

Tartu Ülikool
Humanitaarteaduste ja kunstide valdkond
Ajaloo ja arheoloogia instituut
Arheoloogia osakond

Sandra Sammler

IRU LINNAMÄE KAUN- JA TERA-VILJADE ISOTOOPANALÜÜSID

Bakalaureusetöö

Juhendaja: PhD, Ester Oras

Tartu 2020

SISUKORD

SISSEJUHATUS	3
1. MATERJAL.....	6
1.1. Muinasaegsed söestunud kaun- ja teraviljad	6
1.2. Iru linnamägi	7
1.3. Iru kaun- ja teraviljaleiud	8
2. MEETOD	10
2.1. Isotoopidest.....	10
2.2. Stabiilsete isotoopide massisuhete spektromeetria.....	11
2.3. Mida näitavad C ja N isotoobid ja massisuhted?.....	12
2.4. Proovi ettevalmistus ja analüüs	14
2.5. Varasemad taimejäänuste isotoopanalüüsid	16
3. IRU TAIMEJÄÄNUSTE ANALÜÜSITULEMUSED	19
3.1. $\delta^{13}\text{C}$ ja $\delta^{15}\text{N}$ isotoopväärtused	20
3.2. C/N massisuhted.....	24
4. TÕLGENDUS.....	27
4.1. Iru põllumaa omapära ja selle mõju taimekasvatusele	27
4.2. Väetamine.....	28
4.3. Teraviljade, herneste ning hirsside eripärad	31
KOKKUVÕTE.....	32
KASUTATUD KIRJANDUS JA ALLIKAD	34
Käsikirjad	34
Publikatsioonid	34
Veebiited	37
Lühendid.....	37
SUMMARY	38
LISAD	40

SISSEJUHATUS

Iru linnamägi on Harjumaal Pirita jõe käärus asuv neemiklinnus. Linnamäge on uuritud korduvalt ja arheoloogilised kaevamised toimusid seal 1936.–1938. aastatel, 1952.–1958. aastatel ning 1985.–1986. aastal (Vassar 1938: 1; Vassar 1958; Lang 1985). Linnus, mille keskvall jagab selle põhja- ja lõunaplatooks, on korduvalt põlenud, ning 6.–11. sajandi vahemikus on sellel olnud viis asustusjärku (Lang 1995b: 55–60; Lang 1996: 103). Lisaks rauaaja linnuse materjalile on Iru linnamäelt leitud ka nörkeraamika kultuuri asula ja noorema pronksiaja kindlustatud asula (Lang 1996: 33–56).

Käesoleva töö uurimismaterjaliks on Iru linnamäelt leitud söestunud kaun- ning teraviljad, mis pärinevad 1938. aasta kaevamistelt (Vassar 1938). Kokku analüüsisin kuut taime makrofossiili – oder, nisu ja hernes, kõigist liikidest kaks näidet. Valimi aluseks oli võimalikult lai liigiline representatiivsus ning lähedane leiukontekst, suurendamaks võimalust, et tegu on ajaliselt ja ruumiliselt lähedaste teraviljanäidetega. Materjal on leiukonteksti ning erinevate uurimuste põhjal dateeritud nooremasse rauaajaga (Vassar 1938; Lang 1995: 55–60; Lang 1996: 103). Töösse on lisatud võrdlusmaterjalina ka Bulgaariast ja Ukrainast pärinevad söestunud hirsid. Kõigile neile söestunud taimejäänustele teostati Tartu Ülikooli geoloogia osakonna laboris isotoopanalüüsid EA-IRMS-iga (element analüsaator isotoopsuhte massispektromeeter), mille käigus määrati nende isotoopväärtused ($\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{15}\text{N}$) ja nende kahe elemendi massisuhted (C/N).

Käesoleva töö eesmärk on näitlikustada EA-IRMS-i (element analüsaator isotoopsuhte massispektromeeter) kasutusvõimalusi arheoloogilises uurimistöös just taimejäänuste näitel, sest siiani on neid analüüse taimede uuringutes vähem kasutatud. Lisaks avardada töös üldpilti rauaajast taimekasvatusest ning põllumaa kasutusest Eestis Iru linnamäe näitel. Bakalaureusetöö põhilised uurimisküsimused on:

- Millised taimekasvatuse faktorid võivad mõjutada süsiniku ning lämmastiku isotoopväärtusi?
- Kas söestunud taimne materjal – ennekõike tera- ja kaunviljad – on EA-IRMS analüüsitulemuste põhjal üksteisest eristuv?
- Kas Iru linnamäe materjali põhjal on võimalik tuvastada konkreetsemaid taimekasvatuse praktikaid?

Lisaks nimetatud küsimustele seletan ka põgusalt lahti, kuidas erinevad taimeliigid talitlevad ja teen analüüsitulemustele ning kirjandusele baseerudes omapoolse kokkuvõtte Iru võimalikust põllumajandusest nooremal rauaajal.

Töö põhineb erinevatel käsikirjalistel ja publitseeritud allikatel. Taimejäänuste taustainformatsiooni, dateerimise ja leiukonteksti välja selgitamiseks on kasutatud peamiselt Artur Vassari Iru arheoloogiliste kaevamiste kaevamisaruandeid (Indreko 1936; Vassar 1938; Vassar 1958). Iru ajaloo ja põllumajanduse ülevaateks nooremal rauaajal uurisin Valter Langi erinevaid väljaandeid (Lang 1995b ja Lang 1996).

Kuigi taimejäänuseid on Eesti arheoloogilises materjalis varemgi uuritud, on need peamiselt keskendunud makrojäänuste määramisele. Ülle Sillasoo on uurinud keskaegset taimset arheoloogilist materjali ja toitumisharjumusi, samuti ka keskaegse religioosse kunsti ning taimede seoseid (Sillasoo 2005; 2006). Sirje Hiie on samuti andnud välja erinevaid artikleid eelkõige just keskaegsetelt väljakaevamistelt pärit taimse materjali kohta ning selleaegsetest toitumisharjumustest (Sillasoo ja Hiie 2007; Kihno ja Hiie 2008). Viimase suurema ülevaatenähtena rauaaegsetest teraviljaleidudest tuleb aga nimetada Andres Tvauri ja Santeri Vanhaneni (2016) artiklit Tartu muinasaegse linnuse ja asula materjalist.

Selleks, et paremini mõista taimejäänuste isotoopanalüüsist saadavat teavet ja mida need põllumajanduse kohta näitavad, kasutasin võrdlemiseks ning silmaringi laiendamiseks erinevaid publitseeritud teaduslikke artikleid. Nii näiteks on viidud läbi erinevaid eksperimente taimede väetamise kohta nii tänapäevaste (Fraser et al. 2011) kui ka minevikust pärinevate makrofossiilide kohta (Larsson et al. 2019). Veel on arheoloogiliste taimede isotoopväärtuste kaudu uuritud intensiivse põllumajanduse arengut ja selle mõju rahvastikule (Lodwick et al. 2020).

Töö jaguneb neljaks peatükiks – materjal, meetod, tulemused ja tõlgendus. Materjali osas annan lühiülevaate Eestis varem uuritud arheoloogilistest taimejäänustest, Iru linnamäest ja sealsetest taimeleidudest. Ainestikuna kasutan Iru linnuse-aegseid söestunud herneid, otrasid ja nisu, mis leiukonteksti järgi pärinevad nooremast rauaajast. Töö teises osas seletan lahti uurimistöös kasutatud meetodi teoreetilise ja praktilise osa. Selgitan, miks on isotoobid väärtuslikud ajaloo uurimise allikad, kuidas

käib nende uurimine isotoopide massisuhete spektromeetriaga, kuidas tegin andmeanalüüsi ning milline oli töö praktiline osa. Selles peatükis kajastan ka varem sarnastel teemadel tehtud uurimusi. Töö tulemuste osas edastan tabelite ja jooniste abil saadud resultaadid. Tõlgenduse peatükis proovin leida vastused enda püstitatud uurimisküsimustele. Sealhulgas arutlen Iru taimekasvatuse viiside üle, puudutades muuhulgas väetamise küsimust ning erinevate liikide eripärasid.

Soovin tänada sihikindla ja motiveeriva juhendamise eest Ester Orast; materjali otsimise ja valimise eest Sirje Hiidet, Giedre Motuzaite Matuzeviciute't (Vilniuse Ülikool) ja Tsvetana Popovat (Bulgaaria Teaduste Akadeemia); isotoopanalüüside tegemise eest Holar Seppa (TÜ geoloogia osakond); andmeanalüüsiga aitamise eest kaastudengit Kristi Ilvest; tänan ka Andres Tvaurit kasulike kirjanduseviidete eest.

1. MATERJAL

Käesoleva töö andmestik – söestunud kaun- ja teraviljad – pärinevad Iru linnamäelt ning neid hoiustati Tallinna Ülikooli arheoloogia teaduskogudes. Materjal on valitud hoidlas olevatest Iru leiukogu karpidest, kus oli söestunud kaun- ja teravilju. Kasutatavaid allikaid aitas leida ning valida arheobotaanika spetsialist Sirje Hiie. Võrdluseks on Eesti C3 taimedele lisatud ka Bulgaariast ning Ukrainast pärit C4 hirsiterad. C4 taimed on edastatud ja väljavalitud Giedre Motuzaite Matuzeviciute ning arheobotaaniku Tsvetana Popova abil.

1.1. Muinasaegsed söestunud kaun- ja teraviljaleiud Eestis

Alljärgnevalt tutvustan Eestist leitud rauaaegseid teraviljaleide.

Rauaaja söestunud teraviljaleidude kohta pakuvad ülevaatliku kokkuvõtte Andres Tvauri ja Santeri Vanhanen (2016), kes uurisid I aastatuhande teisest poolest pärinevat Tartu linnuse asualalt (Lossi 36) leitud leiumaterjali. Lossi tänava kultuurikihtidest leitud materjali märgsõelumisel tuvastati 254 teraviljaleidu ja muid taimejäänuseid (Tvauri ja Vanhanen 2016: 35). Lisaks Tartu linnuse asulakoha materjalile, on väljaandes antud ülevaade ka rauaaegsetest taimejäänustest Kuusalu, Rõuge, Otepää, Soontagana, Valjala, Aindu, Linnaluuste, Tartu ja Iru linnuste ja asulate materjalis.

Suuremates kogustes on teravilja leitud eelviikingi- ja viikingiaegsest Kuusalu linnusest. Valdavalt tuli kaevamiste käigus välja söestunud otra ja hernest. Nisu ja rukist oli Kuusalu leiumaterjalis vähem. 1951.–1955. aastal Rõuge linnusel läbiviidud kaevamistelt tuli samuti välja vilja. Materjal dateeriti 2008. aastal radiosüsinikdateeringu järgi 8.–11. sajandisse (Tõnisson 2008: 326). Otepääl läbiviidud uuringutelt leiti 11.–12. sajandi kihistusest erinevaid teravilju. Teraviljade täpsem dateerimine on keeruline, kuna rauaaegne linnus lõhuti keskaegse linnuse püstitamisel ning kaevamisaruannete dokumentatsioon ei ole kuigi põhjalik (Tvauri ja Vanhanen 2016: 42). Kõige suurem teraviljaleid pärineb Soontagana linnusest, mida kaevati 1966.–1971. aastal. 95% leitud taimejäänustest moodustas rukis. Ülejäänud taimede hulgas oli oder ning nisu. Evald Tõnissoni ja Jaan Lepajõe hinnangu kohaselt oli Soontagana puhul viljade leiukohana tegemist põlenud aidaga. Radiosüsinikdateeringut makrofossiilide kohta ei tehtud ning Evald Tõnisson dateeris need kihistuse sügavuse järgi 11. sajandisse (Tvauri ja Vanhanen 2016: 43).

Saaremaal asuva Valjala linnuse kaevamistelt on peamiselt leitud rukkist. Rukki vanust pole radiosüsinikdateeringuga määratud, aga ülejäänud leiumaterjali põhjal võib oletada, et need pärinesid noorema rauaaja lõpust. 1958. aastal Tartu linnuse asukohal läbiviidud kaevamistelt avastatud viljaleiud on ajaliselt paigutatud 11. sajandisse (Tvauri ja Vanhanen 2016: 43). Lossi 3 krundilt avastas Mihkel Tammet neljast võetud pinnaseproovist kolm söestunud nisutera (Tammet 1991). Odraterasid on leitud ka Aindu ja Linnaaluste I asulakohtadest. Radiosüsinikdateeringute järgi kuulusid need 7.–10. sajandisse (Tvauri ja Vanhanen 2016: 44).

1.2. Iru linnamägi

Iru on Tallinna idapiiril asuv piirkond. Iru mägi asub Tallinna keskusest 10 kilomeetrit ida pool, Pirita jõe käärus. Linnuse näol on tegemist neemiklinnusega ning selle keskvall jagab selle põhja- ning lõunaplatooks. Mägi on kaitstud Pirita jõe ning järsu põhjaplatooga (Vassar 1939: 53–56). Irust on leitud erinevat tüüpi ja eri perioodist muinasjäänuseid: nõorkeraamika kultuuri asula, noorema pronksiaja kindlustatud asula ja rauaaja linnus (Lang 1996: 33–56).

Linnamäge on uuritud mitu korda. Esimesed arheoloogilised kaevamised toimusid seal 1936. aastal Richard Indreko ja Artur Vassari juhtimisel. Kaevamised kestsid aastatel 1936–1938, mil kaevati täielikult läbi põhjavall (Vassar 1938: 1). 1937. aastal juhtis kaevamisi Osvald Saadre, kes lasi teha läbilõike ka lõunavallist (Saadre 1937). 1938. aastal jätkusid kaevamised linnuse põhjaotsal. Esmase täpsema dateeringu andis 1939. aastal Artur Vassar, kes eraldas oma töös põhjavalli läbilõikes kolm kihistust. Esimene ehk kõige vanem kiht dateeriti keskmisesse rauaega (450–800 pKr), teine kiht 7.–8. sajandisse (eelviikingiaeg) ning kolmas viikingiaega (800–1050 pKr). Eelmainitud töös toodi esmakordselt välja ka pronksiaja lõpust või eelrooma rauaajast pärit kindlustatud asula kihi olemasolu (Vassar 1939). 1952.–1958. aastatel jätkusid arheoloogilised kaevamised Vassari juhatusel ning siis uuriti eelkõige keskvälja (Vassar 1958). 1987. aastal toimusid linnuse keskvallil täiendatud kaevamised (Lang 1996: 35–36).

Põhjalikult on Irut uurinud Valter Lang ning tema on linnusejärgud dateerinud keskmisesse ja nooremasse rauaega (Lang 1995b: 55–60; Lang 1996: 103).

Langi järgi on linnusel olnud viis asustusjärku:

1. põhjaplatoo I linnus (6.–7. sajand),
2. lõunaplatoo I linnus (umbes 6./7.–9. sajandi algus),

3. lõunaplatoo II linnus (9. sajand),
4. põhjaplatoo II linnus (umbes 10. sajand),
5. põhjaplatoo III linnus (10.–11. sajand), mis jäi ühtlasi ka selle viimaseks asustusjärguks.

1.3. Iru kaun- ja teraviljaleiud

Iru linnamäel 1936.–1938. aastate kaevamistelt avastati erinevad viljaterad peamiselt kahest leiukontekstist. Suur kogus otra koos üksikute herneste, nisu- ja rukkiteradega pärinesid kindluse põhjapoolse valli siseküljest. Herneid koos odrateradega leiti paar meetrit eemal, kus ilmselt oli neid enne linnuse põlengut hoiustatud savianumates (Vassar 1939: 67). Iru 1936.–1938. aastate kaevamiste käigus leitud taimejäänused on kogutud arvatavasti II või III linnuseetapi asustusjärgust ehk nooremast rauaajast (9.–13. saj.). Sellele viitab kaevamiste läbiviimine 1936.–1938. aastatel põhjaplatool, leiukontekst (kivivallide äärest) ning linnuseetappide ehituslikud iseärasused. Kõikidest väljavalitud üksikutest teradest on töö põhjaliku analüüsi kaasatud kuus Iru taimeleidu (tabel 1): kaks söestunud nisutera (3428:1060 ja 3428:1129), kaks hernest (3428:1060 ja 3428:1129), kaks otra (3428:1060 ja 3428:1091/1092). Eelmainitud terad, mis on ühise pea- ning leiunumbriga, pärinevad samast pesast (nt, nisu 3428:1060 ja hernes 3428:1060). Seega võib arvata, et nad on eeldatavalt ka samaaegsed ning kasvatuslikus mõttes ja ajalis-ruumiliselt sarnase taustaga. Kõik analüüsitud Irust pärit kaun- ning teraviljad on leitud 1938. aastal Artur Vassari kaevamistel ning kuuluvad nooremasse rauaajasse (Vassar 1938). Võrdluseks Iru materjalile on lisatud ka kahe hirsitera analüüs, sest hirsiga on tegemist teistsuguse taimetüübiga (nn C4 taim, vt lk 13). Kaks hirsileidu on saadud Giedre Motuzaitė Matuzevičiute'lt. Neist Bulgaaria oma kuulub umbes I–II at eKr (pronksiaegne) ja Ukrainast Krimmist pärit eksemplar 6.–11. sajandisse (tabel 1).

Leiud numbriga 3428:1060 pärinevad läänevalli kivide alt põlenud kihist (Vassar 1938: 23), mis võib Langi (1995) järgi viidata II või III põhjaplatoo-aegsele linnusele. Läänevalli kirjelduses on ka välja toodud suurte kivist plaatide olemasolu (Vassar 1938: 10), mis võivad pärineda III põhjaplatoo linnuse ajast. Seda sellepärast, et III linnuse vallid ehitati üles paekiviplaatidest (Lang 1995b: 55–56; Lang 1996: 104).

Terade numbriga 3428:1129 juures on mainitud, et need on leitud laias ulatuses põlenud kihist otsavalli sisekülje varisenud osa alt (Vassar 1938: 26). Laia ulatusega põlenud

kiht tõusis müüri suunas sellega koos. Samuti on välja toodud ühe- kuni kahekordse plaadistiku olemasolu, mis võib jällegi viidata paekiviplaatile (Vassar 1938: 12–13).

Oder numbriga 3428:1091 pärineb müürinurkade seesmisest kividega segamini varisenud osast (Vassar 1938: 24). Vassari arvates pärines sealolev materjal pigem uuematest linnuseetappidest (Vassar 1938: 12). Ajaliselt paigutasin ka selle Valter Langi järgi II–III linnusetapi perioodi (Lang 1996: 103).

Pea-ja leiunumber	Liik/liigid	Leiukonteksti kirjeldus
3428:1060	Hernes 2 Oder 1 Nisu 1	Põlenud viljaterad. Läänevalli kivide alt ja pealt põlenud kihist. Üksikud terad ilma savinõutükkideta.
3428:1091/1092	Oder 2	Savinõutükid kividega segiläbi kokku varisenud. Müürinurkade seesmisest osast söe- ja tuhakihi seest ning pealt.
3428:1129	Hernes 1 Nisu 2	Alumise põlemiskihi sees laias ulatuses. Leitud palju herneterasid, mis esinesid üle kahe meetri laiusel alal. Tule tekkides põlesid valli lahtised osad ning kaasaarvatud ka valli taga asuv vili.
-	Hirss 1	Asulakoht, Bulgaaria
-	Hirss 2	Krimm, Ukraina. Asulakoht

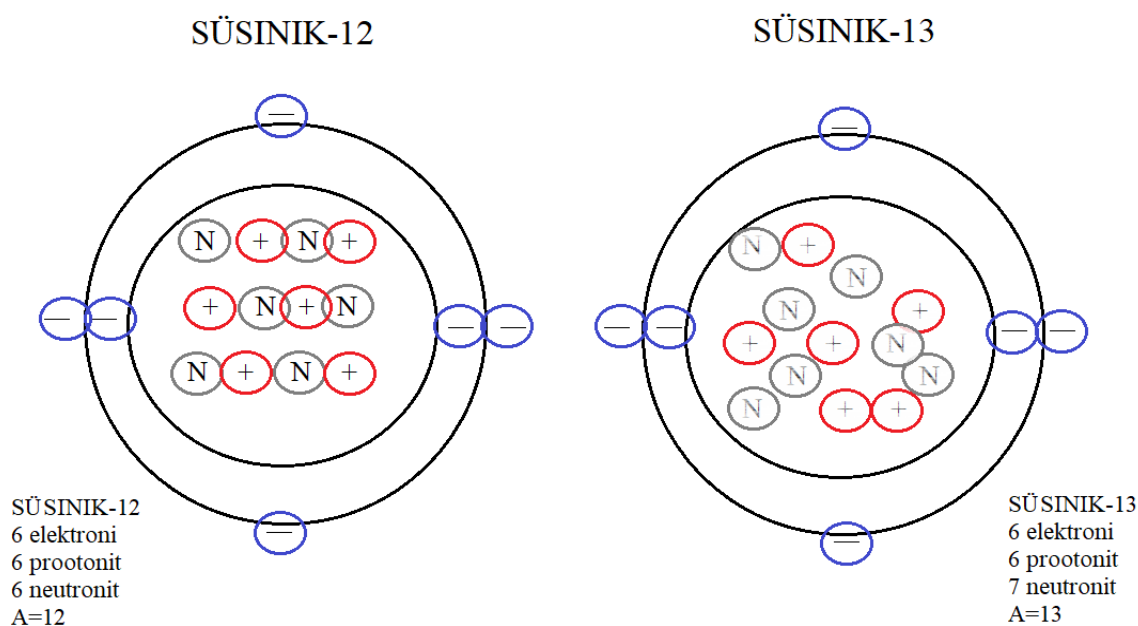
Tabel 1: Kasutatud allikmaterjali leiukontekst.

2. MEETOD

Käesolevas peatükis tutvustan, mis on isotoop, kuidas neid saab analüüsida ja mis informatsiooni need söestunud kaun- ning teraviljade kohta annavad. Seletan lahti, mis on isotoobisuhte massispektroskoopiline analüüs (IRMS – *Isotope Ratio Mass Spectrometry*) ning EA-IRMS (*Elemental Analyzer – Isotope Ratio Mass Spectrometry*) masina tööpõhimõtted. Samuti kirjeldan oma töö käiku ning selgitan andmeanalüüsi põhimõtteid.

2.1. Isotoopidest

Isotoobid on teatud keemilise elemendi aatomi tüübid. Aatomid erinevad üksteisest massiarvu (A) poolest. Massiarv on aatomituumas olevate prootonite ja neutronite (N) koguarv. Prootonid on positiivse laenguga ning nende arv aatomi tuumas määrab laenguarvu (Z). Neutron on laenguta, kuid omab siiski massilist väärtust. Aatomi massiarvu saab leida valemi $A=Z+N$ abil. Isotoobil on erinev neutronite arv, kuid elektrone ning prootoneid on selles ühepalju (joonis 1).



Joonis 1: ^{12}C ja ^{13}C isotoopide ehitus.

Isotoobid fraktsioneeruvad ehk jaotuvad proportsionaalselt raskemateks ja kergemateks. Neid erinevaid fraktsioneerumisi (erineva massiarvuga sama elemendi isotoope) on võimalik leida mistahes ümbritsevast keskkonnast (Sharp 2017: 5–6). Tänapäeval on võimalik erinevate keemiliste elementide isotoopväärtusi ning isotoopide massisuhteid

teaduslikult uurida ning tulemuste järgi teha järeldusi erinevate aspektide kohta, näiteks päritolukeskkonna või toitumismustrite kohta.

Isotoope on kahte tüüpi – mittestabiilsed ja stabiilsed. Mittestabiilne isotoop on radioaktiivne ning ajas muutuv. Arheoloogias kõige laialdasemalt kasutatakse radioaktiivse isotoobi ^{14}C analüüsi. Stabiilne isotoop ei ole radioaktiivne ning on püsiv (Sharp 2017: 6–7). Stabiilsete isotoopide puhul uuritakse peamiselt vesinikku (H), hapnikku (O), süsinikku (C) ja lämmastikku (N) (Sepp 2013: 5). Vesiniku stabiilsete isotoopide ^1H ja ^2H järgi on võimalik uurida paleokliimat ning selle kaudu määrata näiteks jääaegasid või jäävaheaegasid (nt Masson-Delmonte et al. 2008). Süsiniku stabiilsed isotoobid ^{12}C ja ^{13}C annavad informatsiooni toidu päritolu ja keskkonna kohta (nt Katzenberg et al. 2009: 671). Selle kaudu saab eraldada mais- ja veekeskkonna organisme. Lämmastiku isotoopide ^{14}N ja ^{15}N saab uurida toiduahelaid ja sellega seondult ka toitumist (nt Tõrv 2016: 140).

Iru materjali puhul, kus analüüsiks on teraviljad, on kõige tähtsamad just süsiniku ja lämmastiku isotoobid. Antud töö raames uurisin ^{13}C , ^{12}C , ^{15}N ja ^{14}N stabiilseid isotoope, nende omavahelisi suhteid ning nende elementide proportsionaalset jaotumist proovi kogumassis.

2.2. Stabiilsete isotoopide massisuhete spektromeetria

Iru taimejäänuste jaoks kasutati Tartu Ülikooli geoloogia osakonna EA-IRMS (*Elemental Analyser–Isotope Ratio Mass Spectrometry* – elementanalüüsi – isotoopide massisuhete spektromeetria) masinat. Selle abil saab mõõta süsiniku ja lämmastiku stabiilseid isotoope $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ($\delta^{13}\text{C}$) ning $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ ($\delta^{15}\text{N}$) ning välja arvutada eelmainitud elementide omavahelised massisuhted (protsentuaalse mahu proovis).

EA-IRMS-i näol on tegemist omavahel ühendatud seadmetega, kus elementanalüüsi põhimõtted on kokku pandud isotoopide massispektroskoopilise analüüsiga. EA-IRMS süsteem leiab proovis lämmastiku ja süsiniku erinevate isotoopide fraktsioonid ja massisuhte. Proovid sisestatakse masinasse ja põletatakse kõrgel temperatuuril (1020 kraadi) sobivateks analüütgaasideks (CO_2 süsiniku ja N_2 lämmastiku puhul). Seejärel eraldatakse gaasid teineteisest gaaskromatograafia teel ning mõõdetakse otsitavate gaaside hulk. Selle põhjal arvutatakse elementide hulk proovis. Järgnevalt suunatakse gaasid elementanalüsaatorist mass-spektromeetrisse, kus need suunatakse masina magnetvälja. Eelmainitu abil ongi võimalik määrata ja eristada erisuguse massiga

isotoope ja analüüsida nende massisuhteid. Mõõtmistulemused esitatakse Microsoft Excelis tabelis, kus toimub ka andmete järeltöötlus¹. EA-IRMS-i analüüside läbiviijaks oli Tartu Ülikooli geoloogia osakonna spetsialist Holar Sepp.

EA-IRMS süsteemi täpsuse kontrollimiseks ja analüüsitulemuste kalibreerimiseks on vaja standardeid. Kalibreerimiseks kasutatakse Rahvusvahelise Aatomienergia Agentuuri (IAEA) poolt pakutavaid rahvusvahelisi standardeid (nt IAEA-N-1). Kuna neid kasutavad kõik laborid üle maailma, muudab see ka erinevates laborites analüüsitud proovid omavahel võrreldavaks. Stabiilsuse ja täiendava kontrolli eesmärgil kasutatakse laborites ka sisestandardeid (nt urea). Mida positiivsem on tulemus seda enam on proov standardiga võrreldes raskemast isotoobist küllastunud. Mida negatiivsem seda rohkem on see raskemast isotoobist vaesunud (Sepp 2013: 5–6). $\delta^{13}\text{C}$ ja $\delta^{15}\text{N}$ välja selgitamiseks on antud töös kasutatud erinevaid rahvusvahelisi standardeid (süsinikule IAEA-CH3 ja IAEA-CH6 ning lämmastikule N1, N2 ja USGS25).

$\delta^{13}\text{C}$ ja $\delta^{15}\text{N}$ leidmiseks kasutatakse järgnevat valemit (Brown ja Brown 2011; McKinney et. al. 1950: 730):

$$\delta = \left(\frac{R_{\text{proov}}}{R_{\text{standard}}} - 1 \right) 1000$$

2.3. Mida näitavad C ja N isotoobid ja massisuhted?

Süsiniku ja lämmastiku isotoopanalüüsidel on arheoloogias tänapäeval oluline roll. Minu töö raames on tähtis just see, mida räägivad need taimekasvatuse ja päritolu kohta. Kõige rohkem annavad eelmainitust teavet $\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{15}\text{N}$ väärtused ja C/N massisuhe.

$\delta^{13}\text{C}$ väärtus tuleneb kahe enimlevinud süsiniku isotoobi omavahelisest suhtest (^{13}C ja ^{12}C) ja kõneleb fotosünteesiga seonduvatest protsessidest ning taime päritolust. Kas tegemist on C3 (nt nisu, oder) või C4 (nt hirss, mais) taimega. C3 taime puhul on tegemist kõige levinuma taimega, mis kasvab parasvöetmelises kliimas ning mida on meie planeedil taimedest kõige rohkem. C3 ja C4 taime erinevus tuleneb CO_2 fikseerimisest fotosünteesi ajal. Fotosünteesi

¹ <https://sisu.ut.ee/heritage-analysis/book/module6> (6.05.20)

eesmärgiks on muuta erinevate protsesside abil anorgaaniline õhust võetud süsinik glükoosiks. C3 taimedes seob taim süsinikdioksiidi läbi Calvini tsükli ning selle nimetus tuleb fotosünteesis toimuvast RuBisCo protsessist. Ensüüm RuBP (ribuloos-1,5-bisfosfaat) seob õhulõhede abil atmosfäärist omastatud CO₂ ning tekib 3-fosfoglutseraat (CO₂ + H₂O + RuBP → 3-fosfoglutseraat). C4 taim on haruldasem kui C3 taim ning kasvab peamiselt soojemates ja troopilisemates vööndites. Taimes toimub gaaside vahetus lehe õhulõhede kaudu. Õhulõhedest saab CO₂ sisse ning välja läheb vesi. Soojas ja kuivas kliimas peab taim hoiduma veepuudusest ning seega sulgeb lehtedes olevad õhulõhed. Selleks, et kohanduda kuivade tingimustega on C4 taimedel RuBP asemel PEP (fosfoenoolpüruvaat) karboksülaas, millel on kolm süsinikku. Kui PEPC (fosfoenoolpüruvaat karboksülaas) ühineb süsinikdioksiidiga, siis tekibki neljane süsinikuühend, millest tuleneb ka C4 taime nimetus (Furbank ja Taylor 1995: 797–798). C3 taime puhul on tavalised madalad δ¹³C näidud, mis jäävad vahemikku -28–(-25)‰. C4 taimede δ¹³C väärtused peaksid jääma keskmiselt -14‰ lähedusse ning olema C3 taimedest kõrgemad (nullipoolsemad) (O’Leary 1981).

δ¹⁵N väärtused tulevad kahe stabiilse lämmastiku isotoobi omavahelisest suhtest (¹⁵N ja ¹⁴N). Kõige rohkem annab lämmastik vajalikku teavet organismi troofilisest tasandist (paiknemine toiduahelas), taimede puhul ka väetamisest. Käesoleva töö puhul on minu jaoks kõige olulisem just troofilise tasandi kindlaks tegemine ning väetamise võimalikkus. Toiduahela tipus olevatel organismidel on δ¹⁵N väärtus kõrgem, seda seetõttu, et nõrgemaid organisme tarbides tarbivad nad ka teiste organismide lämmastikku. See viitab omakorda sellele, kas uuritav materjal on loomne või taimne. Mida kõrgem on δ¹⁵N näit, seda kõrgemal toiduahelas organism paikneb. Madalamate näitude puhul saab tõestada, et organism asub troofilise tasandi esimesel lülil ning on autotroof. Autotroofid on üldiselt taimed (Cartigny ja Busigny 2018: 10–11). Teraviljadele omased δ¹⁵N väärtused on võrreldes loomadega madalamad ja peaksid jääma 2–6‰ vahemikku (Fraser et al. 2011: 2802; Mueller-Bieniek et al. 2019: 10). Taimede puhul on aga kõrgemad δ¹⁵N väärtused ennekõike seotud väetamisega. Kui δ¹⁵N tulemused on neil kõrgemad kui 2–6‰, võib tekkida küsimus, et kas tegemist võiks olla väetatud taimse materjaliga (Fraser et al. 2011: 2790–2793).

Veel saab süsiniku ja lämmastiku massisuhte ehk C/N järgi tuvastada, kas antud taim on proteiinirikkam või karbohüdraatide rikkam. Teraviljades (nisu, oder) on rohkem

karbohüdraate ning kaunviljades (hernes, uba) on rohkem proteiine ning see kajastub ka nende elementide protentsuaalses esinemises konkreetses proovis (C/N massisuhe). Mida kõrgem on C/N, seda rohkem on proovis süsinikku võrreldes lämmastikuga ja seda karbohüdraatide rikkam on taim. Madalam C/N tulemus viitab suuremale proteiini kogusele (Zheng 2009). C/N suhte arvutamiseks kasutatakse järgnevat valemit $\frac{C}{N} = \frac{C\%}{N\%} \times \frac{14}{12}$ ehk omavahel tuleb jagada süsiniku ja lämmastiku protentsuaalsed massisuhted ning saadud jagatise omakorda korrutada ^{14}N ja ^{12}C aatommassiarvude jagatisega. Seda seetõttu, et looduses on enimlevinud isotoopideks lämmastiku puhul ^{14}N isotoop ja süsiniku puhul ^{12}C .

Näited.

$$\text{hernes 1} = \frac{52,62}{4,11} \times \frac{14}{12} = 14,92$$

$$\text{oder 2} = \frac{51,72}{2,26} \times \frac{14}{12} = 26,72$$

2.4. Proovi ettevalmistus ja analüüs

Proovide ettevalmistused toimusid Tartu Ülikooli arheoloogia- ning geoloogia osakonna laborites.

Esmalt uhmerdasin TÜ arheoloogia laboris söestunud kaun- ja teraviljad, et saavutada uhmri abil isotoopanalüüsideks sobiva homogeenise puru. Seejärel sooritasin eelkaalumise, et teada saada vajamineva materjali kogust. Pärast kaalumist pakendasin pulbri fooliumisse ning hoiustasin minigrip-kotis.

Järgmine etapp toimus TÜ geoloogia osakonna laboris, kus viisin läbi kontrollkaalumised ning pakendasin ühtlaseks uhmerdatud taimejäänuste puru spetsiaalsetesse tinakapslitesse. Selleks, et EA-IRMS süsteem saaks korrektselt sooritada analüüse, on vaja $1 (\pm 0,1)$ mg proovi. Igast tera- ja kaunvilja proovist oli vaja teha ka duplikaat, et oleks võimalik kahte samast viljast võetud proovi omavahel võrrelda ning kontrollida tulemuste õigsust kahe proovi väärtuste põhjal. Pulbri asetasin väikesesse tinast kapslisse ning pakkisin selle korralikult kokku, veendudes, et kapslisse ei jääks õhku ning kapsel oleks pakkimise lõpuks terve, sest need aspektid võivad mõjutada mõõtmistulemusi. Sisse jääv õhk, mis on olemuselt ka gaasiline, muudaks ka mõõtmistulemuste massi protentsuaalset tulemust. Kapsli pakkimisel on oluline, et kapsel jääks terveks, sest muidu satub lahtine materjal masinasse ja valedesse

proovidesse, samuti mõjutab elementide massi jaotumise arvutust (C/N suhe). Pakendades tuli aine vähese koguse tõttu seda teha pintsettidega ning spaatlitega. Edasi läks kapsel proovikarpi, kus igale proovile oli individuaalne hoiustusruum (nummerdatud horisontaalselt, ja tähtedega märgitud vertikaalselt). Kaalutud tulemused märkisin ka Microsoft Exceli tabelisse, et hiljem viia Exceli tabelisse märgitud tulemused kokku proovikarpi asetatud proovide mõõtmistulemustega, sh et arvutiprogramm saaks välja mõõta kaalutulemuste järgi C ja N protsendilised väärtused. Pärast kontrollkaalumist ja pakkimist läksid proovid EA-IRMS masinasse, mille käsitlemisega tegeles Holar Sepp.

Proove ette valmistades on oluline tagada proovide puhtus. Seetõttu kandsin nitriilkindaid, sest käte pealt võib saada kuni 0,2 mg orgaanilist materjali, mis annaks proovidele valed tulemused². Pärast igat proovi puhastasin töövahendid piiritusega, et uue proovi tegemisel ei satuks eelmise proovi materjal uude analüüsi ning ei muudaks selle tulemust.

EA-IRMS proovid andsid tulemusi järgnevate näitajate kohta – $\delta^{13}\text{C}$ (‰), $\delta^{15}\text{N}$ (‰), C (%) ja N (%). Viimase etapina tuli saadud tulemuste kohta teha andmeanalüüs. Seda seetõttu, et teada saada, kas mõõtmistulemused on korrektsed ning usaldusväärsed. Duplikaatproovide tulemuste hindamiseks kasutasin Microsoft Excel'i statistilisi meetodeid: aritmeetiline keskmine (*average*) ja mõõtetulemuste omavaheline standardhälve (STDEV – *standard deviation*). Standardhälbe puhul jäi kõikumine $\delta^{13}\text{C}$ ja $\delta^{15}\text{N}$ puhul vastavalt vahemikku 0,01–0,49 ja 0–0,23‰, vaid ühel mõõtmisel oli $\delta^{13}\text{C}$ tulemuste standardhälve kõrgem s.o 1,38‰. Et tegemist oli hirsiteraga, mis on väga väikese massiga, siis kahjuks ei ole võimalik kolmanda kontrollprooviga seda tulemust kontrollida. Samuti sai arvutatud iga proovi kohta eraldi süsiniku ja lämmastiku näitajate omavaheline suhe (C/N *ratio*) ning ka kahe sama materjali proovi peale (proov ja duplikaat) C/N aritmeetiline keskmine ja standardhälve. Kuna C ja N protsentuaalsed suhted võivad tavapäraselt ühe proovi puhul varieeruda paari protsendi võrra, siis aktsepteerisime standardhälvet C% ja N% puhul kuni 2,5%. Juba algsete protsendimõõtmiste puhul on suurem kõikumine tavapärane, seega on ka C/N suhte standardhälve suurem (vahemik 0,05–2,3). Siiski oli üks proov (oder 1), milles C/N suhte standardhälve oli väga kõrge s.o 8.7. See võis tuleneda asjaolust, et sama materjali

² <https://sisu.ut.ee/heritage-analysis/book/module6> (6.05.20)

teine proov kukkus pakendatud kujul ning see võis tekitada muutused proovis (lisandunud orgaaniline materjal). Samuti tasub pöörata tähelepanu sellele, et lämmastiku kogused teraviljades on üldiselt madalad ning seetõttu võivad tekkida suuremad mõõtmisvead (eriti, kui tegemist seotud detekteerimislimiidi piiripealsete tulemustega). Konkreetse odraproovi isotoopide ja protsentuaalse elementkoostise tulemused olid siiski rahuldavad ning seega otsustati see proov töösse sisse jätta.

Analüüsi käigus söestunud viljaterad hävisid, ent tegemist ei ole üksikute leitud teradega, mistõttu on võimalik osa allikmaterjalist veel uurida ja vajadusel proove korrata.

2.5. Varasemad taimejäänuste isotoopanalüüsid

Kaun- ja teraviljadest on maailmas tehtud erinevaid uurimusi, mis põhinevad isotoopanalüüside tulemustel. Mitmed neist pakkusidki inspiratsiooni käesoleva töö alustamiseks ja edasist võrdlusmaterjali minu saadud analüüsitulemustele.

Teraviljadest on uuritud 4300–2000 a. eKr Türgi arheoloogilisest Arslantepe asulakohast pärinevate odra- ning nisuterade abil nende võimalikku veekasutust ja väetamist (Vignola et al. 2017: 64). Uurimise käigus tehti isotoopanalüüsid ning tuvastati $\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{15}\text{N}$ ja $\Delta^{13}\text{C}$ väärtused ning viidi läbi AMS dateerimine. Uurimise tulemusel avastati, et selle perioodi vältel kasvanud nisu ja otra on vahelduva eduga kastetud. Kõrgemad $\delta^{15}\text{N}$ tulemused näitavad ka sõnnikuga väetamist ning madalamad väärtused segaviljana kasvatuse võimalust (Vignola et al. 2017).

Inglismaalt Stanwicki linnuselt pärit nisu ning otra on uuritud, et teada saada, kas Rooma vallutus tõi Inglismaal kaasa põllumajandusliku tootmiskasvu (Lodwick et al. 2020: 1). Selle raames uuriti isotoopanalüüside teel $\delta^{15}\text{N}$ väärtusi. Artiklis järeldatakse, et kuna $\delta^{15}\text{N}$ näidud olid roomlaste invasiooni järel madalamad võrreldes vallutus-eelse perioodiga, siis toimus vähem väetamist ning põllumajandus hoopis ekstsensivistus. Vajalik kogus, et toita Rooma militaarüksused ning sissetulnud rahvastik, saadi ilmselt haritava maa pindala laiendamisel, mitte põllumajanduse intensiivistamiselt (Lodwick et al. 2020).

Seoses arheobotaanilise materjali uurimisega on tehtud ka eksperimente tänapäevaste teraviljadega, et kindlaks teha, kas $\delta^{15}\text{N}$ väärtustes tulevad välja võimalikud väetamise jäljed. Sellest annab ülevaate ning võrdlusmaterjali Rebecca Fraseri ja teiste artikkel

(Fraser et al. 2011), kus uuriti erinevatelt maatükkidelt erinevates riikides kasvanud kaunvilju, teravilju ning õistaimi. Nende alla kuulusid ka odra- ja nisuterad ning herved. Taimi testiti 20 t/ha veisesõnnikuga väetatud pinnasel, 35 t/ha väetatud pinnasel ja mitteväetatud pinnasel. Hiljem sooritati teradest ja hernestest isotoopanalüüsid ning leiti $\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{15}\text{N}$ väärtused ja C/N massisuhted. Väärtused olid piirkonniti erinevad, kuid andsid siiski hea ülevaate sellest, kuidas väetamine mõjutab isotoopanalüüside tulemusi. Mida rohkem väetati, seda enam see kajastus teraviljade kõrgemates $\delta^{15}\text{N}$ väärtustes. Siinkohal oli erand kaunviljade väärtustes, mis tuleneb ilmselt nende võimest fikseerida õhust N_2 ja muuta see ammoniaagiks (Fraser et al. 2011).

Katsetatud on ka teraviljade kõrvetamist, arvestades tera kaalu ning väetamisega. Eksperimentaalselt uuriti jällegi nisu ja otra ning tehti kindlaks, et kõrbemise tagajärjel on võimalik tuvastada arheobotaanilises materjalis väetamise jälgi ning kõrbemise protsess ei tohiks mõjutada isotoopväärtuseid ning massisuhete tulemusi (Kanstrup et al. 2012).

Poolas on uuritud söestunud viljaterasid neoliitikumist, pronksiajast ja rauaajast. Peamiselt keskenduti neoliitikumi-aegsetele teraviljadele ning teostati ka isotoopanalüüsid. Kokku uuriti 18 arheoloogilist leiukohta nii Põhja- kui ka Lõuna-Poolas (Mueller-Bieniek et al. 2019: 1). $\delta^{13}\text{C}$ ja $\delta^{15}\text{N}$ väärtuste põhjal selgitati välja, kas muinasajal taimi väetati, milline võis olla päikese kättesaadavus, kuidas põllumajandus sel ajal muutus ning millised olid Poola põllumajanduse regionaalsed erinevused. Uurimuse käigus ilmnis, et kõrged $\delta^{15}\text{N}$ näidud tõendasid, et taimi oli muinasajal väetatud. Madalamad $\delta^{13}\text{C}$ väärtused võisid aga viidata sellele, et taimi on kasvatatud tihedama taimestikuga alal (nt metsalagendikul), kuna sel juhul on päikese kättesaadavus väiksem ning see tuleb välja ka madalates $\delta^{13}\text{C}$ näitustes. Põhja- ning Lõuna-Poolat võrreldes tuli neoliitikumis välja regionaalne erinevus: lõunas väetati taimi rohkem, aga taimi kasvatati varjulistes kohtades Samuti toodi artiklis välja, et kasvupinnas ei tohiks oluliselt muuta $\delta^{15}\text{N}$ väärtusi, kuna leidis ka taimi, mille $\delta^{15}\text{N}$ näit oli pronksiajal nii põhjas kui ka lõunas sarnane. Seega ei tohiks regionaalsed pinnase erinevused muuta $\delta^{15}\text{N}$ tulemusi ja need kõikumised viitavad pigem väetamisele (Mueller-Bieniek et al. 2019).

Lõuna-Rootsis Uppåkras ja lähedal asuvates asulakohtades on samuti sealt pärinevate teraviljade kohta tehtud uurimus, mis keskendus $\delta^{15}\text{N}$ tulemustele. Uurimus koosnes

eksperimentidist tänapäeva teraviljadel ja rauaaegsete arheoloogiliste leiukohtade söestunud terade isotoopanalüüsil. Eksperimentina kasvatati teravilju mitteväetatuna ja väetatuna, et kinnitada $\delta^{15}\text{N}$ muutumist. Eelmainitu kinnitas, et väetamisel on mõju $\delta^{15}\text{N}$ kõrgematele näitudele. Rauaaegsete terade analüüsimise peamiseks eesmärgiks oli teada saada kui tugevalt taimi väetati ning kas erinevates arheoloogilistes leiukohtades oli erinev väetamise tase. Isotoopanalüüsi tulemused näitasid, et Uppåkra ja lähedal asuvate asulakohtade taimi on väetatud. Kõikide asulakohtade puhul olid $\delta^{15}\text{N}$ väärtused üsna sarnased ning ilmselt olid erinevatest kohtadest pärit taimed saanud sama palju väetist. Kõrged $\delta^{15}\text{N}$ tulemused ja võrdne väetamise tase võivad viidata ka sellele, et tegemist oli üsna jõuka piirkonnaga. Piirkond oli ühtselt kontrollitud ja laialt levinud põllupidamispraktikaga (Larsson et al. 2019).

3. IRU TAIMEJÄÄNUSTE ANALÜÜSITULEMUSED

Alljärgnevalt toon välja erinevate tabelite ja joonistena isotoopanalüüside tulemused. Joonised pakuvad peamiselt võrdlusmaterjali erinevate väärtuste, liikide ja muu sarnase kohta.

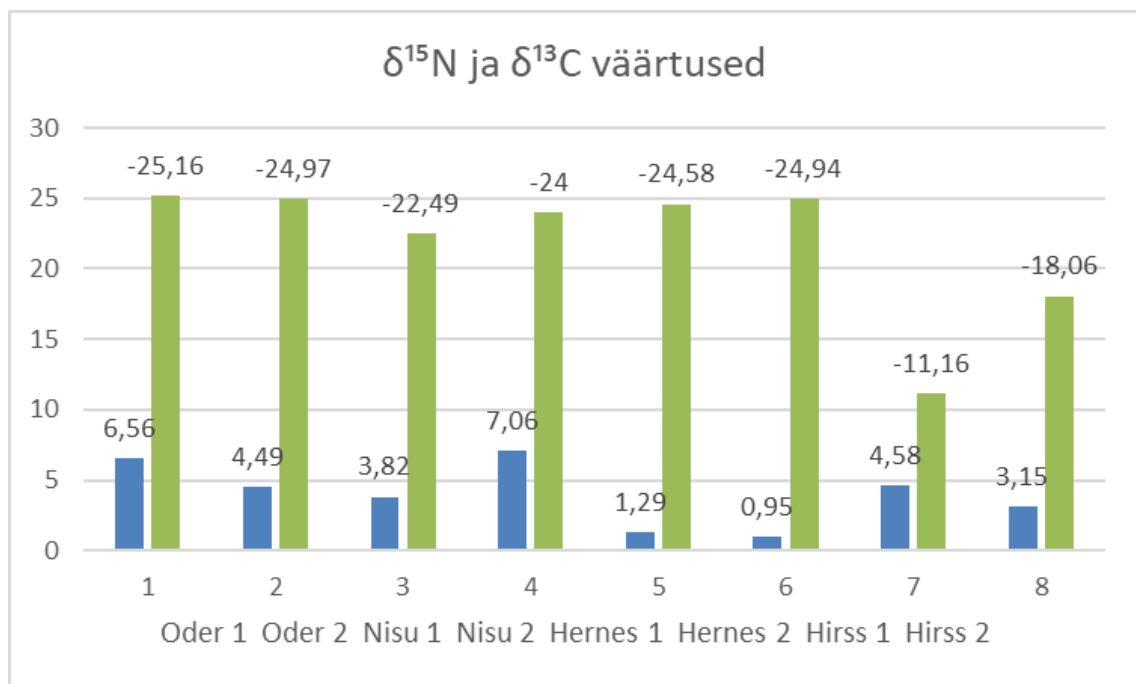
Analüüsitud taimeleidude mõõtmistulemused – $\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{15}\text{N}$ ja C/N – on esitatud tabelis 2 vastavalt iga teravilja/kaunviljaleiu numbrile. Tervikandmestik kõigist mõõtmistulemustest koos kõigi dublett mõõtmistega on lisades (lisa 1). Hirsside peaning leiunumbrid puuduvad ning identifitseerisin need vastavalt päritolumaale. Kõikide tulemuste aluseks on võetud ühest taimest tehtud kahe proovi keskmised väärtused. Selleks, et teha samast liigist, aga erinevate taimede vahel vahet, olen samast liigist pärit taimejäänused märkinud numbritega 1 ja 2 (oder 1 ja oder 2) (tabel 2).

Pea-ja leiunumber	Liik	$\delta^{15}\text{N}$ (‰ air N ₂)	$\delta^{13}\text{C}$ (‰ V-PDB)	Atm%N	Atm%C	C/N ratio
3428:1060	Oder 1	6,56	-25,16	1,48	48,84	39,57
3428:1091/1092	Oder 2	4,49	-24,97	2,26	51,72	26,72
3428:1060	Nisu 1	3,82	-22,49	1,64	45,80	32,62
3428:1129	Nisu 2	7,06	-24,00	1,26	50,43	46,86
3428:1129	Hernes 1	1,29	-24,58	4,11	52,62	14,92
3428:1060	Hernes 2	0,95	-24,94	4,11	52,43	14,88
Bulgaaria	Hirss 1	4,58	-11,16	2,45	46,18	22,00
Ukraina	Hirss 2	3,15	-18,06	2,07	44,79	25,19

Tabel 2: Söestunud tera- ning kaunviljade isotoopanalüüside tulemused.

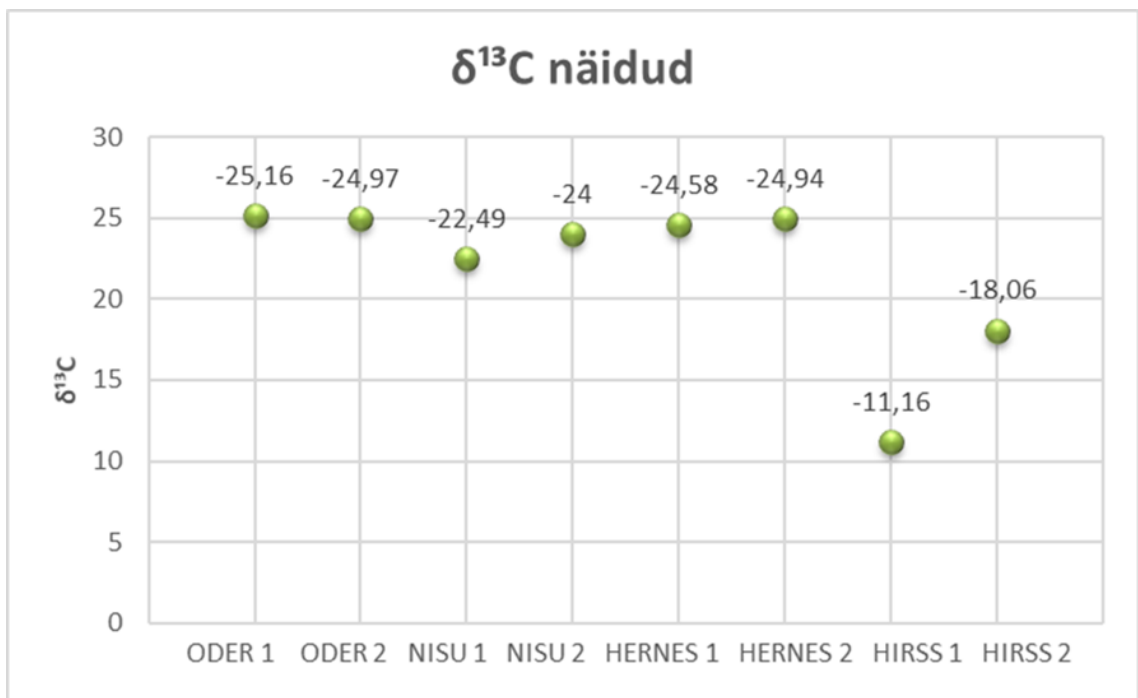
3.1. $\delta^{13}\text{C}$ ja $\delta^{15}\text{N}$ isotoopväärtused

$\delta^{13}\text{C}$ ja $\delta^{15}\text{N}$ isotoopväärtuste omavaheline võrdlus on esitatud all tulpdiagrammina, kus roheline värviga on edastatud kahe süsiniku isotoobi (^{12}C ja ^{13}C) omavaheline suhe ($\delta^{13}\text{C}$) ja sinisega kahe lämmastiku isotoobi (^{15}N ja ^{14}N) omavaheline suhe ($\delta^{15}\text{N}$). Selleks, et tabel oleks kergemini jälgitav ning vahe positiivsete lämmastiku väärtustega tuleks paremini välja, panin negatiivsed tulemused x-teljest üles poole. Pannes kokku $\delta^{13}\text{C}$ ja $\delta^{15}\text{N}$ on näha, et $\delta^{13}\text{C}$ väärtused avalduvad negatiivsetes numbrites ning jäävad -26–(-11) vahele. $\delta^{15}\text{N}$ väärtused avalduvad antud materjali puhul positiivsetes arvudes ning jäävad vahemikku 0–8‰ (joonis 2).



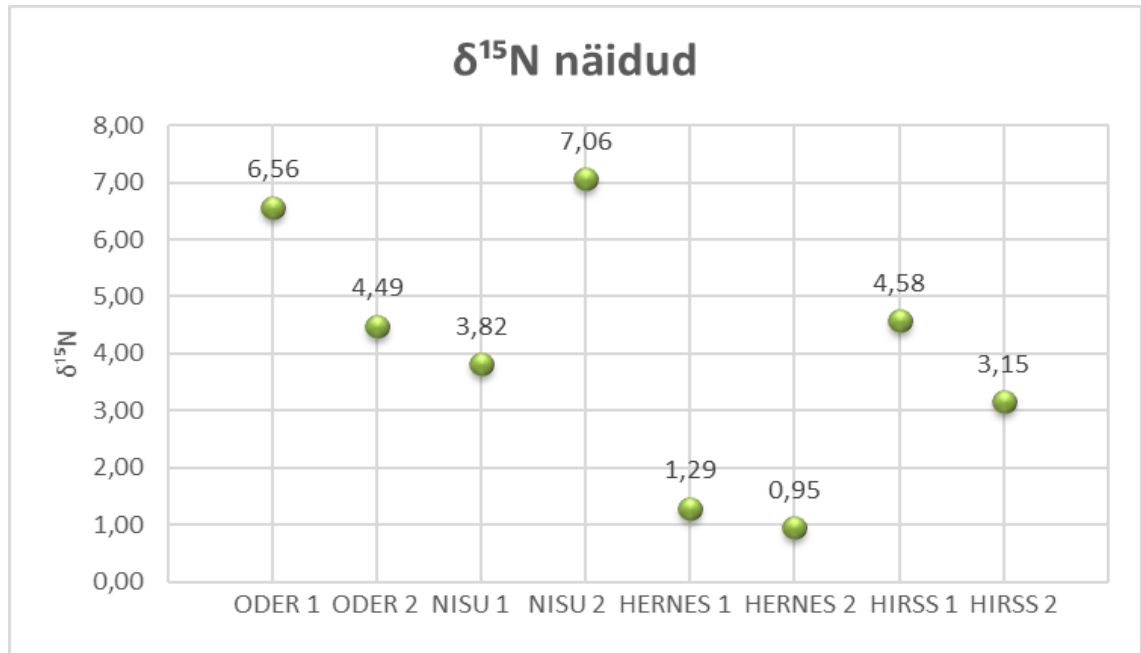
Joonis 2: $\delta^{13}\text{C}$ ja $\delta^{15}\text{N}$ väärtuste võrdlus.

Joonisel 3 olen punktidenä välja toonud erinevate taimede $\delta^{13}\text{C}$ väärtused. Võrreldes $\delta^{13}\text{C}$ näitude järgi C3 ja C4 taimi, on vahe selgelt märgatav. Otrade tulemused on madalad ning jäävad -26–(-24)‰ vahemikku. Nisu 1 ja nisu 2 tulemuste vahemikku on -24–(-22)‰ ja herneste väärtused jäävad -24‰ ümber. C4 taimede ehk hirsside puhul on väärtuste omavaheline vahe üsna suur, aga need on -19‰-st kõrgemad, jäädes -19–(-11)‰ vahele. Hirsside ja C3 taimede vahe tuleb allolevas tabelis arusaadavalt ka välja. Selleks, et tabelit oleks võimalik kergemini lugeda, lisan ka väärtused üleskirjutatuna.



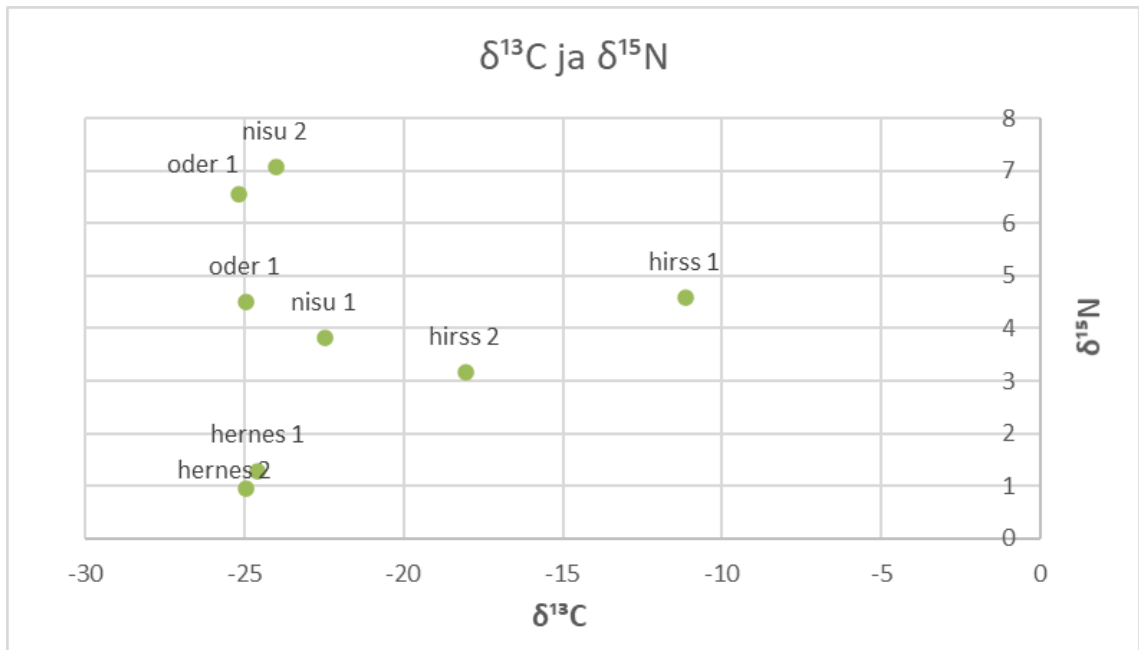
Joonis 3: C3 ja C4 taimede $\delta^{13}\text{C}$ väärtuste erinevused.

$\delta^{15}\text{N}$ puhul on kõikide taimede näidud üsnagi erinevad. Isegi liigiti on vahed üsna suured. Üldiselt jäävad odrad, nisu ja hirsid 3–5‰ vahele, mis kinnitavad, et ka näitude järgi saab kindlaks teha, et tegemist on autotroofidega. Huvipakkuv on see, et oder 1 ja nisu 2 $\delta^{15}\text{N}$ tulemused on üpris kõrged ning ületavad mõlemad 6‰, siinkohal on nisu isegi 7‰. Herne $\delta^{15}\text{N}$ näidud on küllaltki madalad ning jäävad mõlemad alla 2‰ (joonis 4).



Joonis 4: $\delta^{15}\text{N}$ väärtuste erinevus taimedel.

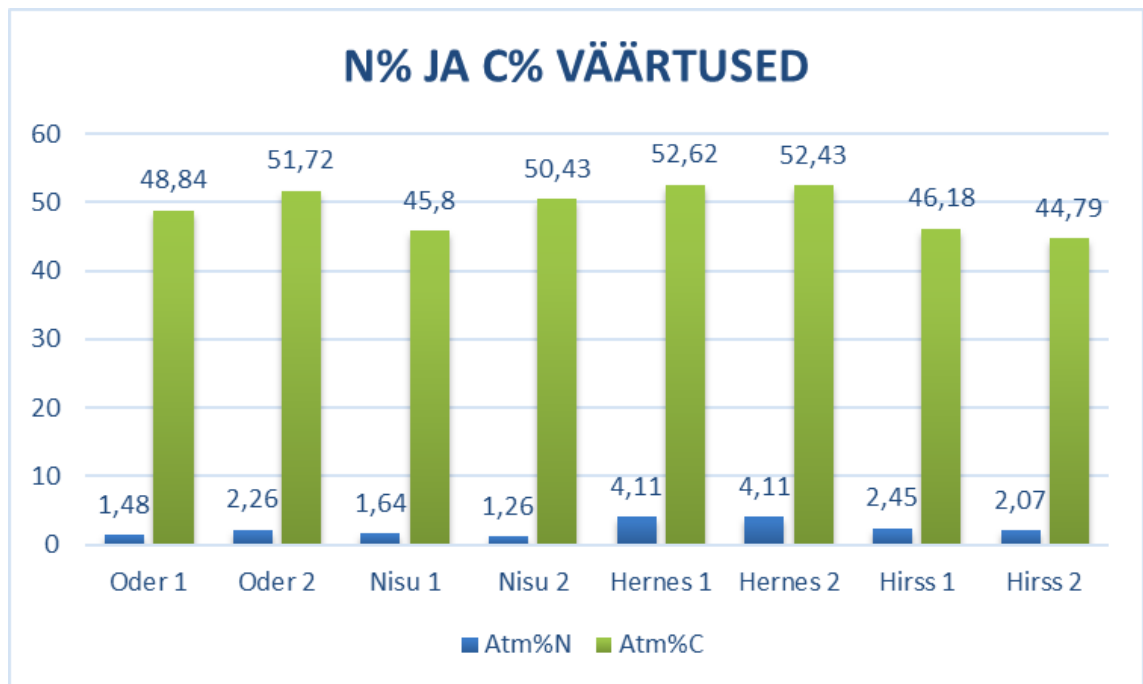
Joonisel 5 on näha $\delta^{13}\text{C}$ ja $\delta^{15}\text{N}$ omavahelist seost. Y-teljel on esitatud $\delta^{15}\text{N}$ väärtused ning x-teljel $\delta^{13}\text{C}$ väärtused. Nisu 2 ja oder 1 näitel on näha, et $\delta^{13}\text{C}$ väärtused on madalad jäädes vahemikku -26–(-24), samal ajal kui nende kahe tera $\delta^{15}\text{N}$ väärtus on üsna kõrge, olles vahemikus 6–8 promilli. Ülejäänud odrad, nisud ja herned jäävad $\delta^{13}\text{C}$ väärtustes samuti madalaks, olles -26–(-20) promilli vahemikus. $\delta^{13}\text{C}$ tulemustes on näha C4 taimede eripära, kuna $\delta^{13}\text{C}$ on võrreldes teistega positiivsem, jäädes -18–(-10) vahele, s.o kõrgemaks. Selge omaette grupi moodustavad herned, mille $\delta^{15}\text{N}$ tulemus on madal ning jääb alla 2 promilli (joonis 5).



Joonis 5: $\delta^{13}\text{C}$ ja $\delta^{15}\text{N}$ väärtuste omavaheline suhe.

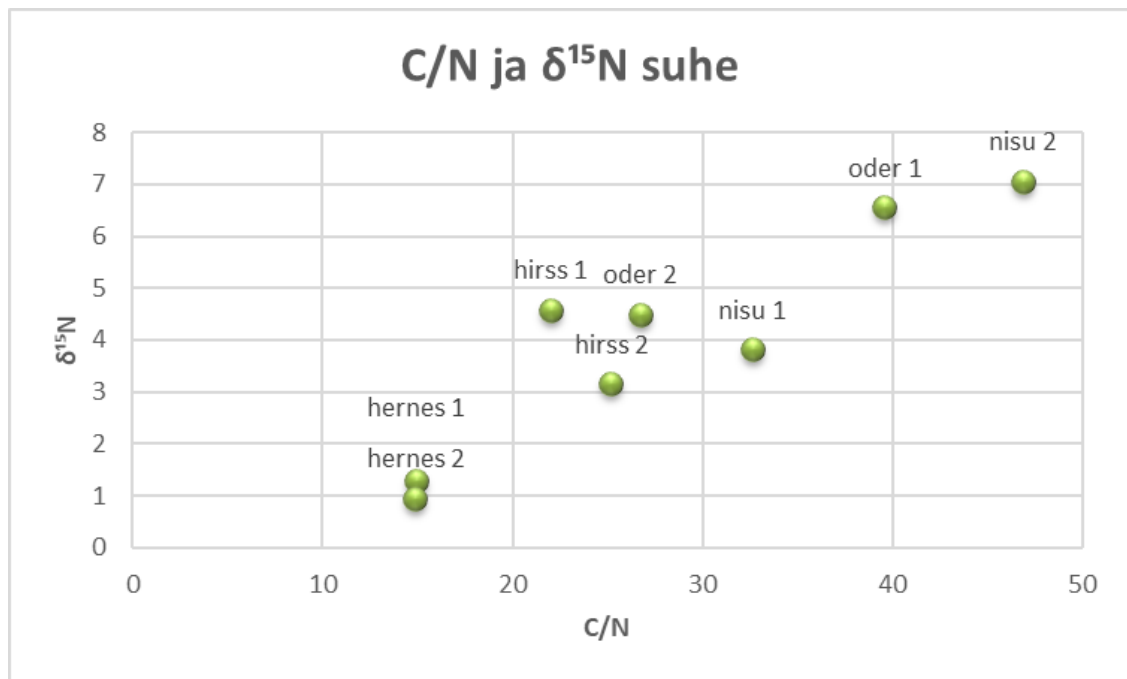
3.2. C/N massisuhted

Järgnevalt vaatlen lähemalt C ja N protsendilist jaotumist, mille olen samuti esitanud tulpdiagrammina, et võrrelda nende omavahelist kogust. Süsiniku kogus on esitatud rohelisega ning lämmastiku kogus sinisega. Joonises 6 tuleb välja, et süsinikku on kõigis taimedes rohkem kui lämmastikku, mis on igati ootuspärane. Teraviljade puhul jääb süsiniku kogus 45–52% vahele. Kaunviljades on süsinikku 52% ümbruses ning C4 taimedel on seda vahemikuks 44–47%. Lämmastiku kogus on otrade ja nisude puhul 1–3%, herneste puhul mõlemas 4,11% ning hirssides on lämmastikku 2–3% ulatuses. Väärtuste järgi on kõige rohkem nii süsinikku kui lämmastiku just hernestel, ning just kõrgem N sisaldus kinnitab kaunviljade proteiinirikkkust võrreldes teraviljadega. Kõige vähem on lämmastikku protsendiliselt nisus (joonis 6).



Joonis 6: Süsiniku ja lämmastiku protsendiline kogus taimedes.

Joonisel 7 tuleb välja $\delta^{15}\text{N}$ väärtus C/N suhtes. X-teljel on süsinik-lämmastiku suhtarvud ja y-teljel $\delta^{15}\text{N}$ osakaal. Kõige madalamad $\delta^{15}\text{N}$ väärtused kui ka C/N suhte näitajad on hernestel ning kõige kõrgemad nisul 2 ja odral 1. Ülejäänud hirssid, oder ja nisu jäävad $\delta^{15}\text{N}$ poolest 3–5 promilli vahele ning süsinik-lämmastikulises suhtes 20–30% vahele (joonis 7).



Joonis 7: $\delta^{15}\text{N}$ väärtused süsinikulis-lämmastikulises suhtes.

Seega saab söestunud kaun- ja teravilju isotoopanalüüsi tulemuste kaudu edukalt eristada, teades taimede omadusi ja eripärasid. Samas näitavad eelnevad graafikud selgelt, et vajalik on erinevate andmete (isotoopväärtused ja massisuhted) kõrvutamine ja võrdlemine, et saada taimede erinevustest ja omapäradest selge ülevaade.

$\delta^{13}\text{C}$ väärtuste järgi saab omavahel eraldada C3 ja C4 taimi. See väljendub C3 puhul madalates (nullist kaugemal) $\delta^{13}\text{C}$ isotoopväärtustes ning C4 puhul kõrgemates (nullilähedased) $\delta^{13}\text{C}$ näitades (joonis 3). $\delta^{15}\text{N}$ osakaal näitab madalamat troofilist taset (autotroofsust ehk taimsust), mis on teraviljadel 3–5‰ ja kaunviljades alla 2‰ (joonis 2). Just savinõude kõrbekihtide puhul on see oluline, sest nii saab $\delta^{15}\text{N}$ järgi vahet teha näiteks loomsel (kõrgem $\delta^{15}\text{N}$ väärtus) ja taimsel toidul (madalam $\delta^{15}\text{N}$ väärtus). Samas näitab $\delta^{15}\text{N}$ kas taime on väetatud või mitte. Väetamise puhul on $\delta^{15}\text{N}$ väärtused kõrged (umbes üle 5–6‰). Väetamise tõenäosus tuleb hästi välja siis kui võrrelda omavahel sama liigi $\delta^{15}\text{N}$ tulemusi (joonis 4). Väetamise puhul võib aga näiteks kõrbekihtide

analüüsis tekkida probleeme just väetatud taimede ja madalama troofilise taseme loomse toiduse eristamisel. C/N massisuhe aitab eristada kaunvilju teraviljadest. Teraviljades on rohkem karbohüdraate, mis väljenduvad süsiniku suuremas hulgas, ja kaunviljades on rohkem proteiini, mis väljenduvad lämmastiku suuremas hulgas. Mida kõrgem on C/N suhe seda karbohüdraatide rikkam on taim. Mida madalam on C/N tulemus, seda rohkem on proteiini (joonised 2, 5, 6 ja 7).

4. TÕLGENDUS

Käesoleva töö tõlgenduslikus osas annan ülevaate isotoopanalüüsides ja C/N massisuhtest saadud tulemustest ning sellest, mida täpsemalt $\delta^{13}\text{C}$ ja $\delta^{15}\text{N}$ signaalid maakasutuse ja põllumajanduse kohta näidata võivad. Toon välja põhilised analüüsitulemuste karakteristikud, mis viitavad pinnase omadustele, väetamise võimalikkusele ning kaun- ja teraviljade eristamisvõimalustele. Lisaks loon kokkuvõtva pildi Iru põllumajandusest. Toetun tõlgenduse peatükis erinevatele sarnastel teemadel läbiviidud teadusartiklitele, uurimustele ning võrdlen neid saadud tulemustega.

4.1. Iru põllumaa omapära ja selle mõju taimekasvatusele

Iru linnus asub Pirita jõekääru loopealsel pinnasel. Loomuld on huumus-karbonaatmuld, mida iseloomustab õhuke pinnakate, jäädes 10–30 cm vahele. Loomuldade huumuse- ning taime toitainete sisaldus on kõrge ning neid peetakse pigem viljakaks (Lang 1996: 27). Samas on karbonaatmuld põuakartlik ja ajutiselt liigniiske veerežiimiga. Muldade veemahutavus on väike ning seega sõltuvad nende saagid vegetatsiooniperioodi sademetest. Loomullad sobivad teraviljadest kõige rohkem odrale (Kask 1975: 278), millest annavad aimu ka Iruilt leitud teraviljaleiud, kus oder on ülekaalus.

Loopealsete pindade metskate on pigem hõre ning suure tõenäosusega olid põllud lagedad, mis aitas kaasa ka loopealsete varasele põllustamisele. Siinkohal tuleks aga välja tuua, et läheduses asuva Saha-Loo muistsete põllupeenarde alt on leitud sütt ning söeproovide järgi oli seal kandis mände ja kuuski. Seega võib arvata, et mingil määral metsa siiski ümbruses sel ajal oli (Lang 1996: 27). Iruist kogutud taimejäänuste $\delta^{13}\text{C}$ signaalid olid pigem madalad ning see võib viidata, et taimi on kasvatatud tihedama taimestikuga alal, väiksema päikese kättesaadavusega perioodil või anda informatsiooni suurest sademete hulgast. On tõenäoline, et madalad $\delta^{13}\text{C}$ väärtused viitavad Iru puhul sellele, et fotosünteesi jaoks vajalik päikese teel saadav C kättesaadavus on olnud mõnevõrra väiksem. Eelmainitule viitavad ka sarnased mõõtmistulemused Poola muinasaja materjalis (Mueller-Bieniek et al. 2019: 11). Samuti võib ühe võimalusena oletada, et analüüsitud terade madalam $\delta^{13}\text{C}$ väärtus sõltub pigem sademeterikkast aastast, kuna loopinnasel kasvavate taimede vee kättesaadavus sõltub palju just sademetest (Kask 1975: 278). Siiski vajaks need hüpoteesid kontrollimist suurema

hulga proovidega. Kas tera- ning kaunviljad on tiheda taimestikuga alal kasvanud on raske öelda, sest nende algne kasvukoht ei ole teada.

4.2. Väetamine

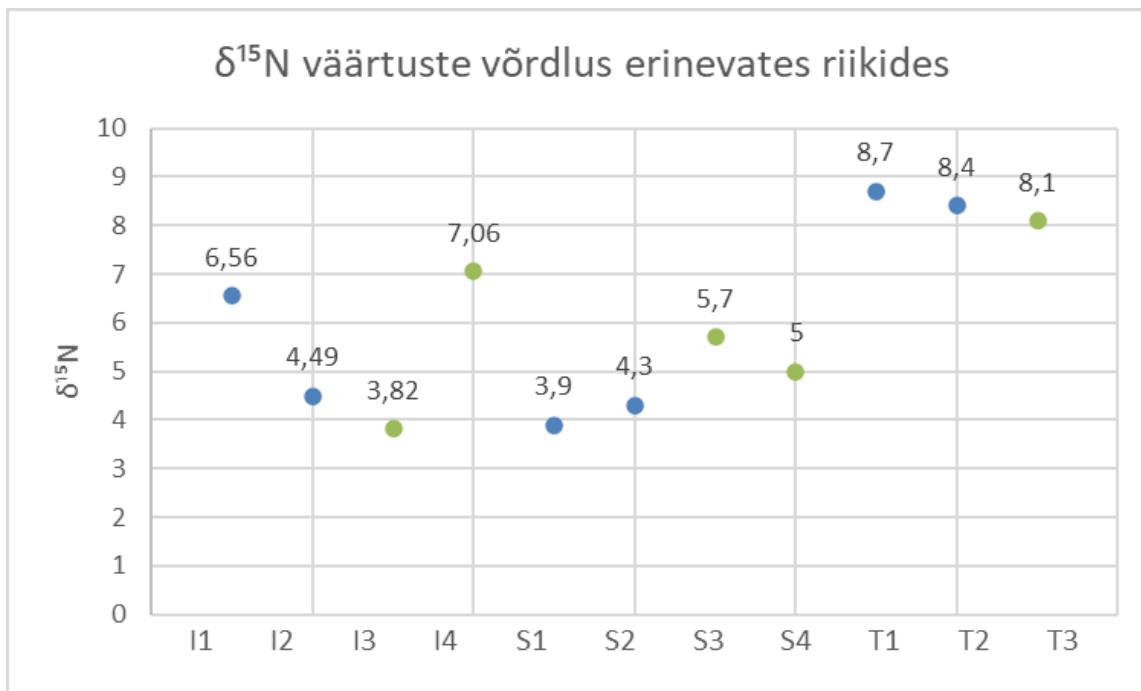
Taimede väetamine on vajalik selleks, et taim saaks endale aineid, millest tal puudu on, kasvaks jõudsamalt ning annaks paremat saaki. Üheks aineks, mida taimed juurde vajavad on lämmastik. Väetamise tagajärjel justkui tõuseb taime troofiline tase, sest taim nii öelda toitub väetiseks kasutatud ainest. Isotoopanalüüsi tulemused vihjavadki võimalikule väetamisele. Erinevad uurimused on näidanud, et mida kõrgem on $\delta^{15}\text{N}$ väärtus, seda suurem on tõenäosus, et taime on väetatud (Fraser et al. 2011; Larsson et al. 2019; Vignola et al. 2017).

Tänapäevaste taimede kohta on Fraseri ja teiste (2011) poolt tehtud läbi eksperiment, kus katsetati, kas taimede väetamine muudab isotoopanalüüsi teel saadud näituseid. Eksperimendi käigus võrreldi mitteväetatud taimi erinevatel tasanditel väetatud taimedega. Kuigi uurimusi tehti erinevates piirkondades, valisin välja Saksamaal Bad Lauchstädtis ja Taanis Askovis tehtud eksperimendid, kuna need asusid eksperimendis kasutatud kohtadest Eestile kõige lähemal. Samuti said need alad valitud, kuna seal katsetati samasid taimeliike (oder, nisu), mis on ka minu töös kasutusel. Saksamaa põllul viidi läbi eksperiment väetamata taimedega, 20 t/ha kohta väetatud taimedega ja 35 t/ha kohta väetatud taimedega. Taani põllul võrreldi omavahel väetamata ning 35 t/ha kohta väetatud taimi. Eksperimendis kasutati Saksamaal väetisena veisesõnnikut ning Taanis läga. Väetamata alade teravilja $\delta^{15}\text{N}$ tulemused jäid alla nulli ja selle ümber. Mida rohkem oli põlde väetatud, seda suurem oli $\delta^{15}\text{N}$ väärtus taimedes. Oma töö jaoks valisin välja 35 t/ha peale väetatud taimede tulemused (Fraser et al. 2011) ning võrdlen neid Iru materjaliga. Valisin taimed, mida on rohkem väetatud, kuna Taanis 20 t/ha kohta väetamisega ei eksperimenteeritud. Kasutatud $\delta^{15}\text{N}$ väärtused, liigid ja asukohad on välja toodud tabelis 3.

ASUKOHT	LIIK	$\delta^{15}\text{N}$	LIIK	$\delta^{15}\text{N}$
IRU	Oder 1	6,56	Nisu 1	3,82
	Oder 2	4,49	Nisu 2	7,06
SAKSAMAA	Oder 1	3,9	Nisu 1	5,7
	Oder 2	4,3	Nisu 2	5
TAANI	Oder 1	8,7	Nisu 1	8,1
	Oder 2	8,4		

Tabel 3: $\delta^{15}\text{N}$ väärtused liigi ja asukoha järgi (Saksamaa ja Taani väärtused vastavalt Fraser et al. 2011 artiklile).

Joonisel 9 on välja toodud Iru, Saksamaa ja Taani odra ning nisu $\delta^{15}\text{N}$ väärtused. Sinisega on märgitud odrad ning rohelisega nisud. Selleks, et riikidel vahet teha, märkisin riigi eestähe ja panin taimede järjekorra numbri (nt II – Iru 1). Kõige madalamad on väetamise tulemused Saksamaa taimedel, jäädes 3–6‰ vahele. Iru nisu ja odra näidud on keskmised, jäädes 3–8‰ vahemikku. Kõige rohkem tuleb väetamise mõju välja Taani taimedes, jäädes 8–9‰ vahele (joonis 9).



Joonis 9: $\delta^{15}\text{N}$ väärtuste võrdlus Iru (I), ning Saksamaa (S) ja Taani (T) väetatud otrade (sinine) ja nisude (roheline) vahel.

Teraviljadele omased $\delta^{15}\text{N}$ väärtused on üldiselt 2–6‰ vahemikus (Fraser et al. 2011: 2802). Võttes arvesse, et eksperimendis oli väetamata taimede promilliline sisaldus alla 0‰ või selle ümber ning 35 t/ha kohta väetatud taimede tulemus on sellest palju kõrgem, jäädes erinevatel riikidel 3–8‰ vahemikku, (Fraser et al. 2011: 2795–2796) siis võib arvata, et vähemalt osadel puhkudel Iru piirkonna teraviljapõlde ka väetati. Sellele viitavad ka sealsete teraviljade $\delta^{15}\text{N}$ tulemused (oder 1 ja nisu 2), mis on üle 6‰. Väetisena võidi kasutada ilmselt loomasõnnikut.

4.3. Teraviljade, herneste ning hirsside eripärad

Isotoopide lämmastiku ja süsiniku väärtuste järgi on võimalik ka eristada erinevaid taimi. See on eriti relevantne juhtudel, kus taime makrojäänused pole tuvastatavad, näiteks pottide kõrbekihtide puhul. Käesolevas töö tulemuste põhjal on võimalik vahet teha C3 taimede (nisu, oder, hernes), C4 taimede (hirss) ning ka tera- ja kaunviljade vahel.

C ja N massiprotsendid võimaldavad määrata valkude ja süsivesikute rikkust. Mida kõrgem C/N suhe (kõrgem C%), seda karbohüdraatide rikkam on taim. Madalam C/N tulemus (kõrgem N%) viitab suuremale proteiini kogusele (Zheng 2009). Nii on võimalik eristada proteiinirikkamaid kaunvilju ja süsivesikurikkamaid teravilju.

Teades, millised isotoopväärtused on teatud taimedel, sh väetatud ja väetamata, teraviljadel ja kaunviljadel, C3 ja C4 taimedel, aitab see oluliselt kaasa toidunõudes säilinud kõrbekihtide analüüsil, et tuvastada kunagist toitumist. Nii näiteks on mineviku toiduaineses rohkem võimalusi interpreteerida, mis sorti taimi on rohkem söödud või mis on lihalise ja taimse toidu vahe. Käesoleva töö analüüsi põhjal saab öelda, et kui kõrbekihi isotoopanalüüsi $\delta^{15}\text{N}$ tulemused on 2–6‰, siis on arvatavasti tegemist teraviljadega. Kui $\delta^{15}\text{N}$ tulemused on nullilähedased ja alla 2‰, siis on tegemist kaunviljadega. Madalate $\delta^{13}\text{C}$ näitute puhul on tegemist C3 taimedega (oder, nisu, rukis, kaer). C4 (hirss) taimede puhul peaksid $\delta^{13}\text{C}$ väärtused jääma -14‰ ümbrusesse ning olema C3 taimedest kõrgemad (nullipoolsemad). Kindlasti peab arvestama ka sellega, et kõrgem $\delta^{15}\text{N}$ sisaldus (kõrgem troofiline tase) kõrbekihis ei pruugi näidata alati seda, et tegemist oli loomse toiduainega, vaid ka seda, et kõrbekihis sisalduv materjal võis olla hoopis tugevamalt väetatud teravili.

Seega on söestunud kaun- ja teraviljad selgelt eristuvad ka isotoopanalüüsi tulemuste kaudu. Iru taimede puhul tuleb joonises 7 välja selge vahe nisu, odra, hirsu ja herneste vahel. Lisaks on võimalik eraldada omavahel C3 ja C4 taimi ning ka kaun- ning teravilju.

KOKKUVÕTE

Harjumaal Pirita jõe käärus asuvalt Iru linnuselt on leitud erinevaid tera- ning kaunviljade makrofossiile, mis pakuvad väärtuslikku informatsiooni mineviku põllumajandusest.

Käesoleva töö materjal pärineb Irust 1938. aastal Artur Vassari juhtimisel läbiviidud arheoloogilistest kaevamistest. Linnuseetappide jaotumise, Valter Langi hinnangute ning leiukonteksti järgi on töös kasutatav materjal paigutatud nooremasse rauaaega. Iru materjalile võrdluseks kasutasin ka Bulgaariast ning Ukrainast pärit C4 taimi ehk hirsiterasid.

Materjali analüüsisin EA-IRMS meetodil. Masin määras tera- ning kaunviljade süsiniku ja lämmastiku stabiilsete isotoopide omavahelised massisuhted – $\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{15}\text{N}$, C%, N% ja C/N suhte.

$\delta^{13}\text{C}$ väärtuste järgi tuli välja C3 ja C4 taimede erinevused, mis väljendusid C3 puhul madalates (nullist kaugemal) $\delta^{13}\text{C}$ isotoopväärtustes ning C4 puhul kõrgemates (nullilähedased) $\delta^{13}\text{C}$ näitudes (joonis 3). Selle abil sain vahet teha hirssidel, mis on C4 taimed, ning Iru taimedel, mis on C3 taimed. Hirssidel jäi see tulemus -19–(-10) promilli vahemikku ning C3 taimedel -26–(-22) promilli vahemikku. C/N massisuhte väärtus eristab kaunvilju teraviljadest. Mida kõrgem on C/N suhe seda karbohüdraatide rikkam on taim. Mida madalam on C/N tulemus, seda rohkem on selles proteiine (joonised 2, 5, 6 ja 7). Seega on EA-IRMS-i analüüsitulemuste põhjal võimalik eristada omavahel C3, C4 taimi ja kaunvilju. $\delta^{15}\text{N}$ osakaal oli Iru teraviljadel ja hirssidel 3–8‰ ning kaunviljades alla 2‰ (joonis 2). $\delta^{15}\text{N}$ tulemus annab informatsiooni väetamise võimalikkusest. Väetamise puhul on $\delta^{15}\text{N}$ väärtused kõrged (umbes üle 5–6‰) ning see väljendus ka osadel Iru teraviljadel. $\delta^{15}\text{N}$ väärtuste järgi on võimalik Iru tuvastada taimekasvatuse praktikana väetamist.

Iru tera- ning kaunviljade isotoopide analüüs näitab, et leitud tera- ning kaunviljad on kasvamise perioodil saanud pigem vähe päikesevalgust ning piisavalt vett, mis on nendeni jõudnud sademetena või seotud liigniiske veerežiimiga, mis on loomuldadele omane. Osa taimedest on saanud väetist arvatavasti sõnniku kujul. Väetamine viitab ka sellele, et Iru oli piisavalt palju loomi, et oli võimalik kasutada sõnnikut taimekasvatuse arendamise eesmärgil. Väetamise vajalikkus võib aga viidata intensiivsemale põllumajandusele ja see omakorda suuremale rahvaarvule (Larsson et

al. 2019; Lodwick et al. 2020 ja Mueller-Bieniek et al. 2019). Intensiivsele põllumajandusele viitab ka Iru pinnas, kus mullakiht oli õhuke ning sai kiiresti ära kurnatud, mistõttu oli tõenäoliselt vaja ka erinevaid põllulappe tihti sööti ja kosuma jätta.

Töös tõstatatud uurimisküsimused said vastuse, aga kindlasti on tegemist teemaga, mida oleks vaja tulevikus laiendada. Ennekõike oleks parema representatiivsuse eesmärgil vajalik suurendada analüüsitavaid taimeleidude hulka nii ajas kui ruumis. Näiteks võiks laiendada proovide hulka Eestist ja mujalt leitud taimejäänustega, et tuvastada erinevate muististe maaharimise ja taimekasvatuse praktikaid. Samuti oleks võimalik jälgida ka regionaalseid põllumajanduspraktika erinevusi näiteks Põhja- ja Lõuna-Eesti vahel. Kas põhjas ja lõunas väetati muinasajal sama palju või oli seda näiteks ühel pool rohkem kui teisel? Missugust mõju avaldavad taimede isotoopväärtustele erinevad kasvupinnased? Piisava materjali olemasolul saaks ka uurida taimekasvatuse muutusi ajas ning kaudselt ka rahvaarvu võimalikku muutumist ekstensiivse ja intensiivse põllumajanduse näitel. Ühendades teadmised pinnase erinevusest eri regioonides isotoopuuringutest saadavate tulemustega, saaks ka võrrelda omavahel erinevate muististe põllumajanduslikku maad. Ühe huvitava uurimisalana võib välja tuua ka alepõllunduse võimaliku mõju $\delta^{15}\text{N}$ isotoopväärtustele. Eelmainitu vajaks eelkõige eksperimentaalset väljundit. Isotoopväärtuste tulemused aitavad ka vahet teha taimsel ning lihalisel toiduainesel savinõude kõrbekihtides. Võimalik on omavahel eristada C3 ja C4 taimi ning kaunvilju. Eelmainitu aitab kaasa mineviku toitumise uuringutele. Lisaks peaks ka keskenduma taimejäänuste isotoopanalüüside baasi suurendamisele, et paremini kaardistada muuhulgas, ka meetodi enda ja saadud tulemuste kitsaskohad.

KASUTATUD ALLIKAD JA KIRJANDUS

Käsikirjad

Indreko, R. 1936. Aruanne Iru linnuse kaevamiste kohta 15. juulist kuni augusti lõpuni 1936. aastal. Tartu Ülikool, kaevamisaruanne. (Käsikiri TÜ arheoloogiaarhiivis)

Lang, V. 1985. Aruanne arheoloogilistest kaevamistest Iru linnuse keskvallil 1985. ja 1986. aastal. Tartu Ülikool, kaevamisaruanne. (Käsikiri TÜ arheoloogiaarhiivis)

Saadre, O. 1937. Aruanne Iru linnuse lõunapoolse valli ja platoo kaevamistest juunis 1937. aastal. Tartu Ülikool, kaevamisaruanne. (Käsikiri TÜ arheoloogiaarhiivis)

Sepp, H. 2013. Holotseeni paleokeskkonna muutused Loode-Eestis järvesetete stabiilsete isotoopide ja jälgelementide põhjal Turvaste Valgejärve läbilõikest. Tartu Ülikool, magistritöö.

Tammet, M. 1991. Tartu, Lossi t., 1985–1987 eraldatud arheobotaaniliste proovide analüüs. Tallinn. (Käsikiri TÜ arheoloogiaarhiivis)

Vassar, A. 1938. Kaevamisaruanne Iru linnuse põhjaotsal 15. augustist–17. septembrini 1938. aastal. Tartu Ülikool, kaevamisaruanne. (Käsikiri TÜ arheoloogiaarhiivis)

Vassar, A. 1958. Aruanne arheoloogilistest kaevamistest Iru linnusel 14. juulist 31. juulini 1958. aastal. Tartu Ülikool, kaevamisaruanne. (Käsikiri TÜ arheoloogiaarhiivis)

Publikatsioonid

Brown, T. A., Brown, K. 2011. Biomolecular Archaeology: An Introduction. Chichester, Wiley-Blackwell.

Cartigny, P., Busigny, V. 2018. Nitrogen isotopes. – Encyclopedia of Geochemistry. (Toim.) W. M. White, 1–13. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-39193-9_197-1 (20.11.2019)]

Fraser, R. A., Bogaard, A., Charles, M., Christensen, B. T., Halstead, P., Heaton, T., Jones, G., Merbach, I., Poulton, P. R., Sparkes, D., Styring, A. K. 2011. Manuring and stable nitrogen isotope ratios in cereals and pulses: towards a new archaeobotanical approach to the inference of land use and dietary practices. – Journal of Archaeological Science, 38, 2790–2804. University of Oxford. [DOI: 10.1016/j.jas.2011.06.024 (3.11.2019)]

- Furbank, R. T., Taylor, W. C. 1995.** Regulation of Photosynthesis in C3 and C4 Plants: A Molecular Approach. – *The Plant Cell*, 7, 797–807. [DOI: 10.1105/tpc.7.7.797 (15.01.2020)]
- Kanstrup, M., Thomsen, I. K., Mikkelsen, P. H., Christensen B. T. 2012.** Impact of charring on cereal grain characteristics: linking prehistoric manuring practices to $\delta^{15}\text{N}$ signatures in archaeobotanical material. – *Journal of Archaeological Science*, 39, 2533–2540. [DOI: 10.1016/j.jas.2012.03.007 (10.03.2020)]
- Kask, R. 1975.** Eesti NSV maafond ja selle põllumajanduslik kvaliteet. Tallinn, Valgus.
- Katzenberg, M. A., Goriunova, O. I., Weber, A. W. 2009.** Paleodiet Reconstruction of Bronze Age Siberians from the Mortuary Site of Khuzhir-Nuge XIV, Lake Baikal. – *Journal of Archaeological Science*, 36, 663–674. [https://doi.org/10.1016/j.jas.2008.10.012 (20.04.2020)]
- Kihno, K.; Hiie, S. 2008.** Evidence of pollen and plant macro-remains from the sediments of suburban area of medieval Tartu. – *Estonian Journal of Archaeology*, 12 (1), 30–50. [DOI: 10.3176/arch.2008.1.03 (14.02.2020)]
- Lang, V. 1995b.** The hill-fort of Iru. – *Archaeology East and West of the Baltic. Papers from the Second Estonian-Swedish Archaeological Symposium Sigtuna*. (Toim.) I. Jansson. Theses and Papers in Archaeology N. S. A, 7. Stockholm, Almqvist & Wiksell, 53–60.
- Lang, V. 1996.** Muistne Rävåla. Muistised, kronoloogia ja maaviiljelusliku asustuse kujunemine Loode-Eestis, eriti Pirita jõe alamjooksu piirkonnas. *Muinasaja teadus 4*. Tallinn: Eesti Teaduste Akadeemia ja Ajaloo Instituut, 33–36.
- Larsson, M., Bergman, J., Lagerås, P. 2019.** Manuring practices in the first millennium AD in southern Sweden inferred from isotopic analysis of crop remains. – PLOS ONE. [https://doi.org/10.1371/journal.pone.0215578 (11.04.2020)]
- Lodwick, L., Campbell, G., Crosby, V., Müldner, G. 2020.** Isotopic Evidence for Changes in Cereal Production Strategies in Iron Age and Roman Britain. – *Environmental Archaeology. The Journal of Human Palaeoecology*. [https://doi.org/10.1080/14614103.2020.1718852 (4.12.2019)]

- Masson–Delmotte, V., Hou, S., Ekaykin, A., Jouzel, J., Aristarain, A., Bernardo, R. T., Bromwich, D., Cattani, O., Delmotte, M., Falourd, S., Frezzotti, M. Gallee, H., Genoni, L. Isaksson, E., Landais, A., Helsen, M. M., Hoffmann, G., Lopez, J., Morgan, V., Motoyama, H., Noone, D., Oerter, H., Petit, J. R., Royer, A., Uemura, R., Schmidt, G. A., Schlosser, E., Simoes, J. C., Steig, E. J., Stenni, B., Stievenard, M., Van Den Broeke, M. R., Van De Wal, R. S. W., Van De Berg, W. J., Vimeux, F., White, J. W. C. 2008.** A Review of Antarctic Surface Snow Isotopic Composition: Observations, Atmospheric Circulation, and Isotopic Modeling. – *Journal of Climate*, 21, 3359–3387. [DOI: 10.1175/2007JCLI2139.1]
- McKinney, C. R., Allen, A. Epstein, S., McCrea, J. M., Urey, H. C. 1950.** Improvements in Mass Spectrometers for the Measurement of Small Differences in Isotope Abundance Ratios. – *The review of Scientific Instruments*, 21 (8), 724–730.
- Mueller-Bieniek, A., Bogaard, A., Lityńska-Zajac, M., Moskal-del Hoyo, M., Nowak, M., Paszko, B., Sojka, A., Styring, A., Tunia, K. 2019.** Spatial and temporal patterns in Neolithic and Bronze Age agriculture in Poland based on the stable carbon and nitrogen isotopic composition of cereal grains. – *Journal of Archaeological Science: Reports*, 27, 1–14. [https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2019.101993 (11.04.2020)]
- O'Leary, M. H. 1981.** Carbon isotope fractionation in plants. – *Phytochemistry*, 20 (4), 553–567. [https://doi.org/10.1016/0031-9422(81)85134-5 (12.03.2020)]
- Sharp, Z. D. 2017.** *Principles of Stable Isotope Geochemistry*. – (2nd ed.). University of New Mexico.
- Sillasoo, Ü. 2005.** Mis saab arheobotaanikast Eestis? – *Estonian Journal of Archaeology*, 9 (1), 73–81.
- Sillasoo, Ü. 2006.** Medieval plant depictions as a source for archaeobotanical research. – *Vegetation History and Archaeobotany*, 16 (1), 61–70. [10.1007/s00334-006-0036-z. (5.04.2020)]
- Sillasoo, Ü., Hiie, S. 2007.** An archaeobotanical approach to investigating food of the Hanseatic period in Estonia. (Toim.) S. Karg. *Medieval Food traditions in Northern Europe* 73–96. Copenhagen: National Museum of Denmark.
- Zheng, Z. L. 2009.** Carbon and nitrogen nutrient balance signaling in plants. – *Plant Signaling and Behaviour*, 4 (7), 584–591. [doi: 10.4161/psb.4.7.8540 (1.05.2020)]

Tvauri, A., Vanhanen, S. 2016. The find of pre-viking age charred grains from fort-settlement in Tartu. – *Estonian Journal of Archaeology*, 20 (1), 33–53. [doi: 10.3176/arch.2016.1.02 (18.02.2020)]

Tõnisson, E. 2008. Eesti muinaslinnad. (Toim.) A. Mäesalu ja H. Valk. *Muinasaja Teadus*, 20. Tartu, Tallinn.

Tõrv, M. 2016. Praktikate püsivus: arheoloogi pilk aastatuhandete tagusele surmakultuurile Eesti alal. – *Riigikogu Toimetised*, 34, 137–148. [Kättesaadav: <https://rito.riigikogu.ee/wordpress/wp-content/uploads/2016/12/Mari-T%C3%B5rv-Praktikate-p%C3%BCsivus-arheoloogi-pilk-aastatuhandete-tagusele-surmakultuurile-Eesti-alal.pdf>. (12.03.2020)]

Vassar, A. 1939. Iru Linnapära. – *MEL*, 53–100.

Vignola, C., Frangipane, M., Marzaioli, F., Masi, A., Passariello, I., Restelli, F. B., Sadori, L., Stellato, L., Terrasi, F. 2017. $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{15}\text{N}$ from ^{14}C -AMS dated cereal grains reveal agricultural practices during 4300–2000 BC at Arslantepe (Turkey). – *Review of Palaeobotany and Palynology*, 247, 164–174. [DOI: 10.1016/j.revpalbo.2017.09.001 (25.04.2020)]

Veebiviited

Sepp, H. EA-IRMS analysis. MOOC veebikursus. [<https://sisu.ut.ee/heritage-analysis/book/module6> (06.05.2020)]

Lühendid

MEL – Muistse Eesti linnused. 1936.–1938. aasta uurimiste tulemused. (Toim.) H. Moora. Tartu.

ISOTOPE ANALYSIS OF PULSES AND GRAINS FOUND FROM THE IRU HILL FORT

Summary

Agriculture has always been part of human life-style and diet. In archaeology every historical find holds information about the past activities. The work in hand concentrates on parched pulses and grains found from Iru hill fort. Iru stronghold is located in Tallinn close to the Pirita river and was used as a fort throughout 6.–11th century. There are also signs of earlier inhabitation.

Iru fort has been excavated repeatedly. In this research I rely on excavations carried out in 1938. The conductor of the excavations was Artur Vassar. The analysed material dates back to 9–11th century. I have also used research carried out by Valter Lang, many articles about isotope analysis and experimental investigations about pulses and grains. Two parched millets from Bulgaria and Ukraine are also added to the work.

Parched material found from Iru can be researched by isotope mass spectrometry that analyses elemental isotopic composition and mass. For the work in hand $\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{15}\text{N}$ values and C%, N% amounts were measured. Understanding the isotopic mass ratios grants information about historical growing and fertilizing conditions. In current study, two parched barley grains, two wheat grains, two peas and two millets were used.

This work is divided into four chapters. The first chapter is about Iru region and the excavations carried out there. The second part concentrates on isotope analysis and on the information it provides. The second section also explains the practical part of the work that included weighing, packing the samples and data analysis of the material. Data analysis was performed in Microsoft Excel. The third chapter focuses on the results of the analysis. The fourth part explains and discusses the results.

The purpose of this research was to find out:

- What crop production factors can affect the isotopic values of carbon and nitrogen?
- Is parched plant material distinguishable with EA-IRMS method?
- Is it possible to identify more concrete plant production practices on the basis of Iru material?

The analysis done on plant macrofossils indicate that plants are distinguishable from each other by $\delta^{13}\text{C}$ values. Values around -14‰ indicate that the plant is a C4 plant (e.g. millet) and values between -28‰ – $(-25)\text{‰}$ indicate to C3 plant. Pulses can be distinguished from grains by $\delta^{15}\text{N}$ values. Iru grains and millets from Bulgaria and Ukraine have values of 3‰ – 8‰ and pulse isotopic signals are lower than 2‰ . $\delta^{15}\text{N}$ signals in grains show the possibility of fertilization with manure. The standard $\delta^{15}\text{N}$ of grains is between 2‰ – 6‰ . Higher $\delta^{15}\text{N}$ values in grains (over 5‰) show the possibility of manuring. The differences between pulses and grains come from C/N ratio values. Higher C/N levels indicate to grains and lower values indicate to pulses. Understanding the differences in plant isotopic values also help to distinguish the composition of foodcrusts.

The possibility of manuring shows that the agriculture in Iru could have been more intensive because the plants needed to be manured. This idea is also supported by Iru's geographical position. Iru's soil is rather thin and the area is situated largely on limestone. Due to the latter Iru's fields wore out faster and had to be left to rest more often. Low $\delta^{13}\text{C}$ values can also indicate to the low availability of the sun. Iru had to be wealthy enough to be able to have animals and accesibility to manure. The intensity of agriculture can also refer to larger population in that area.

The work in hand offers an overview of the possibilities of carbon and nitrogen isotopic mass signals in researching past agriculture. Information about parched pulse and grain isotopic values can help to complement the history of Iru's hill fort and can also be used to research other historical sites if given the material. Isotope analysis can be used to provide reference material to different regions and historical periods. It is also necessary to learn more about the EA-IRMS to understand possible bottlenecks of the analysis.

LISAD

Lisa 1. Iru ja C₄ taimede isotoopanalüüside tulemused.

Number		$\delta^{15}\text{N}$ (‰ air N ²)	$\delta^{13}\text{C}$ (‰ V- PDB)	Atm%N	Atm%C	C/N	SORT	Asukoht	Liigitus
3428:1060		6,72	-25,09	1,70	48,79	33,42	oder	IRU	oder 1
		6,40	-25,22	1,25	48,88	45,73			
	AVG	6,56	-25,16	1,48	48,84	39,57			
	STDEV	0,23	0,09	0,32	0,04	8,71			
3428:1091 ja 1092		4,51	-24,98	2,21	51,88	27,36	oder	IRU	oder 2
		4,46	-24,97	2,31	51,57	26,09			
	AVG	4,49	-24,97	2,26	51,72	26,72			
	STDEV	0,03	0,01	0,07	0,22	0,90			
3428:1060		3,81	-22,51	1,56	45,84	34,25	nisu	IRU	nisu 1
		3,83	-22,47	1,72	45,76	31,00			
	AVG	3,82	-22,49	1,64	45,80	32,62			
	STDEV	0,02	0,03	0,11	0,06	2,30			
3428:1129		6,99	-23,90	1,29	50,62	45,67	nisu	IRU	nisu 2
		7,13	-24,09	1,22	50,24	48,06			
	AVG	7,06	-24,00	1,26	50,43	46,86			
	STDEV	0,10	0,14	0,05	0,27	1,69			
3428:1129		1,29	-24,50	4,11	52,46	14,89	hernes	IRU	hernes 1
		1,28	-24,66	4,12	52,78	14,96			
	AVG	1,29	-24,58	4,11	52,62	14,92			
	STDEV	0,00	0,12	0,00	0,23	0,05			
3428:1060		0,98	-24,91	4,13	52,39	14,80	hernes	IRU	hernes 2
		0,91	-24,97	4,09	52,47	14,96			
	AVG	0,95	-24,94	4,11	52,43	14,88			
	STDEV	0,05	0,04	0,02	0,06	0,11			
		4,56	-11,14	2,44	46,29	22,12	hirss	Bulgaaria	Hirss 1
		4,60	-11,19	2,46	46,07	21,88			
	AVG	4,58	-11,16	2,45	46,18	22,00			
	STDEV	0,029	0,034	0,01	0,156	0,165			
		2,17	-17,71	2,08	46,61	26,14	hirss	Ukraina	Hirss 2
		4,13	-18,41	2,07	42,98	24,24			
	AVG	3,15	-18,06	2,07	44,79	25,19			
	STDEV	1,38	0,49	0,01	2,57	1,34			

Lihtlitsents lõputöö reprodutseerimiseks ja üldsusele kättesaadavaks tegemiseks

Mina, Sandra Sammler

1. annan Tartu Ülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) minu loodud teose „Iru linnamäe kaun- ja teraviljade isotoopanalüüsid“, mille juhendajaks on Ester Oras reprodutseerimiseks eesmärgiga seda säilitada, sealhulgas lisada digitaalarhiivi DSpace kuni autoriõiguse kehtivuse lõppemiseni.
2. Annan Tartu Ülikoolile loa teha punktis 1 nimetatud teos üldsusele kättesaadavaks Tartu Ülikooli veebikeskkonna, sealhulgas digitaalarhiivi DSpace kaudu Creative Commons'i litsentsiga CC BY NC ND 3.0, mis lubab autorile viidates teost reprodutseerida, levitada ja üldsusele suunata ning keelab luua tuletatud teost ja kasutada teost ärieesmärgil, kuni autoriõiguse kehtivuse lõppemiseni.
3. Olen teadlik, et punktides 1 ja 2 nimetatud õigused jäävad alles ka autorile.
4. Kinnitan, et lihtlitsentsi andmisega ei riku ma teiste isikute intellektuaalomandi ega isikuandmete kaitse õigusaktidest tulenevaid õigusi.

Sandra Sammler

9.05.2020