Chapitre 25

Contributions de la biogéochimie isotopique à l'archéozoologie

Marie Balasse
UMR 7209 « Archéozoologie, Archéobotanique : Sociétés, Pratiques et Environnements »
CNRS / Muséum national d'Histoire naturelle, France.

25.1 Introduction

La biogéochimie isotopique rencontre l'archéozoologie lorsque par des mesures de teneurs relatives en isotopes stables dans les squelettes animaux, elle livre des informations sur leur histoire alimentaire et environnementale, contribuant aussi à raconter l'histoire des hommes qui les ont chassés et élevés. Les supports de l'information isotopique exploités en archéozoologie sont essentiellement la molécule de collagène (protéine structurale principale du squelette), les ions phosphate et carbonate de l'hydroxyapatite (ou bioapatite, composante minérale essentielle du squelette). Ils sont extraits de l'os, de la dentine et de l'émail dentaire. Des analyses isotopiques sont également menées sur les acides aminés individuels du collagène [1] et sur les lipides de l'os, de façon plus confidentielle (voir chapitre « Les lipides de l'os : un nouveau proxy des régimes alimentaires »). La kératine des phanères peut également constituer un support pour des analyses isotopiques. Le poil et les étuis cornés sont métaboliquement inertes et leur croissance continue peut permettre la restitution d'un enregistrement chronologique, sur une durée de plusieurs saisons à plusieurs années, de paramètres environnementaux et alimentaires. Le caractère exceptionnel de leur préservation en contexte archéologique n'entame en rien l'intérêt que peuvent porter leur analyse isotopique. Celles-ci sont à ce jour peu nombreuses et elles ne seront pas développées ici. Le lecteur peut se référer à ce sujet aux études [2] et [3].

Les éléments aujourd'hui majoritairement ciblés pour les problématiques archéozoologiques sont le carbone, l'azote, l'oxygène et le strontium, dont les compositions isotopiques sont principalement liées à l'environnement (climat, géologie, histoire du sol, couvert végétal), l'alimentation et la physiologie végétale et animale. Après un rappel sur les principes d'interprétation de ces signatures isotopiques, ce cha-

pitre décrit les modalités d'enregistrement du signal isotopique dans le squelette, en terme qualitatif et à l'échelle temporelle. L'enregistrement du signal isotopique dans le collagène et la bioapatite se fait en effet suivant des processus métaboliques qui ont pour effet une transformation du signal. La cinétique de l'enregistrement du signal isotopique dans les différents tissus et pièces squelettiques définit par ailleurs la représentativité du signal et sa pertinence pour répondre à une question posée : sa compréhension est également cruciale pour la mise en place d'une stratégie de prélèvement. Le chapitre développe ensuite des exemples parmi les grandes thématiques d'application : alimentation et pratiques d'élevage des animaux domestiques ; mobilité des taxons domestiques et sauvages ; rythmes saisonniers de la chasse et de l'élevage. Ce chapitre ne pouvait pas être exhaustif, aussi des choix ont été faits : les principes d'interprétation ne traitent que du domaine terrestre, le milieu marin n'étant que brièvement évoqué dans quelques applications et dans un encart sur l'analyse des otolithes de poissons ; les exemples d'applications concernent essentiellement l'Holocène.

25.2 Principes

25.2.1 La notation delta « δ »

La différence de masse entre deux isotopes d'un élément entraîne des variations subtiles dans leurs propriétés chimiques et physiques, qui sont le fondement de la géochimie isotopique. Cette différence de masse permet aussi de les séparer par spectrométrie de masse. On mesure alors leurs teneurs relatives. Conventionnellement, on mesure le rapport isotope lourd (ou rare) / isotope léger (commun). La proportion absolue de l'isotope lourd par rapport à celle l'isotope léger est très faible et par conséquent le rapport des deux est difficile à mesurer précisément. Pour cette raison, il est plus aisé de déterminer cette teneur relative par rapport à la teneur relative des deux mêmes isotopes dans une substance de référence. Cette différence relative entre le rapport isotopique dans l'échantillon et dans la substance de référence est exprimée par la notation delta « δ » [4]

$$\delta^{i}E_{std} = R\ (^{i}E/^{j}E)_{P} / R\ (^{i}E/^{j}E)_{Q} - 1$$

où R est le rapport isotopique entre ^{i}E l'isotope lourd et ^{j}E l'isotope léger de l'élément E, dans les substances P (l'échantillon) et Q (le gaz de référence pour la comparaison), et std le standard international.

par exemple $\delta^{15}N_{AIR} = R\ (^{15}N/^{14}N)_{éch} / R\ (^{15}N/^{14}N)_{N2\ ref} - 1$

Le δ est une grandeur sans dimension (sans unité) : c'est un rapport de rapports d'abondance. Les valeurs du δ sont petites parce que les variations dans les abondances isotopiques d'une substance à une autre sont faibles. La valeur du δ est par conséquent rapportée en pour mille « ‰ » pour éviter le maniement des premières décimales inutiles.

25.2.2 Nature des informations

En milieu terrestre, les compositions isotopiques en carbone ($^{13}C/^{12}C$ ou $\delta^{13}C$) en azote ($^{15}N/^{14}N$ ou $\delta^{15}N$) et en strontium ($^{87}Sr/^{86}Sr$) du squelette sont héritées de celles de l'alimentation et, à la base des chaînes alimentaires, de celles des plantes, qui dépendent elles-mêmes de facteurs physiologiques, environnementaux et édaphiques. La composition isotopique en oxygène ($^{18}O/^{16}O$ ou $\delta^{18}O$), héritée de celle de l'eau de boisson ou contenue dans les aliments, informe sur des facteurs climatiques et géographiques.

25.2.2.1 Composition isotopique en carbone ($\delta^{13}C$)

Dans les écosystèmes terrestres, le facteur principal influençant le $\delta^{13}C$ des plantes est leur mode de photosynthèse. Les plantes C_3, C_4 et CAM requièrent des conditions écologiques différentes pour une photosynthèse optimale. Les plantes C_3 (tous les arbres, les herbacées de milieux tempérés et la plupart des arbustes) dominent dans les environnements tempérés, humides et ombragés. Leur $\delta^{13}C$ est en moyenne de -27 ‰ et peut varier de -37 ‰ dans les bas étages des forêts denses à -20 ‰ dans les habitats très chauds et ensoleillés [5]. Les plantes C_4 (essentiellement des herbacées) sont favorisées par des températures élevées, une aridité importante et un fort ensoleillement direct. Elles ont des valeurs de $\delta^{13}C$ de -12,5 ‰ en moyenne, variant de -16 ‰ à -9 ‰ [6]. Les plantes CAM (crassulacées et plantes succulentes essentiellement), également adaptées aux milieux arides, mettent en œuvre un mode de photosynthèse similaire au mode C_4, mais avec une fixation du CO_2 différée la nuit. Leurs valeurs de $\delta^{13}C$ recouvrent celles des plantes C_3 et C_4. Les plantes CAM représentent une très faible biomasse dans la grande majorité des écosystèmes. Leur contribution est, la plupart du temps, omise dans les études isotopiques à des fins de reconstitutions environnementales ou alimentaires.

Les différences de tolérance environnementale entre photosynthèses C_3 et C_4 entrainent des différences de répartition spatiale et temporelle. La distribution géographique des plantes C_3 et C_4 varie suivant la latitude et l'altitude : les plantes C_4 dominent dans les milieux ouverts des écosystèmes équatoriaux et tropicaux de basse altitude, mais ne contribuent que pour une très faible part à la biomasse naturelle de l'Europe [7]. A cette distribution naturelle se superpose à partir du Néolithique la présence croissante de plantes C_4 cultivées, tenant un rôle important dans l'alimentation humaine et animale, notamment le millet en Eurasie, le sorgho en Afrique et le maïs en Amérique. Enfin, dans les zones d'occurrence mixte des plantes C_3 et C_4, leur proportion relative peut varier saisonnièrement suite au décalage de la saison optimale de croissance.

D'autres facteurs peuvent influencer le $\delta^{13}C$ des plantes C_3, parmi lesquels l'intensité lumineuse et le stress hydrique. Des changements saisonniers dans ces deux paramètres entraînent des variations saisonnières dans les valeurs de $\delta^{13}C$ des plantes C_3 de l'ordre de 2 à 3 ‰ [8]. En milieu forestier, une réduction de l'intensité lumineuse due à un couvert végétal dense entraîne une baisse significative du $\delta^{13}C$ des plantes des bas étages (effet canopée [9]) répercutée sur les herbivores de l'écosystème [10].

La valeur de $\delta^{13}C$ de -31.5 ‰ a été proposée comme la limite supérieure des valeurs de plantes marquées par l'effet canopée [5].

Depuis l'entrée dans la période industrielle, les écosystèmes sont marqués par le rejet, dans l'atmosphère, de CO_2 issu de la combustion de fuel fossile au $\delta^{13}C$ très bas (-27 ‰ environs). La baisse du $\delta^{13}C$ du CO_2 atmosphérique a été répercutée sur l'ensemble des écosystèmes. On estime que les valeurs $\delta^{13}C$ des écosystèmes actuels, pour être comparées à celles des écosystèmes pré-industriels, doivent être corrigées de 1,5 ‰ [11].

Les valeurs de $\delta^{13}C$ des plantes, producteurs primaires et premier maillon de la chaîne trophique, sont transmises aux animaux de l'écosystème, avec un enrichissement en ^{13}C d'environs 1 ‰ à chaque saut de niveau trophique [12].

25.2.2.2 Composition isotopique en azote ($\delta^{15}N$)

La plupart des plantes terrestres héritent du $\delta^{15}N$ du sol, dont elles tirent leur source majeure d'azote. Le $\delta^{15}N$ du sol varie en fonction du type de sol (le sol des forêts de conifères et de certains substrats volcaniques, par exemple, sont caractérisés par des $\delta^{15}N$ très bas [13]), du climat et de l'histoire locale de l'utilisation des terres [14]. Notamment, un passé d'établissement humain, de culture avec fumure, ou encore la fréquence des feux peuvent conduire à une élévation importante du $\delta^{15}N$ du sol [15, 14]. Le caractère local du $\delta^{15}N$ du sol implique la nécessité de replacer chaque valeur de $\delta^{15}N$ dans le contexte d'un écosystème : les valeurs de $\delta^{15}N$ mesurées sur les maillons suivants de la chaîne trophique trouvent leur signification par comparaison avec cette valeur de base.

L'utilisation de l'azote du sol par les plantes induit un fractionnement en ^{15}N. Ce fractionnement est différent suivant la partie de la plante et suivant l'espèce, conduisant à une variabilité intra-site du $\delta^{15}N$ des plantes [13]. Les herbivores réduisent cette variabilité en globalisant les signatures isotopiques dans une alimentation plus ou moins variée. Aussi le $\delta^{15}N$ devrait dans certaines circonstances pouvoir être utilisé comme signature locale.

Les plantes fixatrices du diazote atmosphérique (les légumineuses, notamment) fractionnent également l'azote mais dans une moindre mesure. Elles ont généralement des valeurs de $\delta^{15}N$ plus basses que celles des plantes non fixatrices et proches de celle du diazote atmosphérique [16]. Cette particularité est intéressante dès lors qu'elle offre la possibilité de détecter le rôle des légumineuses dans l'alimentation du cheptel domestique.

Les valeurs de $\delta^{15}N$ des plantes sont transmises le long de la chaîne alimentaire, avec un enrichissement en ^{15}N de 3-4 ‰ à chaque saut trophique [17, 12]. La mesure du $\delta^{15}N$, replacée dans le contexte de l'écosystème, constitue donc un marqueur du niveau trophique de l'animal et c'est comme telle qu'elle est très majoritairement exploitée.

25.2.2.3 Composition isotopique en strontium ($^{87}Sr/^{86}Sr$)

En milieu terrestre, la teneur isotopique en strontium ($^{87}Sr/^{86}Sr$) est essentiellement héritée des matériaux géologiques érodés, mis en circulation dans les écosystèmes par les sols et les eaux. Le ^{87}Sr est formé par la décroissance radioactive du rubidium. Le $^{87}Sr/^{86}Sr$ du matériel géologique dépend donc de la nature (et du $^{87}Sr/^{86}Sr$ initial) du substrat et de son âge. Il varie géographiquement suivant des paramètres locaux. Dans les zones littorales et insulaires, la composition isotopique en strontium peut être considérablement influencée par le signal marin, par l'intermédiaire des embruns et de l'eau de pluie directement évaporée de l'océan [18]. Les loess, également, parfois transportés sur de longues distances par les vents peuvent contribuer par un signal exogène à la signature isotopique locale [19]. Toutefois, dans la plus grande partie des cas, la composante du substrat géologique reste majoritaire.

Le transfert $^{87}Sr/^{86}Sr$ du substrat rocheux local vers l'écosystème n'est pas toujours direct. Différents minéraux constitutifs d'une roche peuvent montrer une variabilité importante dans leur $^{87}Sr/^{86}Sr$. Si le taux d'érosion de ces minéraux est différent, la fraction biologiquement disponible du strontium se retrouvant dans les sols et dans les eaux peut avoir une composition isotopique différente de celle du strontium local dans sa globalité [19]. Enfin, dans les sols formés suivant une histoire complexe, une variabilité suivant un gradient de profondeur a pu être démontrée [20]. Par conséquent, des plantes aux systèmes racinaires puisant leurs ressources à différentes profondeurs du sol peuvent, bien que poussant sur le même substrat local, avoir des $^{87}Sr/^{86}Sr$ différents. Ces éléments ne remettent pas en question l'utilisation de la signature isotopique en strontium pour l'étude de la mobilité des populations et des troupeaux, mais posent pour challenge principal une bonne caractérisation du $^{87}Sr/^{86}Sr$ local [19].

Le strontium se substitue au calcium dans les issus végétaux et animaux, les deux éléments ayant des propriétés chimiques très proches. Les processus métaboliques conduisant à l'intégration du strontium dans ces tissus n'impliquent pas de fractionnement isotopique significatif. Le $^{87}Sr/^{86}Sr$ local est transmis sans changement sensible aux plantes et aux animaux de l'écosystème [21].

25.2.2.4 Composition isotopique en oxygène ($\delta^{18}O$)

La teneur relative en ^{18}O de la fraction minérale du squelette des vertébrés est liée à celle de l'eau corporelle. Le $\delta^{18}O$ de l'eau corporelle résulte du bilan de l'eau consommée (boisson et aliments) et de l'eau perdue lors de mécanismes physiologiques (excrétion et transpiration). Chez certaines espèces et notamment de grands herbivores d'Europe tempérée, le $\delta^{18}O$ de la bioapatite est fortement corrélé à celui des eaux météoriques locales [22,23].

Le $\delta^{18}O$ des précipitations varie essentiellement en fonction de facteurs géographiques et climatiques [24] : (1) la latitude : depuis les masses océaniques tropicales, le transport de la vapeur d'eau en direction des pôles s'accompagne d'un appauvrissement progressif du $\delta^{18}O$ des précipitations par perte préférentielle de l'isotope lourd ^{18}O au cours de la condensation ; (2) la topographie : au fur et à mesure que les

masses d'air s'éloignent des côtes (effet continentalité) et montent le long des chaînes montagneuses (effet altitude), la condensation entraîne un appauvrissement en ^{18}O des précipitations ; (3) la saisonnalité : le $\delta^{18}O$ des précipitations varie saisonnièrement en fonction de la quantité de précipitations aux latitudes tropicales, en fonction de la température ambiante aux latitudes moyennes et élevées. Ces grands schémas valent tant que la source principale de vapeur est l'océan. Localement ils peuvent être perturbés par la présence de grands corps d'eau continentaux [24]. Tout ceci fait du $\delta^{18}O$ un signal privilégié pour les reconstitutions paléoclimatiques.

25.2.3 Enregistrement du signal isotopique dans les pièces squelettiques : fractionnements isotopiques liés aux processus métaboliques

25.2.3.1 Fractionnement isotopique du carbone

Des expérimentations sur de petits animaux ont montré un enrichissement en ^{13}C d'environs 1 ‰ entre l'alimentation et le corps entier de l'animal [25]. Cet enrichissement est décelable à l'échelle d'un écosystème, à chaque saut de niveau trophique [12].

La relation entre le $\delta^{13}C$ de l'alimentation globale et celle des différentes fractions biochimiques des tissus dépend du type de tissu et de la nature de l'alimentation. Le $\delta^{13}C$ du collagène ($\delta^{13}C_{co}$) est enrichi d'environs 5 ‰ par rapport au $\delta^{13}C$ de l'alimentation ($\delta^{13}C_{diet}$). Toutefois, le $\delta^{13}C$ du collagène est biaisé en faveur de celui des protéines de l'alimentation, à partir desquelles il est synthétisé préférentiellement [26]. Lorsque la part protéique de la diète a un $\delta^{13}C$ différent de celui des glucides et des lipides, la relation ($\delta^{13}C_{co}$- $\delta^{13}C_{diet}$) peut donc changer considérablement.

Le $\delta^{13}C$ du carbonate de la bioapatite (fraction minérale de l'os) reflète celui de l'alimentation globale [27]. Chez les grands mammifères ruminants, un enrichissement isotopique d'environs 14,1 ‰ a été observé entre l'alimentation et la bioapatite [28]. Des expérimentations menées sur des rongeurs (cités comme modèle pour les non-ruminants), ont montré un enrichissement d'environs 9 ‰ [29]. Il est probable que ces différences sont liées à la physiologie de la digestion. Des études suggèrent aussi que cet enrichissement isotopique pourrait être différent selon la nature et la digestibilité de l'alimentation [29].

25.2.3.2 Fractionnement isotopique de l'azote

Le $\delta^{15}N$ du collagène est enrichi d'environs 3-4 ‰ par rapport à l'alimentation [30]. Chez les animaux en condition de stress hydrique, l'excrétion d'une urine plus concentrée en urée (appauvrie en ^{15}N) entraîne un enrichissement en ^{15}N de l'azote conservé [31]. Les animaux vivant sous des climats arides sont sujets à ce phénomène. Un mécanisme analogue de recyclage de l'azote a été observé chez les animaux en condition de stress alimentaire, entraînant de la même façon une hausse du $\delta^{15}N$ des tissus de l'animal [32].

25.2.3.3 Fractionnement isotopique de l'oxygène

Chez les mammifères, le phosphate et le carbonate de la bioapatite précipitent à l'équilibre isotopique avec l'eau corporelle. Cette dernière est issue de l'eau incorporée par la boisson et l'alimentation, dont la source est directement ou indirectement constituée de l'eau des précipitations. La relation liant le $\delta^{18}O$ de l'eau météorique locale avec le $\delta^{18}O$ du phosphate du squelette diffère selon l'espèce. Une relation quantitative a été mesurée chez le porc et le sanglier [33, 34], le cerf élaphe [23], le bœuf [23], le mouton et les caprinés [23, 35], le cheval [35], le renne [36] et le renard [37]. La relation quantitative liant le $\delta^{18}O$ du carbonate au $\delta^{18}O$ du phosphate a fait l'objet de plusieurs études qui ont toutes montré une corrélation forte, bien qu'ayant défini des équations légèrement différentes [38]. La cause de cette variabilité n'est pas connue.

Dans les environnements arides, la relation liant le $\delta^{18}O$ de la bioapatite à celui de l'eau météorique locale est altérée par le comportement alimentaire de l'animal et les mécanismes physiologiques du bilan hydrique : prenant pour cas d'étude l'Afrique de l'Est, Levin *et al.* [39] ont montré que dans une même localité, chez certains taxons (hippopotame, phacochère, éléphant, rhinocéros, zèbre) le $\delta^{18}O$ de la bioapatite reflète celui de l'eau météorique, tandis que chez des d'autres (girafidés, oryx et dik-dik) il reflète le degré d'aridité. En effet ces derniers tirent l'eau de leur alimentation essentiellement composée de feuilles d'arbres dont l'eau est fortement évaporée, et présentent par ailleurs plus grande susceptibilité à l'évaporation de l'eau corporelle.

25.2.4 Enregistrement du signal dans le temps

25.2.4.1 Enregistrement du signal dans l'os

Dans l'os, les éléments C, N, O et Sr sont incorporés au cours de la croissance et du remaniement osseux. Une fois la croissance terminée, le taux de renouvellement du tissu osseux est faible, aussi on considère que le signal isotopique mesuré dans le collagène et la bioapatite de l'os représente une moyenne de plusieurs années d'intégration. Par conséquent, un changement de régime alimentaire récent ne peut être facilement décelé dans l'os d'un spécimen adulte. Chez les individus en croissance, les zones de l'os les plus actives métaboliquement livrent un signal isotopique plus proche de celui du régime alimentaire immédiat : c'est le cas, sur les os longs, de l'os prélevé aux extrémités de la diaphyse [40], ou, sur les rangées dentaires, de l'os entourant le bourgeon dentaire [41].

25.2.4.2 Enregistrement du signal dans les dents

L'émail dentaire et la dentine sont inertes métaboliquement. Une fois leur minéralisation achevée, leur composition isotopique est inchangée. Ils constituent pour cette raison des pièces intéressantes pour la restitution, par un prélèvement séquentiel, d'histoires isotopiques individuelles sur une durée de plusieurs mois à plusieurs années (encart « Analyse séquentielle de l'émail dentaire »). Toutefois, excepté dans les dents à croissance prolongée ou continue, le signal isotopique enregistré dans les dents renvoie aux toutes premières années de la vie de l'individu. Une partie du

signal enregistré dans les dents est par la suite progressivement perdue par l'usure dentaire au fur et à mesure que l'individu vieillit.

Le rythme d'incorporation du signal isotopique dans la fraction minérale des dents dépend du rythme de la croissance dentaire et de la durée du processus de minéralisation. La dentine et l'émail sont déposés dans un premier temps sous la forme d'une matrice organique faiblement minéralisée. Une perte de la fraction organique et l'acquisition du taux de minéralisation final se fait au cours de la phase de minéralisation secondaire – ou maturation. Dans la dentine, la phase de maturation se produit en grande partie instantanément après le dépôt de la matrice organique [42]. Dans l'émail dentaire, le processus est plus long. Ce délai de minéralisation a des conséquences importantes sur l'interprétation des séquences isotopiques mesurées par prélèvement sérié (encart « Analyse séquentielle de l'émail dentaire »).

25.2.4.3 Restitution du signal par l'analyse isotopique

Les protocoles de prélèvement et de prétraitement des échantillons d'os, d'émail et de dentine en vue de l'analyse isotopique du collagène et de la bioapatite, sont abordés dans l'encart « Prélèvement et pré-traitement pour l'analyse du collagène et de la bioapatite ».

25.3 Applications

25.3.1 Alimentation et pratiques d'élevage des animaux domestiques

25.3.1.1 Place de l'animal domestique dans l'environnement et dans la chaîne trophique

Les habitudes alimentaires et les préférences écologiques des taxons sauvages formant le gibier de chasse sont globalement bien connues. Chez les taxons domestiques, le contrôle de ces paramètres par l'éleveur peut mener à des situations diverses qui ne peuvent parfois être appréhendées *a priori*. Une analyse isotopique peut aider à préciser les questions très générales du milieu fréquenté (ouvert/fermé) et du régime alimentaire (herbivore/omnivore) de l'animal domestique. Par exemple, l'analyse du $\delta^{13}C$ du collagène osseux d'animaux domestiques et sauvages de Louviers et de Bercy (Néolithique moyen, Chasséen), dans le Bassin parisien, ont permis de montrer que les grands herbivores sauvages étaient majoritairement confinés en milieu forestier (comme suggéré par des valeurs de $\delta^{13}C$ plus basses, consécutives à un effet canopée) tandis que les espèces domestiques (bovins, caprinés, porc) évoluaient en milieu ouvert [43].

La question du régime alimentaire est particulièrement pertinente pour le porc, au comportement alimentaire d'une grande plasticité. Elevé extensivement en milieu forestier, il adopte un régime essentiellement herbivore, à l'image son homologue sauvage le sanglier. A l'inverse, un confinement à proximité du village et des activités humaines conduit souvent à l'introduction dans son alimentation de déchets de consommation et de production de la communauté humaine, lui conférant un régime omnivore à tendance carnivore. La position relative du porc dans la chaîne trophique peut être déterminée par une analyse du $\delta^{15}N$ du collagène de l'os, qui augmente avec le niveau trophique. Etant donné le caractère local du $\delta^{15}N$ des plantes à la base

de l'écosystème, les valeurs de $\delta^{15}N$ qui pourraient être mesurées sur un reste de porc ne parlent pas d'elles-mêmes : il est essentiel qu'elles soient comparées à celles d'herbivores et de carnivores du même écosystème (lire à ce sujet [44]). Ce principe, appliqué à un assemblage archéozoologique du second âge du Fer à Levroux-Les Arènes (Indre), a permis de montrer que le porc, qui tenait une place prépondérante dans l'économie de production, avait un régime principalement herbivore, comme suggéré par des valeurs de $\delta^{15}N$ similaires à celles mesurées sur les caprinés et bovins du même site. L'hypothèse antérieurement proposée, d'animaux élevés au sein du village, laisse ainsi place à l'image d'un élevage extensif dans les campagnes environnantes [45]. Au-delà de l'alimentation de l'animal, c'est ici l'échelle de l'élevage qui est mieux appréhendée.

25.3.1.2 Alimentation du cheptel domestique avec les ressources agricoles

Dans les systèmes agricoles mixtes, l'interdépendance de l'élevage et des cultures et, notamment, l'alimentation du cheptel avec les produits ou sous-produits de l'agriculture, peut être mise en évidence dans certaines circonstances. Ceci est possible lorsque les plantes cultivées ont des compositions isotopiques différentes de celles des plantes sauvages. C'est le cas par exemple des céréales C_4 cultivées dans un environnement dominé par les plantes C_3. En Chine, le millet est cultivé dès le Néolithique ancien. Une étude isotopique menée sur le site du Néolithique moyen de Xipo, dans le bassin du Fleuve jaune, a permis de montrer une contribution substantielle de plantes C_4– très rares dans l'environnement naturel - dans l'alimentation des porcs domestiques [46]. Cette contribution, décelable dans les valeurs de $\delta^{13}C$ du collagène osseux, était selon toute probabilité du millet domestique (Figure 1). Ces résultats illustrent un système dans lequel les produits de la culture étaient redistribués entre les hommes et les porcs en fonction des aléas des rendements agricoles et des ressources sauvages, assurant une plus grande stabilité de la stratégie de subsistance.

Le maïs est un autre représentant des plantes C_4 ayant pu jouer un rôle important à la fois dans l'alimentation humaine et celle du cheptel domestique. Une étude isotopique a permis de déceler la contribution du maïs à l'alimentation des camélidés domestiques au 1er millénaire AD sur le site de Conchopata, sur les hauts plateaux péruviens (Figure 1). Des mesures isotopiques sur le collagène osseux ont mis en évidence que le $\delta^{13}C$ discriminait les camélidés en deux groupes, l'un composé d'animaux élevés à proximité de l'établissement et nourris avec les produits de la culture du maïs, et l'autre comprenant des animaux nourris exclusivement de plantes C_3, probablement menés en pâture sur les prairies des hauts plateaux. D'après les préférences écologiques des deux espèces – difficiles à distinguer ostéologiquement, le premier groupe aurait été constitué de lamas et le second d'alpacas [47].

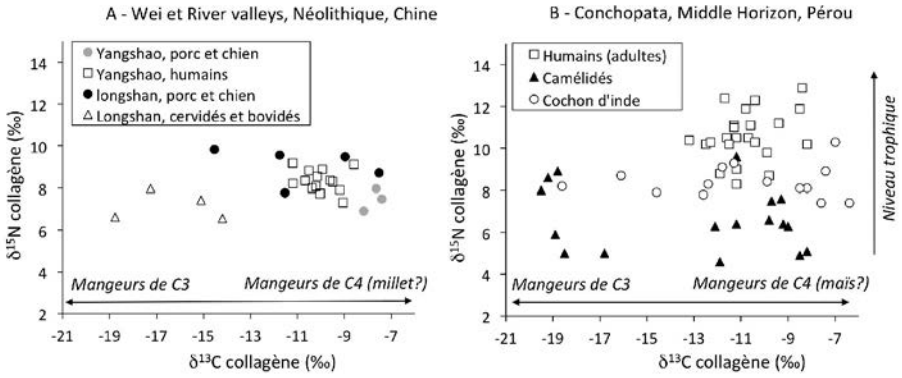


FIGURE 1 – Mise en évidence par l'analyse du $\delta^{13}C$ de l'introduction de céréales cultivées dans l'alimentation des animaux domestiques : A – au Néolithique en Chine, le porc domestique a consommé du millet [46] ; B –au Pérou,des camélidés ont été nourris de maïs [47].

25.3.1.3 *Exploitation des ressources côtières et marines pour l'alimentation du cheptel domestique*

La spécificité des écosystèmes littoraux et marins en terme de signatures isotopiques peut être utilisée pour mettre en évidence l'exploitation des ressources de ces zones pour l'élevage. L'utilisation des marais salés des estuaires pour mettre en pâture les bovins et les ovins est une pratique répandue en Europe nord-occidentale, abondamment décrite par des sources historiques dès l'époque médiévale. En Angleterre, l'ancienneté de cette pratique a été confirmée sur des sites de l'âge du Bronze, par l'analyse du collagène d'os de bovins et de caprinés dont les valeurs de $\delta^{15}N$ se sont révélées significativement plus hautes que celles mesurés sur des animaux de l'intérieur des terres, consécutivement à la consommation de plantes des marais salés, caractérisées par des $\delta^{15}N$ élevés [48].

L'utilisation des ressources marines – poisson, coquillages, algues – pour nourrir le cheptel domestique est également une pratique qui peut être décelée par une étude isotopique. Les plantes et animaux des écosystèmes marins ont pour la plupart des valeurs de $\delta^{13}C$ plus élevées que celles mesurées dans les écosystèmes terrestres à plantes C_3. Par ailleurs, les chaînes trophiques tendent à être plus longues dans les écosystèmes marins, résultant en des valeurs de $\delta^{15}N$ plus élevées chez les animaux marins que chez les terrestres. L'introduction de poisson marin dans l'alimentation des animaux domestiques peut donc être détectée par des valeurs de $\delta^{13}C$ et $\delta^{15}N$ plus élevées que celles attendues pour une alimentation terrestre. Dans leur étude des restes de porcs trouvés sur les stations de pêche du 17^{e} siècle sur l'île de Terre Neuve au Canada, Guiry *et al.* [49] ont pu mettre en évidence deux groupes de porcs se distinguant par les valeurs de $\delta^{13}C$ et $\delta^{15}N$ de leur collagène osseux. Les porcs aux valeurs de $\delta^{13}C$ et $\delta^{15}N$ spectaculairement élevées étaient selon toute probabilité des animaux élevés localement, ayant un accès direct aux ressources des pêches, par opposition aux porcs nourris de ressources terrestres exclusivement, probablement importés d'Europe (Figure 2).

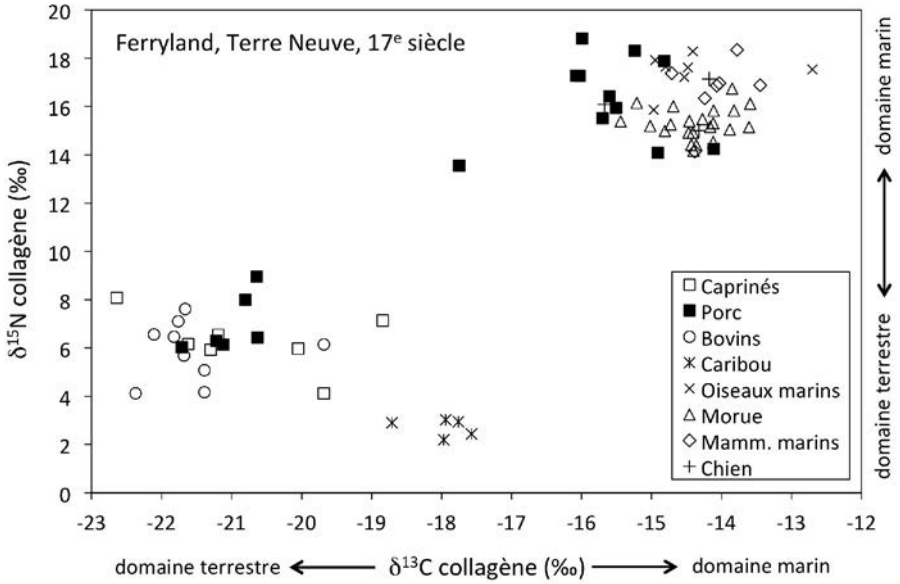


FIGURE 2 – La consommation de poissons marins par les porcs élevés sur la pêcherie de Ferryland, Terre Neuve, se traduit par des $\delta^{15}N$ et $\delta^{13}C$ du collagène élevés. Un autre groupe de porcs, aux valeurs de $\delta^{15}N$ et $\delta^{13}C$ terrestres, était probablement importés directement d'Europe [49].

La consommation d'algues marines peut, de la même façon, se traduire par des valeurs de $\delta^{13}C$ plus élevées que celles attendues pour un régime terrestre de plantes C_3. L'utilisation d'algues marines comme fourrage est une pratique répandue en domaine Nord Atlantique, attestée par des sources historiques remontant au haut Moyen Age. Dans les contextes insulaires très humides, particulièrement, où les pâtures terrestres sont réduites en hiver et où les conditions climatiques empêchent la constitution d'un fourrage sec, les algues marines peuvent constituer une ressource alternative intéressante. Cette pratique, souvent restreinte saisonnièrement, est plus facilement détectée par une analyse séquentielle dans l'émail dentaire (encart « Analyse séquentielle de l'émail dentaire »). Une analyse concomitante des valeurs de $\delta^{13}C$, liées à l'alimentation, et de $\delta^{18}O$, liées à la saison, permet de suivre d'éventuels changements saisonniers dans l'alimentation, afin de mettre en évidence une possible contribution de ressources marines à l'alimentation en hiver [50, 51]. Suivant ce principe, une contribution significative et récurrente d'algues marines à l'alimentation des moutons a été démontrée 3e millénaire avant J.-C. sur le site de Holm of Papa Westray, dans les Orcades (Figure 3). Cette contribution se faisait en hiver et sous la forme d'algues fraîches, si bien qu'il n'a pas été possible de dire si elle résultait d'un affouragement intentionnel par les éleveurs, ou du comportement des moutons, se nourrissant eux-mêmes des laisses de mer abondantes durant les tempêtes hivernales [52].

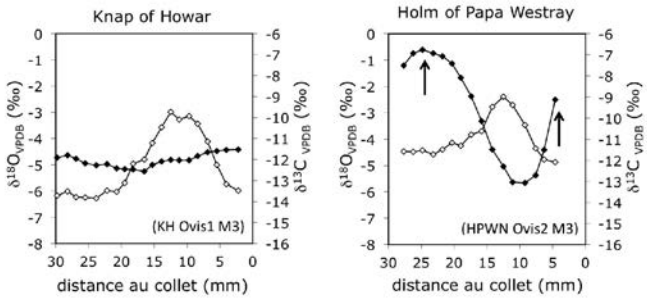


FIGURE 3 – Analyse séquentielle des $\delta^{13}C$ (symboles pleins) et $\delta^{18}O$ de l'émail dentaire de moutons néolithiques des Orcades. Les valeurs de $\delta^{18}O$ renvoient au cycle saisonnier, les valeurs de $\delta^{13}C$ à l'alimentation. A Holm of Papa Westray, la hausse des valeurs de $\delta^{13}C$ (flèches) en hiver (valeurs de $\delta^{18}O$ les plus basses) témoigne de la consommation de ressources marines (algues) [52].

25.3.1.4 Sevrage et durée de lactation chez les espèces laitières

Dans les contextes archéologiques où l'exploitation du lait est attestée, déterminer la durée de lactation des espèces laitières aide à mieux appréhender la disponibilité saisonnière de cette ressource. On ne sait pas aujourd'hui déterminer de façon directe la durée de la lactation des espèces laitières à partir d'analyses isotopiques, mais on peut l'approcher par une estimation de l'âge au sevrage des jeunes bovins et caprinés. Le changement d'alimentation se produisant au moment du sevrage s'apparente à un saut de niveau trophique : tant que le jeune mammifère est nourri de lait, synthétisé par sa mère, il est positionné au niveau trophique supérieur par rapport à la femelle lactante. Lorsqu'il cesse de consommer ce lait, il descend d'un niveau trophique. Ceci se traduit par une baisse du $\delta^{15}N$ des protéines synthétisées. Il est possible, par un échantillonnage séquentiel dans la dentine formée dans la première année de la vie, d'observer une baisse du $\delta^{15}N$ du collagène, liée au sevrage. Ceci avait été observé dans des dents de mammifères marins prélevées à des fins de reconstitutions écologiques [53]. Depuis, il a été montré que ce signal était également décelable dans les molaires de bovins [54]. Les résultats d'une étude isotopique menée sur des dents de bovins du site du Néolithique moyen de Bercy (Paris), ont ainsi permis de montrer un âge au sevrage relativement précoce, possiblement lié à une durée de lactation plus courte pour les vaches néolithiques, en comparaison aux performances des races laitières actuelles [55]. Ce type de recherche est un pas de plus vers une meilleure estimation de la capacité laitière des bovins domestiques préhistoriques, qui devrait aider dans le futur à mieux évaluer le rôle des produits laitiers dans l'économie de subsistance.

25.3.2 Mobilité des taxons domestiques et sauvages

25.3.2.1 Mobilité longitudinale et $^{87}Sr/^{86}Sr$

L'outil le plus communément utilisé en archéologie pour mettre en évidence une mobilité est le $^{87}Sr/^{86}Sr$ [19]. Très majoritairement utilisé sur les restes humains, il a été occasionnellement appliqué à des assemblages d'animaux domestiques, afin de

démontrer une mobilité à l'échelle saisonnière (nomadisme, transhumance) ou une mobilité durant la vie, potentiellement liée à un échange [56-58]. Différents niveaux d'analyse sont possibles, depuis la mise en évidence de la présence d'un animal « étranger » ou d'une incursion en territoire « étranger » saisonnière ou à l'échelle de la vie, par la mise en évidence d'un signal qui ne correspond pas à la signature locale ; jusqu'à une détermination plus précise de la zone d'origine de l'animal non-local ou de son parcours en dehors de l'environnement local, à partir d'une carte de distribution des valeurs de $^{87}Sr/^{86}Sr$ dans l'espace géographique. Ce dernier niveau d'analyse est plus difficile à mettre en œuvre par la mesure des isotopes du strontium isolément et peut être, dans certaines circonstances, considérablement facilité par l'analyse conjointe d'autres éléments susceptibles de renseigner sur l'origine géographique.

Chez les animaux sauvages, l'analyse isotopique du strontium a parfois également été utilisée pour étudier les mouvements migratoires du grand gibier (bison et renne notamment), dans l'optique de les mettre en relation avec les stratégies de chasse des populations humaines préhistoriques [59,60].

Dans tous les cas, l'échelle de la résolution spatiale de ce type d'études dépend des configurations géologique et géographique : une mosaïque géologique contrastée à l'échelle régionale et une variabilité des rapports $^{87}Sr/^{86}Sr$ sont des atouts majeurs. Une grande difficulté de ces approches consiste à définir correctement le domaine de variation de la signature isotopique en strontium locale. Il est recommandé de définir cette signature locale à partir de mesures dans des dents archéologiques d'animaux ayant un habitat restreint [19].

25.3.2.2 Mobilité altitudinale

Une mobilité altitudinale peut s'accompagner de changements dans le type de végétation et les espèces présentes dans les lieux de pâture. Dans les zones tropicales notamment, on observe un gradient altitudinal dans la proportion relative des plantes C_3 et C_4, les plantes C_4 dominant dans les zones basses tandis que les plantes C_3 deviennent plus abondantes à dominantes dans les prairies de haute altitude. Dans ces contextes, une mobilité altitudinale peut être reflétée par des changements dans le $\delta^{13}C$ de l'animal. Dans toute tentative de mise en évidence d'une mobilité saisonnière entre zones à proportion relative de plantes C_3/C_4 différentes, il faut cependant garder en tête deux problèmes potentiels : un comportement alimentaire sélectif des herbivores (et notamment des bovins) et des variations saisonnières naturelles dans la proportion relative de plantes C_3/C_4 à l'échelle locale [56,61].

En Amérique du Sud, les camélidés jouent un rôle central dans l'économie et les croyances des populations andines. De nos jours les élevages sont cantonnés aux riches pâturages de haute altitude. Des mesures des $\delta^{13}C$, $\delta^{15}N$ et $\delta^{18}O$ de l'os et de l'émail dentaire ont révélé qu'à l'époque préhispanique, les camélidés pouvaient être élevés à moyennes et basses altitudes, jusqu'à la côte pourtant réputée inhospitalière. La mise en évidence de ces pratiques d'élevage questionne le modèle du pastoralisme andin traditionnel [62, 63].

25.3.3 Saisonnalité du climat, saisonnalité et saison de naissance et de mort

25.3.3.1 Saisonnalité du climat

Les variations saisonnières du $\delta^{18}O$ des précipitations enregistrées dans la dent au cours de sa croissance et de sa minéralisation peuvent être restituées par une analyse séquentielle suivant l'axe de croissance de la dent (encart « Analyse séquentielle de l'émail dentaire »). La restitution de ces cycles saisonniers a été utilisée pour des reconstitutions paléoclimatiques : Sharma *et al.* [64] ont exploité les variations intra-dentaires du $\delta^{18}O$ du phosphate de l'émail de dents de zébu pour déterminer le régime des précipitations dans la plaine du Gange entre le 4^{e} et le 2^{e} millénaires cal BP ; Bernard *et al.* [65] ont conduit des mesures similaires sur des dents de bison des steppes du Pléistocène moyen, pour estimer la moyenne et l'amplitude de variation annuelle de la température ambiante dans le Sud-Ouest de la France.

Les otolithes des poissons marins constituent d'autres témoins paléoclimatiques précieux, permettant notamment la reconstitution des fluctuations des températures à l'échelle saisonnière (encart « Analyse isotopique séquentielle des otolithes de poissons téléostéens »).

25.3.3.2 Saisonnalité et saison de naissance

La distribution des naissances au sein des troupeaux domestiques et sauvages est un paramètre important de l'économie de subsistance, clef de l'organisation des tâches pastorales et des stratégies de chasse. Cette information est cruciale pour l'interprétation des profils de mortalité en terme de saisonnalité de chasse ou d'abattage, elle-même souvent utile, par ailleurs, pour démontrer la saisonnalité d'occupation d'un site. S'il est probable que le cycle de reproduction des troupeaux domestiques préhistoriques était contraint par la saisonnalité, la durée de la période des naissances et la distribution des naissances restent à définir plus précisément depuis l'enregistrement archéologique lui-même, en tenant compte d'une diversité due à la fois à des paramètres biologiques, environnementaux et culturels (chez le cheptel domestique). L'éleveur peut influer sur le cycle de reproduction, essentiellement par la gestion de l'alimentation et le contrôle des reproducteurs, dans le but d'étendre ou de restreindre la saison des naissances.

La *saisonnalité* des naissances peut être approchée par l'analyse du $\delta^{18}O$ de la bioapatite de l'émail dentaire. Au sein d'une population archéologique, la saisonnalité des naissances est reflétée dans la variabilité inter-individuelle dans la séquence du cycle saisonnier enregistré dans une dent donnée, comme suggéré pour la première fois par des mesures isotopiques sur des fossiles d'équidés [66]. Concrètement, cette estimation est faite par la comparaison de la position, sur la couronne dentaire, où sont enregistrées les valeurs optimales du $\delta^{18}O$ [67,68]. Ce principe a été mis en œuvre sur le site de Kasteelberg (Late Stone Age, Afrique du Sud), où il a été possible de démontrer deux saisons principales de naissance pour le mouton [67]. Depuis, il a été appliqué à des assemblages archéologiques de caprinés [69,70], bovins [71,72] et porcs [45].

La détermination de la *saison* des naissances à partir des valeurs de $\delta^{18}O$ nécessite des connaissances très précises sur le calendrier de croissance des dents et sur le délai de minéralisation de l'émail dentaire. Dans l'état actuel des connaissances, la saison des naissances est déterminée par comparaison avec des référentiels actuels mesurés sur des spécimens dont la saison de naissance est connue [68,69,73].

Confrontée à la structuration des profils de mortalité, l'information de la saison et la saisonnalité des naissances du cheptel domestique et des grands herbivores sauvages peut aider à appréhender le rythme annuel de la gestion démographique des élevages, aussi bien que la saisonnalité et la saison de la chasse. La saisonnalité de la pêche, quant à elle, et indirectement la saisonnalité d'occupation des sites, peuvent être étudiées par l'analyse des séquences isotopiques enregistrées dans les otolithes des poissons (encart « Analyse isotopique séquentielle des otolithes de poissons téléostéens »).

25.4 Perspectives

L'application de la biogéochimie isotopique aux restes animaux des sites archéologiques a atteint une phase de maturité avec une bonne intégration de la discipline dans des problématiques assurément archéozoologiques. La spécificité des questionnements archéozoologiques crée l'impulsion pour des recherches méthodologiques nouvelles, mieux adaptées à nos objets d'étude. L'analyse des éléments « non-traditionnels » (voir chapitre « Géochimie élémentaire et isotopique des métaux en anthropologie et archéozoologie ») devrait venir enrichir les études et ouvrir de nouvelles pistes : les mesures des teneurs isotopiques en soufre, calcium, fer, cuivre et zinc se développent et des applications en archéozoologie pourraient voir le jour. Elles concernent la mobilité, la caractérisation du niveau trophique (donnant aussi accès à l'âge du sevrage, à la durée de lactation), ou encore la détermination du sexe, cruciale pour mieux comprendre la gestion démographique des élevages et les stratégies de chasse. Enfin, l'analyse isotopique des restes archéobotaniques, compléments incontournables des ressources animales, connaît un nouvel essor. Il sera certainement utile de l'intégrer dans les problématiques archéozoologiques développées ci-dessus. Avant tout parce que le végétal constitue le premier maillon des chaînes alimentaires des systèmes que nous cherchons à reconstituer, maillon manquant, actuellement, dans les études isotopiques des restes animaux, nous contraignant à raisonner à partir de valeurs moyennes parfois inadaptées aux caractéristiques de la localité d'étude. Mais aussi parce que l'analyse des restes botaniques concerne parfois directement des problématiques archéozoologiques. En témoignent les études récentes mettant en évidence l'utilisation des fumiers animaux pour enrichir les sols en culture : cette pratique entraîne une hausse significative du $\delta^{15}N$ des plantes cultivées, qui peut être tracée dans les restes de graines carbonisées [74].

Bibliographie

[1] M.S. Copley, S. Jim, V. Jones, P. Rose, A. Clapham, D.N. Eswards, M. Horton, P. Rowley-Conwy, R.P. Evershed, Short- and long term foraging and foddering strategies of domesticated animals from Qasr Ibrim, Egypt. Journal of Archaeological Science. 31, 1273-1286, 2004.

[2] P. Iacumin, H. Bocherens, L. Chaix, Keratin C and N stable isotope ratios of fossil cattle horn from Kerma (Sudan) : a record of dietary changes. Il Quaternario. 14, 41-46, 2001.

[3] T.E. Cerling, B.H. Passey, L.K. Ayliffe, C.S. Cook, J.R. Ehleringer, J.M. Harris, M.B. Dhidha, S.M. Kasiki, Orphan's tales : seasonal dietary changes in elephants from Tsavo National Park, Kenya. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Paleoecology. 206, 367-376, 2004.

[4] T. B. Coplen, Guidelines and recommended terms for expression of stable-isotope-ratio and gas-ratio measurement results. Rapid Communications in Mass Spectrometry. 25, 2538–2560, 2011.

[5] M.J. Kohn, Carbon isotope compositions of terrestrial C_3 plants as indicators of (paleo)ecology and (paleo)climate. Proceedings of the National Academy of Sciences. 107, 19691-19695, 2010.

[6] J.C. Vogel, A. Fuls, R.P. Ellis, The geographical distribution of Kranz grasses in South Africa. South African Journal of Science. 74, 209-215, 1978.

[7] V.I. Pyankov, H. Ziegler, H. Akhani, C. Deigele, U. Lüttge, European plants with C_4 photosynthesis : geographical and taxonomic distribution and relations to climate parameters. Botanical Journal of the Linnean Society. 163, 283–304, 2010.

[8] T.H.E. Heaton, Spatial, species, and temporal variations in the $^{13}C/^{12}C$ ratios of C_3 plants : implications for paleodiet studies. Journal of Archaeological Science. 26, 637-649, 1999.

[9] N. J. van der Merwe, E. Medina, The canopy effect, carbon isotope ratios and foodwebs in Amazonia. Journal of Archaeological Science. 18, 249–59, 1991.

[10] D.G. Drucker, A. Bridault, K.A. Hobson, E. Szuma, H. Bocherens, Can carbon-13 in large herbivores reflect the canopy effect in temperate and boreal ecosystems ? Evidence from modern and ancient ungulates. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology. 266, 69-82, 2008.

[11] H. D. Freyer, N. Belacy, $^{13}C/^{12}C$ records in northern hemisphere trees during the past 500 years. Anthropogenic impact and climatic superposition. Journal of GeophysicalResearch. 88, 6844-6852, 1983.

[12] H. Bocherens, D. Drucker, Trophic level isotopic enrichment of carbon and nitrogen in bone collagen : case studies from recent and ancient terrestrial ecosystems. International Journal of Osteoarchaeology. 13, 46-53, 2003.

[13] L.L. Handley, J.A. Raven, The use of natural abundance of nitrogen isotopes in plant physiology and ecology. Plant, Cell and Environment. 15, 965-985, 1992.

[14] L.H. Pardo, K.J. Nadelhoffer, « Using Nitrogen Isotope Ratios to Assess Terrestrial Ecosystems at Regional and Global Scales » dans Isoscapes. Understanding movements, pattern, and process on Earth through stable isotope mapping, eds. J. B. West, G. J. Bowen, T. E. Dawson, K. P. Tu, Springer, New York. p. 221-249, 2010.

[15] R.G. Commisso, D.E. Nelson, Modern plant $\delta^{15}N$ values reflect ancient human activity. Journal of Archaeological Science. 33, 1167-1176, 2006.

[16] R. A. Virginia, C.C. Delwiche, Natural ^{15}N abundance of presumed N_2-fixing and non-N_2-fixing plants from selected ecosystems. Oecologia. 54, 317-325,1982.

[17] M. J. Schoeninger, M. J. DeNiro, Nitrogen and carbon isotopic composition of bone collagen from marine and terrestrial animals. Geochimica et Cosmochimica Acta. 48, 625-639, 1984.

[18] J. Montgomery, J.A. Evans, T. Neighbour, Sr isotope evidence for population movement within the Hebridean Norsec ommunity of NW Scotland. Journal of the Geological Society, London. 160, 649-653, 2003.

[19] A. Bentley, Strontium isotopes from the earth to the archaeological skeleton : a review. Journal of Archaeological Method and Theory. 13, 135-187, 2006.

[20] A. Poszwa, B. Ferry, E. Dambrine, B. Pollier, T. Wickman, M. Loubet,K. Bishop, Variations of bioavailable Sr concentration and $^{87}Sr/^{86}Sr$ ratio in boreal forest ecosystems : Role of biocycling, mineral weathering and depth of root uptake. Biogeochemistry. 67, 1-20, 2004.

[21] R. Capo, B.W. Stewart, O.A. Chadwick, Strontium isotopes as tracers of ecosystem processes : theory and methods. Geoderma. 82, 197-225, 1998.

[22] L.S. Land, E.L. Lundelius, S. Valastro, Isotopic ecology of deer bones. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology. 32, 143-151, 1980.

[23] D. D'Angella, A. Longinelli, Oxygen isotopes in living mammal's bone phosphate : further results. Chemical Geology. 86, 75-82, 1990.

[24] K. Rozanski, L. Araguás-Araguás, R. Gonfiantini, « Isotopic patterns in modern global precipitation » dans Climate change in continental isotopic records, eds. P. K. Swart, K. C. Lohmann, J. Mckenzie, S. Savin, American Geophysical Union, Washington. p. 1-36, 1993.

[25] M.J. DeNiro, S. Epstein, Influence of diet on the distribution of carbon isotopes in animals. Geochimica et Cosmochimica Acta. 42, 495-506, 1978.

[26] S.H. Ambrose, L. Norr, « Experimental evidence for the relationship of the carbon isotope ratios of whole diet and dietary protein to those of bone collagen and carbonate » dans Prehistoric human bone. Archaeology at the molecular level,eds. J. B. Lambert, G. Grupe, Springer-Verlag, Berlin. p. 1-37, 1993.

[27] L.L. Tieszen, T. Fagre, « Effect of diet quality and composition on the isotopic composition of respiratory CO2, bone collagen, bioapatite and soft tissues » dans Prehistoric human bone. Archaeology at the molecular level, eds. J. B. Lambert, G. Grupe, Springer-Verlag, Berlin. p. 121-155, 1993.

[28] T.E. Cerling, J.M. Harris, Carbon isotope fractionation between diet and bioapatite in ungulate mammals and implications for ecological and paleoecological studies. Oecologia. 120, 347-363, 1999.

[29] D. Codron, J. Codron, M. Sponheimer, S. M. Bernasconi, M. Clauss, When animals are not quite what they eat : diet digestibility influences ^{13}C-incorporation rates and apparent discrimination in a mixed-feeding herbivore. Canadian Journal of Zoology. 89, 453-465, 2011.

[30] M.J. Schoeninger, M.J. DeNiro, Nitrogen and carbon isotopic composition of bone collagen from marine and terrestrial animals. Geochimica et Cosmochimica Acta. 48, 625-639, 1984.

[31] S.H. Ambrose, M.J. DeNiro, Bone nitrogen isotope composition and climate. Nature. 325, 201, 1987.

[32] K.A. Hobson, R.T. Alisauskas, R. G. Clark, Stable-nitrogen isotope enrichment in avian tissues due to fasting and nutritional stress : implications for isotopic analyses of diet. The Condor. 95, 388-394, 1993.

[33] A. Longinelli, Oxygen isotopes in mammal bone phosphate : a new tool for paleohydrological and paleoclimatological research. Geochimica et Cosmochimica Acta. 48, 385-390, 1984.

[34] A. Longinelli, E.Selmo, δ^{18}O values of *Sus scrofa* blood water and bone phosphate ; a marked discrepancy between domestic and wild specimens. Rapid Communication in Mass Spectrometry. 25, 3732-3734, 2011.

[35] A. Delgado Huertas, P. Iacumin, B. Stenni, B. S. Chillon, Longinelli A., Oxygen isotope variations of phosphate in mammalian bone and tooth enamel. Geochimica et Cosmochimica Acta. 59, 4299-4305, 1995.

[36] A. Longinelli, P. Iacumin, S. Davanzo, V. Nikolaev, Modern reindeer and mice : revised phosphate-water isotope equations. Earth and Planetary Science Letters. 214, 491-498, 2003.

[37] P. Iacumin, A.Longinelli, Relationship between δ^{18}O values for skeletal apatite from reindeer and foxes and yearly mean δ^{18}O values of environmental water. Earth and Planetary Science Letters. 201, 213-219, 2002.

[38] M. Pellegrini, J. A. Lee-Thorp, R. E. Donahue, Exploring the variation of the δ^{18}Op and δ^{18}Oc relationship in enamel increments. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology. 310, 71-83, 2011.

[39] N. E. Levin, T. E. Cerling, B. H. Passey, J. M. Harris, J. Ehleringer, A stable isotope aridity index for terrestrial environments. Proceedings of the National Academy of Sciences. 103, 11201-11205, 2006.

[40] M. Fizet, « Biogéochimie isotopique (^{13}C et ^{15}N) du collagène des vertébrés : contribution à l'étude d'un paléosystème anthropique du Pléistocène supérieur (Marillac, Charente) », thèse de doctorat de l'Université Paris 6, Mémoires des Sciences de la Terre 92-21, 1992.

[41] M. Balasse, H. Bocherens,A. Mariotti, Intra-bone variability of collagen and apatite used as evidence of a change of diet. Journal of Archaeological Science. 26, 593-598, 1999.

[42] M. B. Engel, O. H. Hilding, Mineralization of developing teeth. Scanning Electron Microscopy. 4, 1833–1845, 1984.

[43] H. Bocherens, D. Billiou, A. Tresset, « Approche biogéochimique (^{13}C, ^{15}N) de l'exploitation de l'environnement par les humains » dans Louviers « La Vilette » (Eure) : un site néolithique moyen en zone humide, ed. F. Giligny. Presses Universitaires de Rennes, Rennes. p. 265-269, 2005.

[44] A. Ervynck, A. Lentacker, G. Müldner, M. Richards, K. Dobney, « An investigation into the transition from forest dwelling pigs to farm animals in medieval Flanders, Belgium » dans Pigs and humans. 10,000 years of interaction, eds U. Albarella, K. Dobney, A. Ervynck, P. Rowley-Conwy, Oxford University Press, Oxford. p. 170-193, 2007.

[45] D. Frémondeau, « Rythmes saisonniers des élevages porcins archéologiques : propositions pour un protocole d'analyse isotopique ». Thèse de doctorat du Muséum national d'Histoire naturelle, 20 septembre 2012.

[46] E. A. Pechenkina, S. H. Ambrose, M. Xiaolin, R. A. Jr. Benfer, Reconstructing Northern Chinese subsistence practices by isotopic analysis. Journal of Archaeological Science. 32, 1176-1189, 2005.

[47] B. Finucane, P. Maita Agurto, W. H. Isbell, Human and animal diet at Conchopata, Peru : stable isotope evidence for maize agriculture and animal management practices during the Middle Horizon. Journal of Archaeological Science. 33, 1766-1776, 2006.

[48] K. Britton, G. Müldner, M. Bell, Stable isotope evidence for salt-marshgrazing in the bronze Age Severn Estuary, UK : implications for palaeodietary analysis at coastal sites. Journal of Archaeological Science. 35, 2111-2118, 2008.

[49] E. J. Guiry, S. Noël, E. Tourigny, V. Grimes, A stable isotope method for identifying transatlantic origin of pig (*Sus scrofa*) remains at French and English fishing stations in Newfoundland. Journal of Archaeological Science. 39, 2012-2022, 2012.

[50] M. Balasse, A. Tresset, K. Dobney, S.H. Ambrose, The use of isotope ratios to test for seaweed eating in sheep. Journal of Zoology. 266, 283-291, 2005.

[51] M. Balasse, I. Mainland, M. P. Richards, Stable isotope evidence for seasonal consumption of seaweed by modern and archaeological sheep in the Orkney archipelago (Scotland). Environmental Archaeology. 14, 1-14, 2009.

[52] M. Balasse, Tresset A., « A key to the adaptation of Neolithic husbandry in the Orkneys : contribution of seaweed to the sheep diet at the Holm of Papa Westray, revealedthrough stable isotope analysis ($\delta^{13}C$ and $\delta^{18}O$) of teeth » dans On the fringe of Neolithic Europe. Excavation of a chambered cairn on the Holm of Papa Westray, Orkney, ed. A. Ritchie, Society of Antiquaries of Scotland, Edimbourg. p. 74-82, 2009.

[53] K. A. Hobson, J. L. Sease, Stable isotope analyses of tooth annuli reveal temporal dietary records : an example using Steller sea lions. Marine Mammal Science. 14, 116-129, 1998.

[54] M. Balasse, H. Bocherens, A. Mariotti, S. H. Ambrose, Detection of dietary changes by intra-tooth carbon and nitrogen isotopic analysis : an experimentals tudy of dentine collagen of cattle (*Bostaurus*). Journal of Archaeological Science. 28, 235-245, 2001.

[55] M. Balasse, A. Tresset, Early weaning of Neolithic domestic cattle (Bercy, France) revealed by intra-tooth variation in nitrogen isotope ratios. Journal of Archaeological Science. 29, 853-859, 2002.

[56] M. Balasse, S. H. Ambrose, A. B. Smith, T. D. Price, The seasonal mobility model for prehistoric herders in the south-western Cape of South Africa assessed by isotopic analysis of sheep tooth enamel. Journal of Archaeological Science. 29, 917-932, 2002.

[57] R. A. Bentley, C. Knipper, Transhumance at the early Neolithic settlement at Vaihingen, Germany. Antiquity 79. `http://www.antiquity.ac.uk/projgall/bentley306/` Site consulté en décembre 2012.

[58] S. Viner, J. Evans, U. Albarella, M. Parker Pearson, Cattle mobility in prehistoric Britain : strontium isotope analysis of cattle teeth from Durrington Walls (Wiltshire, Britain). Journal of Archaeological Science. 37, 2812-2820, 2010.

[59] K. Britton, V. Grimes, L. Niven, T. E. Steele, S. McPherron, M. Soressi, T. E. Kelly, J. Jaubert, J.-J. Hublin, M. P. Richards, Strontium isotope evidence for migration in late Pleistocene Rangifer : Implications for Neanderthal hunting strategies at the Middle Palaeolithic site of Jonzac, France. Journal of Human Evolution. 61, 176-185, 2011.

[60] M.-A. Julien, H. Bocherens, A. Burke, D. G. Drucker, M. Patou-Mathis, O. Krotova, S. Péan, Were European steppe bison migratory ? ^{18}O, ^{13}C and Sr intra-tooth isotopic variations applied to a palaeoethological reconstruction. Quaternary International. 271, 106-119, 2012.

[61] M. Balasse, S. H. Ambrose, Mobilité altitudinale des pasteurs néolithiques dans la vallée du Rift (Kenya) : premiers indices de l'analyse du $\delta^{13}C$ de l'émail dentaire du cheptel domestique. Anthropozoologica. 40 (1), 147-166, 2005.

[62] E. K. Thornton, S. D. Defrance, J. Krigbaum,P. R. Williams, Isotopic Evidence for Middle Horizon to 16th Century Camelid Herding in the Osmore Valley, Peru. International Journal of Osteoarchaeology. 21, 544-567, 2011.

[63] N. Goepfert, E. Dufour, B. Gutiérrez, C. Chauchat, sous presse, Origen geográfico de camélidos en la época mochica (100-800 AD) y análisis isotópico secuencial de les malte dentario : enfoque metodológico y aportes preliminares. Bulletin de l'Institut Français des Etudes Andines.

[64] S. Sharma, M. M. Joachimski, H. J. Tobschall, I. B. Singh, D. P. Tewari, R. Tewari, Oxygen isotopes of bovid teeth as archives of paleoclimatic variations in archaeological deposits of the Ganga plain, India. Quaternary Research. 62, 19-28, 2004.

[65] A. Bernard, V. Daux, C. Lécuyer, J.-P. Brugal, D. Genty, K. Wainer, V. Gardien, F. Fourel, J. Jaubert, Pleistocene seasonal temperature variations recorded in the $\delta^{18}O$ of Bison priscus teeth. Earth and Planetary Science Letters. 283, 133-143, 2009.

[66] J. D. Bryant, P. H. Froelich, W. J. Showers, B. J. Genna, A tale of two quarries : biologic and taphonomic signatures in the oxygen isotope composition of tooth enamel phosphate from modern and Miocene equids. Palaios. 11, 397-408, 1996.

[67] M. Balasse, A. B. Smith, S. H. Ambrose, S. R. Leigh, Determining sheep birth seasonality by analysis of tooth enamel oxygen isotope ratios : the Late Stone Age site of Kasteelberg (South Africa). Journal of Archaeological Science. 30, 205-215, 2003.

[68] M. Balasse, G. Obein, J. Ughetto-Monfrin, I. Mainland, Investigating seasonality and season of birth in past herds : a reference set of sheep enamel stable oxygen isotope ratios. Archaeometry. 54, 349-368, 2012.

[69] E. Blaise, M. Balasse, Seasonality and season of birth of modern and late Neolithic sheep from south-eastern France using tooth enamel $\delta^{18}O$ analysis. Journal of Archaeological Science. 38, 3085-3093, 2011.

[70] E. Henton, W. Meier-Augenstein, H. F. Kemp, The use of oxygen isotopes in sheep molars to investigate past herding practices at the Neolithic settlement of Catalhöyük, central Anatolia. Archaeometry. 52, 429-449, 2011.

[71] J. Towers, M. Jay, I. Mainland, O. Nehlich, J. Montgomery, A calf for all seasons ? The potential of stable isotope analysis to investigate prehistoric husbandry practices. Journal of Archaeological Science. 38, 1858-1868, 2011.

[72] M. Balasse, L. Boury, J. Ughetto-Monfrin, A.Tresset, Stable isotope insights ($\delta^{18}O$, $\delta^{13}C$) into cattle and sheep husbandry at Bercy (Paris, France, IVthmillennium BC) : birth seasonality and winter leaf foddering. Environmental Archaeology. 17, 29-44, 2012.

[73] D. Frémondeau, T.Cucchi, F. Casabianca, J. Ughetto-Monfrin, M.-P. Horard-Herbin, M. Balasse, Pig seasonality of birth and diet, from tooth enamel stable isotope ratios ($\delta^{18}O$, $\delta^{13}C$) : a modern reference set fromwild and domestic populations from Corsica (France). Journal of Archaeological Science. 39, 2023-2035, 2012.

[74] R. A. Fraser, A. Bogaard, T. Heaton, M. Charles, G. Jones, B. T. Christensen, P. Halstead, I. Merbach, P. R. Poulton, D. Sparkes, A. K. Styring, 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, 2011.

Encart 13.- Prélèvement et pré-traitement pour l'analyse ($\delta^{15}N$, $\delta^{13}C$, $\delta^{18}O$) du collagène et de la bioapatite.

Marie Balasse
UMR 7209 « Archéozoologie, Archéobotanique : Sociétés, Pratiques et Environnements »
CNRS / Muséum national d'Histoire naturelle, France.

Extraction du collagène de l'os et de la dentine

Suivant l'état de préservation de la pièce, 100 à 500 mg d'os sont requis pour l'extraction du collagène en vue d'une analyse des $\delta^{13}C$ et $\delta^{15}N$ (Figure 1A). On utilise l'os compact de préférence à l'os spongieux. Les protocoles d'extraction les plus couramment utilisés sont directement inspirés du protocole de Longin [1] pour l'extraction du collagène en vue de la datation ^{14}C (voir chapitre « Datation au radiocarbone de la fraction organique de l'os »), avec l'ajout d'étapes intermédiaires ayant pour but d'éliminer les lipides de l'os et les acides humides (hydroxyde de sodium NaOH, filtration). Ces protocoles d'extraction aboutissent, sur de l'os moderne, à des rendements d'extraction de 21 % en moyenne, et pouvant aller au delà de 25 %. Le produit final « collagène » contient indubitablement, en proportions très minoritaires, d'autres résidus organiques et minéraux [2]. L'état de préservation des pièces archéologiques peut guider le choix du protocole. Si l'étape de déminéralisation agit plus vite sur un os réduit en poudre, sur des os très fragilisés on favorise une déminéralisation à l'EDTA (acide éthylène diamine tétraacétique) sur un prélèvement d'os entier, à température fraîche. Ce procédé, plus lent, aboutit à de meilleurs rendements. D'autres considérations importantes existent : il a été montré que l'étape de purification à l'hydroxyde de sodium pouvait être néfaste sur les os de poisson [3].

L'extraction du collagène de la dentine peut être menée de la même façon que sur l'os. Lorsque l'objectif est de procéder à un échantillonnage séquentiel dans la dent, la déminéralisation de la dent entière ou d'un morceau de dent est faite dans l'EDTA à température fraîche. Cette étape peut prendre plusieurs semaines. Elle aboutit à l'obtention d'une réplique constituée de matériaux insolubles dans l'EDTA, majoritairement du collagène. On procède alors au prélèvement séquentiel par une découpe au scalpel (Figure 1C et D). Ensuite seulement vient une étape de purification (NaOH) si nécessaire, puis solubilisation, filtration et lyophilisation [4].

L'analyse des $\delta^{13}C$ et $\delta^{15}N$ requiert aujourd'hui environs 400 mg de collagène. Les valeurs isotopiques sont livrées avec les teneurs relatives en C et en N du produit analysé. Ces informations sont utilisées pour juger de la qualité du collagène extrait. Sur un os moderne, le collagène extrait contient en moyenne 15 % d'azote et 43,5 % de carbone en masse. Son rapport atomique C/N est de 3,2 mais peut varier de 2,9 et 3,6. Au delà et en deçà, le collagène n'a pas conservé sa composition en acides aminés originelle et/ou contient encore des contaminants en proportion significative, et sa composition isotopique originelle est changée [2,5]. Lorsque le rendement d'extraction du collagène est inférieur à 1 %, ou lorsque les teneurs relatives en C et en

N sont inférieures à 3 % et 1 % respectivement, les $\delta^{13}C$ et $\delta^{15}N$ sont probablement altérés, il ne faut pas les interpréter [2].

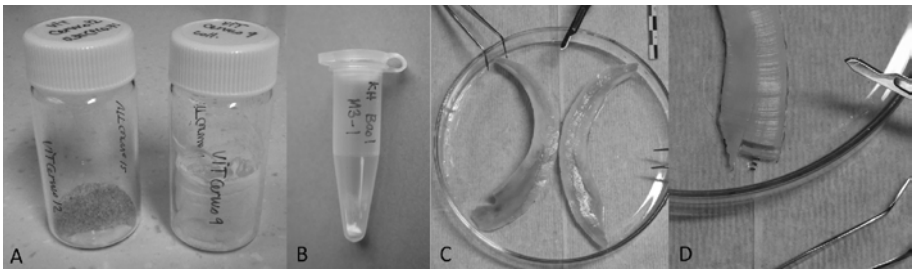


Figure 1 – A : Poudre d'os pour une extraction de collagène (≈ 200 mg) ; collagène extrait suivant la méthode adaptée de Longin. B : Prélèvement d'émail dentaire pour une analyse des carbonates (≈ 5 mg) ; C et D : prélèvement d'une canine de porc déminéralisée dans l'EDTA (Photos D. Frémondeau). C : coupe longitudinale, D : prélèvement séquentiel suivant les stries de croissance.

Extraction de la bioapatite

L'analyse isotopique de la bioapatite se fait sur l'émail dentaire préférentiellement à l'os ou la dentine, plus sensibles à la diagenèse. En archéozoologie, la majorité des analyses de $\delta^{18}O$ sont menées sur le carbonate, qui présente l'avantage de livrer simultanément le $\delta^{13}C$. Le phosphate est pourtant réputé plus résistant à la diagenèse et pour cette raison il est préféré pour les analyses de $\delta^{18}O$ sur du matériel plus ancien. La procédure d'extraction du phosphate est décrite dans Bernard *et al.* [6].

L'analyse isotopique du carbonate requiert quelques milligrammes d'émail dentaire (Figure 1B), généralement prélevés par fraisage, ou réduits en fine poudre par broyage. Etant donné la résolution temporelle relativement brève du message enregistré dans l'émail dentaire, selon la question posée il convient soit de prélever suffisamment de matière pour englober un signal représentatif de plusieurs saisons voire plusieurs années, soit de procéder à un échantillonnage sérié pour reconstituer une histoire isotopique à une échelle infra-annuelle.

Les pré-traitements utilisés pour la préparation de ces poudres en vue de l'analyse des $\delta^{18}O$ et $\delta^{13}C$ des carbonates comportent deux étapes : une première qui a pour but d'éliminer la matière organique, par un traitement à l'hypochlorite de sodium (NaOCl) ou à l'eau oxygénée (H_2O_2), et une seconde qui a pour objectif d'éliminer les carbonates diagénétiques par un traitement à l'acide acétique (CH_3COOH). Ces pré-traitements ont un effet connu sur le $\delta^{18}O$ et le $\delta^{13}C$ des carbonates [7]. Sur les petits échantillons, ils entraînent une perte importante du poids initial d'émail prélevé. Aussi, quand bien même l'analyse isotopique des carbonates ne requiert qu'environs 600 µg de poudre d'émail pré-traitée, un minimum de 4 mg d'émail est requis au départ pour garantir une analyse isotopique qui pourrait être dupliquée au besoin.

Bibliographie

[1] R. Longin, New method of collagen extraction for radiocarbon dating. Nature. 230, 241-242, 1971.

[2] S. H. Ambrose, Preparation and characterization of bone and tooth collagen for isotopic analysis. Journal of Archaeological Science. 17, 431-451, 1990.

[3] E. Dufour, H. Bocherens, A. Mariotti, Palaeodietary implications of isotopic variability in Eurasian lacustrine fish. Journal of Archaeological Science. 26, 617-627, 1999.

[4] M. Balasse, A. Tresset, Early weaning of Neolithic domestic cattle (Bercy, France) revealed by intra-tooth variation in nitrogen isotope ratios. Journal of Archaeological Science. 29, 853-859, 2002.

[5] M. J. DeNiro, Post-mortem preservation and alteration of in vivo bone collagen isotope ratios in relation to paleodietary reconstructions. Nature. 317, 806-809, 1985.

[6] A. Bernard, V. Daux, C. Lécuyer, J.-P. Brugal, D. Genty, K. Wainer, V. Gardien, F. Fourel, J. Jaubert, Pleistocene seasonal temperature variations recorded in the $\delta^{18}O$ of Bison priscus teeth, Earth and Planetary Science Letters. 283, 133-143, 2009.

[7] P. L. Koch, N.Tuross, M. L. Fogel, The effects of sample treatment and diagenesis on the isotopic integrity of carbonate in biogenic hydroxylapatite. Journal of Archaeological Science. 24, 417-429, 1997.

Encart 14.- Analyse séquentielle de l'émail dentaire.

Marie Balasse
UMR 7209 « Archéozoologie, Archéobotanique : Sociétés, Pratiques et Environnements »
CNRS / Muséum national d'Histoire naturelle, France.

L'émail dentaire est un tissu inerte. Une fois sa minéralisation terminée, les teneurs isotopiques enregistrées au cours du développement dentaire restent inchangées du vivant de l'animal. Les dents constituent donc des archives d'une histoire isotopique individuelle, qu'il est possible de restituer par des prélèvements sériés d'émail dentaire, pour accéder à une échelle de résolution infra-annuelle.

Dès 1996, Sharp et Cerling proposent une méthode de prélèvement par ablation laser permettant une analyse *in situ* quasi non destructive de très petits échantillons d'émail dentaire [1,2]. La chaleur produite par un laser sur la surface de la dent décompose l'émail dentaire. Le CO_2 généré est analysé par un spectromètre de masse isotopique couplé à un chromatographe en phase gazeuse (GC-IRMS). La valeur de $\delta^{13}C$ du CO_2 est celle des ions carbonate de l'émail dentaire ; la valeur de $\delta^{18}O$ est un mélange de celles du carbonate et du phosphate mais comme ce dernier est très majoritaire, elle est assimilée à celle du phosphate. Le trou provoqué par le laser peut avoir un diamètre aussi petit que 100 µm, et le halo l'entourant d'environs 200 µm. Cette technique d'analyse est intéressante en particulier pour les très petites dents (lagomorphes, micromammifères), pour les dents dont la couche d'émail est très fine (carnivores) ou pour les fossiles précieux qui ne peuvent subir de destruction importante.

Lorsque la taille de la dent le permet, le prélèvement séquentiel est pratiqué manuellement (Figure 1). La surface de la dent est nettoyée avec une fraise de tungstène : cette opération a notamment pour but d'enlever la couche de cément qui recouvre chez certaines espèces l'émail de la couronne dentaire. Puis l'émail est prélevé avec une fraise diamantée similaire à celles utilisées en dentisterie. Le prélèvement doit englober la couche d'émail entière, sans intégrer de dentine. L'échantillon de quelques milligrammes est ensuite prétraité (encart « Prélèvement et pré-traitement pour l'analyse ($\delta^{15}N$, $\delta^{13}C$, $\delta^{18}O$) du collagène et de la bioapatite »). On peut choisir d'en extraire le phosphate pour l'analyse du $\delta^{18}O$, ou le carbonate pour l'analyse conjointe des $\delta^{13}C$ et $\delta^{18}O$.

La cinétique de l'incorporation du signal isotopique dans la fraction minérale de l'émail dentaire dépend du rythme du développement dentaire mais aussi de la durée du processus de minéralisation de l'émail. La minéralisation de l'émail n'est pas immédiate et le processus est discontinu, comme démontré depuis longue date par des études histologiques [3]. La durée de minéralisation de l'émail varie suivant l'espèce, la dent et la partie de la dent. Des études isotopiques ont permis de quantifier cette durée à plusieurs mois dans les molaires de bœuf [4] et de moutons [5-7]. Des travaux ont montré que chez le porc, le délai de minéralisation de l'émail dentaire était le plus court dans la canine mâle, qu'il augmentait dans les incisives et plus encore

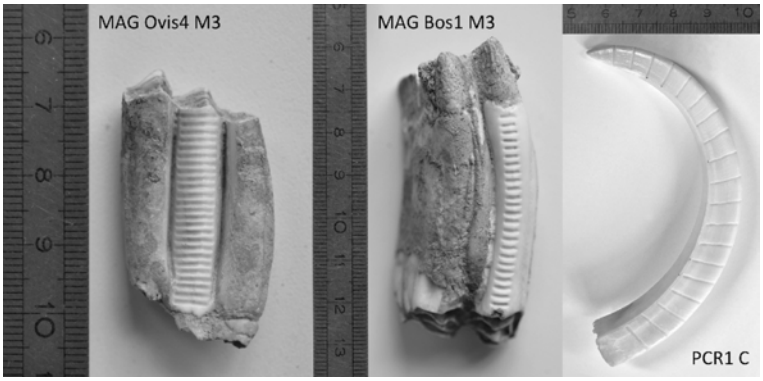


Figure 1 – Prélèvements séquentiels dans l'émail dentaire dans une molaire de mouton (MAG Ovis4 M3), dans une molaire de bœuf (MAG Bos1 M3) et dans une canine de porc (PCR1 C ; photo D. Frémondeau).

dans les molaires [8]. Ce délai de minéralisation a des conséquences importantes sur l'interprétation des séquences isotopiques mesurées sur prélèvement sérié : chaque mesure intègre un signal accumulé sur un certain temps. Lorsque des variations intra-dentaires sont enregistrées, l'amplitude de variation du signal d'entrée est amoindrie, et les séquences sont décalées par rapport au calendrier de croissance de la dent car le signal est acquis en partie après la mise en place de la matrice de la dent [7]. Cependant, les séquences restituées conservent la chronologie. Aussi il est possible, par exemple, de suivre par un prélèvement séquentiel dans l'émail dentaire le cycle de variation du $\delta^{18}O$ des précipitations au gré des saisons. Cet enregistrement est exploité, notamment, pour l'étude de la saisonnalité des naissances. Parallèlement à ce cycle saisonnier, il est possible de suivre d'éventuels changements des valeurs de $\delta^{13}C$ et de $^{87}Sr/^{86}Sr$ de l'alimentation, mettant en évidence un affouragement, ou une mobilité saisonnière.

Bibliographie

[1] Z. D. Sharp, T. E. Cerling, A laser GC-IRMS technique for in situ stable isotope analyses of carbonates and phosphates. Geochimica et Cosmochimica Acta. 60, 2909-2916, 1996.

[2] Z. D. Sharp, T. E. Cerling, Fossil isotope records of seasonal climate and ecology : straight from the horse'smouth. Geology. 26, 219-222, 1998.

[3] S. Suga, Progressive mineralization pattern of developing enamel during the maturation stage. Journal of Dental Research. 61, 1532-1542, 1982.

[4] M. Balasse, Reconstructing dietary and environmental history from enamel isotopic analysis : time resolution of intra-tooth sequential sampling. International Journal of Osteoarchaeology. 12, 155-165, 2002.

[5] A. Zazzo, M. Balasse, B. H. Passey, A. P. Moloney, F. J. Monahan, O. Schmidt, The isotope record of short- and long-termdietary changes in sheep tooth enamel : Implications for quantitative reconstruction of paleodiets. Geochimica et Cosmochimica Acta. 74, 3571-3586, 2010.

[6] E. Blaise, M. Balasse, Seasonality and season of birth of modern and late Neolithic sheep from south-eastern France using tooth enamel $\delta^{18}O$ analysis. Journal of Archaeological Science. 38, 3085-3093, 2011.

[7] M. Balasse, G. Obein, J. Ughetto-Monfrin, I. Mainland, Investigating seasonality and season of birth in past herds : a reference set of sheep enamel stable oxygen isotope ratios. Archaeometry. 54, 349-368, 2012.

[8] D. Frémondeau, « Rythmes saisonniers des élevages porcins archéologiques : propositions pour un protocole d'analyse isotopique ». Thèse de doctorat du Muséum national d'Histoire naturelle, 20 septembre 2012.

Encart 15.- Analyse isotopique séquentielle des otolithes de poissons téléostéens.

Elise Dufour
UMR 7209 « Archéozoologie, Archéobotanique : Sociétés, Pratiques et Environnements »
Muséum national d'Histoire naturelle / CNRS, France.

Les mesures des teneurs en isotopes stables, en particulier de l'oxygène mais aussi du carbone et du strontium, mesurées dans les otolithes (« pierres d'oreille ») de poissons téléostéens sont des précieux bio-indicateurs des fluctuations climatiques et des pratiques de pêche. Les otolithes sont composés d'aragonite et d'une matrice organique complexe. Leur croissance, continue et incrémentielle, se manifeste par des marques de croissance de périodicités journalières et saisonnières (Figure 1). L'observation et le comptage de ces marques constituent la base de la sclérochronologie qui fournit un cadre temporel naturel pour les mesures isotopiques. Grâce à un échantillonnage séquentiel adapté utilisant des instruments de prélèvement automatisés, il est possible d'obtenir des profils isotopiques à très haute échelle temporelle (Figure 1).

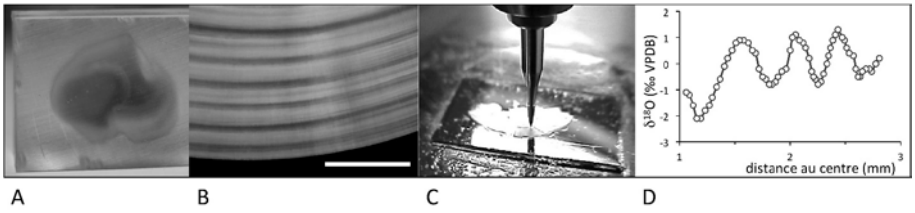


Figure 1 – A : Otolithe de Sciaenidae enrobés dans la résine. B : Coupe transversale d'otolithe enrobé montrant la succession des marques de croissance saisonnières, échelle = 1mm ; C : Prélèvement séquentiel automatisé des microéchantillons de carbonate au sein de marques de croissance pour leur analyse isotopique ; D : Profil isotopique en oxygène présentant une cyclicité saisonnière liée aux variations saisonnières de la température environnementale.

La majorité des études réalisées jusqu'à présent en archéologie repose sur l'analyse des valeurs de $\delta^{18}O$. Les valeurs de $\delta^{18}O$ des otolithes sont liées à celles du milieu aquatique dans lequel évolue le poisson par une relation thermodépendante. Les analyses séquentielles des otolithes de poissons marins permettent ainsi la quantification des fluctuations saisonnières de température car la valeur de $\delta^{18}O$ de l'eau de mer est stable à une époque donnée. Les milieux côtiers constituent des milieux très attractifs pour les populations humaines, fournissant ressources alimentaires, matières premières et habitats d'occupation. Le littoral a été exploité dès l'Archaïque par les premiers peuplements d'Amérique du Sud. Les otolithes viennent pallier l'absence de proxies climatiques classiques dans ce milieu très aride. Ainsi, l'analyse séquentielle d'otolithes de *lorna* (*Sciaena deliciosa*) combinées à celles de coquilles de *macha* (*Mesodesma donacium*) a montré que les températures de la mer étaient basses, et par conséquent que l'upwelling (remontées d'eau profonde froide) côtier était de forte intensité à l'Holocène inférieure et moyen [1]. La forte productivité marine engendrée par l'upwelling a procuré une source abondante et stable de nourriture aux

groupes humains établis sur la côte. La reconstruction de paléotempératures s'avère plus compliquée dans les eaux à salinité variable ou douces dont les valeurs de $\delta^{18}O$ sont variables. Des études ont contourné cette difficulté en se basant sur la connaissance du cycle biologique d'espèces amphihalines (fréquentant successivement les eaux douces et salées) ou du cycle de croissance annuel d'espèces dulçaquicoles pour retracer l'évolution de températures hivernales pour les périodes historiques en milieu tropical (Floride) [2] ou des maxima estivaux depuis l'Holocène moyen dans l'est du continent nord-américain [3]. Les analyses isotopiques témoignent également des changements environnementaux, conséquences des variations climatiques. L'analyse d'un otolithe de tambour-voilier (*Micropogonias altipinnis*) pêché par des chasseurs-pêcheurs-collecteurs de Paijan (désert de Cupinisque, nord du Pérou) suggère la présence d'un habitat d'eau douce absent actuellement de ce milieu très aride [4]. Enfin les analyses séquentielles des otolithes permettent la restitution de la saison de pêche en milieu tempéré, la cyclicité mesurée au sein des profils isotopiques reflétant la cyclicité saisonnière de température environnementale. La durée de la période de pêche du cabillaud (*Gadus morhua*) sur les côtes de Norvège au Mésolithique, restreinte dans l'année ou étendue selon le site [5], ou de la *lorna* (*S. delicosa*) sur la côte sud du Pérou à l'Archaïque [6], témoigne de la place du poisson dans la ronde alimentaire annuelle et de la durée d'occupation des sites archéologiques.

Bibliographie

[1] M. Fontugne, M. Carré, P. Usselmann, E. Dufour, « La QLB en el Holoceno temprano y medio : el impacto del fenómeno ENSO. » dans Prehistoria de la costa extremo-sur del Perú. Los pescadores arcaicos de la Quebrada de los Burros (10000 - 7000 a. P.), eds. D. Lavallée, M. Julien, Institut Français des Etudes Andines, Lima. p. 77-91, 2012.

[2] D. Surge, K.J. Walker, Oxygen isotope composition of modern and archaeological otoliths from the estuarine hardhead catfish (*Ariopsis felis*) and their potential to record low-latitude climate change. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology. 228, 179– 191, 2005.

[3] C.M. Wurster, W.P. Patterson, Late Holocene climate change for the eastern interior United States climate : evidence from high-resolution sagittal otolith stable isotope ratios of oxygen. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology. 170, 81-100, 2001.

[4] P. Béarez, E. Dufour, C. Chauchat, J. Crédou, « Les paijaniens de la Pampa de los Fósiles (Nord-Pérou, 11 000 – 8 000 BP) : pêcheurs, chasseurs ou opportunistes ? » dans Peuplements et Préhistoire en Amériques, ed. D. Vialou, Editions du Comité des travaux historiques et scientifiques, Paris. p. 233-245, 2011.

[5] A.K. Hufthammer, H Høie, A. Folkvord, J. Audrey, A. J. Geffen, Seasonality of human site occupation based on stable oxygen isotope ratios of cod otoliths, Journal of Archaeological Science. 37, 78-83, 2000.

[6] M. Carré, E. Dufour, « Estrategias estacionales de explotación del medio marino : el aporte de la esclerocronología y del estudio isotópico » dans Prehistoria de la costa extremo-sur del Perú. Los pescadores arcaicos de la Quebrada de los Burros (10000 - 7000 a. P.), eds. D. Lavallée, M. Julien, Institut Français des Etudes Andines, Lima. p. 195-205, 2012.