescence and other radial plots. *Radiation Measurements*, 44, 409-410.

Methodological Potential of age determination for archeological exposed structural remains using optically stimulated luminescence method

SHITAOKA, Yorinao*

* Faculty of Geo-environmental Science, Rissho University

Key words : optically stimulated luminescence (OSL) , exposed structural remain, dating, quartz, dose distribution