

ロシア沿海州新石器遺跡堆積物の 赤外光ルミネッセンス (IRSL) 年代測定

長友恒人・下岡順直*・國木田大**

奈良教育大学教育実践開発講座 (古文化財科学)

(平成19年5月7日受理)

IRSL Dating of the Sediments at the Neolithic Sites in the Russian Far East

Tsuneto NAGATOMO, Yorinao SHITAOKA* and Dai KUNIKITA**

(Department of Archeological Science, Nara University of Education, Nara 630-8528, Japan)

(Received May 7, 2007)

Abstract

The infrared stimulated luminescence (IRSL) dating was performed for the sedimentary samples from the Neolithic sites, Zaisanovka 1 site, Posiet 1 site and Ustinovka 3 site, in the Russian Far East (the Maritime Region). The IRSL samples were collected from the 3 and 4 layers at the Zaisanovka 1 site, the upper and lower layers of the cultural horizon at the Posiet 1 site and the III and IV layers at the Ustinovka 3 site.

The paleodose of each sample was estimated by the multiple aliquot additive dose (MAAD) protocol with poly-mineral fine grain samples prepared from the collected sedimentary samples. The IRSL measurement conditions (detection wave lengths, measurement temperatures and preheat conditions) were determined according to the results of preliminary experiments using four types of standard feldspar specimen. Annual doses (dose rates) were estimated from the concentrations of U, Th and K-40 using a high-purity Ge gamma-ray spectrometer.

The IRSL ages obtained are 1.9 ± 0.8 ka and 3.4 ± 0.7 ka for the Zaisanovka 1 site, 8.7 ± 2.1 ka, 14.9 ± 2.5 ka for the Posiet 1 site and 8.3 ± 1.3 ka, 11.0 ± 0.8 ka for the Ustinovka 3 site. The comparison of the IRSL ages with known C-14 data are also discussed.

Key Words : infrared stimulated luminescence (IRSL), dating, sediments, Neolithic sites, Far East Russia (the Maritime region)

キーワード : 赤外光ルミネッセンス (IRSL), 年代測定, 堆積物, 新石器遺跡, 極東ロシア (沿海州)

1. はじめに

1960年代より始まった熱ルミネッセンス (Thermoluminescence, TL) 年代測定は土器などの考古遺物や火山灰の年代測定に適用され、考古学研究に寄与する数値年代が求められてきた^{(1), (2), (3), (4)}. TL法は試料が加熱されてから測定までに被曝した放射線量 (Paleodose, 蓄積線量) を評価する方法である. これに対して, 1980年代以降, レスやローム層など風成・水成堆積物を対象に研究が進められている光ルミネッセンス (Optically stimulated luminescence, OSL) 年代測定法⁽⁵⁾ は試料が過去に露光をされなくなってから測定までの蓄積線量を測定することができる. これにより, レスやロームなどで構成されている遺物包含層を直接年代測定することが可能になった.

1995年以降, 我々はOSL年代測定法を考古学に関連する堆積物に応用するために, 石英および長石の鉱物標本試料等を用いて様々な予備実験を行い, OSL特性を観察してきた^{(6), (7), (8), (9)}. 現在のOSL法による年代測定ではpoly-mineral微粒子 (石英と長石を主成分とする約1~8 μ mの鉱物) を測定試料とする赤外光ルミネッセンス (Infrared stimulated luminescence, IRSL) 法が信頼性の高い方法の一つとして用いられている^{(10), (11)}. 今回, poly-mineral微粒子によるIRSL法を用いてロシア沿海州にある新石器時代の土器包含層に関連する堆積物の年代測定を行い, 土器包含層の年代推定を試みた. 対象とした遺跡は, Ustinovka 3遺跡, Zaisanovka 1遺跡およびPosiet 1遺跡である (図1).

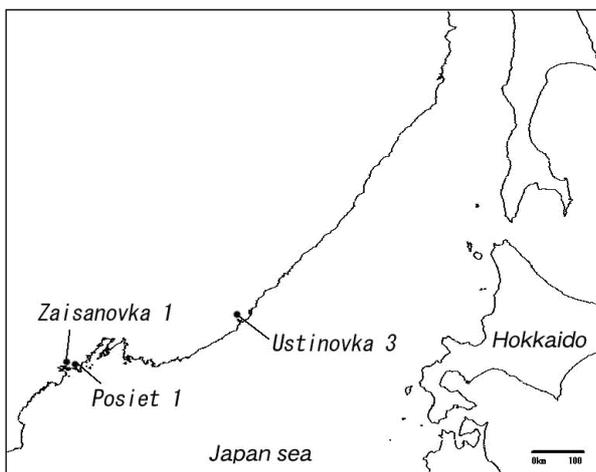


図1 試料採取したロシア沿海州新石器遺跡の位置

Ustinovka遺跡群は, ロシア沿海州カバレロボ郡ウスターノフカ村にあり, シホテアリン山脈から東に流れ日本海へ注ぐゼルカーリナヤ川の段丘上に位置する. 1992年~1998年にかけて, ロシア科学アカデミー極東支部, 歴史学・考古学・民族研究所などが共同調査を実

施してきた^{(12), (13), (14), (15)}. Ustinovka 3遺跡では, 内面が条痕で外面は無文で口縁部に貫通孔の並ぶ土器片が柳葉形尖頭器や篋状石器と共伴して発見されている⁽¹⁶⁾. 今回報告するIRSL年代測定はUstinovka 3遺跡III層と, 土器が出土した層の直上IV層について試料を採取して測定を行った.

Zaisanovka 1遺跡およびPosiet 1遺跡は, ロシア沿海州クラスキノ市郊外にあり, エクスペディシア湾沿いの台地上に所在する. Zaisanovka 1遺跡は1953年に発掘され, 数万点の三角形, 楕円形, 刺突文を基本とする綾杉文土器と大量の石器が出土している⁽¹⁷⁾. これらの遺跡は, 2000年にロシア科学アカデミーにより再調査が行われ, OSL測定のために堆積物試料のサンプリングも行われた. IRSL年代測定用試料は, Zaisanovka 1遺跡では, 3層および土器出土層直上にあたる4層を採取した. Posiet 1遺跡では, 土器包含層の上層と下層を採取した.

2. 測定

2. 1. 試料処理

採取した試料は, 1 lx前後の暗赤色灯下で試料処理を行った⁽¹⁸⁾. 水簸によって植物の根などを除去した後, 浮遊物と沈殿物に分離し, 浮遊物をpoly-mineral微粒子試料として処理を行った. 有機物の溶解のために10~15% H₂O₂で1晩処理し, アセトン中の沈降速度の差を利用して, 粒度を約1~8 μ mに調整した. さらに, 20% HClで1~2時間処理し炭酸塩鉱物を除去した後, 乾燥させた.

2. 2. 蓄積線量

測定はDaybreak社製のTL/OSL自動測定装置 (Daybreak1150) および自作のTL/OSL自動測定装置 (NRL-99-OSTL) を用いた. NRL-99-OSTL装置は, 室

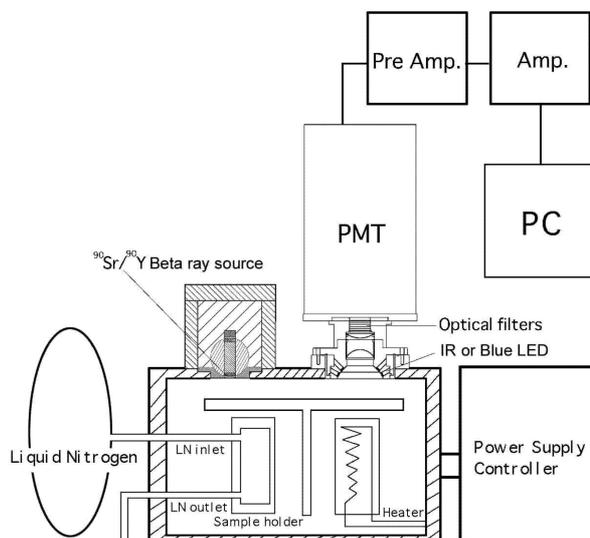


図2 NRL-99-OSTL自動測定装置

温から500℃まで測定できる試料台と-150℃で測定できる試料台の2種類を左右対称に配置した(図2). 前者は、通常のOSL測定とTL測定が可能である. 後者は、これを構成するロッドの内部に液体窒素を流すことにより約2分程度で-150℃まで冷却することが可能である. 測定試料は、最大32試料まで自動測定が可能である. 励起波長はDaybreak1150が $880 \pm 20\text{nm}$, NRL-99-OSTLは $890 \pm 50\text{nm}$ である.

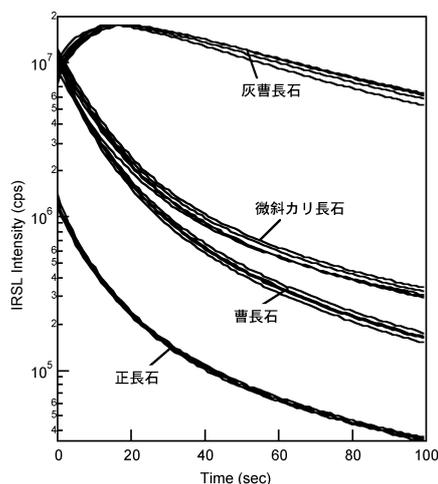


図3 各長石のIRSL減衰曲線

蓄積線量は、Multiple aliquot additive dose (MAAD) 法で評価し、付加照射はCo-60 γ 線を0.3~0.4Gy/分の照射率で照射した. スプラリニアリティー補正のためのアニールは、500℃で5分もしくは350℃で60分とし、各試料に対して感度変化の小さい方をそれぞれ採用した.

曹長石(ブラジル産)と正長石(アリゾナ産)の鉱物標本試料を用いた予備実験の結果に基づき、いくつかの最適な測定条件を決定した. 曹長石のIRSL発光色は、高感度フィルムを用いた撮影により、黄緑がかった青色が観察された. 微斜カリ長石(福島県石川町産)は黄緑色、灰曹長石(アメリカ産)は黄色、サニディン(和歌山県産)は青色の発光色であった. 正長石は、2kGyまでCo-60 γ 線を照射して撮影を試みたが、写っていない. 正長石の発光色が撮影できなかった原因として、IRSL感度がほかの長石よりも小さかったためということが挙げられる(図3). なお、カリウムリッチの長石は、赤色も発光することがわかってきている^{(19), (20)}. 長石は、その組成から様々な形で存在しており、IRSL発光波長についても、組成によって異なると考えられる. よって、poly-mineral微粒子試料には、様々な組成をした長石が俵雑していると考えられる. 検出波長はDaybreak1150で310~440nm, NRL-99-OSTLで350~600nmとした. 測定温度は、曹長石と正長石で40℃~120℃まで20℃間隔で温度を変え、IRSL感度が安定している測定温度として60℃あるいは80℃を適用した.

プレヒート条件は120~300℃まで10℃間隔で60秒間プレヒートテストを行い、安定したIRSL強度が得られるプレヒート条件として160℃で60秒間を採用した^{(11), (21)}.

2. 3. 年間線量

今回の試料は、遺跡が国外のために現場における年間 γ 線量および年間宇宙線量をTLDカプセルを用いて直接測定を実施することが困難であった. 年間線量は、低バックグランド鉛および無酸素銅で遮蔽した高純度ゲルマニウム検出器で土壌の γ 線スペクトルを計測し、独立行政法人産業技術総合研究所(旧地質調査所)が提供している岩石標準試料(JG-1a, JR-1, JA-3, JB-2, JB-3)で較正して、U, ThおよびK-40濃度を測定し、換算式⁽²²⁾を用いて年間 α 線量、年間 β 線量、年間 γ 線量に換算して求めた.

Zaisanovka 1遺跡およびPosiet 1遺跡試料の年間 β 線量は、TLD素子(CaSO₄:Dy)を用いて直接測定を行った. 採取した試料を乾燥させ、50~75 μm 程度に粉碎し、アルミリングにプレス成型した. プレス成型した2枚のリングの間に、厚さ3.5mg/cm²のポリチャック袋を介して、350℃で15分間アニール処理を施したTLD素子を薄く一層にひろげて挟み込み、厚さ150mm鉛の箱の中に放置し、試料からの β 線を吸収させた. 21日間埋め込んだ後に取り出し、TL強度を測定した. TLD素子は3rdスタンダードである広島大学被爆放射線医学研究所のCo-60 γ 線によって較正を行うことで年間 β 線量を評価した. 今回、試料の蓄積線量は、poly-mineral微粒子試料によって評価したので、年間線量は年間 α 線量、年間 β 線量、年間 γ 線量と年間宇宙線量の和によって求めた. このとき、年間 α 線量のOSL効率率は10%、年間宇宙線量は0.15mGy/年と仮定した.

3. 結果と考察

Ustinovka 3遺跡IV層およびZaisanovka 1遺跡4層のIRSL減衰曲線と生長曲線を図4に示す. 等価線量値を

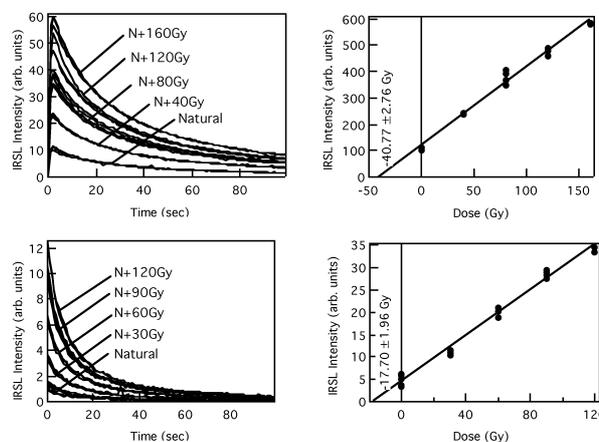


図4 IRSL減衰曲線と生長曲線

(上: Ustinovka3遺跡IV層, 下: Zaisanovka1遺跡4層)

表1 IRSL測定による蓄積線量評価

Site	Layer	Equivalence dose	Supralinearity correction	Paleodose
		(Gy)	(Gy)	(Gy)
Zaisanovka1	3	7.55±2.88	-0.70±0.55	6.85±2.93
	4	17.70±1.96	-4.47±1.81	13.24±2.67
Posiet1	Upper	51.84±5.37	-7.20±9.25	44.63±10.70
	Lower	66.34±9.09	8.25±7.96	74.59±12.08
Ustinovka 3	III	31.93±2.77	16.59±6.89	48.53±7.43
	IV	40.77±2.76	13.28±1.87	54.05±3.34

表2 各試料の年間線量

Site	Layer	Annual dose (Gy/ka)				Total Annual dose (Gy/ka)	Water content (%)
		α ray	β ray	γ ray	cosmic ray		
Zaisanovka1	3	0.91±0.13	1.62±0.17	1.01±0.07	0.15	3.69±0.23	9.3
	4	0.81±0.10	1.98±0.19	0.96±0.06	0.15	3.90±0.22	27.4
Posiet1	Upper	1.39±0.14	2.22±0.14	1.35±0.08	0.15	5.11±0.21	12.4
	Lower	1.36±0.13	2.19±0.12	1.32±0.08	0.15	5.02±0.19	17.6
Ustinovka 3	III	1.52±0.14	2.66±0.13	1.51±0.12	0.15	5.84±0.23	17.2
	IV	1.23±0.13	2.30±0.12	1.24±0.11	0.15	4.93±0.21	21.1

表3 各試料の蓄積線量、年間線量、IRSL年代

Site	Layer	Paleodose	Annual dose	IRSL age
		(Gy)	(Gy/ka)	(ka)
Zaisanovka1	3	6.85±2.93	3.69±0.23	1.9±0.8
	4	13.24±2.67	3.90±0.22	3.4±0.7
Posiet1	Upper	44.63±10.70	5.11±0.21	8.7±2.1
	Lower	74.59±12.08	5.02±0.19	14.9±2.5
Ustinovka 3	III	48.53±7.43	5.84±0.23	8.3±1.3
	IV	54.05±3.34	4.93±0.21	11.0±0.8

評価する生長曲線の線量依存性は直線的であった。よって、線量評価は、最小二乗法により直線回帰することで行った。

各試料の蓄積線量および年間線量を、表1および表2に示す。IRSL年代は、上記の方法で評価した等価線量にスプラリニアリティー補正値を加えた蓄積線量を年間線量で除することによって求められる。表3に各遺跡試料の蓄積線量と年間線量およびIRSL年代を示した。

どの試料も直線的な線量依存性がみられ、再現性の良いデータであった。これは、光ブリーチによるゼロイングが完全になされていることによるものと考えられる。また、層序と矛盾したデータもないことから、長石、特に灰長石などに見られるような異常減衰 (Anomalous fading) も生じていないと考えられる。以下に、各遺跡で求められているC-14年代と今回求めたIRSL年代の比

較を試みる。

梶原や田中は、アムール川下流域に位置するGashya 1遺跡上層やGoncharka 1遺跡上層から出土する土器群とUstinovka 3遺跡出土土器の関係を、C-14年代や土器の文様などから検討した^{(16), (23)}。Gashya 1遺跡上層では、10875±90yBP (AA-13393)、11340±60yBP (研究室コード不明)、Goncharka 1遺跡上層では、9890±230yBP (Gak-18981)、10590±60yBP (LLNL-102168) といったC-14年代が公表されている^{(16), (24), (25)}。Ustinovka 3遺跡IV層のIRSL年代⁽¹⁾は、アムール川下流域や沿海州沿岸の土器編年を考えていく上で検討材料の一つとなっていこう。

Zaisanovka 1遺跡4層下の土器出土層は、Zaisanovka文化と呼称されており、Zaisanovka文化期の遺跡としては、Rudnaya Pristan遺跡 (中間層) やOleny A遺跡などにお

いて木炭を試料としてC-14年代測定が行われている⁽²⁶⁾。Rudnaya Pristan遺跡(中間層)では、4試料の暦年校正年代値が2910-2435 cal BC (GIN-5980), 2870-2405 cal BC (GIN-5630), 2865-2400 cal BC (GIN-5982), 2785-2330 cal BC (GIN-598)となっている。今回、Zaisanovka 1遺跡4層(土器出土層直上)のIRSL年代は 3.4 ± 0.7 kaであり、上記の数値年代と整合性がある。今後、試料の層位関係を含めた比較検討が望まれる。

Posiet 1遺跡に関しては、出土遺物の詳細が不明なため、現段階ではIRSL測定値について検討を行わない。

今回、ロシア沿海州沿岸部における新石器時代土器包含層の年代推定に関して、IRSL法による数値年代を求めた。近年では、Goncharka 1遺跡⁽²⁷⁾やZaisanovka 7遺跡⁽²⁸⁾において発掘調査が行われ、またUstinovka 8遺跡などいくつかの遺跡でC-14年代測定が実施されている⁽²⁹⁾。今後、遺物包含層のOSL年代測定とともにTL年代測定によって土器の数値年代を求めることが、この地域で得られているC-14年代とのクロスチェックを進める上で重要であり、土器および土器と共伴する石器群の型式編年の細分化作業に寄与できるであろう。

謝辞

東北福祉大学梶原洋教授には、試料採取の便宜を図っていただいた。小松久美、森本国宏の諸氏には、試料処理や測定において協力を得た。末尾ながら記して感謝申し上げます。

本研究は、科学研究費「光励起によるルミネッセンス年代測定法の開発と応用」(平成6, 7年度: 課題番号06834004), 「ルミネッセンスを利用した新しい手法による第四系堆積物の年代測定」(平成8, 9年度: 課題番号08680188), 「遺跡の文化層の絶対年代を決定する光ルミネッセンス年代測定法の確立」(平成10, 11年度: 課題番号10680175), 「新方式の極微量試料・極低温のOSL年代測定法の開発研究と遺跡試料への適用」(平成13, 14年度: 課題番号13680179)によるものであり、測定装置の設置には(株)古環境研究所の援助を受けた。

註

- (1) 文献(16), (24), (25)に挙げられているUstinovka3遺跡のOSL年代10.5kaの試料は、今回のUstinovka3遺跡IV層のIRSL年代と同じ試料である。先に挙げた文献に記述されているOSL年代は暫定値であり、今回報告したUstinovka3遺跡IV層のIRSL年代が最終的な値である。また、Ustinovka7遺跡土器包含層のOSL年代18.6ka⁽¹⁵⁾, ⁽²⁴⁾も暫定値である。

参考文献

- (1) Ichikawa, Y. (1967) Dating of ancient ceramics by Thermoluminescence II, Bulletin of the institute for chemical research, Kyoto University, 45-1, pp.63-68.

- (2) Ichikawa, Y., Hagihara, N. and Nagatomo, T. (1982) Dating of pyroclastic flow deposits by means of the quartz inclusion method, PACT, 6, pp.409-416.
- (3) 市川米太 (1977) 帝釈遺跡出土土器の熱ルミネッセンス年代測定, 考古学と自然科学, 10, pp.1-9.
- (4) 長友恒人 (1992) わが国のTL年代測定の歩み, 考古学における熱ルミネッセンス年代測定, pp.30-33.
- (5) Huntly, D. J., Godfrey-Smith, D. I. and Thewalt, M. L. W. (1985) Optical dating of sediments, nature, 313, pp.105-107.
- (6) 長友恒人 (1996) 光ルミネッセンス (OSL) 年代測定の基礎研究—遺跡文化層の年代測定—, 日本文化財科学会第13回大会研究発表要旨集, pp.56-57.
- (7) 長友恒人, 小野佐詠子, 小松久美, 寺坂さと江, 塚本すみ子, 福沢仁之 (1997) OSL (光ルミネッセンス) 年代測定法の基礎的研究 (その2), 日本文化財科学会第14回大会研究発表要旨集, pp.58-59.
- (8) 長友恒人, 小松久美, 梶原洋, 鎌田俊昭, 藤村新一, 横山裕平, 柳田俊雄 (1998) OSL (光ルミネッセンス) 年代測定法の基礎的研究 (3) —旧石器遺跡年代測定への適用—, 日本文化財科学会第15回大会研究発表要旨集, pp.70-71.
- (9) 長友恒人, 下岡順直, 梶原洋, 藤村新一, 鎌田俊昭, 横山裕平 (2000) OSL (光ルミネッセンス) 年代測定法の基礎的研究 (4), 日本文化財科学会第17回大会, pp.80-81.
- (10) 下岡順直, 長友恒人 (2002) 旧石器遺跡に関連する火山灰および風成・水成堆積物層のルミネッセンス (IRSLおよびTL) 年代測定, 日本第四紀学会講演要旨集, 32, pp.110-111.
- (11) 下岡順直 (2005) 東アジア旧石器時代研究におけるルミネッセンス年代測定, 奈良大学博士論文.
- (12) 梶原洋, 横山裕平, Kononenko N. A., Garkovik A. V. (1995) ロシア連邦ウスチノフカ3・6遺跡, 第9回東北日本の旧石器文化を語る会, pp.50-57.
- (13) 梶原洋, 横山裕平, Kononenko N. A., Garkovik A. V., Shevkamud I. Y., 中沢研, 相沢正信 (1996) 1996年度ロシア共和国ウスチノフカ遺跡における第五次日ロ共同調査の成果について, 第10回東北日本の旧石器文化を語る会, pp.135-147.
- (14) 梶原洋, 横山裕平, Kononenko N. A., Garkovik A. V., Shevkamud I. Y. (1997) 1997年度ロシア共和国ウスチノフカ遺跡における東北福祉大学とロシア科学アカデミーによる共同調査の成果について, 第11回東北日本の旧石器文化を語る会, pp.105-108.
- (15) 梶原洋, 横山裕平, Kononenko N. A., Garkovik A. V. (1999) 1998年度ロシア共和国ウスチノフカ遺跡群における東北福祉大学とロシア科学アカデミーによる共同調査の成果について, 第12回東北日本の旧石器文化を語る会, pp.104-107.
- (16) 梶原洋 (1998) なぜ人類は土器を使いはじめたのか, 科学, 68-4, pp.296-304.
- (17) Korotkii, A. M. and Vostretsov, Y. E. (1998) Geographical, environmental and cultural dynamic in the middle Holocene in peter the Great bay, The first fishers in peter the great bay, pp.9-29 (in Russian with English abstract).
- (18) 長友恒人 (1999) ルミネッセンス法, 考古学のための年代測定学入門, 古今書院, pp.59-76.
- (19) Fattahi, M. and Stokes, S. (2002) The effect of stimulation temperature on IRSL ($\lambda > 600$ nm) decay form characteristics of feldspar, 10th International conference on luminescence and electron spin resonance dating, p.39.

- (20) Tetsuo Hashimoto, Hayato Usuda, Naoki Mitamura and Takashi Yawata (2003) Imaging and measurements of red-infrared stimulated luminescence (R-IRSL) from feldspar samples, *Ancient TL*, 21-1, 1-6.
- (21) 下岡順直, 長友恒人 (2001) 石英・長石を試料とした光励起ルミネッセンス年代測定法の基礎研究, *RADIOISOTOPE*, 50- 9, pp.381-389.
- (22) Aitken, M. J. (1985) *Thermoluminescence Dating*, Academic Press.
- (23) 田中聡一 (1999) 韓国東北部地方の新石器時代土器について—西浦項貝塚 I・II 期とその周辺—, *日韓新石器時代交流研究会, 第3回鹿児島大会資料集*, pp.56-88.
- (24) 小畑弘己 (2003) シベリア・沿海州, 縄文文化の起源を探る, *季刊考古学*, 第83号, pp.80-84.
- (25) 小畑弘己 (2004) シベリア・極東地域の初期土器研究について, *考古学ジャーナル*, 519, pp.15-20.
- (26) Kuzmin, Y. V., Orlova, L. V., Sulerzhitsky, L. D. and Jull, A. J. T. (1994) Radiocarbon dating of the stone and bronze age sites in Primorye (Russian Far East), *Radiocarbon*, 36-3, pp.359-366.
- (27) 長沼正樹, I. Ya.シェフコムード, 工藤雄一郎, S. F. コスチナ, 松本拓, M. V.ガルシコフ, 橋詰潤 (2003) ゴンチャルカ1遺跡の2001年発掘調査の概要とその諸問題, *旧石器考古学*64, pp.73-82.
- (28) 甲元眞之, 宮本一夫, 小畑弘己, 富岡直人, 西本豊弘, Yu. E. ヴォストレツォフ, E. I. ゲルマン, E. A. セルグシエーフ (2005) 南沿海州ザイサノフカ7遺跡の発掘調査, *日本考古学協会第71回総会*, pp.255-258.
- (29) 國木田大, 吉田邦夫, 宮崎ゆみ子, 齋藤慶太, 松崎浩之, 伊藤慎二, 小林達雄, 藤本強, A. クズネツォフ, A. クルピヤンコ, A. タバレフ (2005) 遺跡の時間情報の解読 (I) —沿海地方の遺跡—, *日本文化財科学会第22回大会*, pp.12-13.