



**HAL**  
open science

# Étude isotopique de populations de Gaule du Nord durant le Second Âge du Fer : climat, alimentation, migrations

Thibault Clauzel

► **To cite this version:**

Thibault Clauzel. Étude isotopique de populations de Gaule du Nord durant le Second Âge du Fer : climat, alimentation, migrations. Paléontologie. Université de Lyon, 2022. Français. NNT : 2022LYSE1146 . tel-04194173

**HAL Id: tel-04194173**

**<https://theses.hal.science/tel-04194173v1>**

Submitted on 2 Sep 2023

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



N° d'ordre NNT : 2022LYSE1146

# THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

opérée au sein de  
l'Université Claude Bernard Lyon 1

École Doctorale N° 341  
Évolution, Écosystèmes, Microbiologie, Modélisation

Spécialité de doctorat : Paléoenvironnements et évolution  
Discipline : Sciences de l'Univers

Soutenue publiquement le 12/07/2022, par :

**Thibault CLAUZEL**

---

## Étude isotopique de populations de Gaule du Nord durant le Second Âge du Fer : climat, alimentation, migrations

---

Devant le jury composé de :

HATTÉ, Christine	Directrice de recherche	CEA	Rapporteuse
SNOECK, Christophe	Assistant Research Professor	Vrije Universiteit Brussel	Rapporteur
BALTER, Vincent	Directeur de recherche	CNRS	Examinateur
GARDIEN, Véronique	Maîtresse de conférences	UCBL	Examinatrice
HERRSCHER, Estelle	Directrice de recherche	CNRS	Examinatrice
MAUREILLE, Bruno	Directeur de recherche	CNRS	Président du jury
LÉCUYER, Christophe	Professeur des universités	UCBL	Directeur de thèse
RICHARDIN, Pascale	Ingénieure de recherche	C2RMF	Co-directrice de thèse



## Remerciements

Je vais essayer de faire une exception, et d'être assez bref dans mes propos, contrairement à mon habitude ! Je souhaite remercier toutes les personnes qui m'ont accompagné durant ce (long) voyage qu'a été ma thèse, avec ses hauts, ses bas, ses confinements, ses couvre-feux, et autres réjouissances.

Mes premiers remerciements vont à Christine Hatté et à Christophe Snoeck, qui ont accepté d'être rapporteurs de ma thèse ; ainsi qu'aux autres membres du jury, Vincent Balter, Véronique Gardien, Estelle Herrscher et Bruno Maureille. Merci de prendre sur votre temps pour évaluer la concrétisation de mes recherches.

Merci à mes deux encadrants de thèse, Christophe Lécuyer et Pascale Richardin. C'est grâce à vous que j'ai pu réaliser tout ce travail. Vous avez toujours été disponibles pour m'aider, m'encadrer, discuter de mes résultats et de mes interprétations, en faisant preuve d'une réelle bienveillance. J'ai énormément apprécié nos échanges scientifiques et j'espère que ceux-ci se poursuivront pendant longtemps.

Merci aux archéologues Jannick Ricard, Yves Le Béchenec et Gilles Prilaux, ainsi qu'au Service d'Archéologie Préventive Amiens Métropole et au Centre de conservation et d'études de Ribemont-sur-Ancre, pour l'accès au matériel gaulois sur lequel est basée l'ensemble de cette thèse. Merci également à Emmanuel Robert de m'avoir permis d'accéder aux Collections de l'Université Claude Bernard Lyon 1 et d'y échantillonner le matériel nécessaire. Merci à François Fourel, grâce à qui j'ai pu acquérir toutes mes données isotopiques (même durant la pandémie), et avec qui les discussions scientifiques ont toujours été très enrichissantes. Merci à Jérémy Martin pour m'avoir encadré lors de mes chimies en salle blanche et de l'analyse isotopique du strontium, ainsi qu'à Vincent Grossi pour l'accès au lyophilisateur.

Merci à l'École Normale Supérieure de Lyon, qui m'a permis d'accéder à une bourse doctorale et m'a ensuite recruté comme ATER cette année. Merci à Guillemette Ménot et Cyril Langlois de m'avoir fait confiance en me permettant d'intervenir dans les enseignements dont ils sont responsables. Merci au Laboratoire de Géologie de Lyon : Terre, Planètes, Environnement, ainsi qu'à l'Université Claude Bernard Lyon 1 qui m'ont fourni de bonnes conditions de travail.

Merci au Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France, son ancienne directrice Isabelle Pallot-Frossard et son ancien directeur du département Recherche, Michel Menu, et à l'ensemble de ses équipes de m'avoir fourni un si bon accueil et de m'avoir aussi rapidement intégré dans leur laboratoire. Merci également aux membres de mon comité de suivi de thèse, Christophe Douady, Valérie Daux, Estelle Herrscher et Aurélien Royer, qui m'ont permis de tenir le cap durant ces quatre années de doctorat et ont toujours été de très bon conseil.

J'ai pu bénéficier durant ma thèse d'une super ambiance de travail, notamment grâce à l'équipe du R5 qui a été présente pour m'aider scientifiquement et me soutenir dans les moments plus difficiles : merci à Romain Amiot, Arnauld Vinçon-Laugier, Thomas Letulle, Vincent Luccisano, Yohann Pochat et les stagiaires qui sont venus travailler avec nous. Merci à toute l'équipe des doctorants de l'ENS, et spécialement à Fanny Thibon, Quentin Amet, Mélie Cornet, Samuel Le Goff, Pierre-Jean Dodat, pour les rires, les soirées, et les week-ends passés ensembles. Je garde pour la fin mes deux compères depuis le Master : Nicolas Séon et Ségolène Riamon. Vous savez tout le bien que je pense de vous : merci pour tous les bons moments, au laboratoire et en dehors.

J'ai également eu la chance d'avoir un cercle proche, familial et amical, qui m'a soutenu sans failles et a toujours cru en moi. Merci à Florian, mon compagnon, qui m'a supporté et soutenu durant toutes ces années ; ma mère, ma sœur, et tout le reste de ce joyeux bazar qu'est notre famille. J'ai bien sûr une pensée pour ceux qui ne seront pas là avec nous physiquement lors de ma soutenance, mais je peux assurer qu'ils m'accompagneront tout du long.

Merci à mes supers amis lyonnais, les plus anciens (Camille S., Maelle N., Maelle G., Mathilde, Laetitia, Antoine), les récentes (Camille P., Léa, Maëlys) et les tout nouveaux (Héloïse, Christopher), qui ont illuminé (de paillettes) ces dernières années.

« [...] on se prend alors à rêver quelques temps que tout est effectivement lié, que chaque mot, chaque geste est relié à tous les mots et tous les gestes. Tous les déserts le désert, « J'allume une cigarette pour remettre à plus tard le voyage / Pour remettre à plus tard tous les voyages / Pour remettre à plus tard l'univers en entier » ».

*Boussole, Mathias Énard*

## Résumé

Les peuples de Gaule ont occupé l'ensemble du territoire de l'Europe de l'Ouest durant le Second Âge du Fer (500 BCE – 50 BCE). Descendants des Celtes, les Gaulois se regroupaient en tribus et interagissaient par le commerce et la guerre. Du fait d'une transmission des connaissances essentiellement orale, les témoignages directs de la culture gauloise sont absents, tandis que les écrits provenant d'observateurs extérieurs grecs et romains ont longtemps contribué à la perception des Gaulois comme des peuples rustres et barbares. Un regard nouveau est cependant porté sur cette civilisation depuis la découverte de nombreux sites archéologiques gaulois du Second Âge du Fer en Europe. Deux sites archéologiques du Nord de la France ont été étudiés durant cette thèse : Thézy-Glimont et Ribemont-sur-Ancre. Chacun de ces sites porte des problématiques spécifiques concernant l'origine et le statut social des individus enterrés, qui n'ont pas pu être entièrement résolues par les études archéologiques et anthropologiques. Dans le cadre de cette thèse, ces problématiques ont été abordées *via* l'analyse isotopiques des restes osseux et dentaires des individus humains et animaux retrouvés sur les sites. Ainsi, six systèmes isotopiques différents (oxygène, carbone, azote, soufre, strontium, hydrogène) ont été analysés sur les matrices minérales et organiques de restes archéologiques provenant de 55 humains et 24 animaux, ainsi que sur un squelette d'humain moderne.

Tout d'abord, l'homogénéité isotopique observée à l'échelle intra-squelettique des individus enterrés dans les fosses à offrandes de Thézy-Glimont atteste qu'ils étaient sédentaires, très probablement autochtones, et qu'ils ont suivi un régime alimentaire stable au cours de leur vie. L'étude de l'homogénéité isotopique d'un squelette d'humain moderne permet de discuter des informations pouvant être acquises concernant son mode de vie, ainsi que de l'enregistrement de la diagenèse dans le matériel osseux. L'étude de la composition isotopique de l'oxygène des groupements phosphates de l'hydroxyapatite des restes osseux et dentaires de l'ensemble des individus de Thézy-Glimont montre que ceux-ci ont expérimenté l'Optimum Climatique Romain, avec des températures moyennes de l'air similaires aux températures actuelles. Leur régime alimentaire, étudié par l'analyse de la composition isotopique du carbone, de l'azote et du soufre du collagène, était omnivore à base de plantes en C3 et pauvre en viande, attestant probablement d'un bas niveau social. Des signatures isotopiques du soufre élevées témoigneraient d'une humidité exacerbée durant la vie des individus en Picardie. Ensuite, l'ensemble des résultats isotopiques préalablement acquis démontre que la composition isotopique de l'hydrogène mesurée sur les tissus osseux et dentaires et la composition

isotopique de l'oxygène mesurée sur le collagène sont de bons proxys climatiques, d'origine géographique, et de régime alimentaire dans le registre archéologique. Enfin, une étude isotopique multi-proxy est menée sur les restes osseux des guerriers du site de Ribemont-sur-Ancre. Les compositions isotopiques de l'oxygène des groupements phosphates de l'hydroxyapatite et les rapports radiogéniques du strontium mesurés sur les restes osseux montrent que les individus étaient allochtones et provenaient probablement d'Armorique. De plus, l'étude de la composition isotopique du carbone et de l'azote du collagène permet de distinguer deux groupes, séparés spatialement au sein du site, et interprétés comme ayant un accès différent à la protéine animale en lien avec une différence de statut social : d'un côté les guerriers morts au combat, ayant un accès privilégié à la viande animale, et de l'autre les non-guerriers (compagnons, esclaves), qui y avaient un accès limité et qui auraient été sacrifiés dans un second temps. La datation par le radiocarbone des restes osseux du site montre également la persistance de son occupation pendant des décennies après l'affrontement, très certainement comme un lieu de commémoration.

L'ensemble du travail réalisé durant cette thèse, à travers l'étude de populations gauloises, illustre la contribution de la géochimie isotopique à la compréhension et à l'interprétation de sites archéologiques complexes, et réciproquement, montre comment l'archéologie peut permettre de nouveaux développements de méthodes et d'applications isotopiques dans le but de mieux comprendre les interactions entre les sociétés humaines et leur environnement.

**Mots-clés :** Gaulois, Âge du Fer, isotopes stables, restes osseux et dentaires, climat, alimentation, migrations, bioarchéologie.

# Stable isotope study of bone and dental remains from Northern Gallic populations during the Second Iron Age: climate, diet, migrations

## **Abstract**

The Gauls occupied the Western Europe territory during the Second Iron Age (500 BCE - 50 BCE). Originating from the Celts, the Gauls gathered in tribes and interacted through trading and war. Due to the transmission of their knowledge through oral communication, there is a lack of direct testimony of their cultural legacy, while written reports by foreigners such as Greeks or Romans are abundant and contributed to the commonly accepted idea that the Gauls were boorish and barbaric. A new conception of this civilization has emerged through the discovery of numerous Gallic archaeological sites in Europe. Two archaeological sites from Northern France have been considered in this thesis: Thézy-Glimont and Ribemont-sur-Ancre. Each site bears specific problematics about the origin and the social status of the buried individuals, which could not be resolved by archaeological and anthropological studies. In the frame of this thesis, these problematics have been studied through radiocarbon dating, stable and radiogenic isotope analysis of bone and dental remains from the humans and animals buried in the archaeological sites. A total of six different isotope systems (oxygen, carbon, nitrogen, sulfur, strontium, hydrogen) have been measured on the mineral and organic matrixes of 55 human and 24 animal individuals found in the two archaeological sites, plus a skeleton belonging to a modern human.

Firstly, the stable isotope homogeneity observed at the skeleton scale for the individuals buried in the offering graves from Thézy-Glimont shows they were sedentary, most probably autochthonous, and that they followed a constant diet during their life. The study of the stable isotope homogeneity of a modern human skeleton allows to study what information can be retrieved concerning the living conditions of the individual, and to discuss how diagenesis is recorded in bone material. The study of the oxygen isotope composition of phosphate groups from bone and dental remains of the humans and animals of Thézy-Glimont highlights that they experienced the Roman Warm Period, with air temperatures which were comparable to present days. The dietary practices of this population were studied through the stable carbon, nitrogen and sulfur isotope compositions of bone collagen. The isotopic signatures show that all individuals followed an omnivorous diet, based on C<sub>3</sub>-plants and with a restricted access to animal meat, testifying of a low social status. Elevated sulfur stable isotope values recorded by the individuals are explained by a more intense precipitation regime in the Picardie region.



Afterwards, all the isotopic compositions acquired on the individuals of Thézy-Glimont are exploited to better constrain the use of the stable hydrogen isotope composition of body tissues along with the stable oxygen isotope composition of bone collagen as proxies of climatic conditions, geographic origin and diet in the archaeological register. Finally, a multi-proxy approach is performed on the bone remains from the warriors of the archaeological site of Ribemont-sur-Ancre. While the stable oxygen isotope composition of bone phosphates and the radiogenic strontium signature of bone remains show that all individuals were allochthonous and suggest an Armorican origin, the stable carbon and nitrogen isotope compositions of bone collagen distinguish two groups, which were separated spatially within the archaeological site, with a different access to meat protein interpreted as a difference of social status. On the one hand were the high social status warriors who were killed during the battle and had a privileged access to animal protein, while on the other hand were the non- or low-status warriors, who had a restricted access to animal protein and were secondarily sacrificed. The radiocarbon dating of bone remains from the archaeological site highlights the persistence of ritual commemorations for decades.

All the work carried out in this thesis illustrates, through the study of Gallic populations, how stable isotope geochemistry can contribute to the understanding of complex archaeological sites and, reciprocally, highlights how archaeology allows the development of new analytical methods and applications in the stable isotope field, in order to better understand the interactions between human societies and their environment.

**Keywords:** Gauls, Iron Age, stable isotopes, bone and dental remains, climate, diet, migrations, bioarchaeology.

## **Abréviations et sigles utilisés dans le manuscrit de thèse :**

AD : *Anno Domini*, de notre ère

BCE : Before Common Era, avant notre ère

*e.g.* : *exempli gratia*, par exemple

*etc.* : *et caetera*

M : mol/L

OCR : Optimum Climatique Romain

SST : sea surface temperature, température de l'eau marine de surface

‰ : pour mille

ppm : parties par millions

*vs.* : *versus*

## Table des Matières

<i>Introduction générale</i> .....	1
<i>Chapitre 1 : Connaissances actuelles sur la civilisation gauloise et son environnement</i> .....	5
<b>I. Histoire, organisation de la société et traditions</b> .....	5
A. Histoire des Gaulois : de l'arrivée sur le territoire à la conquête romaine .....	5
B. Organisation de la société gauloise et vie économique .....	11
C. La Gaule du Nord indépendante : organisation, pratiques alimentaires et conséquences de la conquête .....	16
<b>II. L'Optimum Climatique Romain</b> .....	25
A. Un épisode climatique enregistré par une grande variété de proxys .....	27
B. Interprétations et discussions des caractéristiques climatiques de l'Optimum Climatique Romain .....	48
<i>Chapitre 2 : Sites archéologiques gaulois étudiés et problématiques associées</i> .....	59
<b>I. Le site archéologique de Thézy-Glimont</b> .....	59
A. Découverte et cadre du site archéologique .....	59
B. Les fosses à offrandes de Thézy-Glimont .....	61
C. Les fosses-silos et exploitation du contenu zooarchéologique .....	71
D. L'enclos à armes, le quadriportique et ses dépôts .....	75
E. Conclusions générales et questions posées par le site de Thézy-Glimont.....	76
<b>II. Le sanctuaire guerrier gaulois de Ribemont-sur-Ancre</b> .....	77
A. Découverte et cadre du site archéologique .....	77
B. Les grandes structures archéologiques étudiées .....	79
C. Interprétations et problématiques posées par le site archéologique .....	82
<i>Chapitre 3 : L'analyse isotopique des restes osseux et dentaires, principes et méthodes</i> .....	85
<b>I. Le tissu osseux : composition et biosynthèse</b> .....	85
A. Composition et organisation hiérarchique du tissu osseux.....	85
B. Synthèse et remodelage du tissu osseux .....	88
C. L'hydroxyapatite : composition, propriétés et biosynthèse.....	92
D. Le collagène osseux : nature, composition et biosynthèse .....	95
<b>II. Le tissu dentaire : composition et odontogenèse</b> .....	98
<b>III. Le cas particulier des herbivores hypsodontes</b> .....	102
<b>IV. Isotopes stables et radioactifs : principes généraux et définitions</b> .....	104

A.	Élément, atome, nucléide.....	104
B.	Isotopes : définitions et stabilité .....	105
C.	Les mécanismes de fractionnement isotopique .....	107
D.	Mesure des compositions isotopiques et notation $\delta$ .....	110
<b>V.</b>	<b>Systèmes isotopiques utilisés : principes et applications.....</b>	<b>113</b>
A.	Les isotopes de l'oxygène : applications paléoclimatiques et géographiques.....	113
B.	Les isotopes du carbone : datation et régime alimentaire.....	118
C.	Les isotopes de l'azote et reconstitution de régime alimentaire .....	124
D.	Les isotopes du soufre et consommation de produits marins .....	127
E.	Les isotopes de l'hydrogène : principes et applications .....	129
F.	Les isotopes du strontium et traçage de migrations.....	131
<b>VI.</b>	<b>Diagenèse, prétraitement et biais analytiques.....</b>	<b>134</b>
<b>Chapitre 4 : Matériel échantillonné et méthodes employées .....</b>		<b>141</b>
<b>I.</b>	<b>Prélèvement de matériel osseux et dentaire.....</b>	<b>141</b>
A.	Considérations éthiques concernant l'analyse destructrice de restes humains.....	141
B.	Échantillonnage du matériel osseux et dentaire de Thézy-Glimont .....	142
C.	Échantillonnage du matériel osseux de Ribemont-sur-Ancre .....	147
D.	Matériel osseux provenant d'un squelette humain moderne .....	149
<b>II.</b>	<b>Méthodes : extraction chimique et analyse isotopique .....</b>	<b>152</b>
A.	Traitement chimique des échantillons .....	152
B.	Analyse par spectrométrie de masse.....	155
<b>Chapitre 5 : Étude de l'homogénéité de l'enregistrement isotopique à l'échelle individuelle</b> .....		<b>161</b>
<b>I.</b>	<b>Étude isotopique à l'échelle intra-squelettique des humains de Thézy-Glimont</b>	<b>163</b>
<b>II.</b>	<b>Homogénéité isotopique à l'échelle intra-squelettique d'un humain moderne ...</b>	<b>166</b>
A.	Discussion des critères de diagenèse appliqués aux restes osseux .....	166
B.	Étude de la variabilité isotopique intra-squelettique de l'individu moderne.....	169
<b>III.</b>	<b>Conclusions et perspectives.....</b>	<b>173</b>
<b>Chapitre 6 : Reconstruction paléoclimatique à partir de l'analyse isotopique des individus de Thézy-Glimont .....</b>		<b>175</b>
<b>I.</b>	<b>Article scientifique publié : « The Gauls experienced the Roman Warm Period: oxygen isotope study of the Gallic site of Thézy-Glimont, Picardie, France ».....</b>	<b>175</b>
<b>II.</b>	<b>Analyse isotopique des eaux de rivière de l'Avre .....</b>	<b>212</b>

<b>III. Analyse de la composition isotopique des groupements carbonates et prétraitement chimique.....</b>	<b>214</b>
A. Discussion de l'effet du prétraitement chimique des carbonates d'apatite .....	214
B. Diagenèse des groupements carbonates et droite de mélange .....	222
<b>IV. Conclusions et perspectives.....</b>	<b>233</b>
<i>Chapitre 7 : Reconstruction climatique et de pratiques alimentaires à partir de l'analyse isotopique des individus de Thézy-Glimont .....</i>	<i>235</i>
<b>I. Article scientifique publié : « Climate conditions and dietary practices during the Second Iron Age studied through the multi-isotope analysis of bones and teeth from individuals of Thézy-Glimont, Picardie, France ».....</b>	<b>235</b>
<b>II. Difficultés rencontrées pour l'analyse de la composition isotopique du soufre du collagène .....</b>	<b>275</b>
<b>III. Conclusions et perspectives.....</b>	<b>278</b>
<i>Chapitre 8 : Développement analytique des isotopes de l'hydrogène et analyse de la composition isotopique de l'oxygène du collagène .....</i>	<i>279</i>
<b>I. Article scientifique publié : « Hydrogen isotope measurements of bone and dental tissues from archaeological human and animal samples and their use as climatic and diet proxies » .....</b>	<b>279</b>
<b>II. Analyse de la composition isotopique de l'oxygène du collagène.....</b>	<b>323</b>
<b>III. Conclusions et perspectives.....</b>	<b>327</b>
<i>Chapitre 9 : Étude isotopique des restes osseux des guerriers du site archéologique de Ribemont-sur-Ancre.....</i>	<i>329</i>
<b>Article scientifique accepté : « Geographic origin and social status of the Gallic warriors from Ribemont-sur-Ancre (France) studied through isotope systematics of bone remains » .....</b>	<b>329</b>
<i>Conclusions générales et perspectives .....</i>	<i>385</i>
<i>Références bibliographiques.....</i>	<i>389</i>
<i>Annexes.....</i>	<i>451</i>

## Liste des Figures

Figure 1 : Sources littéraires antiques concernant les Gaulois (d'après Brunaux, 2005).....	6
Figure 2 : Carte de la Gaule indépendante, entre 125/120 BCE (conquête du Midi qui devient province romaine) et 50 BCE (conquête des trois Gaules, Celtique, Belgique et Aquitaine).....	9
Figure 3 : Carte de la Gaule et des provinces romaines après la conquête, telles que décrites par César (Guerre des Gaules). D'après Butler (1907).....	11
Figure 4 : Schéma simplifié décrivant les structures sociopolitiques en Gaule durant le Second Âge du Fer. D'après Rose & Fernández-Götz (2019).....	12
Figure 5 : Les principaux marchés gaulois au début du I <sup>er</sup> siècle BCE. ....	15
Figure 6 : Organisation des territoires des civitates de Gaules du Nord, et principaux monuments. D'après Fichtl (2004). ....	18
Figure 7 : Variations de températures dans l'hémisphère nord durant l'Holocène par rapport à la température moyenne pour les années 1960-1980. Cette figure ne tient pas compte des variations régionales et les valeurs ne sont qu'indicatives. Les principaux épisodes climatiques de l'Holocène sont indiqués par des flèches. D'après McMichael (2012). ....	25
Figure 8 : Effet des contraintes climatiques sur la croissance radiale des arbres le long d'un double gradient latitudinal et altitudinal (Nég. : Négative).....	33
Figure 9 : Ensemble des études palynologiques menées sur l'Optimum Climatique Romain et interprétations climatiques (cercle mixte = deux interprétations). La légende correspondant aux chiffres est disponible en Annexe 2.....	36
Figure 10 : Ensemble des études sédimentaires et lacustres menées sur l'Optimum Climatique Romain et interprétations climatiques. La légende correspondant aux chiffres est disponible en Annexe 3. ....	40
Figure 11 : Ensemble des études océaniques localisables menées sur l'Optimum Climatique Romain et interprétations climatiques (cercle mixte = deux interprétations). La légende correspondant aux chiffres est disponible en Annexe 4.....	47
Figure 12 : Variabilité des bornes temporelles attribuées à l'Optimum Climatique Romain par les études citées, classées par type de proxy.....	49
Figure 13 : Variations de température attribuées à l'Optimum Climatique Romain dans l'ensemble des études considérées. La légende correspondant aux chiffres est disponible en Annexe 5.....	51
Figure 14 : Variations d'humidité attribuées à l'Optimum Climatique Romain dans l'ensemble des études considérées. La légende correspondant aux chiffres est disponible en Annexe 6.....	52
Figure 15 : Variations de Total Solar Irradiance ( $\Delta TSI$ ) entre 400 BCE et 700 AD comparées aux données actuelles pendant le cycle solaire de 1986 (1365,57 W.m <sup>-2</sup> ).....	54

Figure 16 : Variations de la North Atlantic Oscillation (NAO) et effets climatiques. ....	55
Figure 17 : Variations de la NAO durant la période temporelle de l’Optimum Climatique Romain. D’après Faust et al. (2016). ....	56
Figure 18 : Carte géographique de la France avec la localisation du site de Thézy-Glimont. PM : Prime Meridian. Le référentiel pour les longitudes et latitudes est le WGS84. ....	60
Figure 19 : Plan général du site archéologique, d’après Clauzel et al. (2022). Zone 1 : fosses à offrandes et fosses-silos ; Zone 2 : enclos à armes. Une tranchée de la 1 <sup>ère</sup> Guerre Mondiale (1918) est représentée en gris. L’image de fond a été téléchargée de Google Maps <sup>TM</sup> ....	60
Figure 20 : Photoplan et organisation de la fosse 1135 avec identification des individus analysés. ....	63
Figure 21 : Photoplan et organisation de la fosse 1249 avec identification des individus analysés. ....	64
Figure 22 : Photoplan et organisation de la fosse 1450 avec identification des individus analysés. ....	64
Figure 23 : Photoplan et organisation de la fosse 1219 avec identification des individus analysés. ....	65
Figure 24 : Photoplan et organisation de la fosse 1138 avec identification des individus analysés. ....	66
Figure 25 : Photoplan et organisation de la fosse 1140 avec identification des individus analysés. ....	66
Figure 26 : Photoplan et organisation de la fosse 1206 avec identification des individus analysés. ....	67
Figure 27 : Photoplan et organisation de la fosse 1246 avec identification des individus analysés. ....	68
Figure 28 : Photoplan et organisation de la fosse 1222 avec identification des individus analysés. ....	68
Figure 29 : Photoplan et organisation de la fosse 1247 avec identification des individus analysés. ....	69
Figure 30 : Coupe de la fosse-silo 1142 (à gauche) et de la fosse-silo 1506 (à droite). ....	72
Figure 31 : Localisation géographique du sanctuaire de Ribemont-sur-Ancre. Le référentiel pour les longitudes et latitudes est le WGS84. ....	77
Figure 32 : Plan général simplifié du site archéologique de Ribemont-sur-Ancre, avec les trois structures étudiées mises en évidence : (1) l’ossuaire dans l’enclos quadrangulaire, (2) le charnier et (3) les fosses situées dans l’enclos circulaire. D’après Ricard (2014). ....	79
Figure 33 : Plan et organisation générale de l’ossuaire 82, avec mise en évidence de la structure cubique en son centre. D’après Ricard (2014). ....	80
Figure 34 : Plan d’organisation du charnier et photographie de la fouille de la structure. ....	81
Figure 35 : Quatre entailles presque parallèles sur la diaphyse d’un fémur gauche. ....	82
Figure 36 : Trois exemples d’hémistatères retrouvés dans le charnier de Ribemont-sur-Ancre. ....	83

Figure 37 : Illustration des sept niveaux d'organisation de la structure osseuse. A : Cristaux isolés d'hydroxyapatite (gauche) et fibrille de collagène (droite). B : Micrographie au microscope électronique à transmission (MET) d'une fibrille minéralisée. C : Micrographie au MET d'une section de tendon. D : Différents motifs d'organisation des fibres minéralisées. E : Micrographie au microscope électronique à balayage (MEB) d'un ostéon d'os humain. F : Photographie d'une section d'un fémur humain. G : Os complet de bovin (échelle = 10 cm). .....	87
Figure 38 : Schéma d'un os long : structures et principaux constituants. ....	88
Figure 39 : Étapes du processus d'ossification endochondrale. D'après Gasser & Kneissel (2017). ...	90
Figure 40 : Étapes du phénomène de remodelage osseux. D'après Dominguez et al. (2011).....	91
Figure 41: Projection structurale de la maille hexagonale d'hydroxyapatite laissant apparaître les tunnels colinéaires à l'axe cristallographique. D'après Euw (2014).....	93
Figure 42 : Micrographies au MEB de cristaux d'hydroxyapatite : dans l'émail dentaire (A, B, Cao et al., 2014), dans le tissu osseux (C, D, Doostmohammadi et al., 2012) et organisation structurale des cristaux d'apatite et fibrilles de collagène dans le tissu osseux. D'après Rho et al. (1998). .....	94
Figure 43 : Vision globale de la triple hélice de collagène. Atome noir : hydrogène, atome rouge : carbone, atome bleu : azote. A : Structure d'une triple hélice de collagène. B : Vue de l'hélice avec la représentation d'une hélice sous forme de brin, d'espace occupé, et de molécules, respectivement. ...	96
Figure 44 : Principales étapes dans la formation des fibres de collagène et micrographie de peau au MEB illustrant la structure des fibres de collagène. D'après Shoulders & Raines (2009). ....	97
Figure 45 : Différents tissus et structures d'une dent humaine. Adapté de K.D. Schroeder, Wikimedia Commons, CC-BY-SA 4.0.....	98
Figure 46 : Chronologie de la formation des dents chez l'être humain. Les rectangles ouverts ( $di_1$ , $di_2$ , $I_1$ , $I_2$ ) correspondent aux incertitudes de début ou de fin des phénomènes. C : Conception ; N : Naissance ; $di_1/di_2$ : Incisive déciduales 1 et 2 ; $dm_1/dm_2$ : Molaires déciduales 1 et 2 ; dc : Canine déciduale ; $I_1/I_2$ : Incisives permanentes 1 et 2 ; C : Canine permanente, $P_1/P_2$ : Prémolaires permanentes 1 et 2 ; $M_1/M_2/M_3$ : Molaires permanentes 1, 2 et 3. D'après Smith (1991). ....	100
Figure 47 : Étapes majeures de l'odontogenèse. D'après Harris (2015). ....	101
Figure 48 : Diachronisme dans les quatre grandes phases d'odontogenèse entre dents brachyodontes et hypsodontes, illustrant l'augmentation du temps de la minéralisation coronaire lors de l'hypsodontie. (B) Modèles 3D par micro CT scan illustrant la brachyodontie et hypsodontie croissante des molaires 1 de rongeurs. De gauche à droite : <i>Apodemus sylvaticus</i> , actuel, Allemagne ; <i>Microtia</i> sp., Miocène, Italie ; <i>Miomys reidi</i> , Pliocène, Allemagne ; <i>Arvicola terrestris</i> , actuel, Allemagne. D'après von Koenigswald (2011) et Higgins & Austin (2016). ....	103
Figure 49 : Charte des nucléides, qui fait apparaître la vallée de la stabilité, en dehors de laquelle les nucléides sont instables. D'après Albarède (2009). ....	105



Figure 50 : Illustration de l'énergie contenue dans une liaison moléculaire entre deux atomes d'hydrogène (E, en kcal/mol) en fonction de la distance entre les nuclei (en Å). Les lignes horizontales représentent les différents niveaux d'énergie pour les différents états quantiques. Le zoom sur le point zéro d'énergie montre les différences d'énergie entre les molécules comprenant des isotopes lourds ou légers, les molécules lourdes ayant un niveau d'énergie abaissé. D'après Eiler (2007). .....	108
Figure 51 : Principe de fonctionnement d'un spectromètre de masse.....	111
Figure 52 : Phénomènes de fractionnement isotopique lors des circulations de masses d'eau.....	115
Figure 53 : Répartition actuelle de la composition isotopique de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}$ , ‰ V-SMOW) des précipitations, faisant bien apparaître les gradients de continentalité, de latitude et d'altitude. D'après Touzeau (2014). .....	115
Figure 54 : Équations de fractionnement utilisées entre le $\delta^{18}\text{O}$ du groupement phosphate de l'apatite ( $\delta^{18}\text{Op}$ ) et le $\delta^{18}\text{O}$ de l'eau de boisson ( $\delta^{18}\text{Ow}$ ) pour les différentes espèces étudiées.....	117
Figure 55 : La courbe de calibration IntCal20 affichée entre 1000 BCE et 1000 AD. On observe bien les variations sinusoïdales décrites dans le texte. ....	123
Figure 56 : Compositions isotopiques typiques du carbone ( $\delta^{13}\text{C}$ ) et de l'azote ( $\delta^{15}\text{N}$ ) du collagène osseux pour un écosystème tempéré, mettant en évidence les différents régimes alimentaires.....	126
Figure 57 : Cycles et transferts du strontium, du lessivage du substrat géologique à son intégration dans les réseaux d'hydroxyapatite. D'après Willmes (2015). Créé avec BioRender.com .....	132
Figure 58 : (A) Répartition des terrains géologiques de surface et (B) carte des isoscapes de $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ pour le territoire français. D'après Willmes et al. (2018).....	134
Figure 59 : Ensemble des éléments osseux (en bleu) prélevés sur le squelette d'humain moderne....	150
Figure 60 : Représentation des données de composition isotopique de l'oxygène des groupements phosphates ( $\delta^{18}\text{O}_p$ , ‰ V-SMOW) et des groupements carbonates ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , ‰ V-SMOW) pour les échantillons osseux de l'individu moderne. L'équation entre les deux compositions isotopiques proposée par Chenery et al. (2012) est également représentée.....	167
Figure 61 : Variabilité isotopique intra-squelettique des différents systèmes isotopiques mesurés sur les restes osseux de l'individu humain moderne.....	170
Figure 62 : Analyse discriminante linéaire des composition isotopiques moyennes de l'humain moderne (croix noire), comparée à plusieurs groupes de références : « Asian », « Japan », « NEA » (Northeast Asia), « SEA » (Southeast Asia), « UBC » (Unidentified Cross Border, correspondant à des migrants retrouvés aux États-Unis ayant passé la frontière mexicaine) et « US » (United States), réalisée par le logiciel IsoLocate (Berg & Kenyhercz, 2017). .....	172
Figure 63 : Relations entre la composition isotopique de l'hydrogène ( $\delta^2\text{H}$ , ‰ V-SMOW) et de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}$ , ‰ V-SMOW) pour les échantillons d'eau prélevés le long de la rivière de l'Avre. La droite de fractionnement des eaux météoriques (Global Meteoric Water Line, Craig, 1961) est représentée.....	213

Figure 64 : Comparaison des compositions isotopiques du carbone (A, $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ , ‰ V-PDB) et de l'oxygène (B, $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , ‰ V-PDB) mesurées sur les groupements carbonates de l'apatite des échantillons du squelette d'humain moderne entre une série prétraitée (PT) et une série non prétraitée (NPT). Les échantillons sont classés par ordre croissant de gauche (SA-1) à droite (SA-29).....	216
Figure 65 : Compositions isotopiques de l'oxygène des groupements phosphates ( $\delta^{18}\text{O}_p$ , ‰ V-SMOW) et des groupements carbonates ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , ‰ V-SMOW) de l'hydroxyapatite des échantillons osseux d'humain moderne. La série PT a été prétraitée chimiquement selon le protocole de Koch et al. (1997), tandis que la série NPT n'a subi aucun prétraitement préalable.....	217
Figure 66 : Compositions isotopiques de l'oxygène des groupements phosphates ( $\delta^{18}\text{O}_p$ , ‰ V-SMOW) et des groupements carbonates ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , ‰ V-SMOW) de l'hydroxyapatite des restes osseux de Thézy-Glimont. Deux séries (T1, T2) ont été prétraitées chimiquement selon le protocole de Koch et al. (1997), tandis que la série NT n'a subi aucun prétraitement préalable.....	220
Figure 67 : Mécanismes diagénétiques identifiés par la représentation des échantillons dans un espace $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ - $\delta^{18}\text{O}_p$ (‰, V-SMOW) vs. proportion massique de carbonates (%). Les lignes en tirets correspondent aux seuils définis dans le texte.....	225
Figure 68 : Droite de mélange représentation l'altération diagénétique des carbonates d'apatites des restes osseux des humains de Thézy-Glimont, représentée dans l'espace $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ (‰, V-SMOW) vs. proportion massique de carbonates (%). .....	226
Figure 69 : Comparaison entre droite de mélange théorique d'une altération diagénétique par deux pôles purs P1 (craie du sol) et P2 (composition isotopique originelle estimée des échantillons, voir texte) et droite de mélange observée (voir Figure 68).....	227
Figure 70 : Ajout d'un troisième pôle de mélange correspondant à un équilibre isotopique avec de l'eau de surface dans le contexte de l'étude de l'altération diagénétique des carbonates d'apatite des restes osseux humains de Thézy-Glimont, représentée dans l'espace $\delta^{18}\text{O}$ (‰, V-SMOW) vs. proportion massique de carbonates (%). .....	229
Figure 71 : Effet mémoire détecté par l'augmentation de la concentration élémentaire en soufre (%S, %) mesurée le long de trois séries d'analyse. ....	276
Figure 72 : Variabilité isotopique intra-squelettique de l'oxygène du collagène mesurée sur les trois individus TG-01, TG-02 et TG-03. ....	324
Figure 73 : Composition isotopique de l'oxygène de l'eau météorique estimée ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$ , ‰ V-SMOW) vs. la composition isotopique de l'oxygène du collagène osseux ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$ , ‰ V-SMOW) des individus humains et animaux de Thézy-Glimont. La droite de régression linéaire est représentée avec le coefficient de corrélation de Pearson ( $r^2$ ) et la p-value. ....	326

## Liste des Tableaux

Tableau 1 : Chronologie du Second Âge du Fer ou de La Tène en Gaule. ....	8
Tableau 2 : Diversité d'indices documentaires pouvant être utilisés pour réaliser des reconstructions climatiques. D'après National Research Council (2006). ....	27
Tableau 3 : Exemples de paramètres climatiques ou environnementaux pouvant être étudiés par les carottes de glace. D'après Raynaud & Parrenin (2009). ....	42
Tableau 4 : Individus humains et animaux retrouvés dans les fosses à offrandes de Thézy-Glimont. Les fosses colorées en gris correspondent à celles dont du matériel a été prélevé dans le cadre de cette thèse. Les datations correspondent aux dates calibrées fournis par Beta Analytics™. ....	62
Tableau 5 : Effectif des ossements animaux au sein des fosses-silos et proportions des trois principales espèces domestiques. ....	72
Tableau 6 : Dénombrement des restes osseux animaux dans les fosses-silos de Thézy-Glimont. ....	74
Tableau 7 : Composition chimique moyenne (en pourcentage massique ou ppm) de la matrice minérale du tissu osseux et de l'émail dentaire. D'après Cacciotti (2016). ....	93
Tableau 8 : Masses et charges des particules élémentaires. ....	104
Tableau 9 : Abondances naturelles des isotopes d'intérêt étudiés dans ce travail de thèse. Les isotopes radioactifs ( <sup>14</sup> C, <sup>3</sup> H) ne sont pas représentés. D'après Vocke (1999). ....	106
Tableau 10 : Ensemble des standards de référence utilisés dans cette thèse. ....	112
Tableau 11 : Critères élémentaires utilisés pour s'assurer de la préservation du collagène analysé. ...	139
Tableau 12 : Localisation et date d'échantillonnage des prélèvements d'eau de la rivière de l'Avre (Somme, France). ....	143
Tableau 13 : Corpus des échantillons osseux et dentaires prélevés sur les individus du site de Thézy-Glimont. ....	145
Tableau 14: Corpus des échantillons prélevés sur les trois individus TG-01, TG-02 et TG-03. ....	146
Tableau 15 : Corpus des échantillons osseux humains et animaux prélevés sur le site archéologique de Ribemont-sur-Ancre. ....	149
Tableau 16 : Corpus d'échantillons osseux prélevés sur le squelette d'humain moderne. ....	151
Tableau 17 : Valeurs moyennes, maximales et minimales des compositions isotopiques à l'échelle squelettique des trois individus TG-01, TG-02 et TG-03. Les valeurs sont exprimées sous la forme « valeur ± déviation standard ». ....	164

Tableau 18 : Compositions isotopiques moyennes, minimales et maximales, pour chaque système isotopique mesuré sur l'ensemble squelettique de l'individu humain moderne.....	169
Tableau 19 : Compositions isotopiques de l'hydrogène ( $\delta^2\text{H}$ , ‰ V-SMOW) et de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}$ , ‰ V-SMOW) des eaux échantillonnées le long de la rivière de l'Avre. ....	212
Tableau 20 : Composition isotopiques de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}$ , ‰ V-SMOW) et du carbone ( $\delta^{13}\text{C}$ , ‰ V-PDB) des carbonates d'apatite des échantillons du squelette d'humain moderne. Une série est prétraitée (série PT) et une série est non traitée (NPT). ....	215
Tableau 21 : Compositions isotopiques de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , ‰ V-SMOW) et du carbone ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ , ‰ V-PDB) des carbonates d'apatite des échantillons de l'individu TG-01. La correspondance avec les numéros d'échantillon est disponible en Annexe 9. Les trois séries correspondent à deux prétraitement chimiques similaires (T1, T2) et à une série non prétraitée (NT).....	219
Tableau 22 : Compositions isotopiques de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , ‰ V-SMOW) et du carbone ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ , ‰ V-PDB) des carbonates d'apatite, compositions isotopiques de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}_p$ , ‰ V-SMOW) des groupements phosphates et proportion massique de carbonate (%Carb) calculée à partir de l'aire du pic de $\text{CO}_2$ mesuré sur le spectromètre de masse pour les restes osseux humains de Thézy-Glimont. ....	222
Tableau 23 : Contribution estimée du pôle diagénétique P1 (ajout de carbonates secondaires) pour les carbonates d'apatite des restes osseux humains du site de Thézy-Glimont. ....	231
Tableau 24 : Composition isotopiques de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , ‰ V-SMOW) et du carbone ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ , ‰ V-PDB) des carbonates d'apatite, ainsi que la proportion massique de carbonate (%) calculée des restes dentaires humains et animaux de Thézy-Glimont. ....	232
Tableau 25 : Premières mesures de compositions élémentaires (%S, %) et isotopiques du soufre ( $\delta^{34}\text{S}$ , ‰ V-CDT) mesurées sur les individus humains et animaux de Thézy-Glimont. « Squelette (x)* » représente les individus échantillonnés graduellement, avec x le nombre d'échantillons. ....	275
Tableau 26 : Composition isotopique de l'oxygène du collagène ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$ , ‰ V-SMOW) et concentration élémentaire en oxygène du collagène (%O, %) mesurées sur les restes osseux des individus humains et animaux de Thézy-Glimont. « Squelette* » représente les trois individus échantillonnés graduellement. ....	325
Tableau 27 : Tests de corrélation de Pearson appliqués sur les différentes variables considérées.....	326

## Liste des Annexes

Annexe 1 : Lien d'accès aux documents supplémentaires. ....	451
Annexe 2 : Identification des références bibliographiques représentées sur la Figure 9.....	451
Annexe 3 : Identification des références bibliographiques représentées sur la Figure 10.....	452
Annexe 4 : Identification des références bibliographiques représentées sur la Figure 11.....	453
Annexe 5 : Identification des références bibliographiques représentées sur la Figure 13.....	455
Annexe 6 : Identification des références bibliographiques représentées sur la Figure 14.....	457
Annexe 7 : Composition élémentaires (%) en carbone (%C), azote (%N), soufre (%S), hydrogène (%H) et oxygène (%O) et rapports molaires correspondants mesurés sur le collagène extrait des échantillons osseux de l'humain moderne. ....	458
Annexe 8 : Compositions isotopiques mesurées sur les échantillons osseux prélevés sur l'humain moderne. Les compositions isotopiques de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}_p$ , $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$ ) et de l'hydrogène ( $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ) sont exprimées en ‰ V-SMOW, les compositions isotopiques du carbone ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ , $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ) sont exprimées en ‰ V-PDB, la composition isotopique de l'azote ( $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ) en ‰ AIR et la composition isotopique du soufre ( $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ ) en ‰ V-CDT. SD = déviation standard.....	460
Annexe 9 : Identification des échantillons des séries d'ossements archéologiques analysés lors de l'étude de l'effet des prétraitements chimiques des carbonates d'apatite (Chapitre 6). ....	461
Annexe 10 : Compositions isotopiques ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$ , ‰ V-SMOW) et concentrations élémentaires (%O, %) en oxygène du collagène mesurées sur l'ensemble des restes osseux échantillonnées sur les individus TG-01, TG-02 et TG-03. ....	463

## **Introduction générale**

La géochimie isotopique s'est considérablement développée depuis les années 1950. Elle a trouvé des applications dans de nombreux domaines de recherche et permet de fournir de nouvelles informations sur les processus naturels actuels et passés. L'archéologie est la science interdisciplinaire par excellence, qui mobilise les connaissances et techniques de disciplines académiques variées pour comprendre et reconstruire les comportements humains dans leur environnement naturel et dans leur organisation sociétale. C'est donc naturellement que les chercheurs et chercheuses issus des deux disciplines ont été amenés à collaborer. Les nombreux systèmes isotopiques, stables et radioactifs, mesurés dans les objets archéologiques *via* un parc analytique en développement constant permettent de nombreuses reconstitutions de l'environnement de vie et du comportement des sociétés anciennes. Ces résultats, associés à l'étude archéologique et anthropologique des sites, contribuent à une meilleure compréhension globale de ces derniers. C'est dans ce cadre-là que ce travail de thèse s'inscrit. Celui-ci s'intéresse à la civilisation gauloise du Nord de la France. Les Gaulois, qui n'ont laissé aucun écrit, ont longtemps souffert d'un manque de connaissance de la part de la population, qui les considère comme des peuples barbares, se nourrissant de sanglier et unis dans un affrontement constant contre l'Empire romain. La conception d'un peuple rustre, violent, primitif, dépeinte par Jules César dans la Guerre des Gaules, par opposition au citoyen romain civilisé, a pendant longtemps structuré les connaissances académiques. Ainsi, Voltaire dans ses Œuvres Complètes (Tome 11) décrit les Gaulois comme « une honte de la nature ». Depuis le développement de l'archéologie préventive dans les années 1970 et la découverte puis l'étude de nombreux sites gaulois sur le territoire français, la conception même de cette civilisation a connu une profonde révolution. Les Gaulois étaient en effet un ensemble de peuples indépendants, qui partageaient la même langue, avec des coutumes, des pratiques culturelles et artistiques propres. Ces peuples interagissaient par le commerce et la guerre.

Dans le cadre de cette thèse, deux sites archéologiques gaulois du Nord de la France, Thézy-Glimont et Ribemont-sur-Ancre, ont été étudiés *via* la géochimie isotopique sur des restes osseux et dentaires. L'étude de six systèmes isotopiques différents (oxygène, carbone, azote, soufre, strontium, hydrogène) sur un ensemble de 55 humains et 24 animaux a permis l'amélioration des connaissances sur le climat, l'origine et les pratiques alimentaires des individus des fosses à offrandes du site de Thézy-Glimont, ainsi que sur l'origine des guerriers

## Introduction générale

enterrés à Ribemont-sur-Ancre. À l'inverse, le matériel archéologique de Thézy-Glimont, par l'accès à des squelettes entiers ainsi qu'à la possibilité d'étudier par divers systèmes isotopiques le matériel osseux, a permis une meilleure compréhension de l'applicabilité de l'étude isotopique à l'échelle individuelle, ainsi que le développement analytique de la composition isotopique de l'hydrogène mesurée sur les tissus osseux et dentaires comme proxy.

L'objectif de cette thèse est de démontrer la complémentarité de l'archéologie et de la géochimie isotopique. Certains chapitres du manuscrit seront constitués d'articles scientifiques, publiés ou soumis et actuellement en processus de revue par les pairs. Le terme de « Picardie », nom de l'ancienne région administrative française, sera préféré au terme de « Hauts-de-France », pour des raisons de cohérence vis-à-vis des études archéologiques réalisées sur ce territoire dans les dernières décennies. Après un premier chapitre introductif, présentant les connaissances actuelles des pratiques alimentaires et culturelles gauloises ainsi qu'un état des lieux du climat durant le Second Âge du Fer, les contextes des sites archéologiques étudiés seront présentés. Au cours de ce deuxième chapitre, les principales problématiques posées par chaque site seront exposées. Dans un troisième chapitre, les principes de la géochimie isotopique et les méthodes employées au cours de cette thèse seront expliqués. Le quatrième chapitre s'attachera à décrire le matériel osseux et dentaire échantillonné, ainsi que les méthodes d'analyse employées. Le cinquième chapitre, préalable à l'étude des sites archéologiques, discutera, par l'étude de matériel moderne et archéologique, de l'enregistrement isotopique à l'échelle d'un individu et de ce qu'il nous apprend sur son mode de vie. Le sixième chapitre sera dédié à la reconstruction climatique basée sur l'étude isotopique des individus de Thézy-Glimont : celle-ci met en évidence que ces derniers ont expérimenté l'Optimum Climatique Romain, avec des températures moyennes de l'air comparables aux conditions climatiques actuelles. Dans le septième chapitre, l'étude isotopique des pratiques alimentaires des individus de ce même site archéologique mettra en évidence un régime alimentaire omnivore à base de plantes en C3 et pauvre en viande. Des signatures isotopiques du soufre élevées suggèrent de plus une influence importante du climat et une humidité très certainement exacerbée. Dans un huitième chapitre, les connaissances acquises sur le climat et les pratiques alimentaires des individus de Thézy-Glimont seront exploitées pour étudier l'utilisation, notamment, de la composition isotopique de l'hydrogène comme proxy climatique et de régime alimentaire. Enfin, dans un neuvième chapitre, une étude isotopique multi-proxy réalisée sur les individus du site guerrier de Ribemont-sur-Ancre permettra de retrouver l'origine géographique des individus et de proposer une différence de statut social détectée par un accès plus ou moins

## Introduction générale

privilegié à la viande. Tout au long de ce manuscrit de thèse, l'ensemble des résultats seront discutés afin d'illustrer les bénéfices réciproques apportés par l'étude conjointe de l'archéologie et de la géochimie isotopique, et des perspectives de développement seront proposées.





## **Chapitre 1 : Connaissances actuelles sur la civilisation gauloise et son environnement**

### **I. Histoire, organisation de la société et traditions**

#### **A. Histoire des Gaulois : de l'arrivée sur le territoire à la conquête romaine**

##### **1. Les sources des connaissances sur les peuples gaulois**

Jean-Louis Bruneaux (2005), dont l'ouvrage a constitué l'une des principales sources pour la rédaction de cette partie, écrit : « Peuple sans écriture, les Gaulois sont des peuples sans histoire propre ». Ces derniers, dès le III<sup>ème</sup> siècle BCE, ont fait le choix délibéré d'une culture orale, développée et diffusée par les druides. Cette culture attira l'attention des contemporains grecs et romains, qui s'y intéressèrent et qui, pour leur part, laissèrent des écrits (Figure 1). Deux grandes sources sont à l'origine des connaissances actuelles sur les peuples gaulois : la première est « La Guerre des Gaules » ou en latin « *De Bello Gallico* » par Jules César. C'est sur cet ouvrage que la recherche scientifique s'est longtemps appuyée pour comprendre la culture des Gaulois. Néanmoins, ce discours est maintenant considéré comme biaisé, car il identifie le peuple étranger comme barbare et *via* un prisme « colonial ». Montaigne reprochait déjà, au XVI<sup>ème</sup> siècle, à César « les fausses couleurs de quoi il veut couvrir sa mauvaise et pestilente ambition » (Essais, II, 10). Cela a été la source de nombreuses erreurs de la part des historiens et des archéologues ainsi que d'une mauvaise conception de cette civilisation par le public européen (voir le commentaire de Duval, 1954). Jean Louis Bruneaux (2005) identifie, d'autre part, Poséidonios d'Apamée comme l'écrivain du Livre VI (qui décrit les Gaulois) de la « La Guerre des Gaules ». Ce philosophe grec a également contribué aux œuvres de Strabon ou Diodore de Sicile (livre XXIII de la Suite à Polybe, Histoires), bien qu'il n'ait circulé que dans la Gaule Aquitaine, qui a globalement toujours été sous influence romaine, et n'ait pas observé lui-même les sociétés guerrières gauloises. Les Romains, de manière générale, étaient trop peu intéressés par le monde qui les entourait et n'avaient pas les méthodes nécessaires pour décrire les peuples gaulois. Ils acceptèrent et intégrèrent les écrits de Poséidonios, le considérant comme représentatif des peuples qu'ils côtoyaient.

## Chapitre 1 : Connaissances actuelles sur la civilisation gauloise et son environnement

L'appellation même de « Gaulois » doit, en premier lieu, être discutée. On fait la distinction entre Celtes, Gaulois, Galates et Germains. Les premières traces retrouvées viennent des Grecs qui, au V<sup>ème</sup> siècle BCE, parlent de *Keltoi* pour désigner les habitants du nord-ouest de l'Europe, tandis que les Romains dès le IV<sup>ème</sup> siècle BCE appellent *Galli* les habitants du territoire appelé la *Galliae*. Ensuite, les Grecs désignent comme Galates (*Galatai*) l'ensemble des peuples Celtes. Les *Germani* (Germains), sont des peuples descendants également des Celtes mais occupant un territoire extérieur à celui considéré comme la Gaule. Le consensus actuel est de ne pas les considérer comme Gaulois, bien que cela puisse paraître artificiel (Brunaux, 2005). Ces termes seront utilisés tout au long de ce travail de recherche, bien qu'il faille garder à l'esprit qu'ils n'ont aucune valeur ethnologique.

	Auteur	Sujet abordé
-500	Hécatée	Villes et peuples en Gaule
	Himilcon	Côtes Atlantiques
-400	Hérodote	Les Élisukoï et Carthage
	Platon	Ivresse et intoxication des Celtes
	Éphore	Première histoire et ethnographie
	Aristote	Mœurs, constitution politique
	Pyhtéas	Côtes Atlantiques
-300	Timée	Histoire, mœurs, religion
	Citation de druides	<i>La magie</i>
-200	Caton	Origine des peuples, mœurs
	Polybe	Gaulois de Cisalpine
	Artémidore	Première géographie
	Valérius	Cimbres et Teutons
	Poséidonios	Première ethnographie, histoire, druides
-100	Alexandre	Philosophie, druides,
	Varron	Agriculture, chasse, histoire, mots gaulois
	Cicéron	Divination, lieux communs
	César	Histoire de la conquête
	Diodore	Histoire, géographie, ethnographie
	Timagène	Histoire, littérature épique, mythologie
	Nicolas de Damas	Histoire, mœurs
	Trogue – Pompée	Histoire, migrations
	Denys d'Halicarnasse	Invasions gauloises en Italie
	Tite-Live	Histoire générale
	Strabon	Géographie, mœurs
	Valère	Mœurs remarquables
Jésus-Christ		
	Pomponius	Géographie de la Gaule
	Lucain	Guerre civile, religion
	Pline le Naturaliste	Géographie, ethnographie, nature, religion
	Silius Italicus	Guerre punique, mœurs
	Tacite	Ethnographie des Germains
	Plutarque	Invasions en Italie, mœurs
100	Florus	Histoire
	Arrien	Chasse
200	Pausanias	Gaulois en Grèce
	Diogène	Philosophie, druides
	Athénée	Mœurs culinaires

Figure 1 : Sources littéraires antiques concernant les Gaulois (d'après Brunaux, 2005).

## 2. Premières traces des Celtes

Les Gaulois appartiennent à un ensemble de peuples appelés Celtes, qui occupaient toute l'Europe. Leur émergence est généralement datée du début de l'Âge du Fer ( $\approx 800$  BCE), mais de nombreuses traces et productions archéologiques témoignent de l'empreinte des premiers Celtes dès la fin de l'Âge du Bronze (Kristiansen et Larsson, 2005). La civilisation celtique trouverait son origine dans un peuple « indo-européen », qui devait s'étendre sur toute l'Europe et l'Asie occidentale depuis la seconde moitié du II<sup>ème</sup> millénaire (Forster & Toth, 2003). La sédentarisation des Gaulois commence à partir du VII<sup>ème</sup>-VI<sup>ème</sup> siècle BCE, et est caractérisée par de grandes structures, appelées tertres ou tumulus funéraires, généralement spacieuses et luxueuses. Ces structures sont associées à la culture du Hallstatt, qui correspond à une nécropole située en Autriche (Hodson, 1977), avec notamment la tombe de la princesse de Vix (Joffroy, 1954) et celle du prince de Hochdorf (Verger, 2006). La fouille des habitats fortifiés met en évidence des relations étroites entre le monde hallstattien et les civilisations méditerranéennes proches, comme les Grecs ou les Étrusques. La civilisation hallstattienne disparaît brusquement à la fin du VI<sup>ème</sup> siècle BCE, pour des raisons encore mal connues, tandis que la civilisation suivante, appelée civilisation laténienne, prend de plus en plus d'ampleur.

La civilisation laténienne, d'après le site de La Tène en Suisse (Kaeser, 2019), est associée au Second Âge du Fer (V<sup>ème</sup> au I<sup>er</sup> siècle BCE). Elle est marquée par une culture matérielle commune et caractéristique observée dans le mobilier, la céramique, l'armement, l'outillage, mais aussi dans les installations de la vie religieuse. La civilisation laténienne est celle des Gaulois. Plusieurs systèmes chronologiques ont été utilisés pour définir la période laténienne, s'appuyant essentiellement sur l'analyse des mobiliers funéraires (Duval *et al.*, 1976). Trois grands systèmes coexistent : le premier, celui d'Otto Tischler, fut proposé à un congrès en 1881 (Sørensen *et al.*, 2006). Il fut ensuite modifié par celui de Joseph Déchelette (Déchelette, 1914) qui y ajouta une période (La Tène IV pour les Îles britanniques). Un troisième système fut proposé par Paul Reinecke, au départ pour le sud de l'Allemagne (Reinecke, 1902). Ces trois chronologies coexistent aujourd'hui (Tableau 1) et seront utilisées, bien que le système de Reinecke soit plus employé (mais pas uniquement) par les chercheurs travaillant sur les territoires de Gaule du Nord (Delestrée & Fercoq Du Leslay, 2018). Il est nécessaire de garder à l'esprit que les phases et les dates présentées sont des constructions idéalisées, qui essaient de placer des ruptures nettes sur des événements d'évolution de culture matérielle qui sont, par définition, progressifs. Au début du Second Âge du Fer, les Gaulois ne peuvent pas encore être

distingués des Celtes. Leur nom va rapidement apparaître dans les écrits romains et grecs quand commencent les invasions.

Système de Tischler	Système de Déchelette	Système de Reincke		Bornes temporelles	
La Tène Ancienne	La Tène I	La Tène A		480/450 BCE → 400 BCE	
		La Tène B	B1	400 BCE → 320 BCE	
			B2	320 BCE → 260 BCE	
La Tène Moyenne	La Tène II	La Tène C	C1	C1a	260 BCE → 230 BCE
				C1b	230 BCE → 200 BCE
			C2	200 BCE → 150 BCE	
La Tène Récente	La Tène III	La Tène D	D1	D1a	150 BCE → 120 BCE
				D1b	120 BCE → 80 BCE
			D2	D2a	80 BCE → 60/50 BCE
				D2b	60/50 BCE → 40/30 BCE

Tableau 1 : Chronologie du Second Âge du Fer ou de La Tène en Gaule.

D'après Delestrée & Fercoq Du Leslay (2018).

### 3. L'arrivée des Celtes en Gaule

Tite-Live (Histoire Romaine, V, 33-55) est le premier à raconter, *via* une légende, les invasions des peuples celtes en Gaule. Son récit pose un problème temporel, car il lie un personnage à Tarquin l'Ancien (fin du VII<sup>ème</sup> siècle BCE), tandis que cette invasion n'a pu se réaliser que pendant La Tène, à partir du IV<sup>ème</sup> siècle BCE. L'ensemble du passage est donc régulièrement remis en cause (voir Hatt, 1960). Tite-Live raconte qu'Ambigat, roi des Bituriges, connaît une crise liée à la surpopulation. Il envoie alors son peuple à la conquête de nouveaux territoires, ce qui les conduit à envahir l'Italie. Le peuplement par les Gaulois du territoire Européen semble avoir été réalisé par vagues, de manière très hétérogène. Au IV<sup>ème</sup> siècle BCE, Rome est assiégée et occupée pendant 7 mois par les Sénons et ne fut libérée qu'au prix d'une forte rançon exigée par le chef Brennus. Polybe (Histoires, II) indique alors que les Gaulois seraient repartis sur leurs terres au nord de l'Italie. Dans la Gaule centrale, un noyau de peuples anciens, que César appelait la Gaule Celtique, occupe le centre et l'est de la France depuis au moins le V<sup>ème</sup> siècle BCE. Dans le sud-ouest se trouvent des populations dites mixtes : on parle de Celtibères (mélange de populations celtes et ibériques) regroupés sous le terme d'Aquitains. De même, dans le Bassin provençal et en Ligurie, les auteurs grecs parlent de peuples celto-ligures. À la

fin du IV<sup>ème</sup> siècle BCE, de nouvelles invasions dans le nord de la Gaule sont menées par les tribus belges, par peuples successifs, et constituent un apport important de populations. Les tribus entretiennent leurs relations par la guerre, le commerce, ou le mariage. César, pour des raisons notamment politiques, définit le pays Gaulois, ou Gaule, bien que celle-ci ne recouvre aucune réalité historique, dans La Guerre des Gaules (I, 1) : « La Gaule tout entière est divisée en trois parties : l'une est habitée par les Belges, l'autre par les Aquitains, la troisième par ceux qui dans leur propre langue se nomment Celtes et que nous appelons Gaulois. Ils diffèrent tous entre eux par la langue, les coutumes et les lois » (Figure 2).

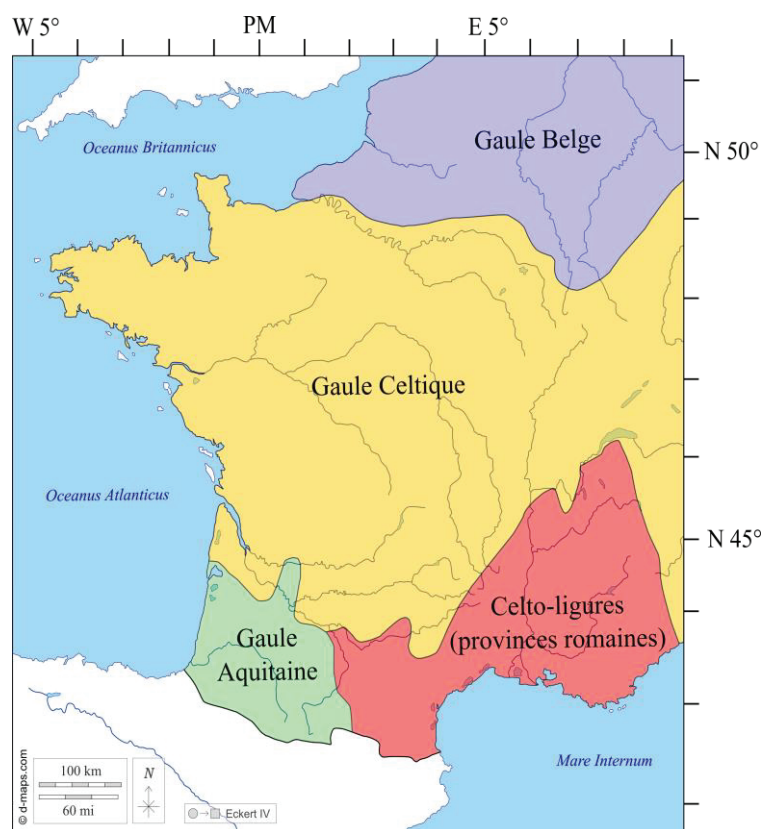


Figure 2 : Carte de la Gaule indépendante, entre 125/120 BCE (conquête du Midi qui devient province romaine) et 50 BCE (conquête des trois Gaules, Celtique, Belgique et Aquitaine).

D'après Duval (1989).

#### 4. Guerres tribales et la conquête par l'Empire romain

On distingue deux grands « empires » dans la Gaule : la Gaule centrale et méridionale (Gaule Celtique), sous l'autorité du peuple Arverne, et la Gaule septentrionale et occidentale (Gaule Belge) gouvernée par les Rèmes puis les Suessions. En Gaule occidentale, les conflits sont

## Chapitre 1 : Connaissances actuelles sur la civilisation gauloise et son environnement

surtout internes et territoriaux entre peuples gaulois, notamment avec les guerres tribales et invasions des peuples belges. Celles-ci, en plus d'agrandir les territoires, servent également à entretenir les liens, à nouer des relations forcées *via* la prise d'otage et à entretenir les vertus guerrières des Belges (Chapitre 9). Au milieu du II<sup>ème</sup> siècle BCE, les Éduens, avec l'aide de Rome, renversent l'autorité arverne en Gaule Celtique et déstabilisent l'ensemble de la région. En parallèle, les tribus germaniques des Cimbres et Teutons descendent vers le sud, sont arrêtées par les Belges et se dirigent ensuite vers Rome. S'ensuit une série d'affrontements qui s'achève par la victoire de Rome lors des batailles d'Aix-en-Provence en 102 BCE et de Verceil en 101 BCE. Ces affrontements ravagèrent la Gaule centrale, et conduisirent aux premières « proto-urbanisation » avec la création de places fortes appelées *oppida*.

Dès 58 BCE, César renforce l'armée du peuple Éduen et, avec leur aide, commence la conquête des territoires du Nord. Après avoir défait les différents peuples belges et germains, il circonscrit entièrement la Gaule Celtique en 53 BCE. Les peuples gaulois commencent alors à se rassembler sous l'autorité du noble arverne Vercingétorix, et infligent une lourde défaite à César lors de la bataille de Gergovie en 52 BCE grâce à la stratégie de la terre brûlée.

Quelques mois plus tard, Vercingétorix, n'arrivant pas à stopper l'armée romaine, trouve refuge dans l'Oppidum d'Alésia, dont César entreprend de tenir le siège entre juillet et septembre 52 BCE. Peu après, Vercingétorix capitule et s'offre en victime expiatoire. La conquête définitive de la Gaule est actée en 50 BCE, tandis que les Éduens, les Arvernes et certains peuples belges sont épargnés en gage de leur courage et de leur influence.

### 5. La Gaule sous l'influence de Rome

En 50 BCE, César proclame la Gaule province romaine, mais laisse à chaque peuple la gestion de son territoire ainsi que l'ensemble de ses organisations politiques et religieuses. Les Gaulois sont alors employés par les Romains, du fait de leur réputation en tant que guerriers. Sous le consul d'Auguste, le territoire gaulois est divisé en quatre provinces : *Gallia Belgica*, *Gallia Lugdunensis*, *Gallia Aquitania* et *Gallia Narbonensis* (Figure 3). Un ensemble de routes, qui fut notamment l'œuvre d'Agrippa, est construit afin de faciliter les échanges entre les provinces. Le clergé gaulois fut également modifié par Auguste : les druides étant généralement des nobles aspirant au modèle romain, il interdit de cumuler les deux fonctions, provoquant ainsi l'appauvrissement, puis la disparition de la mémoire religieuse et culturelle des Gaulois au détriment de la religion romaine. Ces phénomènes sont en partie à l'origine du manque de connaissances actuel sur ces populations.

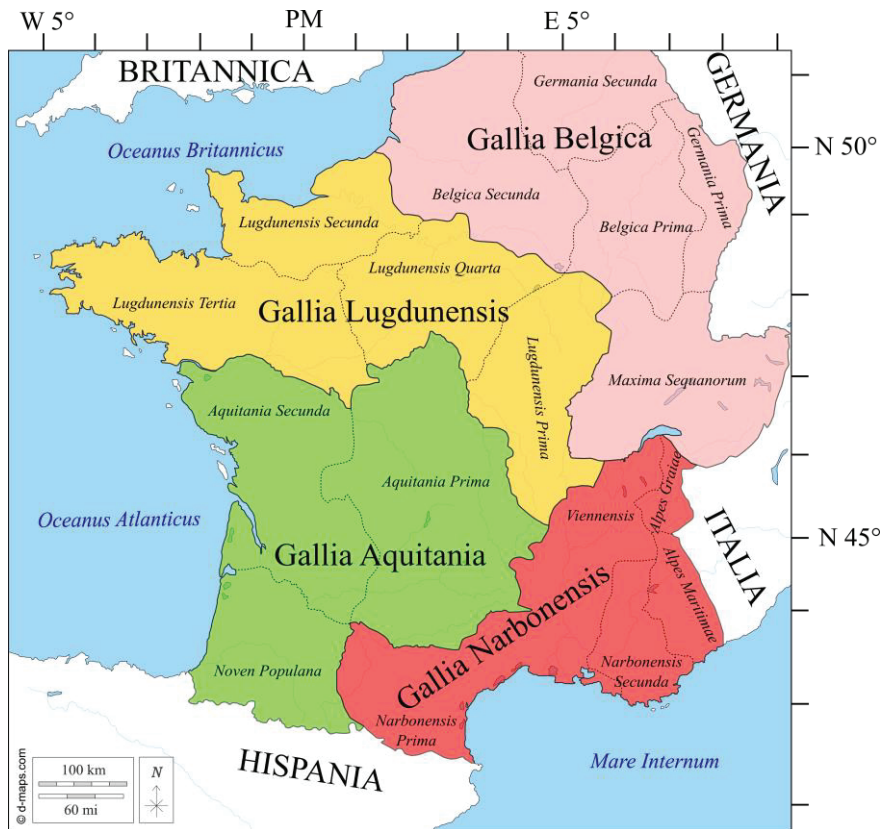


Figure 3 : Carte de la Gaule et des provinces romaines après la conquête, telles que décrites par César (*Guerre des Gaules*). D'après Butler (1907).

## B. Organisation de la société gauloise et vie économique

Les peuples gaulois vivant en grande autonomie sur leur territoire, il est difficile de parler d'un seul modèle de société, des situations politiques très diverses pouvant être observées. Néanmoins, des caractéristiques communes semblent être observées à l'échelle du territoire gaulois.

### 1. De la famille à la tribu

La famille gauloise est organisée autour du père qui comme le *paterfamilias*, avait droit de vie et de mort sur sa femme et sur ses enfants. De manière traditionnelle, les familles celtes se réunissent en tribus, qui peuvent rassembler d'une dizaine à plusieurs centaines de milliers d'individus. Camille Jullian (1908) la définit comme « un ensemble de familles et d'êtres obéissant à des chefs communs, associés sous un seul vocable, lié par des résolutions



collectives, vivant d'une existence semblable et voisinant sur la même terre ». Un État s'exerce à son niveau et importe par son nombre de représentants et de guerriers.

Les regroupements et fédérations des tribus sont certainement une réaction aux invasions du V<sup>ème</sup> et IV<sup>ème</sup> siècle BCE, et conduit à ce que César appelle des *civitates* ou *pagi*. Il s'agit d'une notion juridique romaine qui englobe le citoyen et son habitat dans le contexte d'un territoire particulier (Figure 4). Les tribus gardaient cependant le contrôle de leur territoire ainsi que leur propre armée.

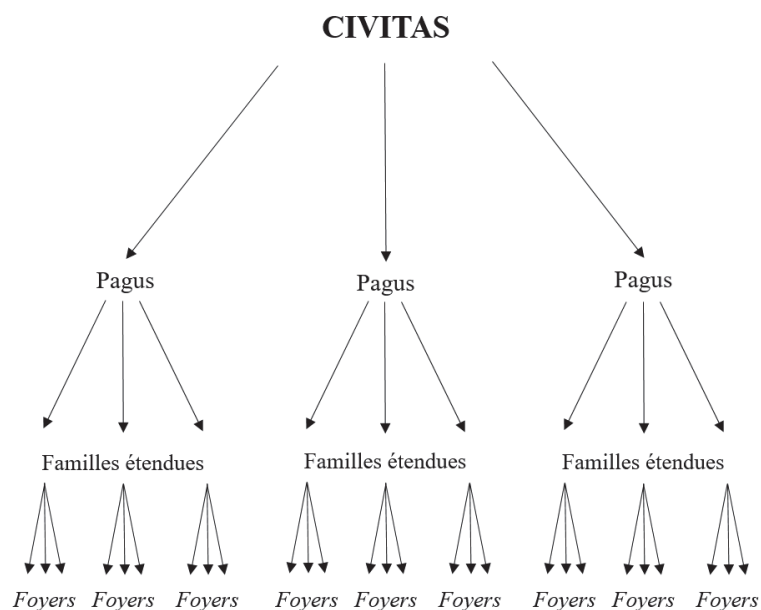


Figure 4 : Schéma simplifié décrivant les structures sociopolitiques en Gaule durant le Second Âge du Fer. D'après Rose & Fernández-Götz (2019).

Les limites territoriales des *civitates* sont difficiles à définir précisément, mais correspondent généralement à des territoires cohérents politiquement et géographiquement (Fichtl, 2004, Chapitre 2).

## 2. Les classes sociales

La connaissance sur les classes sociales gauloises vient de César (La Guerre des Gaules, VI). Les individus se divisent entre Hommes libres et esclaves. Tandis que ces derniers n'interviennent pas dans la société, les Hommes libres se répartissent en trois classes bien définies : les druides, les « chevaliers » (*equites*) et les plébéiens. Les druides, généralement nobles, remplissent les fonctions de savant, d'éducateur et de législateur. Les *equites* bénéficient du statut de guerrier et ont donc le privilège de faire la guerre, ce qui leur assure

une situation sociale avantageuse ainsi qu'une place dans la vie politique. Enfin, la plèbe regroupe les Hommes libres n'appartenant à aucune grande et ancienne famille et compose la majorité des paysans et artisans. Le clientélisme est une pratique très instaurée en Gaule, notamment dans la plèbe. Par ce processus, les individus échangent leur pouvoir civique contre des services ou des biens. Une forme particulière de clientélisme est le compagnonnage guerrier, évoqué par Polybe (Histoires, II) : « Ils mettent le plus grand soin à former des compagnies parce que chez eux l'homme le plus craint et le plus puissant est celui qui passe pour avoir le plus de serviteurs et de compagnons ». Les compagnons accompagnent alors leurs maîtres et le suivent dans la victoire comme dans la défaite (Chapitre 9).

### 3. L'organisation du territoire

Les Gaulois n'ont pas la conception d'un pays propre avec des limites précises mais adoptent plutôt un mode de vie semi-nomade ou semi-sédentaire. Leur exploitation du territoire, caractérisée par des pratiques d'élevage et agricoles intenses, les poussent à constamment s'étendre et conquérir de nouvelles terres. L'organisation la plus courante du territoire est le regroupement de paysans dans des fermes, comprises dans des domaines de plus grande dimension appelés « résidences aristocratiques », appartenant généralement à des propriétaires nobles. Par exemple, on peut citer les résidences de Montmartin (Méniel et Brunaux, 1997) et de Paule (Menez et Arramond, 1997). Durant le II<sup>ème</sup> siècle BCE apparaît une nouvelle forme d'habitat : l'*oppidum*, qui correspond à un habitat groupé et fortifié. L'*oppidum* le mieux connu est celui de Bibracte (voir Gallia - Tome 55, 1998). Les *oppida* sont notamment utilisés par les populations durant la Guerre des Gaules.

Les sanctuaires sont des lieux de culte publics retrouvés dès le III<sup>ème</sup> siècle BCE et jusqu'à la conquête romaine. Ce sont de grandes enceintes dans lesquelles se trouve un espace végétal, naturel ou artificiel (par exemple, des représentations d'arbres sur l'*oppidum* de Manching, Fichtl, 2004). Au centre du sanctuaire se trouve l'autel, où les activités rituelles sont réalisées. L'enclos dans le sanctuaire, hormis l'autel et le bosquet (bois sacré), est vide. Cela permettait la réalisation des rites de sacrifices et surtout les banquets qui y étaient associés (Poux, 2002). Le sanctuaire structure le territoire, et représente un lieu de réunion et de passage pour la population. Bien qu'il semble exister des lieux de culte dans les habitats, ils restent très peu connus.

Habitats groupés, *oppida* et sanctuaires ne sont pas connus de la même manière sur tout le territoire. Ainsi, dans le nord de la Gaule, les sites fortifiés n'ont jamais fait l'objet de fouilles approfondies, contrairement à la Gaule centrale avec la découverte des sites de Bibracte ou d'Alésia. À l'inverse, la recherche sur les sanctuaires y a été particulièrement développée dès les années 1980, avec les fouilles de Gournay sur Aronde (Brunaux *et al.*, 1980) et de Ribemont-sur-Ancre (Chapitre 9).

### **4. L'activité guerrière**

Les Gaulois se définissent eux-mêmes comme guerriers, et ce statut leur est reconnu par l'ensemble des peuples voisins, comme observé par Aristote (Politique, 1234a) : « La valeur guerrière est un honneur chez les Scythes, les Perses, les Thraces et les Celtes ». Chez ces peuples, comme beaucoup d'autres considérés comme « belliqueux », la guerre est un mode de vie, qui implique l'ensemble de l'entourage du guerrier (sa famille, ses compagnons, ses clients, ses débiteurs) et permet à celui-ci d'accumuler de la richesse, notamment des terres et des esclaves. Au début du Second Âge du Fer, la plupart des expéditions ont pour objectif le pillage et la conquête des terres, le vol des biens et la capture des troupeaux. Cette pratique a notamment été employée par les populations belges. Dès le V<sup>ème</sup> siècle BCE, les Gaulois tirent profit de leur réputation belliqueuse en se faisant employer par les peuples voisins comme mercenaires. Des peuples gaulois appelés « Gésates », se spécialisent même dans le mercenariat. À partir du II<sup>ème</sup> siècle BCE, cette pratique s'étend aux relations entre peuples gaulois, de manière comparable au clientélisme précédemment décrit. Ainsi, les Bellovaques mettent régulièrement leur force armée à disposition des Éduens en échange de biens qu'ils ne peuvent pas produire, comme le vin. L'économie mise en place durant le Second Âge du Fer est donc simultanément une économie de guerre et agricole. L'Empire romain en tirera profit après la conquête, en exigeant de la Gaule qu'elle fournisse ses soldats, son bétail et ses céréales. Les autres secteurs d'activité restent marginaux, avec un développement économique surtout local.

### **5. Le commerce**

Une forme de proto-commerce n'a été développée en Gaule que tardivement, les Gaulois étant plus portés sur la puissance que sur la possession d'objets. Polybe dit à leur sujet (Histoires, II) : « Ils habitaient des villages non fortifiés et ils étaient étrangers à toute forme d'industrie ; couchant sur des litières, ne mangeant que de la viande, pratiquant seulement la guerre et

l'élevage, ils menaient une vie primitive, et ne connaissaient aucune sorte de science ni d'art. Leur avoir personnel consistait en troupeaux et en or, parce que c'étaient les seules choses qu'ils pouvaient facilement emmener et transférer partout à leur gré dans leurs déplacements ». Les Gaulois ne sont pas des commerçants, néanmoins des circuits de transit, principalement fluviaux, ont été mis en place pour exporter vers le sud des matières premières comme l'étain. Ces grandes voies étaient peu nombreuses mais avec un trafic intense (Figure 5). Les Gaulois ont également pu contrôler la circulation des marchandises sur leur territoire et prélever des droits de passages, ce qui peut être conçu comme une forme indirecte de commerce. Des ports étaient aménagés et permettaient les échanges avec les civilisations méditerranéennes et les Îles britanniques. D'après Strabon (Géographie, IV, 2, 1) Scipion Emilien (début du II<sup>ème</sup> siècle BCE) visite et rencontre les habitants de deux célèbres ports gaulois : ceux de *Narbo* (Narbonne) et *Corbilo* (autour de Nantes). Plus au nord le port appelé *Ition*, ou *Portus Itius* par César, fait le lien avec les Îles britanniques. Les Gaulois achètent des matières premières, les minerais surtout, et importent des bijoux et du vin de la Méditerranée. Parmi les peuples gaulois, les Belges sont très peu enclins au commerce. Les Germains y seraient même hostiles.



Figure 5 : Les principaux marchés gaulois au début du I<sup>er</sup> siècle BCE.

D'après Cunliffe (1993) et Roman (2009).

## 6. L'agriculture

L'agriculture en Gaule, bien qu'elle bénéficie d'un riche territoire, n'a jamais été valorisée par les Gaulois, dont l'élite semblait mépriser les travaux agricoles au profit de la guerre. Cicéron (De la République, III, VII) caricature : « Les Gaulois trouvent honteux de se procurer du blé par le travail. Aussi vont-ils, les armes à la main, couper la moisson sur le champ d'autrui ». L'élevage était cependant plus considéré car la qualité des troupeaux représentait un signe extérieur de puissance. L'augmentation de la population dans les derniers siècles de l'indépendance conduit à la recherche de nouvelles terres à exploiter, à l'enrichissement du sol par l'utilisation d'engrais et à l'élaboration de nouvelles techniques de labourage (Brunaux, 2005). Ce développement fut possible grâce à des conditions climatiques favorables, globalement chaudes et humides (Chapitres 6 et 7). L'exploitation du territoire est réalisée par des Hommes libres, sur la propriété d'un particulier, généralement de la classe des *equites*, noble ou guerrier. Autour de la propriété foncière (villa du maître), située au centre, est exploité un ensemble de fermes. La superficie du domaine semble représenter la qualité des terres et la position sociale de son tenancier (Carron, 2016). Comme précisé précédemment, les animaux d'élevage sont le symbole de richesse extérieure du monde rural : c'est au nombre de chevaux et de bovidés, ainsi qu'au nombre de clients et de terres qu'on mesure la fortune d'une famille. Les chevaux servent à la guerre et à la chasse, privilège des nobles. Les bovidés, travaillant aux champs, entrent dans l'alimentation des plus riches et sont consommés plus particulièrement dans les grands banquets guerriers ou religieux. Ovins, caprins et porcs sont plus répandus dans la population agricole et chaque ferme en possède un certain nombre en fonction de sa taille. Ils sont à la base des pratiques alimentaires en territoire gaulois.

### C. La Gaule du Nord indépendante : organisation, pratiques alimentaires et conséquences de la conquête

Lorsque l'on s'intéresse aux pratiques culturelles et traditionnelles des Gaulois, arrive rapidement le problème de l'hétérogénéité des peuples que l'on rassemble sous ce terme. Les peuples de la Gaule Belge, ou Gaule du Nord, sont de culture celtique davantage que germaniques. Dirigés par une aristocratie guerrière, leur organisation repose sur une agriculture très développée pratiquée dans des domaines ouverts, déjà fortement déboisés, au sein de fermes isolées ou groupées (Defgnée & Munaut, 1996 ; Lepetz & Matteredne, 2003). Très peu de

sites fortifiés, ou alors très tardifs, sont connus dans cette région. Très éloignés de la méditerranée, les Belges n'avaient que peu de rapports avec Rome (Fichtl, 1996), ce qui entrainera un fort contraste culturel lors de la conquête, car l'Empire romain a intégré de nombreuses pratiques et traditions liées à son expansion en Méditerranée orientale et en Afrique du Nord (André, 2009). Les pratiques culturelles gauloises sont encore peu connues, du fait de l'absence de témoignages écrits directs. La compréhension de ces dernières, ainsi que de leur adaptation, lors de la conquête, au modèle de Rome constituent de grands défis pour l'archéologie moderne.

### 1. Organisation territoriale de la Gaule du Nord

La Gaule du Nord recouvre les terrains géologiques calcaires du Bassin parisien, composés de limons, de craie et d'argiles à silex. Il s'agit d'un terrain avec peu de reliefs, hormis la Basse-Normandie rattachée au Massif armoricain. La déforestation y fut intense dès le Néolithique, et le paysage devait être aussi découvert qu'il ne l'est maintenant (Blancquaert *et al.*, 2011). Cette région est également proche de la Manche, dont l'influence climatique est très forte (Chapitres 6 et 7). Au Premier Âge du Fer et pendant les premières périodes de La Tène, les plateaux ne sont quasiment pas habités, contrairement aux vallées et aux côtes qui sont plus ou moins densément peuplées. Les vallées de la Seine, de l'Aisne et de l'Oise étaient particulièrement empruntées, car elles fournissaient de grands canaux de communication ainsi que de larges plaines alluviales facilement cultivables. L'occupation générale du territoire n'intervient qu'au cours de La Tène C, en lien avec l'arrivée des peuples belges, et va de pair avec la mise en culture de l'ensemble du territoire. Cette arrivée va également marquer la création de nombreux sanctuaires, dans ce qui était auparavant considéré comme un désert culturel. Les peuples belges colonisent les nouvelles régions *via* un processus violent, dominant les populations, et entretiennent leur pouvoir par des symboles puissants, comme les *tropaions* (trophées), les sanctuaires guerriers, et un culte public à forte connotation militaire. C'est une potentielle explication à l'absence générale d'*oppida* dans cette région entre la fin du IV<sup>ème</sup> siècle BCE et le II<sup>ème</sup> siècle BCE, comme si la réputation guerrière soigneusement entretenue suffisait à la défense du territoire (Brunaux *et al.*, 2003). L'occupation de la Gaule du Nord est bien connue pour trois *civitates* belges : les Bellovaques, les Ambiens et les Viromanduens (Figure 6). Le travail effectué dans le cadre de cette thèse s'intéresse à deux installations ambiennes : les sanctuaires de Thézy-Glimont et de Ribemont-sur-Ancre (Chapitre 2).

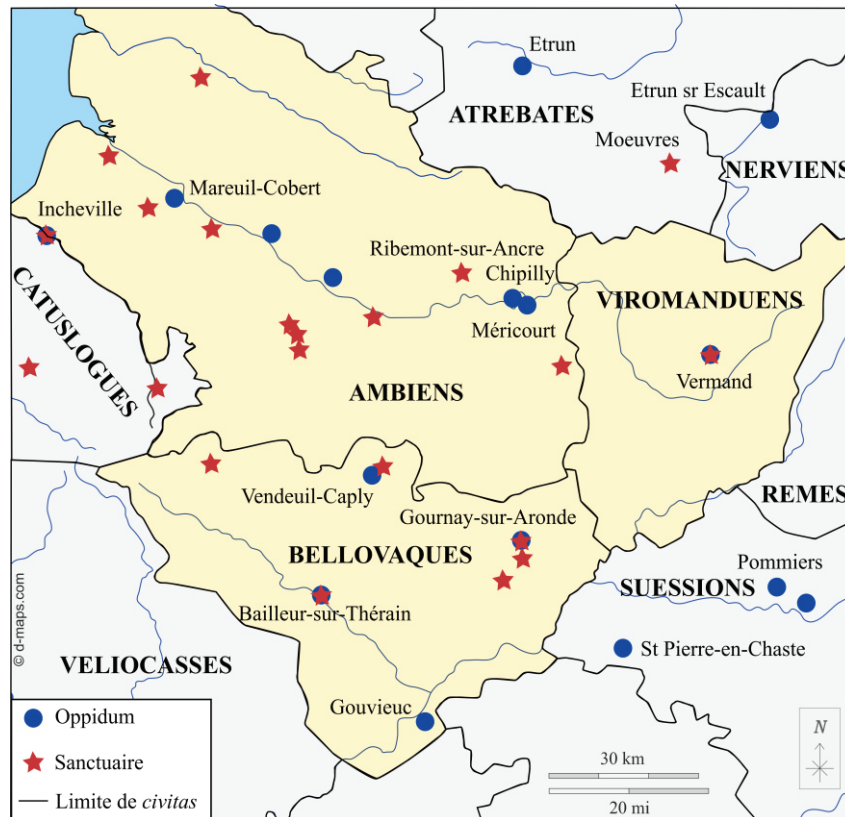


Figure 6 : Organisation des territoires des civitates de Gaules du Nord, et principaux monuments.

D'après Fichtl (2004).

## 2. Pratiques alimentaires en Gaule du Nord

L'alimentation est souvent considérée comme l'un des marqueurs culturels les plus pertinents des civilisations humaines. Chacune développe ses besoins en termes d'alimentation, qui se traduisent par la manière d'acquérir la nourriture et de préparer les aliments. Des échanges culturels peuvent se produire à l'occasion de voyages, de contacts commerciaux ou de conquêtes militaires.

Concernant les peuples gaulois, les seules sources directes proviennent des restes alimentaires retrouvés sur les sites archéologiques et les traces retrouvées sur les instruments de cuisine. On dispose également de témoignages de voyageurs de l'Antiquité, comme par exemple Strabon (Géographie, IV, 1,2) : « La Gaule produit une grande quantité de froment, de millet, de glands et nourrit toute espèce de troupeaux » ou Athénée de Naucratis (Les Deipnosophistes, IV, 151-152) : « Leur nourriture consiste en un petit nombre de pains et en de nombreuses viandes bouillies ou cuites sur des charbons et des broches [...] ils servent des poissons vivant soit dans les rivières, soit dans les deux mers intérieure et extérieure, cuits avec du sel et du vinaigre et

du cumin qu'ils mettent également dans la boisson. Mais ils ne servent pas d'huile à cause de sa rareté et parce que le manque d'habitude la leur fait paraître désagréable ». Les auteurs notent l'importance de l'élevage en Gaule, qui explique la grande consommation de viandes et de laitages.

### *i. Agriculture des céréales et des légumes*

Les pratiques agricoles durant l'Âge du Fer sont connues grâce à l'archéobotanique, notamment la palynologie qui informe sur la nature du paysage, et la carpologie qui permet de connaître la nature des macrorestes végétaux retrouvés sur les sites archéologiques. Dans le nord de la Gaule, le terrain limoneux est propice au développement d'une agriculture céréalière, mais moins à la conservation des macrorestes. Des études de synthèse sur ce territoire (Matterne, 2000 ; Zech-Matterne *et al.*, 2007) montrent la variété des espèces cultivées. On retrouve plusieurs espèces de blé (*Triticum*) et d'orge (*Hordeum*) introduites dès l'apparition de l'agriculture en Europe. D'autres, comme le pavot (*Papaver*), résultent d'une domestication européenne à partir d'un ancêtre sauvage autochtone. Durant La Tène, plusieurs espèces sont apparues et se sont répandues comme le seigle (*Secale cereale*) et les avoines cultivées (*Avena sativa*). Les situations régionales en matière d'agriculture semblent très diversifiées et adaptées aux conditions locales. À partir du IV<sup>ème</sup> siècle BCE, la polyculture disparaît, le millet est délaissé pour laisser place aux cultures d'orge, d'amidonner et d'épeautre (Zech-Matterne *et al.*, 2009). Ces changements sont à mettre en lien avec l'arrivée des Belges en Gaule du Nord, ce qui modifie les modes d'occupation du territoire (Blancquaert *et al.*, 2011). Il semble y avoir une légère prohibition de l'alimentation d'origine sauvage chez les peuples gaulois. On retrouve comme plantes cultivées le pois (*Pisum sativum*), la lentille (*Lens culinaris*), le navet (*Brassica rapa*) et des oléagineux comme le lin (*Linum usitatissimum*) et la cameline (*Camelina sativa*) (Lepot, 2014).

### *ii. Élevage et consommation de viande*

Les connaissances sur l'alimentation carnée proviennent de l'archéozoologie, dont les études se sont multipliées sur les sites de l'Âge du Fer. La culture gauloise est enracinée dans les modes de production du Néolithique et se base essentiellement sur les produits de la ferme. L'alimentation carnée est composée de la triade bœuf (*Bos taurus*), porc (*Sus scrofa domesticus*) et mouton (*Ovis aries*). La viande de porc est privilégiée de façon générale, que ce



soit fraîche ou en salaison (Méniel, 2005). Ces animaux semblaient vivre en semi-liberté dans les villages ou les établissements ruraux (Malrain *et al.*, 2002). Le bœuf n'était pas seulement une source de viande, mais également une force pour tracter ou porter des charges lourdes. Les jeunes bovidés semblent particulièrement appréciés dans les contextes aristocratiques ou religieux. Des variations régionales dans la consommation carnée peuvent être observées en Gaule du Nord : on observe en Picardie et dans l'Aisne une prédominance du porc suivi par le bœuf, tandis que plus au nord, les ovicapridés sont retrouvés en plus grand nombre (Méniel, 1987, 1988). Ces changements dans les pratiques d'élevage pourraient être liés à une différence de terroir (Lepot, 2014) mais pour Lepetz (1996) cela permet de répondre aux besoins économiques de la population (par exemple, l'élevage de bœufs répond également à des besoins de travail dans les champs). Les ovins pourraient également servir à produire de la laine et du lait, comme en atteste la présence d'individus âgés et très certainement réformés (Méniel, 1987). Le cheval (*Equus caballus*) et le chien (*Canis lupus familiaris*) sont consommés, bien qu'ils soient également élevés pour la guerre et la chasse. La consommation de chien serait liée à la régulation de populations autour de l'habitation (Lepetz, 2010), tandis que la consommation de cheval diminue lorsque le statut social des occupants des établissements ruraux s'améliore (Malrain *et al.*, 2002).

Le rôle de la basse-cour dans l'économie et dans l'alimentation des occupants est souvent méconnu et probablement sous-estimé. Cela est notamment dû à la taille des os de volaille, plus sensibles à la taphonomie et plus susceptibles de ne pas être récoltés lors des fouilles. Le coq domestique (*Gallus gallus*) et l'oie (*Anser anser domesticus*) sont consommés, l'oie étant commune dans les villes, beaucoup plus rare dans les sites ruraux. Le canard (*Anas platyrhynchos forma domesticus*) et le pigeon (*Columbia livia forma domesticus*) sont retrouvés, mais il subsiste un doute sur leur caractère domestique (Lepetz, 2010).

La chasse est tout à fait marginale (environ 5 % de la viande consommée, voir Méniel, 1988) et concerne principalement les cervidés, les lièvres et les corvidés, dont la chasse est ludique. Le sanglier (*Sus scrofa*) est, malgré l'imaginaire collectif, bien moins présent, notamment car la chasse est rendue dangereuse par son naturel agressif. Cette activité cynégétique semble réservée à l'élite guerrière.

La consommation de poisson durant la période laténienne est mal connue. Selon Posidonios d'Apamée (Les Deipnosophistes, IV, 152), les Gaulois consomment peu de poisson à l'exception de ceux qui habitent près de la mer. L'étude de Dobney et Eryvynck (2007) montre que le poisson n'était que peu consommé par les peuples gaulois dans les Îles britanniques. Ici également un biais taphonomique ainsi que l'absence de tamisage lors des études

archéozoologiques peuvent être suggérés, mais cela ne serait pas suffisant à expliquer l'absence globale de restes de poissons sur les sites situés à l'intérieur des terres en Gaule septentrionale (Lepot, 2014). Bien que la pêche soit attestée sur des sites côtiers, notamment le long de la côte atlantique (comme le site armoricain de Port-Blanc, Daire *et al.*, 2006), très peu d'informations sont disponibles sur la consommation de poisson d'eau douce, les pratiques de pêche et les échanges commerciaux de cette ressource.

### *iii. La consommation de boissons*

La bière est la boisson la plus ancienne, la plus commune et la plus répandue en Gaule (Laubenheimer *et al.*, 2003). Elle est considérée par les Grecs et les Romains avec mépris comme la boisson traditionnelle des Gaulois. Pline l'Ancien (Histoire naturelle, XIV, 29, 149) écrit que « Les peuples de l'Occident ont aussi leur ivresse, grâce à la macération des grains. Les Gaules et les Espagnes en font de très nombreuses boissons dont les noms sont divers, mais la technique identique. Les Espagnes nous ont même appris que ces breuvages pouvaient vieillir. L'Egypte aussi s'est donné de semblables boissons de grains, et l'ivresse ne néglige aucune partie du monde, puisqu'on prend purs de tels sucs, sans les tempérer en les diluant comme on fait pour le vin. C'était pourtant, ma foi, des céréales que la terre y paraissait produire. Las ! Admirable génie du vice ! On y a trouvé le moyen de rendre aussi l'eau enivrante ! ». Plusieurs types de bières sont produits, notamment de la bière de froment et de la bière d'orge (Laubenheimer *et al.*, 2003). Les techniques de maltage par séchage sont connues. Très peu d'établissement dédiés à la fabrication de la bière (brasseries), comme celui de Regensburg (Rieckhoff, 1992) ont été retrouvés. La fabrication semble être une activité domestique, limitée au cercle familial, qui ne nécessite pas d'installations particulières ni de grande quantité de matière première. La bière peut également être mélangée à du miel pour produire ce que l'on appelle de l'hydromel (*medu*). Nous disposons du témoignage de Diodore de Sicile (Bibliothèque historique, V, 26, 2-3) : « Les Gaulois préparent à partir de l'orge (*kriothè*) une boisson qu'on appelle *zythos* et usent également du jus provenant du lavage des cires d'abeilles ». Le vin est, en revanche, peu consommé durant l'indépendance dans la Gaule du Nord, qui reste très en retrait face aux influences romaines et méditerranéennes. Chez les peuples gaulois de la vallée du Rhône ou de Suisse, les importations de produits italiens et notamment de vin sont fréquents dès le II<sup>ème</sup> siècle BCE (Chaidron & Dubois, 2013). De manière générale, la culture de la vigne n'était pas très développée et ne dépassait pas les abords de Marseille. Le vin est une boisson rare et considérée comme un luxe : on échange une

amphore de vin contre un esclave (Diodore de Sicile, Bibliothèque historique, V, 26, 3). En boire et en faire profiter les siens relève du marqueur social. Le vin a également une utilisation rituelle durant les banquets où il est perçu comme un élixir de vie (Brunaux, 2005). Poséidonios d'Apamée (Les Deipnosophistes, IV, 152) résume ainsi les usages de la boisson chez les Gaulois : « Ce qu'on boit chez les riches, c'est du vin apporté d'Italie ou du pays des Massaliètes et on le boit pur ; quelquefois, on y mêle un peu d'eau ; chez ceux qui sont moins à l'aise, c'est de la bière de froment (*purinos*) préparée avec du miel ; chez le peuple, c'est de la bière toute simple, on l'appelle *cortna* ». Il y a donc une distinction sociale qui se fait sur la boisson : la bière d'orge pour les pauvres, la bière de froment au miel pour les classes moyennes, et le vin pour l'aristocratie.

### *iv. Les condiments et herbes aromatiques*

Bien que l'utilisation des condiments et épices soit très difficile à évaluer, celles-ci semblent essentiellement apportées par la culture romaine. On peut supposer un usage domestique des plantes environnantes (menthe, ail des ours) par les peuples gaulois pour relever les préparations. Le sel est le seul condiment pour lequel nous disposons de connaissances concernant la production et l'usage durant la période laténienne. Cette ressource garantissait au peuple qui le contrôlait pouvoir et stabilité. Sa consommation était quotidienne et essentiellement culinaire, comme l'écrit Horace (Satires, II, 2, 17) : « du pain et du sel suffiront à calmer les cris de ton estomac ». Il était également utilisé comme conservateur. Les viandes ainsi conservées en salaison faisaient l'objet d'un commerce intense, comme décrit par Strabon (Géographie, IV, 4, 3) : « Ils sont si riches en ovins et porcins qu'ils fournissent à profusion de leurs sayons et de leurs salaisons, non seulement les marchés de Rome, mais aussi la plupart de ceux d'Italie ». La découverte de nombreux ateliers de production de sel durant l'Âge du Fer témoigne d'une volonté de production intense à vocation commerciale (Gouletquer & Weller, 2010). L'exploitation du sel est quasiment attestée sur tout le long du littoral Atlantique et de la Manche (Weller & Robert, 1995) et des ateliers ont été découverts très loin des côtes. Par exemple, la ferme gauloise « du Muid », située à plus de 130 km de la Manche, a révélé des indices de production de pains de sel (Sarrazin & Louesdon, 2017). Il devait donc exister des chaînes d'exécution, du prélèvement de l'eau de mer sur la côte à son transport dans les terres vers les zones de production. Les modes de production sont variés, mais se décomposent essentiellement en deux étapes (Weller et Robert, 1995) : l'eau est d'abord évaporée pour se concentrer en une saumure, puis elle est cristallisée dans des moules à sel afin de calibrer la

quantité. On parle de briquetage. Une forme de commerce de la ressource semble exister à l'intérieur de la Gaule, mais également avec l'Angleterre (Hocquet, 1994).

### 3. La conquête romaine et ses apports sur les pratiques alimentaires

La période temporelle qui couvre la fin de l'indépendance gauloise et le début de l'époque gallo-romaine (fin du Ier siècle BCE) a été le théâtre de modifications dans les pratiques alimentaires en Gaule.

En matière d'agriculture, la transition instaure la mise en place de la consommation du pain (Lannoy *et al.*, 2002). Les agriculteurs gallo-romains cultivent donc des céréales à grain nu, panifiables, tels que le froment (*Triticum aestivum*) et l'épeautre (*Triticum spelta*) (Zech-Matterne, 2010). Les régions de Picardie et d'Île-de-France se spécialisent dans la culture du blé nu durant la période romaine en réponse à une demande très importante (Zech-Matterne *et al.*, 2014). Les importations de nouvelles espèces fruitières et aromatiques se multiplient, notamment sur les sites urbains. On y trouve des espèces cultivées (pommier, poirier, prunier domestique par exemple, Matterne, 2003) mais également des fruits importés car n'étant pas adapté au climat rude du nord de la Gaule, comme l'olive et la figue (Zech-Matterne, 2010). Le noyer est retrouvé dans un grand nombre de sites, même ruraux. Toutes sortes d'épices agrémentent les plats : l'origan, le fenouil, la coriandre ou le poivre. On retrouve notamment des graines de coriandre dans la nécropole des Martres-de-Veyre (Marinval, 1993) ou des grains de poivre dans le camp de Bisheim (Desbat *et al.*, 2006). On observe également une chute des importations d'amphores vinaires (Tchernia *et al.*, 1986 ; Desbat *et al.*, 2006) due notamment au développement de la viticulture en Gaule avec un changement de mode de consommation qui passe du prestige à un usage quasi-quotidien (Desbat, 2004). Dans la Gaule du Nord, on retrouve des fosses à vigne dès le II<sup>ème</sup> siècle AD (Brun, 2010) et les pépins de raisins sont trouvés sur la plupart des sites gallo-romains (Zech-Matterne *et al.*, 2011). L'oléiculture se développe également, mais se limite à la Provence et au Languedoc, avec une exportation majoritairement limitée aux sites fortement romanisés du sud de la Gaule (Brun, 2010).

Les bases de l'alimentation carnée restent les mêmes et reposent sur la triade porc-bœuf-caprinés. On observe néanmoins des différences de fond dans les troupeaux avec une augmentation sensible de la taille et de la stature des espèces domestiques. Les bovins qui apparaissent avec les Romains sont 20 % plus grands au garrot et présentent une morphologie différente de ceux observés durant La Tène finale. Ils sont plus adaptés au travail agricole et

ont un meilleur rendement boucher (Lepetz, 1996). Les caprinés augmentent également de taille et semblent plus robuste, de même que les porcs et les chevaux (Lepetz, 1996). Cette évolution de taille et de morphologie témoigne d'élevages à vocation productiviste, ce qui peut être mis en relation avec l'émergence d'un « marché » de la viande et le développement d'agglomérations urbaines. Ces changements restent sujets à des variations micro-régionales, qui peuvent être liées à des choix d'élevage privilégiant la viande ou le lait. Au III<sup>ème</sup> siècle AD, des coquilles d'œufs retrouvées en abondance sur les sites de Bruyelle ou Tournai confirment la présence et la consommation d'oiseaux de basse-cour (Pigière, 2017). Des pratiques comme la castration des coqs apparaissent (par exemple : 87 % des mâles à Amiens, Lepetz, 2010). Le pigeon ou le canard sont attestés sous forme domestique (Lepetz, 2010). La chasse, comme à l'époque gauloise, reste très limitée avec la consommation de petit gibier (Dubois, 2013 ; Lepot, 2014). L'iconographie associe la chasse aux cervidés et aux sangliers avec des pratiques aristocratiques. On observe la diversification des types de chiens, ce qui est sans doute lié à un usage par l'humain, par exemple pour la chasse ou la surveillance des troupeaux. La chair de chien n'est que très rarement consommée, tandis que le cheval fait désormais l'objet d'un tabou alimentaire. Le chat domestique apparaît avec l'époque romaine, adopté probablement pour chasser les rongeurs nuisibles (Dubois, 2013).

Cet accès à de nouvelles denrées s'étend également aux produits de la mer. L'organisation sur les côtes gauloises d'activités spécialisées de pêche des mollusques a généré, à partir du I<sup>er</sup> siècle AD, une consommation massive d'huitres, de moules et de coques, tout particulièrement en milieu urbain, témoignant de la mise en place d'un réseau commercial rapide et performant de la côte vers l'intérieur des terres (Desbat *et al.*, 2006 ; Dubois, 2013). À un degré qui semble moindre, ces mêmes réseaux depuis les zones côtières ont véhiculé des poissons de mer vers les villes relativement proches de la côte. À Amiens, par exemple, on retrouve au début du II<sup>ème</sup> siècle AD des carrelets, des turbos et des grondins (Lepetz, 2010). Dans les villes davantage situées à l'intérieur des terres, c'est le poisson de rivière qui prédomine, marquant ainsi les limites du transport de poisson depuis la côte (Lepot, 2014). On peut envisager que cette pêche de rivière, occasionnelle à l'époque gauloise, ait pris un essor important avec l'émergence des agglomérations. Il est même possible que des viviers d'eau douce aient été mis en place comme à Molesme où a été dégagé un grand bassin de 63,8 m témoignant potentiellement d'une activité piscicole (voir Petit *et al.*, 2005).

L'alimentation traduit ainsi les changements perceptibles issus de la « romanisation » des gaulois, à tous les niveaux : production, introduction de nouvelles espèces, nouvelles techniques

de culture et d'élevage. Ces changements ont été progressifs et mis en place par la génération suivante de celle qui a connu la guerre des Gaules. Certains éléments restent néanmoins mal compris par l'archéologie classique : la consommation de poissons durant l'époque gauloise, par exemple. Également, toutes ces pratiques se font dans un cadre temporel et territorial bien cerné, mais le cadre climatique n'est que peu pris en compte. En effet, la civilisation gauloise a évolué dans un contexte climatique bien spécifique, qui a dû influencer ses pratiques culturelles et alimentaires.

## II. L'Optimum Climatique Romain

L'Holocène est l'époque géologique qui inclut les 12 000 dernières années. Il s'agit de la dernière période interglaciaire de l'ère quaternaire, caractérisée par une hausse des températures et un recul net ou total des glaciers continentaux. Bien que cette période soit considérée comme très stable climatiquement, notamment en comparaison des variations climatiques passées (Ruddiman, 2014), des variations climatiques à l'échelle du siècle jusqu'au millénaire ont été décrites (e.g. Bond *et al.*, 1997 ; COHMAP Members, 1988). Lorsque ces variations climatiques semblent synchrones et cohérentes à grande échelle spatiale, on parle d'épisode climatique (Figure 7).

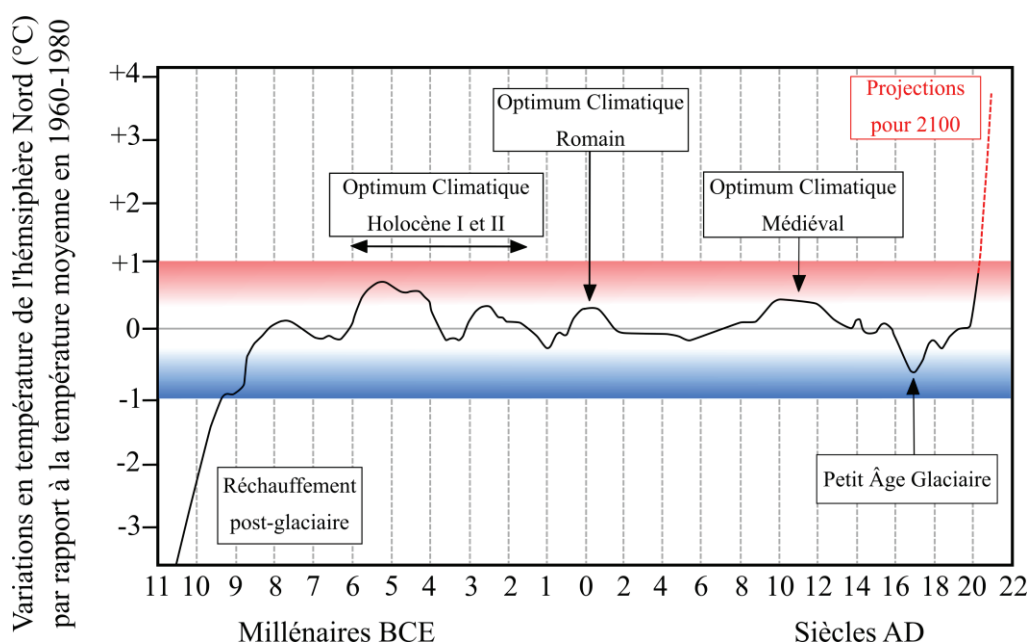


Figure 7 : Variations de températures dans l'hémisphère nord durant l'Holocène par rapport à la température moyenne pour les années 1960-1980. Cette figure ne tient pas compte des variations régionales et les valeurs ne sont qu'indicatives. Les principaux épisodes climatiques de l'Holocène sont indiqués par des flèches. D'après McMichael (2012).

Les variations climatiques sont considérées comme des éléments clés dans l'émergence et le déclin des civilisations humaines (Demougeot, 1965 ; Lamb, 1995). À titre d'exemple, la population rurale s'est considérablement accrue en Europe durant l'Optimum Climatique Médiéval grâce à des récoltes très productives. Les villes se sont développées et ont été le lieu d'innovations culturelles majeures afin d'améliorer le rendement des cultures et de répondre aux besoins grandissants de la population en termes de nourriture (Fagan, 2008). À l'inverse, à la fin de l'Âge du Bronze, de nombreux centres urbains méditerranéens ont été abandonnés en Moyen-Orient. Des études suggèrent que le déclin des civilisations palatiales dans cette région serait lié à une super-sécheresse longue de plusieurs siècles (Kaniewski *et al.*, 2010 ; Drake, 2012). De manière plus générale, étudier les interactions entre les sociétés anciennes et leur environnement permet de mieux comprendre comment celles-ci ont réagi et se sont adaptées aux changements climatiques : *via* une optimisation de l'exploitation des ressources, comme la civilisation Maya et l'eau (Lucero *et al.*, 2011) ou bien par des migrations comme les populations Paléo-Inuits (*e.g.* Briere & Gajewski, 2020). À plus grande échelle, ces études permettent d'apporter de nouvelles réponses à l'adaptation rapide et nécessaire que doit effectuer notre société face au changement climatique actuel (Dearing *et al.*, 2006 ; Galvani *et al.*, 2016).

Durant le Second Âge du Fer, un épisode climatique appelé « Optimum Climatique Romain » (OCR) ou « Roman Warm Period » (RWP) est décrit en Europe et autour du Bassin méditerranéen. Il est compris entre deux épisodes de refroidissement appelés « Iron Age Cold Epoch » et « Dark Ages ». L'OCR semble avoir impacté les dynamiques de l'Empire romain sur ces territoires (Margaritelli *et al.*, 2020). Néanmoins, cet épisode climatique comporte de nombreuses incertitudes, notamment concernant son extension temporelle, ses caractéristiques climatiques, et les phénomènes qui en sont à l'origine. Existe-t-il une homogénéité de l'enregistrement de l'OCR à l'échelle européenne, comme c'est le cas pour l'Optimum Climatique Médiéval (Goosse *et al.*, 2006) ?

Il est préalablement nécessaire de préciser que cette partie ne pourrait inclure l'ensemble des études climatiques traitant de l'Holocène en général et abordant de manière plus ou moins directe l'OCR, ni fournir un mécanisme détaillé des interactions à l'origine de cet épisode climatique. L'objectif est de donner une image claire et directe des conditions climatiques (et des phénomènes les contrôlant) dans lesquelles les populations gauloises ont évolué. Ainsi, seules les études les plus précises et les mieux contraintes seront présentées, en s'efforçant d'apporter une vision à l'échelle du continent européen et du Bassin méditerranéen.

## A. Un épisode climatique enregistré par une grande variété de proxys

Le concept d'Optimum Climatique Romain a d'abord été proposé par Lamb (1995) pour le continent européen, en s'appuyant sur une diversité d'indices archéologiques, palynologiques et glaciologiques. Depuis cette étude, l'OCR a pu être détecté par de nombreux proxys, mesurés dans une grande variété de matériel. L'ensemble des études présentées dans le texte ont été référencées et géo-localisées dans un fichier .kmz, visualisable *via* le logiciel Google Earth<sup>®</sup>, téléchargeable et utilisable à l'adresse indiquée en Annexe 1. La première partie de cette synthèse s'attachera à décrire les proxys paléoclimatiques principalement employés pour étudier les variations climatiques de l'Holocène, avant de réaliser un bilan des caractéristiques de l'OCR enregistrées par chaque proxy.

### 1. Le registre documentaire et historique

#### *i. L'utilisation des archives documentaires et archéologiques*

Véritables témoignages laissés par les populations, les écrits et restes documentaires permettent d'obtenir de nombreuses informations sur les climats passés, notamment en Europe où ils sont abondants (Brázdil *et al.*, 2005). À titre d'exemple, ils sont à l'origine des courbes de variations de température pour le dernier millénaire produites pour le premier rapport de l'International Panel on Climate Change en 1990 (Houghton *et al.*, 1990). Selon les archives, les informations climatiques peuvent être disponibles de manières directes ou indirectes (Tableau 2).

<b>Données directes</b>	<b>Description d'un phénomène</b>	<b>Mesure directe</b>	
	- Journaux météorologiques - Descriptions de catastrophes naturelles	- Température - Précipitation - Pression atmosphérique	
<b>Données indirectes (proxys)</b>	<b>Organique</b>	<b>Inorganique</b>	<b>Par des sources matérielles</b>
	- Données phénologiques - Descriptions des récoltes	- Marques d'inondation - Avancée ou retrait des glaciers - Durée des hivers	- Inscriptions - Peintures - Cartes

Tableau 2 : Diversité d'indices documentaires pouvant être utilisés pour réaliser des reconstructions climatiques. D'après National Research Council (2006).



Les registres documentaires contiennent bien plus souvent des observations indirectes de phénomènes météorologiques ou phénologiques, qui donnent des indications sur le climat, plutôt que des mesures directes. Ils constituent une ressource très riche, généralement bien datée temporellement, bien que cela soit moins le cas dans les écrits les plus anciens. Ils permettent de décrire des phénomènes extrêmes, comme des cyclones, qui seraient autrement invisibles dans les enregistrements. Néanmoins un biais d'observation, inhérent à l'auteur, qui peut avoir tendance à exagérer les phénomènes météorologiques et climatiques, est possible. Celui-ci va également avoir tendance à se concentrer sur les phénomènes extrêmes, plutôt qu'à décrire les conditions climatiques moyennes, pourtant bien plus intéressantes en paléoclimatologie. Enfin, les registres souffrent de discontinuité temporelle, en lien avec la mort des auteurs ou la perte d'une partie des écrits. Ils peuvent donc difficilement être utilisés seuls, et sont le plus souvent inter-comparés à d'autres archives, notamment pour valider des conclusions provenant d'études ou de simulations de modèles climatiques.

### ii. *Enregistrement de l'OCR dans le registre documentaire*

L'Optimum Climatique Romain a bien été décrit dans les nombreux écrits laissés par les Grecs et les Romains, comme évoqué par Lamb (1995). Pline l'Ancien (Histoires Naturelles, XVI, 15) observe que le hêtre commun (*Fagus silvatica*), qu'il considérait comme un arbre des montagnes, ne pousse plus autour de Rome, le climat y étant trop chaud. La présence du hêtre au niveau de Rome est également constatée par Theophrastus (Historia Plantarum, III, 10) au III<sup>ème</sup> siècle BCE, ce qui appuie les propos de Pline l'Ancien. La compilation de textes antiques analysée scientifiquement par Rothman (1840) montre que le climat semblait être plus chaud, avec des températures comparables à l'actuel, en Italie et autour du Bassin méditerranéen entre le I<sup>er</sup> siècle BCE et le I<sup>er</sup> siècle AD. Il est également discuté de la présence de vignes dans les Îles britanniques, ce qui témoignerait d'un réchauffement généralisé à l'échelle européenne (McCormick *et al.*, 2012). Les observations de Ptolémée sur un régime de précipitations exacerbé dans la région d'Alexandrie autour de 140 AD, ainsi que des crues régulières de la rivière du Tibre suggéreraient un climat plus humide dans la région méditerranéenne (Harper, 2017). Ces dernières sont néanmoins contestées en lien notamment avec une mauvaise traduction de l'ouvrage et des problèmes de datation (Haldon *et al.*, 2018a). Reale & Dirmeyer (2000) ont compilé un ensemble de données historiques et archéologiques, qu'ils interprètent comme témoignant d'un climat plus humide au sein de l'Empire romain entre 500 BCE et 500 AD. En 2013, McCormick *et al.* ont produit une base de données contenant un ensemble

de références historiques et documentaires (environ 800 références) permettant de mieux comprendre les conditions climatiques dans l'Empire romain entre 100 BCE et 800 AD. Ces résultats vont bien dans le sens d'un ensemble climatique plus stable et favorable en Europe de l'Ouest durant l'OCR, notamment en termes de température.

## 2. L'avancée et le retrait des glaciers

### *i. Principes de l'analyse des dynamiques des glaciers*

La fluctuation dans l'espace et dans le temps des glaciers et des calottes glaciaires est un phénomène couramment observé depuis le siècle dernier (Forel, 1985). Leur dynamique est considérée comme une représentation fidèle des changements climatiques locaux ou globaux. La glaciologie peut être appliquée sur des glaciers actuels (Haeberli *et al.*, 2007) et permet de comprendre sa dynamique et son extension au cours du dernier siècle (Haeberli & Hoelzle, 1995). Afin de reconstituer l'étendue des glaciers jusqu'au Moyen-Âge, on utilise le registre historique et les observations archéologiques (Holzhauser & Zumbühl, 1996). Pour remonter à des périodes plus anciennes, les études glaciomorphologiques s'appuient sur la recherche de matériaux organiques datables, essentiellement des paléosols, des tourbes et des fragments de bois, emprisonnés sous le glacier et sa bordure, et révélés lors du retrait de ce dernier. En datant ces matériaux, et donc les moraines dans lesquels ils étaient compris, on peut reconstituer l'extension des glaciers durant l'ensemble de l'Holocène (Nicolussi & Patzelt, 2000). Cela s'effectue essentiellement par la datation par le radiocarbone des restes organiques compris dans les sols et les bois (Chapitre 3), et peuvent être complétées par une étude dendrochronologique qui améliore nettement leur résolution temporelle (Joerin *et al.*, 2008 ; Le Roy *et al.*, 2009). La lichenométrie, qui se base sur la croissance constante des lichens sur des surfaces rocheuses nouvellement exposée, permet également de dater le retrait du glacier (Decaulne, 2016). Néanmoins, cette méthode trouve ses limites d'application dans le temps, *via* l'altération des surfaces, et pose un problème d'inter-comparabilité entre régions. De nouvelles méthodes de datation *via* les isotopes cosmogéniques ( $^{10}\text{Be}$ ,  $^{26}\text{Al}$ ,  $^{36}\text{Cl}$ ) contenus dans les moraines glaciaires ouvrent également de nouvelles perspectives, notamment dans les régions assez peu étudiées comme l'hémisphère sud (*e.g.* Licciardi *et al.*, 2009). L'ensemble de ces méthodes peut enfin être complété par l'analyse sédimentologique des lacs de glacier, qui procurent une image plus continue des dynamiques glaciaires (*e.g.* Larsen *et al.*, 2011).

Le comportement et la dynamique des glaciers est extrêmement dépendante des conditions climatiques (température, aridité, radiations solaires notamment) et topographiques (Oerlemans, 2001). La fonte et la réduction de taille sont généralement dues à une hausse des températures ou à une augmentation de l'aridité, tandis que la croissance correspond à une baisse des températures ou à une humidité exacerbée (Nesje & Dahl, 2003). Il peut être donc difficile, en considérant seulement les glaciers, d'arriver à extraire un signal de variabilité climatique. Dans la plupart des cas, à moyenne et haute latitude, le principal facteur contrôlant semble être la température estivale (Oerlemans, 2005), bien qu'une forte dépendance aux précipitations ait été mise en évidence en Scandinavie (Nesje *et al.*, 2005).

La principale limite de la glaciomorphologie est sa précision temporelle : l'incertitude inhérente à la datation vient s'ajouter à celle de la contemporanéité des moraines et des dépôts organiques datés. De plus, le temps de réaction du glacier vis-à-vis d'un changement climatique peut varier, notamment en fonction de sa taille : les glaciers petits et intermédiaires semblent avoir un temps de réponse plus court, et seraient donc plus sensibles aux changements climatiques rapides, tandis que des glaciers très larges nécessitent plus de temps pour réagir et indiqueraient des variations climatiques à plus grande échelle. Par exemple, pour les glaciers alpins, le Grand Glacier d'Aletsch a rétréci de manière continue depuis son maximum durant le Petit Âge Glaciaire en 1860 AD, alors que les autres glaciers alpins (Gepatschferner, Grindelwald inférieur et Suldenferner) ont réalisé deux ou trois avancées pour la même période temporelle (McCormick *et al.*, 2012). Ce diachronisme doit être pris en compte dans la compréhension des phénomènes climatiques associés aux glaciers. On voit donc apparaître la nécessité d'une forte contrainte pour réaliser des interprétations climatiques, basée sur une chronologie à la fois continue (sédiments glaciaires) et discontinue (moraines), ainsi qu'une inter-comparaison avec d'autres proxys.

### *ii. L'OCR étudié par la glaciomorphologie*

En Europe occidentale, les principaux glaciers ayant été étudiés sont ceux des Alpes et de Scandinavie. Historiquement, les premières études glaciologiques globales à l'échelle de l'Holocène, comme celle de Denton & Karlén (1973), mettent en évidence un retrait global des glaciers entre 400 BCE et 650 AD évoquant une « Roman Empire-Middle Age period » très stable et chaude. Les études réalisées sur les grands glaciers alpins semblent s'accorder sur une récession glaciaire durant l'OCR. Wanner *et al.* (2000) montrent une récession glaciaire du grand glacier d'Aletsch, plus grand glacier des Alpes, entre 100 BCE et 100 AD, et l'associent

à des températures et aridités élevées, comparables à l'actuel. Sur le même glacier, Holzhauser *et al.* (2005) montrent un retrait glaciaire entre 200 BCE et 100 AD, et le mettent en parallèle des évolutions paléohydrologiques des lacs d'Europe Centro-occidentale. Curieusement, ils observent un diachronisme entre le retrait du glacier et le minimum de niveau lacustre, atteint entre 250 AD et 650 AD. Joerin *et al.* (2006) mettent en évidence, dans l'ensemble des glaciers suisses, une récession globale entre 150 BCE et 150 AD. Enfin, dans la vallée de l'Orco (Alpes italiennes), Giraudi (2009) associe le retrait général des glaciers entre 200 BCE et 100 AD à une hausse des températures et une aridité exacerbée, et interprète l'OCR comme l'épisode climatique le plus représentatif de l'évolution actuelle du climat.

En Scandinavie, l'ensemble des études s'accorde à décrire un avancement des glaciers durant cette période. Karlén (1988), reprenant de nombreuses études glaciologiques menée dans cette région, montre un avancement global des glaciers en Suède et Norvège entre 200 BCE et 200 AD. L'étude de Nesje *et al.* (2001) montre une avancée similaire dans la région du Jostedalbreen (Norvège), et la relie notamment à des précipitations accrues, potentiellement liées à une modification de la North Atlantic Oscillation (NAO). Enfin, Seierstad *et al.* (2002) mettent en parallèle la dynamique glaciaire avec les précipitations hivernales, déduites de l'étude des sédiments lacustres prélevés dans le lac Grønningstølsvatnet. L'étude montre que l'avancement des glaciers correspond à une période de précipitation accrue autour de 100 AD.

### 3. La dendroclimatologie

#### *i. Principe de la méthode*

La dendroclimatologie est l'application de l'étude des cernes des arbres à l'estimation des conditions climatiques lors de la vie de l'organisme (Fritts, 1976). Les arbres produisent, de manière annuelle, des anneaux de bois appelés cernes, dont la largeur est dépendante des conditions physiologiques, climatiques et environnementales (Cook & Kairiukstis, 1990). Les cernes vont être plus larges lors de conditions propices à la croissance de l'organisme, tandis qu'elles vont être plus serrées dans le cas de conditions plus difficiles. Selon les régions, le contrôle est différent : par exemple, la croissance dépend surtout de la température aux hautes latitudes, tandis qu'elle est soumise au contrôle des précipitations en milieu méditerranéen (Figure 8). Des informations sur les conditions climatiques (température, aridité) vont donc pouvoir être déduites de la mesure de l'épaisseur des cernes (annual tree-ring widths, TRW) ou de la densité de bois final (maximum latewood density, MXD). Pour cela, une calibration des

données est nécessaire dans l'actuel, selon l'espèce et la région. Le principe d'uniformité, qui postule que les mêmes conditions devaient contrôler la croissance des organismes dans le passé et dans d'autres régions au climat similaire, permet l'extrapolation des interprétations à d'autres échelles spatiales et temporelles. Pour cela, une datation, nécessairement très précise, est basée sur le principe d'inter-datation (« cross-dating »). En comparant les séries étudiées avec des séries de références, comportant des années caractéristiques avec des conditions de croissance remarquables, on obtient des années réelles de croissance pour chaque courbe (Wigley *et al.*, 1987 ; Hughes, 2002). Des comparaisons et corrélations à l'échelle régionale, avec d'autres proxys climatiques, sont également réalisées afin de s'affranchir des variations climatiques locales (Hughes, 2002).

Le principal intérêt de la dendroclimatologie réside dans sa très forte résolution temporelle, souvent à l'échelle annuelle et sur de larges échelles spatiales (Hughes, 2002). Cette résolution est aussi utilisée pour préciser d'autres analyses paléoclimatologiques comme la dynamique de glacier ou l'évolution de limite altitudinale ou latitudinale des végétations forestière (*e.g.* Morgan *et al.*, 2014). La dendroclimatologie a rencontré un fort succès dans la communauté scientifique : le grand nombre d'études ainsi réalisé permet des inter-calibrations et une compréhension des variations climatiques à grande échelle et avec une forte résolution temporelle (Büntgen *et al.*, 2011). Ces données, qui sont pour la plupart disponibles sur la base de données « International Tree Ring Databank » (ITRDB), sont également utilisées dans le calibrage numérique des modèles de simulation climatique (Beniston, 2002).

Les faiblesses de la méthode portent sur le fait que les arbres peuvent être influencés par d'autres phénomènes, écologiques ou physiologiques, qui interfèrent et contribuent à la variabilité du signal mesuré (Fritts, 1976 ; Hughes, 2002). D'autres part, le bois n'enregistre pas de manière homogène les différents paramètres climatiques : par exemple, les cernes de bois sont plus propices à enregistrer les manques (températures basses, aridité) que les excès (chaleur, humidité), et sont également plus propices à l'enregistrement de certaines périodes temporelles (Hughes, 2002). Des variables d'intérêt en paléoclimatologie, comme la température hivernale, sont peu enregistrées du fait de l'absence de croissance durant cette période.

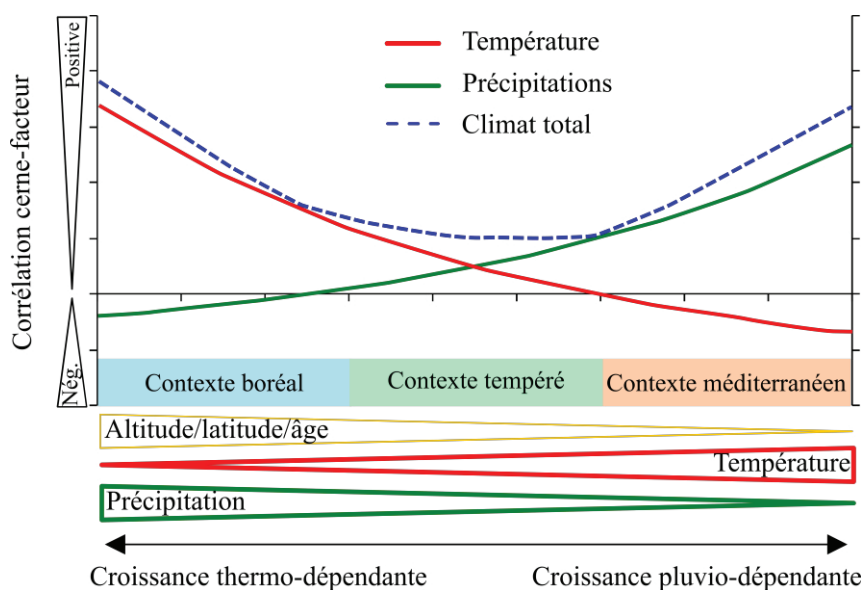


Figure 8 : Effet des contraintes climatiques sur la croissance radiale des arbres le long d'un double gradient latitudinal et altitudinal (Nég. : Négative).

D'après Lebourgeois & Mérian (2012).

Ainsi se pose la question de la représentativité du signal climatique analysé. Briffa *et al.* (1998) ont montré une diminution de la corrélation entre températures estivales et MD dans l'hémisphère nord durant les dernières décennies, ce qui questionne le principe d'uniformité utilisé pour explorer les variations climatiques dans le passé, et pourrait conduire à une mauvaise estimation des températures par les fonctions de transfert utilisées. Enfin, la durée de vie des arbres pose également une limite temporelle, et fait que la dendroclimatologie va peu enregistrer les variations climatiques à l'échelle de plusieurs siècles ou du millénaire (Cook *et al.*, 1995).

## ii. L'OCR étudié par la dendroclimatologie

Peu de reconstructions dendroclimatologiques se sont concentrées sur l'OCR à l'échelle locale. Au lieu de cela, cet épisode est étudié au travers de reconstructions climatiques à l'échelle du continent ou de l'hémisphère, traitant l'ensemble des deux derniers millénaires. Esper *et al.* (2012), en se basant sur la MXD de pins sylvestres (*Pinus Sylvestris*) mettent en évidence un optimum global de température estivale en Scandinavie durant les époques romaines et médiévales. La résolution temporelle du proxy permet d'observer un minimum (environ 50 BCE - 25 BCE) et un optimum (27 AD - 56 AD) dans l'épisode global de réchauffement. Ces données furent ensuite corrélées à d'autres études dendroclimatologiques (Melvin *et al.*,

2013) et étendues à l'ensemble de l'hémisphère nord (Esper *et al.*, 2014). On y retrouve le même optimum climatique jusqu'à environ 150 AD. Büntgen *et al.* (2011) ont également reconstitué, pour les 2500 dernières années, les précipitations estivales en Europe centrale à partir de l'étude des cernes de Chêne (*Quercus spp.*), et ont complété leur étude par la reconstitution de température estivale à partir des cernes de pin des Alpes (*Pinus cembra*) et de mélèze d'Europe (*Melix decidua*) provenant de sites de haute altitude. Cette étude met en évidence une humidité plus forte durant l'Âge du Fer et la période romaine, avec une variabilité importante et des précipitations estivales exacerbées sur la période 200 BCE - 0 AD. Les températures estivales, bien que comparables aux conditions médiévales, semblent également varier fortement, avec deux grands minima autour de 350 BCE (associé aux grandes migrations celtiques) et de 0 AD (associé à la conquête romaine). Ce dernier minimum semble cohérent avec celui enregistré en Scandinavie. Enfin, les données dendroclimatologiques sont également, pour la plupart, associées à d'autres proxys climatiques dans le cadre d'études paléoclimatologiques à grande échelle. À titre d'exemple, l'étude du consortium « Past Global Changes » (PAGES, Ahmed *et al.*, 2013), utilisant pour l'Europe une majorité de données provenant de la dendroclimatologie, met en évidence un optimum global de température estivale durant les premiers siècles AD sur le continent.

### 4. La palynologie

#### *i. Principe des études palynologiques*

Le climat influence grandement la distribution géographique des espèces végétales qui ont des tolérances spécifiques en termes de température et d'humidité (Woodward & Williams, 1987). Dans le registre fossile, les pollens et les spores, structures reproductrices des végétaux, sont les témoins les plus abondants de leur existence. D'une grande variabilité morphologique, ils permettent l'identification des espèces qui les produisent. Leur préservation est permise par une déshydratation poussée ainsi que par une exine composée de sporopollénine, structure très résistante semblable à la chitine des insectes. Les environnements de lacs et de tourbières sont très propices à la préservation de ces restes végétaux.

L'étude des pollens et spores, ou palynologie, se base sur le principe d'uniformité. Dans le passé, on peut supposer qu'une même espèce végétale aurait les mêmes seuils de tolérance climatique qu'actuellement (Brewer *et al.*, 2013). Dans l'actuel, l'association de plusieurs taxons permet de définir des conditions climatiques plus ou moins précises de l'environnement.

On peut alors lier assemblage écologique et conditions climatiques sous la forme de fonctions de transfert, qui permettent des reconstructions paléoclimatiques. Pour cela, plusieurs hypothèses doivent être faites. Il faut d'abord que les assemblages polliniques actuels soient bien représentatifs de leur environnement, et que leur distribution soit bien contrôlée par les conditions climatiques (et pas par d'autres paramètres). Il faut également que la réponse écologique des taxons considérés n'ait pas varié temporellement (Birks, 1995). Les possibles réponses variables d'une même espèce aux paramètres climatiques doit être envisagée. Par exemple, un effet écologique de compétition, ou des stratégies différentes de reproduction (la cléistogamie des Poacées) peut fausser les interprétations. Aussi, on réalise essentiellement des approches multivariées, avec plusieurs indicateurs d'espèces, pour réaliser l'interprétation paléoclimatique la plus représentative de l'écosystème (Fauquette *et al.*, 1998 ; Pross *et al.*, 2000). De même, les reconstructions peuvent être basées sur plusieurs séries polliniques provenant d'une même région, ce qui permet d'obtenir une vision continue des variations climatiques à plus grande échelle spatiale et temporelle (*e.g.* Guiot *et al.*, 1989 ; Cheddadi *et al.*, 1996).

L'avantage principal de la palynologie repose sur la possibilité de quantifier la présence de chaque espèce végétale sur le site d'étude avec peu de matériel prélevé. Une bonne résolution temporelle, bien que moindre que la dendroclimatologie, est atteinte et permet de couvrir les épisodes climatiques de l'Holocène. Les milieux préservant les pollens et spores étant communs, les sites d'études palynologiques sont nombreux. Cela, associé avec le grand nombre d'études palynologiques réalisées depuis un siècle, font que la méthode d'analyse est bien calibrée, connue, et qu'un grand catalogue de données existe, permettant de nombreuses inter-calibrations et inter-comparaisons. Les reconstitutions palynologiques souffrent néanmoins d'incertitudes liées à la complexité et la non-linéarité de la relation entre assemblage pollinique et végétation existante, ainsi qu'aux différences en termes de productivité de pollen, de transport, et de préservation entre les différents taxa. De plus, des similitudes morphologiques entre pollens peuvent induire des confusions, généralement à l'échelle de l'espèce, mais pouvant aller jusqu'au groupe. Or, plusieurs espèces d'un même groupe peuvent présenter des tolérances à des conditions climatiques différentes, ce qui limite la précision des études. Enfin, la topographie et la taille des bassins sédimentaires influencent la dynamique d'enregistrement : là où des petits bassins de forêt vont enregistrer un signal local, un grand lac va enregistrer des tendances climatiques régionales (Jacobson & Bradshaw, 1981).



ii. *Enregistrement palynologique de l'OCR*

De nombreuses études palynologiques, associées parfois à d'autres proxys, ont été menées à l'échelle de l'Europe et du Bassin méditerranéen (Figure 9). Ces études ne se concentrent généralement pas temporellement sur l'OCR, mais couvrent la majeure partie de l'Holocène, ce qui peut contribuer à une réduction de la précision des conditions climatiques détectées. Néanmoins, une cohérence est observée sur l'ensemble des données.

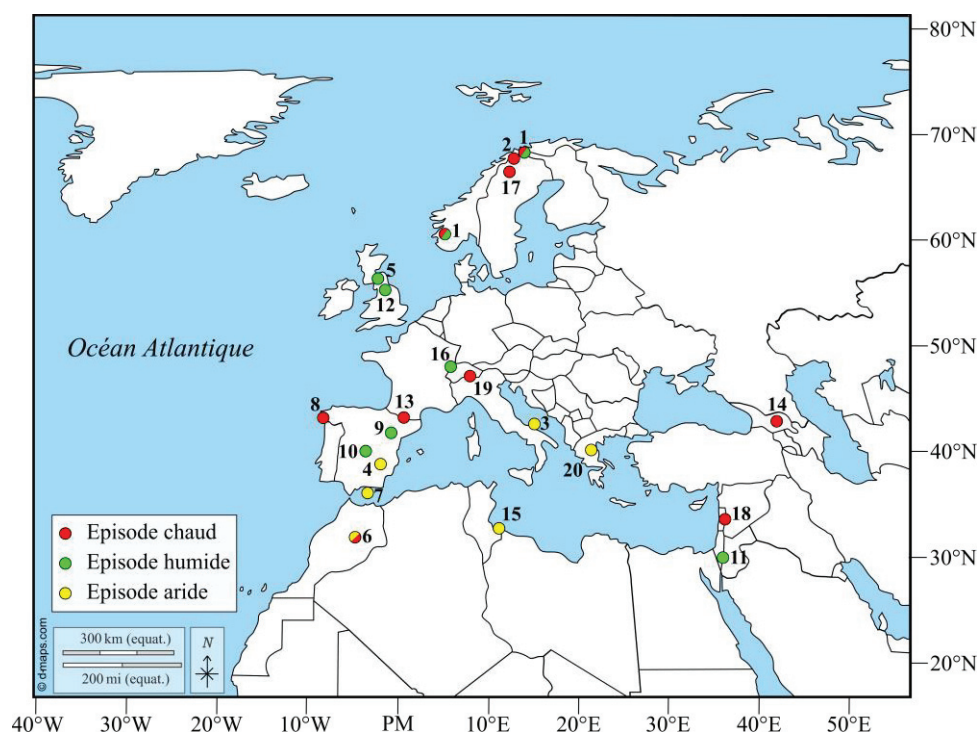


Figure 9 : Ensemble des études palynologiques menées sur l'Optimum Climatique Romain et interprétations climatiques (cercle mixte = deux interprétations). La légende correspondant aux chiffres est disponible en Annexe 2.

En Scandinavie, les études palynologiques, qu'elles se fassent sur des associations de séries polliniques (Bakke *et al.*, 2008), ou uniquement sur un lac (*e.g.* Bigler *et al.*, 2002 sur le lac Vuoskkujavri, ou Rosén *et al.*, 2001 sur le lac Sjudjijaure, Suède) mettent en évidence une période plutôt chaude, avec une humidité particulièrement forte entre 0 AD et 400 AD (Bakke *et al.*, 2008). Ces conditions semblent donc être autant reflétées à l'échelle locale que régionale. En Grande-Bretagne, une forte humidité est détectée entre 320 BCE et 40 BCE par l'étude des tourbières de Walton Moss (Hughes *et al.*, 2000) et autour de 70 AD par l'étude des tourbières de Talla Moss (Chambers *et al.*, 1997). En Europe centrale, une température plus chaude,

illustrée par une exploitation intense du milieu forestier entre 50 BCE et 100 AD est mise en évidence par Tinner *et al.* (2003), tandis que Roos-Barracough *et al.* (2004) détectent une période de précipitations exacerbées entre 40 BCE et 350 AD *via* l'étude d'humification de tourbières des Alpes Suisses.

En Espagne et sur la péninsule ibérique, l'OCR est généralement bien identifié. Desprat *et al.* (2003) le repèrent dans l'étude du Ria del Vigo entre 250 BCE et 450 AD et y associent des températures chaudes, tandis que García *et al.* (2007) par l'étude des tourbières de Las Tablas de Daniel y observent une humidité exacerbée entre 150 BCE et 270 AD. De même, Ferrio *et al.*, (2006) observent un pic d'humidité entre 300 BCE et 300 AD. Jalut *et al.* (2000) ont réalisé un transect le long de la côte occidentale de la Méditerranée et observent un épisode général d'aridification et de hausse des températures entre 600 BCE et 100 AD. Cet épisode, également détecté par Combourieu Nebout *et al.* (2009) entre 600 BCE et 300 BCE, est associé à un épisode global d'aridification du Bassin méditerranéen. Enfin, Carrión (2002) propose une phase d'aridification entre 0 AD et 450 AD *via* l'étude palynologique du lac de Siles, situé dans les régions montagneuses espagnoles.

En Grèce, Van Overloop (1986) met en évidence le passage d'un environnement forestier à un environnement de steppe autour de 200 BCE, avec un arrêt de culture dû à un épisode d'aridification. Caroli & Caldara (2007) associent la variation d'assemblage pollinique et l'augmentation des feux de forêt dans la région du lac Battaglia (Italie) à une activité humaine importante à partir de 700 BCE. Sur le territoire du Maghreb, des températures plutôt chaudes et un climat plutôt aride sont détectés dans le Moyen-Atlas marocain (Cheddadi *et al.*, 1998) et dans le Sebkhah Mhabeul en Tunisie (Marquer *et al.*, 2008).

Enfin, au Moyen-Orient, Stiller *et al.* (1984) associent l'augmentation des pollens d'olive (*Olea spp.*) dans les sédiments du lac Kinneret (Israël) à une augmentation de température sur la période 300 BCE – 600 AD, tandis que Heim *et al.* (1997) proposent un épisode ponctuel d'humidité plus forte entre 0 AD et 300 AD au niveau de la mer Morte, dans un contexte globalement aride. En Géorgie, l'étude des pollens de *Zelkova carpinifolia* par Kvavadze & Connor (2005) met en évidence un épisode particulièrement chaud et humide entre 200 BCE et 400 AD, avec un maximum autour de 0 AD.

## 5. Les indices sédimentaires continentaux

### *i. Principe de l'analyse sédimentaire : paléo-crues et paléolimnologie*

L'analyse paléoclimatologique des archives sédimentaires peut se faire selon une grande variété de méthodes. Deux grands types d'analyses sédimentaires, qui sont les plus représentées dans les études de l'OCR seront expliquées : l'analyse des paléo-crues et la paléolimnologie.

Les régimes hydrologiques des rivières varient durant l'année : ils sont caractérisés par des décharges importantes durant l'hiver et minimales durant l'été, avec des pics qui peuvent atteindre 50 fois le flux moyen (Luterbacher *et al.*, 2012). Ces variations hydrologiques, depuis les périodes préhistoriques, sont influencées par deux paramètres principaux : les conditions climatiques et l'action humaine, qui contrôlent également la végétation et le développement des sols. Les conditions climatiques prévalentes dans ce cas sont des alternances entre épisodes de sécheresse et de forte humidité, en lien avec les variations de la circulation atmosphérique (Macklin *et al.*, 2002). Les témoins les plus visibles de ces variations dans le registre sédimentaire sont les épisodes de crue. Les crues sont très sensibles aux changements climatiques, avec une fréquence et une intensité plus fortes dans un climat froid et humide (Knox, 1993, 2000). À titre d'exemple, pour un grand bassin fluvial comme le Tage (80 000 km<sup>2</sup>), des précipitations fortes sur des semaines ou des mois sont nécessaires pour produire des crues correspondant à 50 fois le flux hydrique moyen (Benito *et al.*, 2003).

L'analyse paléohydrologique des crues consiste à repérer ces épisodes et à quantifier leur fréquence. Pour cela les épisodes de crues sont datés grâce aux restes retrouvés dans les assemblages sédimentaires, qu'ils soient organiques et datés par le radiocarbone (*e.g.* Benito *et al.*, 2003) ou historiques et datés archéologiquement (*e.g.* Benvenuti *et al.*, 2006). Des interprétations paléoclimatiques peuvent ensuite être menées en termes de circulation atmosphérique et de variabilité climatique (Maas & Macklin, 2002 ; Macklin *et al.*, 2006), que ce soit à l'échelle locale (Benvenuti *et al.*, 2006) ou régionale (Arnaud-Fassetta *et al.*, 2010). L'intérêt principal de ces dépôts est qu'il s'agit de témoins directs de conditions climatiques. Leur association sur une longue période temporelle représente directement les conditions climatiques locales en termes de précipitations. Selon le système hydrologique, les résolutions temporelles sont variables, avec les vallées alluviales qui vont enregistrer des crues sur de longues périodes (Sancho *et al.*, 2008), tandis que les systèmes de montagne peuvent enregistrer des épisodes uniques à l'échelle de l'année ou de la décennie (Thorndycraft & Benito, 2006). Les paléo-crues représentent des épisodes très locaux, et doivent bien être calibrées à l'échelle

régionale, au minimum, pour en interpréter des conditions climatiques. De plus, la modification des systèmes hydriques par l'humain est également à prendre en compte, notamment dans les systèmes de rivière urbaine (*e.g.* le Tibre à Rome, Haldon *et al.*, 2018a).

Les lacs sont de bons systèmes d'enregistrement, à haute résolution, de la mémoire d'un écosystème (Smol, 2002). Ils collectent des éléments qui peuvent être allochtones, venant même de grande distance (cendres volcaniques, *e.g.* Sandiford *et al.*, 2001) et autochtones (les organismes qui ont vécu dans le lac). L'environnement de dépôt est généralement calme et avec peu d'activité biologique, ce qui contribue à la préservation des structures organiques et sédimentaires. Un cadre temporel, à haute résolution, peut être conféré par les varves, définies comme des séquences sédimentaires laminées déposées durant une année dans le lac (Saarnisto & Ojala, 2009). Les varves peuvent avoir une origine biologique ou être liées à la déposition de sédiments inorganiques. Elles procurent un enregistrement à haute résolution de la sédimentation dans les lacs actuels et fossiles sur des siècles ou des millénaires (Lamoureux, 2001). Les varves peuvent, également, de manière indépendante, constituer un proxy paléoclimatique car leur déposition peut être contrôlée, selon les systèmes, par les températures estivales, les tombées de neiges hivernales, ou les précipitations (Brauer, 2004). D'autres systèmes de datation peuvent être utilisés en l'absence de varves, soit téphrochronologiques (Lowe, 2011) ou par les radionucléides (*e.g.* Arnaud *et al.*, 2006).

L'intérêt du système lacustre réside dans le fait qu'il fournit, de manière indépendante, une datation à haute résolution et un certain nombre de proxys paléoclimatiques, dans des zones parfois dépourvues d'autres proxys (régions froides et arides, proche des glaciers). En utilisant les paléo-niveaux des lacs, des bilans hydriques peuvent être réalisés afin de reconstituer les évolutions relatives de précipitation et d'évaporation à l'échelle du bassin (Cohen, 2003). Des études paléontologiques (diatomées, palynologie, ostracodes) et géochimiques sont également généralement réalisées (Douglas, 2013). Néanmoins, les systèmes lacustres sont influencés par une grande variété de facteurs, anthropiques ou naturels, qu'ils soient directs (température de l'eau, oxygénation) ou indirects (couverture végétale de la région, polluants, *e.g.* Leng *et al.*, 2010) qui ont des impacts plus ou moins longs. Ces interactions complexes entre le système et son environnement sont à l'origine d'incertitudes concernant les reconstructions paléoclimatiques réalisées à partir de ces proxys.

ii. Les reconstructions paléoclimatiques sédimentaires à l'échelle de l'OCR

Les études sédimentologiques semblent être cohérentes, au niveau local et régional, notamment au niveau des variations de précipitations (Figure 10).

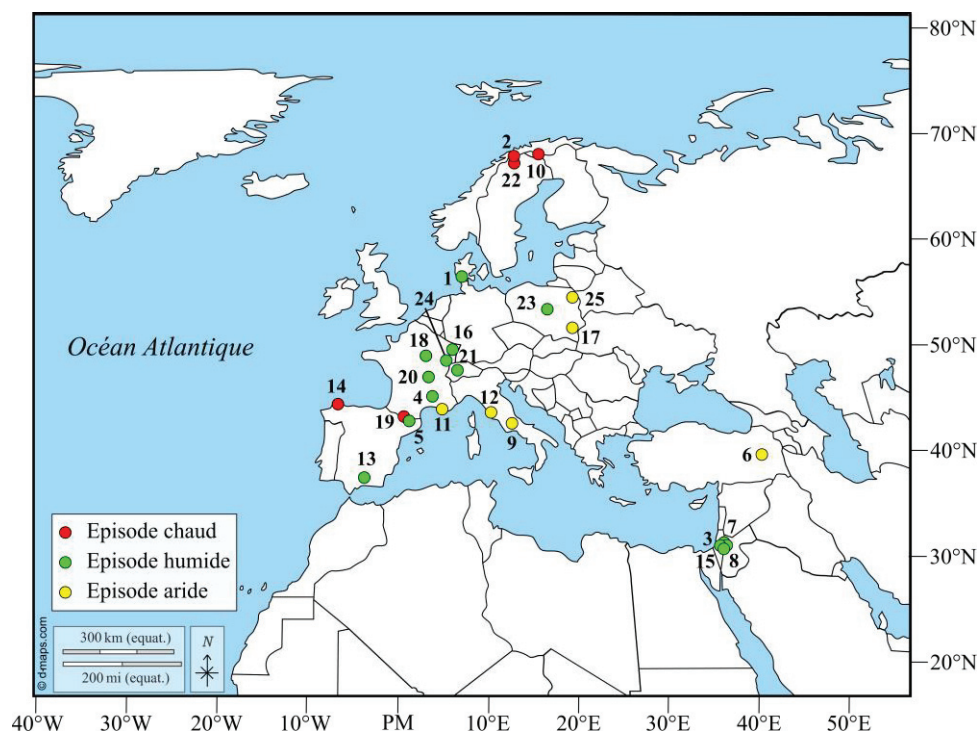


Figure 10 : Ensemble des études sédimentaires et lacustres menées sur l'Optimum Climatique Romain et interprétations climatiques. La légende correspondant aux chiffres est disponible en Annexe 3.

Les études paléohydrologiques sur le territoire français mettent généralement en évidence de fortes fréquences et intensités des crues durant les premiers siècles AD, que ce soit pour le Rhin (Ollive *et al.*, 2006), la Laigne (Petit *et al.*, 2006), le Doubs (Thivet & Bossuet, 2008), ou le Rhône (Bruneton *et al.*, 2001 ; Salvador *et al.*, 2002). Ces phénomènes sont associés à une détérioration climatique et à des précipitations exacerbées. Cependant, le phénomène ne semble pas enregistré en Basse-Provence qui fait exception (Lippmann-Provansal & Morhange, 1994). Schulte *et al.* (2009), via l'étude multi-proxy du delta de la Lutschine (Alpes Suisses), mettent en évidence des épisodes de forte aggradation entre 200 BCE et 150 AD, qui correspondraient à des épisodes d'humidité entrecoupés par un épisode aride. Cette phase humide est également enregistrée en Pologne par la fréquence des crues des rivières (Starkel *et al.*, 2006). À l'échelle du continent européen, Macklin *et al.* (2006) mettent en évidence des épisodes de crue synchrones entre 170 BCE et 50 BCE sur les territoires de la Grande-Bretagne, l'Espagne et la

Pologne, qu'ils associent à un épisode de forte humidité. À l'inverse, au niveau du Bassin méditerranéen oriental, l'étude de Magny *et al.* (2002) supporte la proposition de Jalut *et al.* (2000) d'un épisode aride durant l'OCR.

Les études dans le registre lacustre sont très nombreuses sur le continent européen. En Scandinavie, un optimum de température durant l'OCR est proposé par Korhola *et al.* (2000), Shemesh *et al.*, (2001) et Bigler *et al.* (2002), tandis que Aaby (1976) observe un épisode de forte précipitation entre 330 BCE et 210 AD. En Ibérie, les études lacustres mettent en évidence une humidité exacerbée durant l'OCR, qui est appelée la « Iberian-Roman Humid Period » (600 BCE – 400 AD, Martín-Puertas *et al.*, 2009). Cette période humide est détectée dans les registres sédimentaires de l'Espagne (*e.g.* Corella *et al.*, 2011), et est également associée à de hautes températures (Martínez-Cortizas *et al.*, 1999). L'étude par Pla & Catalan (2005) du lac Redon (Pyrénées) met en évidence des hivers chauds durant l'OCR, que les auteurs placent entre 700 BCE et 400 BCE, ce qui est en décalage temporel avec les autres études.

Autour de la Méditerranée, l'épisode climatique semble avoir été enregistré *via* une forte aridité. En Italie, les niveaux de lacs montrent des baisses de niveaux (Giraudi, 1989 ; Magny *et al.*, 2007) entre 300 BCE et 200 AD, de même qu'au Maroc (Roberts *et al.*, 2004) et qu'en Turquie (Degens *et al.*, 1984). Une aridité est également détectée en Pologne par l'étude de tourbières entre 200 BCE et 300 AD (Żurek *et al.*, 2002), et par un minimum du niveau du Lac Gosciaz entre 100 BCE et 500 AD (Pazdur *et al.*, 1995).

Enfin, au Moyen-Orient, les études visant à reconstruire les niveaux de la mer Morte montrent un haut niveau entre 300 BCE et 300 AD, ce qui témoignerait de précipitations importantes à l'échelle régionale sur cette période, dans un climat qui était globalement aride (Bookman *et al.*, 2004 ; Enzel *et al.*, 2004 ; Migowski *et al.*, 2006). Les mêmes conclusions sont tirées par Frumkin *et al.* (1991) de l'étude palynologique et sédimentologique du Mont Sedom (Israël).

## 6. Les carottes de glace

### *i. Principe de l'analyse des carottes de glace*

La glace formée au niveau des deux grandes calottes glaciaires actuelles (le Groenland et l'Antarctique) résulte de la densification et de la compaction progressive, sur des décennies voire des millénaires, de la neige déposée en surface. Les carottes de glace sont obtenues par des forages qui peuvent être superficiels (jusqu'à 100 m de profondeur) ou profonds (> 1000 m).

Sans tenir compte de certains forages superficiels, un total de 14 carottages profonds ont été réalisés en Antarctique et au Groenland, ce qui constitue un échantillonnage limité en comparaison de la grande surface des calottes glaciaires (Raynaud & Parrenin, 2009).

Historiquement, les premiers enregistrements longs ont été obtenus durant les années 1960 par les forages du Camp Century (Groenland, Hansen, 1966) et de Byrd (Antarctique, Gow *et al.*, 1968). À titre d'exemple, trois forages profonds en Antarctique permettent de remonter aux variations glaciaires-interglaciaires du Quaternaire : VOSTOK (Petit *et al.*, 1999), Dome Fuji (Watanabe *et al.*, 2003) et EPICA Dome C (EDC, Augustin *et al.*, 2004). De même, trois forages profonds au Groenland couvrent les variations climatiques des derniers 100 000 ans : GRIP (Greenland Ice-core Project (GRIP) Members, 1993), GISP2 (Mayewski & Bender, 1995) et NGRIP (Ruth *et al.*, 2003).

Une chronologie précise peut être établie le long des carottes de glace par le comptage des variations annuelles de caractéristiques physiques ou chimiques (*e.g.* Andersen *et al.*, 2006). Cette méthode s'applique notamment aux sites avec une forte accumulation (Groenland) et durant la période de l'Holocène, mais est moins efficace pour les zones à faible accumulation (Est Antarctique). L'utilisation d'autres archives bien datées (comme les éruptions volcaniques, *e.g.* Ram *et al.*, 1996) permet l'ancrage des chronologies. Durant la densification de la neige en glace, de l'air interstitiel peut échanger avec l'atmosphère de surface et être ensuite piégé sous forme de bulles de gaz. Cela entraîne une différence de chronologie entre la glace et le gaz piégé dans les bulles, qui doit bien être établie (Buizert *et al.*, 2015).

Les carottes de glace enregistrent de nombreux paramètres climatiques atmosphériques (Tableau 3). La glace constitue une archive directe des précipitations, des gaz atmosphériques, des poussières et des aérosols contenus dans l'air ambiant au moment du dépôt de la neige.

<b>Paramètres climatiques et environnementaux</b>	<b>Propriétés de la glace</b>
Température à la surface de la calotte glaciaire	Composition isotopique de la glace ( $\delta^{18}\text{O}$ , $\delta^2\text{H}$ ), des bulles d'air piégées ( $\delta^{15}\text{N}$ )
Variation des GES traces atmosphériques	Concentration des GES traces dans les bulles d'air piégées
Origine des précipitations	Excès en $^2\text{H}$ de la glace
Transport et circulation atmosphérique	Poussières et aérosols dans la glace
Activité solaire et intensité du champ magnétique	Beryllium ( $^{10}\text{Be}$ ) dans la glace

Tableau 3 : Exemples de paramètres climatiques ou environnementaux pouvant être étudiés par les carottes de glace. D'après Raynaud & Parrenin (2009).

Ainsi, les forages VOSTOK et EDC ont aidé à comprendre le lien entre concentration en gaz à effet de serre (GES) et variations climatiques (EPICA Community Members, 2006). La mesure des concentrations et des distributions des poussières et aérosols dans la glace permettent de comprendre les variations de dynamique de transport et de circulation atmosphérique sur de grandes échelles temporelles (*e.g.* Schüpbach *et al.*, 2018). La glace présente l'avantage d'avoir une forte résolution temporelle (parfois annuelle) dans le cas de fortes accumulations, et permet de produire de nombreuses données climatiques dans des zones très pauvres en proxys. Néanmoins, le caractère régional de l'échantillonnage est source d'incertitudes : quelle est la représentativité, surtout dans des conditions aussi spécifiques de haute altitude et de haute latitude, de ces forages ? De plus, la résolution spatiale de la glace est ici interprétée à l'échelle de l'hémisphère ou mondiale : or, aucun épisode climatique n'a été enregistré de manière globale et cohérente temporellement à cette échelle (Neukom *et al.*, 2019).

### *ii. L'enregistrement de l'OCR dans la glace*

Au Groenland, aucun optimum de température n'est décelé par Dahl-Jensen *et al.* (1998) sur le forage GRIP : un minimum relatif de -0,5 K par rapport aux températures actuelles est même constaté autour de 0 AD. Le même minimum relatif est observé par Johnsen *et al.* (2001) sur l'ensemble du Groenland. En revanche, Kobashi *et al.* (2011) détectent, *via* l'étude isotopique des bulles d'air contenues dans le forage GISP2, un optimum climatique avec des températures comparables à l'actuel. En Antarctique, Masson *et al.* (2000) détectent un épisode de refroidissement relatif dans un contexte global de réchauffement autour de 0 AD. Ce minimum, lorsqu'il est étudié plus spécifiquement sur le forage de l'EDC (Masson-Delmotte *et al.*, 2004), semble plutôt être autour de 300 BCE et pourrait correspondre à l'épisode climatique précédant l'OCR. On a donc peu d'évidence d'un fort épisode de réchauffement aux pôles durant l'OCR, mais plutôt d'un minimum de température, dans un contexte global qui tend au réchauffement. Cela montrerait que l'OCR n'est pas généralisé à l'échelle mondiale et serait essentiellement enregistré en Europe et autour du Bassin méditerranéen.



## 7. Les spéléothèmes

### *i. Principe de l'étude des spéléothèmes*

Les spéléothèmes, du grec *spilaion* (grotte) et *théma* (dépôt), sont des dépôts secondaires chimiques précipités dans les grottes. Bien qu'ils puissent être constitués de plus de 200 minéraux, le composant principal et majoritaire des spéléothèmes est la calcite  $\text{CaCO}_3$ . Ces dépôts peuvent prendre des formes et structures variées, en lien avec la dynamique des fluides circulants et la nature des minéraux. Les stalactites et les stalagmites en sont les exemples les plus connus. Les spéléothèmes sont de grandes archives des variations climatiques passées, *via* l'accumulation des dépôts, sur des durées continues qui peuvent atteindre plusieurs centaines de milliers d'années (Fairchild *et al.*, 2006). L'environnement généralement stable dans les grottes en termes de température et d'humidité permet une préservation du signal ainsi qu'une absence d'altération secondaire (Fairchild *et al.*, 2006). De nombreux proxys peuvent être étudiés et sont généralement utilisés pour des reconstitutions de températures ou de précipitations : la dynamique de croissance des dépôts (*e.g.* Spötl & Mangini, 2002), les compositions isotopiques de l'oxygène (*e.g.* McDermott, 2004) et du carbone (*e.g.* Dorale *et al.*, 1998), l'épaisseur des bandes annuelles de dépôt (*e.g.* Frisia *et al.*, 2003), ou encore les concentrations en éléments traces (*e.g.* Johnson *et al.*, 2006). Le taux d'accumulation des dépôts ne pouvant pas être considéré comme constant, des méthodes de datation indépendantes sont réalisées, généralement par les séries de l'Uranium (Richards & Dorale, 2003). Le développement de l'application de la spectrométrie de masse par ionisation thermique aux spéléothèmes a permis de diminuer la quantité de matériel nécessaire et donc d'augmenter la résolution des chronologies (Edwards *et al.*, 1987 ; Richards & Dorale, 2003).

Les spéléothèmes sont des objets dont la compréhension progresse rapidement. Ils permettent d'étudier plusieurs proxys paléoclimatiques et fournissent une chronologie indépendante. Selon l'échelle temporelle de l'étude, la résolution des analyses peut être adaptée. Néanmoins, du fait de leur « jeunesse » en tant que proxy, la compréhension des facteurs climatiques influençant leur dépôt reste limitée : il est par exemple difficile de discerner les effets combinés de la température et de l'humidité des grottes sur les spéléothèmes (Fleitmann *et al.*, 2008). On manque également de connaissances sur les variations climatiques dans les grottes où se font les dépôts. Par exemple, Asrat (2008) a montré des variations importantes dans la géochimie des eaux circulantes et des stalagmites déposées dans une même grotte.

ii. *Enregistrement de l'OCR par les spéléothèmes*

En Scandinavie, un optimum de température entre 0 AD et 500 AD est détecté par Lauritzen & Lundberg (1999). En Europe, l'OCR est enregistré *via* une humidité accrue autour de 70 AD par McDermott *et al.* (1999), tandis qu'il semble y avoir un signe d'évolution vers un climat aride en Italie Centrale autour de 0 AD (Zanchetta *et al.*, 2007). Les températures enregistrées sont plus hautes durant cette période, que ce soit en Italie (Frisia *et al.*, 2005) ou en Irlande (McDermott *et al.*, 2001). En revanche, aucun optimum de température n'est observé par Mangini *et al.* (2005) dans les Alpes centrales. En Espagne et en Ibérie, l'OCR est observé dans les spéléothèmes comme un épisode chaud (Martín-Chivelet *et al.*, 2011) et humide (Domínguez-Villar *et al.*, 2008). Enfin, au Moyen-Orient, l'OCR semble être d'abord caractérisé par des conditions humides (Orland *et al.*, 2009), mais qui tendent à l'aridification à partir de 0 AD (Bar-Matthews *et al.*, 1998 ; Göktürk *et al.*, 2011).

## 8. Les forages océaniques

i. *Principe des études paléocéanographiques*

La paléocéanographie, qui est l'étude du fonctionnement des océans passés à l'échelle des temps géologiques, emploie une grande variété de méthodes biologiques, physiques et chimiques. L'une des applications est la reconstruction des environnements océaniques passés. De nombreux proxys peuvent être étudiés dans les sédiments océaniques, que ce soit des restes biologiques ou des signatures chimiques (voir Wefer *et al.*, 1999). La sédimentation continue en milieu océanique ainsi que la variété d'études indépendantes menées permettent une bonne connaissance des climats passés à grande échelle spatiale et temporelle. Lors des missions d'échantillonnage, des carottages multiples sont réalisés sur une même zone pour éviter tout hiatus dans la série sédimentaire. Les proxys, qui sont ensuite étudiés de manière indépendante, appartiennent à deux grandes catégories : les restes biologiques et les signatures chimiques. Les proxys biologiques correspondent à des restes organiques ou minéraux. Les températures d'eau de surface (« Sea Surface Temperature », SST) peuvent tout d'abord être connues par l'étude de molécules organiques, ou biomarqueurs. On peut évoquer le degré d'insaturation des alcénones (UK<sub>37</sub>, Bard, 2001), ou l'étude des membranes lipidiques d'archées (TEX<sub>86</sub>, Herfort *et al.*, 2006). Les restes minéraux sont notamment représentés par les carbonates biogéniques. Ceux-ci, bioconstruits par des organismes, constituent des archives des milieux océaniques dans

lesquels ils ont précipité. Les tests des foraminifères (*Foraminifera*) en sont un exemple. Les foraminifères sont des protozoaires qui forment un test carbonaté de 10 à 100 µm de diamètre. Pouvant avoir une écologie planctonique ou benthique selon les espèces, leurs tests enregistreront alors les conditions de surface ou de profondeur. Les connaissances des assemblages et comportements écologiques des foraminifères se basent sur des études d'organismes actuels (*e.g.* Bé & Hamlin, 1967), et permettent de comprendre la distribution régionale, la profondeur d'habitat et les dynamiques de construction du test carbonaté des différentes espèces (Hemleben *et al.*, 2012). Par exemple, il existe chez certaines espèces planctoniques une polymorphie (dextre ou senestre) liée à la température de surface de l'eau de mer (Žarić *et al.*, 2005). Également, de nombreuses études ont permis d'établir des fonctions de transfert entre SST et assemblages écologiques de foraminifères retrouvés dans les sédiments (Guiot & de Vernal, 2007).

La bioconstruction permet l'enregistrement, chimique et isotopique, du milieu de vie dans les tests carbonatés, qui sont ensuite retrouvés dans les sédiments océaniques. De nombreux proxys chimiques peuvent donc être étudiés sur ces restes. Par exemple, les compositions isotopiques de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}$ ) et du carbone ( $\delta^{13}\text{C}$ ) des tests de foraminifères dépendent notamment de la composition isotopique de l'eau de mer et de la SST. Il est donc possible, *via* l'étude de la composition isotopique du test, de connaître les conditions océaniques de bioconstruction (Pearson, 2012). Un autre proxy très utilisé est le rapport élémentaire Mg/Ca des tests. Ayant d'abord été calibré dans l'actuel, ce rapport est représentatif de la SST à laquelle le test a été construit (Nürnberg *et al.*, 1996 ; Lea *et al.*, 1999). Il est utilisé pour reconstituer les variations de SST durant le Quaternaire (*e.g.* Mashiotta *et al.*, 1999 ; Lea *et al.*, 2000).

L'étude des sédiments océaniques permet de fournir de longs enregistrements, généralement bien calibrés, à grande échelle spatiale et temporelle. Ce sont donc des outils privilégiés pour étudier des épisodes climatiques globaux. Sur un même forage sédimentaire océanique, de nombreux proxys peuvent être étudiés en parallèle, et permettent une meilleure compréhension des conditions environnementales océaniques de l'échelle du siècle (Black *et al.*, 2007) à l'échelle de plusieurs millions d'années (Zachos *et al.*, 2001). Néanmoins, de nombreux facteurs peuvent perturber ces reconstitutions : l'influence d'un enregistrement saisonnier (Schneider *et al.*, 2010), la bioturbation des sédiments (Berger & Heath, 1968), la taille de l'échantillonnage des populations de foraminifères (Killingley *et al.*, 1981) ou encore des incertitudes de mesure (Rosell-Melé *et al.*, 2001). D'autre part, des connaissances manquent encore sur les conditions d'application des proxys paléocéaniques. À titre d'exemple, le rapport

Mg/Ca des tests carbonatés est fonction de la SST, le rapport Mg/Ca de l'eau de mer étant considéré comme constant en raison du grand temps de résidence de ces deux éléments. Or, ce rapport semble varier dans les océans actuels, de manière comparable aux variations enregistrées durant les 20 derniers millions d'années (Lebrato *et al.*, 2020). Une meilleure connaissance et contrainte des paramètres affectant les proxys est donc nécessaire pour améliorer nos connaissances des environnements océaniques passés.

ii. *Enregistrement de l'OCR par les proxys océaniques*

L'Optimum Climatique Romain semble être enregistré de manière assez homogène par les proxys océaniques comme un épisode chaud, tandis que les conditions de précipitations semblent être affectées par des phénomènes régionaux (Figure 11).

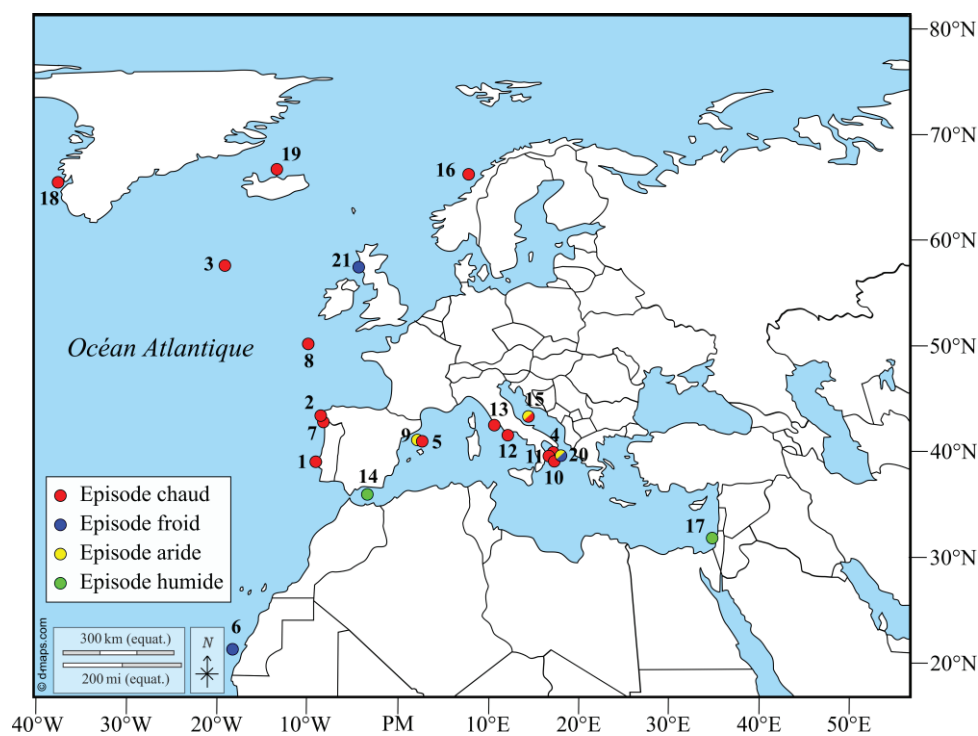


Figure 11 : Ensemble des études océaniques localisables menées sur l'Optimum Climatique Romain et interprétations climatiques (cercle mixte = deux interprétations). La légende correspondant aux chiffres est disponible en Annexe 4.

Aux hautes latitudes, un optimum de SST est enregistré autour de 0 AD au Groenland (Seidenkrantz *et al.*, 2007), en Islande (Bianchi & McCave, 1999 ; Sicre *et al.*, 2008), ou dans la mer du Nord (Risebrobakken *et al.*, 2003). Les mêmes conclusions peuvent être tirées sur la

plupart des études localisées sur la côte Atlantique (Diz *et al.*, 2002 ; Abrantes *et al.*, 2005 ; Álvarez *et al.*, 2005 ; Eiríksson *et al.*, 2006), bien que certaines évoquent des épisodes de température légèrement (Wang *et al.*, 2010) ou bien plus froides (deMenocal *et al.*, 2000) que l'actuel. Celles-ci sont néanmoins minoritaires.

En Méditerranée occidentale, l'OCR est observé comme un épisode chaud, avec de hautes SST, et plutôt aride (Frigola *et al.*, 2007 ; Cisneros *et al.*, 2016). La région semble évoluer vers une période plutôt humide autour de 200 AD (Nieto-Moreno *et al.*, 2011). En Méditerranée centrale, le Golfe de Taranto a été très étudié, et a montré des températures plus hautes durant l'OCR (Chen *et al.*, 2011 ; Grauel *et al.*, 2013 ; Goudeau *et al.*, 2015), bien que caractérisé par des épisodes de refroidissement (Chen *et al.*, 2011). Seuls Taricco *et al.* (2009) observent un minimum de SST autour de 0 AD, mais cette interprétation est contestée, notamment en lien avec des erreurs de datation et d'échantillonnage (Grauel *et al.*, 2013). En mer Tyrrhénienne, de fortes SST entre 300 et 100 BCE sont suivies par trois épisodes de refroidissement abrupt successifs, nommés « Roman I, II, III » (Lirer *et al.*, 2014 ; Margaritelli *et al.*, 2016). En mer Adriatique, Piva *et al.* (2008) détectent un épisode chaud et aride entre 100 BCE et 300 AD. Enfin, en Méditerranée occidentale, une humidité relative est détectée durant le premier millénaire AD (Schilman *et al.*, 2001). À l'échelle du Bassin méditerranéen, Margaritelli *et al.* (2020) mettent en évidence un épisode chaud entre 0 AD et 500 AD.

### B. Interprétations et discussions des caractéristiques climatiques de l'Optimum Climatique Romain

#### 1. L'extension temporelle de l'épisode

Le premier élément qui ressort de l'étude de l'ensemble des proxys caractérisant l'Optimum Climatique Romain est la variabilité temporelle des bornes qui lui sont attribuées (Figure 12). En considérant les 37 publications qui attribuent explicitement des bornes temporelles à l'OCR, on obtient un épisode dont l'extension maximale est comprise entre 800 BCE (Seidenkrantz *et al.*, 2007) et 600 AD (Heim *et al.*, 1997). On n'observe pas de lien entre bornes temporelles et zone géographique d'étude. Certaines études semblent néanmoins ne pas localiser correctement l'OCR dans le temps (*e.g.* Plan & Catalan, 2008), ce qui fausserait sa caractérisation climatique. La catégorie de proxy avec la plus forte variabilité temporelle est le proxy océanique (Figure 12), ce qui est cohérent avec sa faible résolution temporelle qui est plutôt à l'échelle du siècle.

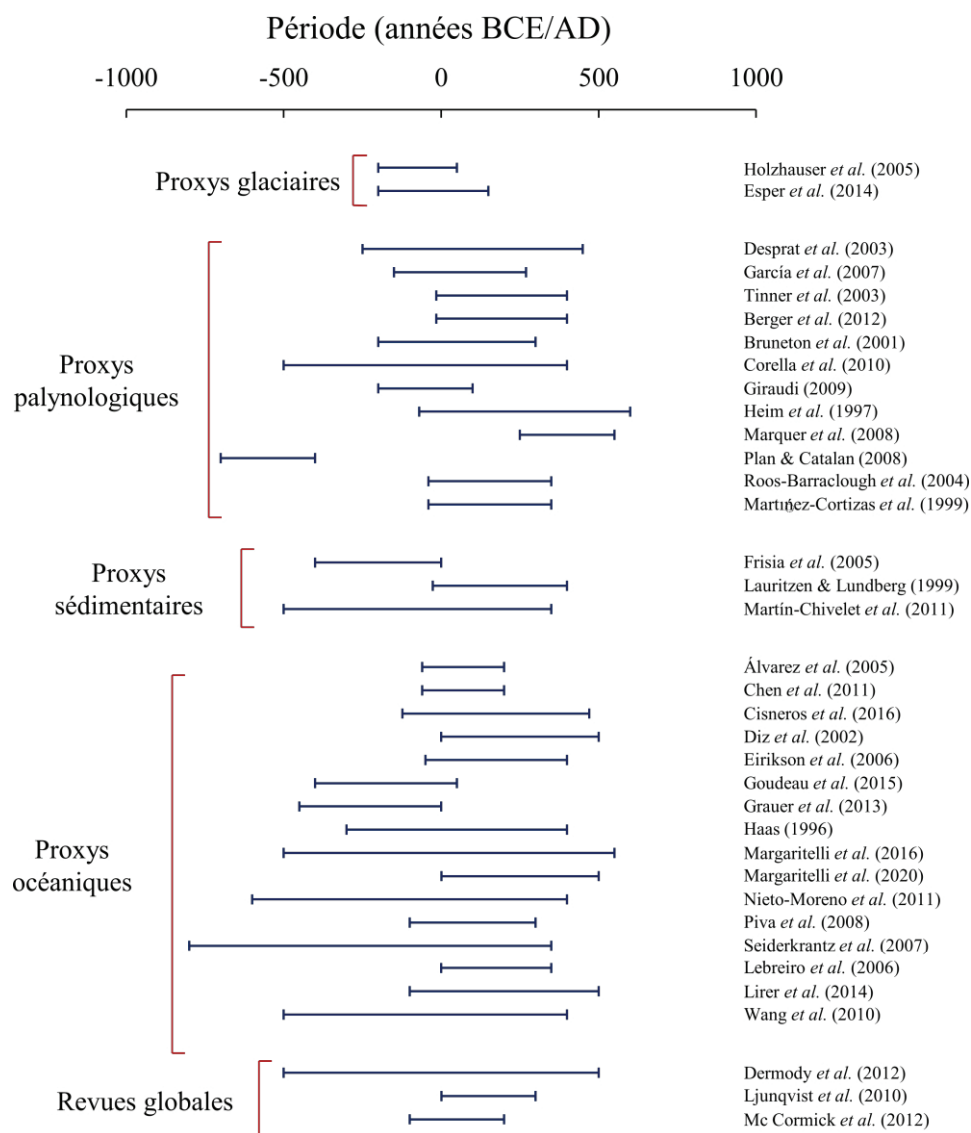


Figure 12 : Variabilité des bornes temporelles attribuées à l'Optimum Climatique Romain par les études citées, classées par type de proxy.

La variabilité dans la définition d'un épisode climatique peut être attribuée à plusieurs facteurs : un diachronisme des phénomènes climatiques à l'échelle du continent, des effets de localités liés à la géomorphologie régionale, ou encore une variation du temps de réponse des proxys aux changements climatiques. Ces mêmes écueils limitent la définition d'autres épisodes climatiques, que ce soit durant l'Holocène (*e.g.* Mann *et al.*, 2009) ou sur les interglaciaires du Quaternaire (*e.g.* Candy *et al.*, 2014). Bien qu'on comprenne qu'un épisode climatique ne puisse pas être enregistré de manière globale et cohérente à l'échelle continentale (Neukom *et al.*, 2019), définir des bases temporelles à ces derniers s'avère tout de même nécessaire. Cela permet de fournir des points d'ancrages aux modèles climatiques (Flato *et al.*, 2013), de

disposer de paramètres indépendants et universels de comparaison pour définir les variations climatiques et, notamment pour les périodes historiques, de pouvoir comparer les études paléoclimatiques au registre documentaire et d'archive disponible. Dans le cadre de cette thèse, nous considérons que l'OCR a une extension maximale comprise entre 450 BCE et 500 AD (bornes maximales des valeurs basses et hautes de l'épisode). Cet intervalle intègre bien les migrations des peuples celtes en territoire gaulois. Ces populations ont donc très certainement expérimenté cet épisode climatique. Quelles en sont les grandes caractéristiques ?

## **2. Caractéristiques climatiques de l'Optimum Climatique Romain**

La variété des noms attribués à l'OCR (« Roman Warm Period », « Roman Humid Period », « Roman Climate Optimum ») reflète la diversité des interprétations climatiques qui peuvent en être faites. Celles-ci sont liées aux différences de résolution temporelle et d'informations climatiques enregistrées par chaque proxy (Mann, 2002), comme mis en évidence précédemment. Nous allons ici nous concentrer sur deux caractéristiques principales du climat durant l'OCR : la température (de l'air ou des eaux de surface, Figure 13) et le régime de précipitations (humidité, Figure 14).

Concernant les températures (de surface ou SST), l'ensemble des études citées, sauf de rares exceptions, s'accordent à décrire l'OCR comme un épisode chaud sur le continent européen et le Bassin méditerranéen (Figure 13). Les températures sont généralement considérées comme équivalentes (*e.g.* Wanner *et al.*, 2000 ; Kobashi *et al.*, 2011) ou supérieures (*e.g.* Cisneros *et al.*, 2016 ; Margaritelli *et al.*, 2020) à l'actuel. Le réchauffement semble notamment concentré dans la première partie de l'épisode puis tend à un léger refroidissement à partir de 200 AD (Margaritelli *et al.*, 2016). Deux études (Lirer *et al.*, 2014 ; Margaritelli *et al.*, 2016), basées sur des proxys océaniques, proposent trois épisodes de refroidissement ponctuels et abrupts, appelés « Roman I, Roman II, Roman III ». Cela demanderait à être vérifié par d'autres proxys à plus haute résolution, comme des études dendroclimatologiques sur la même région.

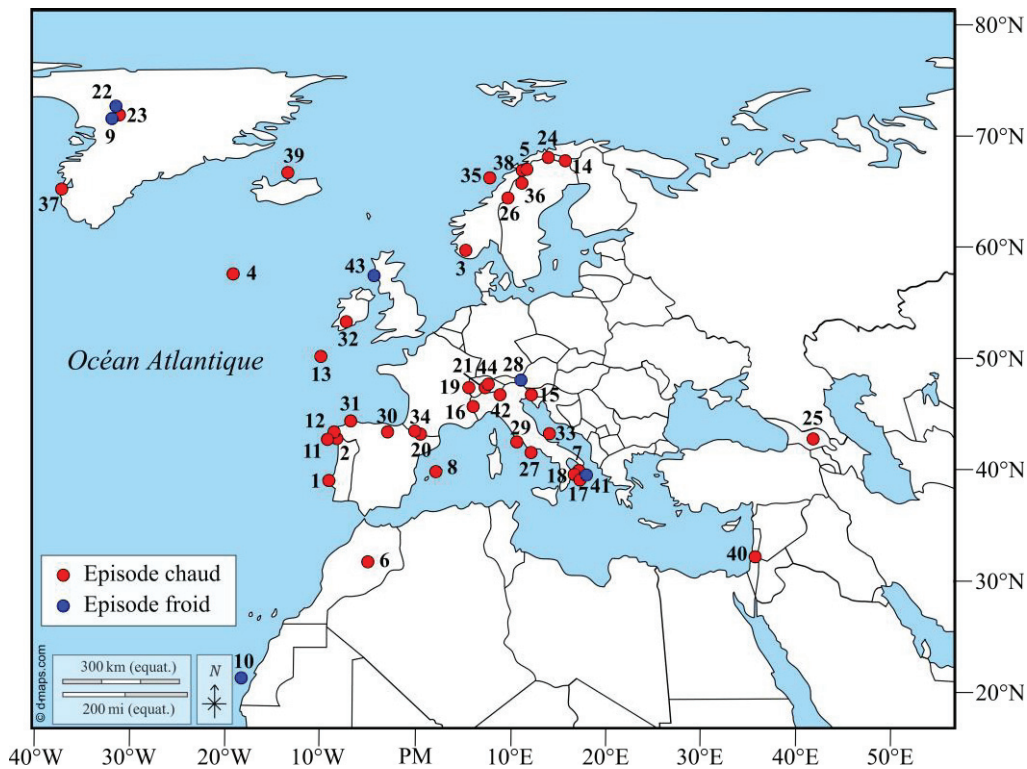


Figure 13 : Variations de température attribuées à l’Optimum Climatique Romain dans l’ensemble des études considérées. La légende correspondant aux chiffres est disponible en Annexe 5.

En termes de précipitations, on observe deux grands régimes (Figure 14). Un épisode de forte humidité caractérise l’Europe continentale, la Scandinavie et la région ibérique. En Espagne, l’OCR est également appelé « Iberian Humid Period » (Martín-Puertas *et al.*, 2009). Le régime de précipitation est estimé avoir été plus important qu’actuellement, ce qui explique sa détection dans environ tous les registres de proxys. En revanche, un épisode d’aridité marqué est détecté autour du Bassin méditerranéen par l’ensemble des proxys paléoclimatiques. L’exception semble être le bassin de la mer Morte, qui enregistre une hausse de niveau durant l’OCR et caractérise donc un régime, sûrement régional, de précipitations accrues au sein d’un contexte globalement aride (Heim *et al.*, 1997 ; Migowski *et al.*, 2006).

Ainsi, l’Optimum Climatique Romain est caractérisé comme un épisode chaud, accompagné d’un fort régime de précipitations en Europe continentale et d’un épisode d’aridité autour du Bassin méditerranéen. Ces caractéristiques peuvent être expliquées en termes de phénomènes climatiques.



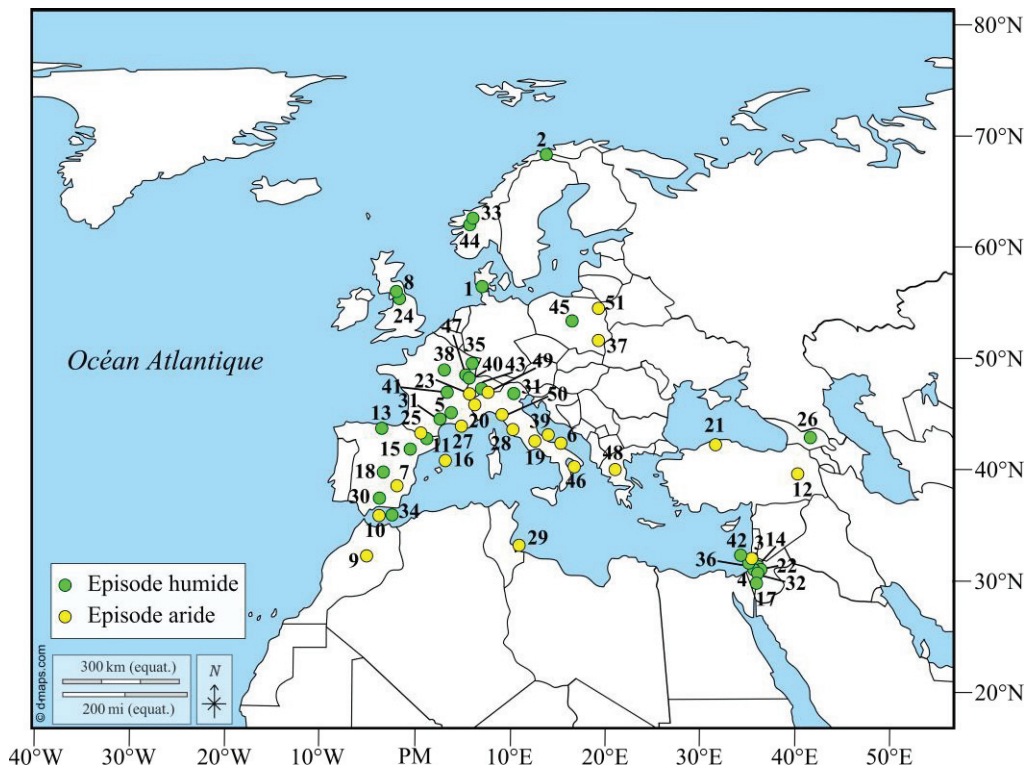


Figure 14 : Variations d’humidité attribuées à l’Optimum Climatique Romain dans l’ensemble des études considérées. La légende correspondant aux chiffres est disponible en Annexe 6.

### 3. Mécanismes climatiques à l’origine de l’Optimum Climatique Romain

Divers paramètres climatiques ont été évoqués pour expliquer l’Optimum Climatique Romain. Les mécanismes et explications évoqués ici s’affranchissent nécessairement des variations régionales et temporelles de l’épisode (Labuhn *et al.*, 2016).

De manière générale, l’OCR est enregistré comme un épisode chaud, que ce soit en milieu continental ou océanique. Les variations de températures, durant le dernier millénaire, sont notamment attribuées aux variations d’activité solaire et au volcanisme. L’irradiation solaire, ou activité solaire, peut être étudiée dans le passé par les variations d’abondance de cosmonucléides ( $^{14}\text{C}$ ,  $^{10}\text{Be}$  et  $^{36}\text{Cl}$ ). Ceux-ci, formés par interaction entre rayonnement cosmique et l’atmosphère, vont voir leur production diminuer dans le cas d’activité solaire plus importante. L’analyse spectrale des variations des cosmonucléides permet de remonter aux variations d’irradiance solaire totale (« Total Solar Irradiance », TSI) et met en évidence des cycles d’activités de 1500 ans sur l’Atlantique nord (Bond *et al.*, 2001). Le lien entre activité solaire et climat a été mis en évidence par Chapman & Shackleton (2000), qui ont montré le

lien entre variations de circulation océanique (et donc variations climatiques), et quantité de  $^{14}\text{C}$  atmosphérique. De même, Stuiver *et al.* (1997), à haute latitude, ont montré la relation entre activité solaire et courbe isotopique mesurée sur le forage GISP2, et suggèrent que la variabilité climatique du dernier millénaire est contrôlée par les variations d'activité solaire. Les épisodes climatiques de cette période, comme l'Optimum Climatique Médiéval ou le Petit Âge Glaciaire, sont d'ailleurs expliqués notamment par des variations d'activité solaire (*e.g.* Lean & Rind, 1999 ; Goosse *et al.*, 2006). L'impact de l'activité solaire est limité après les années 1950 en raison du forçage extrême par les émissions de gaz à effet de serre responsables du changement climatique actuel (Crowley, 2000). Pour l'OCR, on s'aperçoit que l'épisode est associé à une période de haute stabilité de l'activité solaire (Figure 15). Une diminution de cette activité, détectée à partir de 100 AD, pourrait expliquer la détérioration des conditions climatiques de l'optimum et les trois épisodes de refroidissement (Lirer *et al.*, 2014).

De manière associée, le volcanisme à grande échelle a un impact direct sur le climat, notamment par l'injection dans la stratosphère d'aérosols sulfatés, qui empêchent les rayons solaires d'atteindre la surface de la Terre et entraînent une diminution de la température de surface pendant quelques années (Robock, 2000). L'activité volcanique, *via* des éruptions de grande ampleur, a joué un rôle important dans les variations climatiques de l'hémisphère nord, à l'échelle de l'année ou de la décennie, durant ces derniers millénaires (Sigl *et al.*, 2015). Celle-ci peut être étudiée *via* différents proxys, comme la glace (Gao *et al.*, 2008) ou la dendroclimatologie (Büntgen *et al.*, 2020). Durant l'épisode de l'OCR, on observe une période de faible activité volcanique (Büntgen *et al.*, 2020). On peut donc supposer que cette absence d'activité, associée à une stabilité, voir des pics d'activité solaire, sont les deux paramètres principaux responsables de températures hautes durant l'Optimum Climatique Romain.

Les variations d'humidité, à l'échelle du continent, sont liées aux circulations atmosphériques, avec alternance d'épisodes de sécheresse et d'humidité (Macklin *et al.*, 2002). À l'échelle du continent européen, l'oscillation Nord Atlantique (« North Atlantic Oscillation », NAO) joue un rôle central dans le contrôle de ces phénomènes. La NAO est définie comme une oscillation atmosphérique à grande échelle entre l'anticyclone (haute pression) subtropical des Açores et la zone subpolaire de basse pression au sud de l'Islande (Wanner *et al.*, 2001). Plus prononcé durant l'hiver boréal (décembre à avril, Faust *et al.*, 2016), il s'agit du phénomène principal qui contrôle la direction et la force des vents d'ouest, dont le jet-stream (Hurrell, 1995).

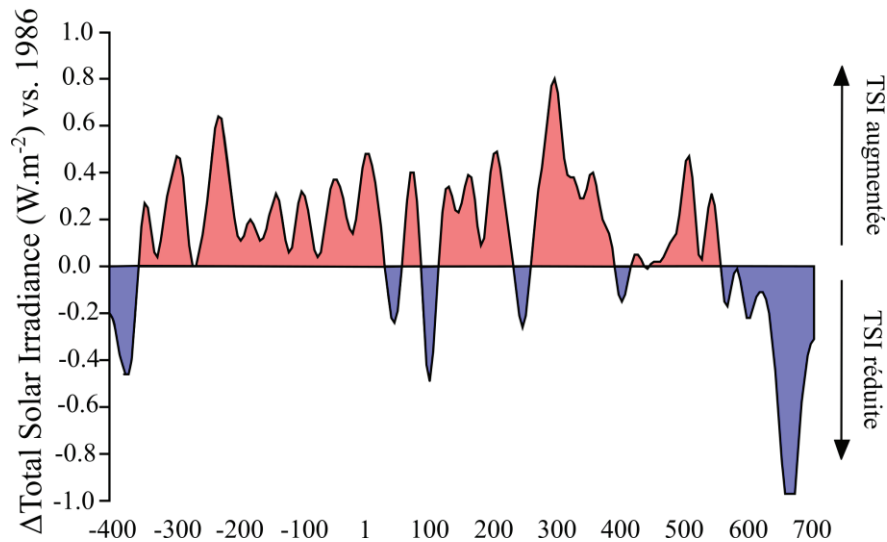


Figure 15 : Variations de Total Solar Irradiance ( $\Delta TSI$ ) entre 400 BCE et 700 AD comparées aux données actuelles pendant le cycle solaire de 1986 ( $1365,57 \text{ W.m}^{-2}$ ).

D'après Steinhilber et al. (2009) et Harper (2017).

La NAO oscille, sur des échelles temporelles pouvant aller de la saison à la décennie, entre deux phases (Figure 16) : une phase positive (NAO +), où l'augmentation du gradient de pression entraîne une déviation vers le nord des vents d'ouest, entraînant des hivers chaud et humides en Europe du Nord (Europe centrale et Scandinavie) tandis que l'Europe du Sud (Europe méditerranéenne) sera plus aride et froide. À l'inverse, une phase négative (NAO -) est caractérisée par une diminution du gradient de pression, qui dévie vers le sud les vents d'ouest, entraînant des hivers plus froids et secs en Europe du Nord tandis que l'Europe du Sud sera plus chaude et humide (Wanner *et al.*, 2001). Au niveau du Bassin méditerranéen, les épisodes NAO + sont associés à un épisode d'aridité globale, sauf dans le sud-est où des précipitations accrues sont observées. Les effets inverses sont constatés durant un épisode NAO - (Cullen & deMenocal, 2000).

D'autres phénomènes climatiques peuvent être évoqués dans le contrôle des variations climatiques à l'échelle de l'Europe. Par exemple, l'oscillation Est-Atlantique (EA) est un champ de pression, décalé par rapport à ceux du NAO et situé au sud de l'Islande et à l'ouest de l'Irlande ( $55^{\circ}\text{N}$  ;  $20\text{--}35^{\circ}\text{W}$ , Comas-Bru & McDermott, 2014). Des travaux récents ont montré que l'EA peut jouer un rôle clé dans la localisation des champs de pression de la NAO et conditionner la réponse de surface à ses variations (*e.g.* Moore & Renfrew, 2012).

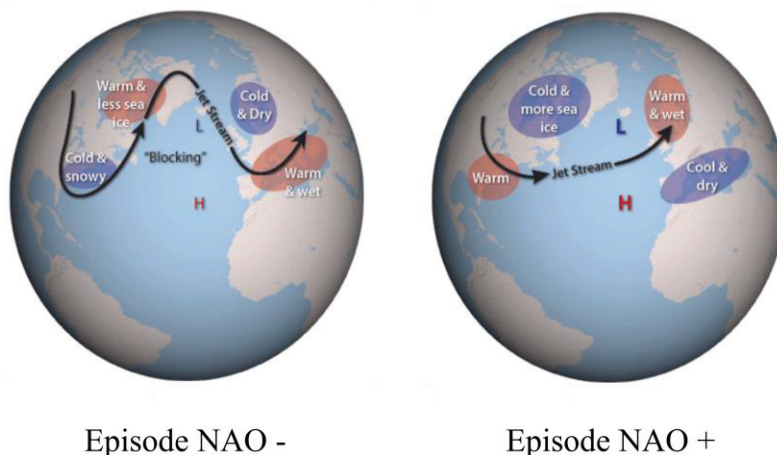


Figure 16 : Variations de la North Atlantic Oscillation (NAO) et effets climatiques.

Adapté de Lindsey & Dahlman (2009).

Les variations de la NAO dans le passé ont pu récemment être reconstituées, notamment pour le dernier millénaire, grâce à l'étude de proxys variés (*e.g.* Trouet *et al.*, 2009 ; Ortega *et al.*, 2015). Cela a permis de montrer le lien entre NAO et épisodes climatiques, notamment pour l'Optimum Climatique Médiéval et le Petit Âge Glaciaire qui sont caractérisés respectivement par des épisodes de NAO + et de NAO - prolongés (Trouet *et al.*, 2009). Pour les périodes plus anciennes que le dernier millénaire, de nombreuses incertitudes persistent pour la NAO (Olsen *et al.*, 2012 ; Faust *et al.*, 2016 ; Hernández *et al.*, 2020), tandis que la connaissance des variations passées de l'EA sont limitées aux derniers siècles (Comas-Bru & Hernández, 2018). On manque donc de connaissance des interactions entre ces deux phénomènes climatiques pour les épisodes plus anciens.

Concernant la période couverte par l'OCR, les reconstitutions des variations de NAO ne s'accordent pas entre elles, notamment en haute latitude (Hernández *et al.*, 2020). On semble néanmoins passer d'un épisode de NAO - à un épisode NAO + à 300 AD, soit durant la fin de l'OCR (Figure 17, Margaritelli *et al.*, 2020). Cet épisode NAO + serait à l'origine d'upwelling renforcés au niveau de la côte Atlantique, observés par Lebreiro *et al.* (2006). La transition entre NAO - et NAO + pourrait être à l'origine du décalage de l'ensemble des précipitations vers l'Europe centrale et la Scandinavie, tandis que le sud de l'Europe ainsi que la Méditerranée centrale auraient subi un épisode d'aridité exacerbé (Margaritelli *et al.*, 2020). L'épisode NAO + pourrait également être à l'origine du régime de précipitation accru dans le sud-est du Bassin méditerranéen, détecté par les hauts niveaux de la mer Morte (Heim *et al.*, 1997 ; Bookman *et al.*, 2004 ; Enzel *et al.*, 2004 ; Migowski *et al.*, 2006). On expliquerait ainsi les variations d'humidité enregistrées durant l'OCR. Des interactions entre NAO et EA sont

également proposées à l'échelle régionale (Sánchez-López *et al.*, 2016) ou continentales (Dermody *et al.*, 2012), mais on manque de point d'ancrage sur les variations passées de l'EA pour discuter de celles-ci.

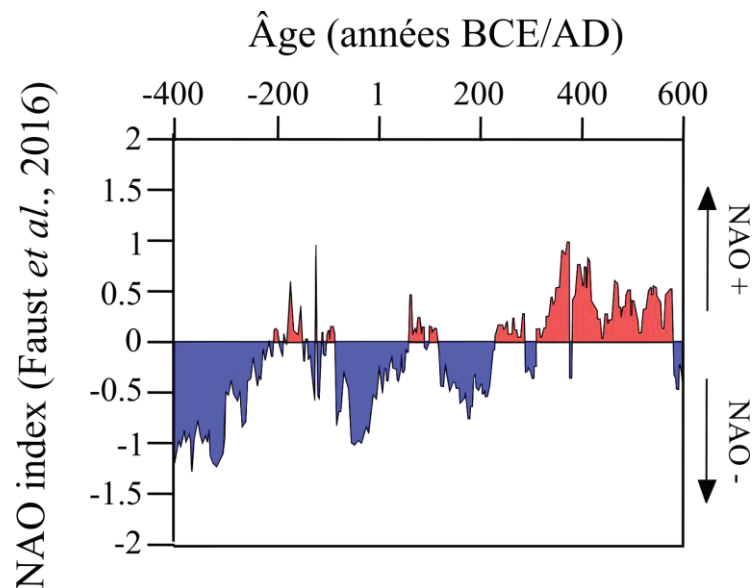


Figure 17 : Variations de la NAO durant la période temporelle de l'Optimum Climatique Romain.

D'après Faust et al. (2016).

On peut donc expliquer les conditions climatiques durant l'OCR par une diversité de phénomènes. Parmi ceux-ci, une intense activité solaire, peu d'éruptions volcaniques, et un régime NAO spécifique ont pu conditionner l'environnement de vie des populations européennes locale. Il existe, très certainement, de nombreux phénomènes climatiques régionaux et abrupts durant cet épisode (Labuhn *et al.*, 2016), qui ne peuvent pas être pris en considération ici. De même, de nombreuses interactions entre phénomènes climatiques, bien plus complexes, pourraient être recherchées pour expliquer au mieux les conditions de l'OCR. Cela constitue une piste de recherche, qui permettrait d'affiner la connaissance de cet optimum climatique.

#### 4. Conclusions sur l'Optimum Climatique Romain

En conclusion, on peut connaître l'OCR grâce à une grande diversité de proxys, qui permettent, de manière indépendante, de connaître les conditions climatiques dans lesquelles les populations gauloises ont évolué. Ces conditions sont essentiellement marquées par une température plus forte et un régime de précipitation exacerbé en Europe continentale, ainsi qu'un épisode de forte aridité autour du Bassin méditerranéen. Elles peuvent être expliquées par des interactions entre divers phénomènes climatiques, notamment activité solaire, éruption volcanique, et variations de NAO. Néanmoins, il reste de nombreuses incertitudes concernant la définition précise des limites temporelles et des conditions climatiques de l'OCR. Une autre problématique à évoquer est celle de la manière dont les populations locales ont expérimenté ces conditions climatiques. Dans les dernières années, des études tentent d'étudier l'impact des conditions climatiques de l'OCR sur l'organisation des sociétés locales (*e.g.* Büntgen *et al.*, 2011 ; Harper, 2017 ; Margaritelli *et al.*, 2020). Harper (2017) a, par exemple, proposé de lier le déclin de l'Empire romain à la dégradation climatique de la fin de l'OCR. Ceci est actuellement vivement discuté (Haldon *et al.*, 2018a, 2018b, 2018c). Concernant l'expérience qu'ont pu avoir les Gaulois de ces conditions climatiques, et les conséquences de celle-ci, très peu d'études se sont intéressées à ce sujet (Berger & Bravard, 2012). Nous verrons, dans le Chapitre 6, comment l'étude isotopique de restes osseux et dentaires de populations gauloises permet d'améliorer nos connaissances sur l'OCR en Gaule du Nord, zone d'ailleurs très pauvre en études paléoclimatiques sur cette période. Nous verrons également comment un régime de précipitation exacerbé, dès 300 BCE, a pu être enregistré isotopiquement dans les restes biologiques de ces populations (Chapitre 7).



## **Chapitre 2 : Sites archéologiques gaulois étudiés et problématiques associées**

Durant ce travail de thèse, deux sites archéologiques, identifiés comme un habitat groupé et un sanctuaire, ont été étudiés. Chacun d'entre eux porte des problématiques spécifiques. Les ensembles vont être présentés, et les problématiques associées seront discutées.

### I. Le site archéologique de Thézy-Glimont

#### A. Découverte et cadre du site archéologique

Thézy-Glimont (49°48'N–2°25' E) est situé dans le département de la Somme, à 15 km au sud-est d'Amiens (Figure 18). Il est situé en fond de vallée de la Somme, au bord de la rivière de l'Avre. Géologiquement, le site se situe au nord du bassin de Paris, sur un terrain sédimentaire composé de craie blanche du Santonien supérieur (c5e, Crétacé supérieur, entre 86,3 et 83,6 millions d'années). Le site a été découvert dans le cadre de fouilles archéologiques préventives entre novembre 2012 et mai 2013 par le Service d'Archéologie Préventive Amiens Métropole (SAAM). Celles-ci font suite à un rapport de diagnostic lors de la construction d'un logement pavillonnaire. Il faut donc garder à l'esprit que les limites spatiales observées sont celles du logement et non pas celles du site qui doit avoir une étendue géographique bien plus importante que ce qui a été fouillé.

Trois grands ensembles datant de la période de La Tène ont pu être mis en évidence (Figure 19) :

- un ensemble de 17 fosses à offrandes quadrangulaires,
- un ensemble de 17 fosses-silos,
- un vaste enclos à arme et un quadriportique associé. Cet emplacement a ensuite été réutilisé pour une série de 5 bâtiments de l'époque impériale romaine.



## Chapitre 2 : Sites archéologiques gaulois étudiés et problématiques associées

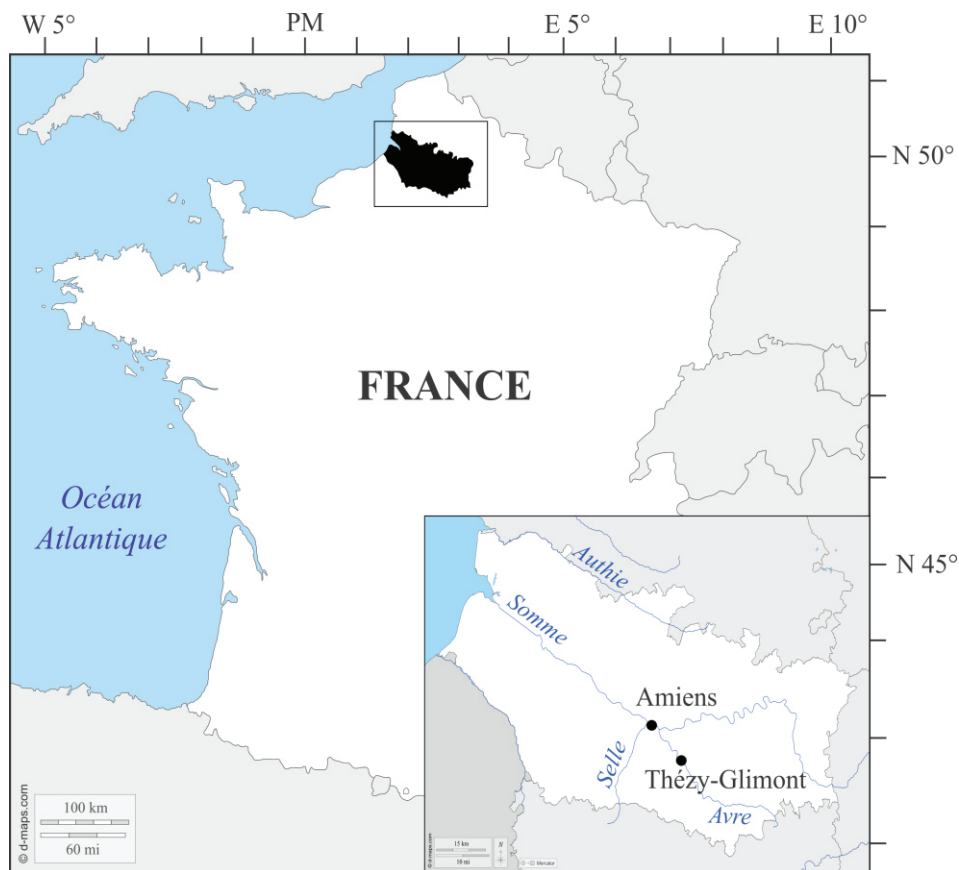


Figure 18 : Carte géographique de la France avec la localisation du site de Thézy-Glimont. PM : Prime Meridian. Le référentiel pour les longitudes et latitudes est le WGS84.

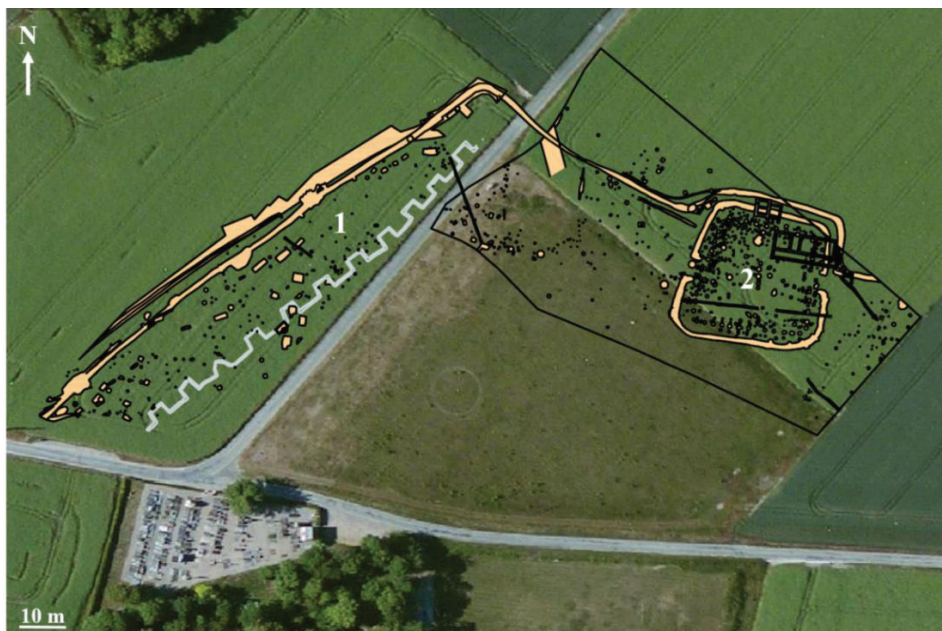


Figure 19 : Plan général du site archéologique, d'après Clauzel et al. (2022). Zone 1 : fosses à offrandes et fosses-silos ; Zone 2 : enclos à armes. Une tranchée de la 1<sup>ère</sup> Guerre Mondiale (1918) est représentée en gris. L'image de fond a été téléchargée de Google Maps<sup>TM</sup>.

Les seules structures étudiées durant cette thèse sont les fosses à offrandes. Néanmoins, l'interprétation et la compréhension du site dans sa globalité nécessite l'étude de chacun des trois ensembles. Les fosses-silos et l'enclos à armes seront également présentés, bien que plus superficiellement que les fosses à offrandes. La plupart des données et interprétations présentées proviennent du rapport de fouille produit par Le Béchenec *et al.* (2016).

### B. Les fosses à offrandes de Thézy-Glimont

Lors des fouilles archéologiques, un ensemble de 17 fosses, alignées, a pu être mis en évidence. Elles sont globalement quadrangulaires, à fond plat, et livrent des dépôts composés de restes osseux d'équidés (*Equus caballus*), de bovidés (*Bos taurus domesticus*), d'humains (*Homo sapiens*) et, dans trois d'entre elles, d'un suidé (*Sus scrofa domesticus*), dont le crâne et les bas de pattes ont été prélevés. Ces fosses ont été comblées rapidement par des blocs de craies provenant du creusement, avant que la rigidité cadavérique ne se mette en place. Plusieurs indices témoignent de l'intentionnalité du dépôt. On observe que tous les individus, humains et animaux, sont en contact physique par un membre ou une partie. Ils sont déposés « en ligne » dans les fosses, ce qui donne un effet de « cortège ». L'humain, bien qu'il soit généralement en début ou en fin de cortège, n'est pas au centre, comme c'est le cas dans les tertres des peuples Kourganes (Włodarczak, 2013) ou dans les sépultures multiples à hommes et chevaux de Gondole (Sarry *et al.*, 2016). La taille des fosses n'a pas de relation directe avec le nombre d'individus retrouvés à l'intérieur. La fouille ne livre aucun autre dépôt comparable, que ce soit dans un silo ou dans un fossé et aucune trace de poteau n'a été observée dans cette zone. Les fosses ont toutes subi une érosion plus ou moins marquée, ce qui influence la préservation du matériel qu'elles contenaient. L'absence de recoupement entre fosses empêche toute chronologie stratigraphique, et l'absence de mobilier empêche de proposer datation précise. La datation par le radiocarbone a été employée sur les restes osseux des fosses, et montre que les fosses sont étalées temporellement entre La Tène Moyenne et La Tène finale (300 – 25 BCE).

Le terme de « fosse à offrandes » a été proposé par Le Béchenec *et al.* (2016), par opposition aux fosses dépotoirs, et sera utilisé durant le reste de ce travail. Au total, on retrouve des restes osseux et dentaires de 62 individus humains et animaux dans les 17 fosses (Tableau 4). Dans le cadre de ce travail de recherche, nous avons échantillonné un total de 83 échantillons osseux et dentaires provenant de 8 humains, 6 bovidés, 5 chevaux et 1 cochon (Tableau 13) issus de 9 fosses à offrandes différentes.

Numéro de fosse	Humains (nombre)	Équidés (nombre)	Bovidés (nombre)	Suidés (nombre)	Date calibrée BCE ( <i>Beta Analytics<sup>TM</sup></i> )
1135	1	1	4	1	165-45
1138	1	1	4	-	90-0
1140	1	1	4	-	
1450	1	1	1	-	105-40
1249	1	1	1	-	200-120
1206	1	1	1	-	90-40
1219	1	1	1	-	
1246	1	1	1	-	
1247	-	1	2	-	
1105	-	1	1	-	170-50
1211	-	1	4	-	
1205	-	1	1	-	50-5AD
1121	-	-	3	1	150-50
1222	-	-	3	1	
1087	-	-	4	-	90-40
1132	-	-	1	-	
1224	-	-	3	-	
<b>Nombre total d'individus</b>	8	12	39	3	

Tableau 4 : Individus humains et animaux retrouvés dans les fosses à offrandes de Thézy-Glimont. Les fosses colorées en gris correspondent à celles dont du matériel a été prélevé dans le cadre de cette thèse. Les datations correspondent aux dates calibrées fournis par *Beta Analytics<sup>TM</sup>*.

*D'après Le Béchenec et al. (2016).*

## 1. La fosse 1135

C'est la fosse la plus longue, bien qu'elle ne soit ni la plus large, ni la plus profonde (Figure 20). Elle est isolée spatialement des autres fosses. Un total de sept individus a été retrouvé dans ce dépôt, dont cinq sur le flanc gauche, avec une succession d'individus en connexion stricte : suidé (TG-CO1) - humain (TG-01) - bovidé (TG-B2) - équidé (TG-CH1) - bovidés (TG-B1, TG-B3 et TG-B4). L'humain TG-01 n'est ni en premier, ni en dernier. Le squelette est presque complet : il s'agit d'un individu de sexe masculin, de moins de 30 ans, de stature estimée à  $165,2 \pm 6,2$  cm. Aucune trace ostéologique de la cause de la mort n'a pu être identifiée. Les bas de pattes et la tête du cochon TG-CO1 ont été prélevés bien que peu de traces soient visibles sur les os. Le crâne de TG-B1, les membres antérieurs de TG-B3 et TG-CH1 sont appuyés

contre la paroi de la fosse. Le sexe et l'âge des animaux ont pu être estimés par l'étude de l'épiphysation des os longs et sont indiqués dans le Tableau 13. Le bovidé TG-B3 présente une exostose au niveau de la partie médiale de la diaphyse du métacarpe gauche, ainsi qu'un écrasement et une abrasion anormale de la poulie distale externe du même os, ce qui est prématuré pour un jeune bœuf de 24 mois, et témoignerait d'une exploitation de l'individu pour sa force de traction, par exemple dans le cas de travaux agricoles.

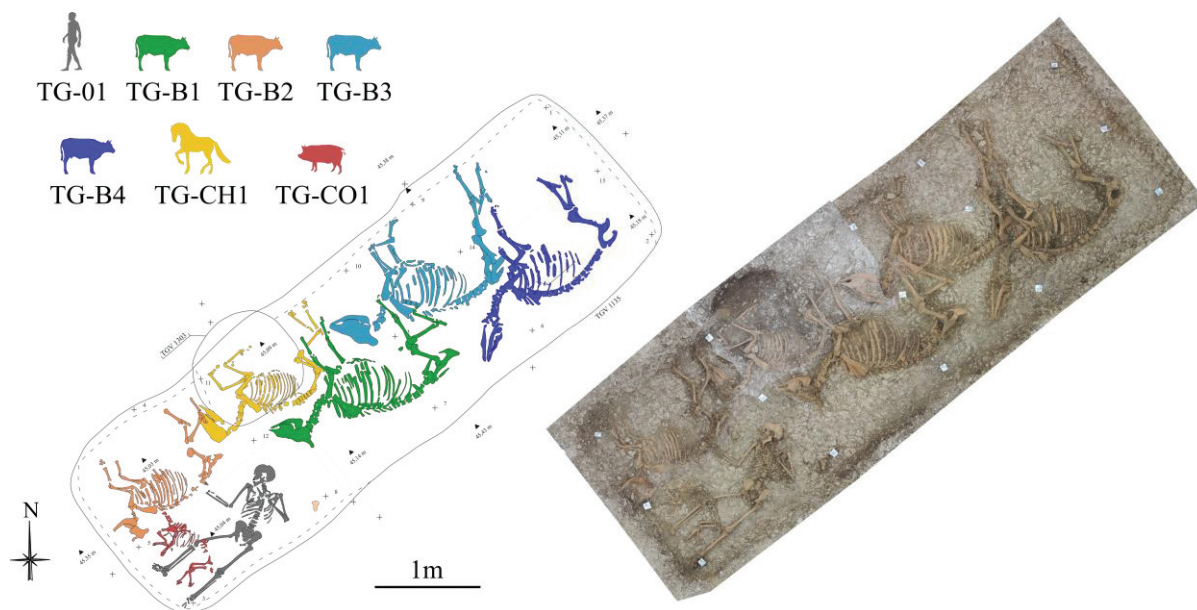


Figure 20 : Photoplan et organisation de la fosse 1135 avec identification des individus analysés.

## 2. La fosse 1249

Cette fosse, qui comporte un creusement plus important (70 cm de profondeur conservée), est réduite à trois individus (Figure 21) : un équidé, un bovidé et un humain qui a été échantillonné (TG-02). Les individus sont également en connexion. L'individu TG-02 est identifié comme un individu masculin juvénile par l'absence de fusion des épiphyses médiales des humérus, des têtes et des épiphyses distales des fémurs ainsi que par la fusion des petits trochanters (âge estimé de 15 ans). Les conditions de la mort ne sont pas visibles sur les os.

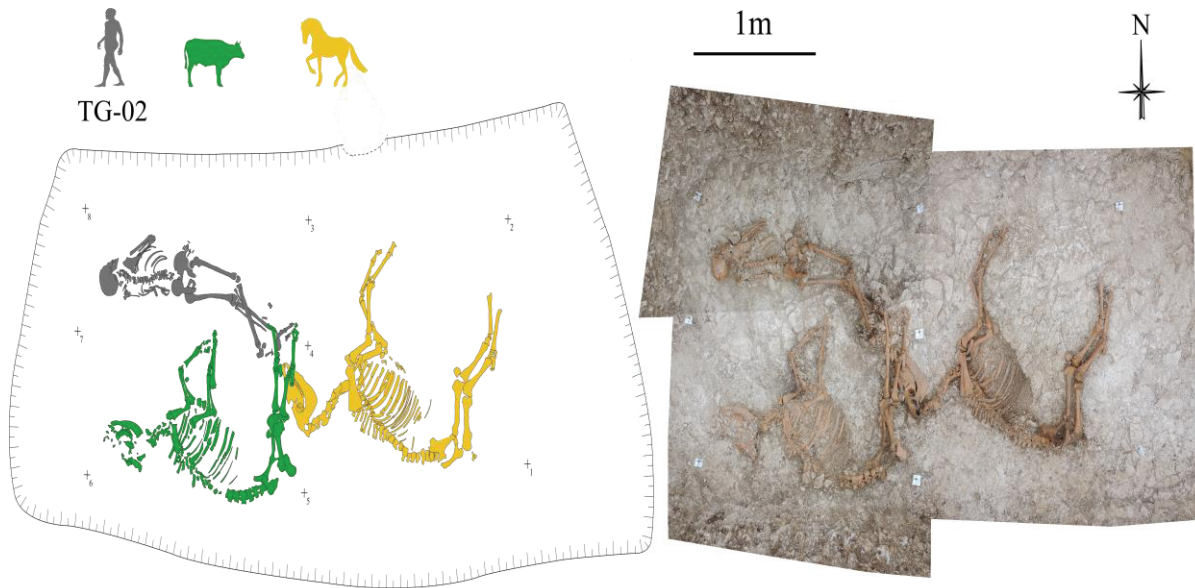


Figure 21 : Photoplan et organisation de la fosse 1249 avec identification des individus analysés.

### 3. La fosse 1450

Cette fosse est la plus courte des grandes fosses (Figure 22). Elle est recoupée par un creusement circulaire antique. Trois individus ont été retrouvés : un humain (TG-03), un équidé (TG-CH3) et un bovidé (TG-B6), toujours en contact les uns avec les autres. Le bœuf et le cheval sont des mâles d'âge estimé entre 18/20 et 24 mois. L'individu TG-03 est un homme adulte jeune.

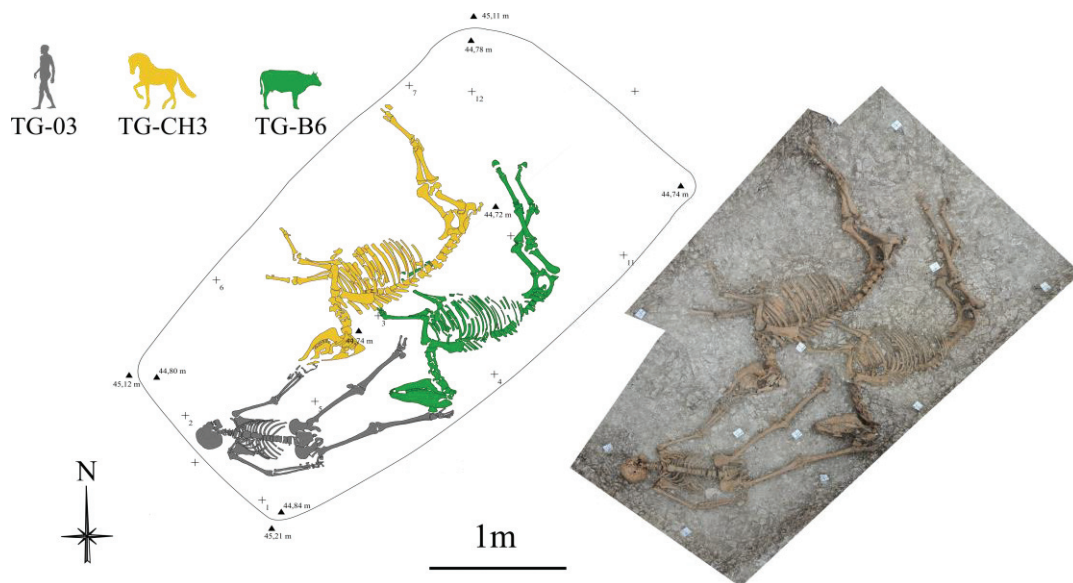


Figure 22 : Photoplan et organisation de la fosse 1450 avec identification des individus analysés.

#### 4. La fosse 1219

Ce très long creusement livre un nouvel exemple de triade équidé, bovidé, humain, avec un contact physique, bien que limité, entre les individus. Cette fosse est recoupée par un fossé datant de l'Antiquité (Figure 23). L'humain, dont l'analyse du coxal gauche permet d'affirmer qu'il était de sexe masculin et dont la stature est estimée à  $171 \pm 6$  cm, a été échantillonné sous le code TG-04. Encore une fois, aucune trace ne permet de déterminer les causes de la mort.

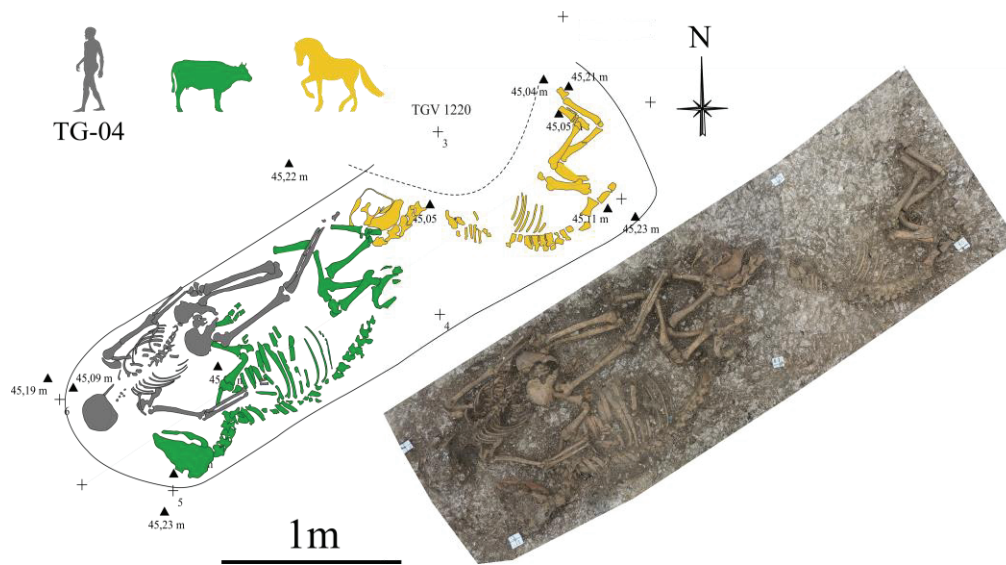


Figure 23 : Photoplan et organisation de la fosse 1219 avec identification des individus analysés.

#### 5. La fosse 1138

La fosse 1138 comprend un total de 6 individus : un humain (TG-05), un équidé (TG-CH2) et quatre bovidés (Figure 24). Les animaux et l'humain ont globalement tous la tête dans la direction sud-sud-ouest, similairement aux animaux de la fosse 1135. On retrouve des contacts physiques entre l'humain et animaux. Le cheval serait âgé d'environ 5 ans (Tableau 13). L'humain, dont la taille est estimée à  $169 \pm 3$  cm, est identifié comme de sexe masculin et a un âge estimé entre 30 et 60 ans. Il s'agit de l'individu le plus âgé du site.

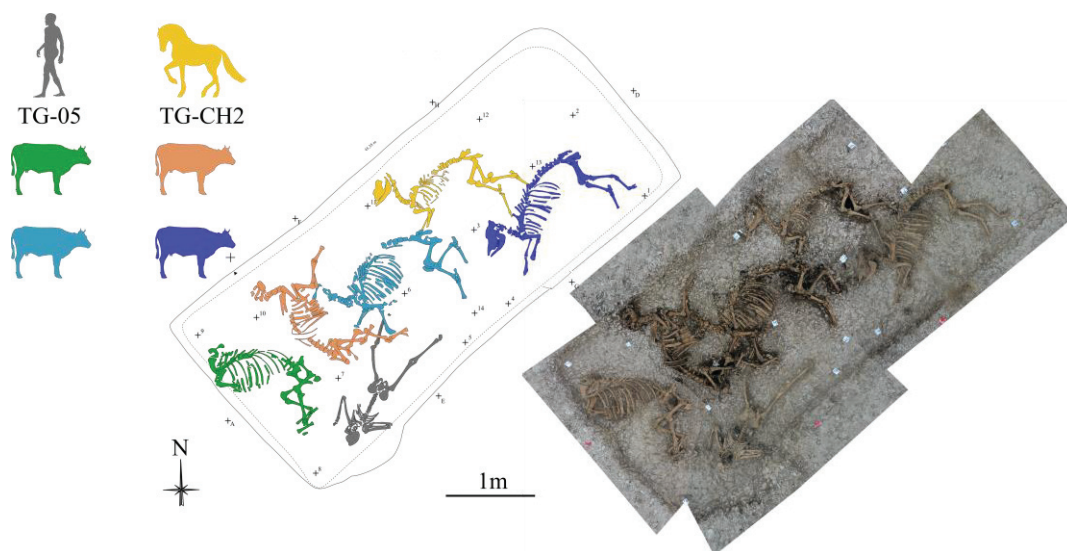


Figure 24 : Photoplan et organisation de la fosse 1138 avec identification des individus analysés.

## 6. La fosse 1140

Cette grande fosse est l'une des plus érodées, et est recoupée par un fossé antique (Figure 25). Un total de six individus a été retrouvé : un équidé, un humain (TG-06), et quatre bovidés. Il n'y a pas ici d'orientation préférentielle du dépôt et pas de notion de cortège apparente. Néanmoins, tous les individus, humain compris, sont en contact les uns avec les autres. L'individu TG-06 est identifié comme étant un homme adulte jeune.

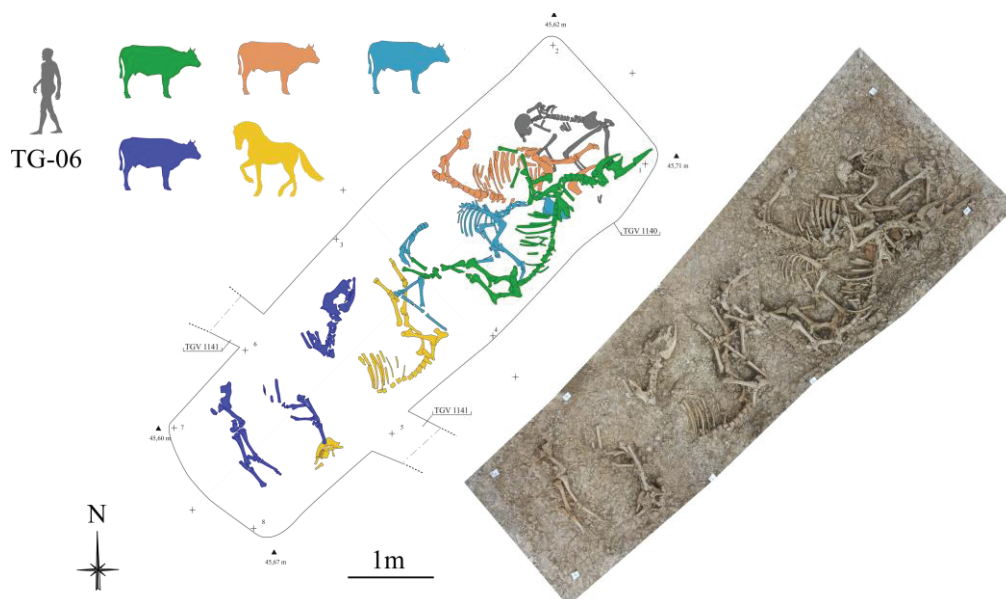


Figure 25 : Photoplan et organisation de la fosse 1140 avec identification des individus analysés.

## 7. La fosse 1206

Cette fosse est très érodée, notamment dans sa partie nord (Figure 26). On y retrouve des membres d'un bovidé et d'un équidé, en contact avec les quelques restes d'un humain (individu TG-07) : un coxal droit et un tiers proximal de fémur droit encore en connexion. Aucune identification n'est possible sur cet individu.

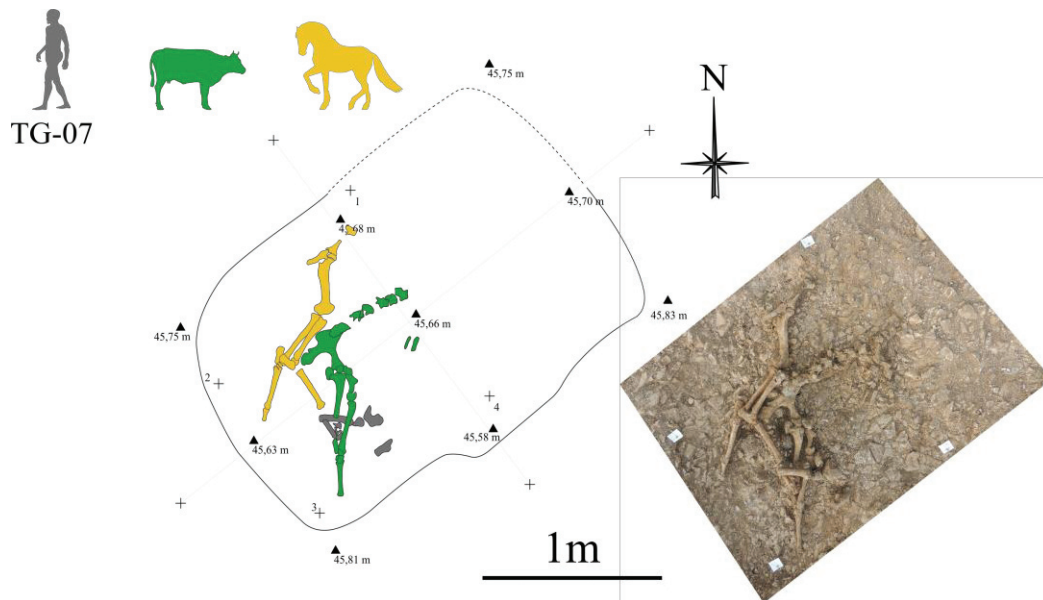


Figure 26 : Photoplan et organisation de la fosse 1206 avec identification des individus analysés.

## 8. La fosse 1246

Bien qu'endommagée, cette fosse dont le creusement reste bien préservé livre les restes d'un humain (TG-08), un équidé (TG-CH4) et un bovidé (Figure 27). Elle est très érodée et le matériel osseux reste très altéré. Les restes humains se limitent à un talus, un calcaneus gauche et l'extrémité distale d'un tibia droit, ce qui empêche toute identification sexuelle ou proposition d'âge. L'âge du cheval, déduit de l'analyse des dents, est proposé entre 3,5 et 4 ans.



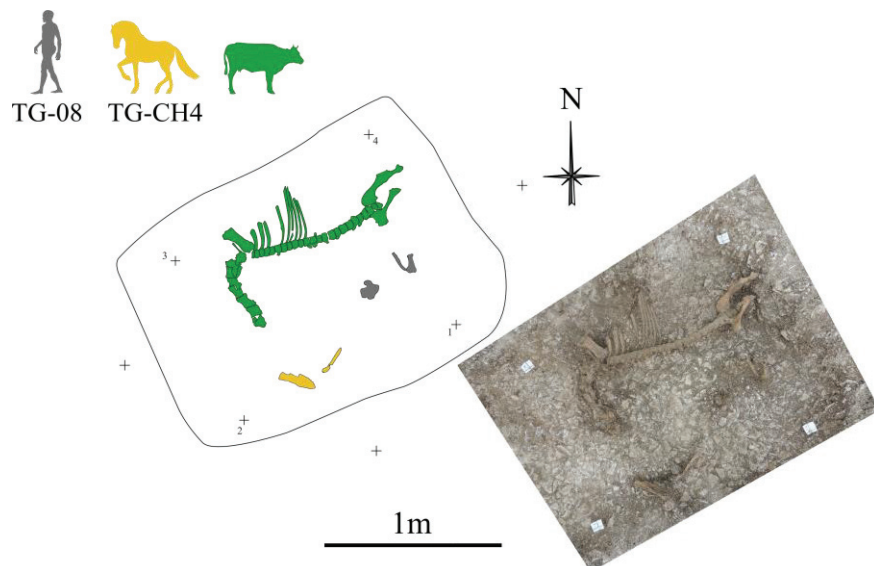


Figure 27 : Photoplan et organisation de la fosse 1246 avec identification des individus analysés.

## 9. La fosse 1222

Cette fosse, bien conservée, livre seulement un suidé et trois bovidés, dont l'individu TG-B5 (Figure 28). Il s'agit d'un mâle, jeune, d'un âge compris entre 2 et 3 ans. Le suidé a également fait l'objet d'un prélèvement des bas des pattes et du crâne. Les traces de prélèvement montrent que l'animal a été égorgé. Une trace de découpe a été retrouvée sur une des côtes de TG-B5 ce qui laisse penser à un prélèvement ponctuel de peau ou de viande.

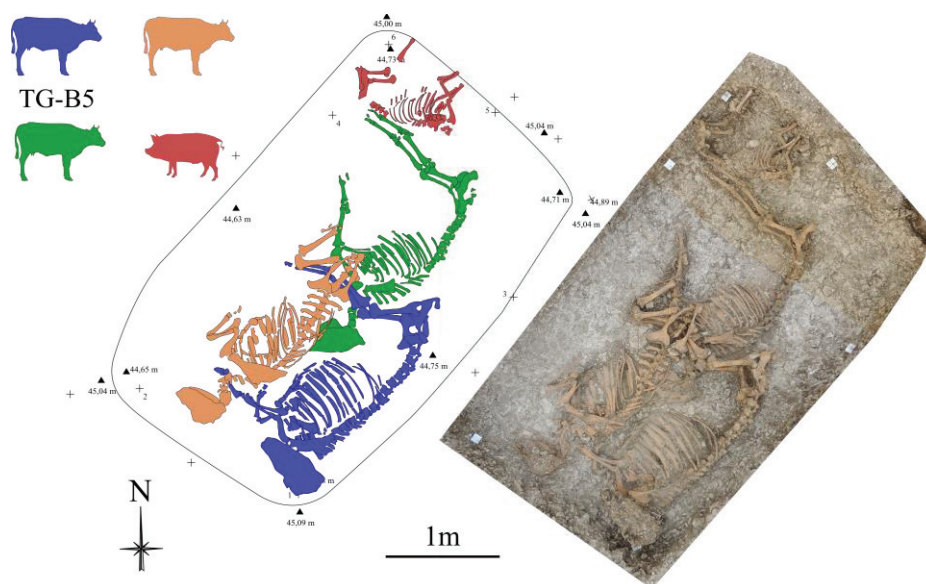


Figure 28 : Photoplan et organisation de la fosse 1222 avec identification des individus analysés.

## 10. La fosse 1247

Comme dans le cas de la fosse 1246, l'état de conservation est médiocre et les os sont lacunaires (Figure 29). On y retrouve un équidé (TG-CH5), dont l'âge estimé est de 24 à 36 mois, et deux bovidés.

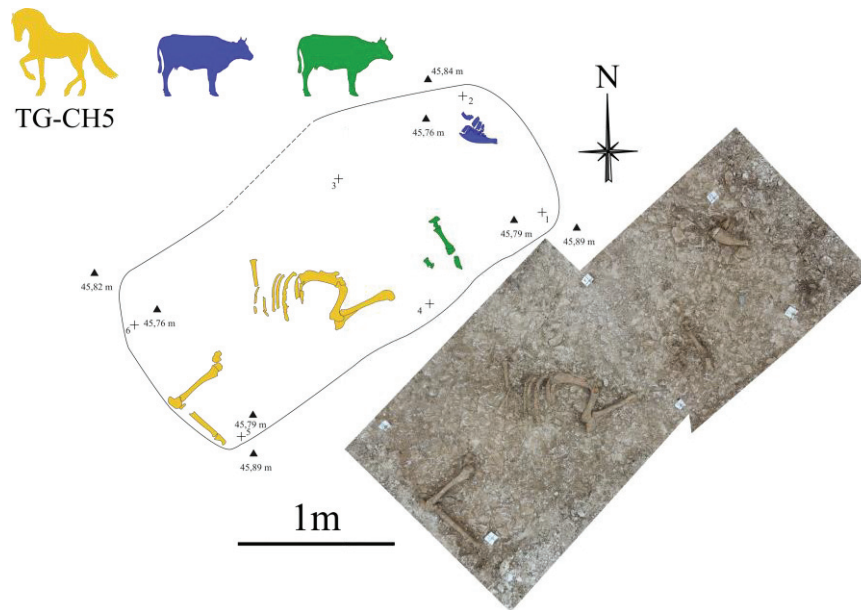


Figure 29 : Photoplan et organisation de la fosse 1247 avec identification des individus analysés.

## 11. Datation des fosses à offrandes

Une série de onze datations par le radiocarbone ont été réalisées par *Beta analytics<sup>TM</sup>* sur du matériel osseux provenant des fosses à offrandes (Tableau 4). Celles-ci donnent un âge calibré à  $1\sigma$  (68,5 % de probabilité) entre 50 BCE et 200 BCE pour l'ensemble du site, avec un étalement temporel entre les fosses qui témoignerait d'une pérennité du site dans le temps. Néanmoins, le peu de précision et le manque d'informations concernant la réalisation de ces datations nous amènent à les considérer avec du recul. Durant ce travail de thèse, de nouvelles datations ont été acquises sur Thézy-Glimont, et ont conduit à une nouvelle datation du site archéologique (Clauzel *et al.*, 2020, Chapitre 6).

## 12. Discussion et problématiques posées par les fosses à offrandes

Plusieurs questions ressortent de l'analyse de ce corpus. Tout d'abord, il faut garder à l'esprit que la fouille étant préventive, nous n'avons qu'une vision partielle du site archéologique : à quel point celle-ci est-elle représentative de l'ensemble ? Cela nous empêche d'affirmer l'absence, dans les fosses à offrandes, de femmes et d'enfants, qui pourraient être enterrés autre part. L'absence de caprinés dans les fosses est également surprenante, car ils sont largement présents dans les silos et les fossés. Au niveau temporel, la datation des restes osseux entre La Tène moyenne et La Tène finale témoigne d'une occupation continue du site pendant plusieurs siècles, ce qui s'oppose aux lieux de mémoires liés à un évènement spécifique, comme le sanctuaire de Ribemont-sur-Ancre.

Au total, on retrouve les restes de 39 bovidés, 12 chevaux et 3 porcs. On compte une majorité de bovidés et équidés mâles, avec de nombreux juvéniles. Les bovidés sont de petite taille avec une hauteur au garrot moyenne estimée de 113 cm, ce qui est comparable avec les statures connues pour la Picardie durant la période de La Tène. En revanche, les équidés présentent une hauteur au garrot moyenne de 118 cm, avec des individus allant même en dessous de 110 cm, ce qui est bien inférieur à la moyenne de 130 cm durant La Tène finale (Méniel, 1987). De telles tailles ont déjà été observées dans le cas de la fosse aux chevaux de Vertault (Méniel et Jouin, 2001). L'absence de traces d'abattage, la variabilité des espèces observées, ainsi que l'âge sensiblement similaire des animaux permet d'écarter l'hypothèse d'une épizootie. On n'observe pas d'orientation systématique des individus, ni d'ordre de dépôt, notamment chez les ruminants. Le choix et le nombre d'espèces ne semble pas suivre de règle très claire non plus. Certains gestes semblent systématiques dans la préparation et la mise en place des dépôts, à commencer par taille et la forme des creusements, qui ne semblent pas liés au nombre d'individus présents (exemple : les fosses 1219 et 1249 abritent toutes les deux trois individus). Les relations et contacts physiques entre les corps sont remarquables et existent dans toutes les fosses (sauf celles très érodées ou altérées), quel que soit l'ordre de succession, le nombre d'individus ou les espèces présentes. Celles-ci donnent une impression de « cortège », où l'humain prend la tête ou la queue de file selon les fosses. Ces observations laissent augurer une dimension sacrificielle aux dépôts dans leur ensemble, notamment pour les animaux. L'absence de trace de charognards ainsi que des connexions anatomiques majoritairement préservées témoignent d'un enfouissement rapide après la mort.

Peu de sites archéologiques sont comparables, avec des corps humains et animaux enfouis simultanément au sein de mêmes fosses. On peut évoquer le site de Petosse, où deux fosses

contiennent chacune un squelette humain associé à des bovidés et équidés (Moron, 2020) ou le site de Gondole où l'on retrouve chevaux et cavaliers dans les mêmes fosses (Sarry *et al.*, 2016). Sur le site de Chilleurs-aux-Bois (Fournier & Detante, 2012), qui présente de très fortes similitudes avec Thézy-Glimont, on observe une sorte de cortège formé par contact physique entre un homme, deux bovins, un équidé et un veau. Cette pratique de dépôt ne serait donc pas locale et ponctuelle, mais plutôt un geste volontaire qui se répète sur plusieurs sites gaulois éloignés les uns des autres. D'autre part, se pose la question des humains : quel était leur statut ? On observe une certaine homogénéité : peu de traces de mise à mort, un choix d'individus jeunes et une prédominance des mâles. Sont-ils sacrifiés au même titre que les ruminants ? S'agit-il de sépultures relatives à un statut exceptionnel, de prisonniers, de sacrifiés volontaires ?

Certaines de ces questions ne trouvent pas de réponse par les études archéologiques classiques, en raison notamment de la limitation de la fouille et du manque de contexte concernant la mise à mort des individus. Une nouvelle compréhension et interprétation du site de Thézy-Glimont seront proposées au cours de cette thèse par l'étude isotopique des restes osseux et dentaires des individus.

### C. Les fosses-silos et exploitation du contenu zooarchéologique

#### 1. Contexte et description

Proche des fosses à offrandes ont été observées des fosses-silos. Il s'agit d'espaces de stockages enfouis dans le sol, par opposition au modèle aujourd'hui dominant du silo aérien (Reynolds, 1974). Il s'agit d'un système qui enferme une masse de grains sous un bouchon de paille, recouvert d'une partie dure (pierre/bois), à nouveau de paille et de terre battue. L'ensemble, qui mesure une cinquantaine de centimètres d'épaisseur, est généralement dissimulé. Ici, aucun des silos étudiés n'est entièrement préservé : ils sont tous (très) érodés (Figure 30). Les céramiques, retrouvées dans les fosses, permettent d'attester d'un habitat durant la période de La Tène C. Bien que sûrement partiel, l'ensemble des 18 fosses-silos observé témoigne d'un usage local, là où de véritables sites de stockage comportent une centaine de silos, comme Soupir avec 107 silos (Gransar *et al.*, 2002) ou Gondreville avec 131 silos (Deffressigne *et al.*, 2002). L'absence de niveaux de stagnation dans les silos suggère l'éloignement des lieux d'habitation par rapport aux lieux d'enfouissement. Les silos semblent avoir été remplis rapidement et livrent essentiellement des rejets d'assiettes, ce qui nous donne une indication des pratiques

## Chapitre 2 : Sites archéologiques gaulois étudiés et problématiques associées

alimentaires réalisées sur le site et dans la région (Tableau 5). Néanmoins, rien n'affirme que les humains enterrés dans les fosses à offrandes aient consommé les produits retrouvés dans les silos. Leur régime alimentaire, connu *via* l'étude isotopique de leurs restes osseux et dentaires, pourra être comparé au contenu des fosses-silos (Chapitre 7).

Fosse-silo	Nombre de restes animaux	Proportion de bovidés (%)	Proportion de suidés (%)	Proportion d'équidés (%)
1002	619	28,9	39,5	31,6
1013	170	45,9	11	43,1
1032	505	25,4	24,5	50,2
1066	1023	22,3	43,5	34,2
1092	664	26,6	50,2	23,2
1111	1389	34,1	34,9	31
1120	735	31,2	26,5	42,3
1137	801	15,6	42,3	42,1
1142	137	19,6	31,4	49
1443	221	29,8	30,4	39,8
1462	184	12,5	57,5	30
1506	749	16,8	51,6	31,6
2120	100	46,7	22,1	31,2
1099	9	-	-	-
1303	45	-	-	-
1503	16	-	-	-
2131	5	-	-	-
<b>Total</b>	<b>7372</b>			

Tableau 5 : Effectif des ossements animaux au sein des fosses-silos et proportions des trois principales espèces domestiques.



Figure 30 : Coupe de la fosse-silo 1142 (à gauche) et de la fosse-silo 1506 (à droite).

## 2. Étude zooarchéologique du contenu des fosses-silos

Les fosses-silos contiennent plus de 7000 restes osseux animaux homogènes et provenant essentiellement, comme en attestent les traces de découpe et de cuisson, de rejets alimentaires. Leur état de conservation est globalement satisfaisant, en lien avec un enfouissement rapide. La répartition des ossements au sein des différents silos est très inégale, certains ne contenant que quelques restes là où d'autres en contiennent plus d'un millier (Tableau 5). Des dégradations dues aux carnivores ou aux porcs sont visibles sur 2 à 5 % des ossements des espèces domestiques ce qui témoigne d'une présence régulière des canidés/suidés près des lieux de rejet. Il est compliqué de caractériser l'habitat en fonction de la quantité de restes animaux retrouvés dans les silos. Méniel (1996) estimait qu'en moyenne, l'habitation d'un établissement rural en Gaule du Nord correspondait à 2000 restes. Depuis, des corpus de restes animaux très importants en dehors d'habitats groupés ont été mis en évidence, comme la ferme de Longueil-Sainte-Marie (9500 restes) et celle de Verberie (9800 restes) (Malrain *et al.*, 2006). Le nombre de restes ne peut pas non plus être corrélé au statut social des habitants, car bien qu'on attendrait un corpus plus important dans le cas de résidences aristocratiques, ce n'est pas systématiquement le cas. On dénombre seulement 12 espèces animales retrouvées sur Thézy-Glimont (Tableau 6). Les espèces domestiques dominent, comme sur la grande majorité des sites de l'Âge du Fer (Méniel, 1988) : la trilogie bœuf-porc-caprinés (regroupant le mouton, *Ovis aries*, et la chèvre, *Capra hircus*) représente 90 % du nombre de restes déterminés. La petite morphologie des espèces gauloises permet d'estimer le poids sur pied des brebis entre 15 et 25 kg, celui des béliers entre 25 et 40 kg et celui des porcs entre 50 et 75 kg (Malrain *et al.*, 2002). Vu le nombre de restes quasiment équivalent, la viande de porc devait donc être au moins deux fois plus consommée que les caprinés. Bien que les bovins soient moins représentés en nombre de restes, leur masse, considérée comme proportionnelle à la quantité de viande qui peut être extraite de l'animal, les rend majoritaires dans le régime alimentaire des habitants. Les chevaux sont bien représentés, et des ossements attestent de la désarticulation, de la découpe et du prélèvement de la peau et de la viande réalisée sur le site. Bien que l'hippophagie semble pratiquée, elle n'est pas systématique chez les Gaulois, sauf sur certains sites, comme celui d'Acy-Romance (Ardennes) où elle s'apparente à une spécificité locale (Méniel, 1994). L'hippophagie disparaîtra rapidement après la conquête, et fera même l'objet d'un tabou après la conquête.

Espèce	Nombre de restes	Proportion (%)	Masse de restes	Proportion (%)	Proportion des trois principales espèces domestiques
Bœuf ( <i>Bos taurus domesticus</i> )	1229	24	32904	36,4	26,6
Porc ( <i>Sus scrofa domesticus</i> )	1749	34,1	18099	20	37,9
Caprinés ( <i>Caprini</i> )	1637	31,9	14896	16,5	35,5
Cheval ( <i>Equus caballus</i> )	425	8,3	23614	26,1	
Chien ( <i>Canis lupus familiaris</i> )	64	1,3	686	0,8	
Coq domestique ( <i>Gallus domesticus</i> )	12	0,2	8	0	
Grand corbeau ( <i>Corvux corax</i> )	3	0,1	2	0	
Amphibien ( <i>Amphibia</i> )	5	0,1	0	0	
<b>Total déterminés</b>	5124	69,6	90209	96,5	
<b>Indéterminés</b>	2240	30,4	3272	3,5	

Tableau 6 : Dénombrement des restes osseux animaux dans les fosses-silos de Thézy-Glimont.

Le chien est présent en quantité limitée, et environ 25 % des ossements présentent des traces de découpe, attestant d'une cynophagie. Celle-ci, pratiquée par les populations gauloises, ne disparaîtra qu'au cours du II<sup>ème</sup> siècle AD (Ménier, 1996). Les espèces de basse-cour sont peu présentes, et aucun reste de poisson n'a été retrouvé, malgré un tamisage fin permettant d'observer de très rares restes d'amphibiens. Les traces d'activité cynégétique sont quasiment absentes avec seulement quelques restes de corvidés.

Le cheptel de bovidés est principalement abattu entre 2 et 4 ans, soit à l'optimum de leur rentabilité bouchère, témoignant de l'élevage du troupeau pour sa viande. Des restes de porcelets pourraient suggérer un élevage sur place, mais cela est difficile à généraliser à l'ensemble du site. L'abattage du troupeau porcin en majorité avant 2 ans, témoigne de leur élevage pour leur viande et leur graisse. Les prélèvements d'agneaux sont limités : seul 10 % du cheptel est abattu à 11 mois, alors que 40 % le seraient au seuil des 3 ans. Bien que l'exploitation essentielle semble bouchère, un nombre important d'individus réformés, d'âge supérieur à 5 ans, mettrait en évidence une autre activité, de production de laine ou de lait.

### 3. Discussion et problématiques posées par l'analyse des fosses-silos

L'ensemble du mobilier osseux, couplé à l'étude de la céramique menée dans ces mêmes fosses-silos (Le Béchenec *et al.*, 2016), montre les traces d'une activité d'habitat, avec la présence de poids de métier à tisser, de meules, de céramiques, et de rejets alimentaires. Vu la quantité de mobilier osseux et céramique, on pourrait parler ici d'un habitat groupé durant la période de La Tène C. Néanmoins, comment articuler cette phase d'habitation avec les fosses à offrandes, qui sont tout de même nombreuses (17) et s'étalent sur plusieurs siècles, dépassant largement la phase d'habitat ? D'autre part, les rejets alimentaires étudiés nous offrent une image des comportements alimentaires des Gaulois durant La Tène à Thézy-Glimont : une alimentation carnée, basée essentiellement sur la triade bœuf-porc-caprinés. Cependant, les produits de la pêche, qui auraient pu être attendus sur un site proche d'une rivière, sont absents. Aucune information sur le type de céréales cultivées n'est non plus disponible. Des informations manquent donc pour cerner les pratiques alimentaires des populations sur le site. De plus, serait-il possible de mettre en parallèle ces habitudes à celles des individus enterrés dans les fosses à offrandes ? Pourrait-on ainsi discuter d'un statut spécifique de ces derniers, observé *via* une alimentation différente de la population locale ?

#### D. L'enclos à armes, le quadriportique et ses dépôts

Dernier grand ensemble du site archéologique, l'enclos et le quadriportique se trouvent à l'est des fosses à offrandes et des fosses-silos (Figure 19). L'enclos quadrangulaire à deux entrées s'inscrit dans le côté nord, et est situé à 150 m des fosses à offrandes et à 200 m des silos. Il est composé de deux fossés distincts, en forme d'agrafe, avec des extrémités opposées et non jointives, ce qui crée deux entrées. Bien que les fossés en forme d'agrafe soient assez fréquents dans les nécropoles régionales, ils sont rarement opposés et de bien plus petite dimension. Cette structure, dans le contexte régional de la Picardie, évoque les sanctuaires guerriers de Gournay-sur-Aronde (Brunaux *et al.*, 1980) ou de Ribemont-sur-Ancre, Chapitre 9). Les fossés délimitent une plateforme d'une superficie de 2165 m<sup>2</sup> ce qui est équivalent, bien que légèrement inférieur, à la superficie estimée du sanctuaire de Gournay-sur-Aronde. Les deux fossés ont été fouillés et environ 1173 fragments d'objets en fer ont pu être identifiés, dont la majorité provient du fossé 2465 (côté sud et ouest de l'enclos). L'armement se divise en 175 lots, globalement homogènes, qui regroupent 723 fragments de fourreaux d'épée, lames, armes d'hast (fers de lances et javelines), éléments de boucliers et peut-être des débris de casques. Des



barres à douilles sont également observées, avec pour certaines des traces de découpe, témoignant d'une activité métallurgique. Aucune scorie de forge ni foyer n'a cependant été retrouvé. Seules quatre fragments d'armes d'hast ont été observés, ce qui est remarquablement faible en comparaison d'autres sites proches comme Ribemont-sur-Ancre, où l'on compte plus de 200 lances et surtout une grande variété typologique (Chapitre 9). Aucune fonction claire ne peut pour l'instant être attribuée à cet ensemble, car bien qu'il pourrait être lié aux fosses à offrandes situées à 150 m, il n'y a pas d'indices relevant uniquement de la sphère rituelle (structure interprétée comme un autel creux ou véritable fosse à offrandes). On se heurte ici aux limites des fouilles préventives, forcément incomplètes, sur un site qui a également subi une forte érosion.

### E. Conclusions générales et questions posées par le site de Thézy-Glimont

Thézy-Glimont semble être un établissement niché dans une confluence, proche d'une rivière, bien que son emprise globale reste inconnue. On peut le considérer comme un habitat hybride, entre « habitat groupé ouvert » et « sanctuaire ». En effet, les fosses-silos montrent indéniablement une activité d'habitat durant la période de La Tène C, tandis que les 17 fosses à offrandes retrouvées à proximité, qui s'étalent sur plus d'un siècle, sont interprétées comme témoignant d'une pratique rituelle. À cela s'ajoute un enclos à armes, et son quadriportique. Les dépôts des fosses à offrandes, des fosses-silos, et de l'enclos posent respectivement des questions d'interprétation concernant les pratiques réalisées à Thézy-Glimont. En termes de chronologie temporelle, la fondation de l'enclos à armes peut être datée de La Tène C1 en s'appuyant sur la présence de tessons à décors couvrants. Le dépôt d'armes y est ponctuel, et interviendrait à la fin de La Tène C. Le remplissage des fosses-silos est également daté à cette période grâce au mobilier céramique. En revanche, les datations par le radiocarbone placeraient les premières fosses à offrandes vers 200 BCE, alors qu'il n'y a plus d'habitats. Comment articuler ces trois zones ?

## II. Le sanctuaire guerrier gaulois de Ribemont-sur-Ancre

### A. Découverte et cadre du site archéologique

Le site archéologique de Ribemont-sur-Ancre (49°57'53,4" N, 2°33'13,3" E) est également situé en Picardie. Il s'étend sur le lieu-dit « Le Champ Crezette » sur le flanc ouest de la vallée de l'Ancre, à 20 km au nord-est d'Amiens et à 25 km (5 h à pied) de Thézy-Glimont (Figure 31).



Figure 31 : Localisation géographique du sanctuaire de Ribemont-sur-Ancre. Le référentiel pour les longitudes et latitudes est le WGS84.

Le site a été repéré par photographie aérienne en 1964 par Roger Agache (Agache *et al.*, 1965) qui croit d'abord identifier une villa gallo-romaine. Les fouilles, menées à partir de 1966, mettent en évidence une construction luxueuse, faite de plusieurs bâtiments, semblant appartenir à un temple gallo-romain, bâti sur un ancien site gaulois identifié par des os humains et des armes. L'habitat antique a été fouillé pendant les 10 années suivantes, et un temple gallo-romain de grande envergure, avec un théâtre et des bâtiments thermaux a été mis à jour. En 1970 furent découverts des tessons laténiens déformés par le feu d'un bûcher, suggérant l'existence préalable d'une nécropole ou d'un lieu sacré. Les fouilles se concentrèrent ensuite sur les structures gauloises, situées sous les bâtiments gallo-romains. En 1982, la découverte

d'une structure cubique composée d'os longs humains et équins, conduit à fouiller intensivement l'ensemble du sanctuaire laténien. Les fouilles, qui se sont poursuivies jusqu'en 2003 ont pu mettre en évidence le plus grand sanctuaire gaulois, puis romain, de la Gaule du Nord. On y a dénombré environ 23 000 ossements ayant appartenu à un Nombre Minimal d'Individus (NMI) de 508 personnes (bien que ce nombre soit sûrement sous-estimé en raison de la déstabilisation de certaines zones par les constructions gallo-romaines) et 10 000 artefacts métalliques, provenant d'armes, de harnais et de chariots (Brunaux *et al.*, 1999). Les restes céramiques et animaux sont bien plus rares que sur les autres sites contemporains, comme Gournay-sur-Aronde (Brunaux *et al.*, 1980) ou même Thézy-Glimont. Les restes d'armes, datés de La Tène moyenne (III<sup>ème</sup> siècle BCE) montrent des marques d'usage provenant d'affrontements guerriers (Lejars, 1998). Concernant les restes osseux humains, les os longs (fémurs, tibias, humérus) sont largement prédominants, tandis que les petits os des mains et des pieds sont absents. Tous les individus qui ont pu être sexés ont été identifiés comme des hommes, très majoritairement jeunes, avec quelques exemples d'hommes plus âgés et d'adolescents. Tous les individus sont grands, avec une taille moyenne comprise entre 170 et 172 cm. Aucun crâne n'est présent sur le site, et de nombreuses vertèbres cervicales montrent la pratique systématique du décollement qui, comme attesté par Diodore de Sicile (Librairie Historique, V, 29, 4), fait partie du traitement rituel réservé par les Gaulois à leurs ennemis. L'ensemble de ces observations archéologiques et anthropologiques suggèrent que le site gaulois de Ribemont-sur-Ancre est un « sanctuaire commémoratif », un « trophée monumental », dont la construction a suivi un conflit de grande ampleur entre deux ou plusieurs peuples et qui a sûrement eu lieu dans la plaine de l'Ancre, comme cela a également été observé sur le site archéologique de la Vallée de Tollense (Lidke *et al.*, 2017). Trois structures spécifiques du sanctuaire ont été étudiées (Figure 32), bien qu'elles ne représentent pas complètement l'énorme diversité du site archéologique. Des descriptions plus précises et complètes peuvent être trouvées dans Brunaux *et al.* (1999, 2003), Ricard (2014) et Rose (2020).

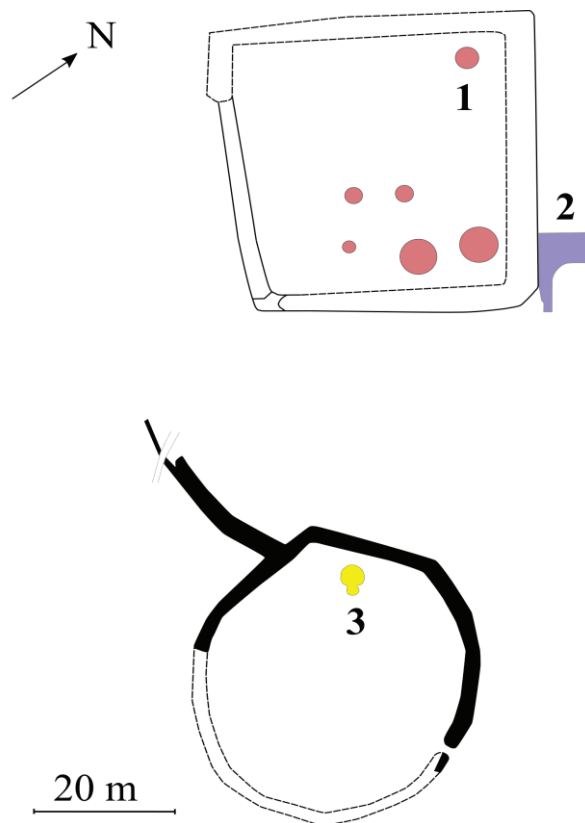
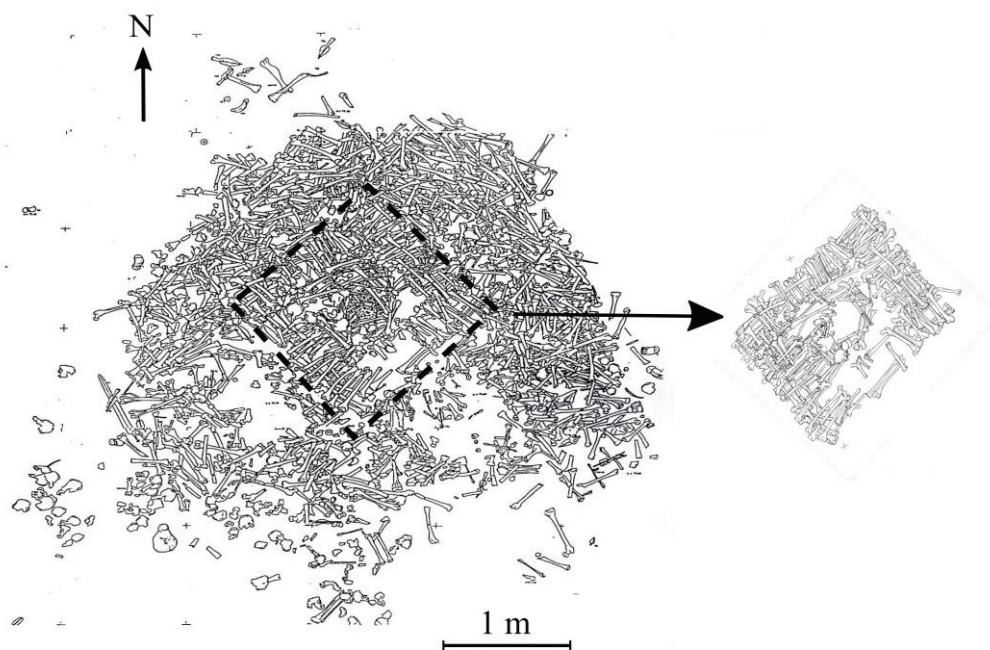


Figure 32 : Plan général simplifié du site archéologique de Ribemont-sur-Ancre, avec les trois structures étudiées mises en évidence : (1) l'ossuaire dans l'enclos quadrangulaire, (2) le charnier et (3) les fosses situées dans l'enclos circulaire. D'après Ricard (2014).

## B. Les grandes structures archéologiques étudiées

### 1. L'enclos quadrangulaire et l'ossuaire 82

Dans la partie la plus au nord, qui est également la plus élevée topographiquement, se trouve un enclos quadrangulaire, délimité par un fossé sur trois de ses côtés et par une pente dans son quatrième. Un fossé fut construit, plus tard, pour la remplacer, environ au I<sup>er</sup> siècle BCE. Dès 1982, des structures quadrangulaires ont été mises en évidence à l'intérieur de l'enclos. Il s'agit de fosses rituelles, contenant des cendres et des fragments osseux, entourées par une structure composée d'os longs humains ( $\approx 2000$ ) et de chevaux ( $\approx 100$ ), chaque couche étant superposée perpendiculairement à l'autre, donnant une structure cubique d'environ 1,65 m de côté (Figure 33). Seulement cinq couches d'os ont été retrouvées préservées pour une hauteur d'environ 40 cm, le reste de la structure s'étant effondrée sur elle-même. Historiquement, cette structure est appelée « ossuaire », ici spécifiquement l'ossuaire 82.



*Figure 33 : Plan et organisation générale de l'ossuaire 82, avec mise en évidence de la structure cubique en son centre. D'après Ricard (2014).*

De nombreuses connexions anatomiques sont préservées, et les os sont en très bon état de conservation, avec peu de marques de violence et peu de traces d'altération, ce qui suggère probablement une protection de ces structures. Le NMI estimé est de 179 en se basant sur le comptage des fémurs droits. Stratigraphiquement, tous les restes osseux sont attribués à La Tène. Leur datation fera l'objet d'une discussion. L'ossuaire 82, situé dans le coin ouest, est le seul représentant restant (et le mieux conservé) de quatre ossuaires construits, durant le III<sup>ème</sup> siècle BCE, dans chaque coin du sanctuaire délimité par l'enclos quadrangulaire (Rose, 2020).

## **2. Le charnier**

À l'est de l'enclos quadrangulaire a été découvert un dépôt où sont concentrés des armes ( $\approx 500$ ) et des restes humains ( $\approx 13\ 000$ ), étendus sur une surface d'au moins  $35\text{ m}^2$  et sur  $40\text{ cm}$  d'épaisseur. La hauteur originale du dépôt est estimée à au moins  $1\text{ m}$  (Ricard, 2014). Le NMI estimé est de 114, en se basant sur le comptage des calcaneus droits, mais est très probablement sous-estimé en raison du remaniement des parties nord et ouest du dépôt par la construction d'un portique gallo-romain (Figure 34). Les os humains sont empilés et semblent appartenir à des squelettes sub-complets, bien que certaines parties articulaires soient manquantes,

notamment au niveau des articulations des mains et des pieds. Les analyses pédologiques montrent un enrichissement spécifique du sol, dans cette zone, en carbone et en phosphate, ce qui est attribué à une concentration du jus de décomposition ainsi qu'à un isolement de l'air ambiant (Thiol, 2002). Des analyses paléo-parasitologiques ont mis en évidence, dans les niveaux de sol sous-jacents, des œufs de tœnia (*Taenia sp.*), d'ascaris (*Ascaris lumbricoides*) et de douve du foie (*Fasciola hepatica*). La présence de ces parasites digestifs montre que les cadavres déposés dans cette zone contenaient encore leurs viscères intra-abdominaux (notamment foie et intestins), dont certains étaient infestés (Ricard, 2014). Il n'y a pas eu de colmatage par du sédiment entre les corps (Duday, 1998) ce qui laisse penser à un dépôt unique. Cette structure est appelée « charnier », par allusion au dépôt similaire observé sur le site de Moeuvres (Salomon, 1913). Plus de 20 % des vertèbres cervicales ainsi que les clavicules retrouvées dans cette zone portent des traces de violence (21,7 % et 20,8 %, respectivement), avec une moyenne de 2,6 marques par os, ce qui témoigne sûrement d'une mort par égorgement ou par décapitation (Ricard, 2014). Les os, en revanche, ne portent pas de marque de rongement, ce qui suppose la protection du dépôt, par un toit ou une bâche (Brunaux, 2018 ; Rose, 2020).

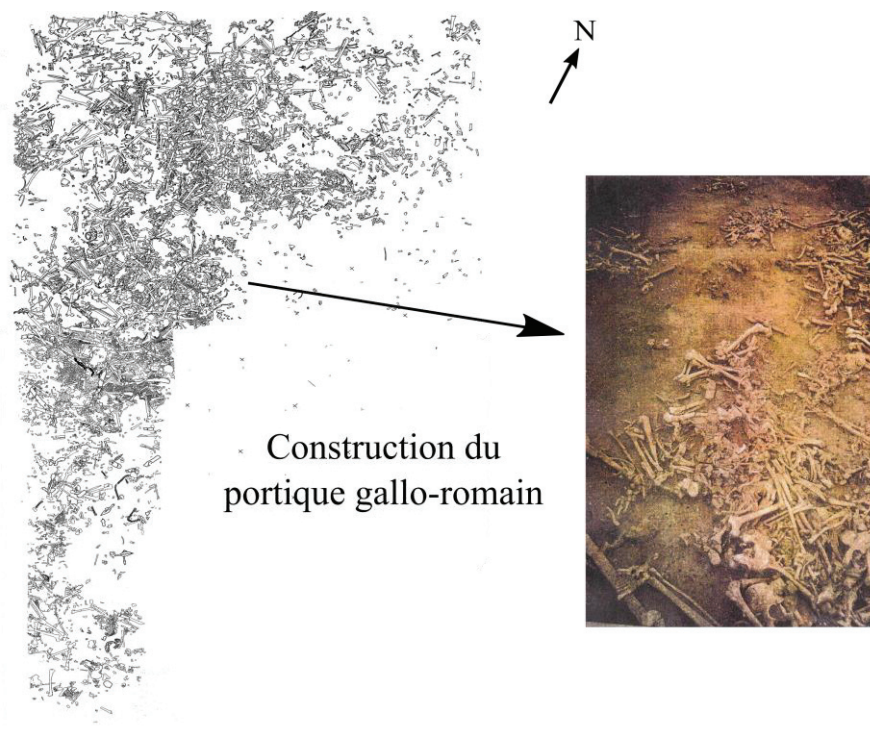


Figure 34 : Plan d'organisation du charnier et photographie de la fouille de la structure.

D'après Ricard (2014).

### 3. Les fosses de l'enclos circulaire

Au sud des deux premières structures décrites a été découvert un enclos circulaire, de 40 m de diamètre, délimité par un fossé de 2 m de profondeur. Dans sa partie nord, un ensemble de cinq fosses, contenant un total de 391 ossements humains, pour un NMI de 30, est retrouvé, associé à des restes animaux et de la céramique. Comme sur le reste du site, les petits os sont absents, alors que les os longs portent de nombreuses marques de violence, voire d'acharnement (Figure 35, Ricard, 2014).

Contrairement aux autres structures, ici les ossements présentent des marques liées à l'érosion et au rongement par les charognards, ce qui suppose une exposition des cadavres à l'air libre pendant une période allant d'un an à une dizaine d'années (Rose, 2020), liée à une pratique rituelle, avant collection des restes osseux et enfouissement dans les fosses. Parallèlement à ces pratiques, des banquets funéraires et célébrations étaient organisés, comme en témoignent les restes animaux et de céramiques trouvés près des fosses.

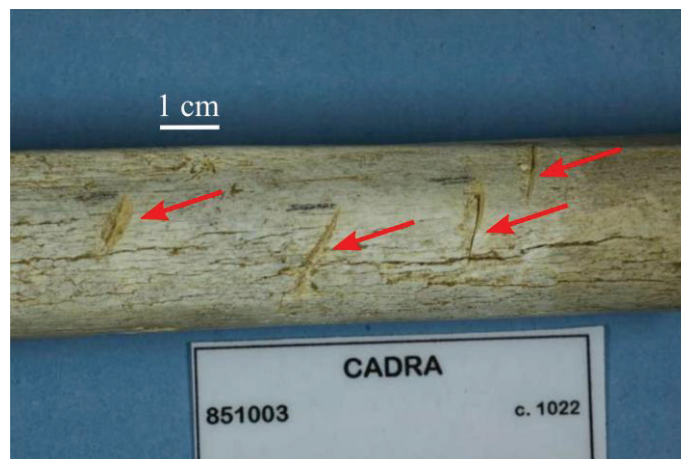


Figure 35 : Quatre entailles presque parallèles sur la diaphyse d'un fémur gauche.

D'après Ricard (2014).

#### C. Interprétations et problématiques posées par le site archéologique

Les trois structures présentées montrent indubitablement que Ribemont-sur-Ancre était un site dédié à la guerre, qui a sûrement été construit à la suite d'un conflit majeur dans cette région. Historiquement, il a été interprété par Brunaux *et al.* (1999) comme un *tropaion*, un trophée, destiné à commémorer une victoire militaire de la part de la *civitas* des Ambiens locaux

## Chapitre 2 : Sites archéologiques gaulois étudiés et problématiques associées

(Chapitre 1). Une identification de la tribu vaincue a été proposée par des études numismatiques réalisées sur des pièces de monnaies en or retrouvées *in situ* dans le charnier (Delestrée, 2001 ; Delestrée & Fercoq Du Leslay, 2018). Celles-ci sont des hémistatères ou quarts de statère où apparaissent d'un côté Apollon de profil, d'après Philippe II de Macédoine, et de l'autre un cheval monté entouré d'artefacts celtiques (Figure 36, Delestrée, 2001 ; Brunaux, 2018). Ce groupe de monnaie s'inscrit dans un système « armoricain » au sens large, allant du bassin de la Somme au bassin de la Loire. Brunaux (2018) propose comme origine le peuple des Aulerques Cénomiques, qui résidaient sur l'actuel Maine orientale (Lisieux-Le Mans).



Figure 36 : Trois exemples d'hémistatères retrouvés dans le charnier de Ribemont-sur-Ancre.

D'après Delestrée et Fercoq-du-Leslay (2017).

L'absence d'os courts des articulations des mains et des pieds suggère que les corps ont été déplacés depuis le champ de bataille, mais sur une assez faible distance, ce qui expliquerait la préservation des connexions sur certaines articulations (Brunaux, 2018). L'hypothèse actuellement acceptée est que la bataille s'est tenue sur la plaine alluviale de l'Ancre et que le sanctuaire a ensuite été construit sur le flanc de vallée (Rose, 2020).

En termes de chronologie, Brunaux *et al.* (1999, 2003) datent l'activité dans l'enclos quadrangulaire de La Tène C1b (230-200 BCE) grâce à l'étude du mobilier métallique. Le site aurait alors été construit rapidement à la suite du conflit. Fercoq du Leslay (2017) date le début d'activité au sein de l'enclos circulaire de la fin de La Tène B2 (275-260 BCE), et propose, en se basant sur la datation de céramiques, d'armes, et la datation par le radiocarbone d'ossements retrouvés dans l'ossuaire et le charnier, que le sanctuaire a connu une activité continue depuis sa fondation durant La Tène C1a (260-230 BCE) jusqu'à la fin du I<sup>er</sup> siècle BCE. Rose (2020) propose que l'enclos quadrangulaire soit un sanctuaire préexistant, qui a été modifié pour accueillir les ossements d'un conflit de grande ampleur qui s'est tenu à proximité. Il y a donc une problématique temporelle liée au fonctionnement du site : est-ce le « mémorial » d'une bataille, ou alors est-ce un sanctuaire, dédié à la guerre, qui a abrité des rituels et des célébrations pendant des décennies, voire des siècles ?



Une autre problématique provient des fonctions remplies par chacune des structures décrites. Certaines, comme le charnier, sont assez claires : il s'agit d'un dépôt unique, qui fait suite à l'affrontement, des corps décapités des ennemis. Ils ont été entassés les uns sur les autres, et protégés par une bâche. Les ossuaires, à l'intérieur de l'enclos quadrangulaire, sont également interprétés comme des « autels creux », destinés à recevoir les restes des guerriers vaincus et de leurs armes (Brunaux *et al.*, 1999, 2003). En se basant sur l'état de conservation et sur l'intégrité des os longs retrouvés, Ricard (2014) propose que les restes retrouvés dans les ossuaires appartiennent à des non-guerriers présents sur le champ de bataille (esclaves, compagnons) ou à des guerriers capturés et secondairement sacrifiés. Cela permettrait d'expliquer la présence d'ossements d'adolescents et d'hommes plus âgés dans cette structure. Plusieurs propositions ont été faites de correspondance de matériel osseux entre le charnier et les ossuaires. Ce lien a d'abord été proposé par Brunaux *et al.* (2003), qui intégrait les deux structures dans une même chaîne d'exécution de présentation des corps. Ceux-ci auraient d'abord été stockés dans le charnier, et les os longs sélectionnés étaient ensuite utilisés pour bâtir les ossuaires. Néanmoins, Ricard (2014) remarque que cette hypothèse pose un problème en termes de complémentarité des structures : les ossuaires sont composés presque uniquement d'os longs et, par conséquent, on s'attendrait à un déficit de ces derniers dans le charnier, ce qui n'est pas le cas. Fercoq du Leslay (2017) interprète le charnier comme un dépôt de rejet de l'intérieur de l'enclos quadrangulaire, composé d'armes et de restes de corps non-utilisés dans les ossuaires. Enfin, Rose (2020) propose que le charnier soit un point de collecte d'armes et de corps pour l'enclos quadrangulaire, de manière assez similaire à Brunaux *et al.* (2003).

L'enclos circulaire, enfin, a été interprété comme une zone de traitement rituel des corps d'alliés de haut statut social tombés au combat. Cette interprétation se base sur l'exposition à l'air libre, la mutilation des corps illustrée par les traces ostéologiques, ainsi que sur la présence de restes animaux et de céramiques témoignant probablement de la tenue de banquets funéraires (Brunaux *et al.*, 1999, 2003 ; Fercoq du Leslay, 2000). Rose (2020) propose que ces pratiques soient tout aussi bien pratiquées sur des corps d'ennemis, ce qui correspondrait à une pratique similaire à celles observées dans d'autres enclos circulaires comme à Montmartin (Malrain *et al.*, 2006) et Gournay-sur-Aronde (Brunaux *et al.*, 1980).

L'interprétation de chaque structure, toujours discutée, modifie l'interprétation générale qui peut être réalisée du sanctuaire, ainsi que les fonctions remplies par celui-ci. Des réponses pourront être apportées à ces questions, *via* la datation par le radiocarbone et l'étude isotopique multi-proxy de restes osseux provenant des trois structures (Chapitre 9).

## **Chapitre 3 : L'analyse isotopique des restes osseux et dentaires, principes et méthodes**

Les restes biologiques, qu'ils soient osseux, dentaires ou capillaires, constituent une proportion importante des artefacts retrouvés sur les sites archéologiques et sont des objets d'étude de premier choix par la diversité des informations qu'ils renferment (Djindjian, 2011 ; Villagran *et al.*, 2017). Ils constituent le matériel analysé dans cette thèse, et permettent de reconstruire le mode de vie des populations gauloises grâce aux informations enregistrées au cours de la vie des individus. Dans ce chapitre, les grands mécanismes de biosynthèse et de biominéralisation des tissus osseux et dentaires seront présentés, avec une description précise des deux composés d'intérêt, l'hydroxyapatite et le collagène. Ensuite, les principes des analyses isotopiques réalisées au cours de cette thèse seront développés et permettront d'expliquer comment l'analyse isotopique des restes biologiques permet de mieux comprendre les interactions entre l'humain et son environnement.

### **I. Le tissu osseux : composition et biosynthèse**

#### **A. Composition et organisation hiérarchique du tissu osseux**

L'endosquelette des Vertébrés est constitué de deux principaux tissus conjonctifs : le cartilage et le tissu osseux (Glimcher, 2006). Le tissu osseux est un tissu dur qui remplit des rôles mécaniques de support du corps et de résistance aux chocs, mais également des rôles d'homéostasie minérale et de production et de stockage des cellules hématopoïétiques (Echard, 2017). Il est composé de trois matrices : la matrice minérale, organique et extracellulaire.

- La matrice minérale, ou inorganique, qui constitue environ 64 % en masse de l'os, est composée de minéraux d'hydroxyapatite, de formule simplifiée  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , caractérisée par une forte stabilité dans les conditions physiologiques (Lu & Leng, 2005).
- La matrice organique, qui constitue environ 25% en masse de l'os, est composée essentiellement d'une protéine polypeptidique, le collagène de type I. Ces protéines sont arrangées selon une organisation fibrillaire, et jouent un rôle central dans les propriétés mécaniques de l'os (Viguet-Carrin *et al.*, 2006). À cela s'ajoute un ensemble de

macromolécules appelées protéines non-collagéniques. Pouvant être exogènes ou produites sur place, elles jouent de nombreux rôles dans les phénomènes de biominéralisation (Boskey, 1989).

- Enfin, la matrice extracellulaire, qui compose les derniers 11 % en masse de l'os, est composée de cellules et d'eau. L'eau peut se trouver sous forme d'eau libre dans la matrice extracellulaire, adsorbée à la surface des minéraux ou intégrée dans le réseau cristallin de l'hydroxyapatite (Wilson *et al.*, 2006). Les cellules assurent la formation et le remodelage du tissu osseux ainsi que la vascularisation et l'innervation de la structure (Simkiss & Wilbur, 2012).

Les proportions de ces trois matrices dans le tissu osseux sont très variables, en fonction de l'espèce, de l'âge ou du régime alimentaire des individus considérés (*e.g.* Jowsey, 1966 ; Legros *et al.*, 1987). Elles sont organisées en différents niveaux pour constituer l'organe osseux.

L'organisation hiérarchique du tissu osseux a été décrite de l'échelle nanométrique à l'échelle macroscopique (Weiner & Wagner, 1998 ; Reznikov *et al.*, 2014). Cette organisation peut varier en fonction de l'os ou de l'espèce considérée. L'exemple pris ici sera celui d'un os long (Figure 37, d'après les descriptions de Weiner & Wagner, 1998 et Euw, 2014).

En premier lieu, on trouve les deux constituants majeurs de la matrice minérale (hydroxyapatite) et organique (collagène) (A). Les cristaux d'hydroxyapatite s'insèrent dans les vides laissés entre les fibrilles de collagène et sont coalignés entre eux. L'axe de prolongement des fibrilles est coaligné avec celui des cristaux d'hydroxyapatite, formant une fibrille de collagène minéralisée (B, Bala *et al.*, 2013). Les fibrilles s'associent entre elles pour former des fibres de collagène minéralisées (C). On remarque que les cristaux d'hydroxyapatite sont coalignés entre fibrilles adjacentes au sein d'une même fibre (Traub *et al.*, 1989). Ces dernières peuvent ensuite s'assembler selon plusieurs motifs, plus ou moins denses (D). L'organisation des fibres en lamelles concentriques conduit à la formation d'un ostéon (E), unité de base de l'organe osseux, organisé autour du canal neuro-vasculaire de Havers qui permet l'innervation et la vascularisation de l'organe (Figure 38). À l'échelle de l'organe osseux, l'os présente deux grands types d'architectures (F, Figure 38).

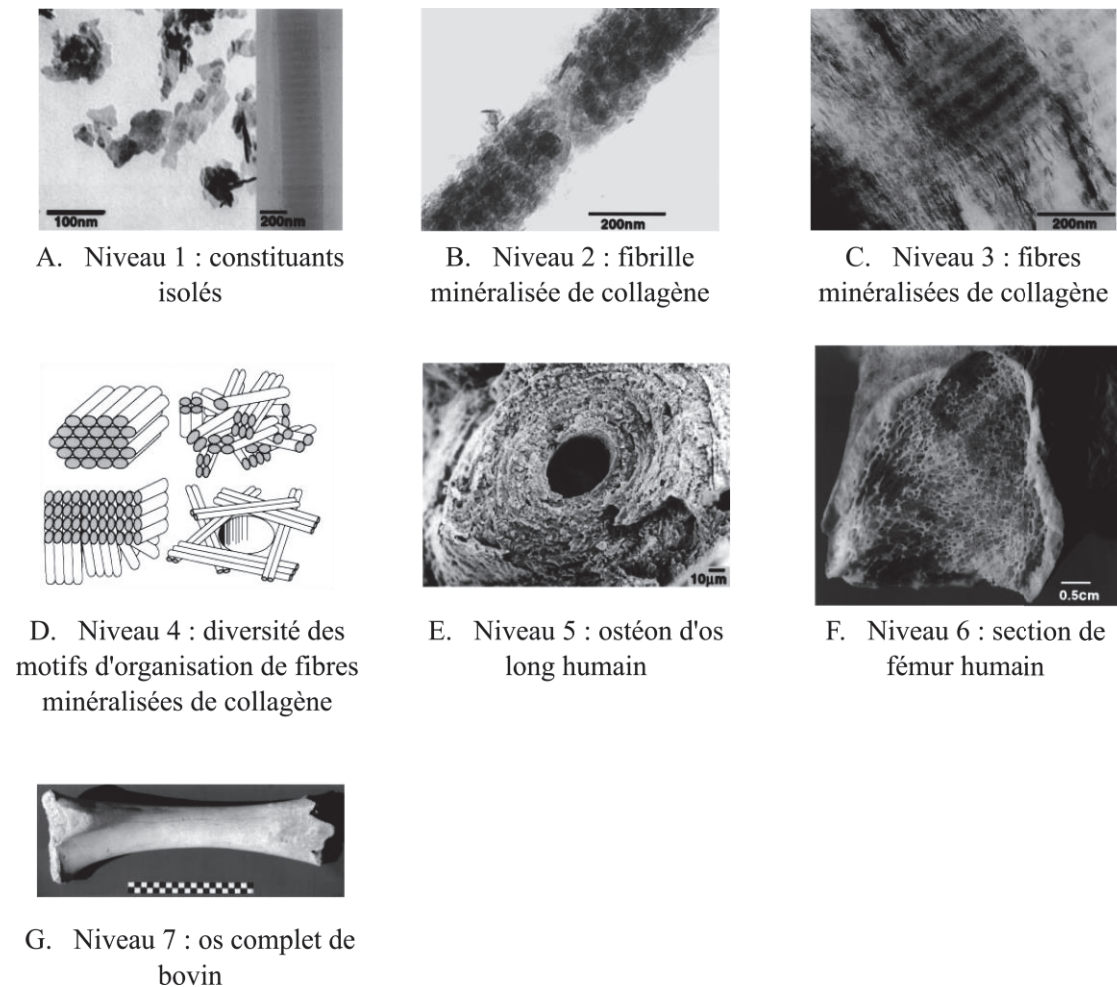


Figure 37 : Illustration des sept niveaux d'organisation de la structure osseuse. A : Cristaux isolés d'hydroxyapatite (gauche) et fibrille de collagène (droite). B : Micrographie au microscope électronique à transmission (MET) d'une fibrille minéralisée. C : Micrographie au MET d'une section de tendon. D : Différents motifs d'organisation des fibres minéralisées. E : Micrographie au microscope électronique à balayage (MEB) d'un ostéon d'os humain. F : Photographie d'une section d'un fémur humain. G : Os complet de bovin (échelle = 10 cm).

D'après Weiner & Wagner (1998) et Euw (2014).

L'os cortical, très dense, est composé de fibres concentriques (formant des ostéons), tandis que l'os trabéculaire, très peu dense et poreux, est composé de fibres beaucoup plus fines. Dans le cas d'un os long (Figure 38), l'os trabéculaire se trouve aux extrémités (épiphyses) tandis que l'os cortical se trouve dans la partie médiane (diaphyse). Au niveau des épiphyses, on trouve une couche d'os cortical recouvrant l'os trabéculaire. La diaphyse est creuse, et l'espace libre (cavité médullaire) est rempli par de l'os trabéculaire. Au centre de la cavité médullaire se trouve l'endoste, qui contient la moelle osseuse où se déroulent les processus d'hématopoïèse. L'ensemble de ces tissus sont innervés et alimentés par un réseau très dense de vaisseaux

sanguins. Enfin, le niveau final est l'os dans sa globalité (G), tel qu'il peut être retrouvé sur un site archéologique.

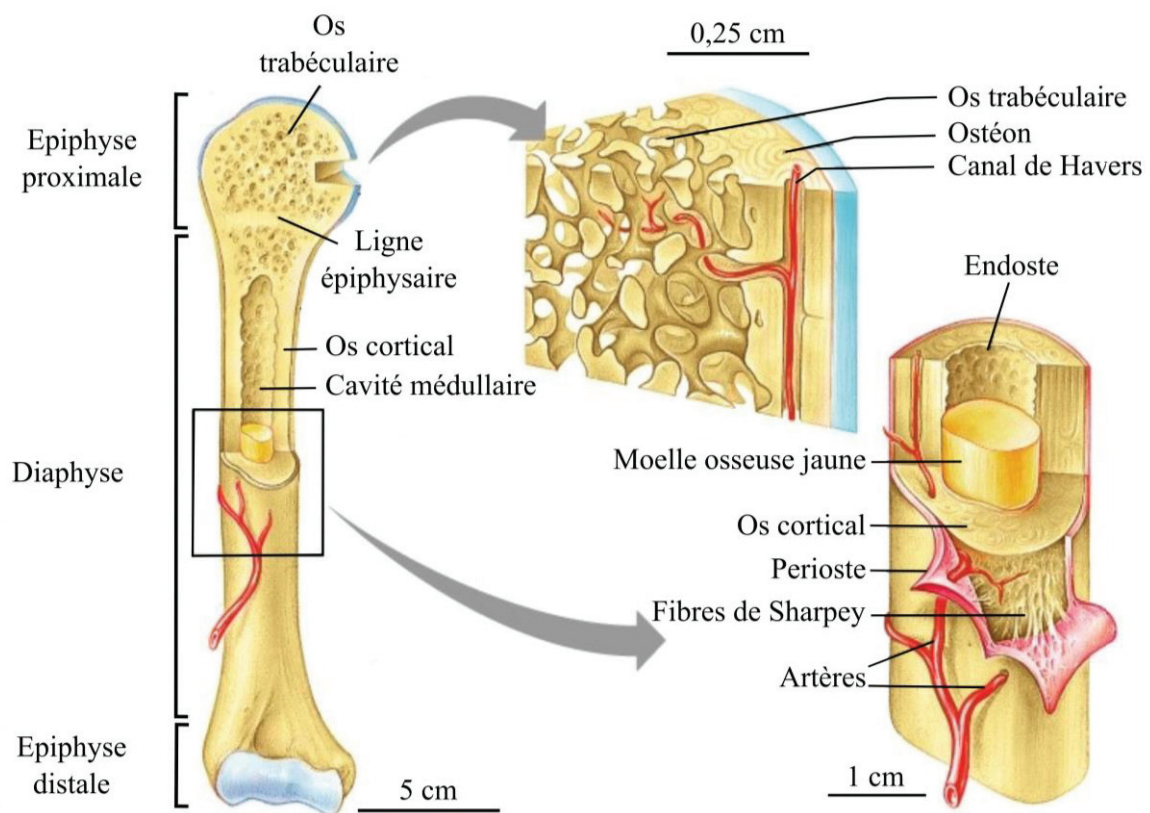


Figure 38 : Schéma d'un os long : structures et principaux constituants.

On remarque que l'os a une structure bien spécifique, qui répond totalement à ses fonctions mécaniques de soutien. Cette structure n'est pas inerte : elle est constamment détruite et renouvelée au cours de la vie des Vertébrés.

### B. Synthèse et remodelage du tissu osseux

La biominéralisation du tissu osseux (ou ossification) est un processus continu tout au long de la vie. Celle-ci peut être divisée en trois étapes : l'ossification primaire, ou formation d'un nouveau tissu osseux ; l'ossification secondaire mise en place à partir d'un tissu osseux primaire, et enfin l'ossification tertiaire correspondant au remodelage osseux permanent chez l'adulte. Les grands principes de ces mécanismes vont être expliqués (d'après Setiawati & Rahardjo, 2018).

### 1. L'ossification primaire

Le développement osseux commence par l'ossification primaire, où le tissu conjonctif mésenchymateux est remplacé par du tissu osseux primaire ou fibrillaire. Primitif, il est composé de fibres de collagène organisées de manière aléatoire. Celui-ci est ensuite réorganisé en tissu osseux lamellaire, mature, composé de fibres de collagène coalignées, au cours de l'ossification secondaire. Deux grands mécanismes d'ossification primaire peuvent d'abord être évoqués : l'ossification de membrane et l'ossification endochondrale.

L'ossification de membrane est impliquée dans la formation de l'os crânial, du sphénoïde et de la mandibule. Ce phénomène commence durant la gestation et se poursuit à la naissance (Karaplis, 2008). Des cellules mésenchymateuses du squelette embryonnaire (fibroblastes) se regroupent et se différencient pour former un centre d'ossification au sein de la membrane du tissu conjonctif. De la matrice pré-osseuse (ostéoïde) est secrétée, puis minéralisée en quelques jours. L'os fibreux primitif est formé.

L'ossification endochondrale correspond à la minéralisation de tissu osseux à partir de cartilage (Figure 39) selon plusieurs étapes, d'abord au niveau de la diaphyse de l'os, puis des épiphyses. (A) Les cellules mésenchymateuses se regroupent et se différencient en chondrocytes (cellules du cartilage). (B) Les chondrocytes s'hypertrophient, et de la matrice calcifiée est formée à partir du cartilage. (C) Les vaisseaux sanguins capillarisés pénètrent dans le cartilage, et initient la formation d'un centre d'ossification primaire, où des ostéoblastes (cellules spécialisées) minéralisent le tissu osseux qui remplace le cartilage diaphysaire. (D) Le cartilage continue de croître aux extrémités de l'os en formation (futurs épiphyses) par division des chondrocytes, ce qui augmente la taille de l'os. (E) Les vaisseaux sanguins pénètrent les épiphyses et induisent la formation de centres d'ossification secondaires. Le mécanisme s'étend enfin à l'ensemble de l'os (F).

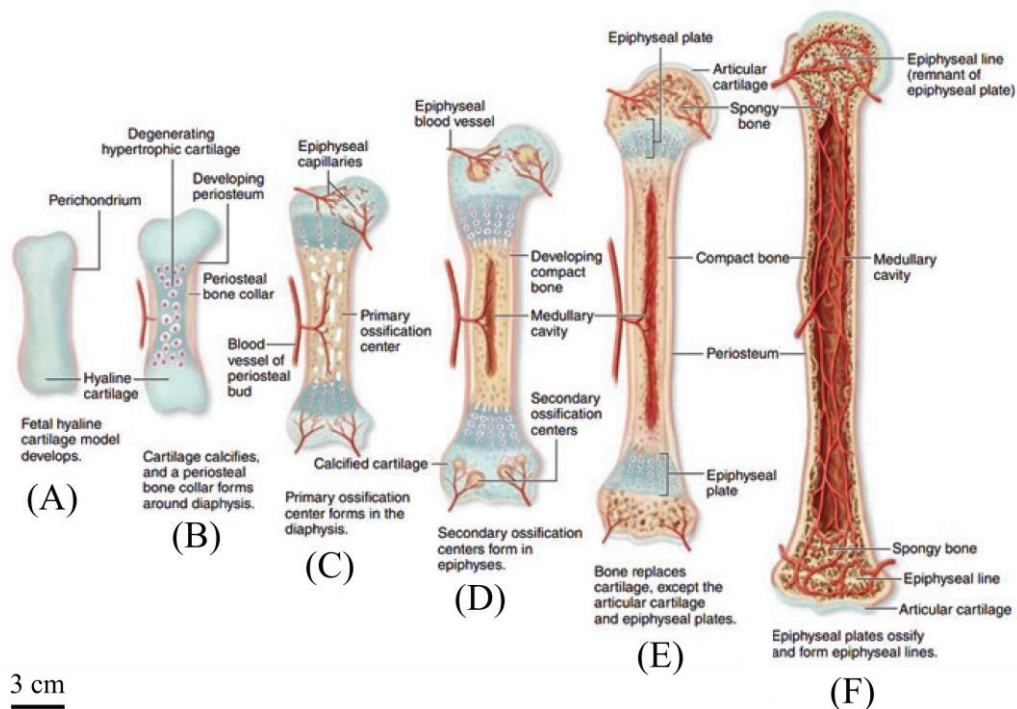


Figure 39 : Étapes du processus d'ossification endochondrale. D'après Gasser & Kneissel (2017).

## 2. L'ossification secondaire

L'ossification secondaire correspond au remplacement de l'os fibrillaire par l'os lamellaire, compact et organisé. Celui-ci peut être trabéculaire ou cortical. La destruction de la matrice osseuse primaire est effectuée par les ostéoclastes qui sécrètent des protons  $H^+$ , des enzymes lysosomiales et des métalloprotéases (Baron, 2001), et conduit à la formation de lacunes (lacunes de Howship). Ces dernières vont héberger la minéralisation du nouveau tissu osseux par les ostéoblastes conduisant à la formation d'os trabéculaire dans les épiphyses et dans la cavité médullaire. Au niveau diaphysaire, la minéralisation se fait de manière concentrique, formant des ostéons ou systèmes de Havers. Répétée, elle conduit à la formation d'os cortical (Figure 38). À ce stade, l'organe osseux est mature.

## 3. L'ossification tertiaire ou remodelage osseux

L'ossification tertiaire est un phénomène complexe, qui comprend les mécanismes d'adaptation du squelette aux différentes contraintes pouvant apparaître durant la vie de l'individu. L'ossification tertiaire peut être décomposée en 5 grandes étapes (Figure 40).

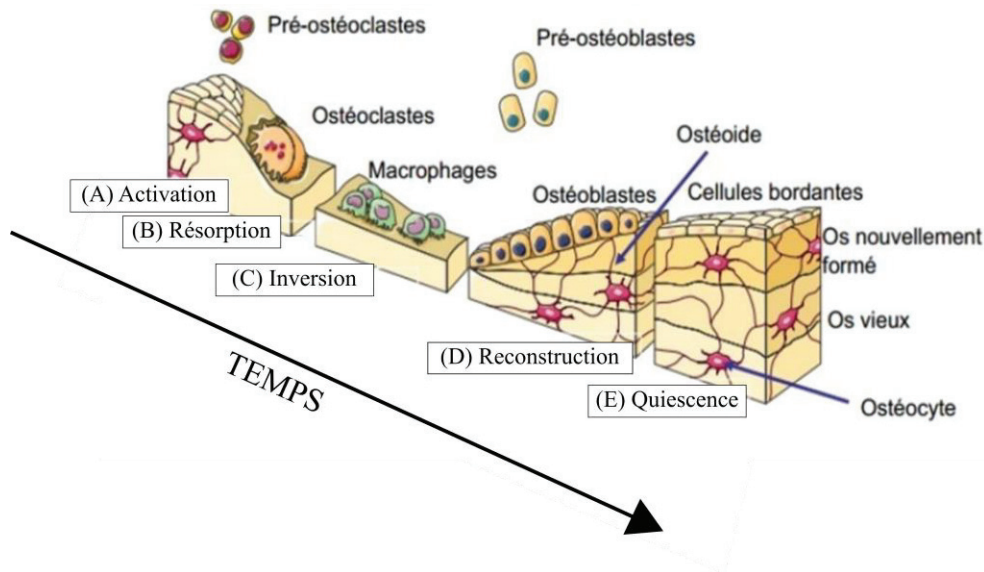


Figure 40 : Étapes du phénomène de remodelage osseux. D'après Dominguez et al. (2011).

Tout d'abord, le long des surfaces osseuses, les précurseurs des ostéoclastes interviennent et se différencient en ostéoclastes. Durant cette phase d'activation (A), les cellules présentes à la surface de l'os se rétractent, laissant cette dernière libre à l'action des ostéoclastes, qui s'y fixent et détruisent l'os ancien, formant les lacunes de Howship : il s'agit de la phase de résorption (B). Les ostéoclastes meurent par apoptose et sont remplacés par des cellules mononucléées, notamment des macrophages, qui nettoient les débris restants : c'est la phase d'inversion (C). Ensuite, la phase de reconstruction (D) consiste en un dépôt de cellules pré-ostéoblastiques, qui se divisent et se différencient en ostéoblastes. Ces cellules forment le nouveau tissu osseux au niveau des lacunes. Certains ostéoblastes sont enfouis dans la matrice et se différencient en ostéocytes. Enfin, les cellules rentrent de nouveau en quiescence (E). Le processus de remodelage osseux est finement régulé (*e.g.* Boyce, 2013), bien que des paramètres extérieurs puissent exercer une influence (*e.g.* Valcourt *et al.*, 2007).

Le remodelage osseux est un processus continu tout au long de la vie des Vertébrés. Néanmoins, les taux de renouvellement varient grandement : ils sont par exemple dépendants de la balance hormonale (Clowes *et al.*, 2005) ou de l'âge (Compston, 2011). Le taux de remodelage osseux est également différent entre les os du squelette d'un même individu : tandis que les côtes semblent se renouveler rapidement à un taux de 4 % par an (Frost, 1969), le reste du tissu cortical semble plutôt se renouveler au taux de 1,5 % par an (Parfitt, 2002). Des différences sont également détectées au sein même d'un os (Parfitt, 2013). Les estimations du temps de turnover global pour le squelette (le temps pour que l'ensemble du squelette soit renouvelé)



sont variables. Manolagas (2000) estime que le squelette entier se renouvelle au taux de 10 % par an. Hollinger (2005) estime qu'en moyenne, l'os trabéculaire et l'os cortical sont remplacés à des taux de 25 % et 3 % par an, respectivement. Glimcher (2006) estime que l'ensemble du squelette humain, pour un individu de moins de 30 ans, est renouvelé complètement en 5 à 6 ans. Enfin, Hedges *et al.* (2007) ont estimé un temps de remodelage de 1,5 % à 3,5 % par an pour le collagène du fémur humain. Ces quelques exemples montrent l'incertitude et le manque de connaissances sur les dynamiques temporelles de renouvellement du tissu osseux. Il ne fait aucun doute que la dynamique de ce phénomène est très variable en fonction de l'individu, de l'os et de la zone considérée dans l'os. Il est donc impossible de lui attribuer une dimension temporelle avec précision. Cela a une grande importance dans l'interprétation du signal isotopique enregistré dans les restes osseux à l'échelle d'un individu (Chapitre 5).

À l'échelle minérale, deux composés du tissu osseux ont un intérêt particulier pour les études isotopiques : l'hydroxyapatite (qui compose la matrice minérale) et le collagène de type I, ici appelé collagène (qui compose la matrice organique). Une description de leur composition chimique, leur structure et de leur biosynthèse est donc nécessaire.

### C. L'hydroxyapatite : composition, propriétés et biosynthèse

L'hydroxyapatite, de formule générale  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  est un minéral ubiquitaire qui est tout aussi bien retrouvé dans le tissu osseux, les tissus dentaires, ou d'autres tissus minéralisés biologiques (*e.g.* Raubenheimer *et al.*, 1998 ; Picavet & Balligand, 2016). L'hydroxyapatite cristallise selon une maille hexagonale (Kay *et al.*, 1964, Figure 41), composée d'hexagones de groupements phosphates ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) empilés. Des « tunnels » (I et II) parallèles à l'axe cristallographique sont alors formés et hébergent de nombreuses substitutions ioniques (Figure 41, Mathew & Takagi, 2001). Ces dernières modifient la structure cristallographique, augmentent la réactivité du minéral et diminuent la taille des minéraux (50 nm x 25 nm x 4 nm pour l'hydroxyapatite osseuse, Weiner & Wagner, 1998).

Les éléments en substitution peuvent être présents en concentration mineure (*e.g.*  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ) ou en traces (*e.g.*  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Cl}^-$ ) (Tableau 7). La substitution la plus importante en proportion est celle par les groupements carbonates ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) qui peuvent atteindre 3 % en masse dans l'émail dentaire et 7,5 % dans le tissu osseux (Tableau 7). Ils sont le troisième composé en masse du minéral, on parle donc d'hydroxyapatite carbonatée. Cette substitution peut avoir lieu en place

des groupements phosphates (carbonate de type B) ou en place des ions hydroxyles (carbonates de type A). Les apatites biologiques sont de type A/B, mixtes, avec une prépondérance des substitutions de type B (Elliott *et al.*, 1985).

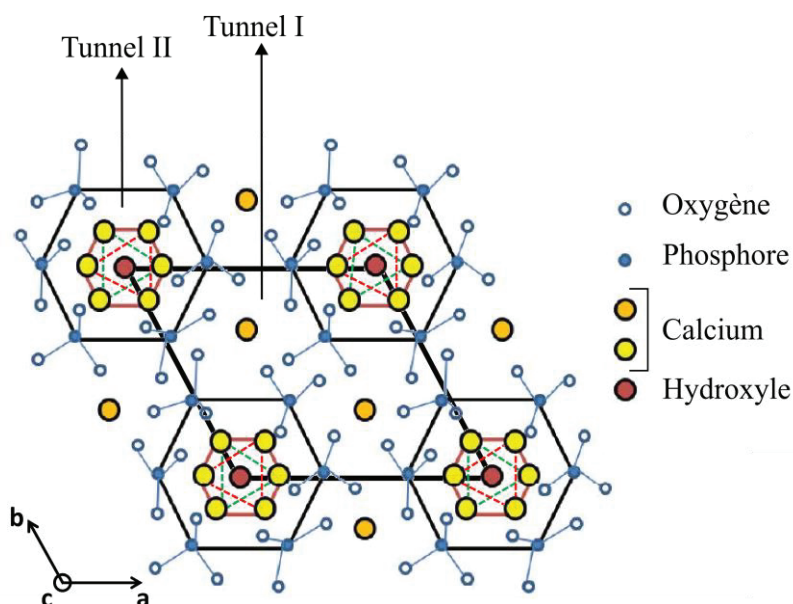


Figure 41: Projection structurale de la maille hexagonale d'hydroxyapatite laissant apparaître les tunnels colinéaires à l'axe cristallographique. D'après Euw (2014).

L'ensemble des substitutions ioniques permet de répondre aux besoins de l'organisme, comme participer à l'homéostasie corporelle (Palmer *et al.*, 2008) ou améliorer la résistance du tissu osseux (Marie *et al.*, 2001).

Élément chimique / molécule	Tissu osseux	Émail dentaire
Calcium (Ca)	34,80 – 36,60 %	36,50 – 37,60 %
Phosphore (P)	15,20 – 17,10 %	17,70 – 18,30 %
Carbonate (CO <sub>3</sub> )	4,10 – 7,40 %	3,00 – 3,50 %
Sodium (Na)	0,90 – 1,00 %	0,50 – 0,70 %
Magnésium (Mg)	0,60 – 0,72 %	0,20 – 0,44 %
Potassium (K)	0,03 – 0,07 %	0,05 – 0,08 %
Strontium (Sr)	0,00 – 0,05 %	0,03 %
Zinc (Zn)	0,00 – 39,00 ppm	263 ppm
Baryum (Ba)	-	125 ppm
Fer (Fe)	-	118 ppm
Aluminium (Al)	-	86 ppm

Tableau 7 : Composition chimique moyenne (en pourcentage massique ou ppm) de la matrice minérale du tissu osseux et de l'émail dentaire. D'après Cacciotti (2016).

La variabilité des substitutions fait que l'hydroxyapatite peut avoir des compositions très variées, en fonction de l'âge ou du type d'os considéré. Des différences notables sont également visibles entre hydroxyapatite provenant du tissu osseux et de l'émail dentaire (Tableau 7). Les cristaux d'hydroxyapatite osseuse adoptent une morphologie en plaquettes, de forme irrégulière et de taille nanométrique (Figure 42).

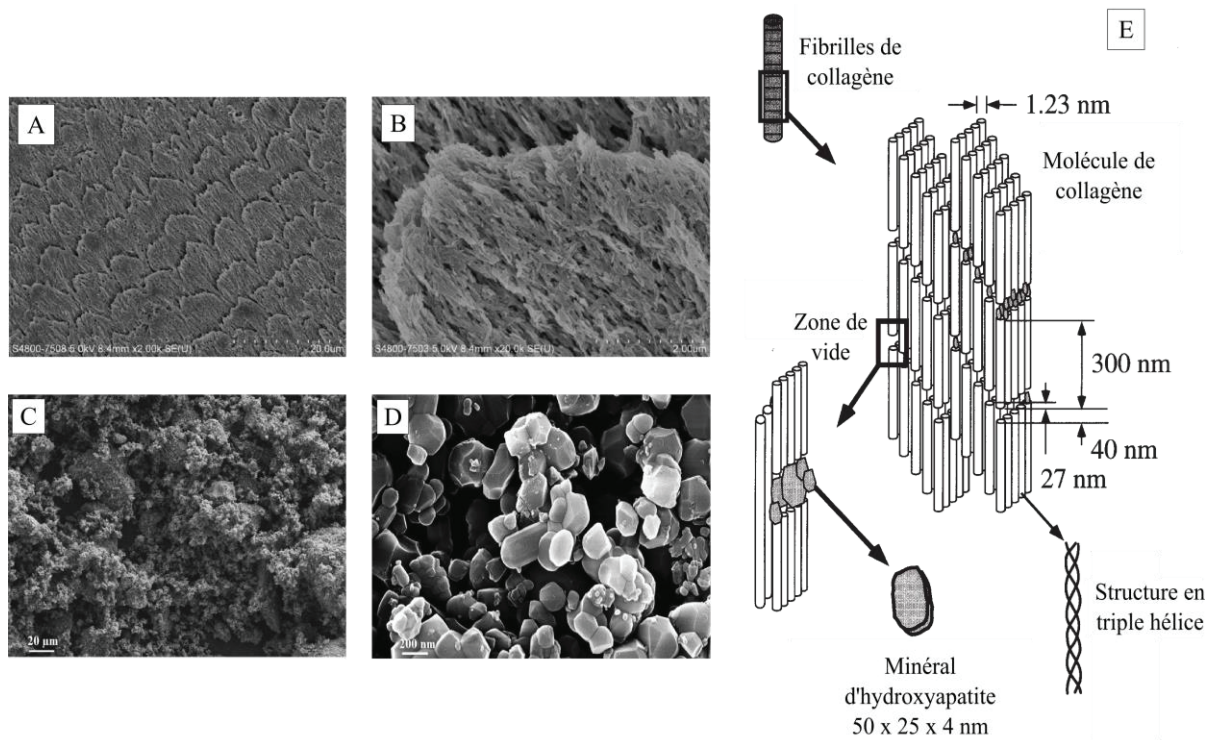


Figure 42 : Micrographies au MEB de cristaux d'hydroxyapatite : dans l'émail dentaire (A, B, Cao et al., 2014), dans le tissu osseux (C, D, Doostmohammadi et al., 2012) et organisation structurale des cristaux d'apatite et fibrilles de collagène dans le tissu osseux. D'après Rho et al. (1998).

Bien que les mécanismes exacts de biominéralisation osseuse soient encore mal connus, deux hypothèses principales dominent concernant l'initiation de la croissance cristalline ou nucléation (Euw, 2014). Au niveau de l'os, une première théorie propose que les ostéoblastes, par formation de vésicules extracellulaires (appelées vésicules matricielles), amorcent une minéralisation spontanée dans le milieu intracellulaire, extrêmement concentré en précurseurs ioniques ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ , etc) (Anderson, 1995 ; Glimcher, 2006 ; Golub, 2009 ; Madsen, 2020). Le minéral grandit ensuite, et se dépose sur la matrice à la suite de la dégradation des vésicules. Néanmoins, le fait que les cristaux d'hydroxyapatite soient tous intégrés et bien coalignés au sein des fibres de collagène conduit à proposer que ces dernières pourraient jouer un rôle dans la nucléation minérale. Ce serait notamment grâce à l'action de résidus peptidiques,

potentiellement des protéines non-collagéniques, que la minéralisation *in situ* de l'hydroxyapatite serait réalisée (Traub *et al.*, 1992 ; Landis *et al.*, 2006 ; Olszta *et al.*, 2007). Les fibres de collagène en elles-mêmes pourraient également jouer un rôle de contrôle dans la dynamique de minéralisation (*e.g.* Nudelman *et al.*, 2010).

#### D. Le collagène osseux : nature, composition et biosynthèse

Le collagène est une protéine présente et abondante chez l'ensemble des Métazoaires (Exposito *et al.*, 2002). Elle se trouve dans la matrice extracellulaire des tissus conjonctifs, où elle apporte une intégrité structurale ainsi qu'une résistance élastique et mécanique aux chocs. Il existe 28 types de collagène (du type I au type XXVIII), avec des compositions en acides aminés, des structures moléculaires et supramoléculaires propres, qui répondent aux besoins des tissus dans lesquels ils sont contenus (Ricard-Blum, 2011). Le collagène de type I rentre dans la composition de nombreux tissus (peau, cartilage, dentine, os, *etc.*). Objet d'étude principal des études isotopiques réalisées sur matériel organique, il constitue plus de 90 % en masse de la matrice organique du tissu osseux. Il sera appelé plus simplement « collagène » dans la suite de ce travail de recherche.

À l'échelle moléculaire, le collagène est composé de chaînes de tropocollagène, chacune composée d'environ 1000 acides aminés, longue d'environ 300 nm et d'un diamètre d'environ 1,5 nm (Buehler, 2006). Les acides aminés sont organisés en trois chaînes  $\alpha$  qui s'enroulent les unes avec les autres : on parle de structure en triple hélice (Figure 43). Cette conformation impose la récurrence d'un acide aminé, la glycine (Gly), tous les trois acides aminés, lié à d'autres acides aminés (X, Y) selon un motif répété (X-Y-Gly)<sub>n</sub>. Le plus généralement, il s'agit de proline (Pro, 28 %) pour la position X et d'hydroxyproline (Hyp, 38 %) pour la position Y. Le triplet le plus commun est donc Pro-Hyp-Gly (environ 10,5 %, Ramshaw *et al.*, 1998). La chaîne latérale de la glycine (un atome d'hydrogène) prend place au centre de la triple hélice, rejetant les chaînes latérales des autres acides aminés, comprenant des groupements hydroxyle (-OH), acide carboxylique (-COOH) et amine (-NH<sub>2</sub>), vers l'extérieur. Ces derniers vont interagir entre molécules de tropocollagène adjacentes *via* des liaisons hydrogènes intermoléculaires et participer à la stabilité de la structure (Shoulders & Raines, 2009).

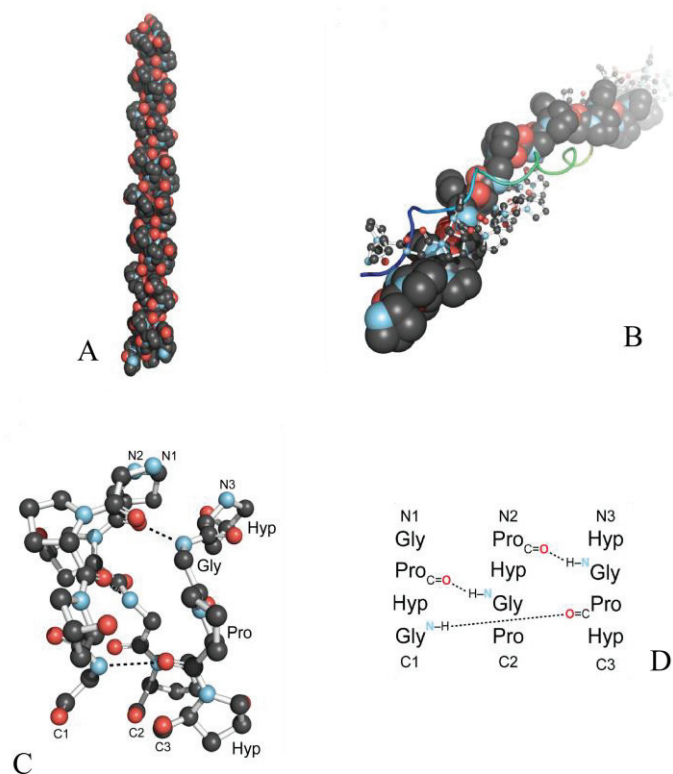


Figure 43 : Vision globale de la triple hélice de collagène. Atome noir : hydrogène, atome rouge : carbone, atome bleu : azote. A : Structure d'une triple hélice de collagène. B : Vue de l'hélice avec la représentation d'une hélice sous forme de brin, d'espace occupé, et de molécules, respectivement. C : Illustration d'une portion de triple brin illustrant les liaisons hydrogènes intermoléculaires. D : Représentation étalée de la portion de brin représentée en C.

D'après Shoulders & Raines (2009).

La formation de collagène *in vivo* (Figure 44) démarre par la production de procollagène (tropocollagène immature) au sein du réticulum endoplasmique des fibroblastes (cellules indifférenciées du tissu conjonctif). Après sortie du réticulum, le procollagène subit une maturation dans l'espace intracellulaire : il est stabilisé *via* des ponts disulfures entre les trois chaînes et sa solubilité est augmentée par la fixation de polypeptides à ses extrémités. Le tropocollagène mature est alors rejeté dans le milieu extracellulaire, dans lequel des protéases clivent les extrémités protéiques et les ponts disulfures. La solubilité du tropocollagène diminue, ce qui favorise son organisation spontanée sous forme de fibrilles de collagène. Les liaisons covalentes entre deux molécules de tropocollagène sont catalysées par une enzyme, la lysyl-oxidase, à une distance stricte de 67 nm. Cette distance induit un décalage entre deux molécules de collagène adjacentes qui a pour conséquence la formation à l'échelle de la fibrille de « zones de vide » dépourvues de collagène et de « zones de chevauchement » d'hélices de tropocollagène (Katz & Li, 1973).

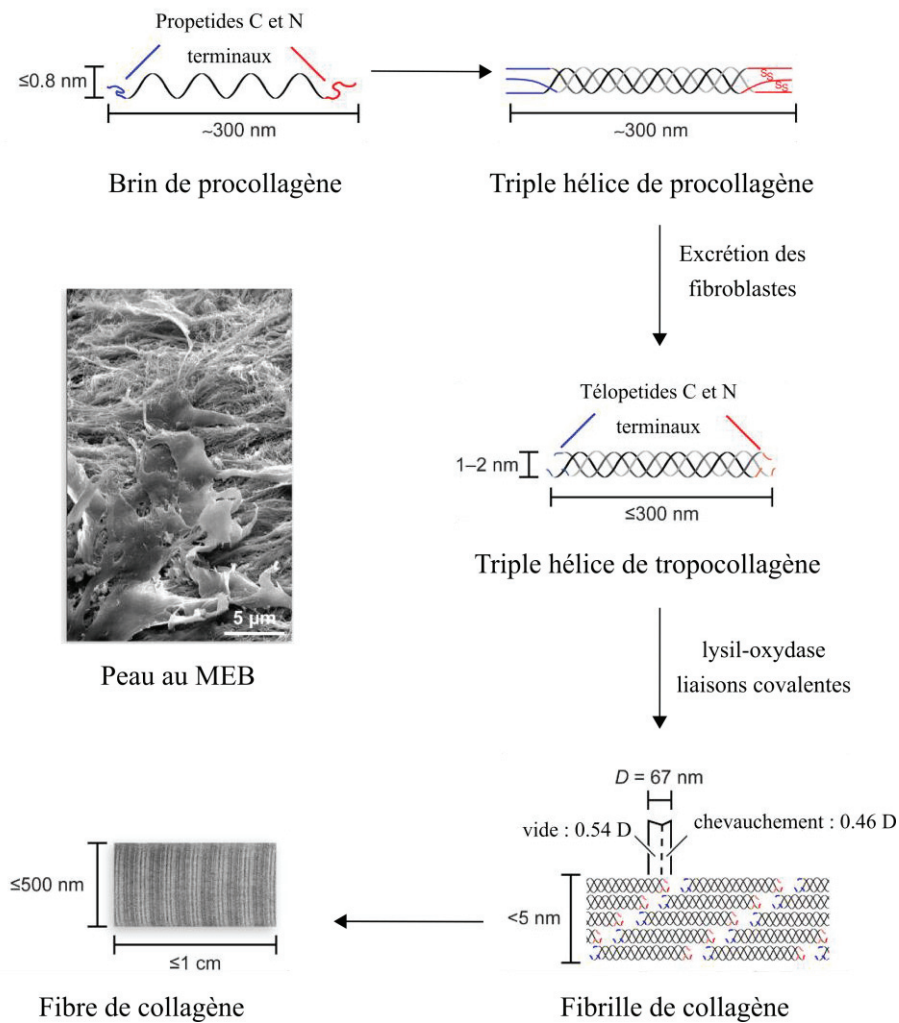


Figure 44 : Principales étapes dans la formation des fibres de collagène et micrographie de peau au MEB illustrant la structure des fibres de collagène. D'après Shoulders & Raines (2009).

C'est cette alternance zone de vide/zone de chevauchement qui conduit à la striation orthogonale et à l'orientation des fibrilles de collagène, visible sur les tendons par des alternances claires (zones de vide) et sombres (zones de chevauchement) (Figure 37, Figure 44). C'est également au niveau de ces zones que se réaliserait la nucléation des minéraux d'hydroxyapatite pour former les fibrilles minéralisées. Les fibrilles de collagène sont ensuite assemblées en une structure de niveau supérieur, la fibre de collagène, selon un processus encore peu connu (Gautieri *et al.*, 2011). Les fibres sont intégrées dans de nombreux tissus, et leur confèrent, grâce à leur structure spécifique, une intégrité structurale, une stabilité mécanique et une résistance à l'étirement (Fratzl, 2008 ; Meyers *et al.*, 2008).

## II. Le tissu dentaire : composition et odontogenèse

Le tissu dentaire est également présent chez l'ensemble des Vertébrés. Considéré comme un tissu « hyper-minéralisé », il se distingue de l'os par sa composition et par sa dynamique de biosynthèse. Il constitue un objet de choix pour de nombreuses études paléoanthropologiques (Luyer, 2016).

Les dents humaines sont composées de deux parties : la couronne, partie visible, et la racine, implantée dans les os maxillaires et mandibulaires. Elles sont séparées par le collet (Figure 45). L'organe dentaire comporte trois tissus minéralisés différents : l'émail, la dentine et le ciment. À l'intérieur de la dent se trouvent les terminaisons nerveuses et vaisseaux sanguins contenus dans la cavité pulpaire. La dent est composée de dentine, recouverte par l'émail au niveau de la couronne et par le ciment au niveau des racines.

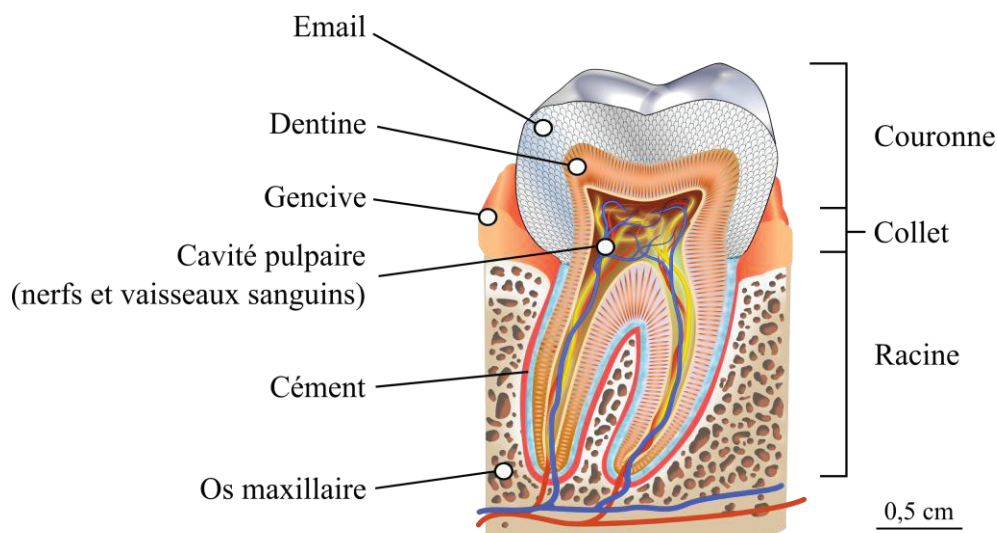


Figure 45 : Différents tissus et structures d'une dent humaine. Adapté de K.D. Schroeder, Wikimedia Commons, CC-BY-SA 4.0.

Les trois tissus dentaires se distinguent par leur composition.

L'émail est composé à plus de 96 % en masse d'une matrice minérale d'hydroxyapatite cristallisant en prismes micrométriques, moins de 1 % en masse de matrice organique, et environ 3 % en masse d'eau, qui peut également se retrouver sous forme adsorbée ou intégrée dans les réseaux d'hydroxyapatite (Deakins & Volker, 1941 ; Bartlett, 2013). Cette minéralisation presque totale fait de l'émail dentaire le plus résistant des tissus biologiques. L'émail dentaire est minéralisé par les améloblastes, et devient inerte une fois formé : il ne subit aucun remodelage au cours du temps.

### Chapitre 3 : L'analyse isotopique des restes osseux et dentaires, principes et méthodes

La dentine est plus hétérogène dans sa composition que l'émail (Tjäderhane *et al.*, 2009). En moyenne, elle est composée de 70 % en masse d'une matrice minérale (cristaux d'hydroxyapatite), 20 % en masse d'une matrice organique (essentiellement du collagène de type I) et 10 % en masse d'eau. Ce tissu est donc bien moins minéralisé que l'émail dentaire (Goldberg *et al.*, 2011). Il s'agit d'un tissu vivant, formé et remodelé tout au long de la vie par l'action de cellules spécialisées appelées odontoblastes (Goldberg *et al.*, 2011).

Enfin le ciment, tissu encore moins minéralisé, est composé à 45-50 % en masse de matrice minérale et environ 50-55 % en masse de matrice organique (collagène) et d'eau (Chen & Liu, 2014). Différentes variétés de ciment existent au niveau des racines des dents humaines, avec des compositions, structures, et rôles variés (Bosshardt & Selvig, 1997). Comme la dentine, le ciment est formé et remodelé tout au long de la vie par des cellules appelées cémentoblastes (Yamamoto *et al.*, 2016).

Le développement dentaire, ou odontogenèse, s'étale chez l'humain sur environ une vingtaine d'années de la vie de l'individu, depuis la période embryonnaire jusqu'au début de la vie adulte (Figure 46, Smith, 1991). L'humain est diphyodonte, c'est-à-dire qu'il présente deux générations de dents successives : les dents de lait (ou dents déciduales), qui tombent entre 6 et 12 ans, et les dents permanentes. Les dents déciduales sont minéralisées durant la gestation, tandis que les dents permanentes (sauf la Molaire I) sont minéralisées après la naissance (Smith, 1991).

L'odontogenèse (Figure 47) est un phénomène qui se déroule au sein de la cavité buccale de l'embryon. Le bourgeon mandibulaire est alors composé de deux tissus embryonnaires : l'ectoderme (épithélium) oral et l'ectomésenchyme, séparés par une lame basale. La phase d'initiation (A) commence par l'épaississement de l'ectoderme oral, qui pénètre dans la cavité buccale et dans l'ectomésenchyme oral, puis s'invagine pour former les lames dentaires primitives. Ensuite, débute la phase de morphogénèse au niveau des lames dentaires, formant successivement, un bouchon dentaire (B), une cupule dentaire (C), puis une cloche dentaire (D). Les cellules de l'ectomésenchyme se différencient alors en odontoblastes, tandis que les cellules de l'épithélium se différencient en améloblastes. Depuis la lame basale, les améloblastes minéralisent les prismes d'émail vers la future surface occlusale, tandis que les odontoblastes minéralisent la dentine vers la cavité pulpaire. La couronne est d'abord formée, suivie par la racine dentaire. Ensuite, les cellules du follicule dentaire (tissu conjonctif entourant la dent) se différencient en cémentoblastes et sécrètent le ciment au niveau de la racine dentaire. En parallèle, se déroule la parodontogenèse ou mise en place des tissus parodontaux, comprenant



l'os alvéolaire (partie de l'os maxillaire contenant les alvéoles dentaires), le desmodonte (tissu conjonctif entourant la racine des dents) et la gencive. L'ensemble de ces paramètres sont contrôlés et régulés génétiquement, et sont également influencés par l'environnement (Townsend *et al.*, 2012).

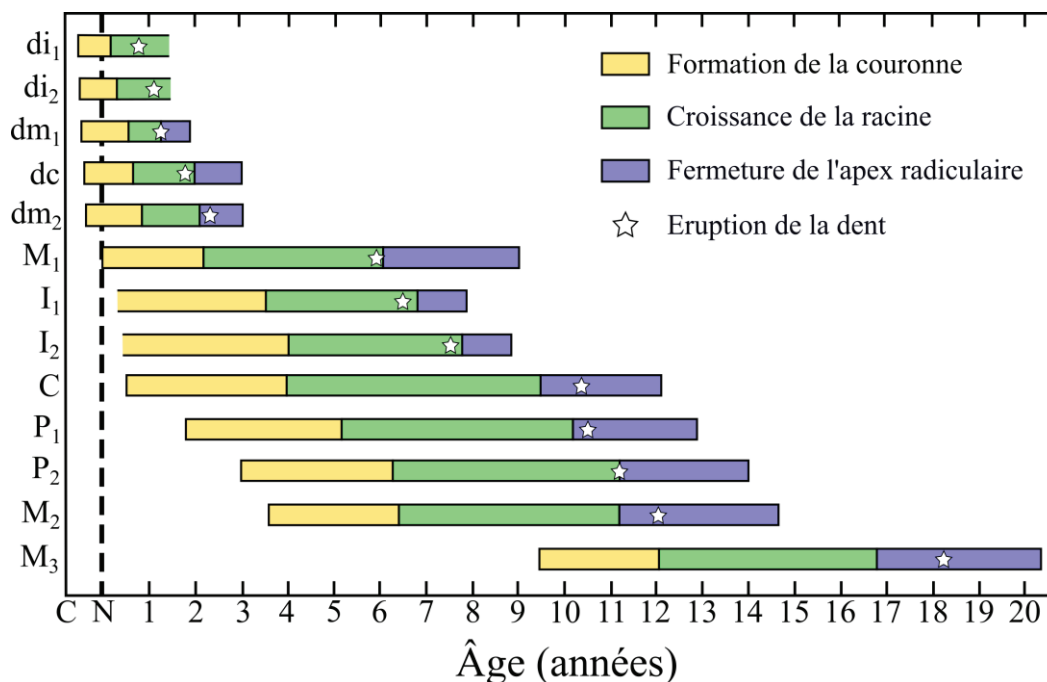


Figure 46 : Chronologie de la formation des dents chez l'être humain. Les rectangles ouverts ( $di_1$ ,  $di_2$ ,  $I_1$ ,  $I_2$ ) correspondent aux incertitudes de début ou de fin des phénomènes. C : Conception ; N : Naissance ;  $di_1/di_2$  : Incisive déciduales 1 et 2 ;  $dm_1/dm_2$  : Molaires déciduales 1 et 2 ; dc : Canine déciduale ;  $I_1/I_2$  : Incisives permanentes 1 et 2 ; C : Canine permanente,  $P_1/P_2$  : Prémolaires permanentes 1 et 2 ;  $M_1/M_2/M_3$  : Molaires permanentes 1, 2 et 3. D'après Smith (1991).

Le mécanisme de nucléation de l'hydroxyapatite dans l'émail dentaire est encore mal compris. Il s'agirait d'une nucléation *in situ*, mais sans présence d'une matrice structurale comme les fibres de collagène. La nucléation et la croissance de l'émail seraient contrôlées et régulées par un ensemble de protéines secrétées par les améloblastes au niveau de l'épithélium dentaire interne (Robinson *et al.*, 1983 ; He *et al.*, 2003). Celles-ci disparaîtraient après la minéralisation, laissant une structure presque entièrement minérale et qui n'est pas remodelée (Tarasevich *et al.*, 2007).

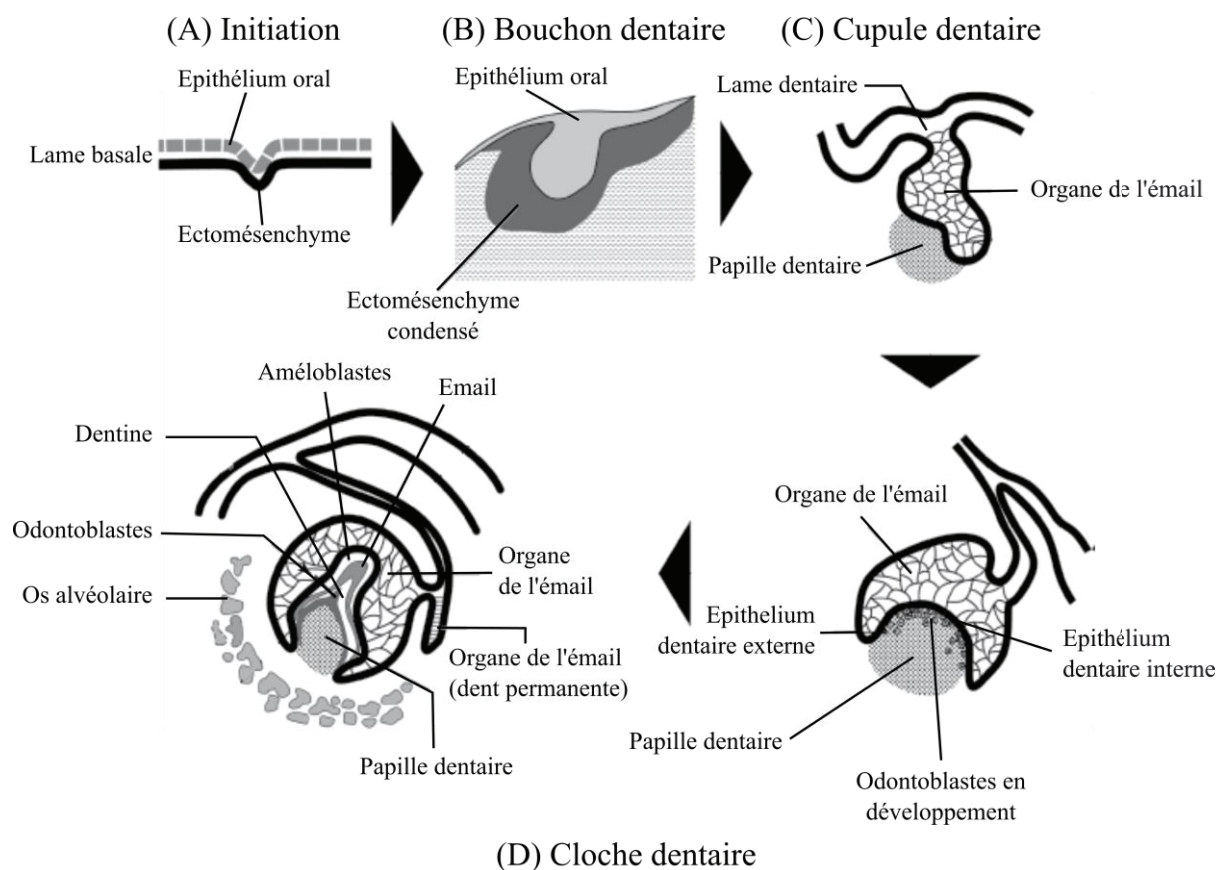


Figure 47 : Étapes majeures de l'odontogenèse. D'après Harris (2015).

Les trois tissus dentaires (émail, dentine, cément) ont une croissance incrémentielle visible *via* une microstructure en stries ou lignes dentaires (Figure 42). Ces successions, qui portent le rythme et la durée de minéralisation des tissus, apportent un cadre temporel utilisé, par exemple, pour étudier l'évolution de la durée d'allaitement (Austin *et al.*, 2013). La minéralisation dentaire peut être affectée par de nombreux facteurs, qu'ils soient externes (infections) ou internes (malnutrition) (Hillson & Bond, 1997). La détection de pathologies sur des restes dentaires archéologiques apporte également des informations sur les conditions de vie des populations (*e.g.* Schultz *et al.*, 1998 ; Delgado-Darias *et al.*, 2006).

Ainsi, contrairement aux tissus osseux, l'information enregistrée dans l'émail reste limitée temporellement aux premières années de vie (jusqu'à 12 ans pour la Molaire 3). Cette différence chronologique permet, *via* analyse élémentaire ou isotopique, de mettre en parallèle les conditions de vie d'un individu durant son enfance et sa vie d'adulte, notamment dans le cas d'étude de migrations (*e.g.* Schweissing & Grupe, 2003 ; Price *et al.*, 2004).

### III. Le cas particulier des herbivores hypsodontes

Dans le cas de ce travail de thèse, les faunes associées aux humains ont été étudiées sur les sites de Thézy-Glimont (restes osseux et dentaires) et de Ribemont-sur-Ancre (restes osseux). Au niveau de l'ossification, bien que des variabilités existent (*e.g.* Serrat *et al.*, 2007) les grands mécanismes de biosynthèse et de remodelage osseux sont les mêmes chez l'ensemble des Vertébrés. En revanche, la dynamique de formation du tissu dentaire est fondamentalement différente. Les espèces dont les restes dentaires ont été étudiés (*Bos taurus* et *Equus caballus*, Chapitre 4) sont des brouteurs. Cette pratique expose leur dentition à une usure intense, en lien avec la silice présente dans les plantes consommées ainsi que l'éventuelle présence de sable (Janis & Fortelius, 1988 ; Ungar, 2015). Une des adaptations évolutives des herbivores est l'augmentation de la taille de la couronne dentaire, avec la formation de dents dites à haute couronne (Witzel *et al.*, 2018). Cette morphologie est permise par une croissance prolongée et continue de la couronne dentaire tout au long de la vie de l'individu : on parle d'hypsodontie, par opposition à la brachyodontie (dents à couronne basse, à croissance non-continue) qui caractérise notamment les humains (Figure 48). L'hypsodontie est réalisée histologiquement par une minéralisation prolongée de l'émail coronaire, par la présence d'une niche de cellules souches capables de se différencier en améloblastes au niveau de l'organe de l'émail (Tummers & Thesleff, 2003). Cette phase prolongée d'amélogénèse et de développement coronaire se fait aux dépens des autres phases odontogénétiques induisant, selon le degré d'hypsodontie, des dents avec des racines de plus en plus réduites (Figure 48, von Koenigswald, 2011). Les taux de croissance estimés varient entre 20 et 50 mm par an pour des herbivores actuels, bien que cela semble varier selon l'individu et son âge (Bendrey *et al.*, 2015). La croissance incrémentale de l'émail permet de réaliser des études à haute résolution temporelle (*e.g.* Bernard *et al.*, 2009 ; Towers *et al.*, 2014). D'autre part, pour un même individu herbivore, le signal enregistré dans l'émail dentaire représenterait des conditions plus locales et instantanées sur la période de vie enregistrée par l'os (Clauzel *et al.*, 2020, Chapitre 6).

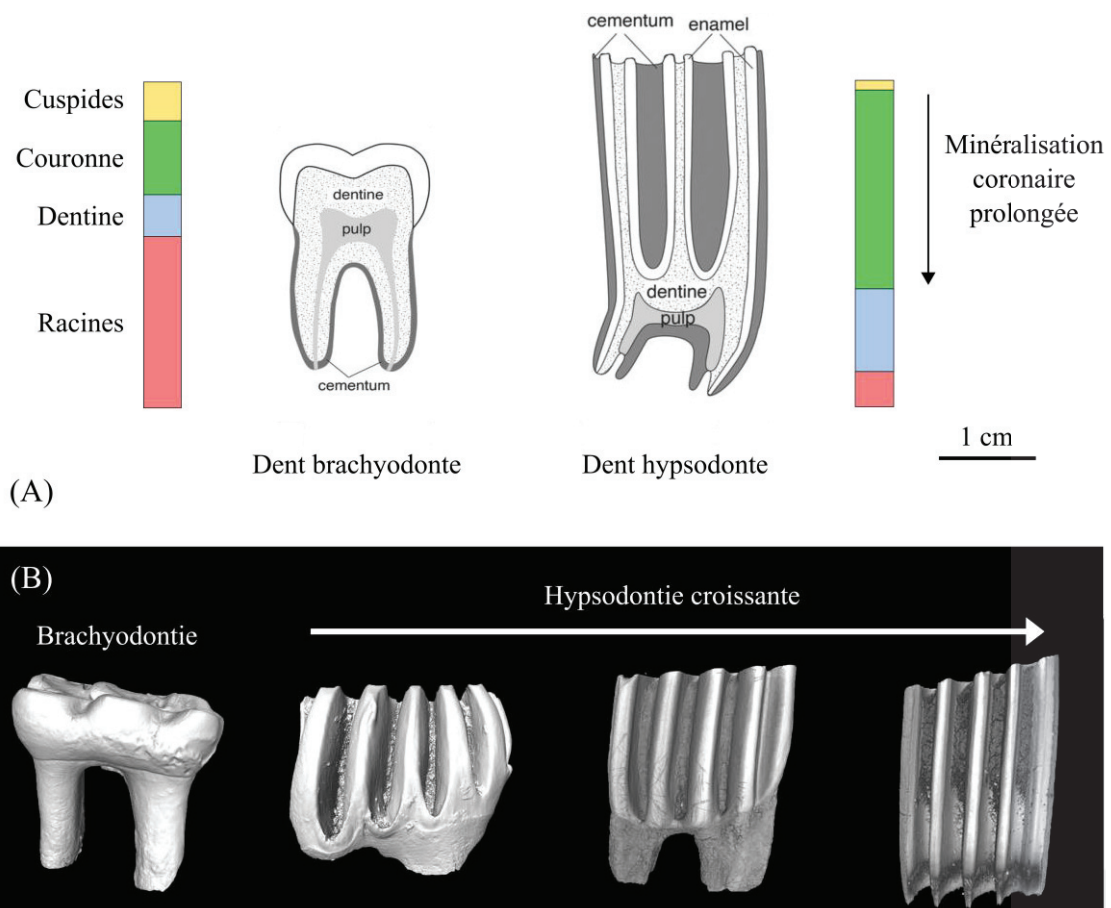


Figure 48 : Diachronisme dans les quatre grandes phases d'odontogenèse entre dents brachyodontes et hypsodontes, illustrant l'augmentation du temps de la minéralisation coronaire lors de l'hypsodontie. (B) Modèles 3D par micro CT scan illustrant la brachyodontie et hypsodontie croissante des molaires 1 de rongeurs. De gauche à droite : *Apodemus sylvaticus*, actuel, Allemagne ; *Microtia sp.*, Miocène, Italie ; *Mimomys reidi*, Pliocène, Allemagne ; *Arvicola terrestris*, actuel, Allemagne. D'après von Koenigswald (2011) et Higgins & Austin (2016).

Les propriétés structurales et compositionnelles des restes osseux et dentaires expliquent leur préservation sur les sites archéologiques. Parmi ceux-ci, l'hydroxyapatite minérale et le collagène organique sont les deux matériaux de choix pour réaliser des analyses en isotopes stables. Le principe de base de l'analyse isotopique peut être résumé par cette maxime, énoncée par DeNiro & Epstein en 1976 : « You are what you eat (plus a few ‰) ». Par l'enregistrement, dans les tissus osseux et dentaires, de la signature chimique des aliments et eau de boisson consommés, les tissus biologiques nous permettent de comprendre le mode de vie des individus et l'environnement dans lequel ils ont évolué. Après une introduction générale sur les principes de la géochimie des isotopes stables, les cycles des différents éléments chimiques d'intérêt, et l'information qui peut être extraite de leur signature isotopique, seront présentés.

#### IV. Isotopes stables et radioactifs : principes généraux et définitions

##### A. Élément, atome, nucléide

Il existe 92 éléments chimiques naturels, chacun incluant un ensemble d'atomes. L'atome peut être décrit, en première approche, selon le « modèle planétaire » proposé par Rutherford en 1911 : les électrons, chargés négativement, gravitent autour du noyau, chargé positivement et composant la majorité de la masse de l'atome. Le noyau, ou nucléide, est composé de nucléons, qui regroupent les protons (particules positives) et les neutrons (particules neutres). Protons, neutrons et électrons sont caractérisés par des masses et charges bien spécifiques (Tableau 8).

Particule	Masse	Charge
Électron	$9,1 \cdot 10^{-31}$ kg	$-1,6 \cdot 10^{-19}$ C
Proton	$1,67 \cdot 10^{-27}$ kg	$+1,6 \cdot 10^{-19}$ C
Neutron	$1,67 \cdot 10^{-27}$ kg	0 (neutre)

*Tableau 8 : Masses et charges des particules élémentaires.*

Le nucléide, qui définit l'élément chimique, est caractérisé par :

- Son numéro atomique  $Z$ , qui correspond au nombre de protons. La charge du nucléide correspond à  $Z \times e$  ( $e$  étant la charge élémentaire).
- Son nombre de neutrons  $N$ .
- Son nombre de masse  $A$ , correspondant au nombre de nucléons :  $A = Z + N$ .

Il est noté :  ${}^A_ZX$ . Le cortège électronique est donc composé de  $Z$  électrons qui gravitent « autour » du noyau de l'atome et maintiennent son électroneutralité. De manière simplifiée, ce sont les modes d'interactions des couches électroniques les plus superficielles qui définissent les propriétés chimiques de l'atome considéré.

## B. Isotopes : définitions et stabilité

Deux isotopes d'un même élément chimique peuvent être définis comme deux nucléides :

- de même numéro atomique  $Z$ ,
- de nombre de neutrons  $N$  différent, et donc de nombre de masse  $A$  différent,
- et associés à la même suite d'électrons : ils ont donc des propriétés chimiques très similaires.

Le comportement des isotopes peut être étudié *via* la charte des nucléides (Figure 49), qui est une représentation des nucléides de numéro atomique  $Z$  en fonction du nombre de neutrons  $N$ . Chaque ligne pleine représente les isotopes d'un élément de numéro atomique  $Z$ . Cette charte met en évidence l'existence d'une « vallée de la stabilité », caractérisée par une proportion spécifique de neutrons et de protons pour chaque nucléide. Les isotopes compris dans la vallée de la stabilité sont dits stables, tandis que les isotopes dont les coordonnées  $(N, Z)$  sont trop éloignées de la vallée de la stabilité, sont instables et vont avoir tendance, spontanément, à subir une désintégration radioactive, selon la réaction :



Celle-ci est conservative : le nombre de masse  $A$  et le nombre de charge  $Z$  sont conservés.

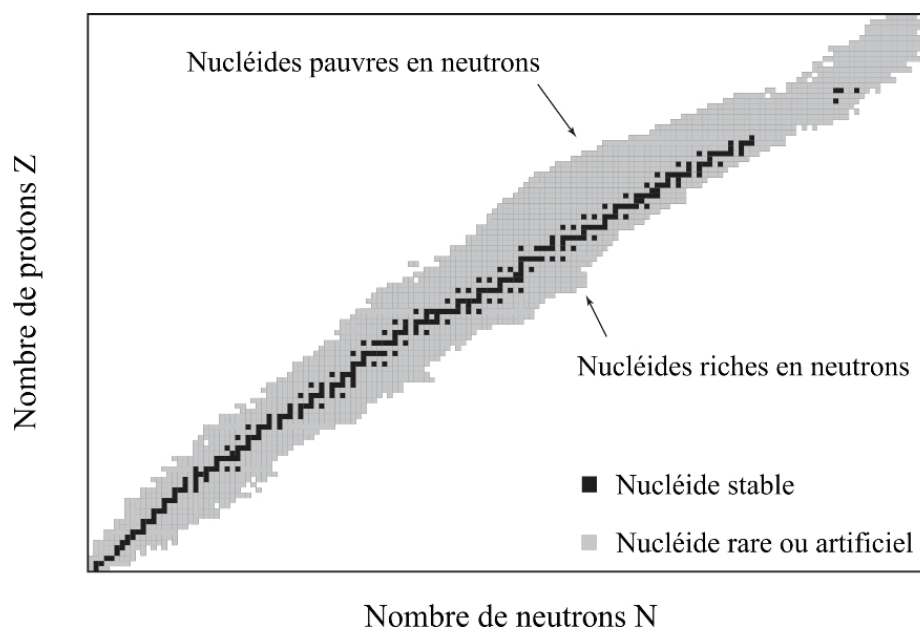
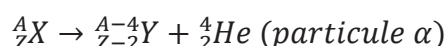


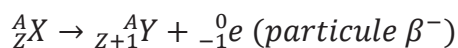
Figure 49 : Charte des nucléides, qui fait apparaître la vallée de la stabilité, en dehors de laquelle les nucléides sont instables. D'après Albarède (2009).

Les grands types de désintégrations radioactives sont :

- la désintégration  $\alpha$ , qui appauvrit le noyau en nucléons :



- la désintégration  $\beta^-$ , qui appauvrit le noyau en neutrons :



- la désintégration  $\beta^+$ , qui appauvrit le noyau en protons :



Lorsque l'élément fils formé est stable, on parle de nucléide radiogénique. Les isotopes sont donc classés en deux groupes : les isotopes stables, compris dans la vallée de la stabilité, qui sont stables dans le temps, et les isotopes radioactifs, éloignés de la vallée, dont la dynamique de désintégration est caractérisée par une période radioactive ou temps de demi-vie.

Les différents isotopes d'un même élément chimique ont des abondances spécifiques, définies comme la proportion molaire moyenne de chaque isotope relativement à la somme de tous les isotopes de l'élément (Tableau 9).

Élément chimique	Isotopes	Abondance (%)
Hydrogène	${}^1\text{H}$	99,9885
	${}^2\text{H}$	0,0115
Carbone	${}^{12}\text{C}$	98,93
	${}^{13}\text{C}$	1,07
Azote	${}^{14}\text{N}$	99,632
	${}^{15}\text{N}$	0,368
Oxygène	${}^{16}\text{O}$	99,757
	${}^{17}\text{O}$	0,038
	${}^{18}\text{O}$	0,205
Soufre	${}^{32}\text{S}$	94,93
	${}^{33}\text{S}$	0,76
	${}^{34}\text{S}$	4,29
	${}^{36}\text{S}$	0,02
Strontium	${}^{84}\text{Sr}$	0,56
	${}^{86}\text{Sr}$	9,86
	${}^{87}\text{Sr}$	7,00
	${}^{88}\text{Sr}$	82,58

Tableau 9 : Abondances naturelles des isotopes d'intérêt étudiés dans ce travail de thèse. Les isotopes radioactifs ( ${}^{14}\text{C}$ ,  ${}^3\text{H}$ ) ne sont pas représentés. D'après Vocke (1999).

On définit la composition isotopique d'un élément comme l'abondance de ses deux isotopes majoritaires. Celle-ci est exprimée sous la forme d'un rapport d'abondance entre deux éléments :

$$R = \frac{{}^iX}{{}^jX}$$

où  $i > j$  (isotope lourd au numérateur et isotope léger au dénominateur).

Les abondances des isotopes stables vont être modifiées, selon les réservoirs, par les différents processus à l'œuvre : on parle de fractionnement isotopique.

### C. Les mécanismes de fractionnement isotopique

Dans le cadre de cette thèse, nous nous intéresserons uniquement aux fractionnements isotopiques dépendants de la masse. Les fractionnements indépendants de la masse (*e.g.* Bergquist & Blum, 2007) n'ayant pas été étudiés.

L'énergie interne d'un système chimique peut être définie comme la somme de l'ensemble des énergies des molécules ou atomes qui le composent. Parmi ceux-ci, la principale cause des fractionnements isotopiques est liée aux variations d'énergie vibrationnelle des molécules, c'est-à-dire les mouvements de translation et de rotation autour de la position de repos. En considérant chaque molécule comme un oscillateur harmonique simple, il est possible de démontrer que l'énergie vibrationnelle, définie par la fréquence de vibration  $F$ , est proportionnelle à la masse de la molécule  $m$  :

$$F \propto \nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{f}{m}}$$

avec  $\nu$  la fréquence d'oscillation,  $f$  la constante de force, et  $m$  la masse de la molécule. Dans le cas d'une molécule homonucléaire (A-A), il s'agit de la somme des masses des atomes. Dans le cas d'une molécule hétéronucléaire (A-B), la masse correspond à la masse réduite  $\mu$  définie comme :

$$\frac{1}{\mu} = \frac{1}{m_A} + \frac{1}{m_B}$$

où  $m_A$  et  $m_B$  sont les masses respectives de chaque atome.



On démontre ainsi que l'énergie vibrationnelle d'une molécule est inversement proportionnelle à la masse des atomes qui la composent. Or, différents isotopes d'un même élément chimique sont caractérisés par une différence de masse, correspondant à l'ajout ou au retrait d'un ou plusieurs neutrons. Cette différence de masse va entraîner une différence d'énergie des molécules et donc une différence de réactivité lors des différents processus physiques, chimiques ou biologiques. Les molécules avec des isotopes lourds ont tendance à être moins réactives que les molécules composées d'isotopes légers (Figure 50). Cette différence de réactivité des molécules en fonction des isotopes contenus mène à une modification des compositions isotopiques de chaque réservoir. Ces phénomènes sont appelés fractionnements isotopiques.

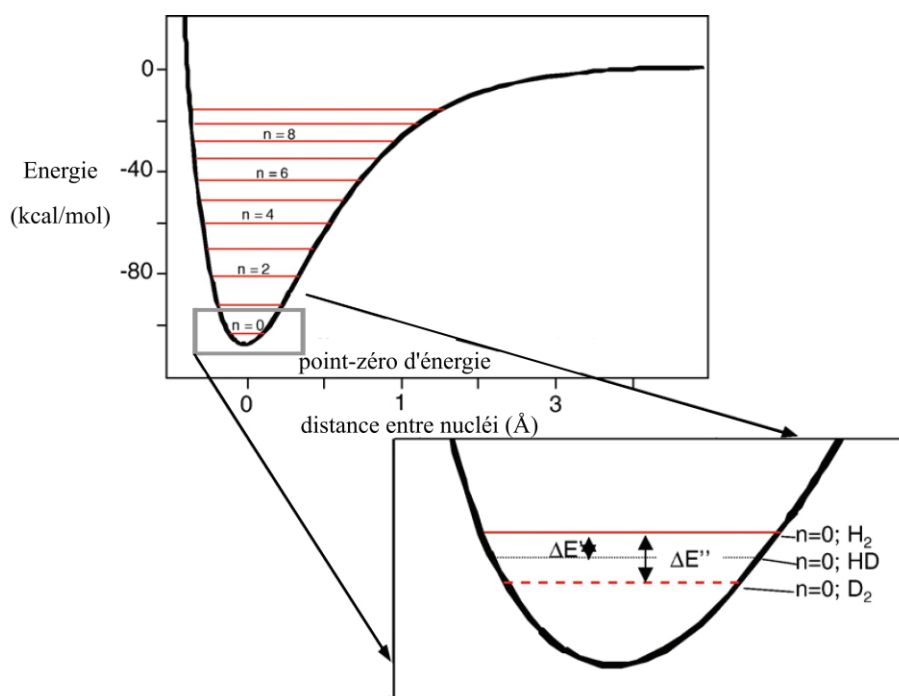


Figure 50 : Illustration de l'énergie contenue dans une liaison moléculaire entre deux atomes d'hydrogène ( $E$ , en kcal/mol) en fonction de la distance entre les noyaux (en Å). Les lignes horizontales représentent les différents niveaux d'énergie pour les différents états quantiques. Le zoom sur le point zéro d'énergie montre les différences d'énergie entre les molécules comprenant des isotopes lourds ou légers, les molécules lourdes ayant un niveau d'énergie abaissé. D'après Eiler (2007).

Le paramètre utilisé pour décrire les phénomènes de fractionnement est appelé coefficient de fractionnement isotopique, noté  $\alpha$ .

### Chapitre 3 : L'analyse isotopique des restes osseux et dentaires, principes et méthodes

Pour un fractionnement isotopique entre deux isotopes  ${}^iX$  et  ${}^jX$ , et entre deux phases A et B, on définit :

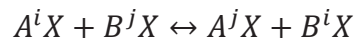
$$\alpha_{A-B} = \frac{R_A}{R_B} = \frac{\left(\frac{{}^iX}{{}^jX}\right)_A}{\left(\frac{{}^iX}{{}^jX}\right)_B}$$

avec  $i > j$ , et R la composition isotopique de chaque phase.

Si  $\alpha < 1$ , on parle d'appauvrissement, et si  $\alpha > 1$ , on parle d'enrichissement.

Deux grandes catégories de fractionnement sont décrites : les fractionnements thermodynamiques et les fractionnements cinétiques.

Les fractionnements thermodynamiques, ou fractionnements à l'équilibre, correspondent à des réactions d'échange isotopique à l'équilibre thermodynamique. Ils sont indépendants des mécanismes ou voies réactionnelles impliqués dans la réaction, et ne dépendent que de l'énergie des liaisons : la phase dans laquelle la liaison est la plus forte concentrera les isotopes lourds, et à l'inverse, la phase pour laquelle les liaisons sont les plus faibles concentrera les isotopes légers. Le fractionnement peut être écrit, pour deux isotopes  ${}^iX$  et  ${}^jX$ , et deux autres éléments A et B :



La constante d'équilibre de cette réaction correspond au coefficient de fractionnement isotopique  $\alpha^{eq}$ , qui est dépendant de la température du milieu.

Les fractionnements cinétiques sont associés à des réactions unidirectionnelles et irréversibles. Le fractionnement cinétique dépend également de la température, mais aussi des voies réactionnelles, des vitesses de réaction, de paramètres extérieurs (pH, *etc*). Le coefficient de fractionnement est défini, pour une phase A transformée en phase B :

$$\alpha^{kin} = \alpha_{A-B} = \frac{R_A}{R_B}$$

avec R la composition isotopique des deux phases.

### Chapitre 3 : L'analyse isotopique des restes osseux et dentaires, principes et méthodes

Du fait que les réactions sont réalisées dans un seul sens, hors équilibre, les fractionnements cinétiques sont généralement plus importants que les fractionnements thermodynamiques.

Quel que soit le fractionnement isotopique considéré, l'amplitude de celui-ci augmente avec la différence de masse impliquée dans les rapports (Bigeleisen & Mayer, 1947). On parle de dépendance en masse des fractionnements isotopiques. À titre d'exemple, pour le système isotopique de l'hydrogène, la différence de masse entre  $^2\text{H}$  et  $^1\text{H}$  est de 100 %, tandis qu'elle est seulement de 6,7 % entre le  $^{15}\text{N}$  et le  $^{14}\text{N}$ . On peut donc s'attendre à de forts fractionnements isotopiques dans le cas de l'hydrogène par rapport aux autres systèmes, ce qui est effectivement observé (Chapitre 8).

#### D. Mesure des compositions isotopiques et notation $\delta$

Les compositions isotopiques peuvent être mesurées par des appareils appelés spectromètres de masse. Initialement développés par Nier & Hanson (1936), les spectromètres de masse ont été continuellement améliorés depuis les années 1950 (McKinney *et al.*, 1950) jusqu'à actuellement (Eiler, 2007). Ces appareils permettent de quantifier les rapports d'abondance entre les différents isotopes d'un même élément chimique. Le principe est le même pour tous les modèles de spectromètre de masse (Figure 51) :

- Les échantillons sont introduits, sous diverses formes (phase gazeuse, solide, en solution acide, *etc*) selon les appareils.
- Les échantillons introduits sont ionisés de différentes manières selon les modèles.
- Les ions formés sont accélérés en appliquant une différence de potentiel, puis le faisceau est focalisé grâce à des lentilles électrostatiques. Un tri en énergie cinétique peut être réalisé à cette étape.
- Les ions sont ensuite séparés sous l'influence d'un champ magnétique (secteur électromagnétique). Celui-ci induit une déflexion de la trajectoire des ions, qui dépend de leur rapport  $\frac{\text{masse } (m)}{\text{charge } (z)}$ . Il y a donc un tri spatial des isotopes (l'isotope lourd va être plus dévié que l'isotope léger).
- Enfin, les ions viennent frapper des détecteurs et l'intensité mesurée est convertie en un signal électrique ensuite traité par ordinateur.

Les différents spectromètres de masse utilisés durant ce travail de recherche sont des spectromètres de masse à rapport isotopique (Isotope Ratio Mass Spectrometer, IRMS) pour les systèmes de l'oxygène, du carbone, de l'azote et du soufre ; un spectromètre de masse à plasma à couplage inductif (Induced Coupled Plasma Mass Spectrometer, ICP-MS) pour le système du strontium et un spectromètre de masse par accélérateur (Accelerator Mass Spectrometer, AMS) pour la datation par le  $^{14}\text{C}$ .

À partir des mesures au spectromètre de masse, on obtient les compositions isotopiques des échantillons mesurés. Néanmoins, les variations d'abondance isotopique étant très faibles, l'utilisation des rapports bruts est inadaptée (variations des rapports de l'ordre de  $10^{-3}$ ). De plus, en raison des différents instruments utilisés par les laboratoires, des standards de référence internationaux sont utilisés afin d'éviter tout biais analytique (Tableau 10).

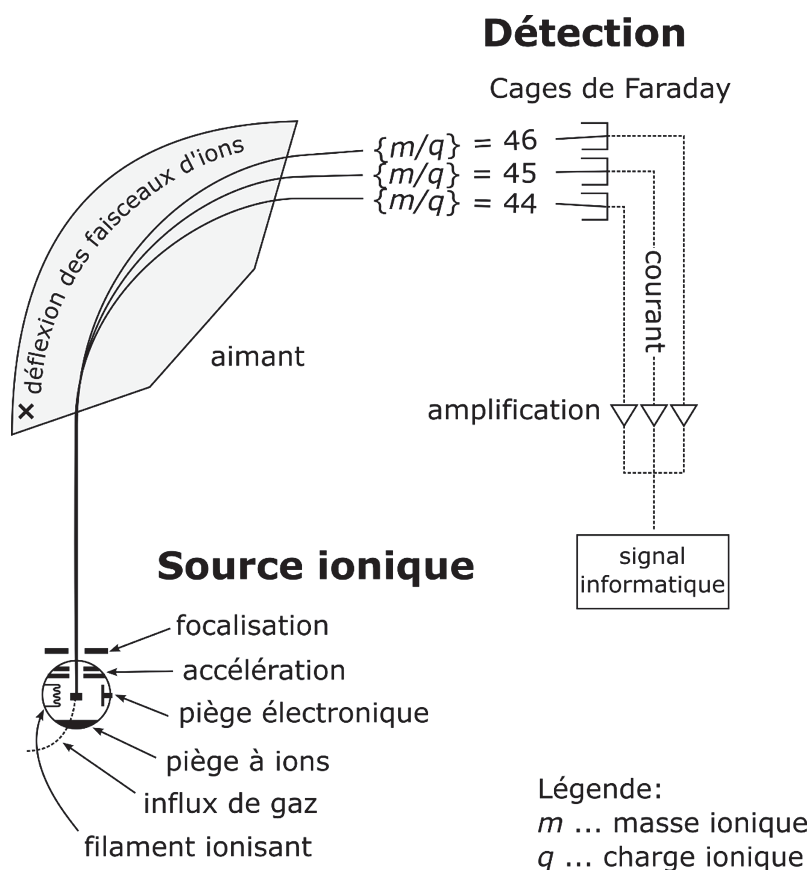


Figure 51 : Principe de fonctionnement d'un spectromètre de masse.

### Chapitre 3 : L'analyse isotopique des restes osseux et dentaires, principes et méthodes

Les compositions isotopiques, pour deux isotopes  $^iX$  et  $^jX$ , sont alors exprimées sous la forme  $\delta$ , selon la formule :

$$\delta^{i/jX} (\text{‰}) = \left[ \frac{\left( \frac{^iX}{^jX} \right)_{\text{échantillon}} - \left( \frac{^iX}{^jX} \right)_{\text{référence}}}{\left( \frac{^iX}{^jX} \right)_{\text{référence}}} \right] \times 10^3$$

La notation  $\delta$  est donc reliée au coefficient de fractionnement, entre deux phases A et B, selon :

$$\alpha_{A-B} = \frac{R_A}{R_B} = \frac{\left( \delta^{i/jX} \right)_A + 1000}{\left( \delta^{i/jX} \right)_B + 1000}$$

Les compositions isotopiques sous forme  $\delta$  sont donc bien représentatives des processus de fractionnement isotopiques étudiés.

L'ensemble de ces définitions permettent de bien exprimer et comprendre les variables utilisées en géochimie isotopique. Les différents systèmes isotopiques utilisés dans le cadre de ce travail de thèse vont maintenant être présentés.

Système isotopique	Standard de référence	
	Nom	Nature
Hydrogène	Vienna Standard Mean Ocean Water (V-SMOW)	Eau
Carbone	Vienna Pee Dee Belemnite (V-PDB)	Calcite (CaCO <sub>3</sub> )
Azote	Air (AIR)	Air
Oxygène	Vienna Standard Mean Ocean Water (V-SMOW)	Eau
Soufre	Vienna Canyon Diablo Troilite (V-CDT)	Météorite

Tableau 10 : Ensemble des standards de référence utilisés dans cette thèse.

## V. Systèmes isotopiques utilisés : principes et applications

### A. Les isotopes de l'oxygène : applications paléoclimatiques et géographiques

L'oxygène possède trois isotopes stables :  $^{16}\text{O}$  (majoritaire),  $^{17}\text{O}$  (minoritaire) et  $^{18}\text{O}$ . Il est contenu dans l'hydroxyapatite au sein des groupements phosphates ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) et carbonates venant en substitution ( $\text{CO}_3^{2-}$ ). Il est également contenu dans les protéines de collagène et peut donc être analysé dans cette matrice. La composition isotopique de l'oxygène des tissus, ou  $\delta^{18}\text{O}$ , est définie comme :

$$\delta^{18}\text{O} (\text{‰}) = \left[ \frac{\left( \frac{^{18}\text{O}}{^{16}\text{O}} \right)_{\text{échantillon}} - \left( \frac{^{18}\text{O}}{^{16}\text{O}} \right)_{V\text{-SMOW}}}{\left( \frac{^{18}\text{O}}{^{16}\text{O}} \right)_{V\text{-SMOW}}} \right] \times 10^3$$

L'oxygène contenu dans des tissus osseux et dentaires des mammifères provient de l'eau corporelle, notamment du sang, de l'individu (Longinelli, 1984 ; Luz *et al.*, 1984 ; Kohn, 1996). On peut considérer que l'équilibre isotopique entre groupements phosphate/carbonate des tissus minéraux et eau corporelle est lié à un fractionnement thermodynamique entre les deux phases. Celui-ci est constant et uniquement dépendant de la température du système. Dans le cas d'individus homéothermes, on peut considérer cette température constante, ce qui n'est pas le cas des organismes avec d'autres stratégies de thermorégulation (*e.g.* Séon *et al.*, 2022). La composition isotopique de l'oxygène des tissus minéralisés reflète directement celle de l'eau corporelle.

Les sources d'oxygène (flux entrant) de l'eau corporelle, pour des mammifères évoluant en milieu aérien, sont respectivement l'oxygène de l'atmosphère respirée, l'eau de boisson, l'eau contenue dans les aliments et la vapeur d'eau de l'atmosphère absorbée par les poumons (Longinelli, 1984 ; Luz *et al.*, 1984 ; Levinson *et al.*, 1987). L'oxygène de l'atmosphère a une composition isotopique relativement constante et homogène, estimée à  $+23,5 \pm 0,3 \text{ ‰}$  (Dole *et al.*, 1954 ; Kroopnick & Craig, 1972). La vapeur d'eau atmosphérique a une contribution estimée comme négligeable relativement aux autres flux, sauf possiblement dans le cas d'environnements extrêmement humides, ce qui n'est pas le cas des populations gauloises (Nagy & Costa, 1980 ; Bryant & Froelich, 1995). Les deux flux majoritaires d'oxygène sont donc l'eau de boisson et l'eau des aliments, qui contribuent conjointement à environ 56 % du

flux entrant d'oxygène (Pederzani & Britton, 2019). Différents phénomènes contrôlent la composition isotopique de ces deux flux et vont être abordés successivement.

L'eau de boisson correspond, plus ou moins directement, à l'eau de pluie, appelée eau météorique. Les eaux météoriques proviennent de l'évaporation des océans et mers. Ce changement de phase se fait essentiellement hors équilibre, et de nombreux fractionnements, thermodynamiques et cinétiques entre eau liquide et eau vapeur interviennent (Lécuyer, 2013). La phase vapeur va avoir tendance à s'enrichir en isotope léger ( $^{16}\text{O}$ ) tandis que la phase liquide s'enrichit en isotope lourd ( $^{18}\text{O}$ ). Les masses d'eau vapeur vont ensuite être déplacées par la circulation atmosphérique. La précipitation (condensation) des masses d'eau est un phénomène considéré comme se réalisant à l'équilibre thermodynamique. La phase liquide nouvellement formée s'enrichit en  $^{18}\text{O}$ , et est tout de suite soustraite au système « eau vapeur » : on parle de distillation de Rayleigh. Cela a pour conséquence un appauvrissement progressif du système « eau vapeur » en  $^{18}\text{O}$  au fur et à mesure des précipitations (Figure 52). La mesure du  $\delta^{18}\text{O}$  des précipitations montre néanmoins que le réservoir « eau liquide » est légèrement plus appauvri que prévu, ce qui est attribué à des effets cinétiques ayant lieu lors du changement de phase (Craig & Gordon, 1965). Ces processus de fractionnement conduisent à l'établissement de plusieurs gradients spatiaux et temporels du  $\delta^{18}\text{O}$  des précipitations (Rozanski *et al.*, 1993) :

- Un gradient latitudinal : la formation de la masse d'eau vapeur se réalisant principalement au niveau de l'équateur, puis circulant vers les pôles grâce aux mouvements de masses d'air, on observe un appauvrissement progressif en  $^{18}\text{O}$  des précipitations qui condensent.
- Un gradient altitudinal : lorsqu'une masse d'air rencontre un relief *via* un courant ascendant, elle va suivre ce relief, s'élever, subir un refroidissement, ce qui augmente son humidité relative et favorise la condensation (effet de Foehn). Au fur et à mesure de l'ascension, la masse d'air condense, s'appauvrit en  $^{18}\text{O}$ , et les précipitations en haut des reliefs ont des compositions isotopiques anormalement basses.
- Un gradient de continentalité : à l'échelle d'un continent, les masses d'air vont également s'appauvrir progressivement en  $^{18}\text{O}$  par ce phénomène de condensation fractionnée. Il en résultera des précipitations plus enrichies sur les côtes que dans les terres (Figure 53).

### Chapitre 3 : L'analyse isotopique des restes osseux et dentaires, principes et méthodes

- Un gradient de saisonnalité : des pluies plus importantes lors de la saison humide vont conduire à un appauvrissement relatif des masses d'air en  $^{18}\text{O}$  et donc, par conséquent, à des précipitations également appauvries par rapport aux saisons sèches.

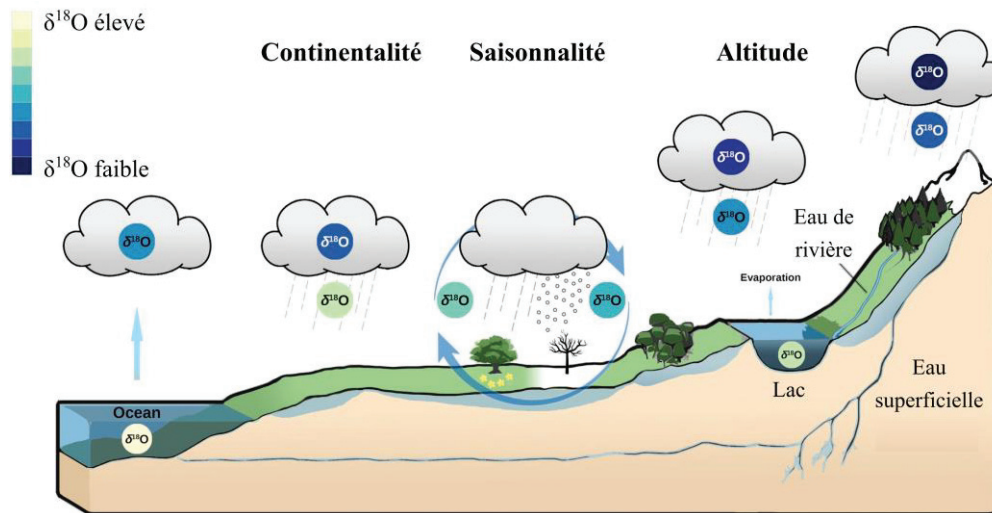


Figure 52 : Phénomènes de fractionnement isotopique lors des circulations de masses d'eau.

D'après Pederzani & Britton (2019).

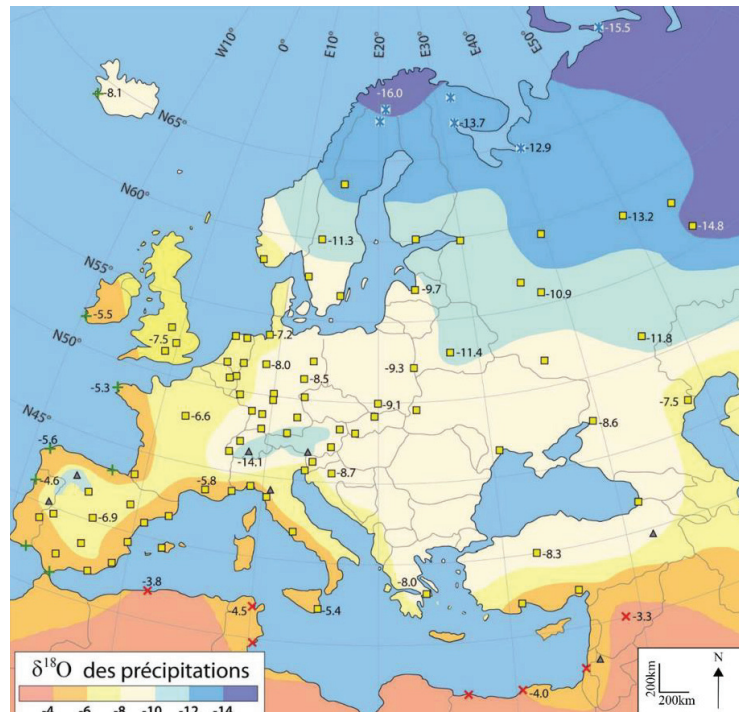


Figure 53 : Répartition actuelle de la composition isotopique de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}$ , ‰ V-SMOW) des précipitations, faisant bien apparaître les gradients de continentalité, de latitude et d'altitude.

D'après Touzeau (2014).



### Chapitre 3 : L'analyse isotopique des restes osseux et dentaires, principes et méthodes

D'autre part le fractionnement thermodynamique associé à la condensation augmente avec la température de l'air (Dansgaard, 1964 ; Rozanski *et al.*, 1993 ; Fricke & O'Neil, 1999). Il en résulte, pour les moyennes et hautes latitudes, une corrélation entre température de l'air et composition isotopique des précipitations, avec un gradient d'environ 0,58 ‰ par °C (Rozanski *et al.*, 1992). Cette dépendance permet de remonter, en connaissant le  $\delta^{18}\text{O}$  des précipitations, à une estimation de la température moyenne de l'air lors des phénomènes de condensation (Chapitre 6).

Différents processus contrôlent la composition isotopique de l'eau contenue dans les aliments. Pour les végétaux, il n'y a pas de fractionnement isotopique observé lors du prélèvement de l'eau dans le sol par les organismes (Dawson & Ehleringer, 1991). Les tissus végétaux sont essentiellement enrichis en  $^{18}\text{O}$  par rapport à l'eau absorbée *via* les phénomènes d'évapotranspiration au niveau des stomates de l'appareil foliaire (Barbour, 2007 ; Cernusak *et al.*, 2016). Ce phénomène est influencé par les conditions environnementales (température, humidité relative) et le métabolisme de la plante avec des enrichissements qui peuvent atteindre 40 ‰ (Cernusak *et al.*, 2016). Concernant la consommation de viande, les individus carnivores obtiennent leur eau de leur proie : on observe cependant un découplage entre la composition isotopique de leurs tissus et celle des proies ou de l'environnement (Pietsch *et al.*, 2011 ; Pietsch & Tütken, 2016). Pour les humains, des processus de traitement culinaire (bouillon, brassage) des aliments peuvent induire des fractionnements isotopiques supplémentaires (Brettell *et al.*, 2012b), bien que cet effet ne soit pas toujours observé (Daux *et al.*, 2008). Après ingestion des aliments, de nombreux processus de dégradation métabolique interviennent. La dégradation des molécules organiques entraîne la libération de molécules d'eau, appelée eau métabolique, qui intervient également dans la composition isotopique de l'eau corporelle (Li *et al.*, 2016). Sa composition isotopique dépend du type de macromolécule dégradée et de l'activité métabolique de l'individu.

Les humains et le bétail considérés dans ce travail de thèse sont des mammifères de moyenne taille, à régime herbivore ou omnivore, qui sont dans la nécessité de boire de l'eau (contrairement aux carnivores), avec un turnover hydrique intermédiaire (de 5 à 10 % par jour pour les humains, Shimamoto & Komiya, 2000). Il est considéré pour ces individus que l'eau de boisson est le contributeur majoritaire à la signature isotopique de l'oxygène de l'eau corporelle (Longinelli, 1984 ; Luz *et al.*, 1984 ; Ehleringer *et al.*, 2010). Les différents processus présentés entraînent une variation de la nature et de l'intensité des fractionnements entre les

différentes espèces, mais également au sein d'une même espèce. La relation entre composition isotopique des tissus minéralisés et composition isotopique de l'eau de boisson a été modélisée au moyen d'équations de fractionnement, différentes pour chaque espèce, avec une incertitude variable, liée aux variations dans la nature et dans l'intensité des processus de fractionnement entre eau de boisson et eau corporelle (Figure 54).

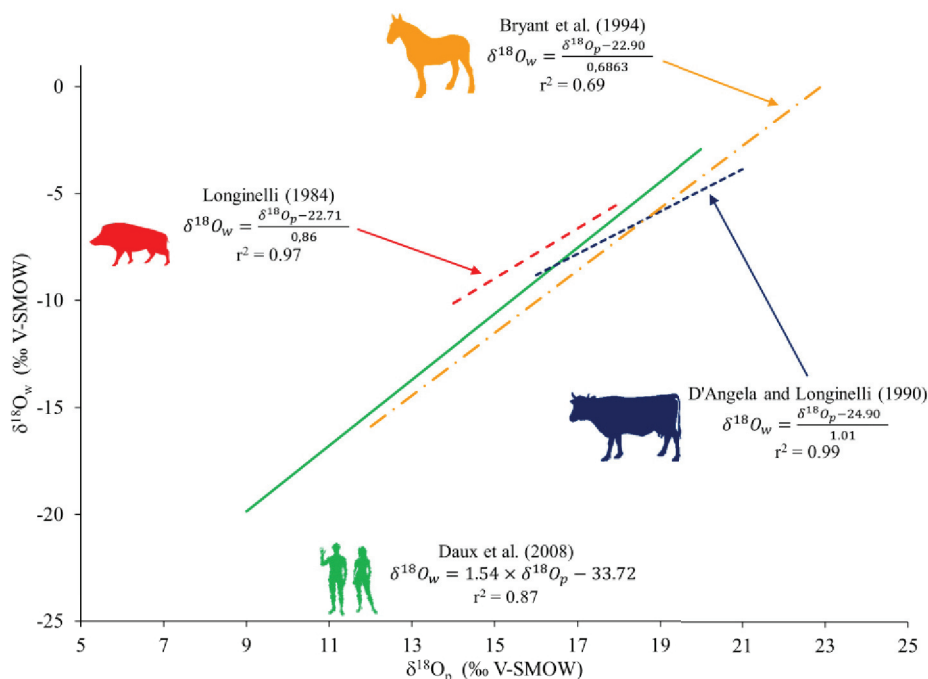


Figure 54 : Équations de fractionnement utilisées entre le  $\delta^{18}O$  du groupement phosphate de l'apatite ( $\delta^{18}O_p$ ) et le  $\delta^{18}O$  de l'eau de boisson ( $\delta^{18}O_w$ ) pour les différentes espèces étudiées.

Tiré de Clauzel et al. (2020).

Pour un même individu, au sein d'un même tissu minéralisé, on observe une différence entre composition isotopique de l'oxygène du groupement phosphate et du groupement carbonate. Ces éléments précipitent effectivement à partir de la même source (l'eau corporelle), mais selon des processus différents, entraînant des fractionnements à l'équilibre différents. Il en résulte un décalage constant et spécifique à chaque espèce entre  $\delta^{18}O$  du phosphate et  $\delta^{18}O$  du carbonate, compris entre 8 et 12 ‰ (Daniel Bryant *et al.*, 1996 ; Iacumin *et al.*, 1996 ; Chenery *et al.*, 2012).

La composition isotopique de l'oxygène du collagène osseux est moins comprise, bien qu'elle semble également avoir un lien avec la composition isotopique de l'eau corporelle et de l'eau de boisson. L'interprétation du signal isotopique est compliquée par le manque de connaissance des contributions respectives de l'eau de boisson et de l'alimentation, ainsi qu'à l'intervention

de phénomènes métaboliques et physiologiques lors de la biosynthèse du collagène (Kirsanow & Tuross, 2011 ; Tuross *et al.*, 2008). De plus, de potentielles altérations du signal lors de l'extraction du collagène osseux ont été observées (von Holstein *et al.*, 2018). Ce proxy est donc moins utilisé que les groupements phosphates et carbonates des tissus minéralisés, bien que certaines études mettent en évidence son intérêt dans la reconstruction de paléoenvironnements (Crowley, 2014 ; Crowley *et al.*, 2015).

Il est ainsi possible, *via* l'étude isotopique de l'oxygène des restes osseux et dentaires, de remonter à la signature isotopique de l'eau de boisson consommée par les individus étudiés. Dans le cas de populations protohistoriques comme les Gaulois, cette eau provenait de sources proches (puits, sources, rivières), elles-mêmes issues des précipitations. La signature isotopique des eaux météoriques variant géographiquement (Figure 53, Daux *et al.*, 2021), elle peut donc être interprétée comme un indice de localité ou de migration des individus. Ces dernières pourraient être identifiées par des différences entre  $\delta^{18}\text{O}$  des précipitations reconstituées et  $\delta^{18}\text{O}$  des précipitations locales. D'autre part, une information paléoclimatique peut être interprétée à partir de l'étude d'individus identifiés comme locaux. En effet, on peut considérer que la signature isotopique reconstituée de l'eau de boisson est représentative de celle des eaux météoriques locales, et alors en déduire la température moyenne de l'air dans cette région (Clauzel *et al.*, 2020). De telles interprétations ont été réalisées sur les sites archéologiques de Thézy-Glimont (Chapitre 6) et de Ribemont-sur-Ancre (Chapitre 9).

#### B. Les isotopes du carbone : datation et régime alimentaire

Le carbone possède deux isotopes stables :  $^{12}\text{C}$  (majoritaire) et  $^{13}\text{C}$  (minoritaire), et un isotope radioactif présent dans la nature, le  $^{14}\text{C}$ . Ce dernier, utilisé pour la datation des restes biologiques, sera traité à part. La composition en isotopes stables du carbone peut être mesurée sur les groupements carbonates ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) des tissus minéralisés et sur la protéine de collagène. Elle est définie par le terme  $\delta^{13}\text{C}$  et exprimée comme :

$$\delta^{13}\text{C} (\text{‰}) = \left[ \frac{\left( \frac{^{13}\text{C}}{^{12}\text{C}} \right)_{\text{échantillon}} - \left( \frac{^{13}\text{C}}{^{12}\text{C}} \right)_{\text{V-PDB}}}{\left( \frac{^{13}\text{C}}{^{12}\text{C}} \right)_{\text{V-PDB}}} \right] \times 10^3$$

L'analyse de la composition isotopique du carbone des tissus minéralisés et organiques vont conduire à des interprétations en termes de régime alimentaire.

### 1. Composition isotopique du carbone et régime alimentaire

Chez les mammifères aériens, presque l'intégralité du carbone absorbé est rejetée sous forme de CO<sub>2</sub> lors de l'expiration pulmonaire, tandis que le reste est intégré dans les processus de biosynthèse. Ce carbone provient de l'alimentation, par différentes sources selon la matrice considérée. Pour la matrice minérale, le consensus est que les ions carbonates sont en équilibre isotopique avec les fluides corporels et subissent donc un fractionnement thermodynamique de manière similaire à l'oxygène. La source du carbone pour les fluides corporels proviendrait de l'alimentation totale, c'est-à-dire de l'ensemble des macronutriments ingérés (Lee-Thorp *et al.*, 1989 ; Passey *et al.*, 2005 ; Jim *et al.*, 2006) ainsi que de l'activité métabolique des microorganismes présents dans les systèmes digestifs. Ces derniers produisent du CO<sub>2</sub> métabolique, qui est ensuite intégré dans le sang sous forme de carbone inorganique dissous, et contribue à la signature isotopique du tissu minéral formé (Cerling & Harris, 1999 ; Passey *et al.*, 2005). Il y a donc des fractionnements isotopiques entre le  $\delta^{13}\text{C}$  des phases carbonatées et le  $\delta^{13}\text{C}$  de l'alimentation propres à chaque espèce, liés notamment à leurs systèmes digestifs. Ils sont de l'ordre de 10-15 ‰ (Passey *et al.*, 2005 ; Zazzo *et al.*, 2010). Pour les humains, l'organisme modèle considéré est le porc (Patterson *et al.*, 2008), et l'étude isotopique de leurs restes osseux a permis de construire des équations de fractionnement entre phase carbonatée et alimentation (Touzeau *et al.*, 2014).

Le lien entre alimentation et composition isotopique du carbone du collagène est discuté. Bien que celui-ci provienne également de l'alimentation, la source des acides aminés composant les protéines du collagène n'est pas établie (Salesse, 2015). Schwarcz (1991) propose que l'ensemble des macronutriments soient dégradés et recyclés pour la synthèse *in situ* des acides aminés constitutifs du collagène (Schoeninger & DeNiro, 1984 ; Schoeninger & Moore, 1992), tandis qu'il a été proposé plus tard que les acides aminés ne soient pas dégradés au cours du métabolisme, mais plutôt réutilisés par l'organisme pour la biosynthèse de collagène. Ainsi, la composition isotopique du collagène représenterait celle des acides aminés des protéines alimentaires ingérées par l'individu (Schwarcz, 2002 ; Jim *et al.*, 2006). Des modèles mixtes sont actuellement proposés, postulant que l'origine des acides aminés du collagène proviendraient essentiellement des protéines ingérées, mais qu'une contribution des autres sources alimentaires (glucides par exemples) n'est pas à négliger (*e.g.* Warinner & Tuross, 2009 ; Froehle *et al.*, 2010). Le fractionnement isotopique entre le  $\delta^{13}\text{C}$  du collagène et celui de

l'alimentation ne semble pas dépendre de l'espèce, contrairement à la phase carbonatée, mais plutôt de l'activité métabolique et des protéines consommées (Froehle *et al.*, 2010). Il est estimé à environ +5 ‰ pour les humains (Fernandes *et al.*, 2012).

On peut donc, à partir de la composition isotopique du carbone des tissus minéralisés et organiques, remonter aux compositions isotopiques de l'alimentation, qu'elle soit végétale ou animale. Ces deux composantes sont soumises à des facteurs de variation bien spécifiques.

À la base des chaînes alimentaires, les plantes sont caractérisées par des valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  variables en fonction de leur métabolisme de synthèse de matière organique (Dawson *et al.*, 2002). L'absorption du  $\text{CO}_2$  atmosphérique *via* le processus de photosynthèse et son utilisation dans la synthèse de matière organique induit un fractionnement isotopique à l'équilibre qui est dépendant de la voie métabolique empruntée par la plante (O'Leary, 1988). Trois grandes voies métaboliques sont considérées :

- Le métabolisme en C3 fait intervenir une enzyme spécifique, la RubisCo, qui initie le cycle de Calvin durant la photosynthèse.
- Le métabolisme en C4 fait intervenir une autre enzyme, la PEP carboxylase.
- Le métabolisme CAM (Crassulean Acid Metabolism), adapté au milieu désertique.

On observe une répartition climatique de ces trois métabolismes : les plantes en C3 sont essentiellement des plantes de milieu tempéré, les plantes en C4 sont des herbacées de milieu tropical, tandis que les plantes CAM évoluent en milieu désertique (Still *et al.*, 2003). Ces trois mécanismes de fixation du carbone différents sont à l'origine de compositions isotopiques bien distinctes (Bender, 1971 ; Smith & Epstein, 1971). Les plantes en C3, du fait de l'action de la RubisCo responsable d'un fractionnement isotopique supplémentaire, sont appauvries en  $^{13}\text{C}$ , avec des compositions isotopiques estimées entre -20 et -37 ‰ et une valeur moyenne d'environ -27 ‰ (O'Leary, 1988 ; Kohn, 2010). Les plantes en C4, ne possédant pas cette enzyme, présentent des compositions isotopiques enrichies en  $^{13}\text{C}$  par rapport aux plantes en C3, variant entre -9 ‰ et -21 ‰, avec une valeur moyenne de -14 ‰ (O'Leary, 1988 ; Tieszen, 1991). Les plantes CAM ont des signatures isotopiques variées, qui couvrent les gammes de valeurs définies par les plantes en C3 et en C4 (Messerschmid *et al.*, 2021). Dans le cadre de ce travail de thèse, il est attendu de la part des individus gaulois une consommation de plantes en C3 (plantes de moyenne latitude) ou C4 (millet). La consommation de plantes CAM irait à l'encontre des connaissances archéologiques sur les pratiques agricoles de ces populations

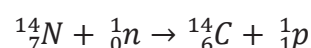
(Chapitre 1). Afin de pouvoir être interprétées dans le passé, les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  doivent être corrigées de l'effet Suess, correspondant à l'incorporation dans l'atmosphère de grandes quantités de  $\text{CO}_2$ , appauvries en  $^{13}\text{C}$  depuis la période industrielle, et à l'origine d'une diminution d'environ 1,5 ‰ du  $\delta^{13}\text{C}$  atmosphérique (Keeling, 1979 ; Francey *et al.*, 1999). Soustraire ce taux de 1,5 ‰ aux valeurs isotopiques mesurées sur les plantes actuelles donne une bonne estimation des compositions isotopiques des plantes durant les périodes préindustrielles.

L'alimentation en viande animale fait intervenir les fractionnements précédemment décrits : un individu aura une signature isotopique du carbone enrichie par rapport à son alimentation. Ainsi, un herbivore aura une composition isotopique du carbone plus élevée que celle des plantes consommées. Lorsque cet herbivore est consommé par un carnivore ou un omnivore, ce dernier va métaboliser les protéines animales consommées pour produire ses propres tissus. Il aura donc une composition isotopique du carbone enrichie par rapport à sa proie. On parle d'enrichissement trophique (DeNiro & Epstein, 1978 ; Schwarcz & Schoeninger, 1991). Cet enrichissement trophique est assez constant et estimé entre +0 et +2 ‰ pour le carbone entre prédateur et proie (Bocherens & Drucker, 2003). Il est donc généralement négligeable par rapport aux différences induites par une alimentation en plantes C3 ou C4.

Dans ce travail de thèse, l'application principale du système isotopique du carbone mesuré sur les tissus osseux sera de connaître le type de plante consommée (ici, C3 ou C4), et d'améliorer les connaissances en termes d'agriculture chez les peuples gaulois. D'autres applications auraient pu être menées, notamment la quantification d'apport en différents macronutriments dans l'alimentation (Froehle *et al.*, 2010 ; Eerkens *et al.*, 2013), mais cela n'a pas été possible en lien avec une incertitude sur la préservation du signal isotopique dans les carbonates d'apatite (Chapitres 6 et 7).

## 2. Datation par le radiocarbone : principes et applications

Le  $^{14}\text{C}$  est un isotope radioactif du carbone. Il se forme par bombardement neutronique (rayon cosmique) de l'azote  $^{14}\text{N}$  dans les parties supérieures de la troposphère et la stratosphère, selon la réaction :



### Chapitre 3 : L'analyse isotopique des restes osseux et dentaires, principes et méthodes

Le  $^{14}\text{C}$  formé s'associe avec de l'oxygène pour former du  $^{14}\text{CO}$ , oxydé en  $^{14}\text{CO}_2$  puis rapidement dispersé et dilué au sein de l'atmosphère. Dès sa formation, le  $^{14}\text{C}$  est instable : il va avoir tendance à se désintégrer en  $^{14}\text{N}$  par radioactivité  $\beta^-$ . Son temps de demi-vie a d'abord été estimé à  $5720 \pm 47$  années radiocarbone (Engelkemeir *et al.*, 1949), et la valeur utilisée aujourd'hui par l'ensemble des laboratoires est de  $5568 \pm 30$  années radiocarbone (Libby, 1951).

Après sa formation et son intégration dans l'atmosphère, le  $^{14}\text{C}$  est intégré dans la biosphère *via* la photosynthèse, puis par la consommation des plantes selon les cycles biologiques présentés précédemment. Il est également intégré dans les systèmes aquatiques et marins. Pour les organismes aériens, on considère que chaque être vivant, *via* ses tissus biologiques, est en équilibre isotopique pour le  $^{14}\text{C}$  avec l'atmosphère durant sa vie. On suppose également en première approche que le taux de  $^{14}\text{C}$  dans l'atmosphère est constant au cours des temps considérés. À la mort de l'individu, celui-ci cesse ses échanges avec le milieu, et le  $^{14}\text{C}$  commence à décroître selon l'équation :

$$^{14}\text{C}(t) = ^{14}\text{C}(t_0) e^{-\lambda t}$$

où  $t$  est le temps passé depuis la mort,  $t_0$  le moment de la mort et  $\lambda$  est la constante de désintégration radioactive (l'inverse de la vie moyenne d'un atome de  $^{14}\text{C}$ ).

Ainsi, connaissant  $^{14}\text{C}(t_0)$ ,  $\lambda$ , et mesurant  $^{14}\text{C}(t)$ , on est théoriquement capable de connaître le temps écoulé depuis la mort de l'individu et donc de connaître la date de son décès. Néanmoins, l'hypothèse d'une abondance constante de  $^{14}\text{C}$  dans l'atmosphère s'est révélée fautive, en lien avec les effets réservoirs et l'influence importante du champ magnétique de la Terre sur la production de  $^{14}\text{C}$  (Törnqvist *et al.*, 2015). Cela a pour conséquence l'absence directe de relation entre âge déterminé par datation par le radiocarbone et âge calendaire. Pour s'en affranchir, des courbes de calibration sont régulièrement produites et utilisées. Celles-ci montrent une variation sinusoïdale à grande échelle et de nombreux petits sauts (« wiggles ») (e.g. Ramsey, 1994 ; Ramsey & Lee, 2013 ; Reimer *et al.*, 2020). La courbe de calibration actuellement utilisée est IntCal20 (Figure 55, Reimer *et al.*, 2020).

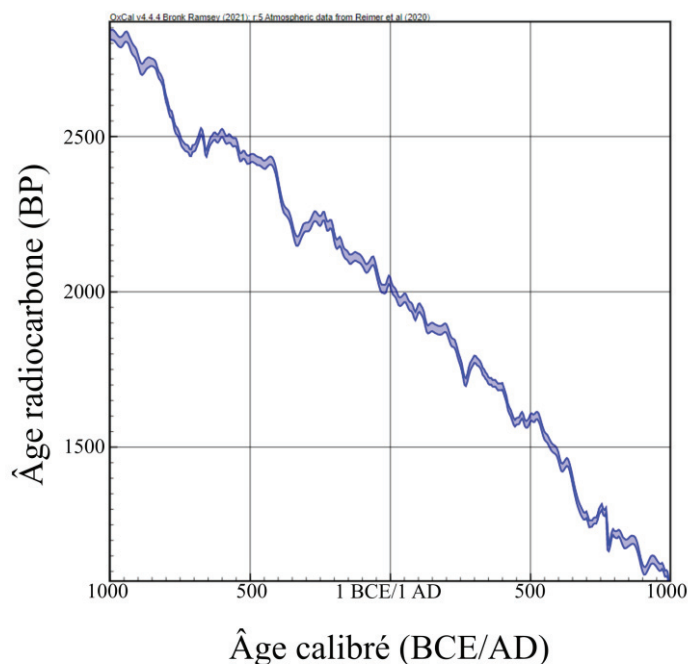


Figure 55 : La courbe de calibration IntCal20 affichée entre 1000 BCE et 1000 AD. On observe bien les variations sinusoidales décrites dans le texte.

La quantité de  $^{14}\text{C}$  est mesurée par le rapport  $\frac{^{14}\text{C}}{^{12}\text{C}}(t)$  dans l'échantillon. Celui-ci est difficile à estimer du fait des très faibles concentrations en  $^{14}\text{C}$  : il est compris entre  $10^{-12}$  et  $10^{-15}$  (Bronk Ramsey, 2008). Deux méthodes sont employées : les méthodes de comptage de décroissance (méthode traditionnelle) et la spectrométrie de masse par accélérateur, développée depuis les années 1980. Cette dernière permet de mesurer directement le nombre d'atomes de  $^{14}\text{C}$ , augmentant nettement la sensibilité des mesures (Jull, 2007) et permettant l'analyse d'échantillons beaucoup plus petits. L'analyse est réalisée à partir de carbone pur et, après calibration grâce à des standards, permet le calcul de l'âge radiocarbone. Afin de réaliser ces datations, l'extraction du carbone des échantillons doit être préalablement réalisée, et il est nécessaire de s'assurer que ce dernier n'a pas échangé avec le milieu extérieur. C'est pour cela que, dans le cas des restes osseux, seule la matière organique (collagène) peut être datée, la partie minérale pouvant réaliser des échanges isotopiques avec son environnement durant son enfouissement dans le sol. Certaines études montrent cependant que les parties minérales d'os calcinés seraient bien résistantes aux échanges isotopiques et constitueraient de bons réservoirs de  $^{14}\text{C}$  (Zazzo & Saliège, 2011).

La datation par le radiocarbone permet d'obtenir des âges pour des échantillons jusqu'à 50 000 ans, voir plus (Ambers, 2005), ce qui englobe largement les périodes chronologiques



considérées dans ce travail de thèse. La datation des échantillons de Thézy-Glimont et de Ribemont-sur-Ancre a permis une meilleure compréhension des sites et de leur organisation (Chapitres 6 et 9).

### C. Les isotopes de l'azote et reconstitution de régime alimentaire

L'azote possède deux isotopes stables : le  $^{14}\text{N}$  (majoritaire) et le  $^{15}\text{N}$  (minoritaire). La composition isotopique de l'azote est mesurée sur les restes organiques du tissu osseux (collagène). L'analyse de la composition isotopique de l'azote de la matrice minérale est compliquée, cette dernière étant très pauvre en azote (moins de 0,01 %), mais constitue un axe de développement analytique (*e.g.* Leichliter *et al.*, 2021). La composition isotopique de l'azote est notée  $\delta^{15}\text{N}$  et est exprimée comme :

$$\delta^{15}\text{N}(\text{‰}) = \left[ \frac{\left( \frac{^{15}\text{N}}{^{14}\text{N}} \right)_{\text{échantillon}} - \left( \frac{^{15}\text{N}}{^{14}\text{N}} \right)_{\text{AIR}}}{\left( \frac{^{15}\text{N}}{^{14}\text{N}} \right)_{\text{AIR}}} \right] \times 10^3$$

L'analyse du  $\delta^{15}\text{N}$  du collagène osseux est utilisée dans les reconstitutions de régime alimentaire. L'azote des acides aminés du collagène provient, comme le carbone, de l'alimentation (DeNiro & Epstein, 1981 ; Schwarcz & Schoeninger, 1991) et pour l'essentiel des protéines animales consommées qui sont dégradées et servent à la biosynthèse du collagène de l'organisme. On a donc un lien entre composition isotopique de l'azote du collagène et composition isotopique de l'azote des protéines alimentaires ingérées (Bocherens *et al.*, 1991 ; Schwarcz, 1991). L'ensemble des processus de fractionnement isotopiques à l'œuvre durant la biosynthèse de collagène entraîne un enrichissement isotopique systématique des tissus formés par rapport à l'alimentation (Schwarcz & Schoeninger, 1991 ; Ambrose, 2002 ; Caut *et al.*, 2009). Un enrichissement en  $^{15}\text{N}$  est également observé par l'excrétion d'ammoniaque fortement appauvri en  $^{15}\text{N}$  dans l'urine (Balter *et al.*, 2006). Les différences entre  $\delta^{15}\text{N}$  du collagène et de l'alimentation sont estimées entre +3 ‰ (Schoeninger & DeNiro, 1984) et +5 ‰ (Bocherens & Drucker, 2003 ; Caut *et al.*, 2009). Cet intervalle de +3 ‰ à +5 ‰ est généralement considéré comme représentatif des relations écologiques entre mammifères évoluant en milieu aérien (Bocherens & Drucker, 2003), bien que des valeurs jusqu'à +6 ‰ aient été suggérées pour les humains (O'Connell *et al.*, 2012).

L'entrée de l'azote dans la biosphère est réalisée par la fixation et l'assimilation de ce composé dans le sol par les racines des plantes. Celles-ci peuvent fixer l'azote par l'intermédiaire de symbioses avec des bactéries fixatrices d'azote atmosphérique au sein de nodosités, ou en absorbant l'azote du sol préalablement métabolisé par des bactéries diazotrophes. L'assimilation de l'azote implique des fractionnements isotopiques entraînant un enrichissement de la plante en  $^{15}\text{N}$  par rapport à l'atmosphère, avec des valeurs de  $\delta^{15}\text{N}$  essentiellement comprises entre -1 ‰ et +3 ‰ pour les plantes fixatrices et entre -0,5 ‰ et +6,5 ‰ pour les plantes non fixatrices d'azote (Marshall *et al.*, 2008). Ces enrichissements sont soumis à de nombreux paramètres climatiques et environnementaux (*e.g.* Högberg, 1997 ; Hobbie *et al.*, 2001) et sont à l'origine d'une forte variabilité du  $\delta^{15}\text{N}$  des plantes (Marshall *et al.*, 2008). Celles-ci sont ensuite consommées par les herbivores et omnivores, qui intègrent les protéines azotées et présentent une composition isotopique enrichie par rapport à celles-ci. De même, lorsqu'une proie est consommée par un prédateur, le collagène synthétisé aura une composition isotopique enrichie par rapport à cette dernière : il y a un enrichissement trophique en  $^{15}\text{N}$  le long de la chaîne alimentaire. La composition isotopique de l'azote permet donc de distinguer les individus à régime alimentaire herbivore, omnivore (enrichi par rapport aux herbivores) et carnivore (enrichi par rapport aux omnivores) (DeNiro & Epstein, 1981 ; Schoeninger & DeNiro, 1984 ; Bocherens & Drucker, 2003). De plus, la viande animale étant plus riche en protéines que les ressources végétales, elle contribue davantage à l'enrichissement isotopique des tissus organiques : deux individus omnivores peuvent donc être distingués par l'importance de leur consommation de viande animale (Chapitre 9). Les organismes marins se distinguent par des signatures isotopiques de l'azote généralement plus élevées que les organismes terrestres, en lien avec des chaînes alimentaires plus longues dans les écosystèmes marins (Schoeninger & DeNiro, 1984 ; Schwarcz, 1991). La consommation de ressources marines, qui est une problématique concernant les peuples gaulois, peut donc être détectée par des valeurs élevées de  $\delta^{15}\text{N}$  par rapport au référentiel terrestre (Richards & Hedges, 1999 ; Bird *et al.*, 2022).

Les compositions isotopiques de l'azote sont également soumises à des contraintes climatiques qui vont entraîner des variations de celles-ci. À titre d'exemple, l'aridité induit un enrichissement en  $^{15}\text{N}$  du sol *via* l'évaporation d'ammoniaque appauvrie (Schwarcz *et al.*, 1999), ainsi qu'un enrichissement en  $^{15}\text{N}$  des organismes *via* la consommation de plantes enrichies et l'excrétion d'urine plus concentrée (Ambrose & DeNiro, 1986 ; Hedges *et al.*, 2004). Les activités anthropiques, par la fertilisation des sols (engrais, purin), peuvent également induire un enrichissement artificiel des sols par des fractionnements cinétiques liés

à l'activité métabolique de bactéries qui entraîne l'évaporation d'ammoniaque appauvri en  $^{15}\text{N}$  (Heaton, 1986). Cet enrichissement en  $^{15}\text{N}$  est ensuite transmis le long de la chaîne alimentaire (Bol *et al.*, 2005 ; Fraser *et al.*, 2011).

Les compositions isotopiques de l'azote du collagène ont été analysées conjointement avec les compositions isotopiques du carbone ( $\delta^{13}\text{C}$ ) de ce même tissu, permettant la reconstitution de régimes alimentaires. L'analyse conjointe des compositions isotopiques du carbone et de l'azote du collagène permet de distinguer de grands clusters d'alimentation, de connaître la nature des ressources prélevées dans l'environnement et la position de l'organisme dans la chaîne trophique (Figure 56). Cette approche, bien que simpliste, reste la plus utilisée dans l'étude des régimes alimentaires des populations passées (*e.g.* Arnay-de-la-Rosa *et al.*, 2010 ; Hakenbeck *et al.*, 2010 ; Lightfoot *et al.*, 2015 ; Knipper *et al.*, 2017). Des approches plus fines sont possibles par l'utilisation de modèles de mélanges permettant de discerner des clusters plus précis de pratiques alimentaires (Froehle *et al.*, 2012 ; Kadoya *et al.*, 2012 ; Fernandes *et al.*, 2014), mais ces derniers n'ont pas été employés dans le cadre de cette thèse. L'analyse des compositions isotopiques du carbone et azote des restes osseux gaulois a permis de mieux comprendre la nature des individus retrouvés à Thézy-Glimont (Chapitre 7) et à Ribemont-sur-Ancre (Chapitre 9).

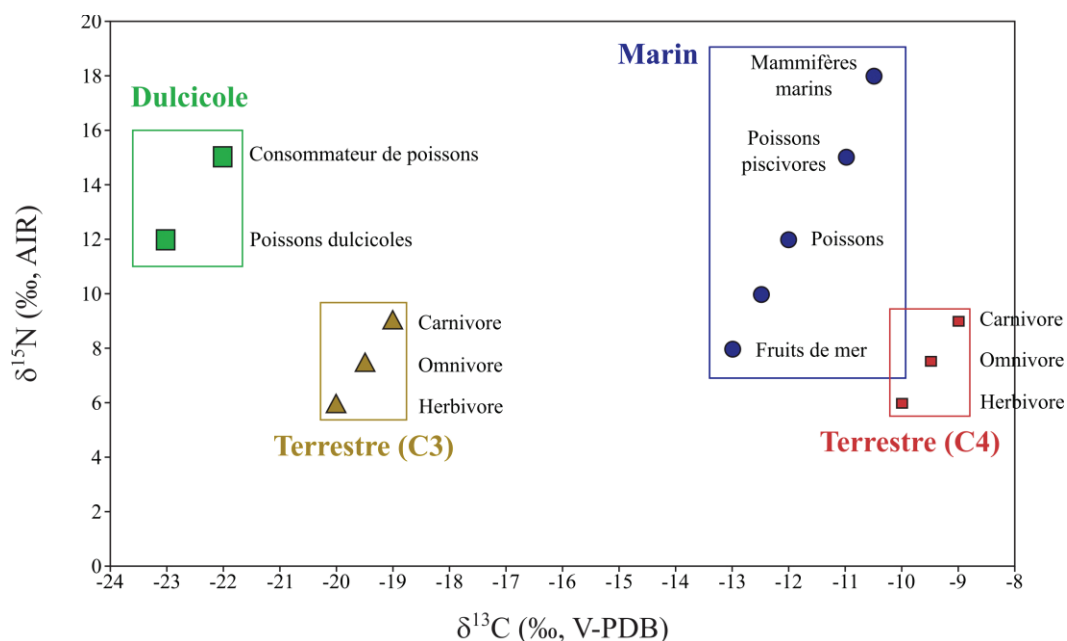


Figure 56 : Compositions isotopiques typiques du carbone ( $\delta^{13}\text{C}$ ) et de l'azote ( $\delta^{15}\text{N}$ ) du collagène osseux pour un écosystème tempéré, mettant en évidence les différents régimes alimentaires.

D'après Richards (2020).

#### D. Les isotopes du soufre et consommation de produits marins

Le soufre comporte quatre isotopes stables :  $^{32}\text{S}$  (majoritaire),  $^{33}\text{S}$ ,  $^{34}\text{S}$  et  $^{36}\text{S}$  (minoritaire). La composition isotopique du soufre est généralement analysée dans le tissu organique (collagène), mais peut également l'être sur la matrice minérale (Goedert *et al.*, 2016). Celle-ci, notée  $\delta^{34}\text{S}$ , est exprimée comme :

$$\delta^{34}\text{S} (\text{‰}) = \left[ \frac{\left( \frac{^{34}\text{S}}{^{32}\text{S}} \right)_{\text{échantillon}} - \left( \frac{^{34}\text{S}}{^{32}\text{S}} \right)_{V\text{-CDT}}}{\left( \frac{^{34}\text{S}}{^{32}\text{S}} \right)_{V\text{-CDT}}} \right] \times 10^3$$

L'analyse de la composition isotopique du soufre des tissus organiques est utilisée pour attester de la consommation de produits marins ou de la proximité à la côte.

Le soufre est intégré dans la biosphère *via* un processus appelé réduction du sulfate assimilatoire, qui est uniquement réalisé par des procaryotes, des champignons, et les organismes photosynthétiques (Canfield, 2001 ; Koprivova *et al.*, 2001). Les plantes prélèvent ainsi le soufre du sol ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) et de l'atmosphère ( $\text{SO}_2$ ) et l'intègrent dans des cycles métaboliques aboutissant à la production des deux acides aminés soufrés : la méthionine et la cystéine (Noji & Saito, 2003). Cette biosynthèse semble n'induire que peu de fractionnements isotopiques (Noji & Saito, 2003) entraînant un léger appauvrissement en  $^{34}\text{S}$  de la plante par rapport à son environnement (Krouse *et al.*, 1996). Les organismes eucaryotes hétérotrophes ne synthétisent pas leurs acides aminés soufrés, mais les prélèvent dans leur alimentation végétale et animale (Walton *et al.*, 1982 ; Griffith, 1987). La cystéine est également synthétisée *via* le recyclage de méthionine (Finkelstein, 1990), avec de potentiels fractionnements isotopiques liés qui ne sont pas connus. Cela ne pose pas de problème car l'acide aminé soufré essentiellement contenu (et analysé) dans le collagène est la méthionine (Eastoe, 1955), qui est uniquement héritée des protéines alimentaires. La composition isotopique du soufre du collagène de l'organisme représente ainsi celle des protéines alimentaires ingérées, de manière similaire au carbone et à l'azote. On observe également un enrichissement trophique entre proie et prédateur, mais qui a été beaucoup moins étudié que pour les autres systèmes isotopiques et souffre de nombreuses incertitudes (*e.g.* González-Martín *et al.*, 2001 ; McCutchan Jr *et al.*, 2003). Tenant compte de l'ensemble de ces variations, Nehlich (2015) propose un enrichissement trophique en  $^{34}\text{S}$  de  $+0,5 \pm 2,4 \text{ ‰}$ . Celui-ci est donc limité, notamment en comparaison des variations de compositions isotopiques du soufre dans l'environnement.

### Chapitre 3 : L'analyse isotopique des restes osseux et dentaires, principes et méthodes

En effet, les valeurs de  $\delta^{34}\text{S}$  sont très variables dans la géosphère, pouvant atteindre des extrêmes de -40 ‰ à +50 ‰ selon la nature géologique du substrat considéré (Nehlich, 2015). Ces valeurs sont néanmoins principalement comprises entre -15 ‰ et +15 ‰ (Krouse, 1991). À l'inverse, la signature isotopique des sulfates océaniques est homogène et de +20,3 ‰ (Ault & Kulp, 1959 ; Rees *et al.*, 1978 ; Böttcher *et al.*, 2007). Cette homogénéité est liée au temps très long de résidence des sulfates dans l'océan, qui est estimé à environ 9 millions d'années (Lécuyer, 2016). Les environnements d'eau douce sont également très variables, en lien avec des processus d'érosion du substrat et de mélange entre différentes sources (Burke *et al.*, 2018). Les compositions isotopiques sont généralement comprises entre -5 ‰ et +15 ‰ (Nehlich, 2015). D'autre part, on observe un enrichissement des compositions isotopiques du soufre en milieu côtier (Wakshal & Nielsen, 1982 ; Norman *et al.*, 2006). Cet effet, appelé « sea-spray » correspond, près des côtes, au dépôt en milieu continental d'aérosols et de pluie contenant des sulfates marins (ayant donc une signature isotopique marine). Ce phénomène est documenté jusqu'à 50 km à l'intérieur des terres (Richards *et al.*, 2001), bien que des distances plus grandes soient observées dans le cas de conditions climatiques ou orogéniques favorisant la circulation des masses d'air (Nehlich, 2015). La signature isotopique des tissus biologiques, qui varie peu avec l'alimentation, est donc principalement contrôlée par l'environnement. Leur étude permet même la construction de cartes de variations de  $\delta^{34}\text{S}$  (isoscapes) à l'échelle continentale (Bataille *et al.*, 2021).

L'application principale de l'étude de la composition isotopique du soufre est l'identification de la proximité au milieu marin. Une alimentation riche en produits marins sera détectée par une signature isotopique du soufre très proche de celle de la mer (+20,3 ‰), alors qu'une alimentation en produits terrestres produira des compositions isotopiques, bien que variables, nettement plus faibles. Dans l'idéal, afin de contraindre au mieux ces deux pôles, il est nécessaire d'établir un référentiel des différentes ressources consommées *in situ* (Casey & Post, 2011), *via* par exemple l'analyse isotopique de restes fauniques associés. L'établissement d'un référentiel dans l'actuel est compliqué par les pollutions industrielles qui modifient les compositions isotopiques originelles de l'environnement (*e.g.* Zhao *et al.*, 1998). La plupart des études de régimes alimentaires utilisant la composition isotopique du soufre y associent la mesure des compositions isotopiques du carbone et de l'azote (*e.g.* Fernández *et al.*, 1999 ; Nehlich *et al.*, 2014 ; Oelze *et al.*, 2012 ; Lécuyer *et al.*, 2021). L'utilisation simultanée des trois systèmes isotopiques permet de faire la distinction entre consommation de produits de la mer (signature enrichie en  $^{34}\text{S}$ ,  $^{13}\text{C}$  et  $^{15}\text{N}$ ) et effet de « sea-spray » lié à la localisation

géographique (signature enrichie en  $^{34}\text{S}$ , mais pas en  $^{13}\text{C}$  et  $^{15}\text{N}$ ). La variable «  $\delta^{34}\text{S}$  » est d'ailleurs prise en compte dans certains modèles de mélanges isotopiques alimentaires (Phillips, 2012). Enfin, la signature isotopique du soufre permet également de documenter de potentielles migrations, lorsque la signature enrichie d'un individu se distingue de celle de son environnement (*e.g.* Vika, 2009).

Dans le cadre de ce travail de thèse, l'étude de la composition isotopique du soufre du collagène osseux des individus humains et animaux de Thézy-Glimont a permis d'apporter des informations complémentaires sur le climat durant l'Optimum Climatique Romain, notamment de proposer qu'une humidité exacerbée était enregistrée isotopiquement par la population (Chapitre 7).

#### E. Les isotopes de l'hydrogène : principes et applications

L'hydrogène possède deux isotopes stables :  $^1\text{H}$  et  $^2\text{H}$ , ainsi qu'un isotope radioactif, le  $^3\text{H}$ , dont la demi-vie est de 12,3 ans. La composition isotopique de l'hydrogène, notée  $\delta^2\text{H}$ , peut être mesurée sur les matrices minérales et organiques des restes osseux et dentaires. Elle est exprimée sous la forme :

$$\delta^2\text{H} (\text{‰}) = \left[ \frac{\left( \frac{^2\text{H}}{^1\text{H}} \right)_{\text{échantillon}} - \left( \frac{^2\text{H}}{^1\text{H}} \right)_{V\text{-SMOW}}}{\left( \frac{^2\text{H}}{^1\text{H}} \right)_{V\text{-SMOW}}} \right] \times 10^3$$

La composition isotopique de l'hydrogène des tissus biologiques a deux applications principales : l'étude des migrations géographiques et l'étude des régimes alimentaires. Les premières mesures de compositions isotopiques de l'hydrogène sur tissus biologiques ont été effectuées par Smith & Epstein (1970) sur des prélèvements de végétaux et d'animaux herbivores. Ceux-ci ont observé un fractionnement isotopique constant entre les deux groupes. Ensuite, les études de Estep & Hoering (1980) et Estep & Dabrowski (1980) ont montré que le  $\delta^2\text{H}$  des tissus animaux et végétaux était influencé par celui de leur substrat ou de leur alimentation. Des applications potentielles de ce proxy en tant que traceur de chaîne alimentaire ont donc été proposées. Dans les décennies suivantes, de nombreuses applications ont été développées dans des domaines de recherche variés, comme le traçage de migrations de faune sauvage (*e.g.* Hobson *et al.*, 1999 ; Bowen *et al.*, 2005), les études forensiques (Sharp *et al.*, 2003), le développement d'isoscapes (Bowen, 2010), ou encore la reconstitution de régimes

alimentaires (Birchall *et al.*, 2005 ; Reynard & Hedges, 2008). L'utilisation du  $\delta^2\text{H}$  en tant que proxy reste limitée, car le cycle biologique d'absorption et d'intégration de l'hydrogène au sein des êtres vivants est encore mal connu. Deux sources principales ont été identifiées : l'eau de boisson (Cormie *et al.*, 1994a ; Ehleringer *et al.*, 2008) et l'alimentation (Topalov *et al.*, 2019), les contributions de chaque réservoir n'ayant pas encore été réellement établies (Kirsanow & Tuross, 2011 ; Vander Zanden *et al.*, 2016). Ainsi, les études de migrations géographiques partent du principe que le signal isotopique de l'hydrogène provient de l'eau de boisson, et représente donc des conditions locales, ce qui permet un traçage spatial des individus (Cormie *et al.*, 1994a ; Hobson *et al.*, 1999 ; Reynard *et al.*, 2020). Les études de pratiques alimentaires se basent sur l'observation d'un enrichissement trophique en  $^2\text{H}$  entre proie et prédateur (Birchall *et al.*, 2005 ; Reynard & Hedges, 2008) pour étudier les régimes alimentaires de populations archéologiques (Arnay-de-la-Rosa *et al.*, 2010 ; Gröcke *et al.*, 2017) ou actuelles (Bowen *et al.*, 2009).

De plus, bien que théoriquement, la composition isotopique de l'hydrogène puisse être mesurée sur les trois matrices minérales et organiques (hydroxyapatite de l'os, de l'émail dentaire, et collagène osseux), il s'avère que l'essentiel des études a été réalisé sur la matrice organique de l'os. Seules deux études à notre connaissance (Holobinko *et al.*, 2011 ; Drewicz *et al.*, 2020) ont initié la mesure du  $\delta^2\text{H}$  de l'émail dentaire et ses applications, et aucune étude ne s'est intéressée à celle de l'hydroxyapatite osseuse. Ce proxy est donc bien moins contraint que les systèmes isotopiques présentés précédemment.

Il y a donc un intérêt tout particulier à étudier les compositions isotopiques de l'hydrogène des restes biologiques d'individus dont le mode de vie et l'environnement sont bien contraints, que ce soit par le contexte archéologique ou par d'autres études isotopiques préalablement réalisées. Cela permet de comprendre quelles informations sont enregistrées dans le  $\delta^2\text{H}$  des tissus osseux et dentaires. Dans le cadre de ce travail de thèse, les compositions isotopiques de l'hydrogène du collagène osseux, de l'émail dentaire, et de l'os entier ont été mesurées sur les individus humains et animaux de Thézy-Glimont. Ces données ont pu être interprétées en lien avec le contexte archéologique et les résultats obtenus par les autres systèmes isotopiques (O, C et N), et ont mis en évidence l'utilité des isotopes de l'hydrogène comme traceurs de climat, d'origine géographique et d'alimentation (Chapitre 8).

## F. Les isotopes du strontium et traçage de migrations

Le strontium possède quatre isotopes stables :  $^{84}\text{Sr}$  (minoritaire),  $^{86}\text{Sr}$ ,  $^{87}\text{Sr}$ , et  $^{88}\text{Sr}$  (majoritaire). Contrairement aux autres systèmes isotopiques considérés jusqu'à présent, la signature isotopique du strontium est mesurée comme le rapport  $\frac{^{87}\text{Sr}}{^{86}\text{Sr}}$  ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ), car le  $^{86}\text{Sr}$  est un isotope stable dont la quantité ne varie pas dans un système clos. L'isotope  $^{87}\text{Sr}$  présente la particularité d'être un isotope radiogénique. Il est issu de la désintégration radioactive  $\beta^-$  du  $^{87}\text{Rb}$  avec un temps de demi-vie de  $49.10^9$  ans, ce qui induit une stabilité des abondances de  $^{87}\text{Sr}$  aux échelles de temps considérées en archéologie. Néanmoins, cette désintégration n'est pas négligeable à l'échelle des temps géologiques : la désintégration radioactive du  $^{87}\text{Rb}$  va entraîner des abondances différentes en  $^{87}\text{Sr}$  en fonction de l'âge du substrat géologique et de sa teneur en  $^{87}\text{Rb}$  lors de la fermeture du système (Bentley, 2006). De plus, du fait de différences de comportement lors des processus de changement de phase (incompatibilité) et de solubilité entre  $\text{Rb}^{2+}$  et  $\text{Sr}^{2+}$ , une grande variabilité des rapports  $\text{Rb}/\text{Sr}$ , et donc des rapports  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ , est observée au sein des différents substrats géologiques. Le strontium  $\text{Sr}^{2+}$ , par son rayon ionique très similaire à celui du calcium  $\text{Ca}^{2+}$  ( $1,32 \text{ \AA}$  vs.  $1,18 \text{ \AA}$ ), vient en substitution de celui-ci dans les phases minérales des roches. Il est libéré par le lessivage et l'érosion du substrat géologique, puis transféré à l'ensemble du système environnemental (fixation par les sols, dépôts dans l'océan, eaux de surface, eaux souterraines, Figure 57). La fraction de strontium biodisponible et assimilable par un organisme vivant (par opposition à un élément enfermé dans un système, par exemple minéral), va intégrer la biosphère grâce à l'assimilation par les végétaux de manière conjointe avec le calcium (Russell & Squire, 1958 ; Milbourn *et al.*, 1959). La source principale du Sr absorbé par les plantes est l'eau provenant du lessivage du substrat géologique (Capo *et al.*, 1998 ; Beard & Johnson, 2000). Les plantes sont ensuite consommées par les herbivores. Le strontium, de par sa similitude avec le calcium, suit la même voie métabolique dans les organismes animaux et s'intègre dans les phases minérales des tissus squelettiques (Schulert *et al.*, 1959 ; Pemmer *et al.*, 2013), notamment au sein des réseaux d'hydroxyapatite (Bentley, 2006).



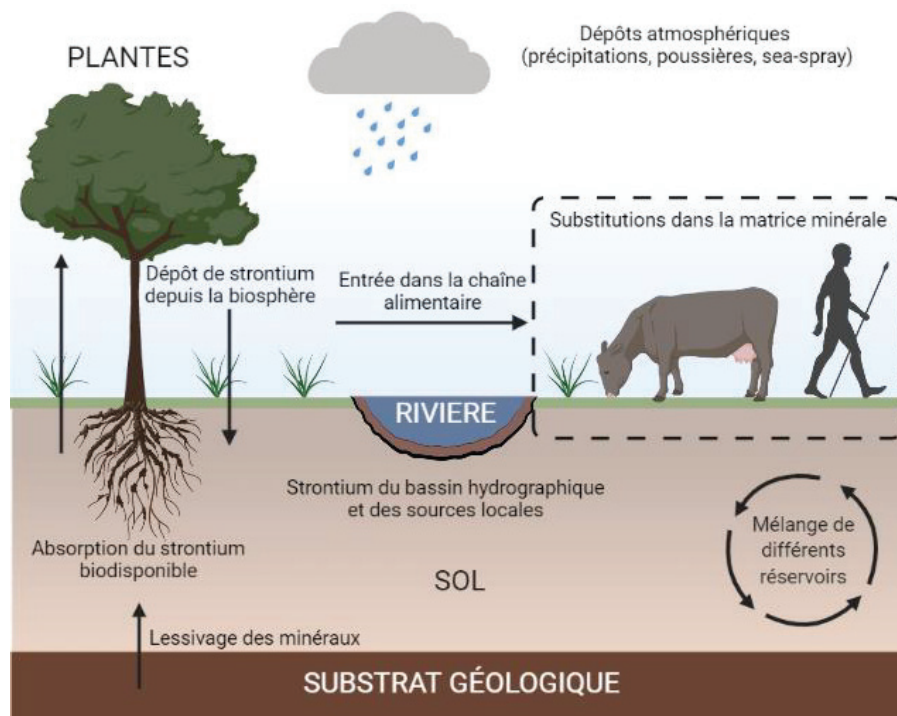


Figure 57 : Cycles et transferts du strontium, du lessivage du substrat géologique à son intégration dans les réseaux d'hydroxyapatite. D'après Willmes (2015). Créé avec BioRender.com

L'intérêt du système isotopique du strontium réside dans le fait que cet élément, durant l'ensemble de son cycle, depuis le lessivage du substrat géologique jusqu'à son intégration dans le minéral osseux, ne subit que des fractionnements isotopiques négligeables (Sillen *et al.*, 1998 ; Graustein, 1989 ; Capo *et al.*, 1998 ; Price *et al.*, 2002). Une absence de fractionnement isotopique est également observée entre différents niveaux trophiques (Flockhart *et al.*, 2015 ; Lewis *et al.*, 2017). Cela peut être attribué à la dépendance en masse des fractionnements isotopiques : le strontium étant bien plus lourd que les autres systèmes considérés, la différence de masse relative entre isotopes (et donc les fractionnements associés) sont bien plus faibles. Or les individus des sociétés protohistoriques et antiques produisent ou prélèvent leurs ressources dans l'environnement proche. On peut donc en déduire que la signature isotopique du strontium enregistrée dans les tissus minéralisés d'un individu est caractéristique de l'environnement dans lequel il a évolué. De nombreuses études bioarchéologiques se basent sur ce principe pour tracer l'origine des individus, généralement en association avec d'autres systèmes isotopiques comme l'oxygène (Price *et al.*, 1994 ; Evans *et al.*, 2006 ; Knudson *et al.*, 2009 ; Brettell *et al.*, 2012a). Afin d'utiliser la mesure du  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  pour tracer les mobilités géographiques, il est nécessaire de connaître finement la répartition du strontium biodisponible dans l'environnement étudié. Bien que celui-ci, théoriquement, soit similaire à celui du substrat

géologique, dans les faits le  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  du sol peut s'avérer variable (Price *et al.*, 2002 ; Kootker *et al.*, 2016). Cela peut être dû à des transports de sédiments en dehors de leur zone d'origine (Sillen *et al.*, 1998 ; Widga *et al.*, 2017 ; Serna *et al.*, 2020), mais également à une contribution atmosphérique (Probst *et al.*, 1992 ; Négrel *et al.*, 2001), notamment en milieu côtier (Whipkey *et al.*, 2000 ; Alonzi *et al.*, 2020).

Il y a donc une nécessité, préalablement à toute étude, d'avoir une connaissance fine de la signature isotopique du strontium de l'environnement local étudié. Pour cela, des cartes géographiques de références, appelées isoscapes de  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ , ont été développées par des méthodes variées (Bowen, 2010 ; Evans *et al.*, 2010 ; Bataille *et al.*, 2012). Le substrat géologique peut être échantillonné pour établir la signature locale en strontium (Beard & Johnson, 2000), mais celui-ci ne semble pas être le plus représentatif du strontium biodisponible (Warham, 2013) du fait des phénomènes présentés précédemment. Comme le strontium est présent dans l'ensemble de l'écosystème, la signature en  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  biodisponible peut être évaluée dans une grande diversité de réservoirs (Holt *et al.*, 2021) : les archives peuvent être les eaux de surface et souterraines (*e.g.* Voerkelius *et al.*, 2010 ; Wang *et al.*, 2018), les sols (*e.g.* Willmes *et al.*, 2018 ; Adams *et al.*, 2019), les plantes (*e.g.* Evans *et al.*, 2010 ; Snoeck *et al.*, 2020), les restes minéralisés d'invertébrés (Britton *et al.*, 2020) ou les restes animaux et humains (Kootker *et al.*, 2016 ; Scaffidi & Knudson, 2020). Chacune de ces matrices présente des avantages et inconvénients relatifs pour l'établissement d'isoscapes (Holt *et al.*, 2021). Dans le cadre du territoire français actuel, où ont évolué les Gaulois, la carte d'isoscapes du rapport  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  disponible est celle produite par Willmes *et al.* (2018) (Figure 58).

La matrice minérale de référence pour l'analyse de la composition isotopique du strontium est l'émail dentaire car il est plus résistant aux échanges isotopiques avec le sol du fait d'une plus faible porosité et d'une plus forte cristallinité (Nelson *et al.*, 1986 ; Budd *et al.*, 2000 ; Hedges, 2002). La dentine et l'os, à l'inverse, présentent un risque élevé de contamination par le sol et donc d'enregistrer la signature isotopique locale (Hoppe *et al.*, 2003 ; Bentley, 2006). Lorsque ce type d'analyse est réalisé, la préservation du signal isotopique doit être assurée, par des protocoles de prétraitement chimique (Hoppe *et al.*, 2003) ou/et par l'étude de marqueurs chimique témoignant de l'absence de contribution de la part du sol (*e.g.* Kohn *et al.*, 1999 ; Reynard & Balter, 2014).

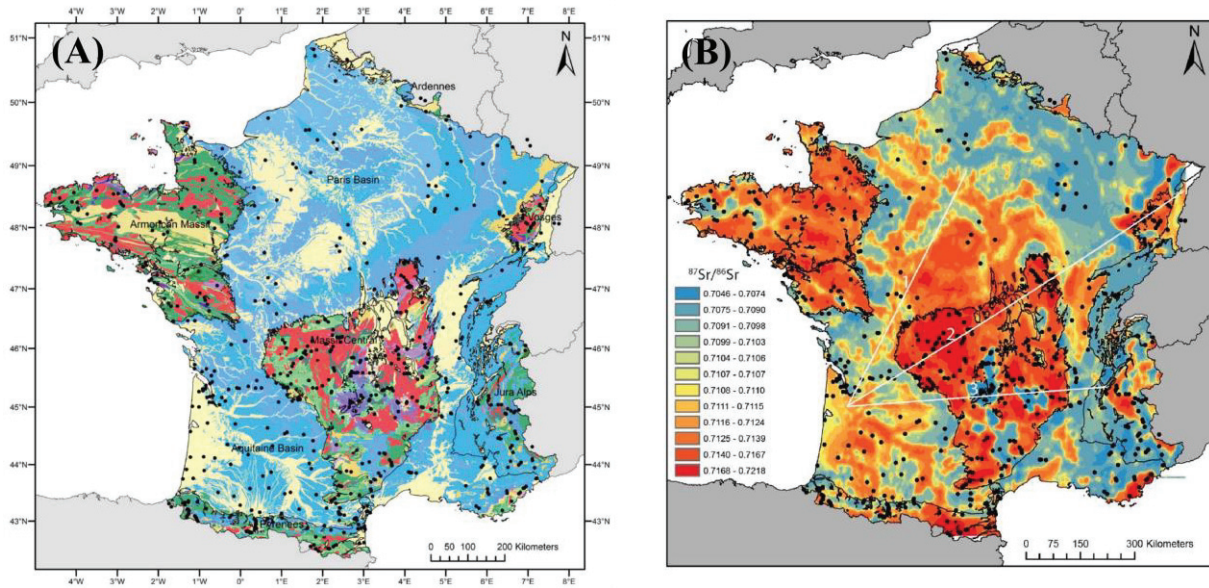


Figure 58 : (A) Répartition des terrains géologiques de surface et (B) carte des isoscapes de  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  pour le territoire français. D'après Willmes et al. (2018).

La mesure et l'utilisation des rapports radiogéniques du strontium pour déterminer l'origine de restes archéologiques, mais également pour établir l'origine de produits alimentaires actuels (Coelho *et al.*, 2017) sont maintenant généralisées. Associées à d'autres systèmes isotopiques (notamment l'oxygène), cette méthode permet d'identifier les environnements dans lesquels des individus ont évolué. Plus récemment, l'utilisation de nouveaux proxys, comme la composition en isotopes stables du strontium,  $\delta^{88/86}\text{Sr}$ , mesurée sur les os et les dents, pourrait enregistrer un signal trophique (Knudson *et al.*, 2010 ; Lewis *et al.*, 2017 ; Brazier *et al.*, 2020) qui pourrait être utilisé conjointement aux autres systèmes isotopiques.

Dans le cadre de cette thèse, la mesure du  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  n'a pas pu être exploitée, en lien avec une potentielle contamination de la zone d'enfouissement. Néanmoins, une origine géographique des individus a pu être proposée par l'analyse de la composition isotopique de l'oxygène des restes osseux des guerriers de Ribemont-sur-Ancre (Chapitre 9).

## VI. Diagenèse, prétraitement et biais analytiques

L'ensemble des six systèmes isotopiques présentés permet de nombreuses interprétations sur le climat, le mode de vie, et les déplacements des populations anciennes. Comme tout proxy, l'utilisation des systèmes isotopiques a d'abord été calibrée dans l'actuel, avant d'être appliquée aux restes fossiles (DeNiro & Epstein, 1981 ; Longinelli, 1984 ; Cerling & Harris, 1999 ; González-Martín *et al.*, 2001 ; Pemmer *et al.*, 2013 ; Topalov *et al.*, 2019). Néanmoins, leur

interprétation est soumise à la préservation du signal isotopique dans les restes biologiques et à l'absence de biais analytiques lors des mesures.

En effet, contrairement aux organismes actuels, les restes osseux et dentaires archéologiques ont passé un temps important dans le sol, depuis leur enterrement jusqu'à leur fossilisation. Durant cet intervalle, ils ont pu être modifiés par des phénomènes de dissolution-recristallisation (naturels ou bio-induits) et d'échanges isotopiques avec l'eau souterraine ou le substrat (Hedges, 2002 ; Kendall *et al.*, 2018). L'ensemble de ces processus dits diagénétiques doit être étudié avant toute interprétation des compositions isotopiques. La diagenèse est très dépendante de l'environnement de dépôt des échantillons (Nicholson, 1996 ; Turner-Walker, 2008 ; Fernández-Jalvo *et al.*, 2010) et des conditions climatiques (*e.g.* Hackett, 1981). Différents phénomènes de dégradation peuvent affecter les matrices minérales et organiques des restes osseux ou dentaires.

L'apatite biologique peut se dissoudre et recristalliser sous une forme authigénique plus stable, en équilibre isotopique avec le milieu de dépôt (Lee-Thorp & Sponheimer, 2003 ; King *et al.*, 2011 ; C. N. Trueman, 2013). Il peut également y avoir intégration de groupements carbonates ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) secondaires, précipités sur place (Keenan, 2016). L'altération de la phase minérale peut être bio-induite, par des microorganismes comme les champignons ou les bactéries (Marchiafava *et al.*, 1974 ; Jackes *et al.*, 2001 ; Pesquero *et al.*, 2018). Ce phénomène, appelé bioérosion, se manifeste par le creusement de tunnels dans les réseaux osseux (Lam *et al.*, 2009) par dissolution et recristallisation de l'hydroxyapatite minérale (Turner-Walker *et al.*, 2002). L'origine des microorganismes responsables de la bioérosion est encore discutée (Kontopoulos *et al.*, 2016 ; Metcalf *et al.*, 2016).

L'émail dentaire, bien qu'ayant la même composition, diffère structurellement de la matrice minérale osseuse : il est composé de cristaux d'hydroxyapatite plus gros (de taille micrométrique), a une porosité très faible et un contenu organique pratiquement absent (LeGeros, 1981 ; Driessens & Verbeeck, 1990). L'émail dentaire est également caractérisé par un indice de cristallinité plus important (Hedges *et al.*, 1995), ce qui rend ce matériel bien plus résistant que les tissus osseux à tout phénomène diagénétique (Lee-Thorp & Sponheimer, 2003). L'altération diagénétique de l'émail étant néanmoins possible (*e.g.* Tütken *et al.*, 2008), la préservation de son intégrité doit être vérifiée.

La dégradation du collagène est due à des phénomènes pouvant être biologiques ou chimiques. De nombreux microbes peuvent dégrader le collagène par la production d'une enzyme, la collagénase (Child, 1995). Néanmoins, pour que microorganismes et enzymes puissent accéder au collagène, il est nécessaire que la structure minérale ait été dégradée au préalable, notamment par bioérosion. La dégradation biologique du collagène est donc un effet secondaire de la bioérosion de la matrice minérale (Nielsen-Marsh *et al.*, 2000 ; Hedges, 2002). La dégradation chimique du collagène, indépendante de sa dégradation biologique, correspond à l'hydrolyse des liaisons peptidiques des protéines puis à leur dissolution (Collins *et al.*, 1995). L'intensité de l'hydrolyse dépend des conditions du milieu de dépôt (Collins *et al.*, 1995), de l'intégrité physique, de la structure osseuse (Covington *et al.*, 2010), ou encore de la présence de fractures dans l'os (Boaks *et al.*, 2014).

L'altération diagénétique du signal isotopique dans les restes osseux et dentaires peut être repérée par de nombreuses méthodes (voir Keenan, 2016 pour une revue). Celles-ci caractérisent la structure et la minéralogie des restes étudiés (*e.g.* par microsonde de Castaing, Hubert *et al.*, 1996 ; ou par spectroscopie Raman, King *et al.*, 2011), la composition chimique élémentaire dans l'os, comme l'uranium ou les terres rares (*e.g.* Kohn *et al.*, 1999 ; Reynard & Balter, 2014); et dans le collagène osseux, comme les teneurs en carbone et en azote (Van Klinken, 1999 ; DeNiro, 1985). Les compositions isotopiques en elles-mêmes peuvent être utilisées pour s'assurer de la préservation du signal isotopique (Iacumin *et al.*, 1996 ; Tütken & Vennemann, 2011).

Dans le cadre de cette thèse, différentes méthodes ont été utilisées pour s'assurer de la préservation du signal isotopique. Les groupements phosphates ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), au sein des réseaux d'hydroxyapatite, sont considérés comme résistants aux altérations diagénétiques inorganiques, du fait de la résistance des liaisons P-O aux échanges isotopiques avec les fluides à la température de surface (Blake *et al.*, 1997 ; Zazzo *et al.*, 2004a). Ils sont cependant bien sensibles à la diagenèse bio-induite par les microorganismes (Zazzo *et al.*, 2004a). Une telle altération peut être visible, macroscopiquement et microscopiquement, sur les échantillons analysés (Kendall *et al.*, 2018). Dans le cas d'une telle recristallisation, une rééquilibration isotopique partielle ou totale de l'hydroxyapatite avec les fluides aqueux est supposée à des températures de surface. Cette rééquilibration peut être modélisée par l'équation de fractionnement isotopique proposée par Lécuyer *et al.* (2013) :

$$T(^{\circ}C) = 117,4(\pm 4,5) - 4,50(\pm 0,43)(\delta^{18}O_{PO_4} - \delta^{18}O_{H_2O})$$

En connaissant la composition isotopique de l'eau du milieu, et estimant que la température de de sub-surface correspond approximativement à celle de l'air (Smerdon *et al.*, 2006), on peut comparer les compositions isotopiques estimées par rapport à celles mesurées sur les individus.

Les groupements carbonates ( $CO_3^{2-}$ ) présents en substitution ayant un produit de solubilité plus important que les groupements phosphates, ils sont plus facilement mobilisés par les fluides (Zazzo *et al.*, 2004b). La diagenèse et recristallisation des carbonates d'apatite entraîne la formation d'un minéral authigène, plus stable. Les matrices minérales diagenétisées sont caractérisées par une cristallinité plus élevée et une proportion de carbonates plus importante (Wright & Schwarcz, 1996 ; Kendall *et al.*, 2018). Ces caractéristiques sont utilisées pour diagnostiquer la diagenèse du matériel, notamment par spectroscopie infrarouge (*e.g.* Trueman *et al.*, 2004 ; Dal Sasso *et al.*, 2016). De manière générale, un prétraitement est proposé pour éliminer les carbonates d'apatite secondaires pouvant s'être formés ainsi que la matière organique qui pourrait perturber le signal isotopique, suivant différents protocoles (*e.g.* Koch *et al.*, 1997 ; Garvie-Lok *et al.*, 2004 ; Crowley & Wheatley, 2014). Néanmoins, ces traitements seraient responsables d'une altération du signal isotopique contenu dans les carbonates d'apatite (Snoeck & Pellegrini, 2015 ; Pellegrini & Snoeck, 2016). L'effet du prétraitement proposé par Koch *et al.* (1997) sur la composition isotopique des carbonates d'apatite de matériel archéologique et moderne sera discuté dans les Chapitres 5 et 6.

De plus, un biais analytique existant dans l'analyse isotopique des carbonates d'apatite doit être discuté. L'analyse isotopique se base sur la réaction entre carbonate d'apatite et acide phosphorique  $H_3PO_4$ , qui produit du  $CO_2$  gazeux ensuite analysé par spectrométrie de masse. Cette attaque acide induit un fractionnement isotopique pour l'oxygène, quantifié à 25 °C entre  $CO_2$  et calcite, par Friedman & O'Neil (1977) et Swart *et al.* (1991). Ce même coefficient de fractionnement est généralement utilisé pour les études de carbonates d'apatite (*e.g.* Sponheimer & Lee-Thorp, 1999 ; Passey *et al.*, 2005). Néanmoins, Passey *et al.* (2007) ont mis en évidence une variabilité du coefficient de fractionnement lors de l'analyse de carbonates d'apatite, dépendant notamment de la température de réaction. La variabilité des coefficients de fractionnement entre carbonate d'apatite et  $CO_2$  produit a depuis été mise en évidence (Passey *et al.*, 2007 ; Metcalfe *et al.*, 2009 ; Kusaka & Nakano, 2014 ; Demény *et al.*, 2019). Cela pose un problème en termes d'inter-comparabilité et de valeur « vraie » des données

### Chapitre 3 : L'analyse isotopique des restes osseux et dentaires, principes et méthodes

isotopiques. Dans le cadre de ce travail, le coefficient de fractionnement à 25 °C publié par Passey *et al.* (2007) a été utilisé.

La préservation des signaux isotopiques des groupements phosphates et carbonates peut également être vérifiée conjointement par la comparaison des compositions isotopiques de l'oxygène des deux matrices. En effet, les minéraux précipitent à partir de la même source, selon des fractionnements isotopiques à l'équilibre différents. Il s'ensuit, donc, pour un même individu, un décalage constant entre  $\delta^{18}\text{O}$  des groupements phosphates et  $\delta^{18}\text{O}$  des groupements carbonates. Des droites de composition isotopique entre les deux groupes ont été construites pour les mammifères (Iacumin *et al.*, 1996) et pour les humains (Chenery *et al.*, 2012) et servent de base pour discuter de la préservation isotopique des signaux dans la matrice minérale (Zazzo *et al.*, 2004b). L'applicabilité de ce critère pour le matériel osseux sera discutée dans les Chapitres 5 et 6.

La circulation de fluides dans les pores du matériel osseux peut mener à l'incorporation de  $\text{Sr}^{2+}$  local, qui s'insère ensuite dans les réseaux cristallins (Hedges, 2002 ; Bentley, 2006). Cette incorporation prend essentiellement deux formes : une recristallisation dans les pores osseux ou l'absorption de strontium sur la surface des cristaux d'hydroxyapatite (Nelson *et al.*, 1986). La recristallisation est caractérisée par des concentrations en strontium plus élevées dans des restes diagénétisés (Tuross *et al.*, 1989) et par la modification du rapport calcium/phosphore (Ca/P) dans les restes osseux. Ce rapport stœchiométrique et caractéristique de l'hydroxyapatite minérale est estimé théoriquement entre 2,1 et 2,2 (Price *et al.*, 1992 ; Mays, 2003 ; Burton & Katzenberg, 2018), bien qu'une plus grande variabilité ait été mesurée sur des échantillons modernes ( $2,17 \pm 0,31$ ) par Zaichick & Tzaphlidou (2002). Un échange chimique et une contribution de la part du sol peuvent être également détectés par une augmentation des teneurs élémentaires en uranium et en terres-rares dans les os (Kohn *et al.*, 1999 ; Reynard & Balter, 2014). Dans le cas d'un tel échange isotopique affectant le strontium, la comparaison des teneurs en terres rares *versus* la concentration élémentaire en strontium, ou des teneurs en terres rares *versus* la composition isotopique du strontium devrait mettre en évidence une droite de mélange entre la composition du sol et la composition isotopique originelle de l'os. L'ensemble de ces critères ont été évalués sur les échantillons de Ribemont-sur-Ancre et seront discutés (Chapitre 9).

L'altération de la matière organique (collagène) se traduit essentiellement par une dégradation (chimique ou biologique) des protéines, bien que l'activité microbienne puisse également catalyser des acides aminés de la matrice organique (notamment Gly) pour produire des composés (protéines, acides humiques) responsables de l'altération de la composition isotopique primaire (Hedges, 2002 ; Nehlich & Richards, 2009). Afin de s'assurer de la préservation du collagène osseux, différents critères sont vérifiés. Lors de la chimie d'extraction du collagène, on considère que l'intégrité biochimique est préservée lorsque les rendements d'extraction obtenus sont supérieurs à 10 mg/g (Van Klinken, 1999 ; Dobberstein *et al.*, 2009). La préservation peut également être vérifiée par les concentrations élémentaires en carbone, en azote et en soufre. Des intervalles de composition élémentaire en carbone, azote et soufre (%C, %N et %S) ainsi que des intervalles de rapport molaire (C:N, N:S, C:S) ont été établis pour caractériser un collagène extrait de bonne qualité (DeNiro, 1985 ; Van Klinken, 1999 ; Nehlich & Richards, 2009 ; Bocherens *et al.*, 2011, Tableau 11). Ces critères ont récemment été revus pour évaluer la qualité du collagène extrait d'os moderne, soumis à d'autres contraintes, notamment une pollution par les lipides lors de son extraction chimique (Guiry & Szpak, 2020).

Paramètre	Critère de qualité	Référence
%C	> 30 %	Van Klinken (1999)
%N	> 10 %	
C:N	2,9 à 3,6	
%S	0,15 % à 0,35 %	Nehlich & Richards (2009)
C:S	600 ± 300	
N:S	200 ± 100	

Tableau 11 : Critères élémentaires utilisés pour s'assurer de la préservation du collagène analysé.

Concernant les systèmes isotopiques de l'hydrogène et de l'oxygène mesurés sur le collagène, des incertitudes existent concernant la représentativité des données acquises. La mesure de la composition isotopique de l'hydrogène est affectée par un biais : dans les molécules organiques, environ 79 % des atomes d'hydrogène sont liés à des atomes de carbone et sont considérés comme stables (ou non-échangeables), tandis que les 21 % restants, liés à des groupes fonctionnels (OH, NH<sub>2</sub>, SH, COOH) sont considérés comme labiles et échangeables avec l'atmosphère du laboratoire (Cormie *et al.*, 1994b ; Reynard & Hedges, 2008). Cette fraction



échangeable d'hydrogène pose un problème d'inter-comparabilité entre laboratoire, du fait des variations d'humidité et de composition isotopique de l'hydrogène de la vapeur d'eau atmosphérique. Une méthode couramment utilisée pour s'en affranchir est la méthode d'équilibre comparative (Wassenaar & Hobson, 2000, 2003). Les échantillons, ainsi que des standards internes, sont équilibrés isotopiquement avec des eaux dont le  $\delta^2\text{H}$  est fixé et connu. Cette méthode permet une calibration de l'ensemble des échantillons et a été utilisée dans de nombreuses études (*e.g.* Doucett *et al.*, 2007 ; Bowen *et al.*, 2009). Bien qu'estimée comme suffisante pour obtenir des valeurs de  $\delta^2\text{H}$  inter-comparables (Meier-Augenstein *et al.*, 2013), d'autres biais analytiques empêchent de considérer les valeurs mesurées comme « vraies ». Reynard & Tuross (2016) ont montré que la mesure par combustion de composés contenant de l'azote (comme le collagène) pouvait induire la formation de cyanure d'hydrogène (HCN), qui vient perturber la mesure du signal isotopique et entraîne des biais variables et difficilement corrigibles dans la mesure des échantillons et des standards. Les études récentes choisissent donc de ne plus corriger les données de  $\delta^2\text{H}$  pour la fraction échangeable des échantillons (*e.g.* Reynard *et al.*, 2020). Les mêmes incertitudes existent sur l'interprétation des données de  $\delta^{18}\text{O}$  mesurées sur le collagène (von Holstein *et al.*, 2018), mais on dispose de peu de contraintes pour calibrer ou corriger le signal.

Enfin, l'interprétation des données isotopiques acquises sur les restes osseux et dentaire est soumise à la question du temps représenté par un ossement. Comme discuté précédemment, les différents os du squelette ont des dynamiques de remodelage très hétérogènes, que ce soit entre individus, au sein d'un même individu, ou même au sein d'un os. Ainsi, comment s'assurer, lors de la mesure d'une composition isotopique, que celle-ci représente bien le même intervalle temporel d'un individu à l'autre ? Et à l'inverse, que nous apporterait comme information une variabilité de composition isotopique à l'échelle d'un individu ? Ces questions seront traitées dans le Chapitre 5.

## **Chapitre 4 : Matériel échantillonné et méthodes employées**

Des ensembles d'échantillons osseux et dentaires ont été prélevés sur les individus des deux sites archéologiques de Thézy-Glimont et de Ribemont-sur-Ancre. De plus, un squelette d'humain moderne a également été échantillonné. Suivant les principes et méthodes précédemment décrits, des traitements chimiques et analyses isotopiques ont été réalisés afin de répondre aux problématiques posées par les sites archéologiques.

### **I. Prélèvement de matériel osseux et dentaire**

#### **A. Considérations éthiques concernant l'analyse destructrice de restes humains**

Le prélèvement et l'analyse destructrice (ici analyse isotopique) de restes humains est un sujet qui doit être considéré éthiquement, notamment concernant la préservation future et l'intégrité des ossements, ainsi que la conception de la mort et du corps qu'avaient les sociétés anciennes étudiées. Les Universités et les musées, depuis une dizaine d'années, mettent en place des chartes sur l'éthique du prélèvement et de l'analyse destructrice de restes humains provenant de sociétés anciennes (par exemple, Museum of London Human Remains Working Group, 2011 ; Swedish National Heritage Board, 2016 ; "Research ethics - Staffordshire University," 2019). Dans la législation française, l'article 16-1-1 du code civil (19 décembre 2008) aborde le sujet du traitement des restes humains : « Le respect dû au corps humain ne cesse pas avec la mort. Les restes des personnes décédées, y compris les cendres de celles dont le corps a donné lieu à crémation, doivent être traités avec respect, dignité et décence ». Les analyses qui entraînent la destruction de matériel provenant de l'héritage doivent donc être menées dans le cas où les analyses archéologiques dites « classiques », non-destructrices, sont impuissantes pour répondre aux problématiques posées (Squires *et al.*, 2019). Menées après toute étude anthropologiques ou ostéologiques, elles doivent répondre à des questions scientifiques précises, tout en préservant au maximum l'intégrité du matériel échantillonné. Il est nécessaire de s'assurer qu'aucun prélèvement précédent n'a été réalisé, tout en évitant si possible les zones diagnostiques de l'os (CIFA/BABAO, 2017). Enfin, l'analyse de restes humains ne doit pas s'opposer à la sacralité du corps et des morts célébrées dans de nombreuses sociétés (Lambert, 2012). Dans le cadre de ce travail de recherche, tous les prélèvements osseux et dentaires ont été réalisés en essayant de préserver au maximum l'intégrité des échantillons. Ceux-ci ont été

## Chapitre 4 : Matériel échantillonné et méthodes employées

réalisés sur les épiphyses des os complets, et sur les diaphyses dans le cas d'os déjà fracturés. Chaque mission de prélèvement a été réalisée en présence et en collaboration avec un conservateur ou responsable du site. Les « restes » d'échantillons, après analyse isotopique, pourront être retournés aux centres de conservation afin de permettre, si nécessaire, à d'autres analyses d'être réalisées sans nécessiter de nouveaux prélèvements. Concernant la civilisation gauloise et leur conception de la mort, Diodore de Sicile (*Histoire Universelle*, I, V, 20) écrit à ce sujet : « Le mépris qu'ils ont pour la vie, est cause qu'ils ne se font point une affaire de s'appeler en duel. Car ils ont fait prévaloir chez eux l'opinion de Pythagore qui veut que les âmes des hommes soient immortelles, et qu'après un certain nombre d'années, elles reviennent animer d'autres corps ». Ainsi, selon les observateurs romains et grecs, les Gaulois méprisaient la mort, ce qui se traduisait par une témérité légendaire au combat, ainsi qu'une surprenante indifférence devant l'exposition et la destruction des corps de leurs camarades tombés au combat, comme le décrit le grec Pausanias (*Description de la Grèce*, X, 21, 6-7) lors de la guerre des Thermopyles : « Les Gaulois n'envoyèrent pas d'ambassade pour négocier l'enlèvement des morts. Il leur était égal que ceux-ci reçoivent un peu de terre ou que s'en rassasient les bêtes sauvages ou les oiseaux qui sont des ennemis pour les morts. Que les disparus reçoivent une sépulture leur était indifférent ». Les Gaulois considéraient donc le corps comme un simple réceptacle destiné à accueillir l'âme le temps de la vie de l'individu. Il n'y aurait donc pas de problèmes éthiques à prélever des restes osseux dans ce cas précis.

### B. Échantillonnage du matériel osseux et dentaire de Thézy-Glimont

Le matériel a été prélevé au cours de deux missions réalisées le 10 janvier 2019 et les 20 et 21 juin 2019, au sein du Service d'Archéologie Amiens Métropole, Amiens (France), en présence de Jannick Ricard (médecin, anthropologue), de Pascale Richardin (Ingénieure de Recherche, Co-directrice de thèse, C2RMF) et de Yves Le Béchenec, responsable des fouilles. Un total de 80 échantillons osseux et dentaires, réparti en 64 os et 16 dents, a été prélevé sur un ensemble de huit humains (TG-01 à TG-08), six bovidés (TG-B1 à TG-B6), cinq équidés (TG-CH1 à TG-CH5) et un suidé (TG-CO1) (Tableau 13).

Dans le cas des 3 squelettes humains les plus complets et les mieux conservés (TG-01, TG-02 et TG-03), un total respectif de 19, 14 et 19 échantillons osseux, provenant des squelettes céphaliques, axiaux et appendiculaires ont été prélevés, afin d'étudier l'homogénéité isotopique enregistrée au sein d'un individu (Tableau 14). Des échantillons d'environ 2 g ont été prélevés

## Chapitre 4 : Matériel échantillonné et méthodes employées

avec une scie diamantée associée à une microperceuse Dremel<sup>TM</sup>. Les échantillons ont ensuite été pesés, stockés, et ramenés en laboratoire où ils ont suivi les protocoles de traitement détaillés dans la suite de ce chapitre. Les dents ont été prélevées en les retirant doucement de l'alvéole mandibulaire. Des échantillons d'eaux ont également été prélevés le long de la rivière de l'Avre (Tableau 12), qui borde le site de Thézy-Glimont. Les eaux ont été prélevées en surface avec des bouteilles en polyéthylène, remplies à ras-bord.

Nom	Coordonnées GPS	Date de prélèvement
TG-1A / TG-1B	49°48'33,9''N, 2°26'20,9''E	19/02/2020 / 27/08/2020
TG-2	49°48'25,8''N, 2°26'14,5''E	19/02/2020
TG-3A / TG-3B	49°47'31,9''N, 2°27'25,9''E	19/02/2020 / 27/08/2020
TG-4	49°46'27,1''N, 2°28'31,9''E	19/02/2020
TG-5A / TG-5B	49°50'55,8''N, 2°23'20,6''E	19/02/2020 / 27/08/2020

*Tableau 12 : Localisation et date d'échantillonnage des prélèvements d'eau de la rivière de l'Avre (Somme, France).*

<b>Fosse</b>	<b>Individu</b>	<b>Espèce</b>	<b>Sexe</b>	<b>Age estimé (années)</b>	<b>Type d'échantillon</b>
<b>1135</b>	TG-01	<i>Homo sapiens</i>	Mâle	< 30	* (19 échantillons) Prémolaire 1 (PM1)
	TG-CH1	<i>Equus caballus</i>	Mâle	3	Molaire 1 (M1) Molaire 2 (M2) Molaire 3 (M3)
	TG-B1	<i>Bos taurus</i>	Femelle	4	Phalange droite
	TG-B2	<i>Bos taurus</i>	Mâle	Jeune	Talus gauche
	TG-B3	<i>Bos taurus</i>	Mâle	2	Phalange gauche
<b>1249</b>	TG-B4	<i>Bos taurus</i>	Mâle	4	Phalange gauche Molaire 3 (M3)
	TG-CO1	<i>Sus scrofa domestica</i>	Mâle	-	Radius droit Côte Vertèbre
<b>1450</b>	TG-02	<i>Homo sapiens</i>	Mâle	15	* (14 échantillons) Prémolaire 1 (PM1)
	TG-03	<i>Homo sapiens</i>	Mâle	Adulte	Molaire 1 (M1) Molaire 3 (M3) * (19 échantillons) Prémolaire 1 (PM1)
<b>1219</b>	TG-B6	<i>Bos taurus</i>	Mâle	2	Molaire 2 (M2) Molaire 3 (M3)
	TG-CH3	<i>Equus caballus</i>	Mâle	2	Prémolaire (PM) Molaire (M)
<b>1138</b>	TG-04	<i>Homo sapiens</i>	Mâle	Adulte	Fémur droit
	TG-05	<i>Homo sapiens</i>	Mâle	30 à 59	Fémur droit

<b>1140</b>	TG-CH2	<i>Equus caballus</i>	Mâle	5	Molaire (M)
<b>1206</b>	TG-06	<i>Homo sapiens</i>	Mâle	Adulte	Fémur droit
<b>1246</b>	TG-07	<i>Homo sapiens</i>	Mâle	Adulte	Fémur droit
	TG-08	<i>Homo sapiens</i>	Mâle	Adulte	Tibia
	TG-CH4	<i>Equus caballus</i>	Mâle	1 à 4	Molaire (M)
<b>1222</b>	TG-B5	<i>Bos taurus</i>	Mâle	2 à 3	Molaire 3 (M3)
<b>1247</b>	TG-CH5	<i>Equus caballus</i>	Mâle	2 à 3	Molaire (M)
					Phalange

Tableau 13 : Corpus des échantillons osseux et dentaires prélevés sur les individus du site de Thézy-Gliment.

TG-01	TG-02	TG-03
Voute crânienne	Voute crânienne	Voute crânienne
Symphyse mandibulaire	Symphyse mandibulaire	Symphyse mandibulaire
Vertèbre cervicale	Humérus droit (épiphyse)	Vertèbre cervicale
Vertèbre thoracique	Humérus gauche (épiphyse)	Vertèbre thoracique
Vertèbre lombaire	Carpe droit	Vertèbre lombaire
Côte gauche	Carpe gauche	Côte
Humérus droit (épiphyse)	Métacarpe droit	Humérus droit (diaphyse)
Humérus gauche (épiphyse)	Métacarpe gauche	Humérus gauche (épiphyse)
Carpe droit	Fémur droit (diaphyse)	Carpe droit
Carpe gauche	Fémur gauche (diaphyse)	Carpe gauche
Métacarpe droit	Tibia droit (diaphyse)	Métacarpe droit
Crête iliaque droite	Tibia gauche(diaphyse)	Métacarpe gauche
Crête iliaque gauche	Calcanéus droit	Crête iliaque droite
Fémur droit (diaphyse)	Calcanéus gauche	Fémur droit (diaphyse)
Fémur gauche (diaphyse)	Prémolaire 1 (PM1)	Fémur gauche (diaphyse)
Tibia droit (diaphyse)	Molaire 1 (M1)	Tibia droit (diaphyse)
Tibia gauche(diaphyse)	Molaire 3 (M3)	Tibia gauche(diaphyse)
Calcanéus droit		Calcanéus droit
Calcanéus gauche		Calcanéus gauche
Prémolaire 1 (PM1)		Prémolaire 1 (PM1)
Molaire 1 (M1)		Molaire 2 (M2)
Molaire 2 (M2)		Molaire 3 (M3)

Tableau 14: Corpus des échantillons prélevés sur les trois individus TG-01, TG-02 et TG-03.

### C. Échantillonnage du matériel osseux de Ribemont-sur-Ancre

La mission d'échantillonnage a été réalisée les 19 et 20 octobre 2020 au sein du Centre de Conservation de Ribemont-sur-Ancre (Somme, France), en présence de Jannick Ricard (médecin, anthropologue), de Pascale Richardin (Co-directrice de thèse, Ingénieure de Recherche, C2RMF) et de Gilles Prilaux, responsable de fouille et chef de conservation au Centre de Conservation de Ribemont-sur-Ancre. Un total de 59 échantillons osseux (Tableau 15) d'environ 2 g a été prélevé sur 47 humains et 12 animaux provenant des trois structures, avec :

- 19 humains et 6 chevaux échantillonnés pour l'ossuaire,
- 18 humains pour le charnier (où les animaux sont absents),
- 10 humains et 6 animaux pour l'enclos circulaire.

Le même os a constamment été échantillonné dans chaque structure, afin de s'assurer de ne pas prélever deux fois le même individu. Les prélèvements ont été réalisés sur l'épiphyse du fémur droit, l'épiphyse du tibia droit et les os longs pour respectivement les restes humains, les restes de chevaux de l'ossuaire et les restes animaux de l'enclos circulaire. L'intégrité des ossements a été préservée au maximum, et le matériel restant, après analyse, sera retourné au Centre de Conservation pour de futures analyses. Le prélèvement a été réalisé avec une scie diamantée associée à une microperceuse Dremel<sup>TM</sup>. Les échantillons ont ensuite été pesés, stockés, et ramenés en laboratoire où ils ont suivi les protocoles de traitement détaillés dans la suite de ce chapitre.

Structure	Individu (code)	Espèce	Type d'échantillon
Ossuaire 82	1625	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1626	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1627	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1628	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1629	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1630	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1631	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1632	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1633	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1634	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1635	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1636	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1637	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit



## Chapitre 4 : Matériel échantillonné et méthodes employées

	1638	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1639	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1640	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1641	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1642	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1643	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1672	<i>Equus caballus</i>	Tibia droit
	1673	<i>Equus caballus</i>	Tibia droit
	1674	<i>Equus caballus</i>	Tibia droit
	1675	<i>Equus caballus</i>	Tibia droit
	1676	<i>Equus caballus</i>	Tibia droit
	1677	<i>Equus caballus</i>	Tibia droit
<hr/>			
Charnier	1644	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1645	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1646	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1647	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1648	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1649	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1650	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1651	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1652	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1653	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1654	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1655	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1656	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1657	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1658	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1659	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1660	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1661	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
<hr/>			
Enclos circulaire	1662	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1663	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1664	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1665	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1666	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1667	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1668	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1669	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1670	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1671	<i>Homo sapiens</i>	Fémur droit
	1678	<i>Bos taurus</i>	Os long

1679	<i>Bos taurus</i>	Os long
1680	<i>Sus scrofa domesticus</i>	Os long
1681	<i>Sus scrofa domesticus</i>	Os long
1682	<i>Sus scrofa domesticus</i>	Os long
1683	<i>Bos taurus</i>	Os long

Tableau 15 : Corpus des échantillons osseux humains et animaux prélevés sur le site archéologique de Ribemont-sur-Ancre.

#### D. Matériel osseux provenant d'un squelette humain moderne

##### 1. Description et diagnose de l'individu

Additionnellement aux échantillons des corpus archéologiques précédemment décrits, un squelette d'humain moderne a pu être échantillonné dans le cadre de cette thèse. Celui-ci, détenu par les collections universitaires de l'Université Claude Bernard Lyon 1, est partiel (le crâne et l'essentiel du côté droit sont manquants, Figure 59). Il a été acheté par l'Université Lyon 2 pour l'enseignement de l'anthropologie, et à la suite de la disparition de cet enseignement en 1982, le squelette a été déposé dans les collections de l'Université Lyon 1 par la Dr. Cécile Mourer. Ainsi, au regard du Code Général de la Propriété des Personnes Publiques (CGPPP), le matériel est toujours propriété de l'Université Lyon 2. Les os sont en très bon état de conservation. Le squelette étant partiel et n'étant pas utilisé dans l'enseignement universitaire, il a pu être échantillonné, dans le respect du défunt, en accord avec le responsable des Collections de l'Université Claude Bernard Lyon 1.

Les analyses anthropologiques de bases ont été réalisées malgré l'absence du crâne et d'un certain nombre d'ossements. La Diagnose Sexuelle Probabiliste (DSP) à partir de mesures ostéologiques sur l'os coxal gauche (Murail *et al.*, 2005), via le logiciel DSP2 (Brůžek *et al.*, 2017), montre qu'il s'agit d'un individu de sexe masculin. L'âge du décès est difficile à estimer avec précision (Schmitt, 2002). Les indices de maturation osseuse (Ferembach *et al.*, 1979 ; Adams & Byrd, 2008) permettent d'identifier un adulte mature de plus de 30 ans, avec l'ensemble des zones de croissance soudées (notamment l'épiphyse sternale de la clavicule). L'individu est donc identifié comme un homme mature, de plus de 30 ans.

Ces informations, même superficielles, donnent un intérêt double à échantillonner et analyser ce squelette moderne. Il est intéressant de rechercher, dans une situation comparable à la découverte de restes archéologiques sans aucun contexte, s'il est possible de reconstituer des

fragments de vie de l'individu : est-il local ? A-t-il voyagé ? A-t-il varié de régime alimentaire au cours de sa vie ? D'autre part, pouvoir travailler sur du matériel osseux humain moderne, qui n'a pas été exposé aux phénomènes de diagenèse (Chapitre 3), représente une opportunité de tester l'impact sur la composition isotopique de prétraitements chimiques, les critères retenus pour qualifier la diagenèse d'un échantillon, ainsi que d'approfondir les connaissances analytiques sur le signal isotopique enregistrée à l'échelle d'un squelette entier. L'ensemble de ces sujets seront discutés dans les Chapitres 5 et 6.

## 2. Échantillonnage du matériel osseux sur le squelette d'humain moderne

Un ensemble de 29 échantillons d'environ 2 g a été prélevé sur l'ensemble du squelette de l'individu moderne, les 9 avril 2019 et 16 mars 2021, en accord avec le responsable des Collections de l'Université Claude Bernard Lyon 1 (Figure 59, Tableau 16). Les prélèvements ont été réalisés à l'aide d'une scie diamantée associée à une microperceuse Dremel<sup>TM</sup>. Les échantillons ont ensuite été pesés, stockés, et ramenés en laboratoire où ils ont suivi les protocoles détaillés dans la suite de ce chapitre. Les diaphyses ont majoritairement été échantillonnées, tandis que le squelette crânial ainsi que la majorité du côté droit du squelette étant absents, ils n'ont donc pas pu être étudiés.

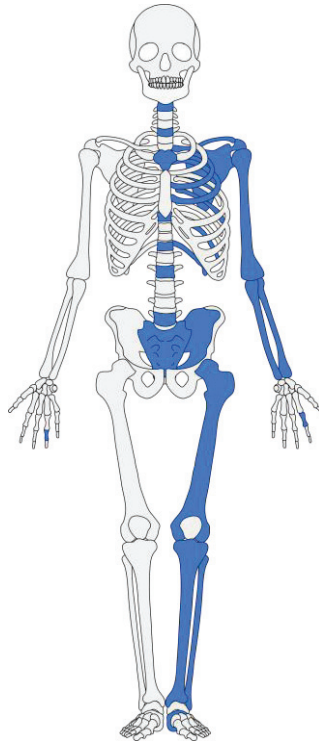


Figure 59 : Ensemble des éléments osseux (en bleu) prélevés sur le squelette d'humain moderne.

<b>Description anatomique</b>	<b>Code</b>
Fémur gauche (diaphyse)	SA-1
Calcaneus gauche	SA-2
Métatarse II (pied gauche)	SA-3
Phalange proximale II (main droite)	SA-4
Côte 5 (tête costale)	SA-5
Tibia gauche (diaphyse)	SA-6
Humérus gauche (métaphyse)	SA-7
Omoplate gauche	SA-8
Fibula gauche (diaphyse)	SA-9
Radius gauche (diaphyse)	SA-10
Crête iliaque gauche	SA-11
Sacrum (coccyx)	SA-12
Clavicule gauche	SA-13
Cubitus gauche (diaphyse)	SA-14
Sternum	SA-15
Côte 4 (tête costale)	SA-16
Côte 6 (tête costale)	SA-17
Côte 7 (tête costale)	SA-18
Côte 10 (tête costale)	SA-19
Côte 11 (tête costale)	SA-20
Vertèbre 1 (atlas)	SA-21
Vertèbre 4 (cervicale)	SA-22
Vertèbre 7 (cervicale)	SA-23
Vertèbre 10 (thoracique)	SA-24
Vertèbre 13 (thoracique)	SA-25
Vertèbre 16 (thoracique)	SA-26
Vertèbre 19 (thoracique)	SA-27
Vertèbre 21 (lombaire)	SA-28
Vertèbre 24 (lombaire)	SA-29

*Tableau 16 : Corpus d'échantillons osseux prélevés sur le squelette d'humain moderne.*

## II. Méthodes : extraction chimique et analyse isotopique

Afin d'étudier les compositions isotopiques et de réaliser la datation par le radiocarbone des échantillons prélevés, différents protocoles d'extraction et de traitement chimique ont été réalisés. Dans un second temps, les échantillons ont été analysés par spectrométrie de masse.

### A. Traitement chimique des échantillons

#### 1. Prétraitement et réduction en poudre

Après avoir été prélevés, les échantillons ont été ramenés en laboratoire. Sur l'ensemble des échantillons osseux, la couche d'altération de surface a été grattée à l'aide d'un scalpel. Les échantillons ont ensuite été concassés doucement à l'aide d'un marteau, rincés à l'eau Ultrapure™, dégraissés à l'acétone, puis de nouveau rincés à l'eau Ultrapure™ trois fois, avant d'être séchés dans un four à vide moyen, à 60 °C, pendant 24 h. Les échantillons propres et secs ont ensuite été réduits en fine poudre à l'aide d'un broyeur planétaire Pulverisette 7™ constitué d'oxyde de zirconium. Les poudres propres ont été stockées au laboratoire.

Les échantillons de dents ont été lavés à l'eau Ultrapure™ et frottés à l'aide d'une brosse à dent. Dans le cas de dents d'herbivores très entartrées, un nettoyage à l'aide d'une perceuse Micro-Dremmel™ avec un embout abrasif a été réalisé. Les prélèvements de poudre d'émail ont été réalisés par forage à l'aide d'une perceuse Micro-Dremmel™ avec une tête diamantée. Les poudres d'émail ont ensuite été récupérées dans des piluliers.

#### 2. Chimie d'extraction des groupements phosphates de l'hydroxyapatite

L'ensemble des échantillons osseux et dentaires a été traité par une chimie humide d'extraction des groupements phosphates de l'hydroxyapatite, permettant ensuite l'analyse de leur composition isotopique de l'oxygène. Le protocole se base sur la méthode de Crowson *et al.* (1991) modifiée par Lécuyer *et al.* (1993). Il s'agit d'une extraction sélective des groupements phosphates, suivie par une précipitation sous forme de phosphate d'argent. Environ 30 mg de poudre est dissous dans 2 mL d'acide fluorhydrique HF à 2 M pendant 24 h. Cela permet le relargage des groupements phosphates en solution tandis que le calcium précipite sous forme de CaF<sub>2</sub>. Le lendemain, le précipité est éliminé par centrifugation et la solution est neutralisée

par ajout de KOH à 2 M. L'ajout d'une résine échangeuse d'ions (Amberlite<sup>®</sup> IRN78) permet de capter les ions phosphates et d'éliminer le reste des composés restés en solution. L'ajout de NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> à 0,5 M diminue le pH de la solution et entraîne le relargage des groupements phosphates en solution. Après tamisage de la résine, 15 mL de nitrate d'argent est ajouté à la solution et est chauffé au bain thermostaté à 72 °C pendant 7 h : les groupements phosphates précipitent sous la forme de phosphate d'argent Ag<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Deux standards internes (NBS 120c) sont ajoutés au début et à la fin de chaque série. Les phosphates d'argents sont ensuite récupérés et nettoyés à la loupe binoculaire.

### 3. Prétraitement des carbonates d'apatite

Dans ce travail de thèse, l'effet d'un prétraitement acide sur les carbonates d'apatite a été testé. Pour cela, une même série d'échantillons, provenant soit de l'humain moderne (Chapitre 5), soit des restes osseux et dentaires des humains de Thézy-Glimont (Chapitre 6) a suivi deux protocoles distincts. Pour chaque série, un ensemble d'échantillons n'a suivi aucun prétraitement, tandis que le même ensemble a suivi le protocole de prétraitement acide de Koch *et al.* (1997). Pour chaque échantillon, environ 10 mg de poudre est pesé, puis solubilisé dans 0,4 mL d'eau de javel (NaClO) à 3,5 % pendant 24 h, afin d'éliminer les restes de matière organique présents. Les solutions sont ensuite rincées à l'eau Ultrapure<sup>™</sup> et centrifugées trois fois, avec élimination de la solution entre chaque rinçage. Ensuite, 0,4 mL d'acide acétique CH<sub>3</sub>COOH à 0,1 M est ajouté durant 24 h, afin d'éliminer tout potentiel carbonate secondaire précipité. Les solutions sont ensuite de nouveau rincées et centrifugées, avant que les poudres soient séchées à l'étuve à 50 °C pendant 48 h. Les poudres propres sont ensuite récupérées.

### 4. Chimie d'extraction du strontium et analyse élémentaire des terres rares

Le strontium, ainsi que certains éléments d'intérêts tels que les terres rares, sont présents dans les réseaux cristallins des matrices osseuses à des concentrations bien plus faibles que les autres systèmes isotopiques étudiés. Les chimies d'extractions de ces composés doivent être réalisées en salle blanche.

Pour l'analyse élémentaire, environ 2 mg de chaque échantillon est dissous dans de l'acide nitrique HNO<sub>3</sub> concentré pur. Les solutions sont laissées évaporer, puis le reliquat est repris dans 2 mL de HNO<sub>3</sub> à 2 % avant d'être analysé. Un standard (farine d'os), NIST SRM-1400, est également traité avec les échantillons.

Pour la chimie d'extraction spécifique du strontium : environ 1 mg d'échantillon est dissous dans du HNO<sub>3</sub> concentré pur. La purification des solutions est réalisée par des colonnes échangeuses d'ions, remplies avec une résine spécifique du strontium (Sr-Spec, Eichrom<sup>®</sup>), d'abord nettoyée avec 4 mL de HNO<sub>3</sub> à 0,5 M et conditionnée (fixée) avec 2,5 mL de HNO<sub>3</sub> à 3 M. Les échantillons dissous dans l'acide sont ensuite chargés dans chaque colonne. Le rinçage de chaque colonne par 2,5 mL de HNO<sub>3</sub> à 3 M permet d'éliminer les autres éléments non fixés à la résine. Puis l'ajout de 4 mL de HNO<sub>3</sub> à 0,5 M, qui solubilise les ions Sr<sup>2+</sup>, permet leur collecte dans un bécher. Ce dernier est laissé à évaporer, puis les résidus sont de nouveau solubilisés dans 1 mL de HNO<sub>3</sub> à 0,5 M. Des blancs de colonne (préparés avec du HNO<sub>3</sub> à 3 M) sont réalisés afin de s'assurer qu'aucune contamination n'ait lieu.

### 5. Extraction du collagène osseux

L'extraction du collagène osseux suit la méthode de Richardin *et al.* (2017), adaptée du protocole de Longin (1971). Celui-ci consiste à éliminer la matrice minérale par une succession d'attaques acide-base-acide, réalisées à froid, avant hydrolyse du collagène, filtration et lyophilisation de ce dernier.

Environ 400 mg de poudre d'os est pesé, et solubilisé dans 4 mL d'acide chlorhydrique HCl à 2 M pendant une heure à froid (bain de glace). La solution est ensuite diluée avec 5 mL d'eau Ultrapure<sup>™</sup> et remise à froid pendant 5 h. La solution est ramenée à pH neutre par lavages successifs (centrifugation – élimination de la solution – ajout d'eau Ultrapure<sup>™</sup>), puis laissée reposer la nuit à température ambiante. Le lendemain, une attaque basique est réalisée par ajout de 3 mL de soude NaOH à 0,1 M à froid, pendant 1 h. Des lavages successifs sont ensuite réalisés pour ramener la solution à pH neutre. Une nouvelle attaque acide est alors réalisée à 95 °C par ajout de 4 mL de HCl à 2 M durant 16 h. Celle-ci entraîne l'hydrolyse du collagène qui est solubilisé dans la solution, contrairement aux constituants de la matrice minérale restants. Le lendemain, la solution est filtrée, puis lyophilisée afin de récupérer le collagène sec. Celui-ci est ensuite pesé et stocké.

### 6. Combustion des échantillons pour datation par le radiocarbone

Afin de réaliser la datation par le radiocarbone des échantillons de collagène, le carbone doit être piégé. Pour cela, les échantillons subissent une combustion sous vide et à haute température au sein d'une ligne sous vide. Environ 2,5 mg de collagène est ajouté dans un tube de

combustion en quartz, avec 1 cm de fil d'argent 99.95 % (VWR International™) qui piège les éventuels halogènes et 500 mg d'oxyde de cuivre CuO granulé (VWR International™) qui fournit l'oxygène nécessaire à la combustion. Les séries sont composées de quatre échantillons et d'un standard ou un blanc. Les tubes de combustion sont mis sous vide poussé, puis chauffés progressivement à 835 °C pendant 5 h. Une fois la combustion réalisée, le CO<sub>2</sub> et l'eau sont piégés sélectivement par des pièges à froid respectivement à -196 °C (azote liquide) et -72 °C (mélange alcool éthylique/carboglace). Le CO<sub>2</sub> est enfin isolé dans des ampoules de récupération, qui sont soudées au chalumeau. Les ampoules sont récupérées et prêtes pour analyse.

## B. Analyse par spectrométrie de masse

Une fois les protocoles d'extraction réalisées, la composition isotopique des échantillons a pu être mesurée, selon différentes méthodes et sur différents appareils.

### 1. Composition isotopique de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}$ ) du groupement phosphate de l'hydroxyapatite

Les données de  $\delta^{18}\text{O}$  des groupements phosphates de l'hydroxyapatite ont été obtenues en utilisant une méthode de pyrolyse à haute température en flux continu développée par Lécuyer *et al.* (2007) et Fourel *et al.* (2011). Pour chaque échantillon, cinq aliquotes de 280-320  $\mu\text{g}$  de phosphate d'argent sont pesés et mélangés à 300  $\mu\text{g}$  de poudre de noir de carbone (Elementar GmbH) et chargés dans des capsules en argent de 3,5 x 5 mm (Elemental Microanalysis Technology France). La pyrolyse est effectuée à 1450 °C par un analyseur élémentaire vario PYROcube™ (Elementar GmbH-Germany) connecté en flux continu avec un spectromètre de masse à ratio isotopique (IRMS) IsoPrime™ (Elementar UK Ltd UK). Le monoxyde de carbone CO formé par pyrolyse est piégé sélectivement par un système « Purge and Trap » dans le vario PYROcube™ avant d'être analysé. Les instruments analytiques sont hébergés par le Laboratoire de Géologie de Lyon : Terre, Planètes, Environnement (LGL-TPE) et le Laboratoire d'Ecologie des Hydrosystèmes Naturels et Anthropisés (LEHNA), tous deux intégrés à l'Université Claude Bernard Lyon 1 (UCBL) et membres du Réseau Géochimie & Expérimental Français (RéGEF).

Les compositions isotopiques de l'oxygène sont corrigées de la dérive et les blancs sont soustraits pour s'affranchir de la variabilité analytique. Les résultats sont calibrés par rapport à



des phosphates d'argent précipités à partir de standards : la phosphorite NBS 120c ( $\delta^{18}\text{O} = +21,7 \text{ ‰ V-SMOW}$ , Lécuyer *et al.*, 1993 ; Chenery *et al.*, 2010 ; Halas *et al.*, 2011) et le sulfate de baryum NBS 127 ( $\delta^{18}\text{O} = +9,3 \text{ ‰ V-SMOW}$ , Hut, 1987). Les standards de chimie précipités à partir de NBS 120c en même temps que les échantillons sont considérés comme des standards internes et permettent la correction individuelle de chaque série de chimie.

## **2. Composition isotopique de l'oxygène et du carbone ( $\delta^{18}\text{O}$ , $\delta^{13}\text{C}$ ) du groupement carbonate de l'hydroxyapatite**

Les données de  $\delta^{18}\text{O}$  et  $\delta^{13}\text{C}$  du groupement carbonate de l'hydroxyapatite des restes osseux et dentaires ont été acquises au sein du LEHNA. Les mesures ont été réalisées grâce à un analyseur par espace de tête isoFLOW (Elementar GmbH-Germany) connecté en flux continu à un IRMS precisION (Elementar UK<sup>TM</sup>). Pour chaque échantillon, trois aliquotes de 2 mg de poudre sont chargés dans des vials en verre de 3,7 mL (LABCO Exetainer®) sellés par des bouchons Exetainer® (LABCO UK). Les échantillons sont ensuite mis à réagir avec de l'acide phosphorique anhydrique sursaturé, à 90 °C. Le CO<sub>2</sub> gazeux émis par digestion acide des carbonates d'apatites est ensuite transféré au spectromètre de masse par l'interface centrION, et comparé à un CO<sub>2</sub> gazeux de référence. Le coefficient de fractionnement acide  $\alpha$  entre CO<sub>2</sub> et carbonate d'apatite de 1,00773 déterminé pour le standard de référence NBS-120c est utilisé (Passey *et al.*, 2007). Les standards utilisés sont le Marbre de Carrare ( $\delta^{18}\text{O} = -1,84 \text{ ‰ V-PDB}$ ,  $\delta^{13}\text{C} = +2,03 \text{ ‰ V-PDB}$ , Fourel *et al.*, 2016), la calcite NBS18 ( $\delta^{18}\text{O} = -23,2 \text{ ‰ V-PDB}$ ,  $\delta^{13}\text{C} = -5,01 \text{ ‰ V-PDB}$ , Friedman *et al.*, 1982 ; Hut, 1987 ; Stichler, 1995 ; Coplen *et al.*, 2006) et le NBS-120c ( $\delta^{18}\text{O} = -1,13 \text{ ‰ V-PDB}$ ,  $\delta^{13}\text{C} = -6,27 \text{ ‰ V-PDB}$ , Passey *et al.*, 2007).

## **3. Composition isotopique du carbone et de l'azote ( $\delta^{13}\text{C}$ , $\delta^{15}\text{N}$ ) du collagène osseux**

Les données de  $\delta^{13}\text{C}$  et de  $\delta^{15}\text{N}$  du collagène osseux ont été acquises au sein du LEHNA, par combustion, au sein d'un analyseur élémentaire vario PYROcube<sup>TM</sup> (Elementar GmbH-Germany), utilisant la technologie « Purge and Trap » et connecté en flux continu avec un IRMS IsoPrime100<sup>TM</sup> (Elementar UK Ltd UK), équipé d'un système de dilution diluter<sup>TM</sup>. Pour chaque échantillon, trois aliquotes de 400-500  $\mu\text{g}$  de collagène sont chargés dans des capsules en étain de 3,5 x 5 mm (Eurovector, Pavia, Italy). Après combustion, le CO<sub>2</sub> formé est dilué avant d'entrer dans le spectromètre de masse. Les compositions isotopiques sont calibrées avec les standards de référence internationaux suivants : la caféine IAEA-600

( $\delta^{13}\text{C} = -27,77 \text{ ‰ V-PDB}$  et  $\delta^{15}\text{N} = +1,0 \text{ ‰ AIR}$ , Coplen *et al.*, 2006), le sucre IAEA-CH-6 ( $\delta^{13}\text{C} = -10,45 \text{ ‰ V-PDB}$ , Hut, 1987 ; Coplen *et al.*, 2006) et le sulfate d'ammonium IAEA-N-2 ( $\delta^{15}\text{N} = +20,4 \text{ ‰ AIR}$ , Gonfiantini, 1978, 1984 ; Kendall & Grim, 1990 ; Bohlke *et al.*, 1993 ; Bohlke & Coplen, 1995). Les concentrations élémentaires en carbone et en azote ont été mesurées par le détecteur à thermoconduction de l'analyseur élémentaire selon la procédure détaillée par Fourel *et al.* (2014).

#### 4. Composition isotopique du soufre ( $\delta^{34}\text{S}$ ) du collagène osseux

Les données de  $\delta^{34}\text{S}$  du collagène osseux ont été acquises au sein du LEHNA, par l'utilisation du système précédent composé d'un analyseur élémentaire vario PYROcube<sup>TM</sup> (Elementar GmbH-Germany), utilisant la technologie « Purge and Trap » et connecté en flux continu avec un IRMS IsoPrime100<sup>TM</sup> (Elementar UK Ltd UK), sans utilisation de système de dilution.

Pour chaque échantillon, trois aliquotes de 4 à 5 mg de collagène sont mélangés à la même quantité d'oxyde de tungstène  $\text{WO}_3$  (Elementar GmbH, Langenselbold, Germany), puis chargés dans des capsules en étain de 5 x 9 mm (Eurovector, Pavia, Italy). Les compositions isotopiques du soufre sont calibrées avec les standards de référence internationaux suivants : le sulfide d'argent IAEA-S-2 ( $\delta^{34}\text{S} = +22,6 \text{ ‰ V-CDT}$ , Robinson, 1995 ; Stichler, 1995), le sulfate de baryum IAEA-SO-5 ( $\delta^{34}\text{S} = +0,5 \text{ ‰ V-CDT}$ , Halas & Szaran, 2001), le soufre pur IAEA-S-4 ( $\delta^{34}\text{S} = +16,9 \text{ ‰ V-CDT}$ , Carmody & Seal, 1999 ; Qi & Coplen, 2003) et le poly(1,4-phenylene sulfone d'éther) B2203 ( $\delta^{34}\text{S} = -3,01 \text{ ‰ V-CDT}$ , Elemental Microanalysis Certificate BN/132358). Vu la faible concentration en soufre dans les échantillons ( $\%S \approx 0,2 \%$ ), des standards de concentration ont été utilisés pour générer une droite de calibration pour le détecteur à thermoconduction de l'analyseur élémentaire, dont le fonctionnement est détaillé par Fourel *et al.* (2014). Les standards utilisés sont le B2203 ( $\%S = 13,85 \pm 0,16 \%$ , Elemental Microanalysis Certificate BN/132358), la gélatine B2215 ( $\%S = 0,51 \pm 0,03 \%$ , Elemental Microanalysis Certificate 308034) et la farine de blé B2157 ( $\%S = 0,092 \pm 0,006 \%$ , Elemental Microanalysis Certificate 354738).

## 5. Rapports radiogéniques du strontium ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ) et analyses élémentaires de l'hydroxyapatite

Les concentrations élémentaires en baryum, lithium, fer, zinc, cuivre, uranium, thorium, plomb, et les terres-rares ont été mesurées par un spectromètre de masse couplé à un plasma inductif (ICP-MS) ICAP<sup>TM</sup> Q (Thermo Scientific<sup>TM</sup>) tandis que les concentrations en éléments majeurs ont été mesurées par un spectromètre à émission optique couplé à un plasma inductif (ICP-OES) X7 SII ICP-OES (Thermo Scientific<sup>TM</sup>), tous deux hébergés par le LGL-TPE au sein de l'École Normale Supérieure (ENS) de Lyon. L'ensemble des mesures ont été calibrées sur le standard NIST SRM-1400.

Les mesures du rapport radiogénique en strontium ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ) ont été également réalisées au LGL-TPE hébergé par l'ENS de Lyon, par l'utilisation d'un ICP-MS à multi collecteur Neptune Plus (Thermo Scientific<sup>TM</sup>). Le voltage a été réglé sur 15V pour la mesure de la masse 88 du strontium grâce au standard NIST SRM 987. Ce standard a été mesuré de manière répétée entre les échantillons, et a donné une valeur de  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  moyenne de  $0,710413 \pm 0,000013$  (2 déviations standard,  $n = 8$ ), qui est très proches des valeurs publiées (Muynck *et al.*, 2009). Des mesures du standard NIST SRM 1400 ont également été effectuées, et donnent une valeur de  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  moyenne de  $0,713363 \pm 0,000014$ , également très proche des valeurs de la littérature (Muynck *et al.*, 2009).

## 6. Composition isotopique de l'hydrogène ( $\delta^2\text{H}$ ) des tissus osseux et dentaires

Les données de  $\delta^2\text{H}$  ont été acquises sur trois matrices : collagène osseux, émail dentaire, et « os total » (matrice minérale + organique), au sein du LEHNA. L'analyse du  $\delta^{18}\text{O}$  du collagène est réalisée de manière conjointe à celle du  $\delta^2\text{H}$  de la même matrice, en une seule analyse.

Respectivement, cinq aliquotes de 400  $\mu\text{g}$  de collagène ; cinq aliquotes de 6 mg de poudre d'émail dentaire ; ou cinq aliquotes de 10 mg de poudre d'os sont chargés dans des capsules en argent de 5 x 9 mm (Eurovector, Pavia, Italy). L'analyse isotopique est réalisée par une pyrolyse à haute température (1450 °C) en flux continu au sein d'un analyseur élémentaire vario PYROcube<sup>TM</sup> (Elementar GmbH-Germany) connecté en flux continu avec un IRMS IsoPrime<sup>TM</sup> (Elementar UK Ltd UK), selon le modèle décrit par Fourel *et al.* (2019). L'analyse est basée sur une réduction par le chrome à haute température et sur une filtration électrostatique à haute efficacité de l'hélium au sein du spectromètre de masse. Les standards de composition isotopique utilisés sont le polyéthylène IAEA-CH-7 ( $\delta^2\text{H} = -100,3 \text{ ‰ V-SMOW}$ , Gerstenberger

& Herrmann, 1983 ; Hut, 1987 ; Coplen *et al.*, 2006), le B2203 ( $\delta^2\text{H} = -25,3 \text{ ‰ V-SMOW}$ , Elemental Microanalysis Certificate BN/132358) et le polymide aromatique B2205 ( $\delta^2\text{H} = -87,8 \text{ ‰ V-SMOW}$ , Elemental Microanalysis Certificate BN/132357). Bien que l'analyseur élémentaire vario PYROcube<sup>TM</sup> soit équipé d'un détecteur à thermoconduction, celui-ci n'est pas adapté pour la mesure des concentrations élémentaires en hydrogène (%H). Ces concentrations ont été calculées par calcul de l'aire sous le pic isotopique de la masse 2, mesurée par le spectromètre de masse, et comparée aux standards suivants : le B2203 (%H =  $3,46 \pm 0,05 \%$ , Elemental Microanalysis Certificate BN/132358) et le B2205 (%H =  $2,90 \pm 0,05 \%$ , Elemental Microanalysis Certificate BN/132357).

### **7. Datation par le radiocarbone des échantillons de collagène osseux**

La datation par le radiocarbone a été réalisée par spectrométrie de masse par accélérateur (AMS), au sein du Laboratoire de Mesure du Carbone 14 (LMC14) sur l'AMS ARTEMIS (Accélérateur pour la Recherche en Sciences de la Terre, Environnement, Muséologie Installé à Saclay) situé à Saclay, Paris, France (Moreau *et al.*, 2013). Les dates calendaires ont été déterminées par l'utilisation du logiciel OxCal v.4.4.4 (Ramsey, 1994 ; Ramsey & Lee, 2013 ; Ramsey, 2017) et l'utilisation de la droite de calibration entre âge radiocarbone et âge calendaire IntCal20 (Figure 55, Reimer *et al.*, 2020). La calibration des âges radiocarbone a été réalisée en considérant que le régime alimentaire en produit marin des individus est resté limité.



## **Chapitre 5 : Étude de l'homogénéité de l'enregistrement isotopique à l'échelle individuelle**

Les individus humains et animaux ont un squelette osseux qui se renouvelle tout au long de leur vie. La dynamique du remodelage osseux est encore difficilement estimée car elle varie en fonction de l'individu, de l'os et du tissu considéré dans l'os (Chapitre 3). Or, c'est le remodelage osseux qui intègre de nouveaux éléments chimiques (et donc de nouveaux isotopes) au sein du tissu. Il y a donc une dimension temporelle intégrée par la composition isotopique d'un os, contrairement aux dents qui sont inertes chez les humains. Ce temps peut varier en fonction de l'os considéré : il sera plus court pour une côte dont on estime le remodelage rapide (Frost, 1969) et plus long pour un os long comme le fémur (Hedges *et al.*, 2007). On pourrait également suggérer que certains comportements, comme la latéralité chez les humains, conduiraient à une usure plus importante d'un côté du squelette et donc à un remodelage plus fréquent. Au sein d'un os, Matsubayashi & Tayasu (2019) ont démontré que le remodelage du collagène se déroulait préférentiellement sur la partie médullaire de l'os cortical, contrairement à la partie externe de celui-ci, et que le signal isotopique enregistré serait donc différent. Comment cette diversité temporelle d'enregistrement peut-elle être exploitée isotopiquement ?

Les études s'intéressant à la variabilité isotopique intra-squelettique ou intra-osseuse se sont concentrées sur trois systèmes isotopiques : l'oxygène, le carbone et l'azote, mesurés sur la matrice minérale ou organique de l'os (*e.g.* Balasse *et al.*, 1999 ; Larson & Longstaffe, 2007 ; Olsen *et al.*, 2014 ; Fahy *et al.*, 2017). Or, le cycle biologique et les sources isotopiques de ces trois systèmes sont bien contraints (Chapitre 3) : l'eau de boisson pour l'oxygène, l'alimentation pour le carbone et l'azote. Une hétérogénéité isotopique observée à l'échelle individuelle peut donc être reliée à un changement de l'une de ces sources (ou les deux) : une variabilité en  $\delta^{18}\text{O}$  sera interprétée comme un changement d'eau de boisson, attribué à une mobilité géographique, tandis qu'une variation de  $\delta^{13}\text{C}$  ou  $\delta^{15}\text{N}$  sera interprétée comme un changement de régime alimentaire (Brady *et al.*, 2008 ; Fahy *et al.*, 2017). On peut ainsi tracer les comportements de vie des individus, que ce soit au niveau intra-squelettique (*e.g.* Lamb *et al.*, 2014), ou bien intra-osseux, notamment par analyse *in-situ* des ostéons (*e.g.* Larson & Longstaffe, 2007 ; Koon & Tuross, 2013 ; Maggiano *et al.*, 2019). À l'inverse, une homogénéité isotopique observée à l'échelle individuelle (Pollard *et al.*, 2012 ; Olsen *et al.*, 2014) peut être interprétée comme témoignant de la sédentarité et de la stabilité du régime alimentaire. Ces conclusions sont

## Chapitre 5 : Étude de l'homogénéité isotopique à l'échelle individuelle

cependant soumises à des hypothèses permettant de limiter les effets biologiques : par exemple, que les individus étaient en bonne santé, car des pathologies peuvent entraîner des variations isotopiques (Olsen *et al.*, 2014), et qu'ils mangeaient à leur faim, vu que la famine a des effets complexes sur le signal enregistré dans les os (Doi *et al.*, 2017).

L'étude de l'homogénéité isotopique d'un individu permet de mieux comprendre son mode de vie : c'est un outil particulièrement adapté pour étudier les humains des fosses à offrandes de Thézy-Glimont. Peu de réponses ont été apportées par les études archéologiques et anthropologiques sur leur origine et leur mode de vie (Chapitre 2, Le Béchenec *et al.*, 2016) : qui étaient-ils ? Des migrants, capturés durant des affrontements, ou des locaux ? Avaient-ils un statut social particulier ? Leur mode de vie était-il comparable à celui des habitants, connu par l'étude des restes achéozoologiques retrouvés dans les fosses-silos ?

Les trois individus les plus complets et les mieux préservés du site (TG-01, TG-02 et TG-03) ont été échantillonnés sur l'ensemble de leur squelette céphalique, axial et appendiculaire, avec respectivement 19, 14 et 19 échantillons prélevés pour TG-01, TG-02 et TG-03 (Chapitre 4). Sur l'ensemble de ces restes osseux ont été mesurées les compositions isotopiques de l'oxygène des groupements phosphates ( $\delta^{18}\text{O}_p$ ), les compositions isotopiques de l'oxygène et du carbone des groupements carbonates ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ ,  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ ), les compositions isotopiques du carbone, de l'azote et du soufre du collagène ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ ), les compositions isotopiques de l'hydrogène du collagène et de l'os complet ( $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^2\text{H}_{\text{os}}$ ) ainsi que les compositions isotopiques de l'oxygène du collagène ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$ ). Les conditions de vie et le statut des individus peuvent être interprétés à la lumière de ces résultats.

Dans un second temps, ces mêmes systèmes isotopiques (sauf le  $\delta^2\text{H}_{\text{os}}$ ) ont été étudiés sur le squelette d'humain moderne échantillonné (Chapitre 4) afin d'observer si l'étude isotopique intra-squelettique d'un individu pour lequel on ne dispose d'aucun contexte peut apporter des informations concernant son origine et son mode de vie.

## I. Étude isotopique à l'échelle intra-squelettique des humains de Thézy-Glimont

L'ensemble des résultats et interprétations concernant les compositions isotopiques mesurées à l'échelle des individus TG-01, TG-02 et TG-03 sont détaillés dans les articles scientifiques et chapitres suivants de la thèse :

- Chapitre 6 : la variabilité du  $\delta^{18}\text{O}_p$  est présentée et discutée dans l'article scientifique, tandis que la diagenèse des signatures en  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$  et  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$  est mise en évidence. L'homogénéité intra-squelettique de ces deux dernières ne seront donc pas discutées.

- Chapitre 7 : la variabilité des valeurs de  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  et  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  est présentée et discutée dans l'article scientifique.

- Chapitre 8 : la variabilité des valeurs de  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  et  $\delta^2\text{H}_{\text{os}}$  est présentée et discutée dans l'article scientifique, tandis que l'homogénéité du  $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$  est discutée dans la suite du chapitre.

L'ensemble de ces données, résumé dans le Tableau 17, et les conclusions déduites de l'étude de chaque système isotopique permettent de répondre aux problématiques posées. Les discussions de ce chapitre se concentreront sur les systèmes isotopiques de l'oxygène des groupements phosphates ( $\delta^{18}\text{O}_p$ ) et du carbone, de l'azote et du soufre du collagène ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  et  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ ), les autres systèmes isotopiques étant soit diagénéisés ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$  et  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ , Chapitre 6) soit des proxys en développement reliés aux mêmes sources d'eau de boisson et d'alimentation ( $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^2\text{H}_{\text{os}}$  et  $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$ , Chapitre 8).

De manière générale, aucun enrichissement ou appauvrissement systématique et répétable n'a été observé au sein des trois squelettes. Un changement isotopique répétable aurait pu être interprété, en lien avec la dynamique de remodelage des pièces osseuses considérées, comme un changement de source d'eau de boisson ou bien de régime alimentaire. Cela n'est pas visible ici. Les trois squelettes présentent des valeurs remarquablement homogènes de leur composition isotopique de l'oxygène des groupements phosphates de l'hydroxyapatite ( $\delta^{18}\text{O}_p$ ). L'oxygène provenant essentiellement de l'eau de boisson et étant utilisé pour tracer les migrations (Lightfoot & O'Connell, 2016 ; Maggiano *et al.*, 2019), une homogénéité sur l'ensemble du corps peut être interprétée comme une sédentarité des individus, ayant consommé la même source d'eau durant leur vie.



Individu	TG-01	TG-02	TG-03
<b><math>\delta^{18}\text{O}_p</math> moyen</b> (‰, V-SMOW)	+16,6 ± 0,2 ‰	+17,6 ± 0,2 ‰	+16,8 ± 0,3 ‰
<b>Max.</b>	+16,9 ‰	+17,4 ‰	+16,8 ‰
<b>Min.</b>	+16,1 ‰	+17,9 ‰	+17,7 ‰
<b><math>\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}</math> moyen</b> (‰, V-PDB)	-20,5 ± 0,1 ‰	-20,1 ± 0,1 ‰	-20,1 ± 0,2 ‰
<b>Max.</b>	-20,2 ‰	-19,7 ‰	-19,7 ‰
<b>Min.</b>	-20,6 ‰	-20,2 ‰	-20,2 ‰
<b><math>\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}</math> moyen</b> (‰, AIR)	+8,3 ± 0,2 ‰	+8,1 ± 0,1 ‰	+8,0 ± 0,2 ‰
<b>Max.</b>	+8,6 ‰	+8,2 ‰	+8,4 ‰
<b>Min.</b>	+8,1 ‰	+7,9 ‰	+7,8 ‰
<b><math>\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}</math> moyen</b> (‰, V-CDT)	+15,6 ± 0,9 ‰	+17,2 ± 0,9 ‰	+16,3 ± 0,9 ‰
<b>Max.</b>	+17,5 ‰	+18,3 ‰	+18,0 ‰
<b>Min.</b>	+14,3 ‰	+16,0 ‰	+15,0 ‰
<b><math>\delta^2\text{H}_{\text{coll}}</math> moyen</b> (‰, V-SMOW)	-29,5 ± 3,8 ‰	-30,0 ± 2,7 ‰	-30,9 ± 3,5 ‰
<b>Max.</b>	-20,2 ‰	-26,6 ‰	-24,1 ‰
<b>Min.</b>	-33,9 ‰	-34,3 ‰	-36,2 ‰
<b><math>\delta^2\text{H}_{\text{os}}</math> moyen</b> (‰, V-SMOW)	-52,1 ± 9,1 ‰	-51,4 ± 7,1 ‰	-65,9 ± 5,7 ‰
<b>Max.</b>	-36,3 ‰	-38,3 ‰	-53,9 ‰
<b>Min.</b>	-65,4 ‰	-63,5 ‰	-75,8 ‰
<b><math>\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}</math> moyen</b> (‰, V-SMOW)	+14,0 ± 1,8 ‰	+16,0 ± 2,1 ‰	+15,0 ± 0,8 ‰
<b>Max.</b>	+11,3 ‰	+13,8 ‰	+14,1 ‰
<b>Min.</b>	+17,0 ‰	+19,2 ‰	+17,1 ‰

Tableau 17 : Valeurs moyennes, maximales et minimales des compositions isotopiques à l'échelle squelettique des trois individus TG-01, TG-02 et TG-03. Les valeurs sont exprimées sous la forme « valeur ± déviation standard ».

La similitude des compositions isotopiques entre les trois individus, ainsi que la similitude entre compositions isotopiques de l'eau de boisson déduites du  $\delta^{18}\text{O}_p$  des humains et des animaux sacrifiés retrouvés dans les fosses, conduit également à proposer que les individus enterrés étaient autochtones et originaires de la région de Thézy-Glimont dans laquelle ils ont vécu (Clauzel *et al.*, 2020). Les compositions isotopiques du carbone ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ) et de l'azote ( $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ) sont également homogènes sur l'ensemble des individus et attestent que ces derniers ont suivi un régime alimentaire constant durant leur vie. Les valeurs, décrites et analysées dans le

## Chapitre 5 : Étude de l'homogénéité isotopique à l'échelle individuelle

Chapitre 7, sont typiques d'un régime alimentaire omnivore à base de plantes en C3, compatible avec celui décrit par l'analyse des restes zooarchéologiques observés dans les fosses-silos (Chapitre 2). Les valeurs assez faibles de  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  témoignent d'un apport limité en protéine animale et peuvent être interprétées comme attestant d'un statut social bas (Clauzel *et al.*, 2022). On peut supposer que les individus avaient, au mieux, le même niveau de vie que les personnes occupant l'habitat, et faisaient potentiellement partie de la communauté. La composition isotopique du soufre du collagène ( $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ ) est plus variable que les autres systèmes isotopiques, mais cela est essentiellement dû à une plus large variabilité des compositions isotopiques dans l'environnement ainsi qu'à une plus faible résolution analytique plutôt qu'à un changement de régime alimentaire (Clauzel *et al.*, 2022).

Plusieurs conclusions importantes peuvent ainsi être proposées concernant le statut des individus des fosses à offrandes : ceux-ci seraient sédentaires, et auraient suivi un régime alimentaire constant au long de leur vie. L'interprétation des valeurs de compositions isotopiques nous conduit de plus à proposer que ces individus étaient autochtones (Chapitre 6, Clauzel *et al.*, 2020) et de bas niveau social (Chapitre 7, Clauzel *et al.*, 2022). On peut donc écarter l'idée proposée de prisonniers de guerre sacrifiés secondairement. L'hypothèse la plus probable est qu'il s'agit d'individus locaux, esclaves ou plébéiens, sacrifiés lors de rituels spécifiques. Ils pourraient également être des criminels ou des voleurs pauvres qui faisaient régulièrement l'objet de sacrifice comme en témoigne César (La Guerre des Gaules, VI, 16) : « Ils pensent que la vie d'un homme est nécessaire pour racheter celle d'un homme, et que les dieux immortels ne peuvent être apaisés qu'à ce prix ; ils ont même institué des sacrifices publics de ce genre. [...] Ils pensent que le supplice de ceux qui sont convaincus de vol, de brigandage ou de quelque autre délit, est plus agréable aux dieux immortels ; mais quand ces hommes leur manquent, ils se rabattent sur les innocents ».

On démontre ainsi l'intérêt de l'étude isotopique à l'échelle intra-squelettique, qui permet de mieux contraindre le mode de vie, les habitudes alimentaires et les potentielles migrations des individus. À l'inverse, on démontre que dans le cas d'individus matures sans pathologie détectée, sédentaires et avec une relative constance dans leur régime alimentaire, le signal isotopique est enregistré de manière homogène dans les restes osseux. Ainsi, dans le cas de sites archéologiques où la sédentarité et le régime alimentaire peuvent être connus (*e.g.* Rafferty, 1985 ; Méniel, 1996), un os peut être considéré comme représentatif isotopiquement de l'ensemble de l'individu et des comparaisons peuvent être réalisées à partir de l'analyse isotopique d'os différents. Cela permettrait d'étendre les interprétations possibles dans le cas

de sites où les restes osseux sont très fragmentaires et peu conservés. L'homogénéité intra-squelettique pourrait également permettre le développement de méthodes d'estimation du nombre d'individus distincts isotopiquement dans le registre archéologique (Hyland *et al.*, 2021), pour l'instant seulement limitées aux restes de faune.

## II. Homogénéité isotopique à l'échelle intra-squelettique d'un humain moderne

Dans un second temps, on propose d'étudier le squelette d'humain moderne échantillonné. L'ensemble des compositions isotopiques ( $\delta^{18}\text{O}_p$ ,  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ ,  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ ,  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$ ) ont été étudiées sur les 29 échantillons prélevés. Dans l'ensemble des discussions, l'homogénéité isotopique au sein d'un individu est étudiée *via* la déviation de la valeur isotopique de l'os en prenant pour référence la valeur moyenne du squelette (« squelette »). Cette déviation est calculée par la formule :

$$\delta^Y X_{\text{squelette}}^{\text{os}} (\text{‰}) = \delta^Y X_{\text{standard}}^{\text{os}} + \delta^Y X_{\text{squelette}}^{\text{standard}} + \delta^Y X_{\text{standard}}^{\text{os}} \times \delta^Y X_{\text{squelette}}^{\text{standard}} \times 10^{-3}$$

Avec “YX” correspondant au système isotopique étudié ( $^2\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ ,  $^{18}\text{O}$ ,  $^{34}\text{S}$ )

Avec « standard » correspondant au standard de référence isotopique associé au système étudié (V-SMOW, V-PDB, AIR, V-CDT).

### A. Discussion des critères de diagenèse appliqués aux restes osseux

Les échantillons n'ayant pas séjourné dans le sol, ils n'ont fait l'objet d'aucun prétraitement préalable avant analyse, sauf une série qui a été soumise au protocole de prétraitement chimique pour les carbonates d'apatite de Koch *et al.* (1997) afin d'observer son effet sur les compositions isotopiques (Chapitre 6). Ici, les données isotopiques de carbonates considérées ont été mesurées sur des échantillons osseux n'ayant subi aucun prétraitement.

L'ensemble des données élémentaires et isotopiques mesurées sur le squelette d'humain moderne sont disponibles en Annexe 7 et en Annexe 8. La première démarche lors de l'étude isotopique de matériel archéologique est de vérifier si la composition isotopique originelle des échantillons est bien préservée. Pour cela, des critères théoriques et des méthodes d'études ont été développés, généralement sur du matériel moderne, pour vérifier la préservation du signal et l'absence de tout phénomène diagénétique (Chapitre 3). Ceux-ci vont pouvoir être testés sur

les restes osseux humains modernes, afin de vérifier s'ils tiennent compte de la variabilité biologique (et isotopique) inhérente à chaque être vivant.

L'absence d'altération diagenétique des compositions isotopiques de la matrice minérale ( $\delta^{18}\text{O}_p$ ,  $\delta^{18}\text{O}_{carb}$ ,  $\delta^{13}\text{C}_{carb}$ ) peut être vérifiée par un décalage estimé comme constant entre  $\delta^{18}\text{O}_p$  et  $\delta^{18}\text{O}_{carb}$ , les groupements phosphates et carbonates précipitant à partir de l'eau corporelle. Ce décalage est estimé entre 7 et 10 ‰ pour les humains (Chenery *et al.*, 2012). On obtient sur les échantillons moderne un décalage moyen de  $8,9 \pm 1,4$  ‰, ce qui correspond, aux incertitudes près, à ce qui est attendu.

Les mêmes auteurs ont produit une équation entre les deux systèmes isotopiques de l'oxygène pour les humains, permettant de vérifier l'altération potentiel du signal et définie par :

$$\delta^{18}\text{O}_p = 1,0322(\pm 0,008) \times \delta^{18}\text{O}_{carb} - 9,6849(\pm 0,187)$$

Lorsque les données acquises sur l'individu actuel sont représentées sur un graphe  $\delta^{18}\text{O}_p$  vs.  $\delta^{18}\text{O}_{carb}$  (Figure 60) on observe que bien que la plupart des données s'alignent sur la droite, certains points sont déviés par rapport à celle-ci.

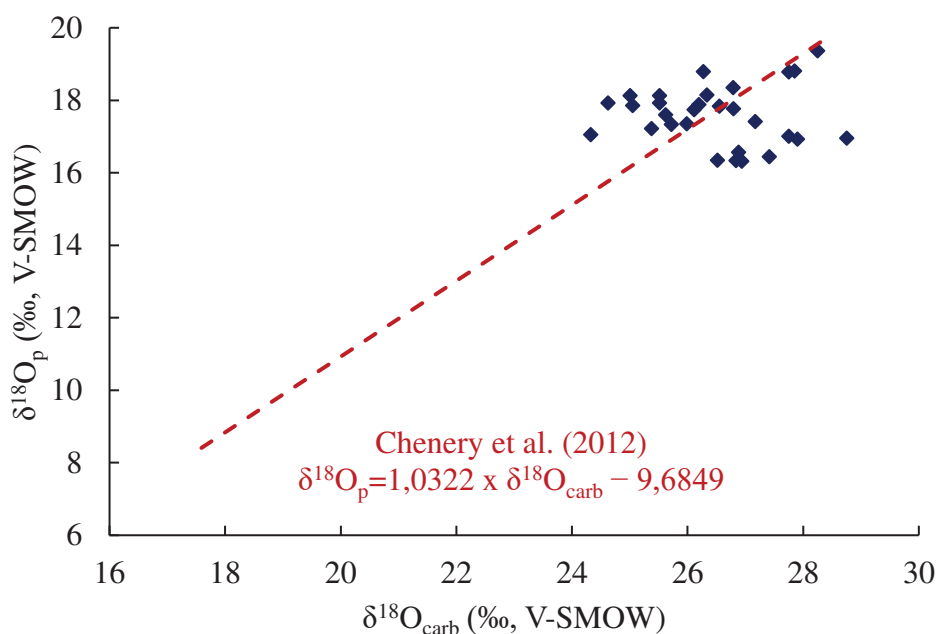


Figure 60 : Représentation des données de composition isotopique de l'oxygène des groupements phosphates ( $\delta^{18}\text{O}_p$ , ‰ V-SMOW) et des groupements carbonates ( $\delta^{18}\text{O}_{carb}$ , ‰ V-SMOW) pour les échantillons osseux de l'individu moderne. L'équation entre les deux compositions isotopiques proposée par Chenery *et al.* (2012) est également représentée.

## Chapitre 5 : Étude de l'homogénéité isotopique à l'échelle individuelle

Or, les échantillons n'ont pas pu subir d'altération du signal, n'ayant pas séjourné dans le sol. On peut proposer que la variabilité isotopique au sein du squelette moderne ne soit pas correctement représentée par l'équation de Chenery *et al.*, (2012). Cette dernière a été construite avec des données isotopiques acquises sur de l'email dentaire, qui est inerte après sa synthèse durant les premières années de vie (Chapitre 3). La variabilité isotopique osseuse, liée aux différents temps de remodelage, est plus importante et n'est pas prise en compte par l'équation. Ces observations illustrent la nécessité de multiplier les proxys indépendants pour vérifier l'altération diagénétique du signal (Chapitre 6).

La préservation de la matrice organique est vérifiée par des critères de concentrations élémentaires et de rapports molaires (Chapitre 3, Van Klinken, 1999 ; Nehlich & Richards, 2009). Ceux-ci sont remplis dans le cas du squelette moderne avec des concentrations élémentaires moyennes en carbone (%C) de  $42,8 \pm 0,9$  %, des concentrations élémentaires moyennes en azote (%N) de  $15,7 \pm 0,4$  % et des concentrations élémentaires moyennes en soufre (%S) de  $0,20 \pm 0,02$  %. Les critères de rapports molaires sont également vérifiés, avec un rapport C:N moyen de  $3,2 \pm 0,1$ , un rapport C:S moyen de  $581 \pm 74$  et un rapport N:S moyen de  $183 \pm 24$ . Récemment, Guiry *et al.* (2016) ont montré que le collagène issu d'os moderne pourrait subir une pollution lipidique lors de son extraction chimique. Ces lipides, riches en carbone et appauvris en  $^{13}\text{C}$ , diminuent la composition isotopique du carbone du collagène et augmentent la variabilité isotopique mesurée. Deux critères ont été proposés par Guiry & Szpak (2020) pour vérifier l'absence de cette pollution : un rapport molaire C:N compris entre 3,00 et 3,28 pour les mammifères, ainsi qu'une absence de relation linéaire entre  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  et C:N. Ces deux critères sont remplis ici sur l'ensemble de l'individu, avec un rapport molaire C:N moyen de  $3,17 \pm 0,07$  et une absence de corrélation entre C:N et  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  ( $r^2 < 0,01$ ).

Aucun critère de préservation n'a encore été proposé pour les autres systèmes isotopiques étudiés (hydrogène et oxygène du collagène). Ces systèmes sont soumis à des risques d'échange isotopique avec l'atmosphère (Reynard & Hedges, 2008 ; von Holstein *et al.*, 2018), et les méthodes pour s'en affranchir sont encore discutées (Chapitres 3 et 8). On remarque que les concentrations élémentaires sont reproductibles entre tous les échantillons de collagène moderne, avec une concentration élémentaire moyenne en hydrogène (%H) de  $5,3 \pm 0,3$  % et une concentration élémentaire moyenne en oxygène (%O) de  $22 \pm 1,0$  %. Cette constance dans les rapports élémentaires, observée ici seulement pour un individu, pourrait constituer un critère d'évaluation de la préservation des acides aminés du collagène pour ces systèmes isotopiques.

Cela demande néanmoins de nombreuses études complémentaires, sur du matériel moderne et archéologique.

### B. Étude de la variabilité isotopique intra-squelettique de l'individu moderne

L'ensemble des données de composition isotopique de l'individu moderne est résumé dans le Tableau 18, tandis que les variations isotopiques à l'échelle intra-squelettique sont représentées en Figure 61.

Composition isotopique	Valeur moyenne	Max,	Min,
$\delta^{18}\text{O}_p$ (‰, V-SMOW)	$+17,6 \pm 0,8$ ‰	+19,4 ‰	+16,3 ‰
$\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ (‰, V-PDB)	$-14,3 \pm 1,1$ ‰	-12,0 ‰	-15,9 ‰
$\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ (‰, V-SMOW)	$+26,5 \pm 1,1$ ‰	+28,8 ‰	+24,3 ‰
$\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ (‰, V-PDB)	$-19,7 \pm 0,3$ ‰	-19,0 ‰	-20,2 ‰
$\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ (‰, AIR)	$+11,5 \pm 0,7$ ‰	+12,5 ‰	+9,8 ‰
$\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ (‰, AIR)	$+7,2 \pm 1,5$ ‰	+10,4 ‰	+3,8 ‰
$\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ (‰, V-SMOW)	$-29,0 \pm 9,5$ ‰	-15,0 ‰	-60,2 ‰
$\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$ (‰, V-SMOW)	$+14,4 \pm 10,6$ ‰	+38,0 ‰	+3,9 ‰

Tableau 18 : Compositions isotopiques moyennes, minimales et maximales, pour chaque système isotopique mesuré sur l'ensemble squelettique de l'individu humain moderne.

On observe une variabilité isotopique plus importante pour l'individu moderne que pour les individus archéologiques précédemment étudiés. Cela peut être attribué à un échantillonnage plus important (29 prélèvements contre 19, 14 et 19 pour TG-01, TG-02 et TG-03 respectivement), ainsi qu'à une plus grande variabilité de sources d'eau de boisson et d'alimentation durant la vie de l'individu moderne.

La Figure 61 ne permet pas de déceler de variation isotopique répétable et localisée au niveau d'un type d'os ou d'une zone squelettique spécifique. On aurait pu s'attendre à une homogénéité de variation au sein des os ayant une même dynamique de remodelage (côtes, os longs, vertèbres), mais cela n'est pas observé ici. Cela met en évidence la difficulté d'aborder les thématiques de variabilité isotopique intra-squelettique uniquement par le prisme de la dynamique du remodelage osseux (Fahy *et al.*, 2017). D'autres fractionnements isotopiques complexes durant la biominéralisation et biosynthèse organique de l'os, encore mal compris, participent probablement à cette variabilité.

## Chapitre 5 : Étude de l'homogénéité isotopique à l'échelle individuelle

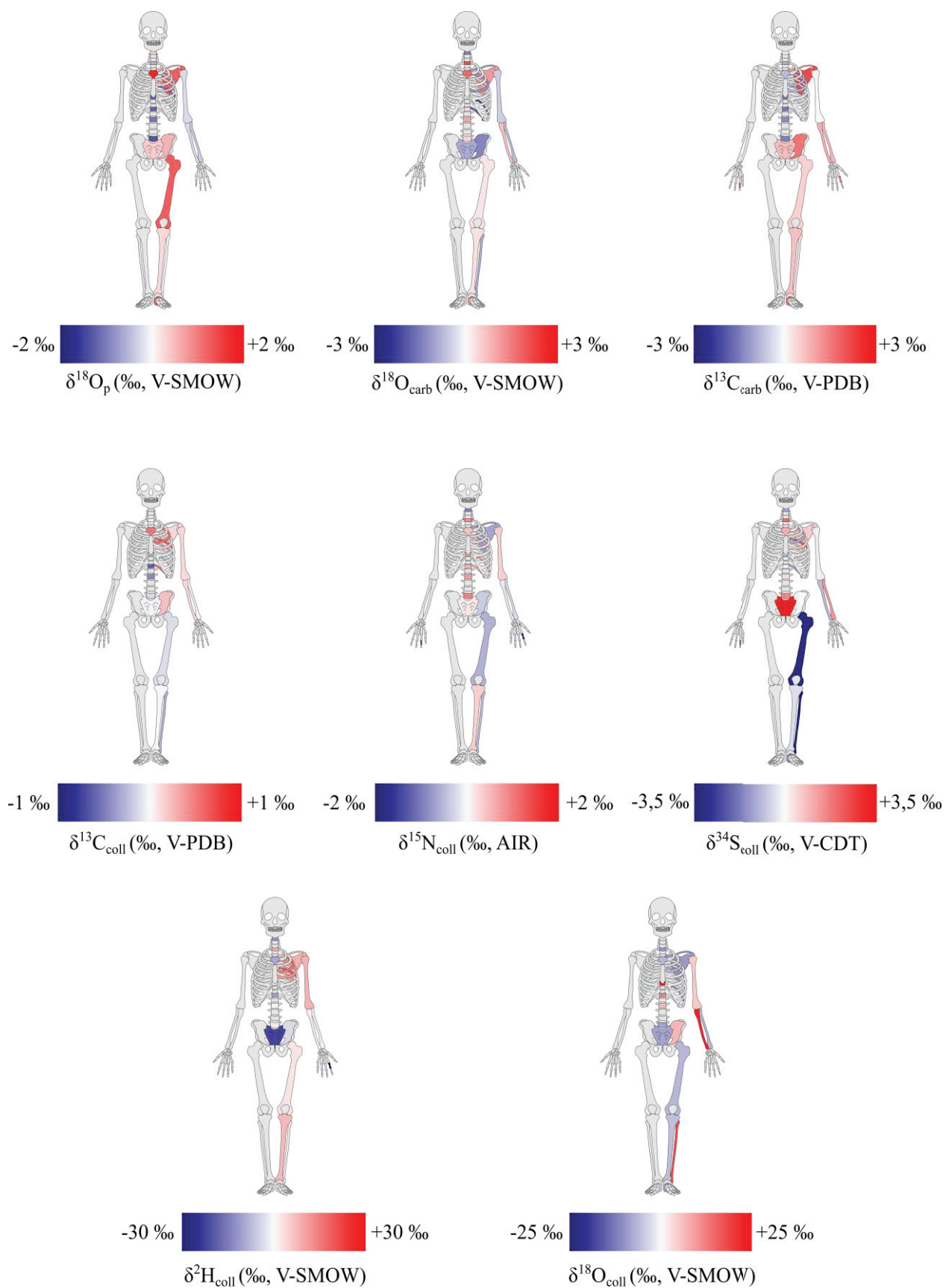


Figure 61 : Variabilité isotopique intra-squelettique des différents systèmes isotopiques mesurés sur les restes osseux de l'individu humain moderne.

## Chapitre 5 : Étude de l'homogénéité isotopique à l'échelle individuelle

La compréhension de ceux-ci constitue une piste de développement analytique intéressante car elle permettrait de préciser et de mieux contraindre les informations interprétables à partir des variations isotopiques mesurées dans un squelette humain (*e.g.* Lamb *et al.*, 2014 avec le squelette du roi Richard III d'Angleterre).

On peut également, comme dans le registre archéologique, considérer que les compositions isotopiques moyennes enregistrées à l'échelle de l'individu témoignent des ressources consommées. Dans le cas d'individus modernes, bien que l'humain ne prélève plus ses ressources uniquement dans son milieu proche, la distinction et la localisation géographique basées sur l'étude isotopique de restes osseux et dentaires sont possibles (Regan, 2006). Ces méthodes sont utilisées par la science forensique pour identifier et attribuer une origine géographique à des restes humains inconnus (Philp, 2007 ; Meier-Augenstein, 2011), notamment dans le cas de conflits militaires ou de crises humanitaires (Chesson & Berg, 2022). À titre d'exemple, Someda *et al.* (2016) ont démontré la possibilité de distinguer isotopiquement des restes de soldats japonais ou américains datant de la Seconde Guerre Mondiale. Récemment, le logiciel IsoLocate, développé par Berg & Kenyhercz (2017), fournit une estimation de la provenance géographique d'un individu sur la base des compositions isotopiques mesurées sur ses restes osseux et dentaires. Pour cela, le logiciel se base sur une analyse discriminante linéaire qui compare les compositions isotopiques mesurées à des groupes de référence. À ce jour, seuls deux grands groupes de populations sont intégrés dans le logiciel : la population des États-Unis et la population asiatique, divisée en sous-groupes (Figure 62). Lorsque les valeurs isotopiques mesurées sur l'individu moderne sont rentrées dans le logiciel ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}} = -19,7 \text{ ‰}$ ,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}} = +11,5 \text{ ‰}$ ,  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}} = +7,2 \text{ ‰}$ ,  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}} = -14,3 \text{ ‰}$ ,  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}} = +26,5 \text{ ‰}$ ), IsoLocate l'identifie comme Japonais à 96 % (Figure 62). Cette identification est possible, mais limitée par l'absence de groupes, européens notamment, de référence. Cet exemple démontre néanmoins le potentiel de l'analyse isotopique dans les domaines d'études criminalistiques et historiques.



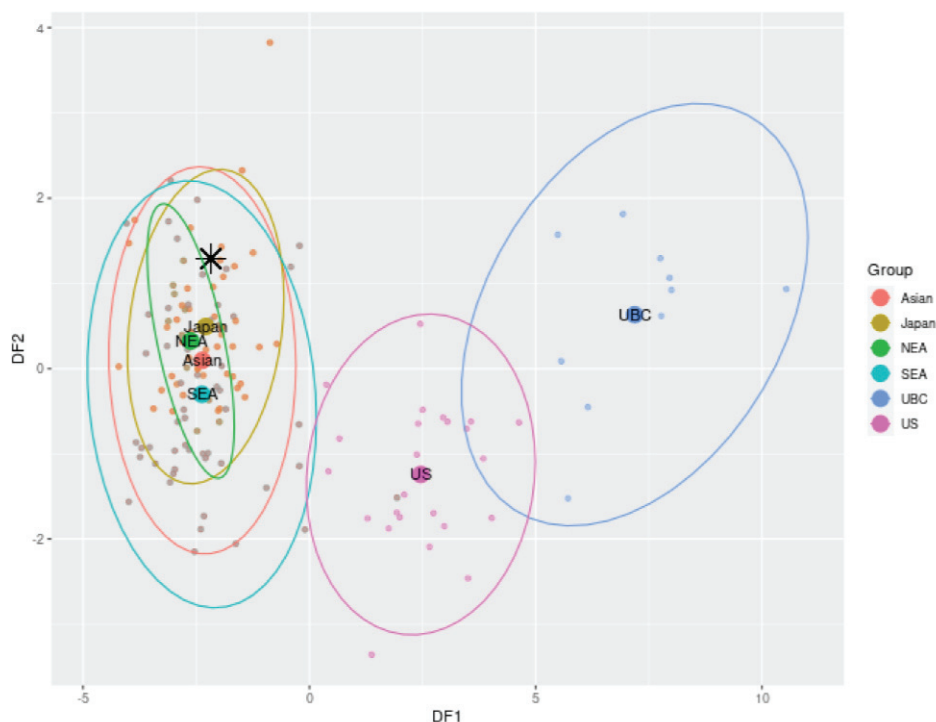


Figure 62 : Analyse discriminante linéaire des compositions isotopiques moyennes de l'humain moderne (croix noire), comparée à plusieurs groupes de références : « Asian », « Japan », « NEA » (Northeast Asia), « SEA » (Southeast Asia), « UBC » (Unidentified Cross Border, correspondant à des migrants retrouvés aux États-Unis ayant passé la frontière mexicaine) et « US » (United States), réalisée par le logiciel IsoLocate (Berg & Kenyhercz, 2017).

Contrairement aux autres systèmes isotopiques, on remarque que les compositions isotopiques de l'hydrogène et oxygène du collagène de l'individu moderne sont plus variables, avec des déviations standards à l'échelle de l'individu de  $\pm 9,5 \text{ ‰}$  et  $\pm 10,6 \text{ ‰}$ , et des différences entre maximum et minimum de  $45,2 \text{ ‰}$  et  $34,1 \text{ ‰}$ , respectivement (Tableau 18). Par comparaison des déviations standards, on observe qu'en moyenne, les valeurs individuelles de  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  et de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$  sont 10 fois plus variables que celles de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  ( $\approx \pm 10 \text{ ‰}$  vs.  $\approx \pm 1 \text{ ‰}$ ), et 20 fois plus variables que les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  et  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  ( $\approx \pm 10 \text{ ‰}$  vs.  $\approx \pm 0,5 \text{ ‰}$ ). Ces variabilités sont néanmoins inférieures ou comparables à celles observées pour les trois individus dans le registre archéologiques (Tableau 17), où les valeurs de  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  et de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$  sont en moyenne 16 fois et 8 fois plus variables que celles de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  et  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ , respectivement ( $\approx \pm 3,2 \text{ ‰}$  et  $\approx \pm 1,6 \text{ ‰}$  vs.  $\approx \pm 0,2 \text{ ‰}$ ) et 32 fois et 16 fois plus variables que les valeurs individuelles de  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  ( $\approx \pm 3,2 \text{ ‰}$  et  $\approx \pm 1,6 \text{ ‰}$  vs.  $\approx \pm 0,1 \text{ ‰}$ ). On montre ainsi que la variabilité isotopique observée chez l'individu moderne est répercutée, à un niveau moindre, dans les autres systèmes isotopiques et serait essentiellement liée à une variabilité de sources d'alimentation et d'eau de

boisson. De telles différences doivent néanmoins être prises en considération dans l'utilisation de ces systèmes isotopiques car elles dépassent les échelles des isoscapes de composition isotopique de l'hydrogène (*e.g.* Reynard *et al.*, 2020) ou de l'oxygène (*e.g.* Daux *et al.*, 2021) des précipitations utilisées dans les études de mobilité géographique. Une meilleure connaissance du cycle biologique de ces systèmes isotopiques permettra une meilleure application de ceux-ci comme proxys dans l'actuel et dans le registre archéologique (Chapitre 8).

### III. Conclusions et perspectives

L'étude de l'homogénéité isotopique à l'échelle intra-squelettique permet de reconstruire la mobilité géographique et les variations de régime alimentaire durant la vie des individus étudiés. Alors qu'une homogénéité peut être interprétée comme un mode de vie stable (sédentarité, régime alimentaire constant), une hétérogénéité est associée à de possibles migrations ou changements d'alimentation. L'étude de trois squelettes d'individus enterrés dans les fosses à offrandes de Thézy-Glimont nous permet de proposer qu'ils étaient sédentaires et plus ou moins intégrés à la communauté.

L'étude isotopique intra-squelettique d'un humain moderne a mis en évidence la nécessité de considérer la variabilité isotopique individuelle dans les critères d'identification d'altération diagenétique. Une origine géographique, bien que partielle, a pu être proposée en utilisant le logiciel IsoLocate. Des pistes de développement concernant la compréhension des phénomènes de variabilité isotopique intra-squelettique ainsi que leur application ont été proposées.

Ce chapitre illustre la manière dont l'étude du matériel archéologique contribue à une meilleure connaissance des systèmes isotopiques, et à l'inverse comment l'étude isotopique de restes biologiques permet de mieux comprendre le contexte de sites archéologiques complexes. Les prochains chapitres se concentreront sur l'études isotopique de populations gauloises, afin de proposer des reconstructions climatiques (Chapitre 6), de régime alimentaire (Chapitre 7) et d'origine géographique (Chapitre 9).



## **Chapitre 6 : Reconstruction paléoclimatique à partir de l'analyse isotopique des individus de Thézy-Glimont**

Les mesures des compositions isotopiques de l'oxygène des groupements phosphates ( $\delta^{18}\text{O}_p$ ) ont permis l'interprétation des températures moyennes de l'air sur le site de Thézy-Glimont. L'ensemble de ces résultats est présenté dans un article scientifique. À la suite de celui-ci, les mesures isotopiques réalisées sur l'eau de l'Avre, la rivière bordant le site, seront présentées et interprétées. Enfin, les résultats de composition isotopique mesurées sur les carbonates d'apatite des individus du site seront présentés et discutés.

- I. Article scientifique publié : « The Gauls experienced the Roman Warm Period: oxygen isotope study of the Gallic site of Thézy-Glimont, Picardie, France »

Cet article scientifique a été publié en novembre 2021 dans *Journal of Archaeological Sciences : Reports* (Elsevier<sup>®</sup>). Référence : Clauzel, T., Richardin, P., Ricard, J., Le Béchenec, Y., Amiot, R., Fourel, F., Phouybanhdyt, B., Vinçon-Laugier, A., Flandrois, J.-P., & Lécuyer, C. (2020). The Gauls experienced the Roman Warm Period: Oxygen isotope study of the Gallic site of Thézy-Glimont, Picardie, France. *Journal of Archaeological Science: Reports*, 34, 102595. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102595>

Résumé :

L'Optimum Climatique Romain (450 BCE à 500 AD) est un épisode climatique qui a joué un rôle clé dans le développement de la civilisation romaine. Cette étude fournit de nouvelles estimations de températures moyennes de l'air (TMAs) déduites de l'analyse de la composition isotopique de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}$ ) de 80 restes osseux et dentaires provenant de 8 humains et 8 animaux du site gaulois de Thézy-Glimont, Picardie, France, daté entre le III<sup>ème</sup> et le II<sup>ème</sup> siècle BCE. Des prélèvements osseux ont été réalisés le long du squelette céphalique, axial et appendiculaire de trois individus humains. Ceux-ci présentent des valeurs de  $\delta^{18}\text{O}$  des groupements phosphates de l'hydroxyapatite homogènes, suggérant que ces individus étaient locaux et sédentaires. L'ensemble des individus du site sont supposés boire l'eau de la rivière bordant le site archéologique, l'Avre. Les TMAs ont été reconstruites en combinant (1) les équations de fractionnement isotopique de l'oxygène entre groupement phosphates et eau de boisson et (2) les équations entre  $\delta^{18}\text{O}$  de l'eau de boisson et TMAs. Selon l'équation utilisée, les TMAs reconstruites sont de  $10,2\text{ °C} \pm 1,4\text{ °C}$  et  $10,5\text{ °C} \pm 1,7\text{ °C}$ , ce qui est comparable aux températures actuelles ( $10,9\text{ °C}$ ). Cette étude met en évidence que les populations gauloises ont vécu sous des hautes températures depuis l'initiation de l'Optimum Climatique Romain.

The Gauls experienced the Roman Warm Period: oxygen isotope study of  
the Gallic site of Thézy-Glimont, Picardie, France

Thibault Clauzel<sup>a</sup>, Pascale Richardin<sup>b,b'</sup>, Jannick Ricard<sup>c</sup>, Yves Le Béchenec<sup>c</sup>, Romain Amiot<sup>a</sup>,  
François Fourel<sup>d</sup>, Brian Phouybanhdyt<sup>b,e</sup>, Arnauld Vinçon-Laugier<sup>a</sup>, Jean-Pierre Flandrois<sup>f</sup> and  
Christophe Lécuyer<sup>a,\*</sup>, §

a: Univ Lyon, Univ Lyon 1, ENSL, CNRS, LGL-TPE, F-69622, Villeurbanne, France

b: Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France C2RMF, Palais du Louvre, Porte des Lions, 14  
quai François Mitterrand, 75001 Paris, France

b': PRETECH – Préhistoire et Technologie, CNRS UMR7055, Université Paris Nanterre, Nanterre, France

c: TRAME (Université de Picardie Jules Verne) & Unité Mixte de Recherche n° 8546, AOrOc, CNRS, ENS Ulm,  
Paris, France

d: Laboratoire d'Ecologie des Hydrosystèmes Naturels et Anthropisés, CNRS UMR 5023, Université Claude  
Bernard, Lyon 1, France

e: GEOTRAC - Géochronologie Traceurs Archéométrie LSCE- Laboratoire des Sciences du Climat et de  
l'Environnement [Gif-sur-Yvette] : DRF/LSCE

f: Université de Lyon, CNRS, UMR 5558, Laboratoire de Biométrie et Biologie Evolutive, Villeurbanne, France

\*: also at Institut Universitaire de France

§: corresponding author, email address: christophe.lecuyer@univ-lyon1.fr

**Abstract**

The Roman Warm Period (from  $\approx 300$  BCE to  $\approx 300$  AD) is a climatic optimum, which had a key role in the development of the Roman civilization. This study provides new Mean Air Temperatures (MATs) inferred from the oxygen isotope composition of 80 bones and teeth apatite from 8 humans and 8 animals of the Gallic site of Thézy-Glimont, Picardie, France, dated between the 3<sup>rd</sup> and 2<sup>nd</sup> century BCE. Various bones from the cephalic, axial and appendicular skeleton of three human individuals were sampled. All bones have similar phosphate  $\delta^{18}\text{O}$  values for each individual, showing that the oxygen isotope signal of phosphate groups may be homogeneously recorded in bones. The sampled individuals were assumed to drink water from the nearby Avre river collecting local meteoric waters. The MATs were reconstructed combining (1) oxygen isotope fractionation equations between phosphatic tissues ( $\delta^{18}\text{O}_p$ ) and drinking water ( $\delta^{18}\text{O}_w$ ), and (2) relationships between MATs and  $\delta^{18}\text{O}_w$ . Depending on the used MAT- $\delta^{18}\text{O}_w$  relationship, the reconstructed MATs are  $10.2^\circ\text{C} \pm 1.4^\circ\text{C}$  and  $10.5^\circ\text{C} \pm 1.7^\circ\text{C}$ , which are comparable to present days ( $10.9^\circ\text{C}$ ). This study shows that the Gallic civilization also experienced relatively high temperatures since the initiation of the Roman Warm Period.

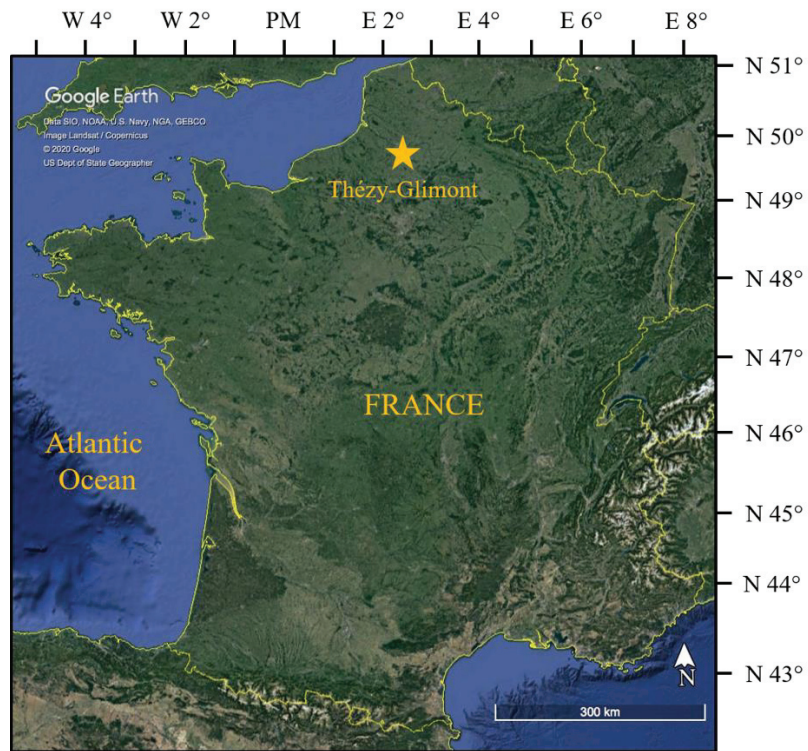
**Keywords:** oxygen isotopes; human skeleton; climate; Gauls, Roman Warm Period

## Introduction

Although the Holocene is considered to be a very stable interglacial period, climatic variations from the centennial- to millennial-scale have been identified (Holzhauser et al., 2005; Caroli and Caldara, 2007; Lirer et al., 2014; Luterbacher et al., 2016; Cisneros et al., 2016). These variations are considered to be key elements in the rise and fall of civilizations. For instance, the Medieval Warm Period witnessed the development of rural populations in Europe linked to very productive harvests. Cities developed and major cultural innovations took place during warm periods due to land shortages and increasing food requirements (Fagan, 2008). On the other hand, at the end of the Late Bronze Age, most eastern Mediterranean urban centers were either destroyed or abandoned throughout the Middle East and the Aegean area. Some authors have recently suggested that a centuries-long megadrought caused the widespread collapse of Bronze Age Palatial civilization (Kaniewski et al., 2010; Drake, 2012). The Roman Warm Period (RWP), also called the Roman Climatic Optimum or the Roman Humid Period, is a climatic variation of interest clearly identified in the European record. The RWP is identified as a key period for the development of the Roman culture all around the Mediterranean basin. The concept of the RWP in Europe was first evoked by Lamb (1995) who provided a synthesis of archaeological, glaciological and palynological studies. The temporal definition of the RWP varies from one study to another, which may be due to the diversity of climate proxies and records in Europe. On average, its period extends between  $\approx 300$  BCE and  $\approx 300$  AD. The most direct proxies of the RWP are archaeological testimonies. Pliny the Elder (23-79 AD) testifies that, contrary to what had been the custom in earlier centuries, vines and olive trees were cultivated farther north in Italy. Ptolemy of Alexandria (100-168 AD) noticed that, around 140 AD, it rained every month of the year except August. McCormick et al. (2012) developed an online database referencing archaeological evidence of climate conditions during the Roman Period.

Although the RWP has been intensively studied in the European record, its climate characteristics remain unclear. Most of the studies of continental western Europe (essentially Spain, France and Italy) suggest a warm (*e.g.* McDermott et al., 2001; Roberts et al., 2001; Desprat et al., 2003; Holzhauser et al., 2005; Frisia et al., 2005; Berger and Bravard, 2012; Esper et al., 2012) and humid (*e.g.* Nesje et al., 2000; Wick et al., 2003; Ferrio et al., 2006; Magny et al., 2007; Migowski et al., 2006; Zanchetta et al., 2007) climatic episode.





(a)



(b)

**Figure 1:** (a) Geographic map of France with the location of the Gallic site of Thézy-Glimont, Picardie, France. PM = Prime Meridian. The datum used for latitude and longitude is WGS84. Picture was taken from Google Earth™. (b) General plan of the archaeological site. 1: Area where the excavated graves are located. 2: Intermediate area. 3: Enclosure with iron furniture and weapons. In gray is represented a trench from World War 1 (1918). The background image was taken from Google Maps™.

All the studies reconstructing the level of the Dead Sea also suggest a humid episode (Frumkin et al., 1991; Heim et al., 1997; Bookman et al., 2004; Migowski et al., 2006). The data coming from coastal and marine sediments from all over the Mediterranean basin highlight a dry climate prevailing during the RWP (Schilman et al., 2001; Marquer et al., 2008; Piva et al., 2008; Combourieu Nebout et al., 2009). This conflicts with the data coming from continental Europe presented above, and suggests that the Mediterranean basin was under the influence of a distinct climate regime during this episode.

High latitude records show a rather cold episode as documented in Iceland (Dahl-Jensen et al., 1998; Seidenkrantz et al., 2007). There are some records of a cold climate period in mid-latitudes, either in continental (Issar and Yakir, 1997; Baier et al., 2004; Mangini et al., 2005; Büntgen et al., 2011) or oceanic (Bond et al., 2001; Taricco et al., 2009; Wang et al., 2012; Lirer et al., 2014) environments. These temperature discrepancies may be explained by the existence of three cold and dry intervals during the RWP, which are named Roman I to III (Lirer et al., 2014; Margaritelli et al., 2016).

Variations of solar irradiance are currently invoked to explain the RWP (Bond et al., 2001; Jiang et al., 2005; Mangini et al., 2005; Wang et al., 2012). Some studies highlight correlations between solar activity variations and oceanic (Taricco et al., 2009; Lirer et al., 2014) or continental (Mangini et al., 2005; Margaritelli et al., 2016) records, suggesting that variations in solar activity may be the main mechanism responsible for the RWP. Dermody et al. (2012) have presented a model of a climatic “see-saw” between western/coastal Europe and Mediterranean/Eastern Europe, where solar activity variations trigger a change in the position and intensity of jet streams through thermal variations of the North Atlantic Ocean. However, these interpretations must be taken with caution, as the role of solar activity as a driver for climate variations is questionable and has been challenged in the last decades (*e.g.* Csiró, 1983; Haigh, 2007; Lockwood, 2012; Oldenborgh et al., 2013).

All the presented records suffer from significant dating uncertainties and, for most of them, are not focused on the RWP. No climatic reconstruction coming from human or animal bones is available so far for this period. This study aims to present stable isotope proxy records of Mean Air Temperature (MAT) inferred from vertebrate remains. Samples have been collected from an archaeological site, well constrained in space and time, which is located in the North of France where an especially important lack of data has been noticed. The studied population belongs to the Gallic civilization. The Gauls, who came from Celtic populations, occupied most of Western Europe during the Iron Age (800 BCE – 50 BCE). Between the 2<sup>nd</sup> and 1<sup>st</sup> century BCE, the Roman Empire was involved in territorial conquests from minor Asia through

Northern Africa and Greece to Western Europe, which includes Gallic territories. Therefore, the study of Gallic archaeological sites may bring information dealing with the transition from the Iron Age Cold Epoch and the RWP or the first part of the RWP, until  $\approx 0$  AD when all populations are expected to have been under the control of the Roman Empire.

The climate characteristics of the RWP can be studied at mid-to-low latitudes using the oxygen isotope composition of meteoric waters ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$ ), which strongly depends on air temperature, humidity, the trajectories of humid air masses and the amount of precipitation (Dansgaard, 1964). Reconstructing the past  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  variations of meteoric waters permits an estimation of the past variations of those climate parameters.

It is known that the oxygen isotope composition of phosphate group ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$ ) from mineralized tissues of mammalian individuals (bones, teeth) is related to the oxygen isotope composition of drinking water ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{w}}$ ) (Longinelli, 1984; Luz et al., 1984; Luz and Kolodny, 1985; Kohn, 1996). During pre-industrial times, most of the consumed water came from local sources (wells, springs, nearby watercourses), which are derived from local meteoric waters (Daux et al., 2005; Darling, 2006). The contribution of water from food varies from one species to another, according to the water-turnover of the animal (Kohn, 1996). Water turnover scales to body-mass for most terrestrial vertebrates (Eberhardt, 1969). Humans are medium omnivores with moderate water turnover, around 5 to 10% of total body water per day (Shimamoto and Komiya, 2000), which means that the  $\delta^{18}\text{O}$  of water ingested is strongly and mainly imprinted by the  $\delta^{18}\text{O}$  of drinking water. The cooking operation of brewing or stewing may lead to an isotopic enrichment of the water contained in food compared to meteoric water (Brettell et al., 2012), but its effect is not unanimous (*e.g.* Daux et al., 2008).

Therefore, measuring the oxygen isotope composition of phosphatic tissues from terrestrial mammals allows the  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  of contemporary meteoric waters to be calculated, hence climate parameters such as MAT to be quantified. We demonstrate in this study that the reconstructed MATs at Thézy-Glimont were similar to those of today.

## Material and methods

### *The Gallic site of Thézy-Glimont*

The Gallic site of Thézy-Glimont is located in the Valley of the Somme, in the region of Picardie, France, 15 km southeast from the city of Amiens. (Figure 1). The site was excavated in the context of rescue archaeology by the Service d'Archéologie Préventive Amiens Métropole (SAAM) between November 2012 and May 2013 (Le Béchenec et al., 2016).

Picardie is located at mid-latitude (49°N-50°N) in the northwest of Europe, climatically under the prevailing fresh and humid westerlies from the North Atlantic Ocean. The climate is rated as Cfb (warm temperate, fully humid with warm summers) according to the Köppen-Geiger classification (Kottek et al., 2006) with a yearly average temperature of 10.9°C and a small seasonality amplitude of  $\pm 5.4^\circ\text{C}$  throughout the years 1980 to 2010 (data from Météo France<sup>TM</sup>). The yearly precipitation rate is 631 mm, with a small seasonality amplitude of  $\pm 7$  mm, July and December being the two most humid months.

Thézy-Glimont (49°48'N – 2°25'E) is located at the bottom of the Avre Valley, which is a tributary of the Somme river. The Avre river is assumed to have been the drinking water source of the inhabitants of Thézy-Glimont as it is located on the edge of the archaeological site and no water wells have been observed.

The SAAM highlighted 17 rectangular graves during the excavation. The graves contain horses (*Equus caballus*), bovids (*Bos taurus*) and a human (*Homo sapiens*) for most of them. Sometimes a pig (*Sus scrofa*) has been found. All deposits seem to be intentional and organized. They were filled with the same sediment (white chalk) coming from the digging, whereas the tradition of Gallic funeral practices is usually cremation. The excavation report chooses to present the graves as “offering graves”, even if their true nature is not fully understood (Le Béchenec et al., 2016). A total of 8 human, 12 horse, 39 bovid and 3 pig skeletons were excavated from the 17 graves.

All 8 humans, 2 horses, 5 bovids and 1 pig were sampled from this corpus (see Table 1). A great number of sampled individuals come from TGV 1135 as it was the first grave to be excavated, the biggest of the archaeological site and the one with the highest number of individuals. The humans are all young males without any noticeable disease. The human identified as sample TG-02 is the youngest, around 15 years old, while TG-05 is the oldest (between 30 and 59 years old). The forensic expertise suggested a quick burying after death before the rigor mortis happened.

Eighty samples (bones and teeth) were collected (Table 1). Bone samples were collected using a toothless diamond saw blade fitted to a Dremel™ drill. Various elements coming from the axial, cephalic and appendicular skeletons of TG-01, TG-02 and TG-03 were sampled along with 19 bones for TG-01, 14 for TG-02 and 19 for TG-03, respectively (Figure 2). The bone samples were first abraded using a surgical knife in order to remove the altered layer at the surface and grossly crushed using a hammer. All samples were washed with acetone to degrease them, rinsed three times with Ultrapure™ water and dried in an oven under medium vacuum, at 60°C, for 24 hours. Clean samples were then crushed in fine powder using a Pulverisette 7™ planetary ball mill composed of zirconium oxide. Teeth were extracted from the skulls by gently pulling them from their sockets. They were rinsed with Ultrapure™ water and cleaned using a toothbrush. The powder was obtained by drilling the enamel of the teeth with a Dremel™ diamond-head drill bit.

#### *Dating of the archaeological site*

During the excavation of the archaeological site, Beta Analytics™ realized <sup>14</sup>C datings on 13 samples, giving dates with 68.3% probability (1σ) between 200 BCE and 5 AD. New <sup>14</sup>C dates were realized on collagen extracted from 7 human, 2 horse and 1 bovid bones. The protocol of the extraction of soluble collagen was based on the method described by Longin (1971) and has been previously described in detail by Richardin et al. (2017).

All measurements were performed with Accelerator Mass Spectrometry techniques from the Artemis AMS facility at Saclay (France) (Moreau et al., 2013). Calendar dates were determined using the OxCal v.4.2 procedure and the most recent calibration curve data for the Northern Hemisphere, IntCal13 (Reimer et al., 2013). Calibration of radiocarbon ages was performed considering that the contribution of marine products to the diet of the Gauls remained marginal. Calibrated date ranges (Table 1) correspond to 95.4% probability (2σ). The archaeological site is dated with 95.4% certainty between 350 BCE and 60 BCE with the highest probability being between 350 BCE and 200 BCE, one century earlier than previously proposed. There are no obvious differences among and between the humans and the animals, therefore all the graves seem contemporary, their digging possibly spread over a century.

Grave	Individual	Type	Sex	Age (years)	Sample type	<sup>14</sup> C dates (BP)	Calibrated dates - 2σ (95.4%)§
<b>TGV 1135</b>	TG-01	<i>Homo sapiens</i>	Male	< 30	*	2160 ± 30 2190 ± 30	358 cal BCE (56.7%) 280 cal BCE 258 cal BCE (2.6%) 243 cal BCE 236 cal BCE (36.1%) 170 cal BCE
					1st premolar (PM1)	-	-
					1st molar (M1)	-	-
					2 <sup>nd</sup> molar (M2)	-	-
<b>TG-CH1</b>		<i>Equus caballus</i>	Male	3	Left phalanx	2130 ± 30	350 cal BCE (10.5%) 308 cal BCE 210 cal BCE (84.9%) 52 cal BCE
						2150 ± 30	356 cal BCE (59.0%) 286 cal BCE
					3rd molar (M3)	2180 ± 30 2190 ± 30	234 cal BCE (36.4%) 170 cal BCE
<b>TG-B1</b>		<i>Bos taurus</i>	Female	4	Right phalanx	-	-
	TG-B2	<i>Bos taurus</i>	Male	young	Left talus	-	-
	TG-B3	<i>Bos taurus</i>	Male	2	Left phalanx	-	-
	TG-B4	<i>Bos taurus</i>	Male	4	Left phalanx	-	-
<b>TG-CO1</b>		<i>Sus scrofa</i>	Male	-	Right Radius	2170 ± 30 2205 ± 30	359 cal BCE (59.2%) 274 cal BCE 261 cal BCE (36.2%) 184 cal BCE
					Rib	-	-
					Vertebra	-	-
<b>TGV 1249</b>	TG-02	<i>Homo sapiens</i>	Male	15	*	2200 ± 30 2170 ± 30	358 cal BCE (59.2%) 276 cal BCE 260 cal BCE (36.2%) 180 cal BCE
					1st premolar (PM1)	-	-
					1st molar (M1)	-	-
					3rd molar (M3)	-	-
<b>TGV 1450</b>	TG-03	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult	*	2185 ± 30	361 cal BCE (95.4%) 172 cal BCE
					1st premolar (PM1)	-	-

								2nd molar (M2)	-	-
								3rd molar (M3)	-	-
<b>TGV 1219</b>	TG-04	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult				Right femur	2195 ± 30 2175 ± 30	358 cal BCE (59.0%) 276 cal BCE 260 cal BCE (36.4%) 180 cal BCE
<b>TGV 1138</b>	TG-05	<i>Homo sapiens</i>	Male	30 to 59				Right femur	2180 ± 30 2145 ± 30	356 cal BCE (46.7%) 284 cal BCE 256 cal BCE (0.5%) 250 cal BCE 235 cal BCE (46.0%) 156 cal BCE 134 cal BCE (2.1%) 116 cal BCE
	TG-CH2	<i>Equus caballus</i>	Male	5				Molar	2120 ± 30 2135 ± 30	344 cal BCE (4.3%) 322 cal BCE 206 cal BCE (87.9%) 88 cal BCE 76 cal BCE (3.2%) 58 cal BCE
<b>TGV 1140</b>	TG-06	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult				Right femur	2170 ± 30 2145 ± 30	355 cal BCE (40.5%) 289 cal BCE 232 cal BCE (51.0%) 151 cal BCE 136 cal BCE (3.9%) 114 cal BCE
<b>TGV1206</b>	TG-07	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult				Right femur	2200 ± 30 2225 ± 30	364 cal BCE (95.4%) 203 cal BCE
<b>TGV 1246</b>	TG-08	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult				Tibia	-	-
<b>TGV 1222</b>	TG-B5	<i>Bos taurus</i>	Male	2 to 3				3rd molar	2135 ± 30 2160 ± 30 2115 ± 30	346 cal BCE (8.2%) 320 cal BCE 206 cal BCE (87.2%) 102 cal BCE

**Table 1:** Grave, nature, identification and corresponding dates (at 95.4% certainty) inferred from <sup>14</sup>C dating of the samples from Thézy-Glimont. The archaeological data come from Le Béchenec et al. (2016).

\* corresponds to the three individuals for which various bones were sampled, see Figure 2.

§: If there are two or three dates from the same sample, the radiocarbon dates have been combined before calibration. Such a combination is checked for internal consistency by a chi-squared test which is performed automatically by the OxCal™ program.

*Bone turnover and isotope homogeneity*

The bone tissue is vascularized, composed at 60 to 70% of hydroxyapatite crystals tightly intergrown with an organic matrix predominantly composed of type I collagen for 20 to 30%. Several ion substitutions can be observed in the crystalline matrix (LeGeros, 1981; Wopenka and Pasteris, 2005). Enamel from teeth has much larger bioapatite crystals and a very low organic content, which makes it less sensitive to diagenesis (Tütken and Vennemann, 2011). Bone and tooth formation starts in the embryo, but human teeth complete accretion long before bone growth has finished. The human permanent dentition is expected to be fully formed at about 12 years, while a complete bone structure can be achieved at the age of 20. Tooth enamel and dentine grow by accretion and do not renew afterwards. On the contrary, there is a set-up of re-absorption of old bone (both organic and inorganic matrix) and deposition of new bone tissue. At maturity, this mechanism happens to be continuous and the bone is said to “turnover”. For a young adult, the total bone tissue is expected to turnover every five to six years, although it may depend on the bone region or the individual health status (Glimcher, 2006). Therefore, the stable isotope composition of the bone tissue only represents the last 5 to 10 years of the individual life, while that of a tooth will represent the first 12 years of life. Some studies use the discrepancy of bone turnover to highlight a change of the diet (*e.g.* Lamb et al., 2014). Because of poor conservation of the material in the field, the lack of articulations between bones or the preciousness of samples, most isotope studies on bone material are realized on one bone (generally the femur or the rib) and assume the value is representative of the whole individual characteristics (*e.g.* Prowse et al., 2004; Jay and Richards, 2006). However, if bone turnover is highly variable at the intra- and inter-individual scale, we can wonder to what extent the isotope study of one bone is representative of the whole skeleton? To investigate this issue, several parts (bones and teeth) of the same skeleton have been sampled from the three best conserved and most complete skeletons of human individuals (TG-01, TG-02 and TG-03) excavated in Thézy-Glimont (see Figure 2). Intra-comparisons of the oxygen isotope composition of mineralized tissues were realized for each individual.

*Oxygen isotope ratios of apatite phosphate*

Oxygen isotopic analyses were performed with stable isotope mass spectrometry techniques. Phosphate ions were extracted from the apatite using a wet chemistry procedure. After the dissolution of about 30 mg of each sample in 2 mL of 2M HF at ambient temperature for 24



hours, the  $\text{CaF}_2$  precipitate was separated from the sample solution by centrifugation. The phosphate ions were neutralized with KOH and isolated using a strong anionic resin (Amberlite IRN 78) before being precipitated as silver phosphate following the method first described by Crowson et al. (1991) and slightly modified by Lécuyer et al. (1993). The oxygen isotope data were obtained using a high-temperature pyrolysis continuous flow technique developed by Lécuyer et al. (2007) and Fourel et al. (2011). For each sample, five aliquots of 400–500  $\mu\text{g}$  of silver phosphate were mixed with 500  $\mu\text{g}$  of carbon loaded into 3.5x5 mm silver foil isotope grade capsules (Eurovector<sup>TM</sup>). Pyrolysis was performed at 1450°C using a PYROcube<sup>TM</sup> elemental analyzer (Elementar GmbH-Germany) interfaced in continuous flow mode with an isotopic ratio mass spectrometer Isoprime<sup>TM</sup> (Elementar UK Ltd UK). Measurements were performed with CO gas separated by purge and trap technology within the PYROcube<sup>TM</sup> system at the Laboratoire de Géologie de Lyon and at the Laboratoire d'Ecologie des Hydrosystèmes Naturels et Anthropisés, both hosted by the Université Claude Bernard Lyon 1. The official unit for isotopic ratios is the Urey (Ur), although the unit commonly used is the permil (‰, 1‰ = 1mUr). For practical reasons, data are reported as  $\delta^{18}\text{O}$  values with respect to V-SMOW in ‰ units.

Oxygen isotope compositions were drift corrected to account for instrumental variations. Results were calibrated against silver phosphate samples of known  $\delta^{18}\text{O}$  values precipitated from the NBS120c standard for which the  $\delta^{18}\text{O}$  value was fixed at 21.7‰ (V-SMOW) (Lécuyer et al., 1993; Chenery et al., 2010; Halas et al., 2011), as well as with NBS127 (barium sulfate) having a certified value of 9.3‰ (V-SMOW) (Hut, 1987). NBS120c standards were converted into silver phosphate along with the samples from each chemistry batch and considered as “internal standards”. They have  $\delta^{18}\text{O}$  values that range from 21.4‰ to 22.2‰ with a mean value of  $21.76 \pm 0.25$ ‰ ( $n=12$ ). The analytical uncertainty for samples is always lower than 0.3‰ ( $2\sigma$ ).

## Results

### *Intra-skeletal variability of the $\delta^{18}\text{O}_p$ from human bones*

The intra-skeletal variability of the  $\delta^{18}\text{O}_p$  values from the three human individuals TG-01, TG-02, TG-03 range from 16.1‰ to 16.9‰ with a mean value of 16.6‰ for TG-01, from 17.4‰ to 17.9‰ with a mean value of 17.6‰ for TG-02 and from 16.4‰ to 17.3‰ with a mean value of 16.8‰ for TG-03 (Figure 2). The standard deviation, representing the intra-skeletal variability of oxygen isotope composition, is respectively 0.2‰, 0.2‰ and 0.3‰ for TG-01, TG-02 and TG-03. Local deviations of bones  $\delta^{18}\text{O}_p$  from the average skeleton  $\delta^{18}\text{O}_p$  value has been calculated for each individual as follows:

$$\delta^{18}\text{O}_{\text{skeleton}}^{\text{bone}}(\text{‰}) = \delta^{18}\text{O}_{V\text{-SMOW}}^{\text{bone}} + \delta^{18}\text{O}_{\text{skeleton}}^{V\text{-SMOW}} + \delta^{18}\text{O}_{V\text{-SMOW}}^{\text{bone}} \times \delta^{18}\text{O}_{\text{skeleton}}^{V\text{-SMOW}} \times 10^{-3}$$

No localized and repeatable enrichment or depletion in  $^{18}\text{O}$  relative to the average  $\delta^{18}\text{O}_p$  value is observed among the three individuals.

### *Oxygen isotope values of phosphatic tissues*

The oxygen isotope compositions of apatite phosphate from the 80 samples were analyzed (Figure 3, Supplementary Table 1). The  $\delta^{18}\text{O}_p$  values of human bones and teeth range from 15.1‰ to 18.0‰. Teeth are systematically enriched in  $^{18}\text{O}$  relative to bones by respectively 0.9‰, 0.3‰ and 0.9‰ for TG-01, TG-02 and TG-03. Human bones have a mean  $\delta^{18}\text{O}_p$  value of 16.2‰ with a standard deviation of 0.8‰. TG-02, who is the youngest analyzed individual, is significantly enriched by 1.3‰ compared to the other humans. The analyzed pig has a mean  $\delta^{18}\text{O}_p$  value of 15.6‰ with a standard deviation of 0.5‰. The bones from 5 bovids have a mean  $\delta^{18}\text{O}_p$  value of 17.3‰ with a standard deviation of 0.2‰, while the two teeth from individuals TG-B4 and TG-B5 have a mean value of 16.1‰ and a standard deviation of 0.1‰. Teeth are significantly depleted in  $^{18}\text{O}$  by 1.3‰ relative to bones. No significant isotopic difference is observed relative to sex (TG-B1 versus the others) or to the grave the individuals were buried in (TG-B5 versus the others). Molars from the two horses have a mean value of 15.8‰ with a standard deviation of 0.6‰. In the case of the horse TG-CH1, the bone  $\delta^{18}\text{O}_p$  value is 1.4‰ higher than that of the tooth. The bones of herbivores (horse, bovid) have a mean  $\delta^{18}\text{O}_p$  of 17.5‰, while the average  $\delta^{18}\text{O}_p$  for omnivores (human, pig) is 15.9‰.

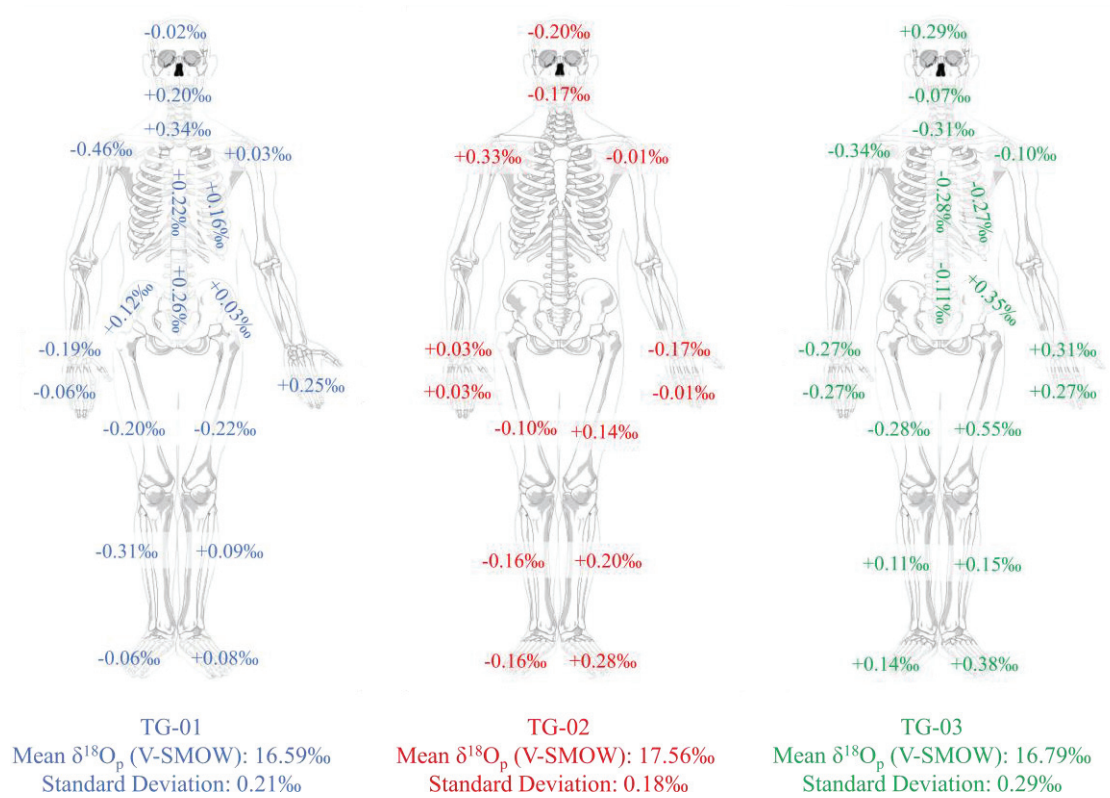


Figure 2: Sampling points and intra-skeletal  $\delta^{18}\text{O}_p$  (‰, V-SMOW) variations represented as local deviation from the average  $\delta^{18}\text{O}_p$  value of bones coming from TG-01, TG-02 and TG-03 individuals.

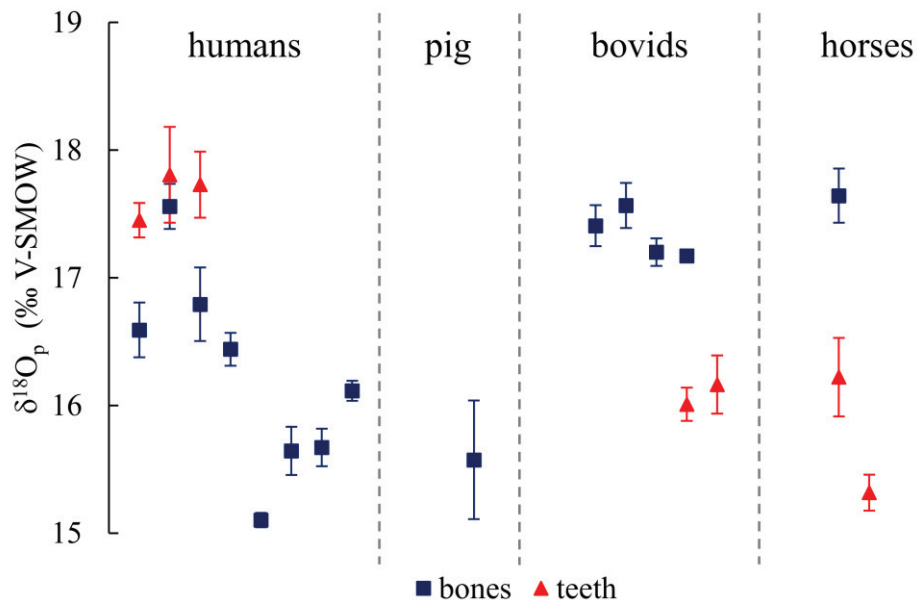


Figure 3:  $\delta^{18}\text{O}_p$  (‰, V-SMOW) values of bones (blue squares) and teeth (red triangles) from humans and animals of Thézy-Glimont. Bones and teeth which are aligned vertically correspond to a same individual. Humans, bovids and horses are represented by increasing sample number from left to right.

## Discussion

### *Sample preservation and diagenesis*

The bones from Thézy-Glimont showed a visible brownish layer of alteration, which was removed using a surgical knife. Some of the human teeth showed attrition, which is a common feature for the gallic civilization. It may be due to the habit of eating gritter bread containing sediment particles. Attrition may have altered mechanically the teeth without scrambling the isotopic signal recorded in enamel.

In apatite, P-O bond is known to be very resistant to inorganic isotope exchange with aqueous fluids at surface temperatures (*e.g.* Blake et al., 1997; Lécuyer et al., 1999). No trace of microbially induced diagenesis has been detected. An expected offset of the  $\delta^{18}\text{O}_p$  signal between teeth and bones from the same individual has been noticed (Touzeau et al., 2013; Martin et al., 2017). All three individuals TG-01, TG-02 and TG-03 have very low  $\delta^{18}\text{O}_p$  intra-skeletal variability (Figure 2). When considering all the measurements from each skeleton the three standard deviations of 0.2‰, 0.2‰ and 0.3‰, respectively, are in the same order of magnitude as the analytical uncertainty ( $\pm 0.3\%$ ). No noticeable and localized isotopic enrichment or depletion relative to the average  $\delta^{18}\text{O}_p$  value has been noticed. All these observations support the hypothesis of the preservation of the pristine oxygen isotope compositions of phosphatic tissues.

### *Homogeneity of oxygen isotope values in human skeleton apatite phosphate*

The mapping of the oxygen isotope composition of human bone apatite at the skeletal level of observation (Figure 2) revealed that, in the case of  $\delta^{18}\text{O}_p$  values, the study of one selected bone is representative of the composition of the whole individual. We observe an isotopic homogeneity at the skeleton scale, although the bones have various turnover rates. Two complementary explanations are proposed: TG-01, TG-02 and TG-03 being young, they might have only realized one cycle of bone turnover at most and their diet did not change during this interval of time. As migrations can be recorded by apatite  $\delta^{18}\text{O}_p$  values (*e.g.* Lightfoot and O'Connell, 2016), we also propose that they were sedentary and lived all their life in Picardie, France, which could be confirmed with supplementary analysis such as the use of strontium isotopes. The oxygen isotope variability inside a bone has not been investigated, but the epiphysis of some bones (*e.g.* the humerus) and the diaphysis of others (*e.g.* the tibia) were

analyzed and no noticeable offset was detected. With caution, following studies of the oxygen isotope composition of bones in archaeological sedentary populations may assume that one bone is representative of the whole individual. The  $\delta^{18}\text{O}_p$  value of vertebrates is also dependent on body temperature (Kohn, 1996) and has been used to study the thermophysiology of terrestrial (Barrick and Showers, 1994, 1995; Amiot et al., 2006) and marine vertebrates (Bernard et al., 2010; Séon et al., 2020). Thermal variations (or regional heterothermy), which exist at a human body scale, are not documented at the light of our study of the oxygen isotope ratios of phosphatic tissues.

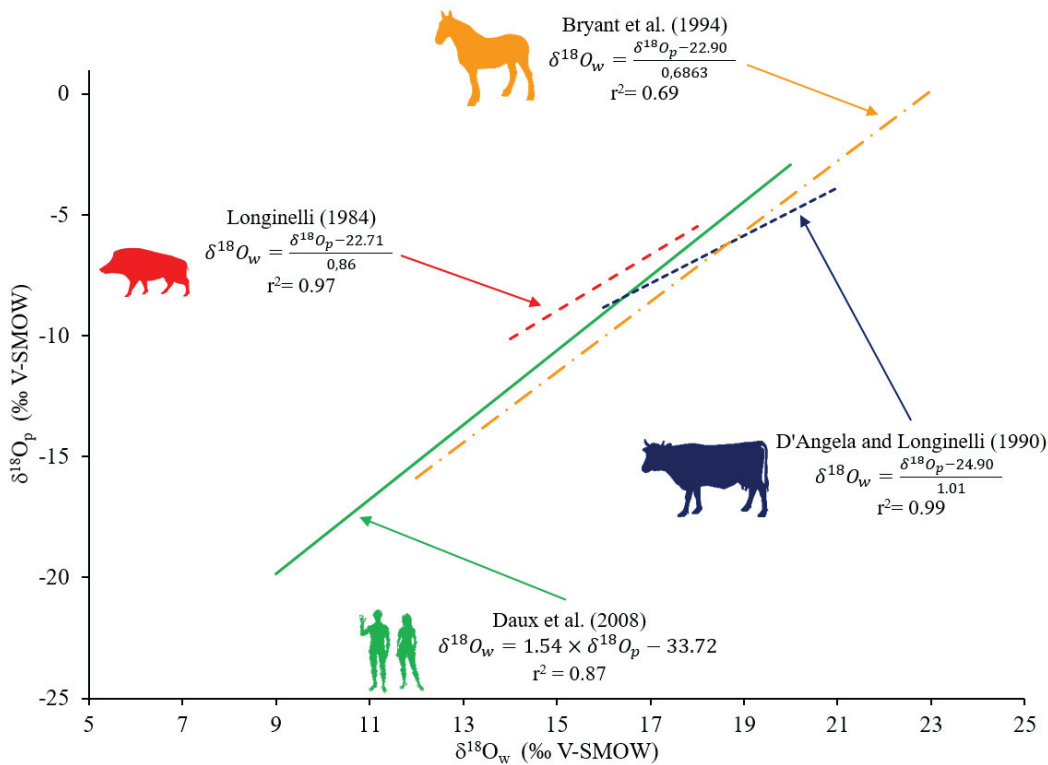


Figure 4: Comparison of oxygen isotope fractionation equations between apatite phosphate ( $\delta^{18}\text{O}_p$ , ‰, V-SMOW) and drinking water ( $\delta^{18}\text{O}_w$ , ‰, V-SMOW) proposed by Daux et al. (2008) for humans, Longinelli (1984) for pigs, D'Angela and Longinelli (1990) for bovids and Bryant et al. (1994) for horses.

*The  $\delta^{18}\text{O}_p$  record in teeth and bones from individuals of Thézy-Glimont*

There is a very low  $\delta^{18}\text{O}_p$  variability observed between humans and animals from Thézy-Glimont. The  $\delta^{18}\text{O}_p$  values from herbivore bones are on average 1.7‰ higher than those from omnivorous individuals. This can be explained by the diet of the herbivores mainly eating grass

and leaves containing water which is  $^{18}\text{O}$ -enriched in relation to the plant evaporative system (Barbour, 2007). Comparing the oxygen isotope value from herbivores and omnivores (mainly humans) enables to address the question of the influence of food processing on  $\delta^{18}\text{O}_p$ . Although no information is available about the dietary practices on this archaeological site, stewing or brewing may be detected through an isotopic enrichment of body water later translated in a higher  $\delta^{18}\text{O}_p$  of human bones compared to herbivores (Brettell et al., 2012). This effect is not detected in this study, which leads to two possible conclusions: either the inhabitants of Thézy-Glimont had dietary practices which did not include brewing or stewing, or these cooking processes are not detected in the oxygen isotope composition of bone apatite. This latter conclusion agrees the works of Daux et al., (2008) on modern human teeth samples and Chesson et al. (2010) on the similarity of oxygen isotope values of different modern beverages and meteoric waters in a same location.

The  $\delta^{18}\text{O}_p$  value of human teeth enamel is higher than the  $\delta^{18}\text{O}_p$  value of bones, especially for TG-01 (+0.9‰) and TG-03 (+0.9‰). These values are comparable to the offset between infant and adult bones of  $\approx +1.2\text{‰}$  found by Britton et al. (2015) which can be attributed to a specific diet during childhood. A large part of the child's diet consists of milk, which is  $^{18}\text{O}$ -enriched from the mother's body water. The second and third molars, respectively M2 and M3, are considered post-weaning teeth and do not record any breast-feeding. Although the M3 is not discernable from the oxygen isotope value of bones from TG-02 and is  $^{18}\text{O}$ -depleted compared to the two other teeth for TG-03, the M2 has similar values than pre-weaning teeth (M1 for TG-01 and PM1 for TG-03). On the contrary, herbivore teeth are depleted in  $^{18}\text{O}$  compared to bones: -1.3‰ for bovids and -1.4‰ for the horse TG-CH1. Herbivore hypsodont teeth, which grow continuously and are often used to study climate seasonality (*e.g.* Bernard et al., 2009), record a signal which is more limited in time than bones. For the last decade, the average interannual change in yearly MAT of Picardie, France, is  $\pm 1^\circ\text{C}$  (data from [historique-meteo.net](http://historique-meteo.net)) and can go as high as 2 – 2.5°C (for instance between 2013 and 2014). Translated into  $\delta^{18}\text{O}$  of local meteoric waters, this interannual change is  $\pm 0.6\text{‰}$  on average and can go as far as a  $\pm 1.6\text{‰}$ , which is in the range of the teeth-bones offset noticed for the herbivores. We propose that herbivore teeth recorded more time-limited interval and colder climatic conditions, hence presenting an offset from the bones  $\delta^{18}\text{O}$  record, which represents a pluriannual time scale. Bones are a better material to reconstruct MAT on the pluriannual time scale than teeth which record either a drinking water environmental signal mixed with breastfeeding in the case of humans or a time-limited signal in the case of herbivores. Therefore, only the oxygen isotope

values coming from bones are considered for the calculation of  $\delta^{18}\text{O}_w$  of drinking water and MATs reconstruction.

TG-02 is  $^{18}\text{O}$ -enriched compared to all the other humans and there is no significant difference between the  $\delta^{18}\text{O}_p$  of his bones and his teeth (see Figure 3). This isotopic offset can be attributed to his young age (estimated at 15 years) keeping in mind that the set-up of bone turnover is only achieved around 20 years-old. The bones from TG-02 might still record a residual signal from the breast-feeding period, mixed with a signal coming from drinking water. Therefore, this individual was removed from the reconstruction of the  $\delta^{18}\text{O}$  of environmental drinking water.

The oxygen isotope composition of phosphatic tissues from individuals with a medium to low water turnover is mostly representative of the  $\delta^{18}\text{O}$  of the drinking water. Thézy-Glimont is located in a valley bottom, a few meters away from the Avre river, which is assumed to be the main drinking water source of local inhabitants. The  $\delta^{18}\text{O}_p$  record is, therefore, representative of the climate parameters linked to the Avre river. The relationship between the  $\delta^{18}\text{O}_p$  of phosphatic tissues and the  $\delta^{18}\text{O}_w$  of drinking water has been determined empirically in numerous groups of vertebrates. These oxygen isotope fractionation equations mainly depend on the basal metabolism, body mass and diet (herbivorous vs. carnivorous vs. omnivorous) of species. Several equations have been used in this study and are represented in Figure 4 as follows:

Daux et al. (2008) for humans:

$$\delta^{18}\text{O}_w(\pm 1.51\text{‰}) = 1.54 \times \delta^{18}\text{O}_p - 33.72$$

Longinelli (1984) for pigs:

$$\delta^{18}\text{O}_w = \frac{\delta^{18}\text{O}_p - 22.71}{0.86}$$

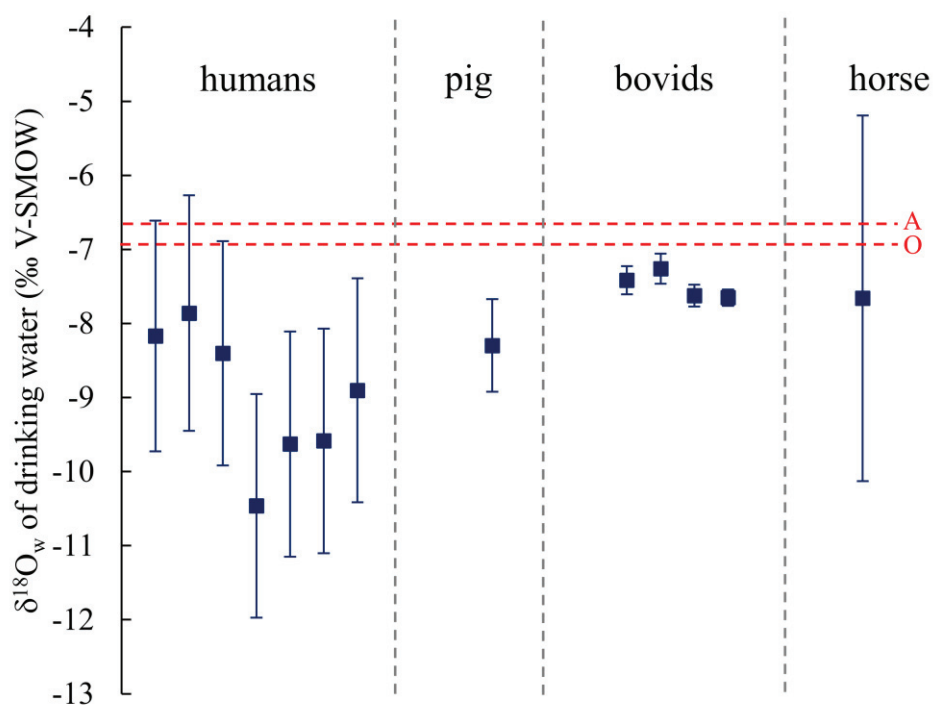
D'Angela and Longinelli (1990) for bovids:

$$\delta^{18}\text{O}_w = \frac{\delta^{18}\text{O}_p - 24.90}{1.01}$$

Bryant et al. (1994) for equids:

$$\delta^{18}\text{O}_w(\pm 2.46\text{‰}) = \frac{\delta^{18}\text{O}_p - 22.90}{0.6863}$$

The errors associated with the linear regression of empirical data ( $y = mx + b$ ) have been computed as the mean standard error for the “y” value when not available in the original publication and are  $\pm 0.2\text{‰}$  for the equation of Longinelli (1984) and  $\pm 0.1\text{‰}$  for the equation of D’Angela and Longinelli (1990). We highlight that these uncertainties may be underestimated as both of the isotope fractionation equations have been established with a very low number of data, respectively 7 average  $\delta^{18}\text{O}$  values for Longinelli (1984) and 5 average  $\delta^{18}\text{O}$  values for D’Angela and Longinelli (1990).



**Figure 5:**  $\delta^{18}\text{O}_w$  values (‰, V-SMOW) of drinking water inferred from the bones of humans and animals from Thézy-Glimont. Humans and bovids are represented by increasing sample number from left to right. Error bars represent the total uncertainties. The red dashed lines represent the modern  $\delta^{18}\text{O}_w$  values measured in the Avre river by Négrel and Petelet-Giraud (2005) in April (A) and October (O) 2001.

Using these equations,  $\delta^{18}\text{O}_p$  were converted into  $\delta^{18}\text{O}_w$  values (Figure 5, Supplementary Table 2), which were interpreted as reflecting the oxygen isotope composition of the Avre river during the 2<sup>nd</sup> to 3<sup>rd</sup> century BCE. The mean  $\delta^{18}\text{O}_w$  inferred from humans and animals is  $-8.4\text{‰}$ , with a standard deviation of  $\pm 1\text{‰}$ . The propagation of uncertainty, represented as error bars in Figure 5, have been calculated as the quadratic sum of the analytical uncertainty, errors associated with the equations and variability in the case of several measurements obtained for a single



individual (TG-01, TG-02, TG-03 and TG-C1). Taking into account these uncertainties, all the  $\delta^{18}\text{O}_w$  values are homogenous and we can affirm that they represent one main water source.

The present-day isotopic composition of the Avre river water was measured by Négrel and Petelet-Giraud (2005) twice in a year (April and October 2001), with respective  $\delta^{18}\text{O}_w$  values of -6.86‰ and -7.00‰. The  $\delta^2\text{H}$  and  $\delta^{18}\text{O}$  values of the Avre river match the Global Meteoric Water Line (Craig, 1961) as well as the Brest-Orléans isotopic rainwater domain, confirming that the signal from the Avre river reflects the composition of local meteoric waters. The oxygen isotope composition of meteoric waters is dependent on temperature, rate of precipitation and the trajectory of humid air masses (Craig and Gordon, 1965; Rozanski et al., 1993; Gat, 1996). During the last two millennia, the climatic moisture delivered through Europe has been driven by the North Atlantic Oscillation (NAO) (Smith et al., 2016) and it is reasonable to consider that there has not been any major change in the balance between the water cycle reservoirs for this interval of time (Darling, 2006). For mid- to high-latitudes, rough linear correlations are observed between the  $\delta^{18}\text{O}$  of meteoric water and air temperature (*e.g.* Dansgaard, 1964; Rozanski et al., 1992; Fricke and O'Neil, 1999). Such correlations result from isotopic compositions that obey a Rayleigh distillation law in both evolving reservoirs of vapor water and condensed water. Condensation in clouds globally proceeds from warm low latitudes toward cold high latitudes. Air temperature in the residual clouds tends to decrease resulting in an increasing isotopic difference between precipitation and water vapor.

For Europe, the slope between  $\delta^{18}\text{O}_{mw}$  and Mean Air Temperature (MAT) is considered to be 0.58‰ per °C (Rozanski et al., 1992). We combine the  $\delta^{18}\text{O}_w$  (now assumed to be local  $\delta^{18}\text{O}_{mw}$ ) obtained from measurements performed on individuals from Thézy-Glimont to relationships between  $\delta^{18}\text{O}_{mw}$  and MATs. Several relationships (Dansgaard, 1964; Rozanski et al., 1992; Fricke and O'Neil, 1999; von Grafenstein et al., 1996; Lécuyer, 2013) are available in the literature. These different equations may provide sizeable differences in the calculated air temperature (Daux et al., 2005). We chose two equations we considered the most appropriate in the framework of this study. First, the equation provided by von Grafenstein et al. (1996), which has been established at Lake Ammersee, Bavaria, Germany (48°00'N - 11°07'E), only located  $\approx 2^\circ$  of latitude south of Thézy-Glimont. The equation is expressed as follows:

$$MAT (^{\circ}C) = \frac{\delta^{18}O_{mw} + 14.48}{0.58 (\pm 0.11)} \quad (1)$$

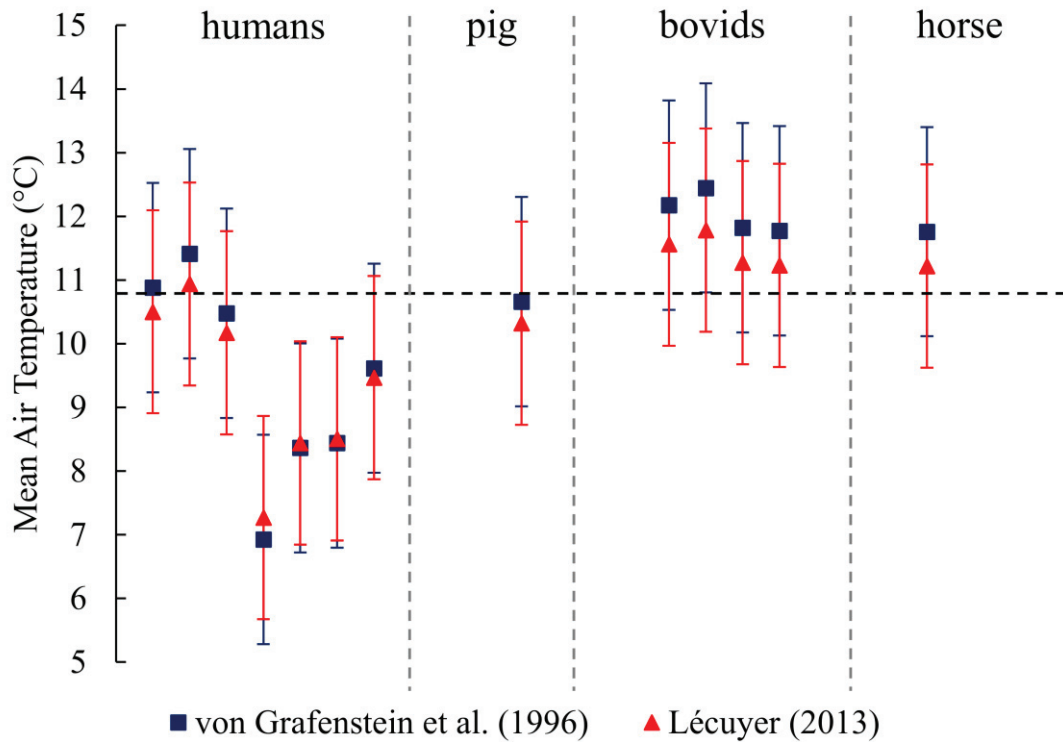
Secondly, we also considered the isotope fractionation equation established by Lécuyer (2013) as it has been constructed from European meteorological stations excluding those from the Mediterranean basin, which is under the influence of a specific climatic mode (Lécuyer et al., 2018). The equation is expressed as follows:

$$MAT (^{\circ}C) = 1.41 (\pm 0,09) \times \delta^{18}O_{mw} + 22.02 (\pm 0.83) \quad (2)$$

A reconstruction of mean annual  $\delta^{18}O_{mw}$  value at the location of Thézy-Glimont (49°N, 2°E) using The Online Isotopes in Precipitation Calculator (Bowen and Revenaugh, 2003; IAEA/WMO, 2015; Bowen, 2020) gives a value of  $-6.7 \pm 0.2\text{‰}$ , which is very close to the April ( $-6.86\text{‰}$ ) and October ( $-7.00\text{‰}$ )  $\delta^{18}O_w$  values measured on the Avre river by Négrel and Petelet-Giraud, (2005). We emphasize that at mid latitudes, sinusoidal-like seasonality in meteoric water  $\delta^{18}O_{mw}$  values mathematically leads to spring and autumn  $\delta^{18}O_{mw}$  values matching the mean annual one. Therefore, we use these inter-season oxygen isotope values to test both  $\delta^{18}O_{mw}$ -MAT equations for the Picardie region. The calculated temperatures are  $13.1 \pm 1.6^{\circ}C$  and  $12.3 \pm 1.6^{\circ}C$  in April and  $12.9 \pm 1.6^{\circ}C$  and  $12.1 \pm 1.6^{\circ}C$  in October for equations (1) and (2), respectively. The isotope data from April 2001 may be biased as floods happened in the Somme department during this month, which led to an  $^{18}O$  enrichment of the Avre river water sampled for the study. As far as October data are concerned, the calculated temperatures are near the average temperature of  $11.6^{\circ}C$  for this month (data from Météo France<sup>TM</sup>). Those results indicate that both equations are reliable to infer MAT from  $\delta^{18}O_{mw}$  and could safely be applied to the late Iron Age.

When applying equations (1) and (2) to the calculated  $\delta^{18}O_{mw}$ , the reconstituted air temperatures for the late Iron Age are on average  $10.5^{\circ}C \pm 1.7^{\circ}C$  for equation (1) and  $10.2^{\circ}C \pm 1.4^{\circ}C$  for equation (2) (Figure 5). Therefore, the results for both of these equations being very close, those calculated MATs are ascribed to Thézy-Glimont during the 3<sup>rd</sup> to 2<sup>nd</sup> century BCE. These calculated MAT well compare the present-day average temperature of  $10.9^{\circ}C$  recorded in Amiens, Picardie. Our result implies that mid-latitudes also experienced a climate optimum that can be attributed to the RWP, with continental temperatures close to present-days. This MAT is consistent with results obtained from other studies realized at mid-latitudes, such as palynological data from Tinner et al. (2003), sedimentological data from Holzhauser et al. (2005) and geochemical data obtained from speleothems by McDermott et al. (2001).

We assign such mild air temperatures to what is considered to be the initiation of the RWP. The timing of the RWP is still unsure as well as its climatic characteristics. There may always remain some discrepancies in the European temperature record for the RWP because no global coherent warm period has occurred on Earth (Neukom et al., 2019) excluding the current climate change. Nonetheless, this study provides a new climatic anchor point which is well constrained in space and time, in a region lacking climatic data for the RWP.



**Figure 6:** Reconstructed Mean Annual Temperatures (MAT) inferred from the oxygen isotope composition of drinking water, using the oxygen isotope fractionation equation of von Grafenstein et al. (1996) (blue squares) and Lécuyer (2013) (red triangles). Humans and bovids are represented by increasing sample number from left to right. The horizontal dashed line corresponds to the modern yearly MAT in Picardie, France, averaged throughout the years 1980 to 2010 (data from Météo France<sup>TM</sup>).

## **Conclusion**

The Gallic site of Thézy-Glimont provides an insight into the climatic conditions occurring during the 3<sup>rd</sup> to 2<sup>nd</sup> century BCE in the North Gaul. An oxygen isotope mapping of three human skeletons revealed a great homogeneity of  $\delta^{18}\text{O}_p$  values within the range of analytical uncertainty. This result is of paramount importance in archaeological studies as it means that, in the case of  $\delta^{18}\text{O}_p$  values of sedentary populations, the use of one bone as representative of the whole skeleton is justified.

The  $\delta^{18}\text{O}_p$  of bones from Gauls and associated animals record the  $\delta^{18}\text{O}$  value of drinking water, which illustrates the climatic conditions prevailing in Picardie, France. The reconstructed air temperatures are  $10.2^\circ\text{C}\pm 1.4^\circ\text{C}$  and  $10.5^\circ\text{C}\pm 1.7^\circ\text{C}$  depending on the selected  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$ -MAT equation. Here, we emphasize that those estimated mean air temperatures are similar to present-day ones. Mild air temperatures recorded in Picardie, France, during the beginning of the RWP is a new result that needs to be taken into consideration for understanding the climatic regime of the RWP in Europe. This study also shows that archaeological artefacts may provide quantified climatic anchor points with a high spatial and temporal resolution, playing a key role in our knowledge of the Late Holocene short-term climatic changes.

## **Declaration of competing interest**

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

## **Acknowledgments**

This study was funded by the Centre National de la Recherche Scientifique and the Institut Universitaire de France (CL). We thank the SAAM and its director Josabeth Millereux- Le Béchenec for providing the archaeological samples presented in this study.

**References:**

- Amiot, R., Lécuyer, C., Buffetaut, E., Escarguel, G., Fluteau, F., Martineau, F., 2006. Oxygen isotopes from biogenic apatites suggest widespread endothermy in Cretaceous dinosaurs. *Earth and Planetary Science Letters* 246, 41–54. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2006.04.018>
- Baier, J., Lücke, A., Negendank, J.F., Schleser, G.-H., Zolitschka, B., 2004. Diatom and geochemical evidence of mid-to late Holocene climatic changes at Lake Holzmaar, West-Eifel (Germany). *Quaternary international* 113, 81–96.
- Barbour, M.M., 2007. Stable oxygen isotope composition of plant tissue: a review. *Functional Plant Biol.* 34, 83–94. <https://doi.org/10.1071/FP06228>
- Barrick, R.E., Showers, W.J., 1995. Oxygen isotope variability in juvenile dinosaurs (*Hypacrosaurus*): evidence for thermoregulation. *Paleobiology* 21, 552–560. <https://doi.org/10.1017/S0094837300013531>
- Barrick, R.E., Showers, W.J., 1994. Thermophysiology of *Tyrannosaurus rex*: Evidence from Oxygen Isotopes. *Science* 265, 222–224. <https://doi.org/10.1126/science.265.5169.222>
- Berger, J.-F., Bravard, J.-P., 2012. Le développement économique romain face à la crise environnementale : le cas de la Gaule narbonnaise. *Des climats et des hommes. La Découverte*, Paris 269–289.
- Bernard, A., Daux, V., Lécuyer, C., Brugal, J.-P., Genty, D., Wainer, K., Gardien, V., Fourel, F., Jaubert, J., 2009. Pleistocene seasonal temperature variations recorded in the  $\delta^{18}\text{O}$  of *Bison priscus* teeth. *Earth and Planetary Science Letters* 283, 133–143. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2009.04.005>
- Bernard, A., Lécuyer, C., Vincent, P., Amiot, R., Bardet, N., Buffetaut, E., Cuny, G., Fourel, F., Martineau, F., Mazin, J.-M., Prieur, A., 2010. Regulation of body temperature by some mesozoic marine reptiles. *Science* 328, 1379–1382. <https://doi.org/10.1126/science.1187443>
- Blake, R.E., O'Neil, J.R., Garcia, G.A., 1997. Oxygen isotope systematics of biologically mediated reactions of phosphate: I. Microbial degradation of organophosphorus compounds. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 61, 4411–4422. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(97\)00272-X](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(97)00272-X)
- Bond, G., Kromer, B., Beer, J., Muscheler, R., Evans, M.N., Showers, W., Hoffmann, S., Lotti-Bond, R., Hajdas, I., Bonani, G., 2001. Persistent Solar Influence on North Atlantic Climate During the Holocene. *Science* 294, 2130–2136. <https://doi.org/10.1126/science.1065680>
- Bookman, R., Enzel, Y., Agnon, A., Stein, M., 2004. Late Holocene lake levels of the Dead Sea. *GSA Bulletin* 116, 555–571. <https://doi.org/10.1130/B25286.1>
- Bowen, G.J., 2020. The Online Isotopes in Precipitation Calculator, version 3.1 [WWW Document]. URL <http://www.waterisotopes.org>
- Bowen, G.J., Revenaugh, J., 2003. Interpolating the isotopic composition of modern meteoric precipitation. *Water Resources Research* 39. <https://doi.org/10.1029/2003WR002086>

## Chapitre 6 : Reconstruction paléoclimatique par l'analyse des individus de Thézy-Glimont

- Brettell, R., Montgomery, J., Evans, J., 2012. Brewing and stewing: the effect of culturally mediated behaviour on the oxygen isotope composition of ingested fluids and the implications for human provenance studies. *J. Anal. At. Spectrom.* 27, 778–785. <https://doi.org/10.1039/C2JA10335D>
- Britton, K., Fuller, B.T., Tütken, T., Mays, S., Richards, M.P., 2015. Oxygen isotope analysis of human bone phosphate evidences weaning age in archaeological populations. *American Journal of Physical Anthropology* 157, 226–241. <https://doi.org/10.1002/ajpa.22704>
- Büntgen, U., Tegel, W., Nicolussi, K., McCormick, M., Frank, D., Trouet, V., Kaplan, J.O., Herzig, F., Heussner, K.-U., Wanner, H., Luterbacher, J., Esper, J., 2011. 2500 Years of European Climate Variability and Human Susceptibility. *Science* 331, 578–582. <https://doi.org/10.1126/science.1197175>
- Caroli, I., Caldara, M., 2007. Vegetation history of Lago Battaglia (eastern Gargano coast, Apulia, Italy) during the middle-late Holocene. *Vegetation History and Archaeobotany* 16, 317–327.
- Chenery, C., Müldner, G., Evans, J., Eckardt, H., Lewis, M., 2010. Strontium and stable isotope evidence for diet and mobility in Roman Gloucester, UK. *Journal of Archaeological Science* 37, 150–163. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2009.09.025>
- Chesson, L.A., Valenzuela, L.O., O'Grady, S.P., Cerling, T.E., Ehleringer, J.R., 2010. Links between Purchase Location and Stable Isotope Ratios of Bottled Water, Soda, and Beer in the United States. *J. Agric. Food Chem.* 58, 7311–7316. <https://doi.org/10.1021/jf1003539>
- Cisneros, M., Cacho, I., Frigola, J., Canals, M., Martrat, B., Casado, M., Grimalt, J., Pena, L., Margaritelli, G., Lirer, F., 2016. Sea surface temperature variability in the central-western Mediterranean Sea during the last 2700 years: a multi-proxy and multi-record approach.
- Combourieu Nebout, N., Peyron, O., Dormoy, I., Desprat, S., Beaudouin, C., Kotthoff, U., Marret, F., 2009. Rapid climatic variability in the west Mediterranean during the last 25 000 years from high resolution pollen data. *Climate of the Past* 5, 503–521.
- Craig, H., 1961. Isotopic Variations in Meteoric Waters. *Science* 133, 1702–1703. <https://doi.org/10.1126/science.133.3465.1702>
- Craig, H., Gordon, L.I., 1965. Deuterium and oxygen 18 variations in the ocean and the marine atmosphere.
- Crowson, R.A., Showers, W.J., Wright, E.K., Hoering, T.C., 1991. Preparation of phosphate samples for oxygen isotope analysis. *Anal. Chem.* 63, 2397–2400. <https://doi.org/10.1021/ac00020a038>
- Csiri, A.P.B., 1983. Solar variability, weather and climate: An update. *Quarterly Journal of the Royal Meteorological Society* 109, 23–55. <https://doi.org/10.1002/qj.49710945903>
- Dahl-Jensen, D., Mosegaard, K., Gundestrup, N., Clow, G.D., Johnsen, S.J., Hansen, A.W., Balling, N., 1998. Past Temperatures Directly from the Greenland Ice Sheet. *Science* 282, 268–271. <https://doi.org/10.1126/science.282.5387.268>

## Chapitre 6 : Reconstruction paléoclimatique par l'analyse des individus de Thézy-Glimont

- D'Angela, D., Longinelli, A., 1990. Oxygen isotopes in living mammal's bone phosphate: Further results. *Chemical Geology: Isotope Geoscience section* 86, 75–82. [https://doi.org/10.1016/0168-9622\(90\)90007-Y](https://doi.org/10.1016/0168-9622(90)90007-Y)
- Daniel Bryant, J., Luz, B., Froelich, P.N., 1994. Oxygen isotopic composition of fossil horse tooth phosphate as a record of continental paleoclimate. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, Stable Isotope and Trace-Element Geochemistry of Vertebrate Fossils: Interpreting Ancient Diets and Climates* 107, 303–316. [https://doi.org/10.1016/0031-0182\(94\)90102-3](https://doi.org/10.1016/0031-0182(94)90102-3)
- Dansgaard, W., 1964. Stable isotopes in precipitation. *Tellus* 16, 436–468. <https://doi.org/10.3402/tellusa.v16i4.8993>
- Darling, G., 2006. Isotopes in water, in: Leng, M.J. (Ed.), *Isotopes in Palaeoenvironmental Research, Developments in Palaeoenvironmental Research*. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 1–66. [https://doi.org/10.1007/1-4020-2504-1\\_01](https://doi.org/10.1007/1-4020-2504-1_01)
- Daux, V., Lécuyer, C., Adam, F., Martineau, F., Vimeux, F., 2005. Oxygen isotope composition of human teeth and the record of climate changes in France (Lorraine) during the last 1700 years. *Climatic change* 70, 445–464.
- Daux, V., Lécuyer, C., Héran, M.-A., Amiot, R., Simon, L., Fourel, F., Martineau, F., Lynnerup, N., Reyhler, H., Escarguel, G., 2008. Oxygen isotope fractionation between human phosphate and water revisited. *Journal of human evolution* 55, 1138–1147.
- Dermody, B., De Boer, H.J., Bierkens, M.F.P., Weber, S.L., Wassen, M.J., Dekker, S.C., 2012. A seesaw in Mediterranean precipitation during the Roman Period linked to millennial-scale changes in the North Atlantic. *Climate of the Past* 8, 637–651.
- Desprat, S., Goñi, M.F.S., Loutre, M.-F., 2003. Revealing climatic variability of the last three millennia in northwestern Iberia using pollen influx data. *Earth and Planetary Science Letters* 213, 63–78.
- Drake, B.L., 2012. The influence of climatic change on the Late Bronze Age Collapse and the Greek Dark Ages. *Journal of Archaeological Science* 39, 1862–1870. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2012.01.029>
- Eberhardt, L.L., 1969. Similarity, allometry and food chains. *Journal of Theoretical Biology* 24, 43–55. [https://doi.org/10.1016/S0022-5193\(69\)80005-6](https://doi.org/10.1016/S0022-5193(69)80005-6)
- Esper, J., Büntgen, U., Timonen, M., Frank, D.C., 2012. Variability and extremes of northern Scandinavian summer temperatures over the past two millennia. *Global and Planetary Change* 88, 1–9.
- Fagan, B., 2008. *The Great Warming: Climate Change and the Rise and Fall of Civilizations*. Bloomsbury Publishing USA.
- Ferrio, J.P., Alonso, N., López, J.B., Araus, J.L., Voltas, J., 2006. Carbon isotope composition of fossil charcoal reveals aridity changes in the NW Mediterranean Basin. *Global Change Biology* 12, 1253–1266.

## Chapitre 6 : Reconstruction paléoclimatique par l'analyse des individus de Thézy-Glimont

- Fourel, F., Martineau, F., Lécuyer, C., Kupka, H.-J., Lange, L., Ojeimi, C., Seed, M., 2011.  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  ratio measurements of inorganic and organic materials by elemental analysis–pyrolysis–isotope ratio mass spectrometry continuous-flow techniques. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 25, 2691–2696. <https://doi.org/10.1002/rcm.5056>
- Fricke, H.C., O'Neil, J.R., 1999. The correlation between  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  ratios of meteoric water and surface temperature: its use in investigating terrestrial climate change over geologic time. *Earth and Planetary Science Letters* 170, 181–196. [https://doi.org/10.1016/S0012-821X\(99\)00105-3](https://doi.org/10.1016/S0012-821X(99)00105-3)
- Frisia, S., Borsato, A., Spötl, C., Villa, I.M., Cucchi, F., 2005. Climate variability in the SE Alps of Italy over the past 17 000 years reconstructed from a stalagmite record. *Boreas* 34, 445–455.
- Frumkin, A., Magaritz, M., Carmi, I., Zak, I., 1991. The Holocene climatic record of the salt caves of Mount Sedom Israel. *The Holocene* 1, 191–200. <https://doi.org/10.1177/095968369100100301>
- Gat, J.R., 1996. Oxygen and Hydrogen Isotopes in the Hydrologic Cycle. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* 24, 225–262. <https://doi.org/10.1146/annurev.earth.24.1.225>
- Glimcher, M.J., 2006. Bone: Nature of the Calcium Phosphate Crystals and Cellular, Structural, and Physical Chemical Mechanisms in Their Formation. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 64, 223–282. <https://doi.org/10.2138/rmg.2006.64.8>
- Haigh, J.D., 2007. The Sun and the Earth's Climate. *Living Rev. Sol. Phys.* 4, 2. <https://doi.org/10.12942/lrsp-2007-2>
- Halas, S., Skrzypek, G., Meier-Augenstein, W., Pelc, A., Kemp, H.F., 2011. Inter-laboratory calibration of new silver orthophosphate comparison materials for the stable oxygen isotope analysis of phosphates. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 25, 579–584. <https://doi.org/10.1002/rcm.4892>
- Heim, C., Nowaczyk, N.R., Negendank, J.F., Leroy, S.A., Ben-Avraham, Z., 1997. Near East desertification: evidence from the Dead Sea. *Naturwissenschaften* 84, 398–401.
- Holzhauser, H., Magny, M., Zumbühl, H.J., 2005. Glacier and lake-level variations in west-central Europe over the last 3500 years. *The Holocene* 15, 789–801.
- Hut, G., 1987. Consultants' group meeting on stable isotope reference samples for geochemical and hydrological investigations.
- IAEA/WMO, 2015. Global Network of Isotopes in Precipitation. The GNIP Database. [WWW Document]. URL <https://nucleus.iaea.org/wiser>
- Issar, A.S., Yakir, D., 1997. Isotopes from Wood Buried in the Roman Siege Ramp of Masada: The Roman Period's Colder Climate. *The Biblical Archaeologist* 60, 101–106. <https://doi.org/10.2307/3210599>
- Jay, M., Richards, M.P., 2006. Diet in the Iron Age cemetery population at Wetwang Slack, East Yorkshire, UK: carbon and nitrogen stable isotope evidence. *Journal of Archaeological Science* 33, 653–662. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2005.09.020>



## Chapitre 6 : Reconstruction paléoclimatique par l'analyse des individus de Thézy-Glimont

- Jiang, H., Eiríksson, J., Schulz, M., Knudsen, K.-L., Seidenkrantz, M.-S., 2005. Evidence for solar forcing of sea-surface temperature on the North Icelandic Shelf during the late Holocene. *Geology* 33, 73–76. <https://doi.org/10.1130/G21130.1>
- Kaniewski, D., Paulissen, E., Campo, E.V., Weiss, H., Otto, T., Bretschneider, J., Lerberghe, K.V., 2010. Late second–early first millennium BC abrupt climate changes in coastal Syria and their possible significance for the history of the Eastern Mediterranean. *Quaternary Research* 74, 207–215. <https://doi.org/10.1016/j.yqres.2010.07.010>
- Kohn, M.J., 1996. Predicting animal  $\delta^{18}\text{O}$ : Accounting for diet and physiological adaptation. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 60, 4811–4829. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(96\)00240-2](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(96)00240-2)
- Kottek, M., Grieser, J., Beck, C., Rudolf, B., Rubel, F., 2006. World map of the Köppen-Geiger climate classification updated. *Meteorologische Zeitschrift* 15, 259–263.
- Lamb, A.L., Evans, J.E., Buckley, R., Appleby, J., 2014. Multi-isotope analysis demonstrates significant lifestyle changes in King Richard III. *Journal of Archaeological Science* 50, 559–565. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2014.06.021>
- Lamb, H.H., 1995. *Climate, History and the Modern World*. Psychology Press.
- Le Béchenec, Y., Frère, S., Corsiez, A., Rolland, J., Sauvageot, P., 2016. Rapport final d'opération : Thézy-Glimont, Les Vergnes, (Somme). Novembre 2012 - Mai 2013. Service Archéologie Préventive d'Amiens Métropole.
- Lécuyer, C., 2013. *Water on Earth*, 1st ed. John Wiley & Sons, Ltd. <https://doi.org/10.1002/9781118574928>
- Lécuyer, C., Atrops, F., Amiot, R., Angst, D., Daux, V., Flandrois, J.-P., Fourel, F., Rey, K., Royer, A., Seris, M., Touzeau, A., Rousseau, D., 2018. Tsunami sedimentary deposits of Crete records climate during the 'Minoan Warming Period' ( $\approx 3350$  yr BP). *The Holocene* 28, 914–929. <https://doi.org/10.1177/0959683617752840>
- Lécuyer, C., Fourel, F., Martineau, F., Amiot, R., Bernard, A., Daux, V., Escarguel, G., Morrison, J., 2007. High-precision determination of  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  ratios of silver phosphate by EA-pyrolysis-IRMS continuous flow technique. *Journal of Mass Spectrometry* 42, 36–41. <https://doi.org/10.1002/jms.1130>
- Lécuyer, C., Grandjean, P., O'Neil, J.R., Cappetta, H., Martineau, F., 1993. Thermal excursions in the ocean at the Cretaceous—Tertiary boundary (northern Morocco):  $\delta^{18}\text{O}$  record of phosphatic fish debris. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 105, 235–243. [https://doi.org/10.1016/0031-0182\(93\)90085-W](https://doi.org/10.1016/0031-0182(93)90085-W)
- Lécuyer, C., Grandjean, P., Sheppard, S.M.F., 1999. Oxygen isotope exchange between dissolved phosphate and water at temperatures  $\leq 135^\circ\text{C}$ : inorganic versus biological fractionations. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 63, 855–862. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(99\)00096-4](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(99)00096-4)

## Chapitre 6 : Reconstruction paléoclimatique par l'analyse des individus de Thézy-Glimont

- LeGeros, R., 1981. Apatites in biological systems. *Progress in Crystal Growth and Characterization* 4, 1–45. [https://doi.org/10.1016/0146-3535\(81\)90046-0](https://doi.org/10.1016/0146-3535(81)90046-0)
- Lightfoot, E., O'Connell, T.C., 2016. On the Use of Biomineral Oxygen Isotope Data to Identify Human Migrants in the Archaeological Record: Intra-Sample Variation, Statistical Methods and Geographical Considerations. *PLoS One* 11. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0153850>
- Lirer, F., Sprovieri, M., Vallefucio, M., Ferraro, L., Pelosi, N., Giordano, L., Capotondi, L., 2014. Planktonic foraminifera as bio-indicators for monitoring the climatic changes that have occurred over the past 2000 years in the southeastern Tyrrhenian Sea. *Integrative Zoology* 9, 542–554. <https://doi.org/10.1111/1749-4877.12083>
- Lockwood, M., 2012. Solar Influence on Global and Regional Climates. *Surv Geophys* 33, 503–534. <https://doi.org/10.1007/s10712-012-9181-3>
- Longin, R., 1971. New Method of Collagen Extraction for Radiocarbon Dating. *Nature* 230, 241–242. <https://doi.org/10.1038/230241a0>
- Longinelli, A., 1984. Oxygen isotopes in mammal bone phosphate: A new tool for paleohydrological and paleoclimatological research? *Geochimica et Cosmochimica Acta* 48, 385–390. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(84\)90259-X](https://doi.org/10.1016/0016-7037(84)90259-X)
- Luterbacher, J., Werner, J.P., Smerdon, J.E., Fernández-Donado, L., González-Rouco, F.J., Barriopedro, D., Ljungqvist, F.C., Büntgen, U., Zorita, E., Wagner, S., 2016. European summer temperatures since Roman times. *Environmental research letters* 11, 024001.
- Luz, B., Kolodny, Y., 1985. Oxygen isotope variations in phosphate of biogenic apatites, IV. Mammal teeth and bones. *Earth and Planetary Science Letters* 75, 29–36. [https://doi.org/10.1016/0012-821X\(85\)90047-0](https://doi.org/10.1016/0012-821X(85)90047-0)
- Luz, B., Kolodny, Y., Horowitz, M., 1984. Fractionation of oxygen isotopes between mammalian bone-phosphate and environmental drinking water. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 48, 1689–1693. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(84\)90338-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(84)90338-7)
- Magny, M., de Beaulieu, J.-L., Drescher-Schneider, R., Vannièrè, B., Walter-Simonnet, A.-V., Miras, Y., Millet, L., Bossuet, G., Peyron, O., Brugiapaglia, E., Leroux, A., 2007. Holocene climate changes in the central Mediterranean as recorded by lake-level fluctuations at Lake Accesa (Tuscany, Italy). *Quaternary Science Reviews* 26, 1736–1758. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2007.04.014>
- Mangini, A., Spötl, C., Verdes, P., 2005. Reconstruction of temperature in the Central Alps during the past 2000 yr from a  $\delta^{18}\text{O}$  stalagmite record. *Earth and Planetary Science Letters* 235, 741–751. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2005.05.010>
- Margaritelli, G., Vallefucio, M., Di Rita, F., Capotondi, L., Bellucci, L.G., Insinga, D.D., Petrosino, P., Bonomo, S., Cacho, I., Cascella, A., Ferraro, L., Florindo, F., Lubritto, C., Lurcock, P.C., Magri, D., Pelosi, N., Rettori, R., Lirer, F., 2016. Marine response to climate changes during the last five millennia in the central Mediterranean Sea. *Global and Planetary Change* 142, 53–72. <https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2016.04.007>

## Chapitre 6 : Reconstruction paléoclimatique par l'analyse des individus de Thézy-Glimont

- Marquer, L., Pomel, S., Abichou, A., Schulz, E., Kaniewski, D., Campo, E.V., 2008. Late Holocene high resolution palaeoclimatic reconstruction inferred from Sebkhah Mhabeul, southeast Tunisia. *Quaternary Research* 70, 240–250. <https://doi.org/10.1016/j.yqres.2008.06.002>
- Martin, C., Maureille, B., Amiot, R., Touzeau, A., Royer, A., Fourel, F., Panczer, G., Flandrois, J.-P., Lécuyer, C., 2017. Record of Nile seasonality in Nubian neonates. *Isotopes in environmental and health studies* 53, 223–242.
- McCormick, M., Büntgen, U., Cane, M.A., Cook, E.R., Harper, K., Huybers, P., Litt, T., Manning, S.W., Mayewski, P.A., More, A.F.M., Nicolussi, K., Tegel, W., 2012. Climate Change during and after the Roman Empire: Reconstructing the Past from Scientific and Historical Evidence. *The Journal of Interdisciplinary History* 43, 169–220. [https://doi.org/10.1162/JINH\\_a\\_00379](https://doi.org/10.1162/JINH_a_00379)
- McDermott, F., Matthey, D.P., Hawkesworth, C., 2001. Centennial-Scale Holocene Climate Variability Revealed by a High-Resolution Speleothem  $\delta^{18}\text{O}$  Record from SW Ireland. *Science* 294, 1328–1331. <https://doi.org/10.1126/science.1063678>
- Migowski, C., Stein, M., Prasad, S., Negendank, J.F.W., Agnon, A., 2006. Holocene Climate Variability and Cultural Evolution in the Near East from the Dead Sea Sedimentary Record. *Quaternary Research* 66, 421–431. <https://doi.org/10.1016/j.yqres.2006.06.010>
- Moreau, C., Caffy, I., Comby, C., Delqué-Količ, E., Dumoulin, J.-P., Hain, S., Quiles, A., Setti, V., Souprayen, C., Thellier, B., Vincent, J., 2013. Research and Development of the Artemis  $^{14}\text{C}$  AMS Facility: Status Report. *Radiocarbon* 55, 331–337. <https://doi.org/10.1017/S0033822200057441>
- Négrel, Ph., Petelet-Giraud, E., 2005. Strontium isotopes as tracers of groundwater-induced floods: the Somme case study (France). *Journal of Hydrology* 305, 99–119. <https://doi.org/10.1016/j.jhydrol.2004.08.031>
- Nesje, A., Lie, Ø., Dahl, S.O., 2000. Is the North Atlantic Oscillation reflected in Scandinavian glacier mass balance records? *Journal of Quaternary Science* 15, 587–601. [https://doi.org/10.1002/1099-1417\(200009\)15:6<587::AID-JQS533>3.0.CO;2-2](https://doi.org/10.1002/1099-1417(200009)15:6<587::AID-JQS533>3.0.CO;2-2)
- Neukom, R., Steiger, N., Gómez-Navarro, J.J., Wang, J., Werner, J.P., 2019. No evidence for globally coherent warm and cold periods over the preindustrial Common Era. *Nature* 571, 550–554. <https://doi.org/10.1038/s41586-019-1401-2>
- Oldenborgh, G.J. van, Laat, A.T.J. de, Luterbacher, J., Ingram, W.J., Osborn, T.J., 2013. Claim of solar influence is on thin ice: are 11-year cycle solar minima associated with severe winters in Europe? *Environ. Res. Lett.* 8, 024014. <https://doi.org/10.1088/1748-9326/8/2/024014>
- Piva, A., Asioli, A., Trincardi, F., Schneider, R.R., Vigliotti, L., 2008. Late-Holocene climate variability in the Adriatic Sea (Central Mediterranean). *The Holocene* 18, 153–167. <https://doi.org/10.1177/0959683607085606>
- Prowse, T., Schwarcz, H.P., Saunders, S., Macchiarelli, R., Bondioli, L., 2004. Isotopic paleodiet studies of skeletons from the Imperial Roman-age cemetery of Isola Sacra, Rome, Italy. *Journal of Archaeological Science* 31, 259–272. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2003.08.008>

## Chapitre 6 : Reconstruction paléoclimatique par l'analyse des individus de Thézy-Glimont

- Reimer, P.J., Bard, E., Bayliss, A., Beck, J.W., Blackwell, P.G., Ramsey, C.B., Buck, C.E., Cheng, H., Edwards, R.L., Friedrich, M., Grootes, P.M., Guilderson, T.P., Haflidason, H., Hajdas, I., Hatté, C., Heaton, T.J., Hoffmann, D.L., Hogg, A.G., Hughen, K.A., Kaiser, K.F., Kromer, B., Manning, S.W., Niu, M., Reimer, R.W., Richards, D.A., Scott, E.M., Southon, J.R., Staff, R.A., Turney, C.S.M., Plicht, J. van der, 2013. IntCal13 and Marine13 Radiocarbon Age Calibration Curves 0–50,000 Years cal BP. *Radiocarbon* 55, 1869–1887. [https://doi.org/10.2458/azu\\_js\\_rc.55.16947](https://doi.org/10.2458/azu_js_rc.55.16947)
- Richardin, P., Porcier, S., Ikram, S., Louarn, G., Berthet, D., 2017. Cats, Crocodiles, Cattle, and More: Initial Steps Toward Establishing a Chronology of Ancient Egyptian Animal Mummies. *Radiocarbon* 59, 595–607. <https://doi.org/10.1017/RDC.2016.102>
- Roberts, N., Reed, J.M., Leng, M.J., Kuzucuoğlu, C., Fontugne, M., Bertaux, J., Woldring, H., Bottema, S., Black, S., Hunt, E., Karabiyikoğlu, M., 2001. The tempo of Holocene climatic change in the eastern Mediterranean region: new high-resolution crater-lake sediment data from central Turkey. *The Holocene* 11, 721–736. <https://doi.org/10.1191/09596830195744>
- Rozanski, K., Araguás-Araguás, L., Gonfiantini, R., 1993. Isotopic patterns in modern global precipitation. *Climate change in continental isotopic records* 78, 1–36.
- Rozanski, K., Araguás-Araguás, L., Gonfiantini, R., 1992. Relation Between Long-Term Trends of Oxygen-18 Isotope Composition of Precipitation and Climate. *Science* 258, 981–985. <https://doi.org/10.1126/science.258.5084.981>
- Schilman, B., Bar-Matthews, M., Almogi-Labin, A., Luz, B., 2001. Global climate instability reflected by Eastern Mediterranean marine records during the late Holocene. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 176, 157–176. [https://doi.org/10.1016/S0031-0182\(01\)00336-4](https://doi.org/10.1016/S0031-0182(01)00336-4)
- Seidenkrantz, M.-S., Aagaard-Sørensen, S., Sulsbrück, H., Kuijpers, A., Jensen, K.G., Kunzendorf, H., 2007. Hydrography and climate of the last 4400 years in a SW Greenland fjord: implications for Labrador Sea palaeoceanography. *The Holocene* 17, 387–401. <https://doi.org/10.1177/0959683607075840>
- Séon, N., Amiot, R., Martin, J.E., Young, M.T., Middleton, H., Fourel, F., Picot, L., Valentin, X., Lécuyer, C., 2020. Thermophysiologicals of Jurassic marine crocodylomorphs inferred from the oxygen isotope composition of their tooth apatite. *Philosophical Transactions of the Royal Society B: Biological Sciences* 375, 20190139. <https://doi.org/10.1098/rstb.2019.0139>
- Shimamoto, H., Komiya, S., 2000. The turnover of body water as an indicator of health. *J Physiol Anthropol Appl Human Sci* 19, 207–212. <https://doi.org/10.2114/jpa.19.207>
- Smith, A.C., Wynn, P.M., Barker, P.A., Leng, M.J., Noble, S.R., Tych, W., 2016. North Atlantic forcing of moisture delivery to Europe throughout the Holocene. *Scientific Reports* 6, 1–7. <https://doi.org/10.1038/srep24745>
- Taricco, C., Ghil, M., Alessio, S.M., Vivaldo, G., 2009. Two millennia of climate variability in the Central Mediterranean 5, 171–181. <https://doi.org/10.5194/cp-5-171-2009>
- Tinner, W., Lotter, A.F., Ammann, B., Conedera, M., Hubschmid, P., van Leeuwen, J.F.N., Wehrli, M., 2003. Climatic change and contemporaneous land-use phases north and south of the Alps 2300

## Chapitre 6 : Reconstruction paléoclimatique par l'analyse des individus de Thézy-Glimont

- BC to 800 AD. *Quaternary Science Reviews* 22, 1447–1460. [https://doi.org/10.1016/S0277-3791\(03\)00083-0](https://doi.org/10.1016/S0277-3791(03)00083-0)
- Touzeau, A., Blichert-Toft, J., Amiot, R., Fourel, F., Martineau, F., Cockitt, J., Hall, K., Flandrois, J.-P., Lécuyer, C., 2013. Egyptian mummies record increasing aridity in the Nile valley from 5500 to 1500 yr before present. *Earth and Planetary Science Letters* 375, 92–100.
- Tütken, T., Vennemann, T.W., 2011. Fossil bones and teeth: Preservation or alteration of biogenic compositions? *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 1–2, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2011.06.020>
- von Grafenstein, U., Erlenkeuser, H., Müller, J., Trimborn, P., Alefs, J., 1996. A 200 year mid-European air temperature record preserved in lake sediments: An extension of the  $\delta^{18}O_p$ -air temperature relation into the past. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 60, 4025–4036. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(96\)00230-X](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(96)00230-X)
- Wang, T., Surge, D., Mithen, S., 2012. Seasonal temperature variability of the Neoglacial (3300–2500BP) and Roman Warm Period (2500–1600BP) reconstructed from oxygen isotope ratios of limpet shells (*Patella vulgata*), Northwest Scotland. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 317–318, 104–113. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2011.12.016>
- Wick, L., Lemcke, G., Sturm, M., 2003. Evidence of Lateglacial and Holocene climatic change and human impact in eastern Anatolia: high-resolution pollen, charcoal, isotopic and geochemical records from the laminated sediments of Lake Van, Turkey. *The Holocene* 13, 665–675. <https://doi.org/10.1191/0959683603hl653rp>
- Wopenka, B., Pasteris, J.D., 2005. A mineralogical perspective on the apatite in bone. *Materials Science and Engineering: C, NATO Advanced Study Institute* 25, 131–143. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2005.01.008>
- Zanchetta, G., Drysdale, R.N., Hellstrom, J.C., Fallick, A.E., Isola, I., Gagan, M.K., Pareschi, M.T., 2007. Enhanced rainfall in the Western Mediterranean during deposition of sapropel S1: stalagmite evidence from Corchia cave (Central Italy). *Quaternary Science Reviews* 26, 279–286. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2006.12.003>

Individual	Type	Sample type	$\delta^{18}\text{O}_p$ (‰, V-SMOW)	Standard deviation
TG-01	<i>Homo sapiens</i>	Cranium vault	16.6	0.1
		Right humerus (epiphysis)	16.1	0.2
		Left humerus (epiphysis)	16.6	0.2
		Cervical vertebra	16.9	0.2
		Thoracic vertebra	16.8	0.2
		Lumbar vertebra	16.8	0.2
		Left rib	16.7	0.1
		Right femur (diaphysis)	16.4	0.2
		Left femur (diaphysis)	16.4	0.2
		Right tibia (diaphysis)	16.3	0.2
		Left tibia (diaphysis)	16.7	0.1
		Right heel	16.5	0.2
		Left heel	16.7	0.1
		Right carpus	16.4	0.1
		Left carpus	16.8	0.1
		Right metacarpus	16.5	0.2
		Chin	16.8	0.3
		Right iliac crest	16.7	0.1
		Left iliac crest	16.6	0.2
		1st premolar (PM1)	17.6	0.4
		1st molar (M1)	17.4	0.2
		2 <sup>nd</sup> molar (M2)	17.4	0.2
		TG-02	<i>Homo sapiens</i>	Cranium vault
Chin	17.4			0.2
Left humerus (epiphysis)	17.6			0.2
Right humerus (epiphysis)	17.9			0.1
Left carpus	17.4			0.1
Left metacarpus	17.6			0.2
Right carpus	17.6			0.2
Right metacarpus	17.6			0.2
Left femur (diaphysis)	17.7			0.2
Left tibia (diaphysis)	17.8			0.2
Left heel	17.8			0.1
Right femur (diaphysis)	17.5			0.1
Right tibia (diaphysis)	17.4			0.2
Right heel	17.4			0.2
1st premolar (PM1)	18.0			0.1
1st molar (M1)	18.0			0.2
3rd molar (M3)	17.4			0.2
TG-03	<i>Homo sapiens</i>	Cranium vault	17.1	0.2

Chapitre 6 : Reconstruction paléoclimatique par l'analyse des individus de Thézy-Glimont

		Chin	16.7	0.3
		Cervical vertebra	16.5	0.3
		Thoracic vertebra	16.5	0.2
		Lumbar vertebra	16.7	0.3
		Rib	16.5	0.2
		Right humerus (diaphysis)	16.4	0.2
		Right carpus	16.5	0.1
		Right metacarpus	16.5	0.3
		Left humerus (epiphysis)	16.7	0.3
		Left carpus	17.1	0.2
		Left metacarpus	17.1	0.3
		Left iliac crest	17.1	0.3
		Left femur (diaphysis)	17.3	0.0
		Left tibia (diaphysis)	16.9	0.1
		Left heel	17.2	0.2
		Right femur (diaphysis)	16.5	0.2
		Right tibia (diaphysis)	16.9	0.2
		Right heel	16.9	0.4
		1st premolar (PM1)	17.9	0.3
		2nd molar (M2)	17.9	0.2
		3rd molar (M3)	17.4	0.3
TG-04	<i>Homo sapiens</i>	Right femur	16.4	0.1
TG-05	<i>Homo sapiens</i>	Right femur	15.1	0.1
TG-06	<i>Homo sapiens</i>	Right femur	15.6	0.2
TG-07	<i>Homo sapiens</i>	Right femur	15.7	0.2
TG-08	<i>Homo sapiens</i>	Tibia	16.1	0.1
TG-B1	<i>Bos taurus</i>	Right phalanx	17.4	0.2
TG-B2	<i>Bos taurus</i>	Left talus	17.6	0.2
TG-B3	<i>Bos taurus</i>	Left phalanx	17.2	0.1
TG-B4	<i>Bos taurus</i>	Left phalanx	17.2	0.0
		3rd molar (M3)	16.0	0.1
TG-B5	<i>Bos taurus</i>	3rd molar	16.2	0.2
TG-CH1	<i>Equus caballus</i>	Left phalanx	17.6	0.2
		3rd molar (M3)	16.2	0.3
TG-CH2	<i>Equus caballus</i>	Molar	15.3	0.1
TG-CO1	<i>Sus scrofa</i>	Right Radius	16.1	0.1
		Rib	15.2	0.3
		Vertebra	15.5	0.2

Supplementary Table 1: Identification and  $\delta^{18}\text{O}_p$  (‰, V SMOW) values of bones and teeth from humans and animals of Thézy-Glimont.

<b>Individual</b>	<b>Type</b>	$\delta^{18}\text{O}_p$ (‰, V-SMOW)	$\delta^{18}\text{O}_{mw}$ (‰, V-SMOW)	<b>MAT (°C)</b> <b>from</b> <b>Equation (1)</b>	<b>MAT (°C)</b> <b>from</b> <b>Equation (2)</b>
TG-01	<i>Homo sapiens</i>	16.6	-8.2	10.9	10.5
TG-03	<i>Homo sapiens</i>	16.8	-7.9	11.4	10.9
TG-04	<i>Homo sapiens</i>	16.4	-8.4	10.5	10.2
TG-05	<i>Homo sapiens</i>	15.1	-10.5	6.9	7.3
TG-06	<i>Homo sapiens</i>	15.6	-9.6	8.4	8.4
TG-07	<i>Homo sapiens</i>	15.7	-9.6	8.4	8.5
TG-08	<i>Homo sapiens</i>	16.1	-8.9	9.6	9.5
TG-B1	<i>Bos taurus</i>	17.4	-7.4	12.2	11.6
TG-B2	<i>Bos taurus</i>	17.6	-7.3	12.5	11.8
TG-B3	<i>Bos taurus</i>	17.2	-7.6	11.8	11.3
TG-B4	<i>Bos taurus</i>	17.2	-7.7	11.8	11.2
TG-CH1	<i>Equus caballus</i>	17.6	-7.7	11.8	11.2
TG-CO1	<i>Sus scrofa</i>	15.6	-8.3	10.7	10.3

Supplementary Table 2: Mean  $\delta^{18}\text{O}_p$  values (‰, V-SMOW), mean  $\delta^{18}\text{O}_{mw}$  values (‰, V-SMOW) inferred from the various oxygen isotope fractionation equations and the MAT (°C) calculated from the equations of von Grafenstein et al. (1996) (1) and Lécuyer (2013) (2).



Dans l'étude qui vient d'être présentée, des datations par le radiocarbone ont été réalisées sur des restes osseux d'humains et d'animaux retrouvés dans les fosses à offrandes. Celles-ci donnent des âges calendaires compris entre 350 BCE et 60 BCE, avec la plus forte probabilité comprise entre 350 BCE et 200 BCE (Clauzel et al., 2020). Cet intervalle de temps, correspondant à La Tène C, permet l'articulation chronologique des fosses à offrandes avec l'enclos à armes et les fosses-silos retrouvées sur le même site archéologique (Chapitre 2). On aurait donc trois zones contemporaines, représentatives d'un même habitat groupé.

## II. Analyse isotopique des eaux de rivière de l'Avre

Dans l'article scientifique présenté, il a été déduit de l'étude de Négrel *et al.* (2001) que la composition isotopique de l'eau de l'Avre correspondait effectivement à celle des eaux météoriques. Des prélèvements réalisés le long de cette rivière et analysés pour leur composition isotopique de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}$ ) et de l'hydrogène ( $\delta^2\text{H}$ ) permettent de vérifier cette hypothèse (Tableau 19).

Nom	$\delta^2\text{H}$ (‰, V-SMOW)	Dévi- ation standard	$\delta^{18}\text{O}$ (‰, V-SMOW)	Dévi- ation standard
TG-1A	-40,6	0,6	-5,8	0,1
TG-1B	-44,0	0,7	-6,7	0,0
TG-2	-46,3	0,5	-6,7	0,1
TG-3A	-46,2	0,6	-6,7	0,0
TG-3B	-43,7	0,5	-6,4	0,1
TG-4	-46,0	0,5	-6,6	0,0
TG-5A	-45,6	0,4	-6,6	0,1
TG-5B	-43,7	0,4	-6,5	0,0

Tableau 19 : Compositions isotopiques de l'hydrogène ( $\delta^2\text{H}$ , ‰ V-SMOW) et de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}$ , ‰ V-SMOW) des eaux échantillonnées le long de la rivière de l'Avre.

Les valeurs sont homogènes, comprises entre -6,7 ‰ et -5,8 ‰ pour les valeurs de  $\delta^{18}\text{O}$  et entre -46,3 ‰ et -40,6 ‰ pour les valeurs de  $\delta^2\text{H}$ . Pour un même site, on observe une variation des compositions isotopiques entre été et hiver, avec un appauvrissement des compositions isotopiques sur le site TG-1 et un enrichissement sur les sites TG-2 et TG-3. Dans tous les cas, les variations sont plus importantes pour le système isotopique de l'hydrogène, ce qui peut être attribué à des fractionnements isotopiques liés à des différences relatives de masse plus

importantes (Chapitre 3) que pour l'oxygène. Les variations sont dues à des changements de température et de précipitation saisonnières (Craig & Gordon, 1965 ; Rozanski *et al.*, 1993 ; Gat, 1996).

Lorsque les points prélevés sont représentés sur un graphe  $\delta^2\text{H}$  vs.  $\delta^{18}\text{O}$ , ceux-ci s'alignent clairement sur la droite de fractionnement des eaux météoriques (Craig, 1961), qui décrit la relation moyenne entre composition isotopique de l'hydrogène et de l'oxygène des eaux météoriques actuelles (Figure 63). Les données sont également incluses dans le domaine des eaux météoriques « Brest-Orléans » (Négrel *et al.*, 2001). Ces analyses démontrent l'origine météorique des eaux de l'Avre, ainsi qu'une absence d'évaporation significative ou d'échange isotopique entre l'eau et le substrat. La démarche entreprise de calcul de températures moyennes de l'air à partir de l'analyse isotopique des restes osseux et dentaires des individus de Thézy-Glimont est donc bien validée.

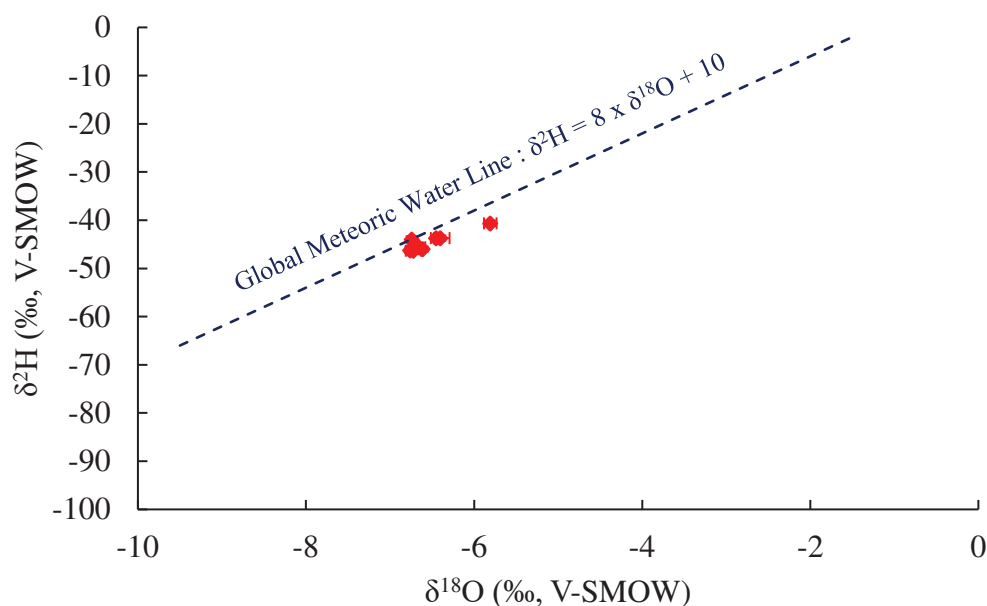


Figure 63 : Relations entre la composition isotopique de l'hydrogène ( $\delta^2\text{H}$ , ‰ V-SMOW) et de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}$ , ‰ V-SMOW) pour les échantillons d'eau prélevés le long de la rivière de l'Avre. La droite de fractionnement des eaux météoriques (Global Meteoric Water Line, Craig, 1961) est représentée.

### III. Analyse de la composition isotopique des groupements carbonates et prétraitement chimique

#### A. Discussion de l'effet du prétraitement chimique des carbonates d'apatite

Les carbonates d'apatites étant facilement mobilisables par les fluides lors du séjour des échantillons dans le sol, des prétraitements chimiques, préalables à l'analyse, sont généralement proposés (Chapitre 3). Ceux-ci visent à dissoudre la matière organique ainsi que les carbonates d'apatite précipités secondairement. L'effet de ces traitements n'est pas unanime, car ils peuvent modifier la composition isotopique des échantillons de manière variable (Snoeck & Pellegrini, 2015 ; Pellegrini & Snoeck, 2016). Parmi l'ensemble des prétraitements existants, celui proposé par Koch *et al.* (1997) est étudié ici. Afin de tester toute variabilité induite par ce dernier, deux ensembles d'échantillons sont considérés.

Le premier ensemble correspond aux 29 échantillons d'os provenant de l'humain moderne (Chapitres 4 et 5). Deux séries ont été prélevées, l'une a suivi le protocole de prétraitement (série PT), tandis que l'autre n'a subi aucun prétraitement (série NPT). Les compositions isotopiques de l'oxygène et du carbone des groupements carbonates des deux séries ont ensuite été analysées. Les résultats, disponibles dans le Tableau 20, montrent que le prétraitement entraîne un décalage des valeurs isotopiques.

L'écart entre les valeurs de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$  est compris entre  $-1,4 \text{ ‰}$  et  $+2,3 \text{ ‰}$ , pour une valeur moyenne de  $+0,3 \pm 0,9 \text{ ‰}$ , tandis que l'écart entre les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$  est compris entre  $-2,9 \text{ ‰}$  et  $-0,4 \text{ ‰}$  avec une valeur moyenne de  $-1,4 \pm 0,8 \text{ ‰}$ . Ces décalages sont supérieurs aux incertitudes analytiques de mesure et donc ne peuvent pas être négligés. Alors que le traitement semble conduire à une relative homogénéisation des valeurs de  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ , il augmente la variabilité des valeurs de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , qui sont caractérisées par un enrichissement ou un appauvrissement en  $^{18}\text{O}$  selon l'échantillon. On aurait pu s'attendre, dans le même type d'os (vertèbre, os long, côte), à des décalages isotopiques reproductibles, mais cela n'est pas observé (Figure 64).

Nom de l'échantillon	$\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ (‰, V-PDB)		$\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ (‰, V-PDB)	
	Série PT	Série NPT	Série PT	Série NPT
SA-1	-4,5	-4,5	-15,6	-13,9
SA-2	-1,9	-3,0	-15,7	-12,8
SA-3	-3,5	-4,6	-14,3	-12,8
SA-4	-3,9	-4,4	-14,9	-12,0
SA-5	-4,6	-4,2	-15,9	-15,0
SA-6	-4,8	-4,0	-15,4	-13,8
SA-7	-3,3	-4,8	-15,9	-14,3
SA-8	-3,8	-4,4	-15,2	-12,3
SA-9	-4,1	-5,1	-15,5	-14,0
SA-10	-5,2	-5,0	-14,9	-13,6
SA-11	-4,0	-5,7	-15,5	-12,8
SA-12	-4,7	-5,2	-16,1	-13,6
SA-13	-4,5	-5,2	-15,6	-13,3
SA-14	-4,6	-3,6	-15,2	-13,6
SA-15	-2,3	-2,6	-15,4	-15,0
SA-16	-	-5,4	-	-15,0
SA-17	-4,8	-4,0	-15,9	-14,5
SA-18	-5,3	-3,9	-15,9	-15,1
SA-19	-4,6	-6,9	-15,8	-14,7
SA-20	-5,0	-5,4	-15,9	-14,8
SA-21	-4,9	-5,3	-15,8	-14,2
SA-22	-3,0	-1,8	-16,0	-15,2
SA-23	-3,2	-2,9	-16,0	-15,5
SA-24	-3,6	-3,1	-16,1	-15,3
SA-25	-5,4	-4,7	-15,9	-15,0
SA-26	-3,2	-4,3	-16,4	-15,7
SA-27	-3,4	-4,0	-16,4	-15,9
SA-28	-3,5	-3,5	-16,3	-15,6
SA-29	-	-3,9	-	-15,7

Tableau 20 : Composition isotopiques de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}$ , ‰ V-SMOW) et du carbone ( $\delta^{13}\text{C}$ , ‰ V-PDB) des carbonates d'apatite des échantillons du squelette d'humain moderne. Une série est prétraitée (série PT) et une série est non traitée (NPT).

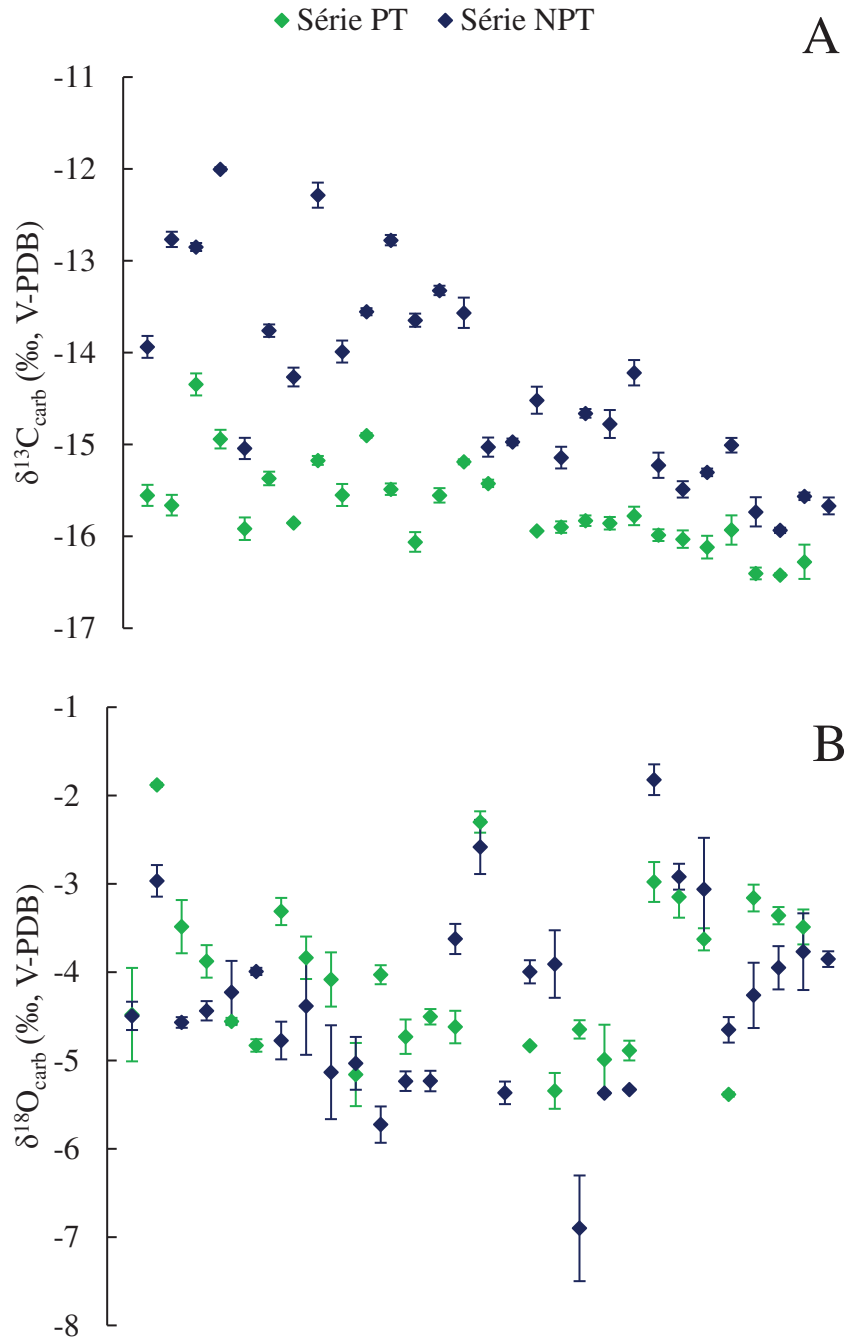


Figure 64 : Comparaison des compositions isotopiques du carbone (A,  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ , ‰ V-PDB) et de l'oxygène (B,  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , ‰ V-PDB) mesurées sur les groupements carbonates de l'apatite des échantillons du squelette d'humain moderne entre une série prétraitée (PT) et une série non prétraitée (NPT). Les échantillons sont classés par ordre croissant de gauche (SA-1) à droite (SA-29).

On peut également observer l'impact du prétraitement chimique sur le positionnement des échantillons osseux d'humain moderne par rapport à la droite de Chenery *et al.* (2012) entre composition isotopique des groupements phosphates et des groupements carbonates de l'hydroxyapatite de l'os pour les humains, selon l'équation :

$$\delta^{18}O_p = 1,0322(\pm 0,008) \times \delta^{18}O_{carb} - 9,6849(\pm 0,187)$$

Lorsque les données des deux séries sont représentées sur un graphe  $\delta^{18}O_p$  vs.  $\delta^{18}O_{carb}$ , on observe que le prétraitement améliore très légèrement la position des valeurs vis-à-vis de la droite théorique, mais bien que certaines valeurs semblent se rapprocher de la droite, d'autres s'en éloignent (Figure 65).

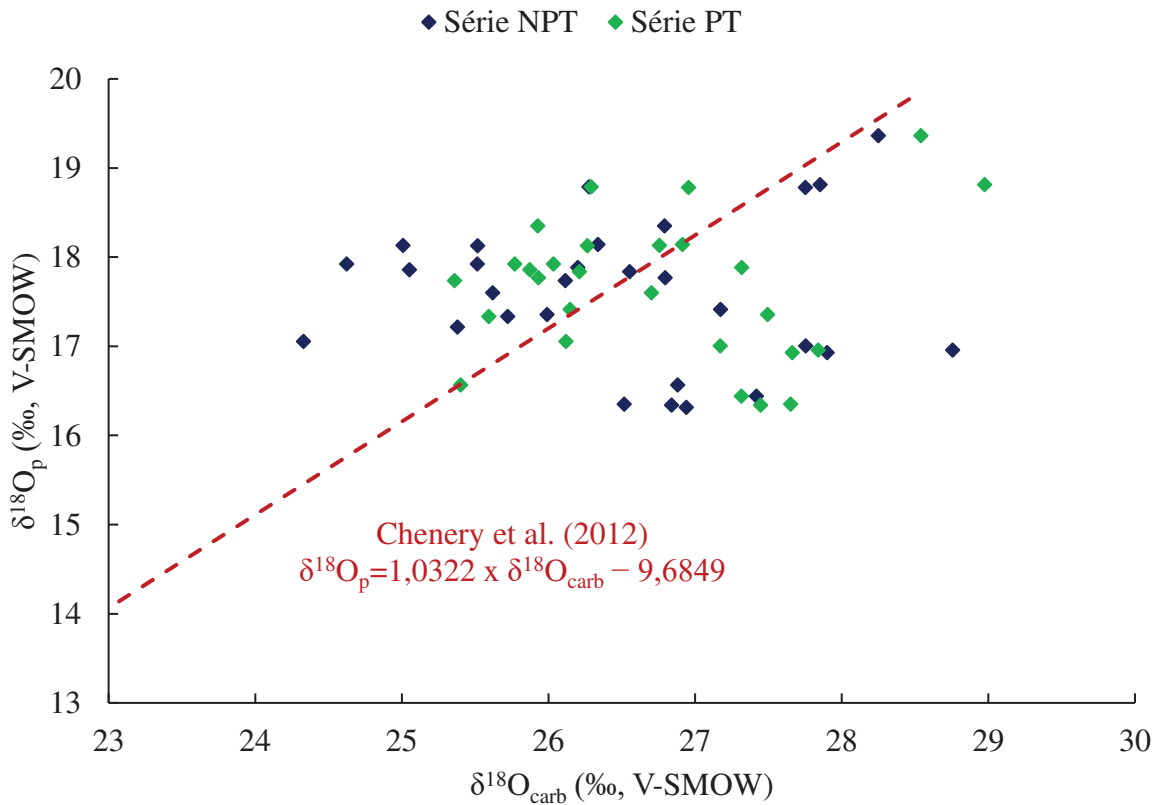


Figure 65 : Compositions isotopiques de l'oxygène des groupements phosphates ( $\delta^{18}O_p$ , ‰ V-SMOW) et des groupements carbonates ( $\delta^{18}O_{carb}$ , ‰ V-SMOW) de l'hydroxyapatite des échantillons osseux d'humain moderne. La série PT a été prétraitée chimiquement selon le protocole de Koch *et al.* (1997), tandis que la série NPT n'a subi aucun prétraitement préalable.

On observe donc que pour des échantillons osseux modernes, exempts de diagenèse, le prétraitement chimique de Koch *et al.* (1997) cause de la variabilité supplémentaire dans les analyses de carbonates d'apatite. Ce biais analytique, difficilement corrigeable, induit un décalage des compositions isotopiques, non constant et non reproductible entre échantillons. Aussi, les données isotopiques mesurées sur le squelette actuel ne seront discutées que sur la série non traitée (NPT, Chapitre 5).

La même démarche a ensuite été appliquée sur des échantillons archéologiques provenant du site de Thézy-Glimont. Un ensemble de 19 échantillons, provenant de l'individu TG-01 (Annexe 9), a servi à élaborer trois séries. Les deux premières séries de 19 échantillons (respectivement T1 et T2) ont été soumises au protocole de prétraitement de Koch *et al.* (1997), tandis que la troisième série de 19 échantillons (Série NT) a été analysée sans prétraitement. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 21. Les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$  de T1 sont comprises entre -14,4 ‰ et -12,7 ‰, avec une valeur moyenne de  $-13,7 \pm 0,4$  ‰, celles de T2 sont comprises entre -14,5 ‰ et -13,0 ‰, avec une valeur moyenne de  $-13,7 \pm 0,4$  ‰, et les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$  de la série NT varient entre -12,0 ‰ et -6,8 ‰, avec une valeur moyenne de  $-9,8 \pm 1,3$  ‰. Les valeurs de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$  de T1 varient de +22,9 ‰ à +26,6 ‰, avec une valeur moyenne de  $+24,9 \pm 0,9$  ‰, celles de T2 varient de +22,6 ‰ à +25,0 ‰, avec une valeur moyenne de  $+24,1 \pm 0,6$  ‰. Enfin, les valeurs de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$  de la série NT varient de +23,8 ‰ à +27,4 ‰, avec une valeur moyenne de  $+25,3 \pm 1,0$  ‰.

On observe que les deux séries prétraitées (T1, T2) ont des  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$  similaires tandis qu'elles diffèrent en  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$  par un décalage moyen de  $+0,7 \pm 0,9$  ‰. La série NT se distingue des deux autres par des valeurs plus élevées en  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$  de  $+3,9 \pm 1,2$  ‰ en moyenne et des valeurs plus élevées de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$  en moyenne de  $+0,7 \pm 1,1$  ‰. Le fait que la série NT se distingue des séries traitées témoigne de la présence probable de carbonates secondaires ou de matière organique venant modifier sa composition isotopique (ce qui sera confirmé dans la suite de ce chapitre par la mise en évidence de la diagenèse des groupements carbonates d'apatite des échantillons).

Chapitre 6 : Reconstruction paléoclimatique par l'analyse des individus de Thézy-Glimont

Nom de l'échantillon	$\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ (‰, V-SMOW)			$\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ (‰, V-PDB)		
	Série T1	Série T2	Série NT	Série T1	Série T2	Série NT
1401	+22,9	+24,6	+23,8	-14,2	-14,0	-11,1
1402	+25,3	-	+24,4	-13,5	-	-11,6
1403	+24,1	+23,6	+26,0	-14,4	-14,5	-9,2
1404	+24,3	-	+26,3	-14,0	-	-8,2
1405	+25,4	+24,8	+25,9	-13,1	-13,3	-9,3
1406	+24,0	+22,6	+24,1	-14,3	-14,2	-11,1
1407	+24,6	-	+24,3	-13,5	-	-10,5
1408	+25,9	+24,3	+24,7	-13,7	-13,6	-8,8
1409	+24,3	+24,2	+25,2	-13,9	-13,8	-9,5
1410	+26,6	+24,8	+25,7	-13,3	-13,3	-8,7
1411	+26,3	+25,0	+26,3	-13,6	-13,5	-8,3
1412	+24,2	+24,0	+24,8	-13,8	-14,1	-10,2
1413	+24,2	+24,0	+24,9	-13,8	-13,8	-10,1
1414	+25,4	-	+24,1	-13,6	-	-12,0
1415	+25,1	+24,4	+24,7	-14,1	-13,9	-11,1
1416	+25,0	+23,7	+27,4	-12,7	-13,0	-6,8
1417	+25,3	+24,1	+25,7	-13,3	-13,3	-9,8
1418	+24,5	+23,6	+26,3	-14,0	-13,9	-9,0
1419	+25,2	-	+26,0	-13,4	-	-10,4

Tableau 21 : Compositions isotopiques de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , ‰ V-SMOW) et du carbone ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ , ‰ V-PDB) des carbonates d'apatite des échantillons de l'individu TG-01. La correspondance avec les numéros d'échantillon est disponible en Annexe 9. Les trois séries correspondent à deux prétraitement chimiques similaires (T1, T2) et à une série non prétraitée (NT).



Les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$  des deux séries prétraitées sont similaires entre elles, et appauvries en moyenne de -1,0 ‰ par rapport à la composition isotopique du carbone de l'émail dentaire pour l'individu TG-01, considérée comme préservée de toute altération (Clauzel *et al.*, 2022). Un tel décalage est représentatif de ce qui serait attendu pour ce système isotopique (*e.g.* Wright & Schwarcz, 1998), et tend à montrer que les données mesurées représentent bien le signal originel en  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ . En revanche, une plus grande variabilité est obtenue sur les valeurs de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ . De manière similaire au squelette d'humain moderne (Chapitre 5), les compositions isotopiques de l'oxygène des groupements carbonates peuvent être comparées à celles des groupements phosphates mesurées sur ces mêmes échantillons (Clauzel *et al.*, 2020). On observe un décalage moyen entre  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  et  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$  de  $8,3 \pm 0,9$  ‰,  $7,5 \pm 0,7$  ‰,  $8,7 \pm 1,0$  ‰ pour T1, T2 et NT, respectivement. Ces trois valeurs sont comprises dans l'intervalle attendu de 7-10 ‰ proposé par Chenery *et al.* (2012). D'autre part, lorsque les valeurs de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  sont comparées à celles de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$  (Figure 66), on observe, de manière comparable à l'humain moderne, qu'aucune des trois séries (T1, T2, NT) ne s'aligne sur la droite de Chenery *et al.* (2012).

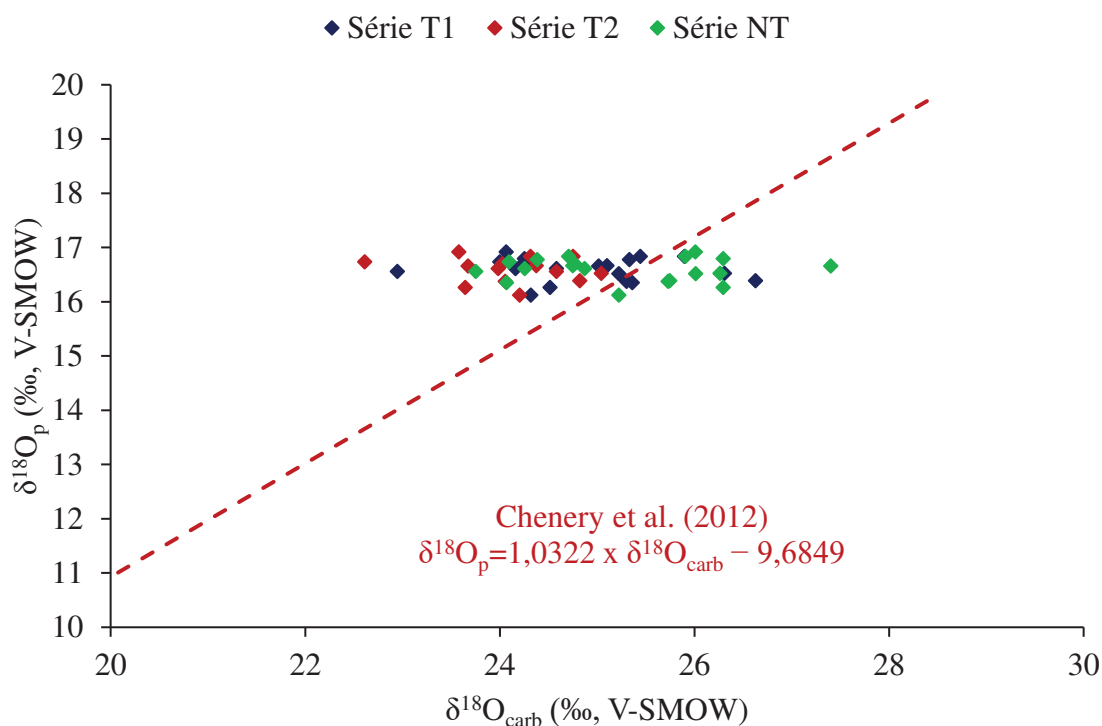
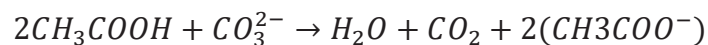


Figure 66 : Compositions isotopiques de l'oxygène des groupements phosphates ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$ , ‰ V-SMOW) et des groupements carbonates ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , ‰ V-SMOW) de l'hydroxyapatite des restes osseux de Thézy-Glimont. Deux séries (T1, T2) ont été prétraitées chimiquement selon le protocole de Koch *et al.* (1997), tandis que la série NT n'a subi aucun prétraitement préalable.

On observe ici le même phénomène dans le registre archéologique que pour l'humain moderne, où l'équation ne semble pas être représentative de la variabilité isotopique à l'échelle individuelle enregistrée dans les restes osseux. On observe également une grande variabilité des valeurs en  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , avec une absence de reproductibilité entre les deux séries traitées et la série non traitée. On peut conclure que le prétraitement proposé par Koch *et al.* (1997) appliqué sur des restes osseux du registre archéologique serait potentiellement efficace pour retrouver les compositions isotopiques originelles du carbone, mais pas en oxygène. L'ajout d'acide acétique conduit à une digestion des carbonates secondaires, selon la réaction :



On peut proposer que l'attaque acide entraîne l'évacuation complète du carbone sous forme de  $\text{CO}_2$ , tandis que l'oxygène peut être affecté d'un fractionnement isotopique qui altère la composition du carbonate traité. Une deuxième hypothèse serait que l'attaque acide ne permet pas de solubiliser l'ensemble des carbonates secondaires, et qu'il reste donc une pollution rémanente particulièrement visible *via* les valeurs de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ . Une solution pour s'affranchir de ce biais serait d'estimer préalablement la quantité de carbonates secondaires précipités dans chaque échantillon, par exemple *via* spectroscopie infrarouge (*e.g.* Beasley *et al.*, 2014), puis d'adapter la quantité d'acide ajoutée pour chaque échantillon. Cependant, la quantité de carbonate d'apatite étant variable dans l'os (Grunenwald *et al.*, 2014), il serait difficile d'estimer la proportion originelle propre à chaque échantillon.

Le prétraitement chimique semble donc apporter plus de confusion dans la compréhension et l'interprétation des données isotopiques qu'il n'en enlève. Dans le cas du squelette d'humain moderne, il entraîne une variabilité des compositions isotopiques de l'oxygène des groupements carbonates, aléatoire et difficilement corrigeable. Dans le registre archéologique, il semble efficace pour retrouver la composition isotopique originelle du carbone, mais bien moins pour le système isotopique de l'oxygène. Cette variabilité peut être liée à l'application d'un prétraitement similaire pour l'ensemble des échantillons, alors que chacun d'entre eux représente un cas particulier en termes de potentielle diagenèse. La réalisation de prétraitements chimiques est d'ailleurs considérée comme une source de variabilité isotopique entre laboratoires par Pestle *et al.* (2014).

En conséquence, l'ensemble des analyses isotopiques de carbonates d'apatite réalisées sur les échantillons de Thézy-Glimont l'ont été sans prétraitement préalable. Cela permet de discuter de la préservation du signal isotopique ainsi que des méthodes développées pour comprendre les phénomènes diagénétiques à l'œuvre.

## B. Diagenèse des groupements carbonates et droite de mélange

L'ensemble des échantillons osseux humains, sans prétraitement préalable, ont été analysés pour leurs compositions isotopiques de l'oxygène et du carbone des groupements carbonates d'apatite ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$  et  $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ ). Additionnellement, la proportion massique de carbonate dans chaque échantillon a été estimée, en utilisant l'aire sous la courbe de la masse 44, correspondant au pic de  $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$  mesurée par le spectromètre de masse. Cette aire est corrélée à la concentration en  $\text{CO}_2$  mesurée, elle-même dépendant de la teneur en carbonate de chaque échantillon. En supposant une relation linéaire entre aire sous la courbe et proportion de carbonate, et en se basant sur le standard de référence (marbre de Carrare) qui est de la calcite pure (100 %), les proportions massiques de carbonate des échantillons ont pu être estimées. L'ensemble de ces données sont disponibles dans le Tableau 22.

Les proportions de carbonate mesurées dans l'ensemble des échantillons sont comprises entre 3,2 % et 22,1 %, avec une valeur moyenne de  $10,5 \pm 4,5$  %. Les proportions de carbonate dans l'hydroxyapatite de tissus osseux et dentaires modernes sont globalement estimées entre 4 et 8 % (Gómez-Morales *et al.*, 2013 ; McElderry *et al.*, 2013). Bien que certains échantillons correspondent à ces critères, la majorité possède une proportion supérieure à ce seuil. On met donc en évidence la présence de carbonates secondaires précipités dans les réseaux osseux. L'altération diagénétique des carbonates peut avoir deux origines : une origine inorganique par circulation de fluides et une origine microbienne. Une altération biologique de l'os aurait également affecté les groupements phosphates de la matrice minérale qui y sont sensibles, contrairement à la diagenèse inorganique affectant essentiellement les groupements carbonates (Chapitre 3).

*Tableau 22 : Compositions isotopiques de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , ‰ V-SMOW) et du carbone ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ , ‰ V-PDB) des carbonates d'apatite, compositions isotopiques de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}_p$ , ‰ V-SMOW) des groupements phosphates et proportion massique de carbonate (%Carb) calculée à partir de l'aire du pic de  $\text{CO}_2$  mesuré sur le spectromètre de masse pour les restes osseux humains de Thézy-Glimont.*

Individu	Échantillon	$\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ (‰, V-SMOW)	$\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ (‰, V-PDB)	$\delta^{18}\text{O}_\text{P}$ (‰, V-SMOW)	% Carbonates (%)
TG-01	Voute crânienne	+23,8	-11,1	+16,6	8,7
	Symphyse mandibulaire	+24,4	-11,6	+16,8	7,6
	Vertèbre cervicale	+26,0	-9,2	+16,9	11,3
	Vertèbre thoracique	+26,3	-8,2	+16,8	10,9
	Vertèbre lombaire	+25,8	-9,3	+16,8	13,2
	Côte gauche	+24,1	-11,1	+16,7	7,9
	Humérus droit (épiphyse)	+25,2	-9,5	+16,1	11,2
	Humérus gauche (épiphyse)	+24,3	-10,6	+16,6	11,6
	Carpe droit	+25,7	-8,7	+16,4	13,7
	Carpe gauche	+24,7	-8,8	+16,8	10,5
	Métacarpe droit	+26,3	-8,3	+16,5	12,0
	Crête iliaque droite	+24,8	-10,2	+16,7	8,6
	Crête iliaque gauche	+24,9	-10,1	+16,6	10,3
	Fémur droit (diaphyse)	+25,7	-9,7	+16,4	12,3
	Fémur gauche (diaphyse)	+24,1	-12,0	+16,4	10,5
	Tibia droit (diaphyse)	+26,3	-8,9	+16,3	12,1
	Tibia gauche (diaphyse)	+24,7	-11,1	+16,7	9,3
	Calcaneus droit	+26,0	-10,4	+16,5	11,9
	Calcaneus gauche	+27,2	-6,8	+16,7	15,4
	TG-02	Voute crânienne	+18,4	-9,5	+17,4
Symphyse mandibulaire		+19,5	-9,5	+17,4	6,0
Humérus droit (épiphyse)		+18,9	-9,7	+17,9	3,8
Humérus gauche (épiphyse)		+18,8	-8,2	+17,6	7,7
Carpe droit		+19,4	-9,2	+17,6	3,2
Carpe gauche		+19,4	-10,3	+17,4	4,9
Métacarpe droit		+22,7	-9,6	+17,6	4,7
Métacarpe gauche		+17,4	-9,9	+17,6	5,7
Fémur droit (diaphyse)		+22,0	-9,7	+17,5	7,6

	Fémur gauche (diaphyse)	+20,9	-8,9	+17,7	8,6
	Tibia droit (diaphyse)	+20,8	-7,8	+17,4	9,2
	Tibia gauche (diaphyse)	+20,3	-9,9	+17,8	5,2
	Calcaneus droit	+20,9	-9,0	+17,4	7,0
	Calcaneus gauche	+20,4	-10,8	+17,8	8,6
	Voute crânienne	+18,4	-10,8	+17,1	9,4
TG-03	Symphyse mandibulaire	+20,8	-10,2	+16,7	10,0
	Vertèbre cervicale	+23,0	-8,1	+16,5	13,1
	Vertèbre thoracique	+21,6	-8,3	+16,5	12,5
	Vertèbre lombaire	+26,1	-5,0	+16,7	20,7
	Côte	+20,9	-9,1	+16,5	8,4
	Humérus droit (diaphyse)	+25,3	-7,5	+16,4	15,1
	Humérus gauche (épiphyse)	+22,6	-8,0	+16,7	15,2
	Carpe droit	+24,1	-10,2	+16,5	20,7
	Carpe gauche	+26,7	-4,7	+17,1	22,1
	Métacarpe droit	-	-10,5	+16,5	9,4
	Métacarpe gauche	+24,0	-7,7	+17,0	12,4
	Crête iliaque droite	+20,5	-10,5	+17,1	8,9
	Fémur droit (diaphyse)	+19,0	-10,1	+16,5	8,8
	Fémur gauche (diaphyse)	+23,4	-8,1	+17,3	13,6
	Tibia droit (diaphyse)	+21,1	-9,6	+16,9	11,0
	Tibia gauche (diaphyse)	+25,9	-5,9	+16,9	20,7
	Calcaneus droit	+24,2	-7,1	+16,9	13,4
	Calcaneus gauche	+25,2	-10,2	+17,2	21,2
TG-04	Fémur droit	+25,4	-12,2	+16,4	7,7
TG-05	Fémur droit	+24,8	-13,2	+15,1	5,6
TG-06	Fémur droit	+24,3	-12,5	+15,6	4,7
TG-07	Fémur droit	+24,9	-12,2	+15,7	3,7
TG-08	Fémur droit	+22,7	-9,1	+16,1	14,2

La nature de la diagenèse peut être vérifiée par la différence entre composition isotopique de l'oxygène des groupements carbonates et des groupements phosphates de l'hydroxyapatite pour un même échantillon, appelée ici  $\Delta_{carb-p}^{18O}$  (Zazzo *et al.*, 2004b) et estimée entre 7 et 10 ‰ pour les humains (Chenery *et al.*, 2012). Une altération microbienne entrainerait une équilibration isotopique avec l'eau du milieu, qui modifie la composition isotopique des groupements phosphates et carbonates et qui est caractérisée par une augmentation du  $\Delta_{carb-p}^{18O}$  (Blake *et al.*, 1997 ; Zazzo *et al.*, 2004b). À l'inverse, une altération inorganique par précipitation de carbonates secondaires, bien que pouvant également modifier le  $\Delta_{carb-p}^{18O}$  par altération des carbonates, est surtout repérée par une augmentation de la proportion massique de carbonates dans les réseaux de l'hydroxyapatite. La représentation des échantillons dans l'espace  $\Delta_{carb-p}^{18O}$  vs. proportion massique de carbonates permet donc de connaître les mécanismes de diagenèse à l'œuvre (Figure 67).

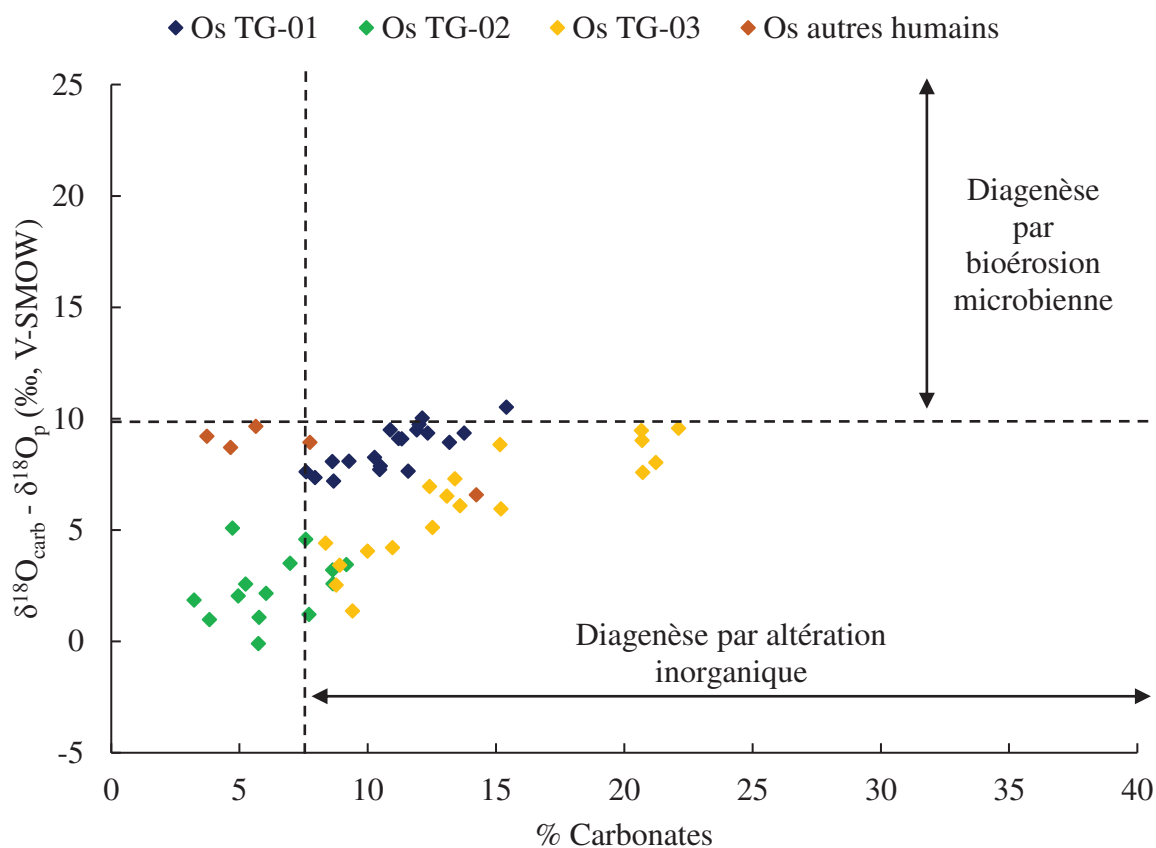


Figure 67 : Mécanismes diagénétiques identifiés par la représentation des échantillons dans un espace  $\delta^{18}O_{carb} - \delta^{18}O_p$  (‰, V-SMOW) vs. proportion massique de carbonates (%). Les lignes en tirets correspondent aux seuils définis dans le texte.

Cette représentation confirme que les restes osseux étudiés sont affectés par une diagenèse *via* la précipitation inorganique de carbonates secondaires. Les valeurs de  $\Delta_{carb-p}^{18O}$  semblent témoigner de l'absence de réaction biologique. Lorsque la composition isotopique de l'oxygène des carbonates d'apatite est représentée en fonction de la proportion massique en carbonates pour chaque échantillon (Figure 68), ceux-ci s'alignent sur une droite, identifiée comme la droite de mélange représentant l'altération de la composition isotopique originelle par une autre source, caractérisée par une proportion en carbonates et une composition isotopique de l'oxygène élevées.

Les échantillons ont été retrouvés dans une couche composée de craie du Bassin parisien (Chapitre 2). Cette craie a été échantillonnée et sa composition isotopique mesurée :  $\delta^{13}C = +1,5 \text{ ‰ V-PDB}$ ,  $\delta^{18}O = +30,2 \text{ ‰ V-SMOW}$ . Celle-ci représente très probablement la source de la contamination diagénétique à l'origine de la composition isotopique enrichie en  $^{18}O$  des carbonates secondaires.

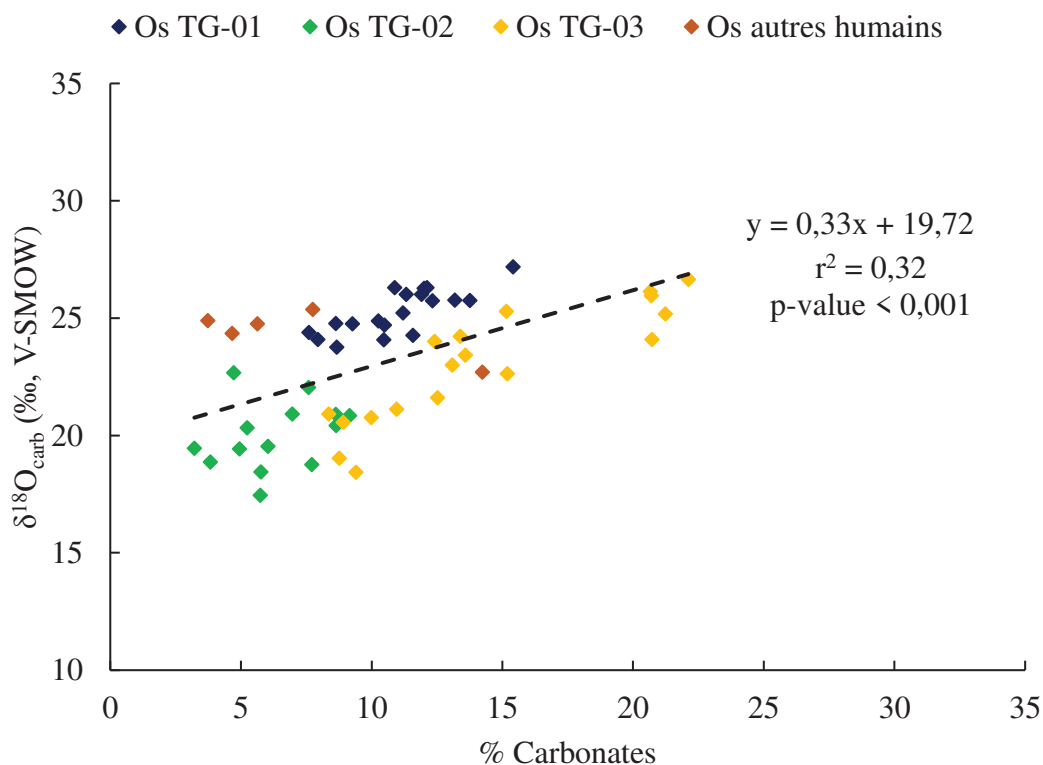


Figure 68 : Droite de mélange représentation l'altération diagénétique des carbonates d'apatites des restes osseux des humains de Thézy-Glimont, représentée dans l'espace  $\delta^{18}O_{carb}$  (‰, V-SMOW) vs. proportion massique de carbonates (%).

On peut considérer en première approximation deux pôles purs « théoriques » de cette droite de mélange : (1) la craie échantillonnée (pôle pur noté P1) et (2) Un pôle pur P2 caractérisé par les compositions isotopiques de l'oxygène originelles des carbonates d'apatite, estimées par l'équation de Chenery *et al.* (2012) (malgré les réserves émises sur la représentativité de cette dernière pour des échantillons osseux) à partir du  $\delta^{18}\text{O}_p$  des mêmes échantillons (Clauzel *et al.*, 2020). On caractérise alors P2 par un  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$  compris entre +24 et +27 ‰ et une proportion massique de carbonates comprise entre 4 et 8 % (Figure 69). Lorsque la droite de mélange est comparée à ces deux pôles, un décalage est observé, et suggère l'intervention d'une autre source de contamination.

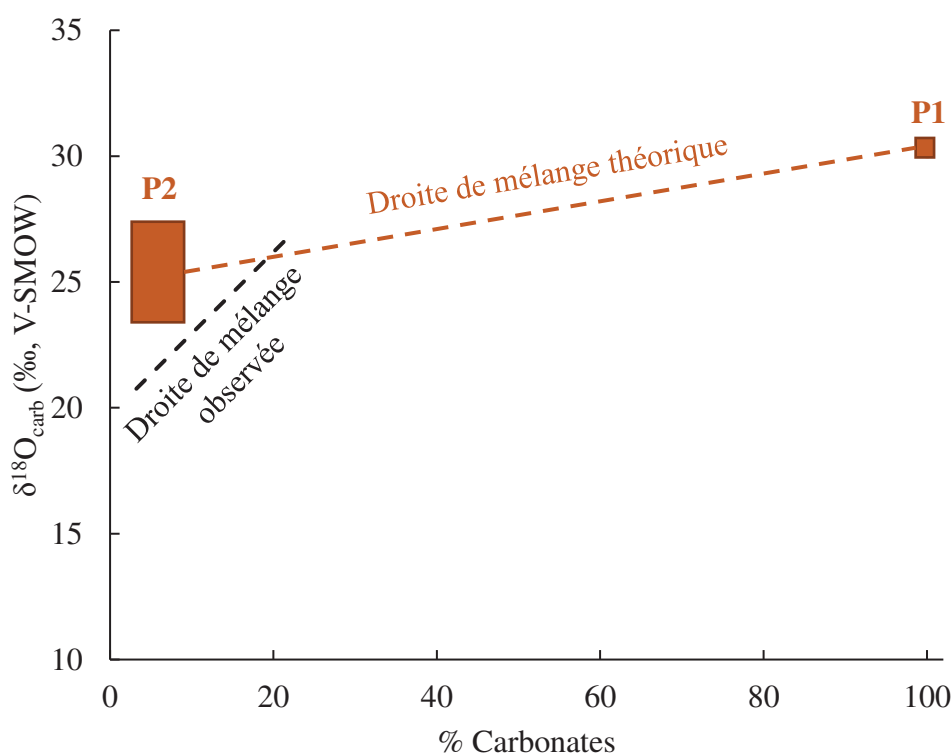


Figure 69 : Comparaison entre droite de mélange théorique d'une altération diagénétique par deux pôles purs P1 (craie du sol) et P2 (composition isotopique originelle estimée des échantillons, voir texte) et droite de mélange observée (voir Figure 68).

En effet on remarque, notamment pour TG-02 et TG-03, que des échantillons ont des taux de carbonates acceptables, mais des compositions isotopiques de l'oxygène inférieures à celles estimées entre +24 ‰ et +27 ‰ (Tableau 22). Cet appauvrissement en  $^{18}\text{O}$  ne serait pas dû à la contribution du sol et de la craie, qui entraineraient un enrichissement en  $^{18}\text{O}$  et en proportion massique de carbonates des échantillons. On visualise ici un second phénomène diagénétique,



probablement dû à un échange isotopique avec les eaux circulantes appauvries en  $^{18}\text{O}$ . Ces phénomènes peuvent être modulés par des microorganismes ou s'effectuer de manière inorganique (Zazzo *et al.*, 2004a). Une médiation biologique aurait d'abord affecté les groupements phosphates, et aurait été caractérisée par un  $\Delta_{carb-p}^{18\text{O}}$  plus important, ce qui n'est pas observé ici. En revanche, la cinétique d'un rééquilibrage isotopique inorganique étant estimée à 10 fois plus importante pour les groupements carbonates que pour les groupements phosphates (Zazzo *et al.*, 2004a), on peut supposer qu'un tel phénomène est observé ici.

L'équilibre isotopique peut être modélisé par l'équation de Lécuyer *et al.* (2010) :

$$1000 \times \ln\alpha(\text{CO}_3^{2-} - \text{H}_2\text{O}) = \frac{25,19(\pm 0,53)}{T} - 56,47(\pm 1,81) \quad (r^2 = 0,998)$$

Avec T la température en °C et  $\alpha(\text{CO}_3^{2-} - \text{H}_2\text{O})$  le coefficient de fractionnement entre composition isotopique de l'oxygène du groupement carbonate et de l'eau :

$$\alpha(\text{CO}_3^{2-} - \text{H}_2\text{O}) = \frac{\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3^{2-}} + 1000}{\delta^{18}\text{O}_{\text{H}_2\text{O}} + 1000}$$

Si on considère une eau météorique, de composition isotopique de l'oxygène moyenne de -6,5 ‰ (correspondant à la moyenne des mesures effectuées sur les eaux de l'Avre), et une température de sub-surface similaire à la température de surface (Smerdon *et al.*, 2006) moyenne actuelle de 10,9 °C, on est capable d'établir un 3<sup>ème</sup> pôle diagénétique, noté P3. Celui-ci correspond à l'eau de surface, avec 0-1 % en proportion massique de carbonate (provenant du lessivage des sols) et avec la composition isotopique d'un carbonate entièrement équilibré isotopiquement avec l'eau de surface, estimée à +26 ‰ V-SMOW avec l'équation précédente. On constate que le  $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$  estimé à +26 ‰ est trop élevée pour expliquer les compositions isotopiques observées sur les carbonates d'apatite. Les approximations réalisées sont très certainement trop simplistes, face à des phénomènes diagénétiques qui font intervenir des circulations et des mobilisations hydrologiques variés (Hedges & Millard, 1995). On peut donc difficilement identifier exactement le pôle P3, mais on peut affirmer qu'il a contribué à un appauvrissement isotopique de l' $^{18}\text{O}$  des restes osseux de TG-02 et TG-03 (Figure 70).

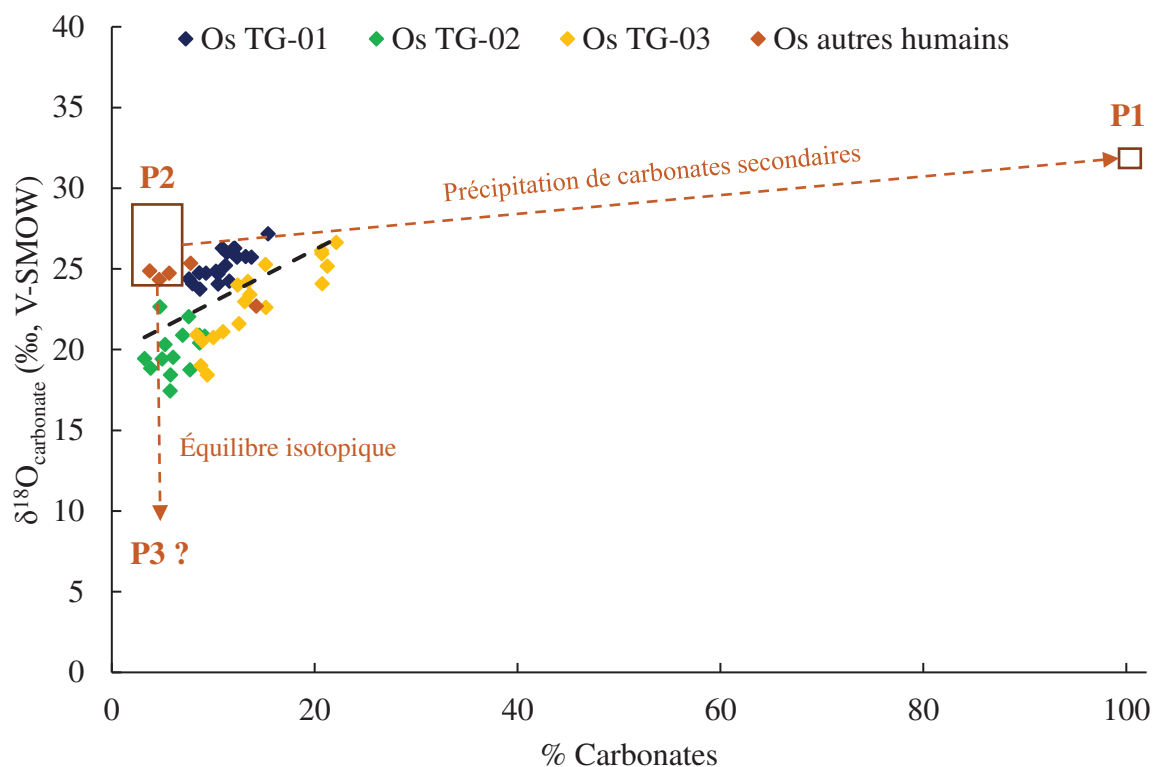


Figure 70 : Ajout d'un troisième pôle de mélange correspondant à un équilibre isotopique avec de l'eau de surface dans le contexte de l'étude de l'altération diagénétique des carbonates d'apatite des restes osseux humains de Thézy-Glimont, représentée dans l'espace  $\delta^{18}\text{O}$  (‰, V-SMOW) vs. proportion massique de carbonates (%).

Concernant le pôle P1 qui est bien contraint, sa contribution diagénétique peut être quantifiée en première approximation en considérant les points échantillonnés dans un repère (P2, P1). Pour cela, on formule une équation de mélange par bilan de masse :

$$\%Carb_{\text{éché}} = \alpha_1 \times \%Carb_{P1} + \alpha_2 \times \%Carb_{P2}$$

Avec  $\alpha_1$  la proportion du pôle diagénétique P1 ( $\alpha_1 + \alpha_2 = 1$  par conservation de masse). Avec  $\%Carb$  la proportion massique de carbonates de l'échantillon. On prend  $\%Carb_{P1} = 100\%$ , et  $\%Carb_{P2} = 6\%$ . Du fait de cette dernière valeur arbitraire, alors que P2 représente plutôt un champ de variation de valeurs, dans le cas où on estime une contribution négative de P2 (c'est-à-dire que  $\%Carb_{\text{éché}} < 6\%$ ), celle-ci est estimée nulle. Les résultats sont présentés dans le Tableau 23.

Individu	Échantillon	$\alpha_1$ (pôle P1, %)
TG-01	Voute crânienne	2,8
	Symphyse mandibulaire	1,7
	Vertèbre cervicale	5,7
	Vertèbre thoracique	5,2
	Vertèbre lombaire	7,6
	Côte gauche	2,1
	Humérus droit (épiphyse)	5,5
	Humérus gauche (épiphyse)	5,9
	Carpe droit	8,2
	Carpe gauche	4,8
	Métacarpe droit	6,4
	Crête iliaque droite	2,8
	Crête iliaque gauche	4,5
	Fémur droit (diaphyse)	6,7
	Fémur gauche (diaphyse)	4,7
	Tibia droit (diaphyse)	6,5
	Tibia gauche (diaphyse)	3,5
	Calcaneus droit	6,3
	Calcaneus gauche	10,0
	TG-02	Voute crânienne
Symphyse mandibulaire		0
Humérus droit (épiphyse)		0
Humérus gauche (épiphyse)		1,8
Carpe droit		0
Carpe gauche		0
Métacarpe droit		0
Métacarpe gauche		0
Fémur droit (diaphyse)		1,7
Fémur gauche (diaphyse)		2,8
Tibia droit (diaphyse)		3,4
Tibia gauche (diaphyse)		0
Calcaneus droit		1,0
Calcaneus gauche		2,8
TG-03	Voute crânienne	3,6
	Symphyse mandibulaire	4,2
	Vertèbre cervicale	7,5
	Vertèbre thoracique	6,9
	Vertèbre lombaire	15,6

	Côte	2,5
	Humérus droit (diaphyse)	9,7
	Humérus gauche (épiphyse)	9,8
	Carpe droit	15,7
	Carpe gauche	17,1
	Métacarpe droit	3,6
	Métacarpe gauche	6,8
	Crête iliaque droite	3,1
	Fémur droit (diaphyse)	2,9
	Fémur gauche (diaphyse)	8,1
	Tibia droit (diaphyse)	5,3
	Tibia gauche (diaphyse)	15,6
	Calcaneus droit	7,9
	Calcaneus gauche	16,2
TG-04	Fémur droit	1,9
TG-05	Fémur droit	0
TG-06	Fémur droit	0
TG-07	Fémur droit	0
TG-08	Fémur droit	8,8

Tableau 23 : Contribution estimée du pôle diagénétique P1 (ajout de carbonates secondaires) pour les carbonates d'apatite des restes osseux humains du site de Thézy-Glimont.

On observe que les contributions de P1 varient entre 0 % et 17,1 %, avec une valeur moyenne de  $5,1 \pm 4,5$  %. La même chose aurait pu être réalisée pour le pôle P3 si celui-ci avait pu être identifié. On remarque qu'il existe des disparités selon l'individu analysé : TG-01 semble plus affecté par la précipitation de carbonates secondaires, TG-02 par un rééquilibrage isotopique, tandis que TG-03 est affecté par les deux processus. Il est intéressant de noter que les trois squelettes sont pourtant proches spatialement (Chapitre 2). On peut interpréter cela comme l'influence de conditions micro-locales à l'échelle de la fosse, à l'origine de l'un ou l'autre des processus, et on montre ainsi à quel point les dynamiques de diagenèse sont échantillons-dépendantes (Nielsen-Marsh *et al.*, 2000). De tels phénomènes peuvent donc difficilement être corrigés par un protocole (prétraitement) unique et commun pour l'ensemble des échantillons.

## Chapitre 6 : Reconstruction paléoclimatique par l'analyse des individus de Thézy-Glimont

En l'état, les données isotopiques issues des carbonates d'apatite des restes osseux ne peuvent pas être (et ne seront pas) interprétées. En revanche, les carbonates d'apatite de l'émail dentaire des humains et animaux sont caractérisés par des valeurs isotopiques reproductibles et des proportions massiques de carbonates correspondant à l'intervalle attendu (Tableau 24). On considère donc que ces échantillons n'ont pas été altérés, et leur composition isotopique est notamment discutée en termes de régime alimentaire (Chapitre 7).

Individu	Échantillon	$\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ (‰, V-SMOW)	$\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ (‰, V-PDB)	% Carbonates (%)
TG-01	Prémolaire 1	+25,1	-12,7	4,2
	Molaire 1	+25,0	-12,9	4,1
	Molaire 2	+24,8	-12,4	3,9
TG-02	Prémolaire 1	+23,8	-12,3	5,3
	Molaire 1	+23,5	-12,0	7,2
	Molaire 3	+23,2	-12,3	5,8
TG-03	Prémolaire 1	+24,0	-12,5	5,3
	Molaire 2	+24,4	-12,8	5,8
	Molaire 3	+24,1	-12,4	5,6
TG-B4	Molaire 3	+23,1	-11,0	6,5
TG-B5	Molaire 3	+22,1	-11,6	5,8
TG-CH1	Molaire 3	+22,6	-10,3	6,7
TG-CH2	Molaire	+22,8	-13,1	5,6

Tableau 24 : Composition isotopiques de l'oxygène ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$ , ‰ V-SMOW) et du carbone ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$ , ‰ V-PDB) des carbonates d'apatite, ainsi que la proportion massique de carbonate (%) calculée des restes dentaires humains et animaux de Thézy-Glimont.

#### IV. Conclusions et perspectives

L'analyse de la composition isotopique de l'oxygène des groupements phosphates de l'hydroxyapatite des os et dents provenant des individus de Thézy-Glimont a permis de réaliser une reconstruction des conditions climatiques durant leur vie. Ces derniers ont expérimenté l'Optimum Climatique Romain, avec des températures de l'air comparables à celles d'aujourd'hui. Notre étude contribue à la connaissance de cet épisode climatique encore mal contraint (Chapitre 1), en fournissant un point d'ancrage de températures acquis localement. L'analyse isotopique de l'eau de l'Avre, rivière bordant le site de Thézy-Glimont, démontre que celle-ci représente bien une source météorique et valide le protocole employé de reconstitution de températures.

L'analyse de la composition isotopique des carbonates d'apatite a été compliquée par la présence de carbonates secondaires diagénétiques et d'un rééquilibrage isotopique avec l'eau de surface. Bien que ces phénomènes aient pu être partiellement identifiés et quantifiés, il est difficile d'estimer l'impact de ces altérations sur les compositions isotopiques de chaque échantillon. Le protocole de prétraitement chimique proposé par Koch *et al.* (1997) ne semble pas adapté à la diversité des altérations diagénétiques observées et peut même être à l'origine d'une variabilité analytique supplémentaire entre laboratoires (Pestle *et al.*, 2014). Une piste de développement récente est de ne plus corriger la diagenèse par des prétraitements chimiques, mais par des post-traitements mathématiques après analyses isotopiques et élémentaires (*e.g.* Rey *et al.*, 2022). Cette méthode permettrait de traiter spécifiquement les échantillons en fonction de l'observation et de la quantification des processus diagénétiques les ayant affectés.



## **Chapitre 7 : Reconstruction climatique et de pratiques alimentaires à partir de l'analyse isotopique des individus de Thézy-Glimont**

Les mesures des compositions isotopiques du carbone, de l'azote et du soufre du collagène des individus de Thézy-Glimont ont permis la compréhension de leurs pratiques alimentaires. Une signature isotopique particulièrement élevée en soufre nous conduit à faire des propositions sur le régime climatique, probablement plus humide et étant à l'origine d'un effet de « sea spray » sur le site archéologique. L'ensemble de ces résultats est présenté dans un article scientifique. À la suite de celui-ci, des précisions sur les difficultés rencontrées pour acquérir les données de soufre seront présentées.

### I. Article scientifique publié : « Climate conditions and dietary practices during the Second Iron Age studied through the multi-isotope analysis of bones and teeth from individuals of Thézy-Glimont, Picardie, France »

Cet article a été publié en février 2022 dans *Archaeological and Anthropological Sciences* (Springer®). Référence : Clauzel, T., Richardin, P., Ricard, J., Le Béchenec, Y., Amiot, R., Fourel, F., Phouybanhdyt, B., Joseph, D., Vinçon-Laugier, A., Flandrois, J.-P., & Lécuyer, C. (2022). Climate conditions and dietary practices during the Second Iron Age studied through the multi-isotope analysis of bones and teeth from individuals of Thézy-Glimont, Picardie, France. *Archaeological and Anthropological Sciences*, 14(4), 61. <https://doi.org/10.1007/s12520-022-01534-1>



Résumé :

Les Gaulois, qui occupèrent la plupart de l'Europe de l'Ouest durant le Second Âge du Fer (500 BCE - 50 BCE), exploitaient leur environnement par l'agriculture et le commerce de ressources locales. L'étude de la composition isotopique du carbone ( $\delta^{13}\text{C}$ ), azote ( $\delta^{15}\text{N}$ ) et soufre ( $\delta^{34}\text{S}$ ) de 8 humains et 12 animaux du site gaulois de Thézy-Glimont, Picardie, France, permet de comprendre les pratiques alimentaires de cette population. Des prélèvements osseux ont été réalisés le long du squelette céphalique, axial et appendiculaire de trois individus humains afin d'étudier la variabilité isotopique intra-squelettique. Tous les os ont des valeurs homogènes de  $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$  et  $\delta^{34}\text{S}$  pour chaque individu, montrant qu'ils ont suivi un régime alimentaire constant durant leur vie, et que les compositions isotopiques sont enregistrées de manière homogène dans les os malgré des taux de remodelage différents. Les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  (de -20,5 ‰ à -19,8 ‰) et de  $\delta^{15}\text{N}$  (de +7,6 ‰ à +9,0 ‰) indiquent que les individus étudiés ont suivi une alimentation omnivore continentale basée sur des plantes en C3 et de la viande de bétail. De hautes valeurs de  $\delta^{34}\text{S}$ , comprises entre +11,7 ‰ et +17,7 ‰, semblent contredire ces déductions et refléter une alimentation incluant des produits marins. Néanmoins, ces valeurs peuvent être expliquées par un régime de précipitation intense ainsi qu'une contribution possible de la part du substrat. Cette étude, tout en approfondissant nos connaissances des pratiques culturelles des tribus de Gaule du Nord durant le Second Âge du Fer, illustre comment la composition isotopique des tissus biologiques peut refléter les interactions entre les populations et leur environnement.

Climate conditions and dietary practices during the Second Iron Age studied through the multi-isotope analysis of bones and teeth from individuals of Thézy-Glimont, Picardie, France

Thibault Clauzel<sup>a</sup>, Pascale Richardin<sup>b,b'</sup>, Jannick Ricard<sup>c</sup>, Yves Le Béchenec<sup>c</sup>, Romain Amiot<sup>a</sup>, François Fourel<sup>d</sup>, Brian Phouybanhdyt<sup>b,e</sup>, Diana Joseph<sup>b,f</sup>, Arnaud Vinçon-Laugier<sup>a</sup>, Jean-Pierre Flandrois<sup>g</sup> and Christophe Lécuyer<sup>a,§,\*</sup>

a: Univ Lyon, Univ Lyon 1, ENSL, CNRS, LGL-TPE, F-69622, Villeurbanne, France

b: Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France C2RMF, Palais du Louvre, Porte des Lions, 14 quai François Mitterrand, 75001 Paris, France

b': CNRS – UMR 8068 Technologie et Ethnologie des Mondes PréhistoriqueS (TEMPS), Université Paris Nanterre, Nanterre, France

c: TRAME (Université de Picardie Jules Verne) & Unité Mixte de Recherche n° 8546, AOrOc, CNRS, ENS Ulm, Paris, France

d: Univ Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, ENTPE, UMR 5023 LEHNA, F-69622, Villeurbanne, France

e: GEOTRAC - Géochronologie Traceurs Archéométrie, LSCE- Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement [Gif-sur-Yvette] : DRF/LSCE, France

f: CEREMA – Centre d'études et d'Expertise sur les Risques, l'Environnement, la Mobilité et l'Aménagement ; Trappes-en-Yveline, 78190, France

g: Université de Lyon, CNRS, UMR 5558, Laboratoire de Biométrie et Biologie Evolutive, Villeurbanne, France

§: also at Institut Universitaire de France

\*: Corresponding author. E-mail address: christophe.lecuyer@univ-lyon1.fr

## **Abstract**

The Gauls, who occupied most of Western Europe during the Second Iron Age (500 BCE-50 BCE), exploited their environment through farming and trading of local resources. The study of carbon ( $\delta^{13}\text{C}$ ), nitrogen ( $\delta^{15}\text{N}$ ) and sulfur ( $\delta^{34}\text{S}$ ) stable isotopes of 8 humans and 12 animals from the Gallic site of Thézy-Glimont, Picardie, France, provides an insight into the dietary practices of this population. Various bones from the cephalic, axial and appendicular skeletons of three human individuals were sampled to study intra-skeletal stable isotope variability. All bones have similar collagen  $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$  and  $\delta^{34}\text{S}$  values for each individual, showing that they followed a consistent diet during their life, and that isotopic compositions are homogeneously recorded in bones despite various turnover rates. The  $\delta^{13}\text{C}$  (-20.5‰ to -19.8‰) and  $\delta^{15}\text{N}$  (+7.6‰ to +9.0‰) values indicate that the studied Gallic individuals followed a continental omnivorous diet based on C3-plants and cattle meat. High  $\delta^{34}\text{S}$  values, in the range +11.7‰ to +17.7‰, are apparently at variance with these conclusions as they reflect a marine contribution. However, they can also be explained by a more intense regime of precipitation from the westerlies and possible contributions from the geological substratum. While deepening the knowledge of the cultural practices of Gallic tribes from Northern Gaul during the Second Iron Age, this study highlights how stable isotope compositions of body tissues can reflect the interactions between populations and their environment.

**Keywords:** stable isotopes; collagen; paleodiet; climate; Gauls; Iron Age.

## **Declarations**

### **Funding**

This study was funded by the Centre National de la Recherche Scientifique and the Institut Universitaire de France (CL).

### **Conflicts of interest/Competing interests**

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

### **Availability of data and material**

All data generated during this study are included in this published article (and its Supplementary Information files).

### **Code availability**

Not applicable.

### **Authors' contributions**

TC, PR and JR collected the samples. YLB provided the samples and the archaeological context of Thézy-Glimont. TC, PR, BP and DJ performed the collagen extractions. TC, RA and FF performed the isotopic measurements. TC and CL interpreted the data and wrote the manuscript with input from AVL, JPF and the other authors.

### **Ethics approval**

The authors state that all sampling and study of the sample has been realized in accordance with the curators of the archaeological material.

### **Consent to participate**

Not applicable.

### **Consent for publication**

Not applicable.

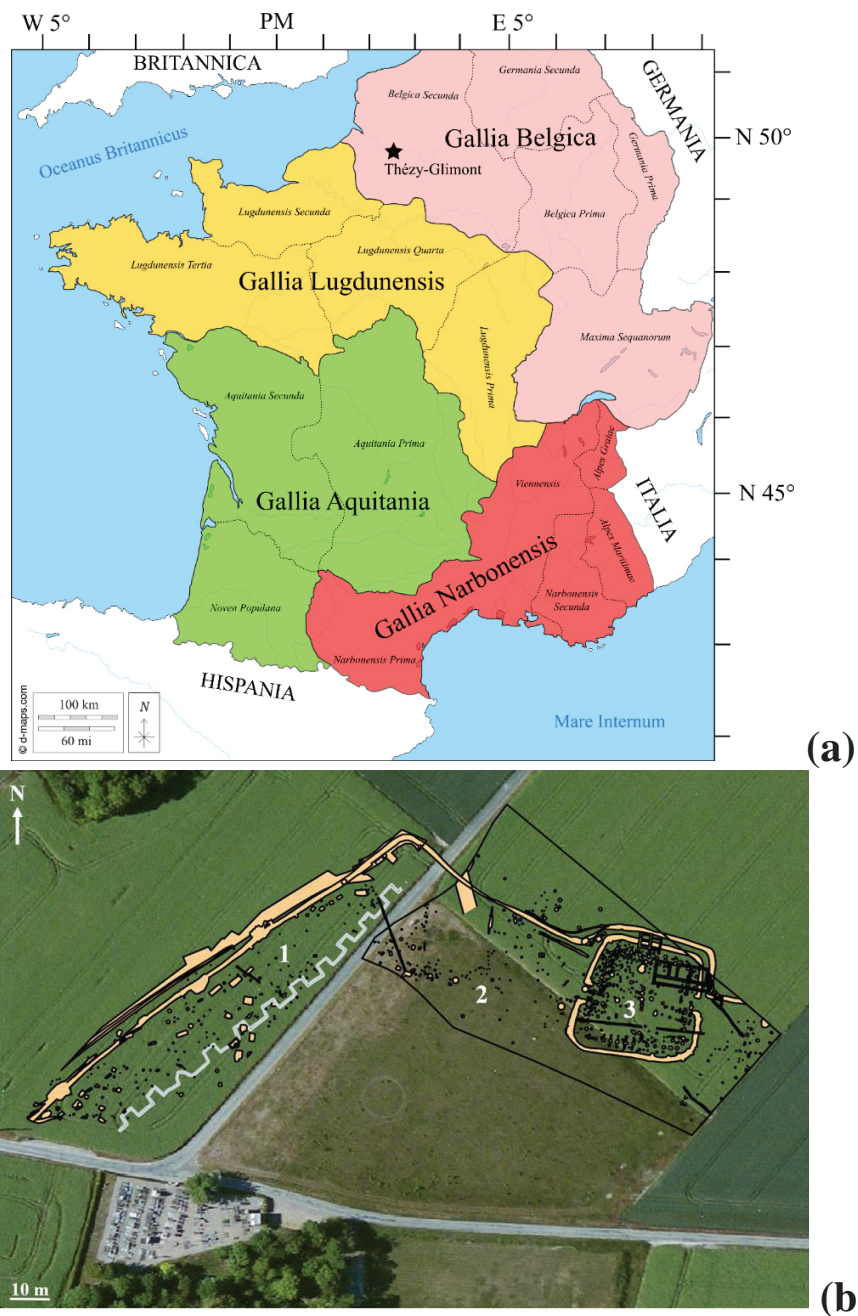
**Acknowledgments**

We thank the Service d'Archéologie Préventive Amiens Métropole and its director Josabeth Millereux-Le Béchenec for providing the archaeological samples presented in this study. We also thank the « Géochimie organique moléculaire et isotopique » Platform (Laboratoire de Géologie de Lyon : Terre , Planètes, Environnement) for the use of their freeze-drier.

## Introduction

Agricultural settlements were at the base of local resource exploitation and trade in the Gallic territory (Olmer, 2018) and were envied by foreign populations as described by Strabo (Geography, IV, 2). The Gauls originate from Celtic populations who settled down in Western Europe during the Iron Age (800 BCE – 50 BCE). Unlike the general common belief, they did not represent a homogeneous population but were composed of small groups (usually families) gathered in tribes, which occupied a politically and geographically coherent territory (Fichtl, 2004). Despite this, and for political purposes, Julius Caesar (Comentarii de Bello Gallico, I, 1) described several Gallic regions and mentioned they “differ from each other in language, customs and laws.” (Fig. 1). The cultural legacy of the Gauls, which can be observed through their dietary and agricultural practices, is poorly documented due to the lack of direct testimonies, as they deliberately transmitted their knowledge through oral communication. Indirect testimonies from foreigners, usually Greek or Latin visitors, are more abundant such as Julius Caesar (Comentarii de Bello Gallico), Strabo (Geography, IV, 1, 2), Athenaeus (The Deipnosophistae, IV, 151-152) or Pliny the Elder (The Natural History, IV). It is globally attested that Gallic populations were farmers who occupied open and largely deforested domains (Blancquaert et al., 2011). Synthetic studies performed on the northern Gallic territories showed that a great variety of cereals were cultivated, especially several species of wheat (*Triticum*) and barley (*Hordeum*) (Matterne, 2000; Zech-Matterne et al., 2009), while meat production was almost completely based on cattle (*Bos taurus*) farming (Méniel, 1988). The consumption of fish is as yet uncertain: while fishing is attested in Gallic coastal sites such as Port-Blanc (Daire et al., 2006), Dobney and Eryvynck (2007) showed that Gallic populations from the Britain Isles consumed very few fish, although they lived in coastal regions. Sea salt was produced locally and traded throughout the European continent and in connection with the British Islands. The control of its supply guaranteed power and stability to the tribes. Numerous sea salt production sites have been found in the Gallic territory, along the Atlantic and the Channel coasts (Weller and Robert, 1995) as well as far away from the coastline, for instance at the Gallic farm « du Muide », Oise, France, which is more than 130 km away from the coast (Sarrazin and Louesdon, 2017). Production modes could vary, but they mainly operated in two steps: seawater was first evaporated and a salt-concentrated brine was obtained, then it crystallized in salt bakes of calibrated volume (Weller and Robert, 1995). The use of sea salt as a seasoning and as a preservative for meat during winter is attested by Strabo (Geography, IV,

4, 3) and Horace (The Satires, II, 2, 17), but is impossible to document as salt dissolves in the soil and leaves no direct remains.



**Fig. 1:** (a) Geographic map of Western Europe with Gallic regions as described by Julius Caesar (created using Inkscape<sup>TM</sup> from Butler, 1907) with the location of Thézy-Glimont, Picardie, France. PM = Prime Meridian. The datum used for latitude and longitude is WGS84. Background map was downloaded from ©d-maps.com. (b) General map of the archaeological site (Modified from Clauzel et al., 2020). 1: Area where the excavated graves are located. 2: Intermediate area. 3: Enclosure with iron furniture and weapons. In gray is represented a trench from World War 1 (1918). The background image was downloaded from Google Maps<sup>TM</sup>.

Stable isotope analysis of human tissues, especially of bone and tooth enamel which are the best preserved and most abundant hard tissue remains that can be recovered from archaeological sites, provides complementary information on the dietary practices of human civilizations. Within an environment such as north-western Europe where C4-plants are scarce, carbon isotope composition of bone collagen ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ) enables discrimination between a C3-plants diet ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}} \approx -20\text{‰}$  V-PDB) and a marine food diet ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}} \approx -12\text{‰}$  V-PDB) (Richards and Hedges, 1999). Nitrogen isotope composition ( $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ) of human and animal bone collagen is inherited from the proteins consumed by the individual. It is generally expected to have alongside the trophic chain an increase from prey to consumer between +2‰ and +5‰ (Deniro and Epstein, 1981; Schwarcz and Schoeninger, 1991; Bocherens and Drucker, 2003; Caut et al., 2009), although increases up to 6‰ have been suggested for humans (O'Connell et al., 2012). Marine organisms also tend to have higher  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values as a result of a higher number of trophic chains in the ocean compared to terrestrial environments. Therefore,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values constitute a trophic-level and a marine consumption indicator (Schoeninger and DeNiro, 1984). Sulfur isotope composition ( $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ ) of bone collagen can be used to assess marine food consumption and proximity to the sea (Peterson and Fry, 1987; Nehlich, 2015). The application of sulfur isotope in archaeological research was reviewed by Nehlich (2015). The  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  of organisms from marine environments is considered to be +20.3‰ V-CDT (Ault and Kulp, 1959; Rees et al., 1978; Böttcher et al., 2007). It is homogenous due to the large residence time of sulfate in the ocean, estimated to be close to 9 million years (Lécuyer, 2016). Sulfur-containing amino acids, methionine and cysteine, are exclusively inherited from the diet and are the only source of S to be used in active metabolite synthesis (Doyle and Moir, 1979; Walton et al., 1982; Griffith, 1987) with a limited  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  increase from diet to consumer (Nehlich, 2015).

Carbon, nitrogen and sulfur stable isotopes, such as all other elements, are submitted to the turnover of body tissues which may constitute a bias of the recorded signal. It is currently estimated that trabecular and cortical bones are replaced by 25% and 3% per year, respectively (Hollinger, 2005). In the case of adult male humans, femoral bone collagen has been estimated to turnover by 1.5% to 3% per year (Hedges et al., 2007). Waters-Rist and Katzenberg (2010) showed that, despite different turnover rates,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  of diaphysis and metaphysis of growing long bones are similar, advocating for intra-bone stable isotope homogeneity. Olsen et al. (2014) showed that non-pathological human skeletons exhibit very limited intra-skeletal  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  variations while, on the other hand, Fahy et al. (2017) reported significant intra-skeletal  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  variability and associate it to bone remodeling dynamics: a higher



turnover rate seems to lead to lower  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  variations. Additionally, Matsubayashi and Tayasu (2019) reported no evidence of remodeling in mid-cortical and peri-cortical sections from femoral bone and propose that these regions record an isotope signal from adolescence rather than the last decade before death. It is to note that all intra-skeletal stable isotope studies have only been conducted on a few stable isotope systems (carbon and nitrogen of bone collagen; or carbon and oxygen from bone apatite carbonate, *e.g.* Maurer et al. 2014). A study of the intra-skeletal variability of stable oxygen isotope composition of bone apatite phosphate has been conducted by Clauzel et al. (2020) on the same corpus of samples from Thézy-Glimont, and little to no intra-skeletal isotopic variations was noted. However, variability of other stable isotope systems, such as  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ , were never investigated at the intra-skeletal scale. It has also not been considered that, on a same skeleton, more variability may be expected on a specific side as a consequence of laterality (such as handedness), which may impact bone remodeling dynamics and the turnover of body tissues. These two issues will be discussed later in the study. Based on these considerations, we analyzed the carbon, nitrogen and sulfur stable isotope compositions of 8 humans and 12 animals to investigate the dietary practices of a Gallic population and to interpret them at the light of climatic conditions and agricultural practices in Northern Gaul during the Second Iron Age.

## **Materials and methods**

### **Samples from the Gallic site of Thézy-Glimont: archaeological context**

Thézy-Glimont (49°48'N–2°25' E) is located in the Valley of the Somme, in the region of Picardie, France (Fig. 1). From a geological perspective, the site lays on the northern sedimentary Paris Basin, composed mainly of a white chalk substratum, with echinoids and a few silex from the upper Santonien (Upper Cretaceous). The archaeological site was excavated in the context of rescue archaeology by the Service d'Archéologie Préventive Amiens Métropole (SAAM) between November 2012 and May 2013 (Le Béchenec et al., 2016). A total of 17 rectangular graves, most of them containing a human (*Homo sapiens*) associated to domestic fauna such as horses (*Equus caballus*) and cattle (*Bos taurus*) have been highlighted by the SAAM. Marginally, a few pig (*Sus scrofa*) remains have been found. No wild fauna has been recovered from the excavation. The grave deposits are organized and seem intentional. They were filled with the same sediment (white chalk) coming from the digging, in opposition to the traditional funeral practices from the Gauls, which is cremation. Even if their true nature

is not fully understood, they are considered as “offering graves” (Le Béchenec et al., 2016). A total of 8 human, 12 horse, 39 bovid and 3 pig skeletons were excavated from the 17 graves. The humans are all young males between 15 and 30 years old, without any noticeable disease. A quick burying after death, before the *rigor mortis* happened, is suggested by the forensic expertise (Le Béchenec et al., 2016). A total of eighty samples were collected from the bones and teeth of 8 humans (TG-01 to TG-08), 5 horses (TG-CH1 to TG-CH5), 6 bovinds (TG-B1 to TG-B6) and 1 pig (TG-CO1) (Table 1, Supplementary Table 1) for stable isotope analysis and radiocarbon dating (Clauzel et al. 2020). In the case of the three best preserved and most complete skeletons of human individuals, various teeth and bone samples from the axial, cephalic and appendicular skeletons were sampled to investigate intra-skeletal isotope variability, with 19, 14 and 19 bone samples for the individuals TG-01, TG-02 and TG-03, respectively (see Supplementary Table 2 for the detailed sampling list). It is important to state that no previous sampling has been realized on the bone from these populations, and that the choice of bone sampling region and teeth collection was realized in accordance with the curators of the SAAM. The number of collected samples was limited and we ensured that the morphological integrity of the human remains was preserved, thereby following the ethics concerning destructive analysis of human remains (Squires et al., 2019). In a previous study, Clauzel et al. (2020) concluded that the population was certainly sedentary, with a single source of drinking water which was the Avre river located nearby. Bones from the individuals of Thézy-Glimont were dated with radiocarbon between 350 BCE and 60 BCE with the highest probability being between 350 BCE and 200 BCE (Clauzel et al., 2020).

Individual	Type	Sample type	%C	%N	%S	C:N	C:S	N:S	$\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$	$\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$	$\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$	$\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$
TG-01	<i>Homo sapiens</i>	Skeleton* 1st premolar (PM1)	41.3	15.1	0.19	3.2	580	182	-20.5	-	+8.3	+15.6
		1st molar (M1)	-	-	-	-	-	-	-	-12.7	-	-
		2 <sup>nd</sup> molar (M2)	-	-	-	-	-	-	-	-12.9	-	-
TG-02	<i>Homo sapiens</i>	Skeleton* 1st premolar (PM1)	41.8	15.3	0.20	3.2	564	176	-20.1	-	+8.1	+17.2
		1st molar (M1)	-	-	-	-	-	-	-	-12.3	-	-
		3rd molar (M3)	-	-	-	-	-	-	-	-12.4	-	-
TG-03	<i>Homo sapiens</i>	Skeleton* 1st premolar (PM1)	41.7	15.2	0.19	3.2	590	184	-20.1	-	+8.0	+16.3
		2nd molar (M2)	-	-	-	-	-	-	-	-12.5	-	-
		3rd molar (M3)	-	-	-	-	-	-	-	-12.8	-	-
TG-04	<i>Homo sapiens</i>	Right femur	39.3	14.4	0.21	3.2	511	160	-20.1	-	+8.8	+17.7
TG-05	<i>Homo sapiens</i>	Right femur	42.8	15.7	0.18	3.2	647	203	-19.9	-	+7.6	+15.6
TG-06	<i>Homo sapiens</i>	Right femur	42.1	15.4	0.23	3.2	497	156	-20.0	-	+9.0	+13.5
TG-07	<i>Homo sapiens</i>	Right femur	41.9	15.4	0.15	3.2	726	228	-19.8	-	+8.5	+12.7
TG-08	<i>Homo sapiens</i>	Tibia	42.2	15.5	0.18	3.2	617	194	-20.1	-	+9.0	+14.3
TG-B1	<i>Bos taurus</i>	Right phalanx	42.5	15.6	-	3.2	-	-	-22.3	-	+5.8	-
TG-B2	<i>Bos taurus</i>	Left talus	42.4	15.5	-	3.2	-	-	-21.8	-	+6.6	-
TG-B3	<i>Bos taurus</i>	Left phalanx	42.3	15.4	0.15	3.2	728	228	-21.9	-	+6.5	+14.9
TG-B4	<i>Bos taurus</i>	Left phalanx	42.1	15.4	-	3.2	-	-	-21.3	-	+7.0	-
		3rd molar (M3)	-	-	-	-	-	-	-	-11.0	-	-
TG-B5	<i>Bos taurus</i>	3rd molar	-	-	-	-	-	-	-	-11.6	-	-

TG-B6	<i>Bos taurus</i>	Left phalanx	42.3	14.5	0.16	3.4	708	208	-21.3	-	+7.1	+12.1
TG-CH1	<i>Equus caballus</i>	Left phalanx	42.5	15.6	0.19	3.2	597	188	-20.4	-	+8.6	+15.2
		3rd molar (M3)	-	-	-	-	-	-	-	-11.4	-	-
TG-CH2	<i>Equus caballus</i>	Molar	-	-	-	-	-	-	-	-13.1	-	-
TG-CH3	<i>Equus caballus</i>	Left phalanx	41.4	14.1	0.17	3.4	639	187	-21.5	-	+6.1	+14.8
TG-CH4	<i>Equus caballus</i>	Vertebra	41.4	14.1	0.15	3.4	721	211	-22.3	-	+4.8	+15.3
TG-CH5	<i>Equus caballus</i>	Left phalanx	39.1	13.5	0.16	3.4	650	193	-22.6	-	+6.8	+11.7
TG-CO1	<i>Sus scrofa</i>	Right Radius	42.9	15.6	0.16	3.2	705	220	-21.2	-	+6.6	+16.5
		Rib	42.6	15.5	0.16	3.2	711	222	-21.3	-	+7.2	+13.6
		Vertebra	42.6	15.5	-	3.2	-	-	-21.4	-	+7.5	-

**Table 1:** Nature and identification of the samples of Thézy-Glimont with corresponding carbon/nitrogen/sulfur elemental (C%, N%, S%, C:N, C:S and N:S ratios) and stable isotope ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$ ,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ ) values. In the case of TG-01, TG-02 and TG-03, “Skeleton\*” refers to the average values from the bones of a same individual. See Supplementary Table 2 for the detailed data.

## Analytical techniques

In accordance with the curators from the SAAM, samples of  $\approx 2$  g were acquired on bones using a toothless diamond saw blade fitted to a Dremel™ drill, either on the epiphysis or on the diaphysis in the case of broken bones, in order to always preserve the integrity of the archaeological remains. Teeth were collected by gently pulling them off of their sockets. The collected samples were thereafter repatriated in the laboratory. Bone samples were abraded to remove alteration at the surface using a scalpel, gently grinded, degreased with acetone, washed multiple times with Stakpure™ ultrapure water and dried in an oven under medium vacuum, at 60°C, for 24 hours. Finally, a Pulverisette 7™ planetary ball mill was used to crush them in fine powder. The soluble collagen was extracted from the bone samples and lyophilized following the method developed by Longin (1971) and previously described in detail by Richardin et al. (2017). Teeth were rinsed with Stakpure™ water. Enamel powder was obtained by drilling the teeth with a Dremel™ diamond-head drill. No carbonate pre-treatment has been applied, as they may modify the pristine isotope composition of bioapatite samples, especially in the case of modern or sub-modern samples such as in this study (Pellegrini and Snoeck, 2016). Moreover, apatite carbonate pre-treatments are preferentially used to eliminate potential secondary carbonates or organic matter mixed with bone samples, while in the case of enamel, a higher crystallinity index and a very low organic content makes it more resistant to diagenesis (*e.g.* Lee-Thorp and van der Merwe, 1991; Wang and Cerling, 1994). Preservation of the pristine carbon isotope composition of tooth enamel has been assessed by comparing it to the carbon isotope composition of bone collagen (see in the following discussion).

The samples were analyzed for the carbon isotope composition of their carbonate group of tooth enamel ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$ ); their carbon, nitrogen and, when enough collagen material was obtained, sulfur isotope composition of bone collagen ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ , and  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  respectively); and their carbon, nitrogen and sulfur elemental concentrations (C%, N% and S%, respectively). The detailed analytical procedure is available in Supplementary Methods. All isotopic and concentration measurements were performed at the Plateforme d'Ecologie Isotopique of the Laboratoire d'Ecologie des Hydrosystemes Naturels et Anthropisés (LEHNA) hosted by the Université Claude Bernard Lyon1 (UCBL) and being part of the RéGEF national network. Isotopic ratios of samples are expressed as per mil (‰) deviations from the isotopic ratios of appropriate international references, which means V-PDB for  $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$  and  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  values, AIR for  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values and V-CDT for  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  values.

## Results

Stable isotope compositions of carbon from tooth enamel as well as carbon, nitrogen and sulfur from bone collagen are given in Table 1, 2, Supplementary Table 2 and illustrated in Figures 2, 3 and 4.

In the case of three human individuals (TG-01, TG-02 and TG-03), intra-skeletal variability of carbon, nitrogen and sulfur stable isotope composition was investigated (Table 2, Supplementary Table 2, Fig. 2). The obtained mean  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  values are of  $-20.5\pm 0.1\text{‰}$  for TG-01,  $-20.1\pm 0.1\text{‰}$  for TG-02 and  $-20.1\pm 0.2\text{‰}$  for TG-03. The mean  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values are of  $+8.3\pm 0.2\text{‰}$  for TG-01,  $+8.1\pm 0.1\text{‰}$  for TG-02 and  $+8.0\pm 0.2\text{‰}$  for TG-03. Finally, the mean  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  values are of  $+15.6\pm 0.9\text{‰}$  for TG-01,  $+17.2\pm 0.9\text{‰}$  for TG-02 and  $+16.3\pm 0.9\text{‰}$  for TG-03. In order to study the intra-skeletal variability within a same individual, local deviations of bone  $\delta$  values from the average skeleton  $\delta$  value have been calculated for each individual as follows (Fig. 2, Table 2, Supplementary Table 2):

$$\delta^y X_{\text{skeleton}}^{\text{bone}}(\text{‰}) = \delta^y X_{\text{reference}}^{\text{bone}} + \delta^y X_{\text{skeleton}}^{\text{reference}} + \delta^y X_{\text{reference}}^{\text{bone}} \times \delta^y X_{\text{skeleton}}^{\text{reference}} \times 10^{-3} \quad (1)$$

With, respectively, “ $yX$ ” being either  $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$  or  $^{34}\text{S}$  and “reference” being either V-PDB, AIR or V-CDT.

No significant localized and repeatable enrichment or depletion in  $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$  or  $^{34}\text{S}$  relative to the average  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ , and  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  value is observed among the three individuals.

The average carbon isotope compositions of tooth enamel ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$ ) are  $-12.7\pm 0.3\text{‰}$ ,  $-12.3\pm 0.2\text{‰}$  and  $-12.6\pm 0.2\text{‰}$  for humans. Bovid teeth have an average  $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$  of  $-11.3\pm 0.4\text{‰}$ , while horse teeth have an average  $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$  of  $-12.2\pm 1.2\text{‰}$ . The mean carbon isotope composition of bone collagen ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ) is  $-20.1\pm 0.2\text{‰}$  for humans,  $-21.3\pm 0.1\text{‰}$  for the pig,  $-21.7\pm 0.4\text{‰}$  for the 5 bovids and  $-21.7\pm 1.0\text{‰}$  for the 4 horses. In the case of three humans (TG-01, TG-02, TG-03), one bovid (TG-B4) and one horse (TG-CH1), both  $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$  and  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  are available. The difference  $\Delta^{13}\text{C}_{\text{en-coll}}$  is  $+7.8\text{‰}$ ,  $+7.8\text{‰}$  and  $+7.4\text{‰}$  for TG-01, TG-02 and TG-03 respectively;  $+10.3\text{‰}$  for TG-B4 and  $+9.0\text{‰}$  for TG-CH1. The mean nitrogen isotope composition of bone collagen ( $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ) is  $+8.4\pm 0.5\text{‰}$  for humans,  $+7.1\pm 0.5\text{‰}$  for the pig,  $+6.6\pm 0.5\text{‰}$  for the 5 bovids and  $+6.6\pm 1.6\text{‰}$  for the 4 horses. The mean sulfur isotope

composition of bone collagen ( $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ ) is  $+15.4\pm 1.8\text{‰}$  for humans,  $+15.0\pm 2.0\text{‰}$  for the pig,  $+13.5\pm 2.0\text{‰}$  for the 2 bovids and  $+14.3\pm 1.7\text{‰}$  for the 4 horses.

## Discussion

### Preservation of the stable isotope compositions of body tissues

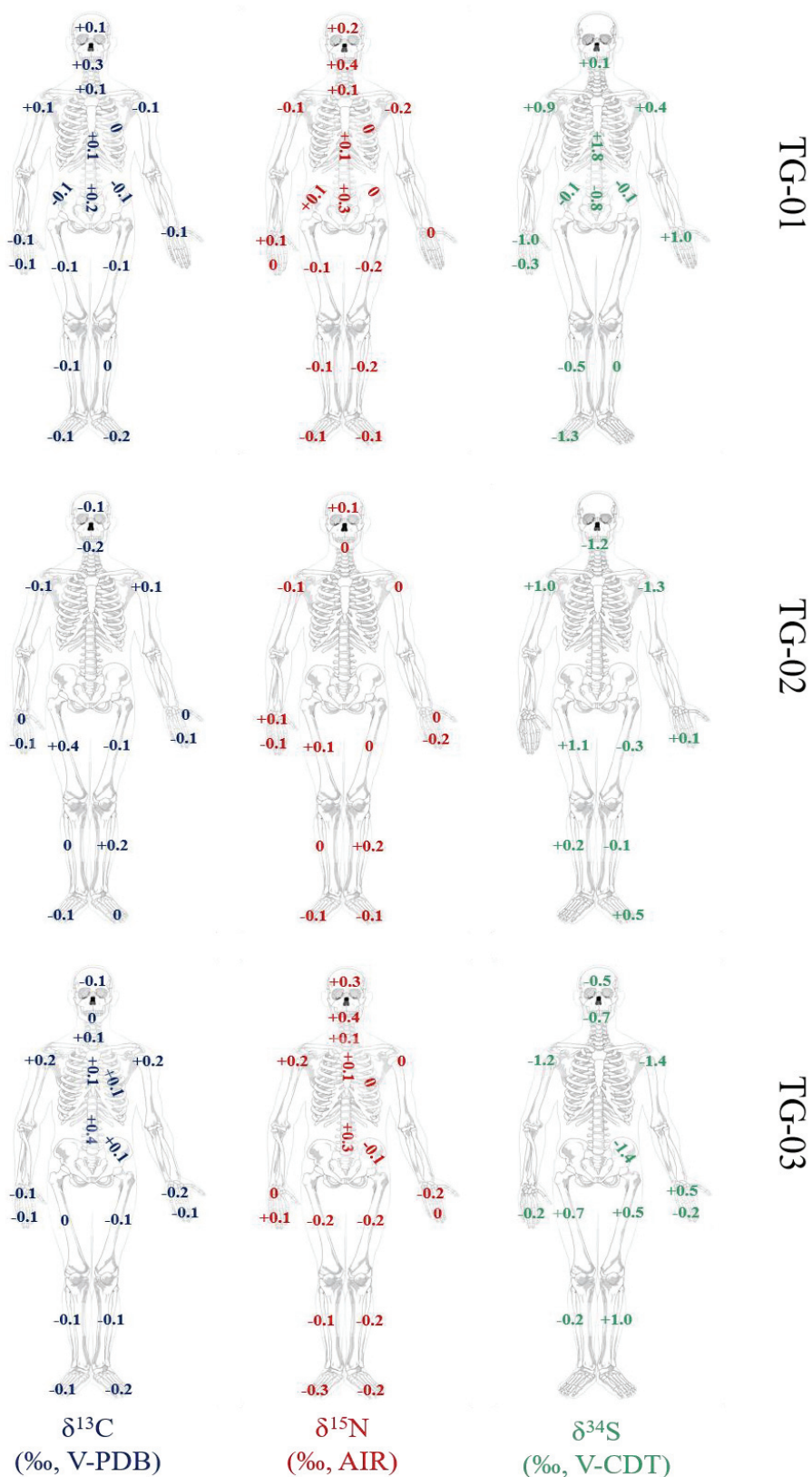
The stable isotope composition of teeth and collagen from bones may be altered through time due to several processes during the decomposition, burial and fossilization of studied individuals (Sillen and Parkington, 1996; Bocherens et al., 1997; Lee-Thorp and Sponheimer, 2003). Therefore, prior to interpreting stable isotope compositions in terms of dietary practices, the primary preservation of the signal needs to be assessed (Table 1, Table S2). In our study, all collagen extraction yields are higher than 40 mg per g of bone which is four times higher than the threshold of 10 mg/g defined by Van Klinken (1999) to characterize an organic matrix of good quality. Samples have an average C% of  $41.7\pm 1.0\%$  and an average N% of  $15.2\pm 0.5\%$ , which indicates good preservation following the criteria established by Van Klinken (1999) (C% > 30% and N% > 10%). All C:N ratios are comprised between 2.9 and 3.6 with an average C:N ratio of  $3.2\pm 0.05$ , which points out high-quality preservation of the amino acids in the collagen (DeNiro, 1985). Our samples also have an average S% of  $0.19\pm 0.02\%$ , a C:S ratio of  $600\pm 73.7$  and a N:S ratio of  $186\pm 22.3$  which, although the way to assess the quality of sulfur isotope record is still a matter of debate, fit in the criteria defined by Nehlich and Richards (2009) to ensure the preservation of the sulfur signal in mammalian bones (S% comprised between 0.15% and 0.35%, a C:S molar ratio of  $600 \pm 300$  and a N:S molar ratio of  $200 \pm 100$ ). No correlation is observed between the S% values and collagen yield ( $r^2 \approx 0.15$ ) or between  $\delta^{34}\text{S}$  values and  $1/\text{S}\%$  ( $r^2 \approx 0.13$ ), which excludes the option of a diagenetic alteration by sulfur addition to the samples (Bocherens et al., 2011). These observations support the pristine character of the isotope signal recorded in the bone collagens of the investigated samples.

The preservation of the carbon isotope signal of tooth enamel carbonate can be assessed by comparing it to the  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  value. The  $\Delta^{13}\text{C}_{\text{en-coll}}$  varies from  $+7.4\text{‰}$  to  $+10\text{‰}$  according to our sample collection. These values, especially for humans, are mostly compatible with the  $+7$  to  $+8\text{‰}$  range observed by Lee-Thorp and Sponheimer (2003) in both modern and archaeological bone samples. Although such interpretation needs to be careful in the case of humans, as teeth mineralize during childhood while bone collagen is regularly replaced, we consider that such  $\Delta^{13}\text{C}_{\text{en-coll}}$  advocates for a good preservation of the isotope signal recorded in the tooth enamel.

Individual	Number of samples	Average $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ (V-PDB)		Average $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$ (V-PDB)		Average $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ (AIR)		Average $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ (V-CDT)	
		Max.	Min.	Max.	Min.	Max.	Min.	Max.	Min.
TG-01	19 (13) bones	-20.5 $\pm$ 0.1‰	-20.2‰	-	-	+8.3 $\pm$ 0.2‰	+8.6‰	+15.6 $\pm$ 0.9‰	+17.5‰
	3 teeth	-	-	-12.7 $\pm$ 0.3‰	-12.9‰	-	-	-	-
TG-02	14 (9) bones	-20.1 $\pm$ 0.1‰	-19.7‰	-	-	+8.1 $\pm$ 0.1‰	+8.2‰	+17.2 $\pm$ 0.9‰	+18.3‰
	3 teeth	-	-	-12.2 $\pm$ 0.2‰	-12.4‰	-	-	-	-
TG-03	19 (14) bones	-20.1 $\pm$ 0.2‰	-19.7‰	-	-	+8.0 $\pm$ 0.2‰	+8.4‰	+16.3 $\pm$ 0.9‰	+18.0‰
	3 teeth	-	-	-12.6 $\pm$ 0.2‰	-12.8‰	-	-	-	-

**Table 2:** Average carbon, nitrogen and sulfur isotope values of bone collagen ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ ) and average carbon isotope value of tooth enamel ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$ ) of the three individuals TG-01, TG-02 and TG-03. Values are expressed in ‰, under the format “value  $\pm$  standard deviation”. In the column “number of samples”, the number in parenthesis corresponds to the quantity of samples analyzed for the sulfur isotope composition of bone collagen. Max. and Min. refer to the maximum and minimum for each variable. See Supplementary Table 2 for detailed data.





**Fig. 2:** Intra-skeletal isotope variations of carbon (blue), nitrogen (red) and sulfur (green) represented as local deviation from the average skeleton value of TG-01, TG-02 and TG-03 individuals following Equation (1). Variations are expressed in ‰.

### **Intra-skeletal variability of the carbon, nitrogen and sulfur isotope signals at the individual scale**

The study of carbon, nitrogen and sulfur isotope compositions of human bone collagen at the skeletal level of observation (Table 2, Supplementary Table 2, Fig. 2) shows intra-variations that are comparable to analytical precision in the case of carbon and nitrogen isotope signal despite various turnover rates of investigated bones. The sulfur isotope signal seems more variable, which can be explained by the combination of a lower analytical precision than for carbon and nitrogen isotope measurements and a higher variability of the sulfur isotope composition of the food bolus, with  $\delta^{34}\text{S}$  of plants that can vary by 10‰ and a possible change of  $\delta^{34}\text{S}$  from diet to consumer by  $0.5\pm 2.4\%$  (Nehlich, 2015). Additionally, due to the lack of available collagen, less  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  data is available for each individual (respectively 13, 9 and 14 values for TG-01, TG-02 and TG-03) than  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  (respectively 19, 14 and 19 values for TG-01, TG-02 and TG-03) which may artificially lead to higher variations (Table 2, Supplementary Table 2). Nonetheless, the observed intra-individual  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  variations remain lower than 1‰ for the three analyzed individuals, which is an acceptable value compared to natural  $\delta^{34}\text{S}$  variations.

Whereas stable isotope variability could be expected between the different sides of each individual as a consequence of laterality, no repeatable enrichment or depletion is detected in this study. This conclusion agrees with osteological studies, which show that laterality, such as handedness, has no detectable consequence on bone osteology (*e.g.* Reina et al. 2017).

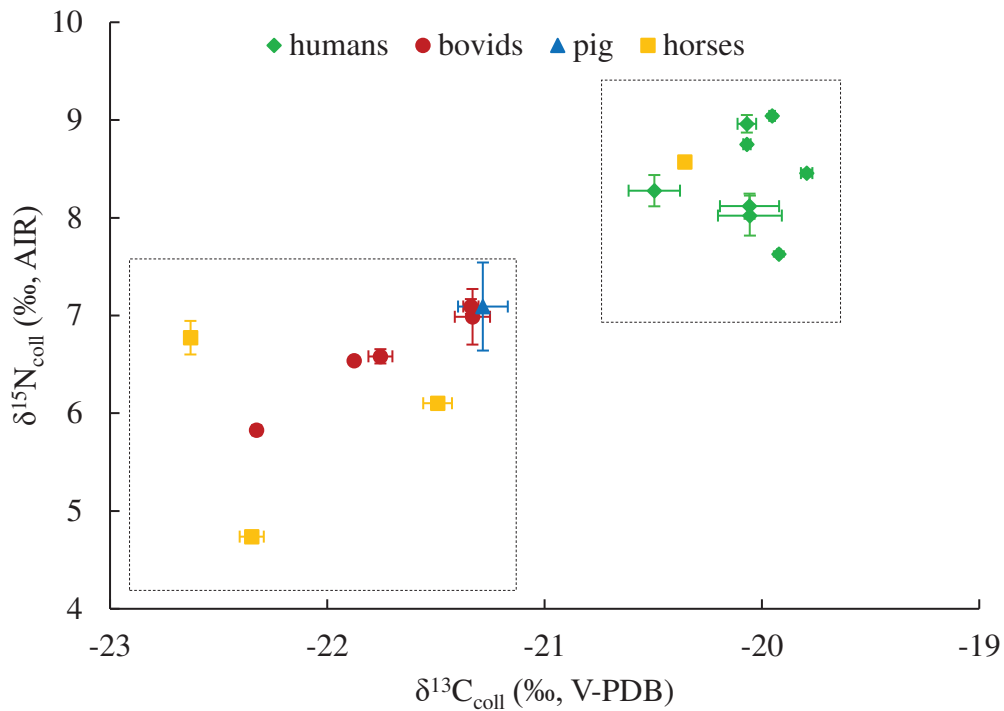
The very-low intra-skeletal variations detected for the carbon and nitrogen stable isotope composition advocate for a similar and a stable diet composition during the studied 3 humans' life, which agrees with the conclusions from Clauzel et al. (2020) who interpreted, using the oxygen isotope compositions of bone apatite from the same three individuals, that they were most probably sedentary and used a single drinking water source. Although more important, intra-skeletal  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  variations less than 1‰ cannot be attributed to a change of diet. As stable isotope studies are destructive, it is always necessary to sample as less material as possible in order to best preserve heritage skeletal remains. To this end, as proposed by Olsen et al. (2014) while adding the sulfur stable isotope system, it may be assumed that in the case of populations for which the sedentary lifestyle was assessed by archaeological evidence (Rafferty, 1985), the isotope signal recorded in one bone is representative for the whole individual.

### The dietary practices of the Gallic individuals of Thézy-Glimont

In the case of humans, pre-weaning teeth (1<sup>st</sup> premolar, PM1, and first molar, M1) start their formation during breastfeeding period, while the crown of second and third molars (M2 and M3, respectively) mineralize until the age of 16 (Smith, 1991). Therefore, PM1 and M1, M2 and M3, and bones respectively represent different timing periods in the life of the studied individuals, and authorize their diet to be studied at each moment using the carbon isotope composition of enamel ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$ ) and of bone collagen ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ). The original carbon isotope value of the diet ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{d}}$ ) can be estimated from the carbon isotope composition of the enamel  $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$  using the equation determined by Touzeau et al., (2014) as follows:

$$\delta^{13}\text{C}_{\text{d}} = 1.18 (\pm 0.08) \times \delta^{13}\text{C}_{\text{en}} - 11.53 (\pm 0.68) \quad R^2 = 0.98; n = 7 \quad (2)$$

The calculated  $\delta^{13}\text{C}_{\text{d}}$  values are on average  $-26.3 \pm 0.3\text{‰}$  for humans (TG-01, TG-02 and TG-03),  $-24.6\text{‰}$  for bovids (TG-B4) and  $-25.0\text{‰}$  for horses (TG-CH2). All values are comprised in the  $-24.5\text{‰}$  to  $-26.5\text{‰}$   $\delta^{13}\text{C}$  range of current C3-plants corrected for the contribution of fossil fuel to the atmosphere (Friedli et al., 1986; O'Leary, 1988). Accordingly, the analyzed  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  values are comparable between humans and animals (Table 1, Fig. 3) with a global average value of  $-21.0 \pm 1.0\text{‰}$  ( $n=18$ ), which is very close to the  $\delta^{13}\text{C}$  value of  $-20\text{‰}$  of a full C3 terrestrial consumer signature (Richards and Hedges, 1999). This conclusion highlights that humans consumed C3-plants during all their life, while little to no C4-plants such as millet contribution. While these results agree with the idea of low consumption of millet in north Gaul during the Iron Age (Zech-Matterne et al., 2009; Oelze et al., 2012; Aguilera et al., 2018), its farming and consumption is attested in central and eastern Europe such as Switzerland (Knipper et al., 2017), Ukraine (Motuzaitė-Matuzevičiute et al., 2016) or Croatia (*e.g.* Lightfoot et al. 2015) and may be attributed to a wider cultural influence from the Roman Empire (Marinval, 2004). Additionally, Mion et al. (2016) showed that Gallo-roman individuals (III<sup>rd</sup> to V<sup>th</sup> century AD) from a geographically very close archaeological site probably consumed millet: therefore, its absence in Thézy-Glimont may testify that millet culture only started in this region of Northern Gaul after the conquest by the Roman Empire.



**Fig. 3:**  $\delta^{15}\text{N}$  Nitrogen (‰, AIR) and  $\delta^{13}\text{C}$  carbon (‰, V-PDB) isotope values of the bone collagen from humans and animals found at Thézy-Glimont. Humans, bovinds and horses are represented on the x-axis by increasing sample number from left to right. The two squares distinguish between the main herbivores (bovinds, horses, pig) and omnivores (humans).

The difference in  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  values,  $\Delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ , between humans and bovinds equals +1.7‰ on average, which is comprised in the common range of 0-2‰ for a simple trophic relationship (DeNiro and Epstein, 1978) and corresponds to the observed range in the literature (Bocherens and Drucker, 2003). We also observe a difference in  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values,  $\Delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ , of +1.8‰ between humans and bovinds, which corresponds, although it is in the low range, to the nitrogen isotope enrichment from prey to consumer of approximately +2‰ to +5‰ (Deniro and Epstein, 1981; Schwarcz and Schoeninger, 1991; Bocherens and Drucker, 2003; Caut et al., 2009). This suggest that meat was rarely consumed and that the diet of the humans from Thézy-Glimont was mainly composed of C3-plants. As high-status individuals, such as nobles and warriors, commonly have more access to animal protein, and therefore are characterized by high  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values (Richards et al., 1998; Le Huray and Schutkowski, 2005), the studied individuals are most probably farmers. The  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  value recorded by the pig TG-CO1 indicates an herbivorous diet, which agrees with the farming practices of the Gauls (Duval et al., 2016). The  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values of horses seem variable, from +4.7‰ for the sample TG-CH4 to +8.6‰ for the sample

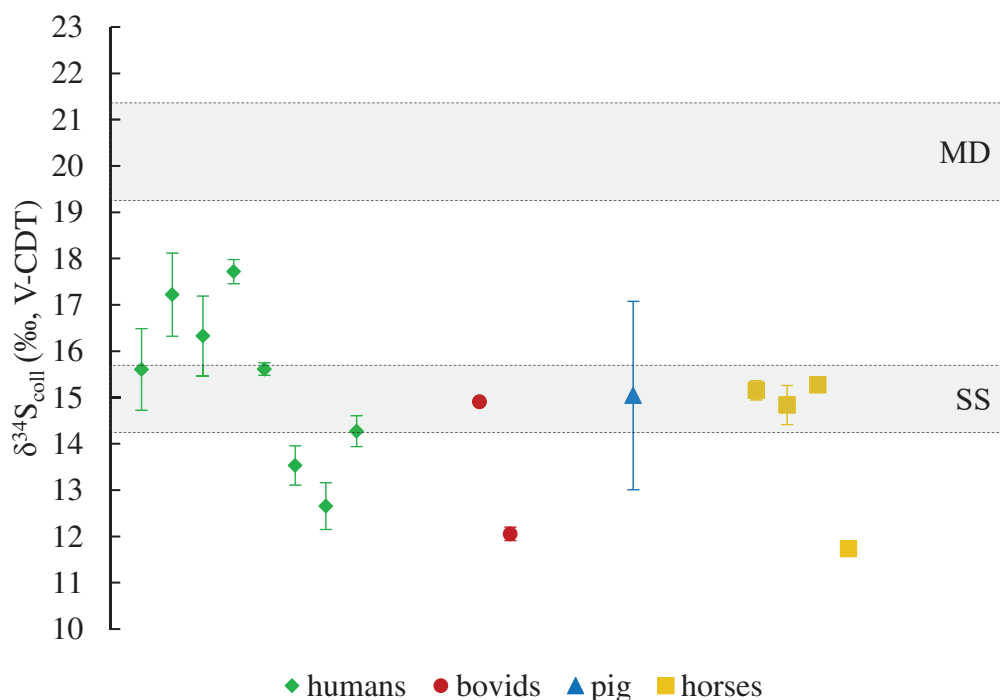
TG-CH1, which is remarkable as all horses are supposed to be similarly fed. Notably, TG-CH1 is a complete outlier as its  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values would characterize an omnivorous diet (Fig. 3). A great variability in the nitrogen isotope composition of collagen and hair was previously observed amongst horses (Van Klinken et al., 2002; Sponheimer et al., 2003; Kuitens et al., 2015) and may be due to physiological characteristics of horses, associated with their own needs depending on their size and the amount of daily work they perform.

Both carbon and nitrogen isotope compositions indicate that no marine resources, which are characterized by higher  $\delta^{13}\text{C}$  and  $\delta^{15}\text{N}$  values (Richards and Hedges, 1999; Schoeninger and DeNiro, 1984), were consumed by this population. We can thus propose that the Gallic population of Thézy-Glimont followed an omnivorous diet based on C3-plants, which agrees with our current knowledge of the northern Gallic culture (Lepetz and Matteredne, 2003).

### **Sulfur isotope composition of collagen, climate and agricultural practices**

The high  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  of bone collagen of the humans and animals (Table 1, Fig. 4) would usually reflect a diet based on marine resources (Nehlich, 2015). This seems at variance with the conclusions inferred from the other stable isotope systems ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ , Fig. 3) and archaeological observations from the site excavation (no fish remains were found, Le Béchenec et al., 2016). The homogeneity of the sulfur isotope record of bone collagen recorded at the individual scale (Fig. 2, Table 2, Supplementary Table 2) and amongst humans and animals (Table 1, Fig. 4) despite an obvious difference of diet may indicate that other external factors can be at stake. Sulfur is incorporated into organic compounds through a process called assimilatory sulfate reduction, which is accomplished by cyanobacteria and phototrophic eukaryotes such as plants (Canfield, 2001). Therefore, we propose that the presence of marine sulfate in the soil, first incorporated by plants which are later consumed by cattle and humans, is responsible for the extended marine  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  signature in the analyzed samples. The weathering of geologic substratum rich in marine sulfate, such as evaporites, can account for high  $\delta^{34}\text{S}$  values in the local environment and food chain (Privat et al., 2007; Nehlich, 2015). Thézy-Glimont lays on a substratum composed of white chalk from the Paris Basin, dating from the Upper Cretaceous. Marine sulfate can be found as a trace constituent in marine carbonates, such as chalk, under the form of carbonate-associated sulfate (CAS), which concentration can vary considerably with an extreme value of  $10^4$  ppm (Riccardi, 2007; Staudt and Schoonen, 1995). The isotopic contribution of the soil, through weathering of CAS later

absorbed by plants, cannot be assessed as the presence, concentration and isotopic signature of CAS within the chalk from the archaeological site were not studied. However, considering that CAS contribute significantly to the sulfur isotopic signature of the analyzed samples would lead us to expect similar recorded high  $\delta^{34}\text{S}$  values at the Paris Basin scale, which is not the case (*e.g.* Rey et al. 2019). Therefore, although CAS may account partly for the recorded  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  values, other mechanisms need to be evoked.



**Fig. 4:**  $\delta^{34}\text{S}$  Sulfur isotope values (‰, V-CDT) of the bone collagen from the humans and animals of Thézy-Glimont. Humans are represented on the x-axis by increasing sample number from left to right. The marine diet range (abbreviated as MD) is reported from Richards et al. (2001) for European archaeological populations. Sea-spray range (SS) is reported from Lécuyer et al. (2021) for an island population with a continental diet.

Sea salt sulfates with marine  $\delta^{34}\text{S}$  values can be contained in rain and atmospheric aerosols which are deposited inland (Staudt and Schoonen 1995; Riccardi 2007). This effect, called sea spray, is documented in coastal sites (Leach et al., 1996; Richards et al., 2001) up to 30 km inland (Nehlich, 2015) and up to 70 km inland in specific cases such as prevailing winds carrying moisture of oceanic origin (Wakshal and Nielsen, 1982). Thézy-Glimont is 80 km away from the Atlantic Ocean, and the Picardie region is climatically under the prevailing humid westerlies coming from the North Atlantic Ocean with no significant relief. Recently, Bataille et al. (2021) generated  $\delta^{34}\text{S}$  isoscapes for Western Europe during the Holocene period:

we observe that the Picardie region is comprised in the +8 to +10‰ range, which testifies of marine influence. However, as sea spray diminishes with distance to the coast, the recorded  $\delta^{34}\text{S}$  values are expected to be lower than +14‰ (Nehlich, 2015). But during the Iron Age, Western Europe was under the Roman Warm Period climatic episode, which is considered to be warm and humid (see Clauzel et al. (2020) and references herein). A steady and intense precipitation regime may therefore account for the recorded  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  values ranging from +11.7‰ to +17.7‰. These values are comparable to the average  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  of  $+15.2 \pm 0.7\%$  measured by Lécuyer et al. (2021) on human remains from the Pre-hispanic inhabitants who lived in the central part of the Gran Canaria Island during the Medieval Warm Period (Fig. 4). These populations, which were related to the Amazighs coming from North Africa, had similar agricultural practices than the Gauls and were exposed to a high sea spray effect due to their geographical position. Complementarily, although less probable, explanations can be found through the incorporation of marine sulfates into soils as an amendment strategy. The use of fertilizers has been attested in several Gallic communities (Ouzoulias, 2006; Aguilera et al., 2018). Human and cattle manure may contain marine sulfate as a consequence of exclusive marine sea salt consumption. Le Béchenec et al. (2016) reported that sea salt bakes have been found in Thézy-Glimont, testifying of local sea salt production. Sea salt has a high sulfur content of around 1 weight% in sea salts from the Atlantic Ocean (Supplementary Table 3) or from the Mediterranean Sea (Kovač et al., 2013). Sea salt was used by Gallic individuals in the daily life, as a seasoning and a preservative as attested by Strabo (Geography, IV, 4, 3) and Horace (The Satires, II, 2, 17). Salt blocks are also currently given to cattle and equids to bring complementary sodium and chloride to their diet. Marine sulfate is not metabolized or integrated by mammals (Griffith, 1987) and may therefore be found in human and animal dejections, later used as manure. After absorption by cultivated plants, it may contribute to a sea-like sulfur isotope composition measured in bone collagen. Soil amendment by the use of this type of fertilizers is generally characterized by high  $\delta^{15}\text{N}$  values due to the volatilization of isotopically light ammonia from the manure (Bol et al., 2005). Although cereal and vegetal remains are not available at Thézy-Glimont, this enrichment is not detected in the nitrogen isotopic signature of the human and animal bone collagen. Consequently, these unusual sulfur isotopic variations are best explained by enhanced precipitations leading to a stronger sea spray effect with a possible yet not certain soil contribution, through CAS weathering or manuring. Climatic conditions most certainly had an influence on the farming practices of Gallic individuals, and stable isotopes are a decisive tool to investigate how the Gauls interacted with their environment.

## Conclusion

Stable isotope compositions of carbon, nitrogen and sulfur from body tissues of Gallic humans and animals from Thézy-Glimont, Picardie, France, provide an insight into the climatic conditions and dietary practices in Northern Gaul during the Iron Age. The isotope mapping of three human skeletons revealed homogeneity of the carbon, nitrogen and sulfur isotope values at the individual scale. It highlights that the studied individuals were probably from a low social status as attested by a limited access to meat protein and followed a constant diet during their life. More generally, these results confirm that, in the case of sedentary populations with a steady diet, one bone may be isotopically representative for a whole organism, therefore justifying limited sampling in the case of isotope studies of archaeological populations. The  $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$ ,  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values measured from Gallic humans highlighted their omnivorous diet, with a dominant consumption of C3-plants. Sea-like sulfur isotope compositions are best explained by a strong sea spray effect and substratum contribution, either through CAS weathering or soil amendment strategies. Such enhanced sea spray flux is most likely related to mild, humid and windy climatic conditions that prevailed in northern France about 2,200 years ago. Our study exemplifies a case of the specific interaction between climate and civilization, which is reflected in a unique pattern of stable isotope compositions recorded in the soft tissues of human remains. Moreover, our approach, which is based on these multiple stable isotope proxies, opens new windows on the knowledge of the interactions between a Gallic population and its environment, with a focus on the impact of climatic conditions on agricultural and dietary practices.



**References:**

- Aguilera, M., Zech-Matterne, V., Lepetz, S., Balasse, M., 2018. Crop Fertility Conditions in North-Eastern Gaul During the La Tène and Roman Periods: A Combined Stable Isotope Analysis of Archaeobotanical and Archaeozoological Remains. *Environmental Archaeology* 23, 323–337. <https://doi.org/10.1080/14614103.2017.1291563>
- Athénée de Naucratis, IIIrd Century BCE. *Les Deipnosophistes*.
- Ault, W.U., Kulp, J.L., 1959. Isotopic geochemistry of sulphur. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 16, 201–235. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(59\)90112-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(59)90112-7)
- Bataille, C.P., Jaouen, K., Milano, S., Trost, M., Steinbrenner, S., Crubézy, É., Colleter, R., 2021. Triple sulfur-oxygen-strontium isotopes probabilistic geographic assignment of archaeological remains using a novel sulfur isoscape of western Europe. *PLOS ONE* 16, e0250383. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0250383>
- Blancquaert, G., Leroyer, C., Lorho, T., Malrain, F., Zech-Matterne, V., 2011. Rythmes de créations et d'abandons des établissements ruraux du second âge du Fer et interactions environnementales, in: *Variations Environnementales, Mutations Sociales: Natures, Intensités, Échelles et Temporalités Des Changements*. Presented at the *Rencontres internationales d'archéologie et d'histoire d'Antibes.*, Antibes.
- Bocherens, H., Drucker, D., 2003. 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. <https://doi.org/10.1002/oa.662>
- Bocherens, H., Drucker, D.G., Taubald, H., 2011. Preservation of bone collagen sulphur isotopic compositions in an early Holocene river-bank archaeological site. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, Special Issue: Fossil bones and teeth: preservation or alteration of biogenic compositions?* 310, 32–38. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2011.05.016>
- Bocherens, H., Tresset, A., Wiedemann, F., Giligny, F., Lafage, F., Lanchon, Y., Mariotti, A., 1997. Diagenetic evolution of mammal bones in two French Neolithic sites. *Bulletin de la Société Géologique de France* 168, 555–564.
- Bol, R., Eriksen, J., Smith, P., Garnett, M.H., Coleman, K., Christensen, B.T., 2005. The natural abundance of  $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ ,  $^{34}\text{S}$  and  $^{14}\text{C}$  in archived (1923–2000) plant and soil samples from the Askov long-term experiments on animal manure and mineral fertilizer. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 19, 3216–3226. <https://doi.org/10.1002/rcm.2156>
- Böttcher, M.E., Brumsack, H.-J., Dürselen, C.-D., 2007. The isotopic composition of modern seawater sulfate: I. Coastal waters with special regard to the North Sea. *Journal of Marine Systems* 67, 73–82. <https://doi.org/10.1016/j.jmarsys.2006.09.006>
- Butler, S., 1907. *Gallia. Atlas of ancient and classical geography*.
- Caesar, J., Ist century BCE. *Commentarii de Bello Gallico*.
- Canfield, D.E., 2001. Biogeochemistry of Sulfur Isotopes. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 43, 607–636. <https://doi.org/10.2138/gsrmsg.43.1.607>

## Chapitre 7 : Reconstruction climatique et de pratiques alimentaires à Thézy-Glimont

- Caut, S., Angulo, E., Courchamp, F., 2009. Variation in discrimination factors ( $\Delta^{15}\text{N}$  and  $\Delta^{13}\text{C}$ ): the effect of diet isotopic values and applications for diet reconstruction. *Journal of Applied Ecology* 46, 443–453. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2664.2009.01620.x>
- Clauzel, T., Richardin, P., Ricard, J., Le Béchenec, Y., Amiot, R., Fourel, F., Phouybanhdyt, B., Vinçon-Laugier, A., Flandrois, J.-P., Lécuyer, C., 2020. The Gauls experienced the Roman Warm Period: Oxygen isotope study of the Gallic site of Thézy-Glimont, Picardie, France. *Journal of Archaeological Science: Reports* 34, 102595. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102595>
- Daire, M.-Y., Baudry, A., Quesnel, L., 2006. Le site de Port-Blanc à Hoedic (Morbihan) : résultats préliminaires de la campagne de fouille de 2005. *Bulletin de l'Association Manche Atlantique pour la Recherche Archéologique dans les Îles* 19, 69–86.
- DeNiro, M.J., 1985. Postmortem preservation and alteration of in vivo bone collagen isotope ratios in relation to palaeodietary reconstruction. *Nature* 317, 806–809. <https://doi.org/10.1038/317806a0>
- Deniro, M.J., Epstein, S., 1981. Influence of diet on the distribution of nitrogen isotopes in animals. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 45, 341–351. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(81\)90244-1](https://doi.org/10.1016/0016-7037(81)90244-1)
- DeNiro, M.J., Epstein, S., 1978. Influence of diet on the distribution of carbon isotopes in animals. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 42, 495–506. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(78\)90199-0](https://doi.org/10.1016/0016-7037(78)90199-0)
- Dobney, K., Ervynck, A., 2007. To fish or not to fish? Evidence for the possible avoidance of fish consumption during the Iron Age around the North Sea. *The later Iron Age in Britain and beyond* 403–418.
- Doyle, P.T., Moir, R.J., 1979. Sulfur and Methionine Metabolism in Sheep. II. Quantitative Estimates of Sulfur Metabolism in the Sheep's Stomach. *Australian Journal of Biological Sciences* 32, 65–76. <https://doi.org/10.1071/bi9790065>
- Duval, C., Frémondeau, D., Lepetz, S., Horard-Herbin, M.-P., 2016. L'Élevage du porc: un savoir-faire gaulois? Apport croisé des études isotopique et ostéométrique des os de cochon. *Revue Archéologique de Picardie* 30, 583–596.
- Fahy, G.E., Deter, C., Pitfield, R., Miskiewicz, J.J., Mahoney, P., 2017. Bone deep: Variation in stable isotope ratios and histomorphometric measurements of bone remodelling within adult humans. *Journal of Archaeological Science* 87, 10–16. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2017.09.009>
- Fichtl, S., 2004. *Les Peuples gaulois : IIIe, Ier siècle av, J,-C.*. Editions Errance, Paris.
- Friedli, H., Löttscher, H., Oeschger, H., Siegenthaler, U., Stauffer, B., 1986. Ice core record of the  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  ratio of atmospheric  $\text{CO}_2$  in the past two centuries. *Nature* 324, 237–238. <https://doi.org/10.1038/324237a0>
- Griffith, O.W., 1987. Mammalian sulfur amino acid metabolism: An overview, in: *Methods in Enzymology, Sulfur and Sulfur Amino Acids*. Academic Press, pp. 366–376. [https://doi.org/10.1016/0076-6879\(87\)43065-6](https://doi.org/10.1016/0076-6879(87)43065-6)
- Hedges, R.E.M., Clement, J.G., Thomas, C.D.L., O'Connell, T.C., 2007. Collagen turnover in the adult femoral mid-shaft: Modeled from anthropogenic radiocarbon tracer measurements. *American Journal of Physical Anthropology* 133, 808–816. <https://doi.org/10.1002/ajpa.20598>

## Chapitre 7 : Reconstruction climatique et de pratiques alimentaires à Thézy-Glimont

- Hollinger, J.O., 2005. Bone Dynamics, in: Lieberman, J.R., Friedlaender, G.E. (Eds.), *Bone Regeneration and Repair: Biology and Clinical Applications*. Humana Press, Totowa, NJ, pp. 1–19. <https://doi.org/10.1385/1-59259-863-3:001>
- Horace, 1st Century BCE. *Satires*.
- Knipper, C., Pichler, S.L., Rissanen, H., Stopp, B., Kühn, M., Spichtig, N., Röder, B., Schibler, J., Lassau, G., Alt, K.W., 2017. What is on the menu in a Celtic town? Iron Age diet reconstructed at Basel-Gasfabrik, Switzerland. *Archaeol Anthropol Sci* 9, 1307–1326. <https://doi.org/10.1007/s12520-016-0362-8>
- Kovač, N., Glavaš, N., Dolenc, M., Šmuc, N.R., Šlejkovec, Z., 2013. Chemical Composition of Natural Sea Salt from the Sečovlje Salina (Gulf of Trieste, northern Adriatic). *Acta Chimica Slovenica* 60, 706–714.
- Kuitem, M., van Kolfschoten, T., van der Plicht, J., 2015. Elevated  $\delta^{15}\text{N}$  values in mammoths: a comparison with modern elephants. *Archaeol Anthropol Sci* 7, 289–295. <https://doi.org/10.1007/s12520-012-0095-2>
- Le Béchenec, Y., Frère, S., Corsiez, A., Rolland, J., Sauvageot, P., 2016. Rapport final d'opération : Thézy-Glimont, Les Vergnes, (Somme). Novembre 2012 - Mai 2013. Service Archéologie Préventive d'Amiens Métropole.
- Le Huray, J.D., Schutkowski, H., 2005. Diet and social status during the La Tène period in Bohemia: Carbon and nitrogen stable isotope analysis of bone collagen from Kutná Hora-Karlov and Radovesice. *Journal of Anthropological Archaeology* 24, 135–147. <https://doi.org/10.1016/j.jaa.2004.09.002>
- Leach, B.F., Quinn, C.J., Lyon, G.L., 1996. A stochastic approach to the reconstruction of prehistoric human diet in the Pacific region from bone isotope signatures. *Tuhinga* 1–54.
- Lécuyer, C., 2016. Seawater residence times of some elements of geochemical interest and the salinity of the oceans. *Bulletin de la Société Géologique de France* 187, 245–260. <https://doi.org/10.2113/gssgfbull.187.6.245>
- Lécuyer, C., Goedert, J., Klee, J., Clauzel, T., Richardin, P., Fourel, F., Delgado-Darias, T., Alberto-Barroso, V., Velasco-Vázquez, J., Betancort, J.F., Amiot, R., Maréchal, C., Flandrois, J.-P., 2021. Climatic change and diet of the pre-Hispanic population of Gran Canaria (Canary Archipelago, Spain) during the Medieval Warm Period and Little Ice Age. *Journal of Archaeological Science* 128, 105336. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2021.105336>
- Lee-Thorp, J., Sponheimer, M., 2003. Three case studies used to reassess the reliability of fossil bone and enamel isotope signals for paleodietary studies. *Journal of Anthropological Archaeology* 22, 208–216.
- Lee-Thorp, J.A., van der Merwe, N.J., 1991. Aspects of the chemistry of modern and fossil biological apatites. *Journal of Archaeological Science* 18, 343–354. [https://doi.org/10.1016/0305-4403\(91\)90070-6](https://doi.org/10.1016/0305-4403(91)90070-6)
- Lepetz, S., Matterné, V., 2003. Élevage et agriculture dans le Nord de la Gaule durant l'époque gallo-romaine : une confrontation des données archéologiques et carpologiques. *Revue archéologique de Picardie* 1, 23–35. <https://doi.org/10.3406/pica.2003.2354>

## Chapitre 7 : Reconstruction climatique et de pratiques alimentaires à Thézy-Glimont

- Lightfoot, E., Šlaus, M., Šikanjić, P.R., O'Connell, T.C., 2015. Metals and millets: Bronze and Iron Age diet in inland and coastal Croatia seen through stable isotope analysis. *Archaeol Anthropol Sci* 7, 375–386. <https://doi.org/10.1007/s12520-014-0194-3>
- Longin, R., 1971. New Method of Collagen Extraction for Radiocarbon Dating. *Nature* 230, 241–242. <https://doi.org/10.1038/230241a0>
- Marinval, P., 2004. Des Gaulois aux Gallo-romains: l'agriculture du midi de la France. *Pallas* 233–242.
- Matsubayashi, J., Tayasu, I., 2019. Collagen turnover and isotopic records in cortical bone. *Journal of Archaeological Science* 106, 37–44. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2019.03.010>
- Matterne, V., 2000. Agriculture et alimentation végétale durant l'âge du fer et l'époque gallo-romaine en France septentrionale (These de doctorat). Paris 1.
- Maurer, A.-F., Person, A., Tütken, T., Amblard-Pison, S., Ségalen, L., 2014. Bone diagenesis in arid environments: An intra-skeletal approach. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, Bone and enamel diagenesis: From the crystal to the environment - A tribute to Jean-François Saliège* 416, 17–29. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2014.08.020>
- Méniel, P., 1988. Les animaux dans l'alimentation des Gaulois. *Anthropozoologica NS*, 115–122.
- Mion, L., Herrscher, E., Blondiaux, J., Binet, E., Andre, G., 2016. Comportements alimentaires en Gaule du Nord : étude isotopique du site de l'Îlot de la Boucherie (iii<sup>e</sup>–v<sup>e</sup> siècles apr. J.-C.) à Amiens. *BMSAP* 28, 155–175. <https://doi.org/10.1007/s13219-016-0164-7>
- Motuzaitė-Matuzevičiūtė, G., Jacob, J., Telizhenko, S., Jones, M.K., 2016. Miliacin in palaeosols from an Early Iron Age in Ukraine reveal in situ cultivation of broomcorn millet. *Archaeol Anthropol Sci* 8, 43–50. <https://doi.org/10.1007/s12520-013-0142-7>
- Nehlich, O., 2015. The application of sulphur isotope analyses in archaeological research: A review. *Earth-Science Reviews* 142, 1–17. <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2014.12.002>
- Nehlich, O., Richards, M.P., 2009. Establishing collagen quality criteria for sulphur isotope analysis of archaeological bone collagen. *Archaeological and Anthropological Sciences* 1, 59–75. <https://doi.org/10.1007/s12520-009-0003-6>
- Nielsen, H., 1974. Isotopic composition of the major contributors to atmospheric sulfur. *Tellus* 26, 213–221. <https://doi.org/10.1111/j.2153-3490.1974.tb01969.x>
- Norman, A.-L., Anlauf, K., Hayden, K., Thompson, B., Brook, J.R., Li, S.-M., Bottenheim, J., 2006. Aerosol sulphate and its oxidation on the Pacific NW coast: S and O isotopes in PM<sub>2.5</sub>. *Atmospheric Environment, The Pacific 2001 Air Quality Study II* 40, 2676–2689. <https://doi.org/10.1016/j.atmosenv.2005.09.085>
- O'Connell, T.C., Kneale, C.J., Tasevska, N., Kuhnle, G.G.C., 2012. The diet-body offset in human nitrogen isotopic values: A controlled dietary study. *American Journal of Physical Anthropology* 149, 426–434. <https://doi.org/10.1002/ajpa.22140>
- Oelze, V.M., Koch, J.K., Kupke, K., Nehlich, O., Zäuner, S., Wahl, J., Weise, S.M., Rieckhoff, S., Richards, M.P., 2012. Multi-isotopic analysis reveals individual mobility and diet at the early iron

- age monumental tumulus of Magdalenenberg, Germany. *American Journal of Physical Anthropology* 148, 406–421. <https://doi.org/10.1002/ajpa.22063>
- O’Leary, M.H., 1988. Carbon Isotopes in Photosynthesis. *BioScience* 38, 328–336. <https://doi.org/10.2307/1310735>
- Olmer, F., 2018. Le commerce et les importations en Gaule au second âge du Fer, in: Guilaine, J., Garcia, D. (Eds.), *La Protohistoire Française*. Hermann Editions, pp. 453–469.
- Olsen, K.C., White, C.D., Longstaffe, F.J., Heyking, K. von, McGlynn, G., Grupe, G., Rühli, F.J., 2014. Intraskelletal isotopic compositions ( $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$ ) of bone collagen: Nonpathological and pathological variation. *American Journal of Physical Anthropology* 153, 598–604. <https://doi.org/10.1002/ajpa.22459>
- Ouzoulias, P., 2006. L’économie agraire de la Gaule : aperçus historiographiques et perspectives archéologiques (phdthesis). Université de Franche-Comté.
- Pellegrini, M., Snoeck, C., 2016. Comparing bioapatite carbonate pre-treatments for isotopic measurements: Part 2 — Impact on carbon and oxygen isotope compositions. *Chemical Geology* 420, 88–96. <https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2015.10.038>
- Peterson, B.J., Fry, B., 1987. Stable Isotopes in Ecosystem Studies. *Annual Review of Ecology and Systematics* 18, 293–320. <https://doi.org/10.1146/annurev.es.18.110187.001453>
- Pliny the Elder, 1st century BCE. *The Natural History*.
- Privat, K.L., O’Connell, T.C., Hedges, R.E., 2007. The distinction between freshwater-and terrestrial-based diets: methodological concerns and archaeological applications of sulphur stable isotope analysis. *Journal of Archaeological Science* 34, 1197–1204.
- Rafferty, J.E., 1985. The Archaeological Record on Sedentariness: Recognition, Development, and Implications. *Advances in Archaeological Method and Theory* 8, 113–156.
- Rees, C.E., Jenkins, W.J., Monster, J., 1978. The sulphur isotopic composition of ocean water sulphate. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 42, 377–381. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(78\)90268-5](https://doi.org/10.1016/0016-7037(78)90268-5)
- Reina, N., Cavaignac, E., Trousdale, W.H., Laffosse, J.-M., Braga, J., 2017. Laterality and grip strength influence hand bone micro-architecture in modern humans, an HRpQCT study. *Journal of Anatomy* 230, 796–804. <https://doi.org/10.1111/joa.12608>
- Rey, L., Salazar-García, D.C., Chambon, P. h., Santos, F., Rottier, S., Goude, G., 2019. A multi-isotope analysis of Neolithic human groups in the Yonne valley, Northern France: insights into dietary patterns and social structure. *Archaeol Anthropol Sci* 11, 5591–5616. <https://doi.org/10.1007/s12520-019-00885-6>
- Riccardi, A.L., 2007. Carbonate-associated sulfate: assessment of and use as an isotopic proxy for global sulfur cycling during end-permian mass extinction. The Pennsylvania State University.
- Richardin, P., Porcier, S., Ikram, S., Louarn, G., Berthet, D., 2017. Cats, Crocodiles, Cattle, and More: Initial Steps Toward Establishing a Chronology of Ancient Egyptian Animal Mummies. *Radiocarbon* 59, 595–607. <https://doi.org/10.1017/RDC.2016.102>

## Chapitre 7 : Reconstruction climatique et de pratiques alimentaires à Thézy-Glimont

- Richards, M.P., Fuller, B.T., Hedges, R.E.M., 2001. Sulphur isotopic variation in ancient bone collagen from Europe: implications for human palaeodiet, residence mobility, and modern pollutant studies. *Earth and Planetary Science Letters* 191, 185–190. [https://doi.org/10.1016/S0012-821X\(01\)00427-7](https://doi.org/10.1016/S0012-821X(01)00427-7)
- Richards, M.P., Hedges, R.E.M., 1999. Stable Isotope Evidence for Similarities in the Types of Marine Foods Used by Late Mesolithic Humans at Sites Along the Atlantic Coast of Europe. *Journal of Archaeological Science* 26, 717–722. <https://doi.org/10.1006/jasc.1998.0387>
- Richards, M.P., Hedges, R.E.M., Molleson, T.I., Vogel, J.C., 1998. Stable Isotope Analysis Reveals Variations in Human Diet at the Poundbury Camp Cemetery Site. *Journal of Archaeological Science* 25, 1247–1252. <https://doi.org/10.1006/jasc.1998.0307>
- Sarrazin, S., Louesdon, É., 2017. Des témoignages d'activités saunières au sein de l'établissement laténien « du Muid » sur les communes de Campagne et de Catigny (60), in: Hoët-van Cauwenberghe, C., Masse, A., Prilaux, G. (Eds.), *Sel et société : Tome 1 : Techniques, usages, langage, Histoire et civilisations*. Presses universitaires du Septentrion, Villeneuve d'Ascq, pp. 83–106.
- Schoeninger, M.J., DeNiro, M.J., 1984. Nitrogen and carbon isotopic composition of bone collagen from marine and terrestrial animals. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 48, 625–639. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(84\)90091-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(84)90091-7)
- Szwarcz, H.P., Schoeninger, M.J., 1991. Stable isotope analyses in human nutritional ecology. *American Journal of Physical Anthropology* 34, 283–321.
- Sillen, A., Parkington, J., 1996. Diagenesis of Bones from Eland's Bay Cave. *Journal of Archaeological Science* 23, 535–542. <https://doi.org/10.1006/jasc.1996.0050>
- Smith, B.H., 1991. Standards of human Tooth Formation and Dental Age Assessment, in: *Advances in Dental Anthropology*. Wiley-Liss Inc., pp. 143–168.
- Sponheimer, M., Robinson, T., Ayliffe, L., Roeder, B., Hammer, J., Passey, B., West, A., Cerling, T., Dearing, D., Ehleringer, J., 2003. Nitrogen isotopes in mammalian herbivores: hair  $\delta^{15}\text{N}$  values from a controlled feeding study. *International Journal of Osteoarchaeology* 13, 80–87. <https://doi.org/10.1002/oa.655>
- Squires, K., Booth, T., Roberts, C.A., 2019. The Ethics of Sampling Human Skeletal Remains for Destructive Analyses, in: Squires, K., Erickson, D., Márquez-Grant, N. (Eds.), *Ethical Approaches to Human Remains: A Global Challenge in Bioarchaeology and Forensic Anthropology*. Springer International Publishing, Cham, pp. 265–297. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-32926-6\\_12](https://doi.org/10.1007/978-3-030-32926-6_12)
- Staudt, W.J., Schoonen, M.A.A., 1995. Sulfate Incorporation into Sedimentary Carbonates, in: *Geochemical Transformations of Sedimentary Sulfur*, ACS Symposium Series. American Chemical Society, pp. 332–345. <https://doi.org/10.1021/bk-1995-0612.ch018>
- Strabon, 20AD. Géographie.
- Touzeau, A., Amiot, R., Blichert-Toft, J., Flandrois, J.-P., Fourel, F., Grossi, V., Martineau, F., Richardin, P., Lécuyer, C., 2014. Diet of ancient Egyptians inferred from stable isotope systematics. *Journal of Archaeological Science* 46, 114–124.

## Chapitre 7 : Reconstruction climatique et de pratiques alimentaires à Thézy-Glimont

- Van Klinken, G.J., 1999. Bone collagen quality indicators for palaeodietary and radiocarbon measurements. *Journal of Archaeological Science* 26, 687–695.
- Van Klinken, G.J., Richards, M.P., Hedges, B.E.M., 2002. An Overview of Causes for Stable Isotopic Variations in Past European Human Populations: Environmental, Ecophysiological, and Cultural Effects, in: Ambrose, S.H., Katzenberg, M.A. (Eds.), *Biogeochemical Approaches to Paleodietary Analysis*, *Advances in Archaeological and Museum Science*. Springer US, Boston, MA, pp. 39–63. [https://doi.org/10.1007/0-306-47194-9\\_3](https://doi.org/10.1007/0-306-47194-9_3)
- Wakshal, E., Nielsen, H., 1982. Variations of  $\delta^{34}\text{S}(\text{SO}_4)$ ,  $\delta^{18}\text{O}(\text{H}_2\text{O})$  and Cl/SO<sub>4</sub> ratio in rainwater over northern Israel, from the Mediterranean Coast to Jordan Rift Valley and Golan Heights. *Earth and Planetary Science Letters* 61, 272–282. [https://doi.org/10.1016/0012-821X\(82\)90058-9](https://doi.org/10.1016/0012-821X(82)90058-9)
- Walton, M.J., Cowey, C.B., Adron, J.W., 1982. Methionine Metabolism in Rainbow Trout Fed Diets of Differing Methionine and Cystine Content. *J Nutr* 112, 1525–1535. <https://doi.org/10.1093/jn/112.8.1525>
- Wang, Y., Cerling, T.E., 1994. A model of fossil tooth and bone diagenesis: implications for paleodiet reconstruction from stable isotopes. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, Stable Isotope and Trace-Element Geochemistry of Vertebrate Fossils: Interpreting Ancient Diets and Climates* 107, 281–289. [https://doi.org/10.1016/0031-0182\(94\)90100-7](https://doi.org/10.1016/0031-0182(94)90100-7)
- Waters-Rist, A.L., Katzenberg, M.A., 2010. The effect of growth on stable nitrogen isotope ratios in subadult bone collagen. *International Journal of Osteoarchaeology* 20, 172–191. <https://doi.org/10.1002/oa.1017>
- Weller, O., Robert, B., 1995. Le commerce du sel au La Tène Final : une problématique enfin relancée. *Revue archéologique de Picardie* 1, 87–96. <https://doi.org/10.3406/pica.1995.2153>
- Zech-Matterne, V., Bouby, L., Bouchette, A., Cabanis, M., Derremaux, M., Durand, F., Marival, P., Pradat, B., Sellami, M.-F., Wiethold, J., 2009. L’agriculture du VI<sup>e</sup> au I<sup>er</sup> siècle avant J.-C. en France : état des recherches carpologiques sur les établissements ruraux. Presented at the Habitats et paysages ruraux en Gaule et regards sur d’autres régions du monde celtique, actes du XXXI<sup>e</sup> colloque de l’AFEAF, Chauvigny.

## Supplementary Methods

Carbon isotope compositions of the carbonate group of tooth enamel ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$ ) from humans and animals were measured using an isoFLOW<sup>TM</sup> system connected on-line in continuous flow mode to a precisION<sup>TM</sup> mass spectrometer (Elementar UK Ltd Cheadle, UK). For each sample, three aliquots of 2 mg of tooth enamel powder were loaded in Exetainer® 3.7 ml soda glass vials, round-bottomed with Exetainer® caps (LABCO UK Ltd), and were reacted with anhydrous phosphoric acid. The reaction took place at 90°C in a temperature regulated sample tray. The CO<sub>2</sub> gas generated during the acid digestion of the carbonate sample was separated through an UltiTRAP<sup>TM</sup> device and then transferred to the mass spectrometer *via* the centrION<sup>TM</sup> interface. Calibrated CO<sub>2</sub> gas was used as the monitoring gas. Typical reproducibility is 0.05‰ for  $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$  measurements. The acid fractionation factor  $\alpha$  (CO<sub>2</sub>–enamel carbonate) of 1.00773 determined for the NBS120c phosphate rock reference material was selected (Passey et al., 2007). The calibrated materials used were Carrara Marble ( $\delta^{13}\text{C} = +2.03\text{‰}$  V-PDB, Fourel et al., 2016), NBS18 ( $\delta^{13}\text{C} = -5.01\text{‰}$  V-PDB, Coplen et al., 2006; Friedman et al., 1982; Hut, 1987; Stichler, 1995) and NBS120c ( $\delta^{13}\text{C} = -6.27\text{‰}$  V-PDB, Passey et al., 2007).

Carbon, nitrogen and, when enough collagen material was obtained, sulfur isotope compositions of collagen ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ , and  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$  respectively) were determined using a vario PYRO cube<sup>TM</sup> elemental analyser (EA) using “Purge and Trap” technology connected online in continuous flow mode to an IsoPrime100<sup>TM</sup> mass spectrometer (Elementar UK Ltd Cheadle, UK) equipped with a diluter<sup>TM</sup> system. In the case of carbon and nitrogen isotope analysis, for each sample, three aliquots of 0.4 to 0.5 mg of freeze-dried collagen were loaded into 3.5x5 mm tin foil isotope grade capsules (Eurovector, Pavia, Italy). In the case of sulfur isotope measurements, for each sample, three aliquots of 4 to 5 mg of freeze-dried collagen were loaded with the same quantity of tungsten oxide (Elementar GmbH, Langenselbold, Germany) into 5x9 mm tin isotope grade capsules (Eurovector, Pavia, Italy). When running samples, carbon dioxide was diluted prior to entering the mass spectrometer. Carbon, nitrogen and sulfur isotope compositions were calibrated against the following international standards: caffeine IAEA-600 ( $\delta^{13}\text{C} = -27.77\text{‰}$  V-PDB and  $\delta^{15}\text{N} = +1.0\text{‰}$  AIR, Coplen et al. 2006), sucrose IAEA-CH-6 ( $\delta^{13}\text{C} = -10.45\text{‰}$  V-PDB, Coplen et al. 2006; Hut 1987), ammonium sulfate IAEA-N-2 ( $\delta^{15}\text{N} = +20.3\text{‰}$  AIR, Bohlke et al. 1993; Bohlke and Coplen 1995; Gonfiantini 1984, 1978; Kendall and Grim 1990), silver sulfide IAEA-S-2



( $\delta^{34}\text{S} = +22.7\text{‰}$  V-CDT, Robinson 1995; Stichler 1995), barium sulfate IAEA-SO-5 ( $\delta^{34}\text{S} = +0.5\text{‰}$  V-CDT, Halas and Szaran 2001), pure sulfur IAEA-S-4 ( $\delta^{34}\text{S} = +16.9\text{‰}$  V-CDT, Carmody and Seal 1999; Qi and Coplen 2003) and Poly(1,4-Phenylene Ether-Sulphone) B2203 ( $\delta^{34}\text{S} = -3.01\text{‰}$  V-CDT, Elemental Microanalysis Certificate BN/132358). Typical analytical precision ( $2\sigma$ ) is lower than 0.1‰, 0.2‰ and 0.5‰ for carbon, nitrogen and sulfur isotope measurements, respectively.

Carbon and nitrogen concentrations, reported in weight%, have been measured using the traces obtained with the Thermal Conductivity Detector (TCD) of the Elemental Analyzer according to the procedure reported by Fourel et al. (2014). When dealing with multi-isotope measurements where some of the gas species are diluted,  $\text{CO}_2$  in this study, the TCD traces are the best option for calculating concentration as they measure undiluted gas species. Considering the low S concentration of our samples, S concentration-calibrated materials were run with each batch of isotopic analyses generating a TCD calibration line for each batch. The S calibrated materials used were Poly(1,4-Phenylene Ether-Sulphone) B2203, ( $\text{S}\% = 13.85 \pm 0.16$  Elemental Microanalysis Certificate BN/132358), gelatin B2215 ( $\text{S}\% = 0.51 \pm 0.03$  Elemental Microanalysis Certificate 308034) and wheat flour B2157 ( $\text{S}\% = 0.092 \pm 0.006$  Elemental Microanalysis Certificate 354738). Repeatability for S concentrations of our samples was better than 0.01%.

For carbonates as well as collagen samples, all NCS isotopic and concentration measurements were performed at the Plateforme d'Ecologie Isotopique of the Laboratoire d'Ecologie des Hydrosystemes Naturels et Anthropisés (LEHNA) hosted by the Université Claude Bernard Lyon1 (UCBL) and being part of the RÉGEF national network.

### References:

- Bohlke, J.K., Coplen, T.B., 1995. Interlaboratory comparison of reference materials for nitrogen-isotope-ratio measurements.
- Bohlke, J.K., Gwinn, C.J., Coplen, T.B., 1993. New Reference Materials for Nitrogen-Isotope-Ratio Measurements. *Geostandards Newsletter* 17, 159–164. <https://doi.org/10.1111/j.1751-908X.1993.tb00131.x>
- Carmody, R.W., Seal, R.R., 1999. Evaluation of the sulfur isotopic composition and homogeneity of the Soufre de Lacq reference material. *Chemical Geology* 153, 289–295. [https://doi.org/10.1016/S0009-2541\(98\)00159-4](https://doi.org/10.1016/S0009-2541(98)00159-4)

## Chapitre 7 : Reconstruction climatique et de pratiques alimentaires à Thézy-Glimont

- Coplen, T.B., Brand, W.A., Gehre, M., Gröning, M., Meijer, H.A., Toman, B., Verkouteren, R.M., 2006. New guidelines for  $\delta^{13}\text{C}$  measurements. *Analytical Chemistry* 78, 2439–2441.
- Fourel, F., Martineau, F., Seris, M., Lécuyer, C., 2014. Simultaneous N, C, S stable isotope analyses using a new purge and trap elemental analyzer and an isotope ratio mass spectrometer. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 28, 2587–2594. <https://doi.org/10.1002/rcm.7048>
- Fourel, F., Martineau, F., Tóth, E.E., Görög, A., Escarguel, G., Lécuyer, C., 2016. Carbon and oxygen isotope variability among foraminifera and ostracod carbonated shells. *Annales Universitatis Mariae Curie-Sklodowska, sectio AAA–Physica* 70, 133.
- Friedman, I., O’Neil, J., Cebula, G., 1982. Two new carbonate stable-isotope standards. *Geostandards Newsletter* 6, 11–12.
- Gonfiantini, R., 1984. Stable isotope reference samples for geochemical and hydrological investigations. *The International Journal of Applied Radiation and Isotopes; (United Kingdom)* 35:5. [https://doi.org/10.1016/0020-708X\(84\)90059-0](https://doi.org/10.1016/0020-708X(84)90059-0)
- Gonfiantini, R., 1978. Standards for stable isotope measurements in natural compounds. *Nature* 271, 534–536. <https://doi.org/10.1038/271534a0>
- Halas, S., Szaran, J., 2001. Improved thermal decomposition of sulfates to  $\text{SO}_2$  and mass spectrometric determination of  $\delta^{34}\text{S}$  of IAEA SO-5, IAEA SO-6 and NBS-127 sulfate standards. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 15, 1618–1620. <https://doi.org/10.1002/rcm.416>
- Hut, G., 1987. Consultants’ group meeting on stable isotope reference samples for geochemical and hydrological investigations.
- Kendall, C., Grim, E., 1990. Combustion tube method for measurement of nitrogen isotope ratios using calcium oxide for total removal of carbon dioxide and water. *Analytical Chemistry* 62, 526–529.
- Passey, B.H., Cerling, T.E., Levin, N.E., 2007. Temperature dependence of oxygen isotope acid fractionation for modern and fossil tooth enamels. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 21, 2853–2859.
- Qi, H.P., Coplen, T.B., 2003. Evaluation of the  $^{34}\text{S}/^{32}\text{S}$  ratio of Soufre de Lacq elemental sulfur isotopic reference material by continuous flow isotope-ratio mass spectrometry. *Chemical Geology* 199, 183–187. [https://doi.org/10.1016/S0009-2541\(03\)00075-5](https://doi.org/10.1016/S0009-2541(03)00075-5)
- Robinson, B.W., 1995. Sulphur isotope standards. International Atomic Energy Agency TECDOC 825 39–45.
- Stichler, W., 1995. Interlaboratory comparison of new materials for carbon and oxygen isotope ratio measurements. Reference and intercomparison materials for stable isotopes of light elements 825, 67–74.

Grave	Individual	Type	Sex	Estimated age (years)
<b>TGV 1135</b>	TG-01	<i>Homo sapiens</i>	Male	< 30
	TG-CH1	<i>Equus caballus</i>	Male	3
	TG-B1	<i>Bos taurus</i>	Female	4
	TG-B2	<i>Bos taurus</i>	Male	young
<b>TGV 1249</b>	TG-B3	<i>Bos taurus</i>	Male	2
	TG-B4	<i>Bos taurus</i>	Male	4
	TG-CO1	<i>Sus scrofa</i>	Male	-
	TG-02	<i>Homo sapiens</i>	Male	15
	TG-03	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult
	TG-B6	<i>Bos taurus</i>	Male	2
	TG-CH3	<i>Equus caballus</i>	Male	2
<b>TGV 1219</b>	TG-04	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult
	TG-05	<i>Homo sapiens</i>	Male	30 to 59
<b>TGV 1138</b>	TG-CH2	<i>Equus caballus</i>	Male	5
	TG-06	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult
<b>TGV1206</b>	TG-07	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult
	TG-08	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult
<b>TGV 1246</b>	TG-CH4	<i>Equus caballus</i>	Male	3 to 4
	TG-B5	<i>Bos taurus</i>	Male	2 to 3
<b>TGV 1222</b>	TG-CH5	<i>Equus caballus</i>	Male	1 to 3

Supplementary Table 1: Grave, nature and identification of the samples of Thézy-Glimont. The archaeological data come from Le Béchenec et al. (2016).

**Reference:**

Le Béchenec, Y., Frère, S., Corsiez, A., Rolland, J., Sauvageot, P., 2016. Rapport final d'opération : Thézy-Glimont, Les Vergnes, (Somme). Novembre 2012 - Mai 2013. Service Archéologie Préventive d'Amiens Métropole.

Individual	Type	Sample type	C%	N%	S%	C:N	C:S	N:S	$\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$	$\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$	$\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$	$\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$
TG-01	<i>Homo sapiens</i>	Cranium vault	42.9	15.8	-	3.2	-	-	-20.4	-	+8.5	-
		Mandible	43.0	15.8	0.21	3.2	548	172	-20.2	-	+8.6	+15.7
		Cervical vertebra	40.1	14.7	-	3.2	-	-	-20.4	-	+8.4	-
		Thoracic vertebra	41.6	15.7	0.17	3.2	634	199	-20.4	-	+8.4	+17.5
		Lumbar vertebra	40.3	14.7	0.17	3.2	627	196	-20.3	-	+8.5	+14.8
		Left rib	41.5	15.2	-	3.2	-	-	-20.5	-	+8.3	-
		Right humerus (epiphysis)	42.0	15.4	0.21	3.2	544	171	-20.4	-	+8.2	+16.5
		Left humerus (epiphysis)	39.5	14.4	0.20	3.2	517	162	-20.6	-	+8.1	+16.0
		Right carpus	40.2	14.7	0.22	3.20	497	155	-20.6	-	+8.3	+14.5
		Left carpus	41.6	15.3	0.16	3.2	677	213	-20.6	-	+8.3	+16.6
		Right metacarpus	40.8	14.9	0.16	3.2	672	211	-20.6	-	+8.2	+15.3
		Right iliac crest	41.9	15.3	0.19	3.2	575	180	-20.6	-	+8.4	+15.5
		Left iliac crest	42.4	15.4	0.18	3.2	612	191	-20.6	-	+8.3	+15.6
		Right femur (diaphysis)	40.7	14.8	-	3.2	-	-	-20.6	-	+8.1	-
		Left femur (diaphysis)	41.9	15.3	-	3.2	-	-	-20.6	-	+8.1	-
		Right tibia (diaphysis)	41.8	15.2	0.21	3.2	530	166	-20.5	-	+8.1	+15.1
		Left tibia (diaphysis)	41.9	15.3	0.22	3.2	512	161	-20.5	-	+8.1	+15.6
		Right calcaneus	42.2	15.4	-	3.20	-	-	-20.5	-	+8.1	-
		Left calcaneus	37.9	13.7	0.17	3.2	599	186	-20.6	-	+8.2	+14.3
		1st premolar (PM1)	-	-	-	-	-	-	-	-12.7	-	-
		1st molar (M1)	-	-	-	-	-	-	-	-12.9	-	-

TG-02	<i>Homo sapiens</i>	2 <sup>nd</sup> molar (M2)	-	-	-	-	-	-	-	-	-12.4	-	-
		Cranium vault	41.6	15.2	-	3.2	-	-	-	-	-	+8.2	-
		Mandible	40.8	15.0	0.16	3.2	677	212	212	-20.2	-	+8.1	+15.8
		Right humerus (epiphysis)	42.9	15.7	0.18	3.2	628	196	196	-20.1	-	+8.0	+18.3
		Left humerus (epiphysis)	42.3	15.2	0.26	3.3	428	132	132	-20.0	-	+8.0	+16.0
		Right carpus	41.9	15.2	-	3.2	-	-	-	-20.1	-	+8.2	-
		Left carpus	42.1	15.4	-	3.2	-	-	-	-20.1	-	+8.1	-
		Right metacarpus	41.6	15.2	-	3.2	-	-	-	-20.2	-	+8.0	-
		Left metacarpus	39.7	14.5	0.20	3.2	517	162	162	-20.2	-	+7.9	+17.3
		Right femur (diaphysis)	41.6	15.2	0.23	3.2	481	150	150	-19.7	-	+8.2	+18.3
		Left femur (diaphysis)	42.5	15.5	0.22	3.2	522	163	163	-20.1	-	+8.0	+17.0
		Right tibia (diaphysis)	42.1	15.3	0.20	3.2	568	177	177	-20.1	-	+8.1	+17.5
		Left tibia (diaphysis)	42.3	15.4	0.18	3.2	613	191	191	-19.9	-	+8.2	+17.2
		Right calcaneus	42.1	15.4	-	3.2	-	-	-	-20.1	-	+8.0	-
		Left calcaneus	42.2	15.4	0.17	3.2	644	201	201	-20.1	-	+8.0	+17.8
		1st premolar (PM1)	-	-	-	-	-	-	-	-	-12.3	-	-
		1st molar (M1)	-	-	-	-	-	-	-	-	-12.0	-	-
		3rd molar (M3)	-	-	-	-	-	-	-	-	-12.4	-	-
TG-03	<i>Homo sapiens</i>	Cranium vault	42.6	15.6	0.20	3.2	577	181	181	-20.2	-	+8.3	+15.8
		Mandible	42.2	15.4	0.21	3.2	531	166	166	-20.1	-	+8.4	+15.7
		Cervical vertebra	41.5	15.2	-	3.2	-	-	-	-20.0	-	+8.1	-
		Thoracic vertebra	41.1	15.0	-	3.2	-	-	-	-20.0	-	+8.1	-
		Lumbar vertebra	40.9	14.9	-	3.2	-	-	-	-19.7	-	+8.4	-

Rib	39.9	14.7	-	3.2	-	-	-19.9	-	+8.0	-
Right humerus (diaphysis)	40.0	14.6	0.20	3.2	534	166	-19.8	-	+8.2	+15.1
Left humerus (epiphysis)	40.2	14.6	0.21	3.2	502	157	-19.9	-	+8.1	+15.0
Right carpus	41.0	14.8	-	3.2	-	-	-20.2	-	+8.0	-
Left carpus	42.1	15.3	0.20	3.2	571	178	-20.2	-	+7.9	+16.8
Right metacarpus	42.2	15.3	0.19	3.2	607	189	-20.2	-	+8.2	+16.1
Left metacarpus	42.2	15.4	0.17	3.2	662	207	-20.2	-	+8.0	+17.4
Left iliac crest	42.7	15.5	0.18	3.2	629	196	-20.0	-	+8.0	+18.0
Right femur (diaphysis)	42.5	15.5	0.16	3.2	693	217	-20.1	-	+7.8	+16.5
Left femur (diaphysis)	42.1	15.3	0.20	3.2	560	175	-20.2	-	+7.8	+17.1
Right tibia (diaphysis)	42.8	15.5	0.18	3.2	646	201	-20.1	-	+7.9	+16.6
Left tibia (diaphysis)	42.1	15.3	0.20	3.2	549	171	-20.2	-	+7.8	+16.2
Right calcaneus	42.2	15.3	0.17	3.2	652	203	-20.2	-	+7.8	+20.6
Left calcaneus	42.5	15.3	0.20	3.2	568	175	-20.2	-	+7.8	+16.6
1st premolar (PM1)	-	-	-	-	-	-	-	-12.5	-	-
2nd molar (M2)	-	-	-	-	-	-	-	-12.8	-	-
3rd molar (M3)	-	-	-	-	-	-	-	-12.4	-	-

**Supplementary Table 2: Nature, identification of the individuals TG-01, TG-02 and TG-03, with corresponding carbon/nitrogen/sulfur elemental (C%, N%, S%, C:N, C:S and N:S ratios) and isotope ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{13}\text{C}_{\text{en}}$ ,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ ) values.**

Element	SiO <sub>2</sub>	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	Cl <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	H <sub>3</sub> O <sup>+</sup>	HO <sup>-</sup>	S	Rb	Sr
Unit	cg.g <sup>-1</sup>	cg.g <sup>-1</sup>	cg.g <sup>-1</sup>	cg.g <sup>-1</sup>	cg.g <sup>-1</sup>	cg.g <sup>-1</sup>	cg.g <sup>-1</sup>	cg.g <sup>-1</sup>	cg.g <sup>-1</sup>	μg.g <sup>-1</sup>	μg.g <sup>-1</sup>
Concentration	0.02	0.12	0.08	33.87	60.71	0.02	1.55	2.81	0.82	2.69	23.86

Supplementary Table 3: Major and minor element chemical composition of sea salt “Guérande salt” determined by X-Ray Fluorescence at the Laboratoire de Géologie de Lyon: Terre, Planètes, Environnement hosted by the Université Claude Bernard Lyon 1.

## II. Difficultés rencontrées pour l'analyse de la composition isotopique du soufre du collagène

Comme décrit dans l'article, l'analyse isotopique du soufre du collagène n'a pas pu être réalisée sur tous les échantillons par manque de matériel. Cela est dû à des problèmes analytiques qui ont entraîné la nécessité de refaire les analyses plusieurs fois.

Les premières analyses isotopiques en soufre réalisées sur l'ensemble des échantillons ont mis en évidence des compositions isotopiques inattendues, très élevées (Tableau 25). La valeur moyenne de  $\delta^{34}\text{S}$  obtenue était de  $+19,8 \pm 2,9 \text{ ‰}$ , avec des valeurs comprises entre  $+13,7 \text{ ‰}$  et  $+25,7 \text{ ‰}$ . Au sein des trois individus échantillonnés graduellement (TG-01, TG-02 et TG-03), les valeurs mesurées ont pu atteindre  $+27,2 \text{ ‰}$ , dépassant largement la valeur de  $+20,3 \text{ ‰}$  considérée comme représentative du pôle marin et valeur isotopique extrême. Les concentrations élémentaires en soufre (%S) mesurées étaient également trop importantes et associées à des déviations standards trop élevées, de l'ordre de  $\pm 0,1 \text{ ‰}$  (Tableau 25).

Individu	Échantillon	$\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$ (‰, V-CDT)	Déviati on standard	%S (%)	Déviati on standard
TG-01	Squelette (19)*	+21,4	1,2	1,19	0,28
TG-02	Squelette (14)*	+25,7	0,9	1,27	0,12
TG-03	Squelette (19)*	+23,2	1,9	1,29	0,15
TG-04	Fémur	+20,6	0,1	1,58	0,01
TG-05	Fémur	+20,5	0,1	1,57	0,04
TG-06	Fémur	+18,5	0,1	1,52	0,02
TG-07	Fémur	+13,9	0,1	1,51	0,04
TG-08	Tibia	+17,9	0,1	1,56	0,02
TG-CO1	Squelette (3)*	+18,0	0,5	1,35	0,03
TG-B1	Phalange	+21,3	0,2	1,41	0,00
TG-B2	Talus	+17,6	0,0	1,48	0,03
TG-B3	Phalange	+19,5	0,3	1,50	0,01
TG-B4	Phalange	-	-	1,37	0,04
TG-CH1	Phalange	+19,4	0,3	1,21	0,05

Tableau 25 : Premières mesures de compositions élémentaires (%S, ‰) et isotopiques du soufre ( $\delta^{34}\text{S}$ , ‰ V-CDT) mesurées sur les individus humains et animaux de Thézy-Glimont. « Squelette (x)\* » représente les individus échantillonnés graduellement, avec x le nombre d'échantillons.



Des valeurs élémentaires aussi élevées témoigneraient d'une altération isotopique du soufre du collagène, selon les critères proposés par Nehlich & Richards (2009). Or, une telle dégradation des acides aminés, qu'elle soit chimique ou microbienne, aurait également été reflétée dans les compositions élémentaires en carbone et en azote, ce qui n'est pas le cas ici.

Une analyse chronologique le long d'une même série d'analyse isotopique met en évidence un enrichissement progressif en  $^{34}\text{S}$ , indépendant de l'échantillon analysé. Cet effet est encore mieux représenté par l'augmentation progressive du %S mesuré le long d'une série d'analyse (Figure 71). On met ici en évidence un effet mémoire, en raison de l'adsorption sur les parois du système instrumental de  $\text{SO}_2$  gazeux qui entraîne la contamination des échantillons (Rees, 1978 ; Grassineau *et al.*, 2001). D'autres effets de pollution ont également été envisagés, notamment une pollution aux halogènes qui viendrait interférer dans l'analyse et augmenter artificiellement les compositions isotopiques.

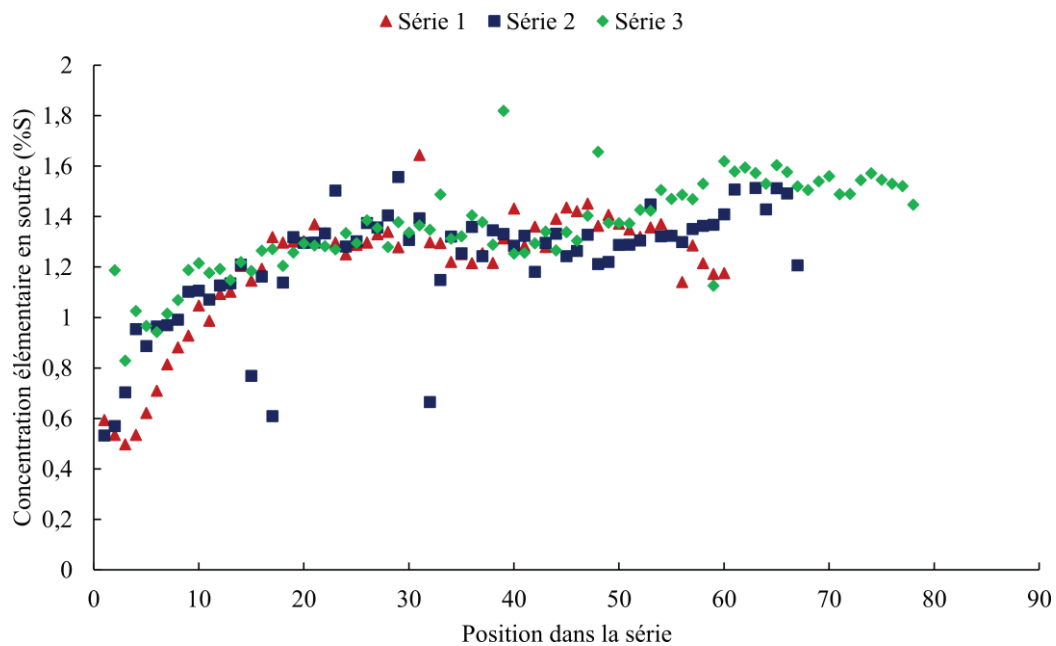


Figure 71 : Effet mémoire détecté par l'augmentation de la concentration élémentaire en soufre (%S, %) mesurée le long de trois séries d'analyse.

Afin d'éviter ces effets et d'augmenter la résolution des mesures de concentration élémentaire en soufre, plusieurs améliorations ont été réalisées :

- Les échantillons de collagène ont été chargés dans une capsule en étain, comme précisé sur le protocole du Chapitre 4, qui était elle-même chargée dans une capsule en argent de même taille. L'argent permet de piéger les potentiels halogènes dégagés et d'obtenir un gaz plus pur lors de l'analyse.
- La taille des séries d'analyse a été diminuée et limitée à 10 échantillons par série.
- La précision des concentrations élémentaires obtenues par le seul détecteur à thermo-combustion de l'IRMS étant insuffisante, des standards de concentration en soufre ont été ajoutés au début et à la fin de chaque série d'analyse (Chapitre 4).

La mise en place de ces améliorations a permis d'obtenir des données de  $\delta^{34}\text{S}$  plus robustes, et dont la validité est confirmée par les concentrations élémentaires associées. Néanmoins, répéter plusieurs fois ces analyses a entraîné une consommation excessive du collagène extrait des prélèvements osseux (environ 15 mg de collagène par analyse de trois réplicats d'échantillon). Comme les chimies d'extraction permettent d'obtenir environ 20 mg de collagène, celles-ci ont dû être répétées deux à trois fois, consommant l'intégralité des échantillons. Certains ont été épuisés et leur  $\delta^{34}\text{S}$  n'a pas pu être mesuré. Ces difficultés illustrent le principal inconvénient de la mesure de la composition isotopique du soufre : la quantité de matériel nécessaire. La miniaturisation de ces analyses permettrait de les rendre plus accessibles, notamment dans le contexte d'études bioarchéologiques. C'est l'objectif de nouvelles méthodes récemment développées comme le protocole d'analyse séquentielle de  $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$  et  $\delta^{34}\text{S}$  proposé par Sayle *et al.* (2019) qui permet l'analyse des trois compositions isotopiques sur 1 à 1,5 mg de collagène. Une autre voie de développement serait de réaliser l'analyse isotopique du soufre sur l'hydroxyapatite de l'os (Goedert *et al.*, 2016), ce qui permettrait de s'affranchir de la chimie d'extraction du collagène qui consomme une quantité importante de matériel.

### III. Conclusions et perspectives

L'analyse isotopique du carbone, de l'azote et du soufre du collagène des individus de Thézy-Glimont apporte des informations sur les pratiques alimentaires de ces individus ainsi que sur le climat dans lequel ils ont vécu. Le régime alimentaire de ces populations était omnivore, basé sur la culture de plantes en C3 et assez pauvre en viande. Les individus étudiés seraient donc de la plèbe et leur sacrifice ne relèverait pas d'un statut social particulier. De plus, des valeurs isotopiques du soufre élevées suggèrent une contribution du climat, notamment par des précipitations exacerbées. D'un point de vue analytique, la difficulté de la mesure isotopique du soufre sur le collagène osseux a conduit à une consommation excessive de matériel. Miniaturiser cette analyse représente un défi analytique, avec pour objectif la diminution de quantité de matériel nécessaire, ce qui rendrait l'acquisition des compositions isotopiques du soufre, cruciales dans certaines études, plus accessible aux différentes communautés scientifiques.

## **Chapitre 8 : Développement analytique des isotopes de l'hydrogène et analyse de la composition isotopique de l'oxygène du collagène**

Les mesures des compositions isotopiques de l'hydrogène des tissus osseux et dentaires des individus de Thézy-Glimont et leur comparaison avec les conditions de vie de ces individus, connues par les études isotopiques précédentes (Chapitres 6 et 7) ont permis d'améliorer la compréhension de ce système isotopique en tant que proxy paléoclimatique et de régime alimentaire. L'ensemble de ces résultats est présenté dans un article scientifique. À la suite de celui-ci, les résultats et les interprétations concernant la composition isotopique de l'oxygène du collagène seront discutés.

### I. Article scientifique publié : « Hydrogen isotope measurements of bone and dental tissues from archaeological human and animal samples and their use as climatic and diet proxies »

Cet article a été publié en octobre 2022 dans *Journal of Archaeological Sciences* (Elsevier®)  
Référence : Clauzel, T., Richardin, P., Ricard, J., Le Béchenec, Y., Amiot, R., Fourel, F., Joseph, D., Vinçon-Laugier, A., Flandrois, J.-P., Lécuyer, C., 2022. Hydrogen isotope measurements of bone and dental tissues from archaeological human and animal samples and their use as climatic and diet proxies. *Journal of Archaeological Science* 147, 105676.  
<https://doi.org/10.1016/j.jas.2022.105676>

### Résumé :

La mesure de la composition isotopique de l'hydrogène des tissus biologiques doit faire face à des défis analytiques et d'interprétations, tels que l'échange isotopique avec l'atmosphère ou l'influence respective de l'eau de boisson et de la prise alimentaire. Les échantillons du site de Thézy-Glimont, Picardie, France, ont déjà été étudiés isotopiquement, et des reconstructions climatiques et de régime alimentaire ont été proposées. Ces interprétations permettent d'y comparer la composition isotopique de l'hydrogène ( $\delta^2\text{H}$ ) mesurée sur le collagène osseux, l'émail dentaire, et l'os global de 8 humains et 11 animaux. Trois individus humains ont été échantillonnés le long de leur squelette et présentent une homogénéité acceptable du  $\delta^2\text{H}$  du collagène osseux et de l'os global, malgré des taux de remodelage différents pour chaque os. L'émail dentaire humain enregistre l'allaitement comme en témoigne un enrichissement en  $^2\text{H}$  de 20 à 30 ‰ des prémolaires. Nous observons une forte corrélation entre le  $\delta^2\text{H}$  du collagène et celui de l'os global. Les signatures en  $\delta^2\text{H}$  des trois tissus considérés enregistrent les conditions climatiques et les pratiques alimentaires, comme attesté par les corrélations linéaires avec les proxys isotopiques traditionnels ( $\delta^{18}\text{O}$ ,  $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$ ) précédemment mesurés sur les mêmes échantillons, bien que les interprétations dépendent de la stratégie d'échantillonnage de chaque étude. Mesurer la composition isotopique de l'hydrogène des tissus minéralisés présente des avantages par rapport au collagène, qui nécessite plus de matériel ainsi qu'une extraction chimique, et pourrait devenir cruciale dans les cas où il reste peu de matériel osseux ou bien lorsque les dents sont les seuls restes biologiques disponibles.

Hydrogen isotope measurements of bone and dental tissues from archaeological human and animal samples and their use as climatic and diet proxies

Thibault Clauzel<sup>a</sup>, Pascale Richardin<sup>b,b'</sup>, Jannick Ricard<sup>c</sup>, Yves Le Béchenec<sup>c</sup>, Romain Amiot<sup>a</sup>, François Fourel<sup>d</sup>, Diana Joseph<sup>b,e</sup>, Arnauld Vinçon-Laugier<sup>a</sup>, Jean-Pierre Flandrois<sup>f</sup> and Christophe Lécuyer<sup>a,\*,§</sup>

a: Univ Lyon, UCBL, ENSL, UJM, CNRS, LGL-TPE, F-69622, Villeurbanne, France

b: Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France C2RMF, Palais du Louvre, Porte des Lions, 14 quai François Mitterrand, 75001 Paris, France

b': CNRS – UMR 8068 Technologie et Ethnologie des Mondes PréhistoriqueS (TEMPS), Université Paris Nanterre, Nanterre, France

c: TRAME (Université de Picardie Jules Verne) & Unité Mixte de Recherche n° 8546, AOrOc, CNRS, ENS Ulm, Paris, France

d: Univ Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, ENTPE, UMR 5023 LEHNA, F-69622, Villeurbanne, France

e: CEREMA – Centre d'études et d'Expertise sur les Risques, l'Environnement, la Mobilité et l'Aménagement ; Trappes-en-Yveline, 78190, France

f: Université de Lyon, CNRS, UMR 5558, Laboratoire de Biométrie et Biologie Evolutive, Villeurbanne, France

\*: Corresponding author. E-mail address: christophe.lecuyer@univ-lyon1.fr

§: also at Institut Universitaire de France

**Abstract**

Stable hydrogen isotope measurement of body tissues faces analytical and interpretative challenges such as hydrogen exchange with atmosphere or competitive influence of drinking water and food intake. Samples from the Gallic site of Thézy-Glimont, France, have already been investigated isotopically for climate reconstruction and diet investigation of the buried individuals. This allows comparison with the hydrogen isotope composition ( $\delta^2\text{H}$ ) of bone collagen, tooth enamel and of bulk bone measured for 8 humans and 11 animals. Three of the best-preserved human skeletons were incrementally sampled and show acceptable homogeneity of  $\delta^2\text{H}$  values of bone collagen ( $< 5\text{‰}$ ) and of bulk bone ( $< 10\text{‰}$ ) despite various turnover rates of these tissues. Human tooth enamel records breastfeeding as attested by  $\delta^2\text{H}$  values of pre-weaning teeth which are  $^2\text{H}$ -enriched by +20 to +30‰. We observe that the  $\delta^2\text{H}$  of bone collagen and bulk bone are strongly correlated. The  $\delta^2\text{H}$  signatures of bone collagen, tooth enamel and bulk bone record both climate conditions and dietary practices, as attested by linear relationships with traditional isotopic proxies ( $\delta^{18}\text{O}$ ,  $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$ ) which were previously measured on the same samples, although interpretations depend on the sampling strategy of each study. Measurements of  $\delta^2\text{H}$  in bulk bone and dental tissues are more readily achievable than collagen which requires extraction and purification and could become crucial in studies where bone tissue is scarce or when the only available remains are tooth material.

**Keywords:** stable isotopes; hydrogen; bone; enamel; collagen; diet; climate

## 1. Introduction

Stable isotope measurements reported in archaeological studies drastically increased in the past decades. The use of various proxies, such as the stable isotope ratios of carbon ( $\delta^{13}\text{C}$ ), oxygen ( $\delta^{18}\text{O}$ ), nitrogen ( $\delta^{15}\text{N}$ ), sulfur ( $\delta^{34}\text{S}$ ) or calcium ( $\delta^{44}\text{Ca}$ ) and radiogenic isotope ratios of strontium ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ), allows applications to a great diversity of themes, such as paleoclimate reconstruction (*e.g.* Touzeau et al., 2013; Clauzel et al., 2020), study of provenance and migration (*e.g.* Montgomery, 2010; Pellegrini et al., 2016), or knowledge of dietary practices (*e.g.* Chenery et al., 2010; Reynard et al., 2011; Lamb et al., 2014). While carbon, oxygen and nitrogen isotopes were early investigated in body remains (DeNiro and Epstein, 1981; Luz et al., 1984; Schwarcz and Schoeninger, 1991), sulfur isotopes were applied more recently to archaeological samples as a proxy of marine food consumption and proximity to the sea (Nehlich, 2015). Hydrogen isotopes ( $\delta^2\text{H}$ ), however, are not yet common practice due to analytical difficulties (Meier-Augenstein et al., 2013) or debates about the meaning of such data (Pietsch et al., 2011).

First measurements of stable hydrogen isotopes were performed by Smith and Epstein (1970) on a saltmarsh biota. Later, Estep and Hoering (1980) and Estep and Dabrowski (1980) performed hydrogen isotope measurements on animal body tissues and demonstrated potential applications. These measurements gained momentum in the next decades to cover a variety of research subjects such as the tracing of wildlife migrations (Hobson et al., 1999b; Bowen et al., 2005), the study of food webs in aquatic ecosystems (Doucett et al., 2007; Solomon et al., 2009) or reconstruction of dietary patterns (Birchall et al., 2005; Reynard and Hedges, 2008). Forensic applications were developed through the study of human hair (Sharp et al., 2003) and hydrogen isoscapes (Bowen, 2010). Studies of archaeological material focused either on tracing human migrations (*e.g.* Wang et al., 2017) or on reconstructing dietary practices (*e.g.* Sluis et al., 2019). The vast majority, if not all, of these studies dealt with bone collagen. While present at very low concentration or completely absent in tooth enamel (Açil et al., 2005), collagen is abundant in the bone matrix ( $\approx 20\%$  of weight, Collins et al., 2002) in which it is intercrossed with hydroxy-apatite crystals of formula  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  (Glimcher, 2006).

The hydrogen isotope composition of body tissues is a mix between the signature of drinking water and ingested food, with relative contributions that are still under debate (Hobson et al., 1999a; Vander Zanden et al., 2016; Topalov et al., 2019). Hydrogen differs from carbon and



nitrogen that are only inherited from food (DeNiro and Schoeniger, 1983; Edgar Hare et al., 1991). It also differs from oxygen of hydroxy-apatite which, in large mammals and except for non-obligate drinkers such as *Caprinae*, comes essentially from drinking water (Longinelli, 1984; Kohn, 1996). Migration studies assume that the  $\delta^2\text{H}$  value of body tissue represents local consumed water, which enables geo-location and migration tracing of insects (Hobson et al., 1999b), mammals (Cormie et al., 1994) and humans (Reynard et al., 2020). Studies focusing on dietary behavior use the apparent  $\delta^2\text{H}$  trophic level effect from herbivores to omnivores (Birchall et al., 2005; Reynard and Hedges, 2008) to infer dietary practices either in archaeological (Arnay-de-la-Rosa et al., 2010; Gröcke et al., 2017) or in modern-day (Bowen et al., 2009) populations.

However, several uncertainties remain about measuring hydrogen isotope ratios in body tissues. Firstly, hydrogen atoms in bone collagen are, for  $\approx 77$  to 81%, bound to carbon atoms and considered non-exchangeable while the remaining  $\approx 19$  to 23%, which are bound to functional groups such as OH, NH<sub>2</sub>, SH or COOH are considered labile in the laboratory environment (Cormie et al., 1994a; Sauer et al., 2009; Topalov et al., 2013; France et al., 2018). Therefore, any direct comparisons of  $\delta^2\text{H}$  values between laboratories are precluded due to variations in humidity and  $\delta^2\text{H}$  value of ambient atmospheric water vapor. One way to overcome this issue is the comparative equilibrium method (Wassenaar and Hobson, 2000, 2003), which has been widely used in the past decades (Doucett et al., 2007; Reynard and Hedges, 2008; Bowen et al., 2009) and preconized to obtain intercomparable  $\delta^2\text{H}$  values (Meier-Augenstein et al., 2013). In this method, samples are isotopically equilibrated under laboratory conditions along with same matrix standards of previously known “true”  $\delta^2\text{H}$  values, which allows a correction equation for all samples to be determined. However, Reynard and Tuross (2016) revealed that the analysis of nitrogen-containing compounds such as bone collagen or keratin might lead to the formation of HCN, generating bias in the hydrogen isotope composition of both standards and samples. These authors also discuss the manners to correct for the exchangeable hydrogen fraction of bone collagen. Due to remaining disagreements, recent studies (*e.g.* Reynard et al., 2020) choose not to apply any correction to the measured  $\delta^2\text{H}$  values of bone collagen.

As well as for all other elements, hydrogen isotopes are influenced by the turnover of bone tissues which may bias the recorded signal. In the case of mice, Topalov et al. (2019) showed that slower turnover rates were responsible for different bone collagen  $\delta^2\text{H}$  values between mothers and their offspring that were following the same diet. Trabecular and cortical bones

are currently estimated to be replaced by 25% and 3% per year, respectively (Hollinger, 2005) while, for mammals, bone collagen is estimated to renew by 1.5% to 3% per year (Hedges et al., 2007). Fahy et al. (2017) reported significant intra-skeletal isotopic variability and attributed it to bone remodeling dynamics, while limited isotopic variations at the skeleton scale were observed by Olsen et al. (2014). The period of life isotopically recorded by femoral bone was recently discussed by Matsubayashi and Tayasu (2019), who proposed that a continuous isotope signal is recorded from adolescence, rather than the last decade of life before death. Unfortunately, intra-skeletal stable isotope studies have only been conducted on a few stable isotope systems, and no data is available to justify the meaning of the hydrogen isotope value of a single bone with respect to a whole individual and its characteristics.

Reading through the literature reveals the scarcity of hydrogen isotope measurements performed on mineralized bone and dental tissues. Holobinko et al. (2011) showed that  $\delta^2\text{H}$  measurement of tooth enamel was possible, although it could not be used as an indicator of provenance. More recently, Drewicz et al. (2020) retrieved environmental information from tooth enamel  $\delta^2\text{H}$  measurements. Bulk bone, which is a mix between  $\approx 80\%$  of a mineral matrix composed of hydroxy-apatite crystals and  $\approx 20\%$  of an organic matrix mainly composed of bone collagen (Wopenka and Pasteris, 2005), is expected to have a  $\delta^2\text{H}$  value which is a mix between both end-members. Cormie et al. (1994b) performed  $\delta^2\text{H}$  measurements of 6 bulk bone samples from modern deer and highlighted a linear correlation with the  $\delta^2\text{H}$  values of bone collagen. Therefore, it should be of interest to investigate if these results could be reproduced in the archaeological record, with human and animal samples, and to highlight if any ecological or dietary information could be retrieved from bulk bone  $\delta^2\text{H}$  measurement.

The hydrogen isotope compositions of bone collagen ( $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ), tooth enamel ( $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ ) and bulk bone ( $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ ) have been measured on the same specimens of humans, bovinds, horses and a pig from the archaeological site of Thézy-Glimont, France. All samples were previously studied using other isotopic proxies such as  $\delta^{18}\text{O}$  of bone and tooth enamel hydroxy-apatite phosphate groups (Clauzel et al., 2020);  $\delta^{13}\text{C}$  of tooth enamel carbonate group and  $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$  and  $\delta^{34}\text{S}$  of bone collagen (Clauzel et al., 2022). These data are put in perspective with the measured values and applications of  $\delta^2\text{H}$  measurements concerning recorded climate conditions and dietary practices have been highlighted.

## 2. Materials and methods

### 2.1. The Gallic site of Thézy-Glimont

A total of 80 samples, 64 bones and 16 teeth, were collected from the skeletons of 8 humans (*Homo sapiens*), 4 horses (*Equus caballus*), 6 bovids (*Bos Taurus*) and 1 pig (*Sus scrofa*) from the archaeological site of Thézy-Glimont (49°48'N – 2°25'E), Picardie, France (Figure 1, Table 1). Clauzel et al. (2020) dated the site with radiocarbon between 350 BCE and 60 BCE, with the highest probability being between 350 BCE and 200 BCE. In the case of the three best preserved and most complete skeletons of human individuals (TG-01, TG-02 and TG-03), various teeth and bones from the cephalic, axial and appendicular skeletons were sampled.



**Figure 1:** Geographic map of France with a focus on the Somme department. The location of the Gallic site of Thézy-Glimont is evidenced. PM = Prime Meridian. The datum used for latitude and longitude is WGS84. Background map was downloaded from ©d-maps.com.

Clauzel et al. (2020) performed oxygen isotope measurements of bone hydroxy-apatite phosphate groups from the same samples and showed that both humans and cattle had a similar drinking water source, the nearby Avre river, which reflects the local isotopic composition of

meteoric waters. The dietary practices of the Gallic individuals were investigated by Clauzel et al. (2022). The  $\delta^{13}\text{C}$  values of tooth enamel carbonate groups associated with the  $\delta^{13}\text{C}$  and  $\delta^{15}\text{N}$  values of bone collagen highlighted that they followed a continental omnivorous diet based on C3-plants and cattle meat. An enhanced precipitation regime and a possible contribution from the geologic substratum were evidenced by elevated  $\delta^{34}\text{S}$  values of bone collagen (Clauzel et al., 2022).

## *2.2. Analytical techniques*

Bone samples were collected using a toothless circular diamond saw blade fitted to a Dremel™ drill, then abraded with a surgical knife to remove the altered layer at the surface and gently crushed with an iron hammer. Samples were degreased with acetone, rinsed three times with ultrapure water and dried in an oven under medium vacuum, at 60 °C, for 24 h. Finally, clean samples were crushed in fine powder using a Pulverisette 7™ planetary ball mill. The soluble collagen was extracted from the bone samples and lyophilized following the method developed by Longin (1971) and further described by Richardin et al. (2017). Teeth were gently pulled from their jaw sockets and were rinsed with ultrapure water. They were drilled with a Dremel™ diamond-head drill to obtain powdered tooth enamel.

Following the Principle of Identical Treatment (PIT) for stable isotope analyses (Werner and Brand, 2001), all samples went through the same chemical treatment, were stored and exposed to the same humidity under identical conditions, along with the standards. Considering the numerous uncertainties associated with the hydrogen isotope measurements of organic materials and that bone collagen from mammals contains approximately the same exchangeable hydrogen fraction of  $\approx 19$  to 23% (Cormie et al., 1994a; Sauer et al., 2009), we chose in this study not to correct  $\delta^2\text{H}$  values from the hydrogen exchangeable fraction, similarly to Reynard et al. (2020). We consider that relative differences are still preserved. This choice consequently implies that our data will not represent “absolute”  $\delta^2\text{H}$  values, which anyway have no possible contribution to the field of current forensics as our study deals with a specific archaeological population, living under a different climate (Meier-Augenstein et al., 2013).

Grave	Individual	Type	Sex	Age (years)	Sample type	
<b>TGV 1135</b>	TG-01	<i>Homo sapiens</i>	Male	< 30	* (19 samples) 1st premolar (PM1)	
	TG-CHI	<i>Equus caballus</i>	Male	3	1st molar (M1)	
	TG-B1	<i>Bos taurus</i>	Female	4	2 <sup>nd</sup> molar (M2)	
	TG-B2	<i>Bos taurus</i>	Male	young	3rd molar (M3) Right phalanx Left talus	
	TG-B3	<i>Bos taurus</i>	Male	2	Left phalanx	
<b>TGV 1249</b>	TG-B4	<i>Bos taurus</i>	Male	4	Left phalanx	
	TG-CO1	<i>Sus scrofa</i>	Male	-	3rd molar (M3) Right Radius Rib Vertebra	
	TG-02	<i>Homo sapiens</i>	Male	15	* (14 samples) 1st premolar (PM1)	
	<b>TGV 1450</b>	TG-03	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult	1st molar (M1) 3rd molar (M3) * (19 samples)
		TG-B6	<i>Bos taurus</i>	Male	2	1st premolar (PM1)
TG-CH3		<i>Equus caballus</i>	Male	2	2nd molar (M2)	
TG-04		<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult	3rd molar (M3) Pre-molar (PM)	
TG-05		<i>Homo sapiens</i>	Male	30 to 59	Molar (M) Right femur Right femur	
<b>TGV 1219</b>						
<b>TGV 1138</b>						

<b>TGV 1140</b>	TG-CH2	<i>Equus caballus</i>	Male	5	Molar (M)
<b>TGV1206</b>	TG-06	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult	Right femur
<b>TGV 1246</b>	TG-07	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult	Right femur
<b>TGV 1247</b>	TG-08	<i>Homo sapiens</i>	Male	Adult	Tibia
<b>TGV 1222</b>	TG-B5	<i>Bos taurus</i>	Male	2 to 3	3rd molar (M3)
<b>TGV 1247</b>	TG-CH4	<i>Equus caballus</i>	Male	1 to 4	Molar (M)

**Table 1:** Grave, nature and identification of the samples recovered from Thézy-Glillot. The archaeological data come from Le Béchenec et al. (2016). “\*” indicates the three individuals for which various bones were sampled, with the number of samples indicated between brackets (see Supplementary Table 1 and Figure 2).

Hydrogen isotope composition of bone collagen ( $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ), tooth enamel ( $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ ) and bulk bone ( $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ ) were determined using a high-temperature pyrolysis continuous flow technique performed at 1450°C using a vario PYROcube™ elemental analyzer (Elementar GmbH-Germany) interfaced in continuous flow mode with an isotopic ratio mass spectrometer Isoprime™ (Elementar UK Ltd UK). The used setup has been fully described in Fourel et al. (2019). It is based on chromium reduction at high temperature for the elemental analyzer and high-efficiency helium energy filtering using an electrostatic filter with the mass spectrometer. Respectively, five aliquots of 400 (380-420) µg of freeze-dried collagen; five aliquots of 10 (9.5-10.5) mg of bone powder, or five aliquots of 6 (5.5-6.5) mg of tooth enamel powder were loaded into 3.5x5 mm silver foil isotope grade capsules (Eurovector, Pavia, Italy). Hydrogen isotopic ratios are expressed as permil  $\delta$  units in this manuscript and were calibrated against the following international standards: Polyethylene IAEA-CH-7 ( $\delta^2\text{H} = -100.3\text{‰}$  V-SMOW, Gerstenberger and Herrmann, 1983; Hut, 1987; Coplen et al., 2006), Poly(1,4-phenylene ether-sulphone) B2203 ( $\delta^2\text{H} = -25.3\text{‰}$  V-SMOW, Elemental Microanalysis Certificate BN/132358) and Aromatic polyimide B2205 ( $\delta^2\text{H} = -87.8\text{‰}$  V-SMOW, Elemental Microanalysis Certificate BN/132357). Analytical precision ( $2\sigma$ ) is better than 3‰ for  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  and  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ , and better than 2‰ for  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ . Isotopic data are presented in Table and Figures with one decimal to favor comparison with previous studies which used the same format, but they are rounded to the nearest integer in the manuscript considering the mean magnitude of the standard deviation. Although the Pyrocube™ elemental analyzer is equipped with a TCD detector, this setup is not suitable for hydrogen measurements. The concentrations have been calculated based on the mass 2 isotopic peak areas measured with the mass spectrometer. The %H calibrated standards were Poly(1,4-phenylene ether-sulphone) B2203 (%H =  $3.46 \pm 0.05$ , Elemental Microanalysis Certificate BN/132358), Aromatic polyimide B2205 (%H =  $2.90 \pm 0.05$ , Elemental Microanalysis Certificate BN/132357). All measurements were performed at the Plateforme d'Ecologie Isotopique of the Laboratoire d'Ecologie des Hydrosystemes Naturels et Anthropisés (LEHNA) hosted by the Université Claude Bernard Lyon1 (UCBL) and being part of the RéGEF national network. Spearman's correlation tests were performed using the PAST 4.09 software (Hammer et al., 2001).

### 3. Results

Stable isotope compositions of bone collagen ( $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ), tooth enamel ( $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ ) and bulk bone ( $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ ) are given in Tables 2 and 3 and illustrated in Figures 2 to 5. In the specific case of three human individuals (TG-01, TG-02 and TG-03), intra-skeletal variability of stable isotope compositions was investigated (Figure 2, Supplementary Tables 1 and 2). The obtained mean  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  values are of  $-30\pm 4\text{‰}$  for TG-01,  $-30\pm 3\text{‰}$  for TG-02 and  $-31\pm 4\text{‰}$  for TG-03. The mean  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  values are of  $-52\pm 9\text{‰}$  for TG-01,  $-52\pm 7\text{‰}$  for TG-02 and  $-66\pm 6\text{‰}$  for TG-03. Local deviations of bone  $\delta$  values from the average skeleton  $\delta$  value have been calculated for each individual as follows (Figure 2, Supplementary Table 2):

$$\delta^2\text{H}_{\text{skeleton}}^{\text{bone}}(\text{‰}) = \delta^2\text{H}_{\text{V-SMOW}}^{\text{bone}} + \delta^2\text{H}_{\text{skeleton}}^{\text{V-SMOW}} + \delta^2\text{H}_{\text{V-SMOW}}^{\text{bone}} \times \delta^2\text{H}_{\text{skeleton}}^{\text{V-SMOW}} \times 10^{-3} \quad (1)$$

$$\delta^2\text{H}_{\text{skeleton}}^{\text{coll}}(\text{‰}) = \delta^2\text{H}_{\text{V-SMOW}}^{\text{coll}} + \delta^2\text{H}_{\text{skeleton}}^{\text{V-SMOW}} + \delta^2\text{H}_{\text{V-SMOW}}^{\text{coll}} \times \delta^2\text{H}_{\text{skeleton}}^{\text{V-SMOW}} \times 10^{-3} \quad (2)$$

With  $\delta^2\text{H}_{\text{V-SMOW}}^{\text{bone}}$  and  $\delta^2\text{H}_{\text{V-SMOW}}^{\text{coll}}$  being discrete isotope measurements of bulk bone and bone collagen, respectively, from individuals TG-01, TG-02 and TG-03; and with  $\delta^2\text{H}_{\text{skeleton}}^{\text{V-SMOW}}$  being calculated from the averages of  $\delta^2\text{H}_{\text{V-SMOW}}^{\text{bone}}$  and  $\delta^2\text{H}_{\text{V-SMOW}}^{\text{coll}}$  measured on each individuals, respectively. When comparing isotopic ratios, the use of these equations is more rigorous than a simple comparison of the localized measured value ( $\delta^2\text{H}_{\text{V-SMOW}}^{\text{bone}}$  or  $\delta^2\text{H}_{\text{V-SMOW}}^{\text{coll}}$ ) to the average skeletal composition ( $\delta^2\text{H}_{\text{V-SMOW}}^{\text{skeleton}}$ ), which would neglect the multiplicative term of Equations (1) and (2). Details of the calculation of isotopic heterogeneities are provided in Supplementary Table 2. No significant, localized and repeatable variation in  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  or  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  relative to the skeleton average value is observed among the three individuals. The hydrogen isotope variability inside a bone has not been investigated, but the epiphysis of some bones (*e.g.* the humerus) and the diaphysis of others (*e.g.* the tibia) were analyzed and no noticeable offset was detected. Throughout our study, TG-01, TG-02 and TG-03 will refer to the average value at the individual scale with the associated intra-skeletal variability being the standard deviation.



## Chapitre 8 : Développement analytique de proxys isotopiques

Humans have an average  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  value of  $-28\pm 6\text{‰}$ . The analyzed pig has an average  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  value of  $-50\pm 9\text{‰}$ . The three bovids have an average  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  value of  $-73\pm 6\text{‰}$ . Teeth from humans have an average  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  value of  $-97\pm 5\text{‰}$ , while the 3 bovid teeth have an average  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  value of  $-128\pm 5\text{‰}$ . The teeth from 4 horses have an average  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  value of  $-126\pm 3\text{‰}$ . Finally, the average  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  values are of  $-64\pm 8\text{‰}$  for humans, of  $-83\pm 7\text{‰}$  for the pig and of  $-101\pm 5\text{‰}$  for the 4 bovids (Table 3).

Individual	Sample type	$\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$		$\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$		$\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$		$\delta^{18}\text{O}_{\text{apatite}}$		$\delta^{18}\text{O}_{\text{mv}}$		$\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$		$\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$	
		% <sub>oo</sub> , V-SMOW	5	% <sub>oo</sub> , V-SMOW	5	% <sub>oo</sub> , V-SMOW	5	% <sub>oo</sub> , V-SMOW	5	% <sub>oo</sub> , V-SMOW	5	% <sub>oo</sub> , V-PDB	3	% <sub>oo</sub> , AIR	3
Number of replicates															
TG-01	Skeleton*	-29.5±3.8	-	-52.1±9.1	16.6±0.2	-8.2±1.6	-20.5±0.1	8.3±0.2							
	PM1	-	-69.5±2.1	-	17.6±0.4	-	-	-							
	M1	-	-103.1±1.5	-	17.4±0.2	-	-	-							
	M2	-	-106.6±2.8	-	17.4±0.2	-	-	-							
TG-02	Skeleton*	-30.0±2.7	-	-51.5±7.1	17.6±0.2	-	-20.1±0.1	8.1±0.1							
	PM1	-	-77.7±1.9	-	18.0±0.1	-	-	-							
	M1	-	-100.4±1.0	-	18.0±0.2	-	-	-							
	M3	-	-131.2±0.9	-	17.4±0.2	-	-	-							
TG-03	Skeleton*	-30.9±3.5	-	-65.9±5.7	16.8±0.3	-8.4±1.5	-20.1±0.2	8.0±0.2							
	PM1	-	-90.6±1.7	-	17.9±0.3	-	-	-							
	M2	-	-89.7±0.9	-	17.9±0.2	-	-	-							
	M3	-	-105.3±2.2	-	17.4±0.3	-	-	-							
TG-04	Femur	-17.3±1.9	-	-64.1±1.4	16.4±0.1	-8.4±1.5	-20.1±0.0	8.8±0.0							
TG-05	Femur	-30.5±0.4	-	-73.0±1.6	15.1±0.1	-10.5±1.5	-19.9±0.0	7.6±0.0							
TG-06	Femur	-	-	-69.8±1.1	15.6±0.2	-9.6±1.5	-20.0±0.0	9.0±0.0							
TG-07	Femur	-21.9±1.0	-	-68.8±0.8	15.7±0.2	-9.6±1.5	-19.8±0.0	8.5±0.0							
TG-08	Tibia	-35.8±1.7	-	-68.8±0.8	16.1±0.1	-8.9±1.5	-20.1±0.0	9.0±0.0							
TG-B1	Phalanx	-65.5±2.1	-	-98.3±1.4	17.4±0.2	-7.4±0.2	-22.3±0.0	5.8±0.0							
TG-B2	Talus	-76.6±1.2	-	-98.8±2.0	17.6±0.2	-7.3±0.2	-21.8±0.1	6.6±0.1							
TG-B3	Phalanx	-76.5±0.9	-	-107.4±1.4	17.2±0.1	-7.6±0.2	-21.9±0.0	6.5±0.0							
TG-B4	Phalanx	-	-	-98.1±1.4	17.2±0.0	-7.6±0.1	-21.3±0.1	7.0±0.3							
	M3	-	-125.1±1.5	-	16.0±0.1	-	-	-							
TG-B5	M3	-	-124.2±1.3	-	16.2±0.2	-	-	-							

TG-B6	PM	-	-133.4±0.8	-	-	-	-	-	-
TG-CH1	M3	-	-129.4±0.1	-	16.2±0.3	-	-	-	-
TG-CH2	M	-	-124.1±1.1	-	15.3±0.1	-	-	-	-
TG-CH3	M	-	-124.1±1.6	-	-	-	-	-	-
TG-CH4	M	-	-127.3±1.3	-	-	-	-	-	-
TG-CO1	Radius	-40.9±0.8	-	-75.6±1.6	16.1±0.1	-7.6±0.2	-21.2±0.0	6.6±0.0	-
	Rib	-59.0±0.5	-	-88.0±1.7	15.2±0.3	-8.8±0.4	-21.3±0.0	7.2±0.1	-
	Vertebra	-48.6±1.0	-	-85.3±1.2	15.5±0.2	-8.5±0.3	-21.4±0.0	7.5±0.0	-

**Table 2:** Hydrogen isotope values of bone collagen ( $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ), bulk bone ( $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ ) and tooth enamel ( $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ ) measured on the samples of Thézy-Glilont. Alongside, oxygen isotope values of bone apatite and tooth enamel ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{apatite}}$ , Clauzel et al., 2020), calculated oxygen isotope values of meteoric water ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$ , Clauzel et al., 2020) and carbon and nitrogen isotope values of bone collagen ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  respectively, Clauzel et al., 2022) measured on the same samples are reported. Data are presented under the format “isotope value  $\pm$  standard deviation”. In the case of TG-01, TG-02 and TG-03, “Skeleton\*” refers to the average values from the bones of a same individual. See Supplementary Table 1 for the detailed data.

## 4. Discussion

### 4.1. *Preservation of the stable isotope composition of mineral and organic bone and dental tissues*

Clauzel et al. (2020, 2022) brought evidence of high-quality isotopic preservation of bone hydroxy-apatite, tooth enamel and bone collagen from individuals of Thézy-Glimont. The absence of trace of microbially-induced diagenesis, along with a low variability in oxygen isotope values of hydroxy-apatite phosphate groups ( $\delta^{18}\text{O}_p$ ), recorded by the various bones of the three sampled individuals and an expected  $\delta^{18}\text{O}_p$  offset between bones and teeth from a same individual, show that the bone mineral matrix was preserved from alteration (Clauzel et al., 2020). Similarly, the extracted bone collagen shows good preservation (Clauzel et al., 2022) based on collagen extraction yields (always higher than 40 mg per g of bone; Van Klinken, 1999), elemental ratios (C% > 30% and N% > 10%, Van Klinken, 1999); and an average C:N molar ratio of  $3.20 \pm 0.05$  (DeNiro, 1985). These observations suggest that the pristine character of the isotope signal is preserved in both the mineral and the organic matrix of bones from Thézy-Glimont.

Hydrogen elemental analyses were performed on the tooth enamel of 3 humans, 3 bovids and 4 horses. The analyzed teeth have an average %H of  $0.5 \pm 0.1\%$  (Supplementary Table 3), which is lower than the %H of  $\approx 1\%$  obtained by Drewicz et al. (2020) on modern herbivore teeth. In this latter study, the authors compared their results to a theoretical %H of 0.15% for tooth enamel hydroxy-apatite calculated from  $\text{HPO}_4^{2-}$  and  $\text{OH}^-$  groups abundance (Driessens and Verbeeck, 1990), which were themselves interpreted from X-ray diffraction and infrared absorbance analysis (*e.g.* Arends and Davidson, 1975). The higher measured %H values were attributed to the presence of adsorbed, loosely bound, water at the enamel surface. Although loosely bound water is indeed present, either adsorbed at the surface of tooth enamel, in the pores, or associated with the scarce organic matrix, it can be easily removed by heating (Driessens and Verbeeck, 1990). In their study, Drewicz et al. (2020) performed  $\delta^2\text{H}$  measurements of heated tooth enamel *versus* room temperature, and noticed little variations compared to the considered proportion of adsorbed water ( $\approx 0.85\%$  vs. 0.15% of “true” signal), which highlights that adsorbed water does not contribute to the isotopically-measured signal. We used an online high-temperature pyrolysis technique which is effective at preventing contamination from adsorbed water vapor using He flux and a heated autosampler, as attested

by very low blanks when studying other minerals (Kovács et al., 2016; Fourel et al., 2017). In the calculation of the theoretical %H for enamel, it may be crucial to also consider “lattice” or “structure bound” H<sub>2</sub>O, which is an integral component of the hydroxy-apatite lattice structure (LeGeros et al., 1978; Wilson et al., 2006; Wang et al., 2013) and rightly contributes to the enamel  $\delta^2\text{H}$  signature. Moreover, enamel hydroxy-apatite is currently considered as hydroxyl-deficient (Loong et al., 2000; Cho et al., 2003), and  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  “essential contributors” may be  $\text{HPO}_4^{3-}$  groups (Loong et al., 2000) and structural H<sub>2</sub>O. In our study, we consider that the measured %H is representative of each sampled tooth enamel and that isotopic values are valid for interpretation.

#### *4.2. Investigating the intra-skeletal variability of $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ and $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$*

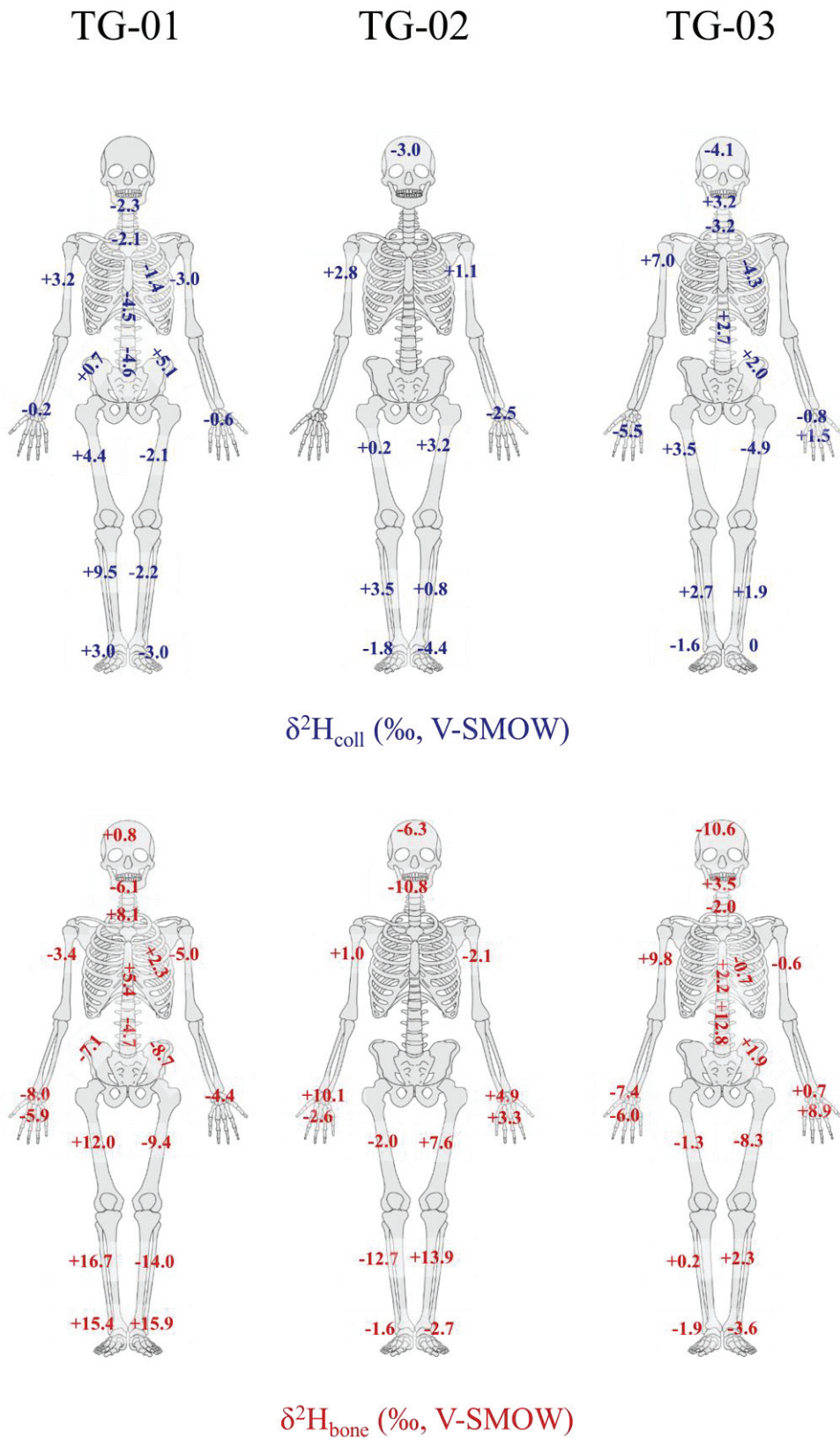
We investigated the intra-skeletal variability of hydrogen isotopes in archaeological human material by sampling various cephalic, axial and appendicular bones from three of the most complete and best preserved individuals of Thézay-Glimont. Bone tissue (both organic and inorganic matrix) is continuously re-absorbed and newly deposited through a process called “bone turnover” (Crockett et al., 2011). Discrepancies about bone turnover speeds (called bone turnover “rates”) have been noticed among a single bone (cortical vs. periosteal) and between the bones of a same individual (Parfitt, 2002; Fahy et al., 2017; Matsubayashi and Tayasu, 2019). These observations question the representativeness of stable isotope measurements performed on a single sample point, on a single bone, extrapolated to a whole individual.

In this study, we notice that  $^2\text{H}/^1\text{H}$  stable isotope variations remain minor among each studied individual (Figure 2) compared to inter-species variations (Table 3). It is first important to specify that the three sampled individuals were interpreted as sedentary and that they did not suffer abrupt dietary changes (Clauzel et al., 2020, 2022), which accounts for “stable isotope steady-state” during their life. In the case of  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ , deviations from the average skeleton value are mostly around 2 to 5‰. These values are comparable to the  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  variations measured by Tuross et al. (2008) for pigs between the humerus and the mandible, and are acceptable considering  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  analytical uncertainties around 2‰. Higher  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  intra-skeletal variations are noticed, with a maximum deviation from the skeleton average of +17‰ for the right tibia of TG-01. These differences are significant when compared to measured intra-variations of  $\delta^{18}\text{O}_\text{p}$  of bone hydroxy-apatite phosphate groups (Clauzel et al., 2020) or  $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$  and  $\delta^{34}\text{S}$  of bone collagen (Clauzel et al., 2022) on the same individuals. Along with a higher analytical

uncertainty (around 3‰) due to the difficulty to achieve those measurements, this may be attributed to the relative large mass difference between hydrogen isotopes (100% between  $^1\text{H}$  and  $^2\text{H}$ ) which is responsible for high-magnitude stable isotope ratio variations when compared to other traditional light elements (Hoefs, 2015). Moreover, the analyzed bulk bone powder is a mix of inorganic (hydroxy-apatite) and organic matrix (bone collagen and other non-soluble proteins), each of which has a specific hydrogen isotope composition. The relative importance of each matrix in the stable isotope composition of bulk bone will be discussed in subsection 4.3. No control has been applied to ensure that the same ratio of organic and inorganic matrix has been collected in each bulk bone sampling, for replicates of a single sample and between samples, which could accommodate for an increased variation in the measured stable isotope ratios. These intra-skeletal variations are, however, lower than the average  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  difference between humans and herbivores, which is of  $\approx +19\text{‰}$  between humans and the pig and of  $\approx +36\text{‰}$  between humans and bovids (Table 3). Therefore, in the case of this population, intra-skeletal variations of  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  and  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  are considered negligible despite various turnover rates and the sampling of one bone can be regarded as representative of the whole individual.

Species	$\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ‰ V-SMOW	$\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ ‰ V-SMOW	$\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ ‰ V-SMOW	$\delta^{18}\text{O}_{\text{apatite}}$ ‰ V-SMOW	$\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$ ‰ V-SMOW	$\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ‰ V-PDB	$\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ‰ AIR
<i>Homo sapiens</i>	-28.0±6.2	-97.1±5.3	-64.3±8.1	16.2±0.8	-8.7±1.2	-20.1±0.2	8.4±0.5
<i>Bos Taurus</i>	-72.8±6.4	-127.7±5.2	-100.7±4.5	16.9±0.7	-7.5±0.2	-21.7±0.4	6.6±0.5
<i>Equus caballus</i>	-	-126.2±2.6	-	15.8±0.6	-	-	-
<i>Sus scrofa</i>	-49.5±9.1	-	-83.0±6.5	15.6±0.5	-8.3±0.6	-21.3±0.1	7.1±0.5

**Table 3:** Average hydrogen isotope composition of bone collagen ( $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ), tooth enamel ( $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ ), bulk bone ( $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ ); average oxygen isotope composition of bone apatite and tooth enamel ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{apatite}}$ , Clauzel et al., 2020); average calculated oxygen isotope values of meteoric water ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$ , Clauzel et al., 2020) and average carbon and nitrogen isotope compositions of bone collagen ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  respectively, Clauzel et al., 2022) for each species considered in the study. Data are presented under the format “isotope value  $\pm$  standard deviation”



**Figure 2:** Intra-skeletal isotope variations of hydrogen from collagen and hydrogen from bulk bone represented as local deviation from the average skeleton value of TG-01, TG-02 and TG-03 individuals following Equations (1) and (2). Variations are expressed in ‰.

*4.3. Intra-individual variability of the hydrogen isotope composition of bone and dental tissues*

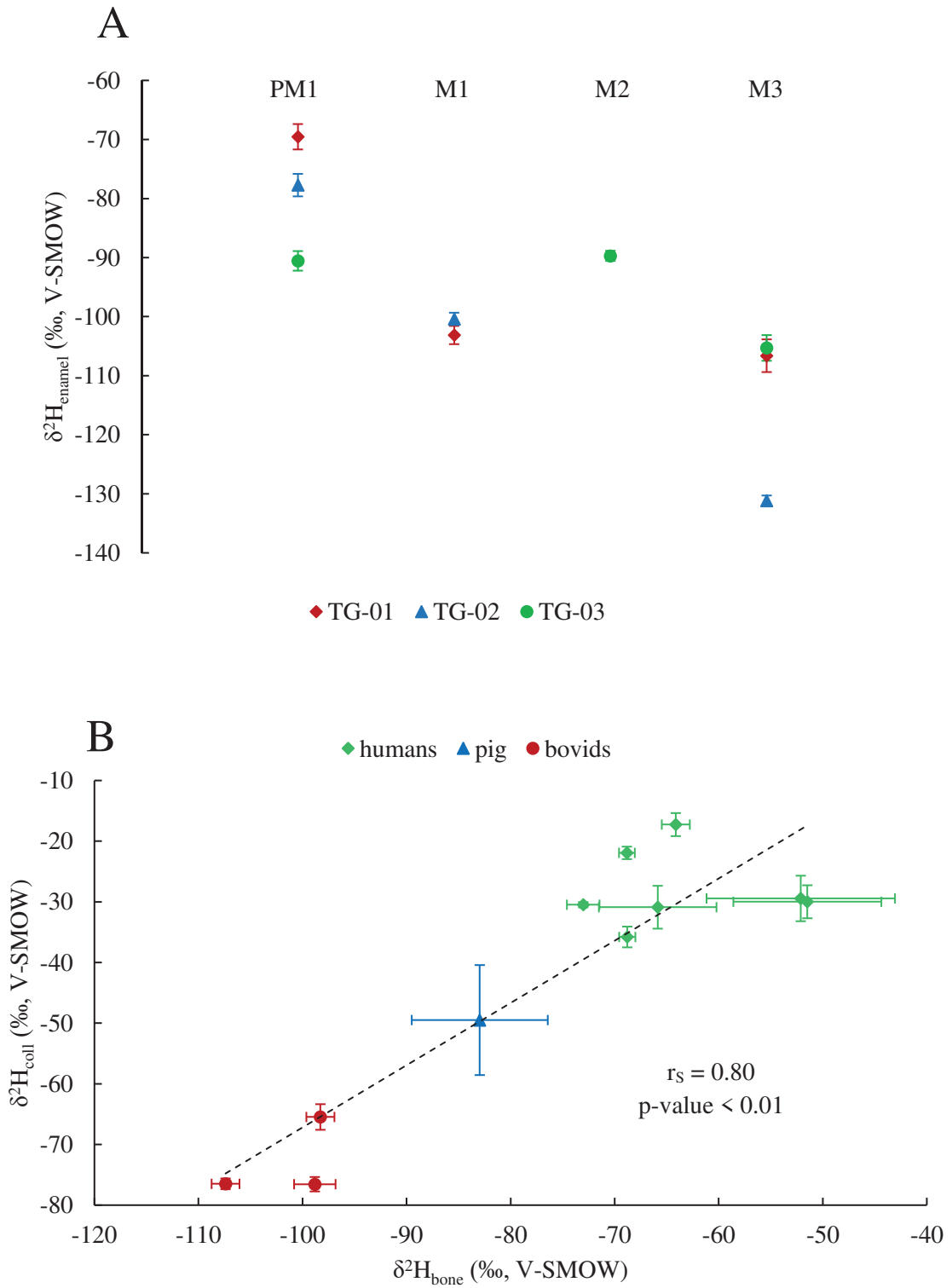
Hydrogen isotope composition of bone collagen results from a complex combination of water and food ingested by the individual. Kirsanow et al. (2008) found that the  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  of dentin collagen is a good climatic indicator, although it seems to be influenced by food (Kirsanow and Tuross, 2011). Accordingly, Tuross et al. (2008) observed significant  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  variations of  $\approx 6\text{‰}$  among 8 pigs fed on a controlled diet. Intermediately, Reynard et al. (2020) observed that  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  of human and animals varies with the isotopic composition of precipitation. Before considering the respective influence of climate and diet on the  $\delta^2\text{H}$  values of bone and dental tissues, it is useful to compare the values of  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  and  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  for each individual, as they represent different tissues:  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  accounts for the organic matrix,  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  of molars accounts for the mineral matrix and  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  accounts for a mixed signal.

A significant variability of the measured  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  values is observed for the humans TG-01, TG-02 and TG-03 (Figure 3A, Supplementary Table 1). The first premolar (PM1) is  $^2\text{H}$ -enriched compared to the first molar (M1) by  $+34\text{‰}$  for TG-01 and by  $+23\text{‰}$  for TG-02. No enrichment is observed in the case of TG-03 between the PM1 and the M2. The  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  is approximately of  $-100\text{‰}$  for all molars (M1, M2 or M3), except in the case of the M3 from TG-02 which is depleted by  $-30\text{‰}$  compared to the others. TG-02 has an attributed age of 15 years, whereas the crown of the M3 is completed at 12 to 16 years old (Smith, 1991). Therefore, we cannot be sure that the sampled M3 was fully mineralized and we chose not to consider its  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  value in the discussion.

Human pre-weaning teeth (PM1 and M1) start their formation during the breastfeeding period, while M2 and M3 mineralize later (Smith, 1991). In the case of organic materials, such as dentin or bone collagen, breastfeeding is detected through lower hydrogen isotope compositions, due to the absorption of  $^2\text{H}$ -depleted organic hydrogen from lipids of the mother's milk. As such, Ryan et al. (2020) observed lower  $\delta^2\text{H}$  values of incrementally sampled M1-dentin samples from infants from Sardinia. Likewise, Topalov et al. (2013) observed that bone collagen of "pup to yearling" carnivore sea lions was  $^2\text{H}$ -depleted by at least  $-60\text{‰}$  compared to "adults". In the case of tooth enamel, we propose that the analyzed hydrogen comes from breastfeeding milk's water, which is  $^2\text{H}$ -enriched compared to the mother body water due to evaporative enrichment (Reynard and Hedges, 2008; Ryan et al., 2020). The observed enrichment of  $+20$  to  $+30\text{‰}$  between PM1 and M1 is comparable to the enrichment of  $+15\text{‰}$  from a single cow milk during



a feeding-controlled experiment (Masud et al., 1999), or to the +6‰ to +10‰ enrichment of elephant calf hair compared to its dam (Cherney et al., 2021). Therefore, breastfeeding could accommodate for the PM1 enrichment of TG-01 and TG-02, similarly to what was detected through their enamel  $\delta^{18}\text{O}_p$  values (Clauzel et al., 2020), highlighting that childhood feeding practices may be investigated using  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  measurements.



**Figure 3:** (A) Hydrogen isotope value of tooth enamel ( $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ , ‰ V-SMOW) from the Premolars 1 (PM1), Molars 1, 2 and 3 (M1, M2 and M3 respectively) of the three humans TG-01, TG-02 and TG-03 from Thézy-Glimont, Picardie, France. (B) Hydrogen isotope value of bone collagen ( $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ , ‰ V-SMOW) vs. hydrogen isotope value of bulk bone ( $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ , ‰ V-SMOW) from the humans and animals of Thézy-Glimont, Picardie, France. Regression line is represented with Spearman's test correlation coefficient ( $r_s$ ) and p-value.

When comparing  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  to  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  values for each individual (Figure 3B), both data are significantly correlated and record similar isotopic variations (Table 4). Bulk bone can be regarded as a mix of bone mineral and organic matrix, each of them having a specific and characteristic  $\delta^2\text{H}$  value. However, mineral bioapatite is considered hydroxyl-deficient (Wopenka and Pasteris, 2005; Holobinko et al., 2011), and its weight proportion in the bulk bone hydrogen isotope composition is expected to be weaker than the weight of bone collagen. The contribution of collagen to the bulk bone isotope signature can be assessed using a mass balance equation:

$$X_{\text{bulk bone}} = \alpha \times X_{\text{collagen}} + \beta \times X_{\text{mineral}}$$

With X being the following considered parameters (‰H,  $\delta^2\text{H}$  or the trophic increase between humans and cattle) and  $\alpha$  and  $\beta$  being the respective contributions of bone collagen and bone mineral to the bulk bone isotopic signal, with  $\alpha + \beta = 1$ .

The measured ‰H of bulk bone and bone collagen are respectively of  $\approx 1.5\%$  and  $\approx 5\%$  (Supplementary Table 3). If we consider that collagen accounts for  $\approx 20\%$  of bone weight, the mass balance equation indicates that  $\approx 70\%$  of the  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  value may come from collagen. The only individuals for which the three isotopic compositions ( $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ ,  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ ) are available are the two humans TG-01 and TG-03, as TG-02 may not have achieved full M3 mineralization. In the case of these individuals, we propose that post-weaning tooth enamel represents the same isotopic signal as the mineral fraction of bone due to constancy in the diet of these individuals as evidenced by oxygen, carbon and nitrogen stable isotope homogeneity at the skeleton scale (Clauzel et al., 2020, 2022). Using the mass balance equation, the  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  value is explained by a combination of 70% of  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  and 30% of  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  for TG-01 and 53% of  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  and 47% of  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  for TG-03. Finally, a  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  trophic increase of +36‰ is observed between cattle and humans (Table 3). When compared to the  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  trophic increase of +45‰ (Table 3) and the  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  trophic increase of +19‰ calculated using only values of the post-weaning teeth of TG-01, TG-02, TG-B4 and TG-B5, this +36‰ increase is explained by considering 65% of  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  and 35% of  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ . Elemental and isotopic data are consistent

and show that the  $\delta^2\text{H}$  composition of bulk bone is predominantly influenced by the  $\delta^2\text{H}$  composition of bone collagen and both proxies record the same information. Sampling and analyzing bulk bone powder offers great perspectives as it avoids expensive, time and material-consuming analytical treatments to extract and analyze bone collagen.

*4.4. Dietary information recorded by the hydrogen isotope composition of bone and dental tissues*

Dietary practices of ancient populations can be studied through the  $\delta^{13}\text{C}$  and  $\delta^{15}\text{N}$  values of bone collagen, noted  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ , respectively. Carbon and nitrogen are uniquely inherited from food (DeNiro and Schoeniger, 1983; Edgar Hare et al., 1991) and both  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  show an increase from prey to consumer alongside the trophic chain (DeNiro and Epstein, 1981; Schwarcz and Schoeninger, 1991). Clauzel et al. (2022) used these proxies to investigate the dietary practices at Thézy-Glimont. They showed that cattle, horses, and the pig were all herbivores, while the human population followed an omnivorous diet based on C3-plants and cattle. These results can be compared to the hydrogen isotope composition of bone and dental tissues measured on the same samples.

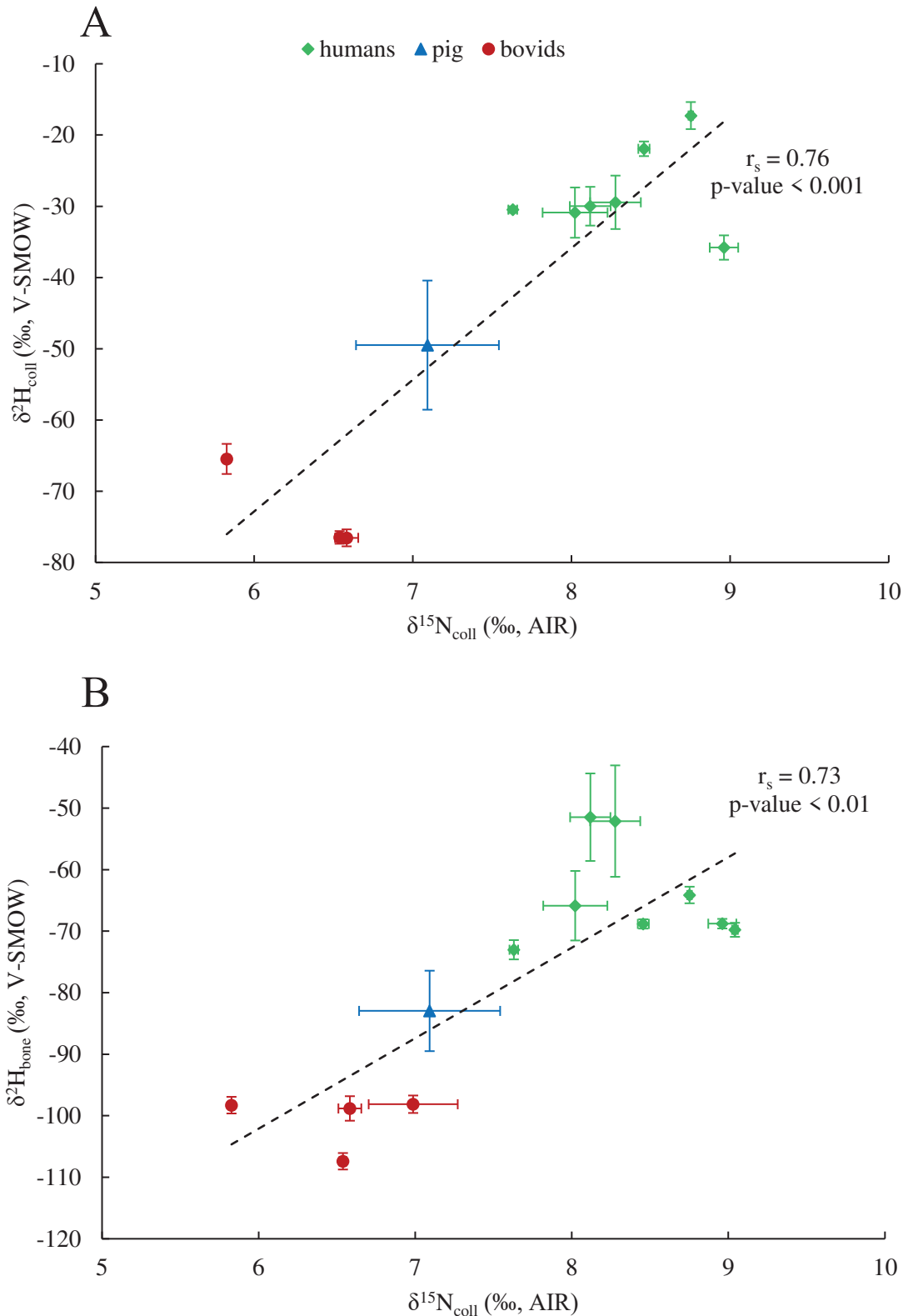
Linear correlations are observed for all individuals between  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  ( $r_s = 0.71$ ,  $p\text{-value} = 0.01$ ) and between  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  ( $r_s = 0.76$ ,  $p\text{-value} < 0.001$ ) (Figure 4A, Table 4, Supplementary Figure 1). Several studies showed an increase in  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  from herbivores to omnivores along the trophic chain (Birchall et al., 2005; Reynard and Hedges, 2008). The observed  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  increase from bovids to humans is on average of +45‰, approximately 20 times more important than the average  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  (+1.9‰) or  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  (+1.8‰) increase for the same individuals (Table 3). We also notice that the pig TG-CO1 has an intermediate  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  value between cattle and humans (Table 3), which highlights the inclusion, to some extent, of some meat in its diet. Such omnivory was not detected using  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values alone, due to less important fractionation for these isotopic systems relatively to the hydrogen one. The relative mass difference  $\frac{\Delta M}{M}$  between both hydrogen isotopes is 100%, which is 14 times higher than for nitrogen isotopes (relative mass difference of 7.1%) and 12 times higher than for carbon isotopes (relative mass difference of 8.3%). It may be partly responsible for higher increases along the trophic chain, but it is not sufficient to explain the whole measured variation. A “power of discrimination” can be considered for each proxy, by dividing the measured

trophic increase by the analytical precision, which is, respectively, of  $\pm 2\%$  for  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  (this study) and  $\pm 0.1\%$  for  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  (Clauzel et al., 2022). We obtain values of 22.5, 19 and 18, which are all very close. It highlights that the  $\delta^2\text{H}$  of bone collagen is a good food intake tracer, which is as discriminating along the trophic chain as traditional isotopic proxies.

Accordingly, the  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  values exhibit linear relationships with  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  (Figure 4B, Table 4, Supplementary Figure 1). The average  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  trophic increase between cattle and humans is of  $+36\%$ , which is lower than the  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  trophic increase. This is in agreement with the hypothesis of a bulk bone  $\delta^2\text{H}$  signature mainly (but not completely) influenced by the stable isotope composition of bone collagen.

Considered variables	Number of samples (n)	Spearman's correlation test	
		$r_s$	p-value
$\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ vs. $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$	11	0.80	< 0.01
$\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ vs. $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$	11	0.71	0.01
$\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ vs. $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$	11	0.76	< 0.001
$\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ vs. $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$	10	-0.72	0.02
$\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ vs. $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$	11	-0.39	0.24
$\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ vs. $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$	13	0.60	0.03
$\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ vs. $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$	13	0.73	< 0.01
$\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ vs. $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$	12	-0.54	0.07
$\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ vs. $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$	4	0.80	0.33
$\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ vs. $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$	4	0.80	0.33
$\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ vs. $\delta^{18}\text{O}_{\text{enamel}}$	6	0.49	0.35

**Table 4:** Spearman's correlation statistical tests, with associated correlation coefficient ( $r_s$ ) and p-value, of the variables measured in this study. All abbreviations are the same as in Tables 2 and 3, except for  $\delta^{18}\text{O}_{\text{enamel}}$  corresponding to the  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  values of tooth enamel specifically.



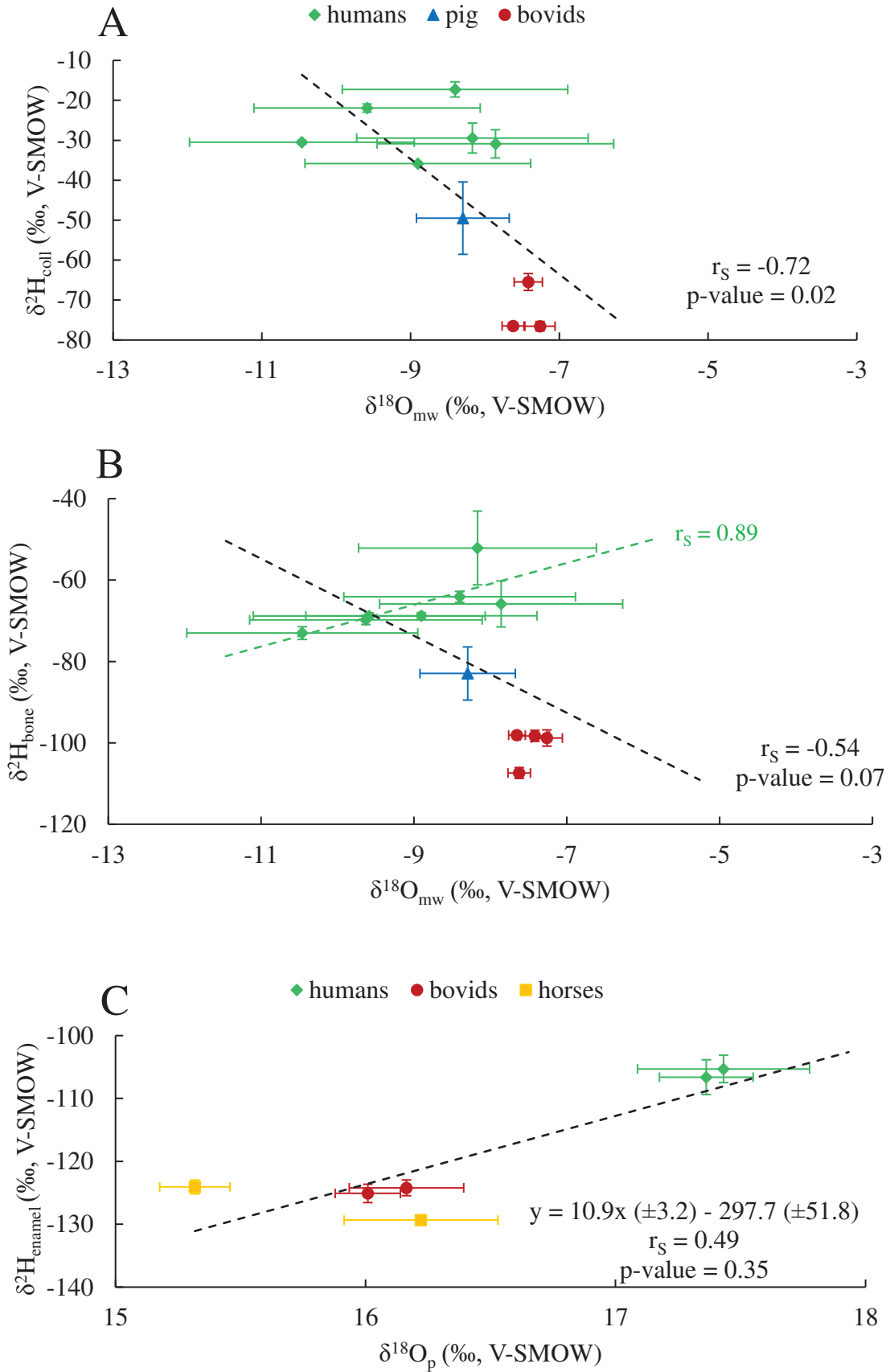
**Figure 4:** (A) Hydrogen isotope value ( $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ , ‰ V-SMOW) vs. nitrogen isotope value ( $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ , ‰ AIR) of bone collagen and (B) Hydrogen isotope value of bulk bone ( $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ , ‰ V-SMOW) vs. nitrogen isotope value of bone collagen ( $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ , ‰ AIR) from the humans and animals of Thézy-Glimont, Picardie, France. Regression lines are represented with Spearman's test correlation coefficient ( $r_s$ ) and p-value.

When the  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  values of the post-weaning teeth of two omnivores (TG-01 and TG-02) and teeth of two herbivores (TG-B4 and TG-B5) are compared, we observe an average  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  increase of +19‰ in omnivores related to herbivores and linear correlations between  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ , and  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  and  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  for these 4 individuals, although p-values are high due to the insufficient number of considered samples (Table 3, Table 4). Moreover, caution must be taken when discussing these variations as brachyodont humans and hypsodont herbivores do not have the same tooth mineralization dynamics. Nevertheless, the observed  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  increase could account for a trophic enrichment and shows that dietary information may be retrieved from tooth enamel, which is fundamental in the case of archaeological or paleontological bones with degraded organic matrix.

#### *4.5. Climate information recorded by the hydrogen isotope composition of bone and dental tissues*

In this study, additionally to the hydrogen isotope composition of bone and dental tissues, the  $\delta^{18}\text{O}$  values of bone and tooth enamel hydroxy-apatite phosphate groups ( $\delta^{18}\text{O}_p$ ) and the  $\delta^{18}\text{O}$  value of meteoric water ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$ ) calculated from  $\delta^{18}\text{O}_p$  are considered (Tables 2 and 3, Clauzel et al., 2020). Clauzel et al. (2020) demonstrated that the individuals of Thézy-Glimont experienced Mean Air Temperatures similar to present-day ones during the Iron Age base on  $\delta^{18}\text{O}_p$  measurements.

A linear relationship between  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  and estimated  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  (Figure 5A) is observed, while no correlation is observed between  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{18}\text{O}_p$  (Table 4), as a result of different hydroxy-apatite - drinking water isotopic fractionation for bovids, pigs and humans (Clauzel et al., 2020). It highlights that climatic conditions are also recorded by  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  values, although it is much less clear than for diet. Similar conclusions can be proposed for the considered  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  values (Figure 5B, Table 4). Cormie et al. (1994) demonstrated that, when considering the correlation between  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{18}\text{O}_p$  values measured on deer bone samples, a slope of +8.0, similar to the equation slope of the Global Meteoric Water Line (Craig, 1961; Dansgaard, 1964) is obtained. Here, we observe that  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}} - \delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  and  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}} - \delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  correlations are both characterized by negative slopes (Figure 5A and B). We ascribe it to the influence of diet and  $\delta^2\text{H}$  trophic enrichment which overprint the climatic signature in the case of omnivorous individuals (Table 3).



**Figure 5:** (A) Hydrogen isotope value of bone collagen ( $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ , ‰ V-SMOW) vs. oxygen isotope value of meteoric water ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$ , ‰ V-SMOW); (B) Hydrogen isotope value of bulk bone ( $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ , ‰ V-SMOW) vs. oxygen isotope value of meteoric water ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$ , ‰ V-SMOW); (C) Hydrogen isotope value of tooth enamel ( $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ , ‰ V-SMOW) vs. oxygen isotope value of phosphate groups from tooth enamel hydroxy-apatite ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$ , ‰ V-SMOW) from the humans and animals of Thézy-Glimont, Picardie, France.  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  values were estimated from the  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  values of bone hydroxy-apatite phosphate groups by Clauzel et al. (2020). Regression lines are represented with Spearman's test correlation coefficient ( $r_s$ ), p-value, and equation in (C). In the case of (B), regression line,  $r_s$  and p-value are also represented (in green) considering only human samples.

Such trophic enrichment is not detected through measured  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  and calculated  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  values, as the main source of oxygen is drinking water (Longinelli, 1984; Luz et al., 1984; Kohn, 1996). When only humans are considered, no relationship is observed between  $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  values (Figure 5A,  $r_s = -0.09$ , p-value = 0.91), while a positive linear correlation is observed between  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  and  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  values (Figure 5B,  $r_s = 0.89$ , p-value < 0.01).

When considering tooth enamel material, we observe that  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  values are homogenous among bovids ( $-128 \pm 5$  ‰) and horses ( $-126 \pm 3$  ‰). As a whole, herbivore teeth have an average  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  value of  $-127 \pm 4$  ‰, which is comparable to the  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  values measured by Drewicz et al. (2020) on modern herbivore teeth from America, ranging from  $\approx -130$  ‰ to  $\approx -165$  ‰. The observed homogeneity of our samples may be due to a local climatic signal, recorded through drinking from the same water source, the Avre river (Clauzel et al., 2020).

In the case of 2 humans and 4 herbivores (TG-01, TG-03, TG-B4, TG-B5, TG-CH1 and TG-CH2), both  $\delta^2\text{H}$  and  $\delta^{18}\text{O}$  values of tooth enamel ( $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  and  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$ , respectively) are available ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  values of tooth enamel hydroxy-apatite phosphate groups are from Clauzel et al., 2020). TG-02 was excluded based on the previous discussion, while only the post-weaning teeth are considered for TG-01 (M2) and TG-03 (M3). No  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  are calculated from the  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  values of tooth enamel as a consequence of a potential bias due to breastfeeding for humans and a time-limited recording for herbivores (Clauzel et al., 2020). A linear tendency is observed between  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  and  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  (Figure 5C, Table 4), which shows that climatic conditions, through meteoric water isotopic signature, may be recorded in tooth enamel through its  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  (Luz et al., 1984; Kohn, 1996) and  $\delta^2\text{H}$  values. Contrary to bulk bone and bone collagen, a positive slope of  $\approx 10.9 \pm 3.2$  is observed in this case, which is close to the Global Meteoric Water Line



equation slope and could certainly be affined by considering a higher number of samples. A similar correlation between  $\delta^2\text{H}$  of enamel and  $\delta^{18}\text{O}$  of carbonate groups from herbivore teeth was observed by Drewicz et al. (2020), who obtained a slope of  $\approx 1.7$  which is significantly lower than the empirical slope of the Global Meteoric Water Line.

*4.6. Relative influence of climate and diet on the hydrogen isotope composition of bone and dental tissues*

We showed in our study that the stable hydrogen isotope compositions of bone collagen, tooth enamel and bulk bone record both climatic conditions and dietary practices. However, both parameters do not have the same relative influence on the  $\delta^2\text{H}$  signature of these tissues. In the case of Thézy-Glimont, dietary practices seem to contribute much more to the measured  $\delta^2\text{H}$  values than climate. This can be ascribed to the performed sampling: we analyzed individuals belonging to different trophic levels (herbivores, omnivores) from a single location, with the same drinking water source, which is the nearby Avre river (Clauzel et al., 2020). Such homogeneity in the drinking water source reduces its contribution to  $\delta^2\text{H}$  variations, while dietary practices are highlighted. These results could be generalized and we propose that interpretations based on hydrogen isotope compositions of bone and dental tissues are linked to site selection and performed sampling strategy. When sampling different trophic levels from a single location, such as in this study or those from Sluis et al. (2016) or Wang et al. (2017), dietary practices are highlighted by the measured  $\delta^2\text{H}$  values. On the other hand, sampling individuals from a single trophic level, especially herbivores, from various locations, reduces the impact of diet and highlights climatic conditions recorded by  $\delta^2\text{H}$  values, such as in the studies of Cormie et al. (1994), Hobson et al. (1999b) or Leyden et al. (2006). Finally, studies which sample individuals from different trophic levels and from different locations (*e.g.* Arnay-de-la-Rosa et al., 2010; Topalov et al., 2013; Sluis et al., 2019) mix the contribution of both dietary and climatic sources, which cannot completely be differentiated, therefore causing higher uncertainty. Similar problems can be met in studies of human samples from different locations (*e.g.* Sharp et al., 2003; France et al., 2018), as diet variability is expected between human populations. We suggest that studies using hydrogen isotope compositions for climate reconstruction and geo-location are preferentially performed on herbivores, or on omnivores such as humans if similar diet is ensured for all individuals using other independent proxies, such as other stable isotope systems ( $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$ ). Carnivore populations should be avoided, as

these individuals uptake their water from their preys and not directly from their environment (*e.g.* Pietsch et al., 2011).

This work highlights that  $\delta^2\text{H}$  values of bone and dental tissues are great proxies of climate conditions and dietary practices, but that interpretations are dependent on site selection and sampling strategy. They have to be considered upstream in accordance with the objectives pursued by each study.

## 5. Conclusion

The individuals from the Gallic site of Thézy-Glimont, Picardie, France, which have already been investigated isotopically in two previous studies, provide some clues for interpreting the  $\delta^2\text{H}$  of bone and dental tissues. The isotopic mapping of three human skeletons shows variations at the individual scale which are lower than intra-species differences and allow the sampling of one bone to be representative of an individual. In the case of humans, the hydrogen isotope analysis of mineral tooth enamel ( $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ ) brings information about child feeding practices. For all individuals, the hydrogen isotope composition of bone collagen ( $\delta^2\text{H}_{\text{collagen}}$ ) and of bulk bone ( $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ ) are strongly correlated and vary similarly. All three  $\delta^2\text{H}_{\text{collagen}}$ ,  $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$  and  $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$  are valuable proxies of climatic conditions and dietary practices, as attested by linear relationships with other isotopic proxies such as the  $\delta^{18}\text{O}_p$  of bone hydroxy-apatite phosphate groups and the  $\delta^{13}\text{C}$  and  $\delta^{15}\text{N}$  of bone collagen. The interpretations obtained from  $\delta^2\text{H}$  values are determined by site selection and the sampling strategy of each study.

Stable hydrogen isotope measurements were, until very recently, focused on organic tissues. Although further work is needed on current material, from diverse species and geographical locations, this study opens new prospects in a variety of research topics. Dietary and climatic signals could be retrieved from hydrogen isotope composition of bulk bone samples, avoiding collagen extraction procedures and reducing the required sampling. Hydrogen isotope analysis of tooth material could be used to trace the origin of individuals, which is especially relevant in the case of archaeological and prehistoric populations or forensic studies where teeth may be the only available remains. Bone and dental tissue  $\delta^2\text{H}$  is a proxy that now needs to be considered and associated to the already-used panel of isotopic tools.

### **Acknowledgements**

We thank the Service d'Archéologie Préventive Amiens Métropole and its director Josabeth Millereux-Le Béchenec for providing the archaeological samples presented in this study. We also thank the « Géochimie organique moléculaire et isotopique » Platform (Laboratoire de Géologie de Lyon : Terre , Planètes, Environnement) for the use of their freeze-drier.

### **Funding**

This study was funded by the Centre National de la Recherche Scientifique and the Institut Universitaire de France (CL).

**Declarations of interest:** none

**References:**

- Açil, Y., Mobasser, A.E., Warnke, P.H., Terheyden, H., Wiltfang, J., Springer, I., 2005. Detection of Mature Collagen in Human Dental Enamel. *Calcif Tissue Int* 76, 121–126. <https://doi.org/10.1007/s00223-004-0122-0>
- Arends, J., Davidson, C.L., 1975.  $\text{HPO}_4^{2-}$  Content in enamel and artificial carious lesions. *Calc. Tis Res.* 18, 65–79. <https://doi.org/10.1007/BF02546227>
- Arnay-de-la-Rosa, M., González-Reimers, E., Yanes, Y., Velasco-Vázquez, J., Romanek, C.S., Noakes, J.E., 2010. Paleodietary analysis of the prehistoric population of the Canary Islands inferred from stable isotopes (carbon, nitrogen and hydrogen) in bone collagen. *Journal of Archaeological Science* 37, 1490–1501. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2010.01.009>
- Birchall, J., O’Connell, T.C., Heaton, T.H.E., Hedges, R.E.M., 2005. Hydrogen Isotope Ratios in Animal Body Protein Reflect Trophic Level. *Journal of Animal Ecology* 74, 877–881.
- Bowen, G.J., 2010. Isoscapes: Spatial Pattern in Isotopic Biogeochemistry. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* 38, 161–187. <https://doi.org/10.1146/annurev-earth-040809-152429>
- Bowen, G.J., Ehleringer, J.R., Chesson, L.A., Thompson, A.H., Podlesak, D.W., Cerling, T.E., 2009. Dietary and physiological controls on the hydrogen and oxygen isotope ratios of hair from mid-20th century indigenous populations. *American Journal of Physical Anthropology* 139, 494–504. <https://doi.org/10.1002/ajpa.21008>
- Bowen, G.J., Wassenaar, L.I., Hobson, K.A., 2005. Global application of stable hydrogen and oxygen isotopes to wildlife forensics. *Oecologia* 143, 337–348. <https://doi.org/10.1007/s00442-004-1813-y>
- Chenery, C., Mueldner, G., Evans, J., Eckardt, H., Lewis, M., 2010. Strontium and stable isotope evidence for diet and mobility in Roman Gloucester, UK. *Journal of archaeological Science* 37, 150–163.
- Cherney, M.D., Fisher, D.C., Hren, M.T., Shirley, E.A., 2021. Stable isotope records of nursing and weaning: A case study in elephants with implications for paleobiological investigations. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 567, 110223. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2021.110223>
- Cho, G., Wu, Y., Ackerman, J.L., 2003. Detection of Hydroxyl Ions in Bone Mineral by Solid-State NMR Spectroscopy. *Science* 300, 1123–1127. <https://doi.org/10.1126/science.1078470>
- Clauzel, T., Richardin, P., Ricard, J., Le Béchenec, Y., Amiot, R., Fourel, F., Phouybanhdyt, B., Joseph, D., Vinçon-Laugier, A., Flandrois, J.-P., Lécuyer, C., 2022. Climate conditions and dietary practices during the Second Iron Age studied through the multi-isotope analysis of bones and teeth from individuals of Thézy-Glimont, Picardie, France. *Archaeol Anthropol Sci* 14, 61. <https://doi.org/10.1007/s12520-022-01534-1>
- Clauzel, T., Richardin, P., Ricard, J., Le Béchenec, Y., Amiot, R., Fourel, F., Phouybanhdyt, B., Vinçon-Laugier, A., Flandrois, J.-P., Lécuyer, C., 2020. The Gauls experienced the Roman Warm

## Chapitre 8 : Développement analytique de proxys isotopiques

- Period: Oxygen isotope study of the Gallic site of Thézy-Glimont, Picardie, France. *Journal of Archaeological Science: Reports* 34, 102595. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102595>
- Collins, M.J., Nielsen–Marsh, C.M., Hiller, J., Smith, C.I., Roberts, J.P., Prigodich, R.V., Wess, T.J., Csapò, J., Millard, A.R., Turner–Walker, G., 2002. The survival of organic matter in bone: a review. *Archaeometry* 44, 383–394. <https://doi.org/10.1111/1475-4754.t01-1-00071>
- Coplen, T.B., Brand, W.A., Gehre, M., Gröning, M., Meijer, H.A.J., Toman, B., Verkouteren, R.M., 2006. New Guidelines for  $\delta^{13}\text{C}$  Measurements. *Anal. Chem.* 78, 2439–2441. <https://doi.org/10.1021/ac052027c>
- Cormie, A. B., Luz, B., Schwarcz, H.P., 1994. Relationship between the hydrogen and oxygen isotopes of deer bone and their use in the estimation of relative humidity. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 58, 3439–3449. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(94\)90097-3](https://doi.org/10.1016/0016-7037(94)90097-3)
- Cormie, A. B., Schwarcz, H.P., Gray, J., 1994a. Determination of the hydrogen isotopic composition of bone collagen and correction for hydrogen exchange. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 58, 365–375. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(94\)90470-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(94)90470-7)
- Cormie, A. B., Schwarcz, H.P., Gray, J., 1994b. Relation between hydrogen isotopic ratios of bone collagen and rain. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 58, 377–391. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(94\)90471-5](https://doi.org/10.1016/0016-7037(94)90471-5)
- Craig, H., 1961. Isotopic Variations in Meteoric Waters. *Science* 133, 1702–1703. <https://doi.org/10.1126/science.133.3465.1702>
- Crockett, J.C., Rogers, M.J., Coxon, F.P., Hocking, L.J., Helfrich, M.H., 2011. Bone remodelling at a glance. *Journal of Cell Science* 124, 991–998. <https://doi.org/10.1242/jcs.063032>
- Dansgaard, W., 1964. Stable isotopes in precipitation. *Tellus* 16, 436–468. <https://doi.org/10.3402/tellusa.v16i4.8993>
- DeNiro, M.J., 1985. Postmortem preservation and alteration of in vivo bone collagen isotope ratios in relation to palaeodietary reconstruction. *Nature* 317, 806–809. <https://doi.org/10.1038/317806a0>
- DeNiro, M.J., Epstein, S., 1981. Influence of diet on the distribution of nitrogen isotopes in animals. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 45, 341–351. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(81\)90244-1](https://doi.org/10.1016/0016-7037(81)90244-1)
- DeNiro, M.J., Schoeniger, M.J., 1983. Stable carbon and nitrogen isotope ratios of bone collagen: Variations within individuals, between sexes, and within populations raised on monotonous diets. *Journal of Archaeological Science* 10, 199–203. [https://doi.org/10.1016/0305-4403\(83\)90002-X](https://doi.org/10.1016/0305-4403(83)90002-X)
- Doucett, R.R., Marks, J.C., Blinn, D.W., Caron, M., Hungate, B.A., 2007. Measuring Terrestrial Subsidies to Aquatic Food Webs Using Stable Isotopes of Hydrogen. *Ecology* 88, 1587–1592. <https://doi.org/10.1890/06-1184>
- Drewicz, A.E., Trayler, R.B., Holloway, M.E., Harrigan, C.O., Kohn, M.J., 2020. The interpretability of stable hydrogen isotopes in modern herbivore tooth enamel. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 270, 84–94. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2019.11.013>
- Driessens, F.C.M., Verbeeck, R.K., 1990. *Biominerals*. CRC Press.

## Chapitre 8 : Développement analytique de proxys isotopiques

- Edgar Hare, P., Fogel, M.L., Stafford, T.W., Mitchell, A.D., Hoering, T.C., 1991. The isotopic composition of carbon and nitrogen in individual amino acids isolated from modern and fossil proteins. *Journal of Archaeological Science* 18, 277–292. [https://doi.org/10.1016/0305-4403\(91\)90066-X](https://doi.org/10.1016/0305-4403(91)90066-X)
- Estep, M.F., Dabrowski, H., 1980. Tracing Food Webs with Stable Hydrogen Isotopes. *Science* 209, 1537–1538. <https://doi.org/10.1126/science.209.4464.1537>
- Estep, M.F., Hoering, T.C., 1980. Biogeochemistry of the stable hydrogen isotopes. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 44, 1197–1206. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(80\)90073-3](https://doi.org/10.1016/0016-7037(80)90073-3)
- Fahy, G.E., Deter, C., Pitfield, R., Miszkiewicz, J.J., Mahoney, P., 2017. Bone deep: Variation in stable isotope ratios and histomorphometric measurements of bone remodelling within adult humans. *Journal of Archaeological Science* 87, 10–16. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2017.09.009>
- Fourel, F., Lécuyer, C., Demeny, A., Boulvais, P., Lange, L., Jacob, D.E., Kovacs, I., 2017.  $^2\text{H}/^1\text{H}$  measurements of amphiboles and nominally anhydrous minerals (clinopyroxene, garnet and diamond) using high-temperature continuous flow elemental analyser/pyrolysis/isotope ratio mass spectrometry. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 31, 2066–2072. <https://doi.org/10.1002/rcm.7996>
- Fourel, F., Lécuyer, C., Seris, M., Blamey, N., Brand, U., Fralick, P., Volders, F., 2019. Improved online hydrogen isotope analysis of halite aqueous inclusions. *Journal of Mass Spectrometry* 54, 342–350. <https://doi.org/10.1002/jms.4323>
- France, C.A.M., Qi, H., Kavich, G.M., 2018. Combined influence of meteoric water and protein intake on hydrogen isotope values in archaeological human bone collagen. *Journal of Archaeological Science* 96, 33–44. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2018.05.011>
- Gerstenberger, H., Herrmann, M., 1983. Report on the intercomparison for the isotope standards limestone KH 2 and polyethylene foil PEF 1. *ZfI-Mitteilungen* 66, 67–83.
- Glimcher, M.J., 2006. Bone: Nature of the Calcium Phosphate Crystals and Cellular, Structural, and Physical Chemical Mechanisms in Their Formation. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 64, 223–282. <https://doi.org/10.2138/rmg.2006.64.8>
- Gröcke, D.R., Sauer, P.E., Bridault, A., Drucker, D.G., Germonpré, M., Bocherens, H., 2017. Hydrogen isotopes in Quaternary mammal collagen from Europe. *Journal of Archaeological Science: Reports* 11, 12–16. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2016.11.020>
- Hammer, Ø., Harper, D.A., Ryan, P.D., 2001. PAST: Paleontological statistics software package for education and data analysis. *Palaeontologia electronica* 4, 9.
- Hedges, R.E., Clement, J.G., Thomas, C.D.L., O'Connell, T.C., 2007. Collagen turnover in the adult femoral mid-shaft: Modeled from anthropogenic radiocarbon tracer measurements. *American Journal of Physical Anthropology: The Official Publication of the American Association of Physical Anthropologists* 133, 808–816.
- Hobson, K.A., Atwell, L., Wassenaar, L.I., 1999a. Influence of drinking water and diet on the stable-hydrogen isotope ratios of animal tissues. *PNAS* 96, 8003–8006. <https://doi.org/10.1073/pnas.96.14.8003>

## Chapitre 8 : Développement analytique de proxys isotopiques

- Hobson, K.A., Wassenaar, L.I., Taylor, O.R., 1999b. Stable isotopes ( $\delta D$  and  $\delta^{13}C$ ) are geographic indicators of natal origins of monarch butterflies in eastern North America. *Oecologia* 120, 397–404. <https://doi.org/10.1007/s004420050872>
- Hoefs, J., 2015. *Stable Isotope Geochemistry*, 7th ed. Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-19716-6>
- Hollinger, J.O., 2005. Bone Dynamics, in: Lieberman, J.R., Friedlaender, G.E. (Eds.), *Bone Regeneration and Repair: Biology and Clinical Applications*. Humana Press, Totowa, NJ, pp. 1–19. <https://doi.org/10.1385/1-59259-863-3:001>
- Holobinko, A., Meier-Augenstein, W., Kemp, H.F., Prowse, T., Ford, S.M., 2011.  $^2H$  stable isotope analysis of human tooth enamel: a new tool for forensic human provenancing? *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 25, 910–916. <https://doi.org/10.1002/rcm.4942>
- Hut, G., 1987. Consultants' group meeting on stable isotope reference samples for geochemical and hydrological investigations.
- Kirsanow, K., Makarewicz, C., Tuross, N., 2008. Stable oxygen ( $\delta^{18}O$ ) and hydrogen ( $\delta D$ ) isotopes in ovicaprid dentinal collagen record seasonal variation. *Journal of Archaeological Science* 35, 3159–3167. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2008.06.025>
- Kirsanow, K., Tuross, N., 2011. Oxygen and hydrogen isotopes in rodent tissues: Impact of diet, water and ontogeny. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, Special Issue: Fossil bones and teeth: preservation or alteration of biogenic compositions?* 310, 9–16. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2011.03.022>
- Kohn, M.J., 1996. Predicting animal  $\delta^{18}O$ : Accounting for diet and physiological adaptation. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 60, 4811–4829. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(96\)00240-2](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(96)00240-2)
- Kovács, I., Demény, A., Czuppon, G., Lécuyer, C., Fourel, F., Xia, Q.-K., Liu, J., Pintér, Z., Király, E., Török, K., Szabó, Á., Deloule, E., Falus, G., Fancsik, T., Zajacz, Z., Sándorné Kovács, J., Udvardi, B., 2016. Water concentrations and hydrogen isotope compositions of alkaline basalt-hosted clinopyroxene megacrysts and amphibole clinopyroxenites: the role of structural hydroxyl groups and molecular water. *Contrib Mineral Petrol* 171, 38. <https://doi.org/10.1007/s00410-016-1241-0>
- Lamb, A.L., Evans, J.E., Buckley, R., Appleby, J., 2014. Multi-isotope analysis demonstrates significant lifestyle changes in King Richard III. *Journal of Archaeological Science* 50, 559–565. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2014.06.021>
- Le Béchenec, Y., Frère, S., Corsiez, A., Rolland, J., Sauvageot, P., 2016. Rapport final d'opération : Thézy-Glimont, Les Vergnes, (Somme). Novembre 2012 - Mai 2013. Service Archéologie Préventive d'Amiens Métropole.
- LeGeros, R.Z., Bonel, G., Legros, R., 1978. Types of “ $H_2O$ ” in human enamel and in precipitated apatites. *Calc. Tis Res.* 26, 111–118. <https://doi.org/10.1007/BF02013245>
- Leyden, J.J., Wassenaar, L.I., Hobson, K.A., Walker, E.G., 2006. Stable hydrogen isotopes of bison bone collagen as a proxy for Holocene climate on the Northern Great Plains. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 239, 87–99. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2006.01.009>

## Chapitre 8 : Développement analytique de proxys isotopiques

- Longin, R., 1971. New Method of Collagen Extraction for Radiocarbon Dating. *Nature* 230, 241–242. <https://doi.org/10.1038/230241a0>
- Longinelli, A., 1984. Oxygen isotopes in mammal bone phosphate: A new tool for paleohydrological and paleoclimatological research? *Geochimica et Cosmochimica Acta* 48, 385–390. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(84\)90259-X](https://doi.org/10.1016/0016-7037(84)90259-X)
- Loong, C.-K., Rey, C., Kuhn, L.T., Combes, C., Wu, Y., Chen, S.-H., Glimcher, M.J., 2000. Evidence of hydroxyl-ion deficiency in bone apatites: an inelastic neutron-scattering study. *Bone* 26, 599–602. [https://doi.org/10.1016/S8756-3282\(00\)00273-8](https://doi.org/10.1016/S8756-3282(00)00273-8)
- Luz, B., Kolodny, Y., Horowitz, M., 1984. Fractionation of oxygen isotopes between mammalian bone-phosphate and environmental drinking water. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 48, 1689–1693. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(84\)90338-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(84)90338-7)
- Masud, Z., Vallet, C., Martin, G.J., 1999. Stable Isotope Characterization of Milk Components and Whey Ethanol. *J. Agric. Food Chem.* 47, 4693–4699. <https://doi.org/10.1021/jf9900027>
- Matsubayashi, J., Tayasu, I., 2019. Collagen turnover and isotopic records in cortical bone. *Journal of Archaeological Science* 106, 37–44. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2019.03.010>
- Meier-Augenstein, W., Hobson, K.A., Wassenaar, L.I., 2013. Critique: measuring hydrogen stable isotope abundance of proteins to infer origins of wildlife, food and people. *Bioanalysis* 5, 751–767. <https://doi.org/10.4155/bio.13.36>
- Montgomery, J., 2010. Passports from the past: Investigating human dispersals using strontium isotope analysis of tooth enamel. *Annals of Human Biology* 37, 325–346. <https://doi.org/10.3109/03014461003649297>
- Nehlich, O., 2015. The application of sulphur isotope analyses in archaeological research: A review. *Earth-Science Reviews* 142, 1–17. <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2014.12.002>
- Olsen, K.C., White, C.D., Longstaffe, F.J., Heyking, K. von, McGlynn, G., Grupe, G., Rühli, F.J., 2014. Intraskelatal isotopic compositions ( $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$ ) of bone collagen: Nonpathological and pathological variation. *American Journal of Physical Anthropology* 153, 598–604. <https://doi.org/10.1002/ajpa.22459>
- Parfitt, A.M., 2002. Misconceptions (2): turnover is always higher in cancellous than in cortical bone. *Bone* 30, 807–809. [https://doi.org/10.1016/s8756-3282\(02\)00735-4](https://doi.org/10.1016/s8756-3282(02)00735-4)
- Pellegrini, M., Pouncett, J., Jay, M., Pearson, M.P., Richards, M.P., 2016. Tooth enamel oxygen “isoscapes” show a high degree of human mobility in prehistoric Britain. *Scientific reports* 6, 34986.
- Pietsch, S.J., Hobson, K.A., Wassenaar, L.I., Tütken, T., 2011. Tracking Cats: Problems with Placing Feline Carnivores on  $\delta^{18}\text{O}$ ,  $\delta\text{D}$  Isoscapes. *PLOS ONE* 6, e24601. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0024601>
- Reynard, L.M., Hedges, R.E.M., 2008. Stable hydrogen isotopes of bone collagen in palaeodietary and palaeoenvironmental reconstruction. *Journal of Archaeological Science* 35, 1934–1942. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2007.12.004>

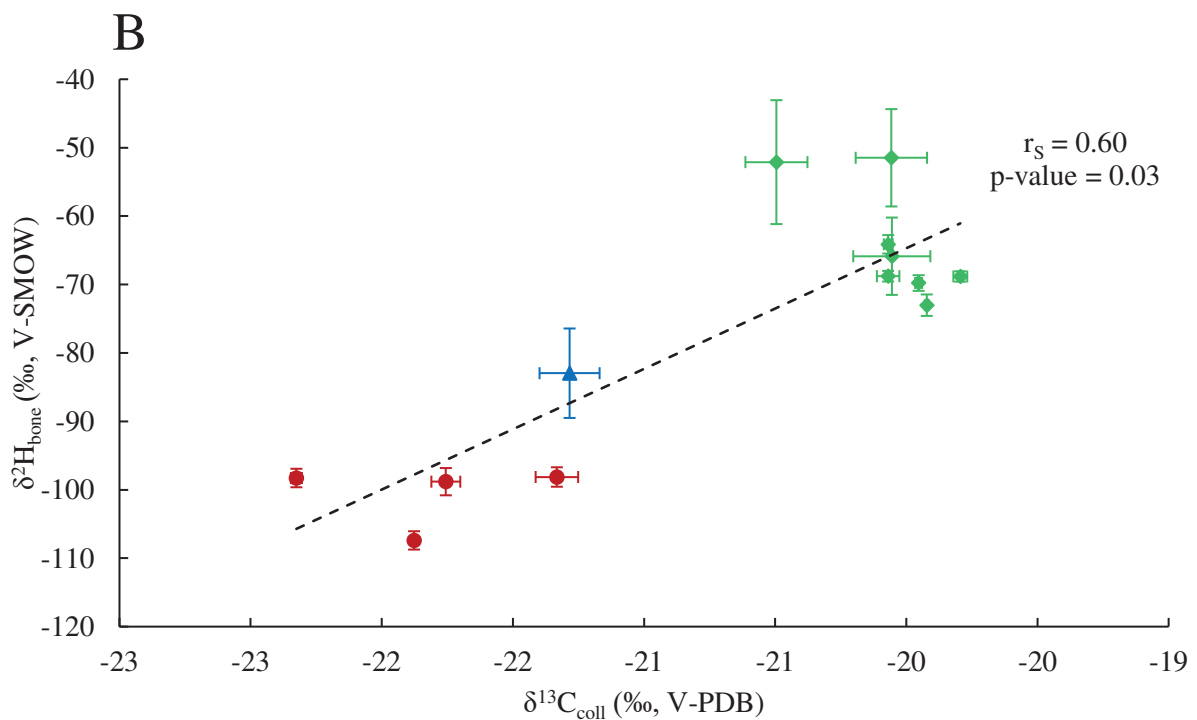
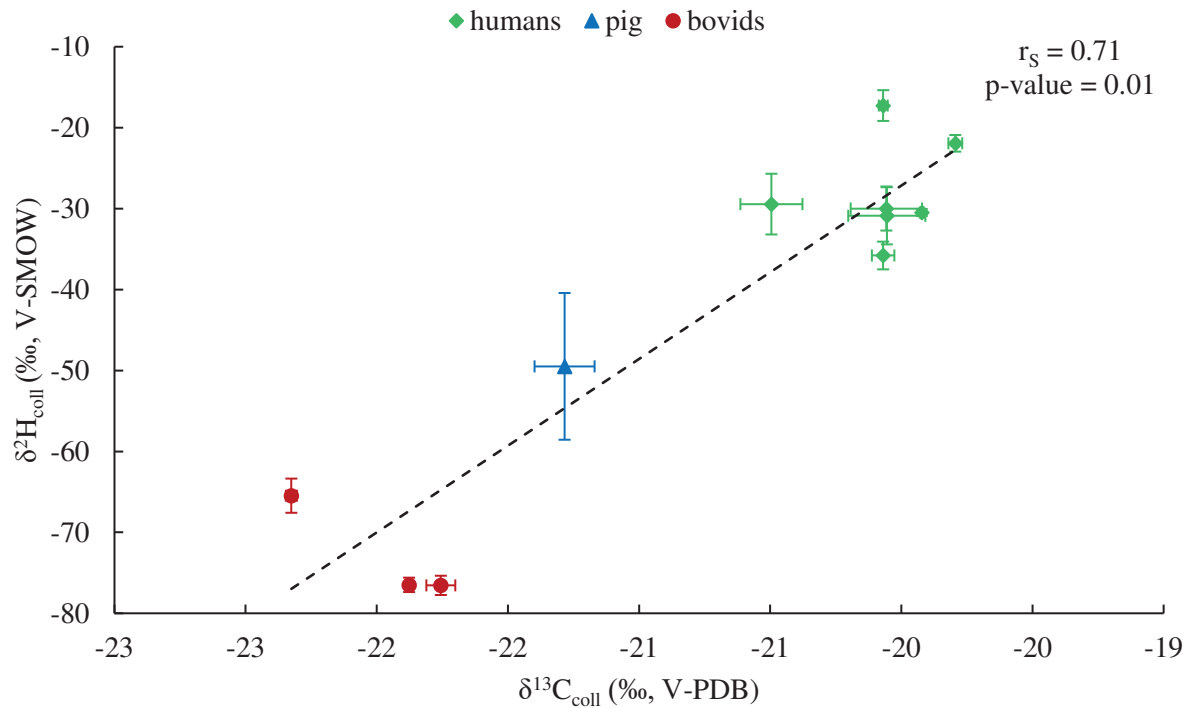


## Chapitre 8 : Développement analytique de proxys isotopiques

- Reynard, L.M., Henderson, G.M., Hedges, R.E.M., 2011. Calcium isotopes in archaeological bones and their relationship to dairy consumption. *Journal of Archaeological Science* 38, 657–664. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2010.10.017>
- Reynard, L.M., Ryan, S.E., Guirguis, M., Contreras-Martínez, M., Pompianu, E., Ramis, D., van Dommelen, P., Tuross, N., 2020. Mediterranean precipitation isoscape preserved in bone collagen  $\delta^2\text{H}$ . *Scientific Reports* 10, 8579. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-65407-0>
- Reynard, L.M., Tuross, N., 2016. Hydrogen isotopic analysis with a chromium-packed reactor of organic compounds of relevance to ecological, archaeological, and forensic applications. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 30, 1857–1864. <https://doi.org/10.1002/rcm.7662>
- Richardin, P., Porcier, S., Ikram, S., Louarn, G., Berthet, D., 2017. Cats, Crocodiles, Cattle, and More: Initial Steps Toward Establishing a Chronology of Ancient Egyptian Animal Mummies. *Radiocarbon* 59, 595–607. <https://doi.org/10.1017/RDC.2016.102>
- Ryan, S.E., Reynard, L.M., Pompianu, E., Dommelen, P. van, Murgia, C., Subirà, M.E., Tuross, N., 2020. Growing up in Ancient Sardinia: Infant-toddler dietary changes revealed by the novel use of hydrogen isotopes ( $\delta^2\text{H}$ ). *PLOS ONE* 15, e0235080. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0235080>
- Sauer, P.E., Schimmelmann, A., Sessions, A.L., Topalov, K., 2009. Simplified batch equilibration for D/H determination of non-exchangeable hydrogen in solid organic material. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 23, 949–956. <https://doi.org/10.1002/rcm.3954>
- Szwarcz, H.P., Schoeninger, M.J., 1991. Stable isotope analyses in human nutritional ecology. *American Journal of Physical Anthropology* 34, 283–321.
- Sharp, Z.D., Atudorei, V., Panarello, H.O., Fernández, J., Douthitt, C., 2003. Hydrogen isotope systematics of hair: archeological and forensic applications. *Journal of Archaeological Science* 30, 1709–1716. [https://doi.org/10.1016/S0305-4403\(03\)00071-2](https://doi.org/10.1016/S0305-4403(03)00071-2)
- Sluis, L.G. van der, Hollund, H.I., Kars, H., Sandvik, P.U., Denham, S.D., 2016. A palaeodietary investigation of a multi-period churchyard in Stavanger, Norway, using stable isotope analysis (C, N, H, S) on bone collagen. *Journal of Archaeological Science: Reports* 9, 120–133. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2016.06.054>
- Sluis, L.G. van der, Reimer, P.J., Ogle, N., 2019. Adding Hydrogen to the Isotopic Inventory—Combining  $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$  and  $\delta^2\text{H}$  Stable Isotope Analysis for Palaeodietary Purposes on Archaeological Bone. *Archaeometry* 61, 720–749. <https://doi.org/10.1111/arc.12441>
- Smith, B.H., 1991. Standards of human Tooth Formation and Dental Age Assessment, in: *Advances in Dental Anthropology*. Wiley-Liss Inc., pp. 143–168.
- Smith, B.N., Epstein, S., 1970. Biogeochemistry of the Stable Isotopes of Hydrogen and Carbon in Salt Marsh Biota. *Plant Physiology* 46, 738–742. <https://doi.org/10.1104/pp.46.5.738>
- Solomon, C.T., Cole, J.J., Doucett, R.R., Pace, M.L., Preston, N.D., Smith, L.E., Weidel, B.C., 2009. The influence of environmental water on the hydrogen stable isotope ratio in aquatic consumers. *Oecologia* 161, 313–324. <https://doi.org/10.1007/s00442-009-1370-5>

## Chapitre 8 : Développement analytique de proxys isotopiques

- Topalov, K., Schimmelmann, A., David Polly, P., Sauer, P.E., Lowry, M., 2013. Environmental, trophic, and ecological factors influencing bone collagen  $\delta^2\text{H}$ . *Geochimica et Cosmochimica Acta* 111, 88–104. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2012.11.017>
- Topalov, K., Schimmelmann, A., Polly, P.D., Sauer, P.E., Viswanathan, S., 2019. Stable isotopes of H, C and N in mice bone collagen as a reflection of isotopically controlled food and water intake. *Isotopes in Environmental and Health Studies* 55, 129–149. <https://doi.org/10.1080/10256016.2019.1580279>
- Touzeau, A., Blichert-Toft, J., Amiot, R., Fourel, F., Martineau, F., Cockitt, J., Hall, K., Flandrois, J.-P., Lécuyer, C., 2013. Egyptian mummies record increasing aridity in the Nile valley from 5500 to 1500 yr before present. *Earth and Planetary Science Letters* 375, 92–100.
- Tuross, N., Warinner, C., Kirsanow, K., Kester, C., 2008. Organic oxygen and hydrogen isotopes in a porcine controlled dietary study. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 22, 1741–1745. <https://doi.org/10.1002/rcm.3556>
- Van Klinken, G.J., 1999. Bone collagen quality indicators for palaeodietary and radiocarbon measurements. *Journal of Archaeological Science* 26, 687–695.
- Vander Zanden, H.B., Soto, D.X., Bowen, G.J., Hobson, K.A., 2016. Expanding the Isotopic Toolbox: Applications of Hydrogen and Oxygen Stable Isotope Ratios to Food Web Studies. *Front. Ecol. Evol.* 4. <https://doi.org/10.3389/fevo.2016.00020>
- Wang, N., Li, S., Hu, Y., Song, G., 2017. A Pilot Study of Trophic Level and Human Origins at the Xiaoshuangqiao Site, China (ca. 1400 BC) Using  $\delta\text{D}$  Values of Collagen. *Acta Geologica Sinica - English Edition* 91, 1884–1892. <https://doi.org/10.1111/1755-6724.13417>
- Wang, Y., Von Euw, S., Fernandes, F.M., Cassaignon, S., Selmane, M., Laurent, G., Pehau-Arnaudet, G., Coelho, C., Bonhomme-Coury, L., Giraud-Guille, M.-M., Babonneau, F., Azaïs, T., Nassif, N., 2013. Water-mediated structuring of bone apatite. *Nature Mater* 12, 1144–1153. <https://doi.org/10.1038/nmat3787>
- Wassenaar, L.I., Hobson, K.A., 2003. Comparative equilibration and online technique for determination of non-exchangeable hydrogen of keratins for use in animal migration studies. *Isotopes in Environmental and Health Studies* 39, 211–217. <https://doi.org/10.1080/1025601031000096781>
- Wassenaar, L.I., Hobson, K.A., 2000. Improved Method for Determining the Stable-Hydrogen Isotopic Composition ( $\delta\text{D}$ ) of Complex Organic Materials of Environmental Interest. *Environ. Sci. Technol.* 34, 2354–2360. <https://doi.org/10.1021/es990804i>
- Werner, R.A., Brand, W.A., 2001. Referencing strategies and techniques in stable isotope ratio analysis. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 15, 501–519. <https://doi.org/10.1002/rcm.258>
- Wilson, E.E., Awonusi, A., Morris, M.D., Kohn, D.H., Tecklenburg, M.M.J., Beck, L.W., 2006. Three Structural Roles for Water in Bone Observed by Solid-State NMR. *Biophysical Journal* 90, 3722–3731. <https://doi.org/10.1529/biophysj.105.070243>
- Wopenka, B., Pasteris, J.D., 2005. A mineralogical perspective on the apatite in bone. *Materials Science and Engineering: C, NATO Advanced Study Institute* 25, 131–143. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2005.01.008>



Supplementary Figure 1: (A) Hydrogen isotope values ( $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ , ‰ V-SMOW) vs. carbon isotope values ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ , ‰ V-PDB) of bone collagen and (B) Hydrogen isotope values of bulk bone ( $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ , ‰ V-SMOW) vs. carbon isotope values of bone collagen ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ , ‰ V-PDB) from the humans and animals of Thézy-Glimont, Picardie, France. Linear regression lines are represented with Spearman's test correlation coefficient ( $r_s$ ) and p-value.

Chapitre 8 : Développement analytique de proxys isotopiques

Individual	Type	Sample type	$\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ‰, V-SMOW	SD	$\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ ‰, V-SMOW	SD	$\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ ‰, V-SMOW	SD
TG-01	<i>Homo sapiens</i>	Cranium vault	-	-	-	-	-51.4	1.1
		Chin	-31.7	1.1	-	-	-57.9	1.6
		Cervical vertebra	-31.5	1.0	-	-	-44.4	0.8
		Thoracic vertebra	-33.8	1.1	-	-	-47.0	0.9
		Lumbar vertebra	-33.9	0.9	-	-	-56.6	1.3
		Left rib	-30.8	0.2	-	-	-49.9	0.6
		Right humerus (epiphysis)	-26.3	0.7	-	-	-55.3	0.1
		Left humerus (epiphysis)	-32.4	1.8	-	-	-56.9	0.6
		Right carpus	-29.6	1.6	-	-	-59.7	0.8
		Left carpus	-30.0	0.3	-	-	-56.3	0.9
		Right metacarpus	-	-	-	-	-57.7	1.4
		Right iliac crest	-28.8	1.1	-	-	-58.8	0.6
		Left iliac crest	-24.5	0.8	-	-	-60.4	1.1
		Right femur (diaphysis)	-25.2	0.8	-	-	-40.7	1.7
		Left femur (diaphysis)	-31.5	1.3	-	-	-61.0	1.9
		Right tibia (diaphysis)	-20.2	0.5	-	-	-36.3	1.3
		Left tibia (diaphysis)	-31.6	1.4	-	-	-65.4	0.6
		Right heel	-26.5	1.0	-	-	-37.5	2.0
		Left heel	-32.4	1.3	-	-	-37.0	1.8
		1st premolar (PM1)	-	-	-69.5	2.2	-	-

## Chapitre 8 : Développement analytique de proxys isotopiques

TG-02	<i>Homo sapiens</i>	1st molar (M1)	-	-103.1	1.5	-	1.9
		2 <sup>nd</sup> molar (M2)	-	-106.6	2.8	-	4.6
		Cranium vault	-32.9	0.3	-	-57.5	1.9
		Chin	-	-	-	-61.7	4.6
		Right humerus (epiphysis)	-27.3	0.7	-	-50.5	1.5
		Left humerus (epiphysis)	-28.9	0.2	-	-53.5	1.9
		Right carpus	-	-	-	-41.9	1.0
		Left carpus	-	-	-	-46.8	1.9
		Right metacarpus	-	-	-	-54.0	1.8
		Left metacarpus	-32.4	0.9	-	-48.4	1.2
		Right femur (diaphysis)	-29.8	0.5	-	-53.4	0.9
		Left femur (diaphysis)	-26.9	1.1	-	-44.3	1.1
		Right tibia (diaphysis)	-26.6	0.8	-	-63.5	1.2
		Left tibia (diaphysis)	-29.2	0.8	-	-38.3	2.2
TG-03	<i>Homo sapiens</i>	Right heel	-31.7	0.9	-	-53.0	1.9
		Left heel	-34.3	0.9	-	-54.1	1.2
		1st premolar (PM1)	-	-	-77.7	-	1.9
		1st molar (M1)	-	-	-100.4	-	1.0
		3rd molar (M3)	-	-	-131.2	-	0.9
		Cranium vault	-34.9	1.6	-	-75.8	1.2
		Chin	-27.8	1.0	-	-62.6	2.4
Cervical vertebra	-34.0	1.0	-	-67.7	1.6		

## Chapitre 8 : Développement analytique de proxys isotopiques

Thoracic vertebra	-	-	-	-63.8	1.3
Lumbar vertebra	-28.3	0.9	-	-53.9	1.2
Rib	-35.1	1.1	-	-66.5	1.4
Right humerus (diaphysis)	-24.1	0.8	-	-56.7	1.1
Left humerus (epiphysis)	-	-	-	-66.4	1.0
Right carpus	-	-	-	-72.8	0.5
Left carpus	-31.7	0.7	-	-65.2	1.3
Right metacarpus	-36.2	0.3	-	-71.5	1.6
Left metacarpus	-29.4	0.9	-	-57.6	0.5
Left iliac crest	-29.0	0.9	-	-64.1	0.5
Right femur (diaphysis)	-27.5	0.4	-	-67.1	1.4
Left femur (diaphysis)	-35.6	1.5	-	-73.6	1.2
Right tibia (diaphysis)	-28.3	0.7	-	-65.7	0.7
Left tibia (diaphysis)	-29.1	0.5	-	-63.7	0.7
Right heel	-32.4	0.8	-	-67.6	1.5
Left heel	-30.9	0.2	-	-69.2	0.2
1st premolar (PM1)	-	-	-90.6	1.7	-
2nd molar (M2)	-	-	-89.7	0.9	-
3rd molar (M3)	-	-	-105.3	2.2	-

Supplementary Table 1: Nature, identification of the individuals TG-01, TG-02 and TG-03, with corresponding hydrogen isotope values of bone collagen ( $\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$ ), of tooth enamel ( $\delta^2\text{H}_{\text{enamel}}$ ) and of bulk bone material ( $\delta^2\text{H}_{\text{bone}}$ ). SD = standard deviation.

Individual	Sample type	%H	%H	%H
		Bone collagen	Bulk bone	Tooth enamel
TG-01	Skeleton*	5.6	1.5	-
	PM1	-	-	0.8
	M1	-	-	0.5
	M2	-	-	0.5
TG-02	Skeleton*	5.6	1.7	-
	PM1	-	-	0.7
	M1	-	-	0.6
	M3	-	-	0.5
TG-03	Skeleton*	5.3	1.4	-
	PM1	-	-	0.7
	M2	-	-	0.7
	M3	-	-	0.6
TG-04	Femur	4.4	1.4	-
TG-05	Femur	4.5	1.5	-
TG-06	Femur	-	1.4	-
TG-07	Femur	4.6	1.5	-
TG-08	Tibia	5.3	1.4	-
TG-B1	Phalanx	4.5	1.3	-
TG-B2	Talus	5.2	1.5	-
TG-B3	Phalanx	5.4	1.3	-
TG-B4	Phalanx	-	1.8	-
	M3	-	-	0.4
TG-B5	M3	-	-	0.4
TG-B6	PM	-	-	0.3
TG-CH1	M3	-	-	0.4
TG-CH2	M	-	-	0.4
TG-CH3	M	-	-	0.4
TG-CH4	M	-	-	0.4
TG-CO1	Radius	4.5	1.8	-
	Rib	5.3	1.2	-
	Vertebra	5.2	1.3	-

Supplementary Table 3: Hydrogen elemental (%H) composition of bone collagen, bulk bone, and tooth enamel of the humans and animals of Thézy-Glimont, Picardie, France.

La Supplementary Table 2 (fichier Excel) peut être téléchargée à l'adresse indiquée en Annexe 1.

## II. Analyse de la composition isotopique de l'oxygène du collagène

La composition isotopique de l'oxygène du collagène ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$ ) des individus humains et animaux de Thézy-Glimont a été également mesurée. Celle-ci, bien qu'affectée par des échanges isotopiques avec l'atmosphère comme pour le système isotopique de l'hydrogène (von Holstein *et al.*, 2018) peut être discutée en supposant que les échanges sont similaires pour tous les échantillons et en ne considérant que les variations relatives.

Comme pour le système de l'hydrogène, l'homogénéité à l'échelle squelettique de la composition isotopique et élémentaire de l'oxygène du collagène a été estimée. Les résultats détaillés sont disponibles en Annexe 10. Les concentrations élémentaires en oxygène (%O) sont en moyenne de  $22,4 \pm 0,1$  % pour TG-01,  $21,8 \pm 0,3$  % pour TG-02 et  $22,3 \pm 0,3$  % pour TG-03. Ces teneurs élémentaires sont homogènes et comparables à celles observées pour le squelette d'humain actuel (Chapitre 5). Les valeurs moyennes de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$  obtenues sont de  $+14,0 \pm 1,8$ ‰ pour TG-01,  $+16,0 \pm 2,1$  ‰ pour TG-02 et  $+15,0 \pm 0,8$  ‰ pour TG-03. L'étude intra-squelettique réalisée permet, de manière similaire aux autres systèmes isotopiques, d'estimer l'homogénéité isotopique à l'échelle individuelle de ce système. Pour cela, la déviation de la composition isotopique de l'os par rapport à la moyenne du squelette a été estimée selon l'équation :

$$\delta^{18}\text{O}_{\text{squelette}}^{\text{coll}}(\text{‰}) = \delta^{18}\text{O}_{\text{V-SMOW}}^{\text{coll}} + \delta^{18}\text{O}_{\text{squelette}}^{\text{V-SMOW}} + \delta^{18}\text{O}_{\text{V-SMOW}}^{\text{coll}} \times \delta^{18}\text{O}_{\text{squelette}}^{\text{V-SMOW}} \times 10^{-3}$$

avec  $\delta^{18}\text{O}_{\text{V-SMOW}}^{\text{coll}}$  étant la mesure de la composition isotopique de l'oxygène du collagène de chaque os, et  $\delta^{18}\text{O}_{\text{squelette}}^{\text{V-SMOW}}$  étant calculé à partir des compositions moyennes de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{V-SMOW}}^{\text{coll}}$  pour chaque individu.

Les résultats sont représentés sur la Figure 72. À l'échelle des trois squelettes, aucun enrichissement ou appauvrissement localisé et répétable n'est repéré. On observe une variabilité plus importante du  $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$  par rapport à la composition isotopique de l'oxygène des groupements phosphates pour les mêmes individus (Clauzel *et al.*, 2020). Cela peut être attribué à une plus grande incertitude analytique sur les mesures (Chapitre 4), ainsi qu'à de potentiels effets biologiques. En effet, contrairement à l'oxygène intégré dans le réseau de l'hydroxyapatite qui précipite à partir de l'eau corporelle, l'oxygène intégré dans les protéines de collagène passe par divers processus métaboliques et de biosynthèse (Kirsanow *et al.*, 2008



; Tuross *et al.*, 2008). Les différences au sein d'un individu sont comparables à celles observées par Tuross *et al.* (2008) sur des porcs soumis à une alimentation contrôlée. On peut considérer ici que l'ensemble du squelette est homogène isotopiquement. Cette homogénéité isotopique est à mettre en lien avec le mode de vie des individus, interprétés comme étant autochtones, sédentaires, et avec un régime alimentaire stable tout au long de leur vie. La « source » isotopique de l'oxygène du collagène est donc estimée constante pour ces trois individus durant leur vie. Cette source peut être identifiée en considérant l'ensemble des individus du site archéologique.

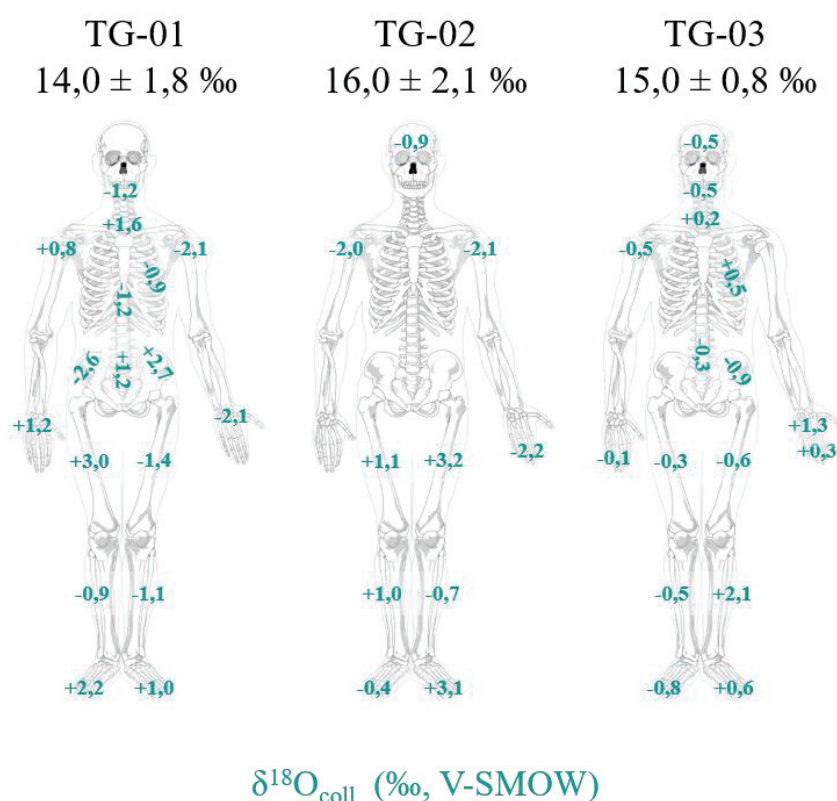


Figure 72 : Variabilité isotopique intra-squelettique de l'oxygène du collagène mesurée sur les trois individus TG-01, TG-02 et TG-03.

Pour l'ensemble des individus les valeurs de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$  varient entre  $+8,9 \pm 0,4$  ‰ et  $+16,7 \pm 1,5$  ‰ (Tableau 26). Elles sont comprises entre  $+10,3$  ‰ et  $+16,0$  ‰ pour les humains avec une valeur moyenne de  $+13,3 \pm 2,8$  ‰ et entre  $+11,6$  ‰ et  $+15,7$  ‰ pour les animaux avec une valeur moyenne de  $+14,3 \pm 2,3$  ‰. Les concentrations élémentaires en oxygène varient entre  $20,8 \pm 0,4$  % et  $23,6 \pm 0,4$  %, et sont comparables entre humains et animaux (Tableau 26).

Individu	Échantillon	$\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$ (‰, V-SMOW)	Déviati standard	%O (%)	Déviati standard
TG-01	Squelette*	+14,0	1,8	22,4	0,1
TG-02	Squelette*	+16,0	2,1	21,8	0,3
TG-03	Squelette*	+15,0	0,8	22,3	0,3
TG-04	Fémur	+10,8	0,2	21,9	0,6
TG-05	Fémur	+10,4	0,6	20,6	0,8
TG-06	Fémur	-	-	-	-
TG-07	Fémur	+10,3	0,5	21,5	1,0
TG-08	Tibia	+16,7	1,5	23,1	0,3
TG-B1	Phalange	+11,6	0,9	20,8	0,4
TG-B2	Talus	+15,7	0,3	23,3	0,5
TG-B3	Phalange	+15,6	0,5	23,6	0,4
TG-CO1	Squelette*	+12,1	2,8	23,0	1,7

Tableau 26 : Composition isotopique de l'oxygène du collagène ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$ , ‰ V-SMOW) et concentration élémentaire en oxygène du collagène (%O, %) mesurées sur les restes osseux des individus humains et animaux de Thézzy-Glimont. « Squelette\* » représente les trois individus échantillonnés graduellement.

On observe que les concentrations élémentaires en oxygène du collagène sont très similaires entre tous les individus, et comparables à la concentration élémentaire moyenne de  $22,0 \pm 1,0$  % mesurée sur le squelette d'humain moderne (Chapitre 5). Bien que ceci ne constitue pas un critère de préservation du signal, on peut néanmoins supposer que l'oxygène contenu dans les acides aminés du collagène n'a pas été dégradé.

Si l'on considère, comme précédemment, les compositions isotopiques de l'oxygène des groupements phosphates ( $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$ ), de l'azote et du carbone du collagène ( $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ,  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ) comme représentatifs de l'enregistrement d'un signal climatique ainsi que d'un signal alimentaire, on peut essayer de comprendre la nature du signal enregistré par l'oxygène du collagène. L'échantillon TG-08 qui, en plus de présenter une valeur de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$  plus élevée que l'ensemble des individus, est également caractérisé par une forte déviation standard, est considéré comme un outlier et est retiré des discussions. On observe une corrélation linéaire entre  $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$  et  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  (Tableau 27), améliorée en considérant  $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$  et  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  calculées à partir des données de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  ( $r^2 = 0,52$ , p-value = 0,03, Figure 73). Celle-ci met en évidence qu'un signal climatique est enregistré par la composition isotopique de l'oxygène du collagène des individus analysés. En revanche, aucune corrélation n'est observée entre les valeurs de  $\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$  et de  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  ou de  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  (Tableau 27), montrant que ces valeurs ne sont pas influencées par le régime alimentaire ou les niveaux trophiques.

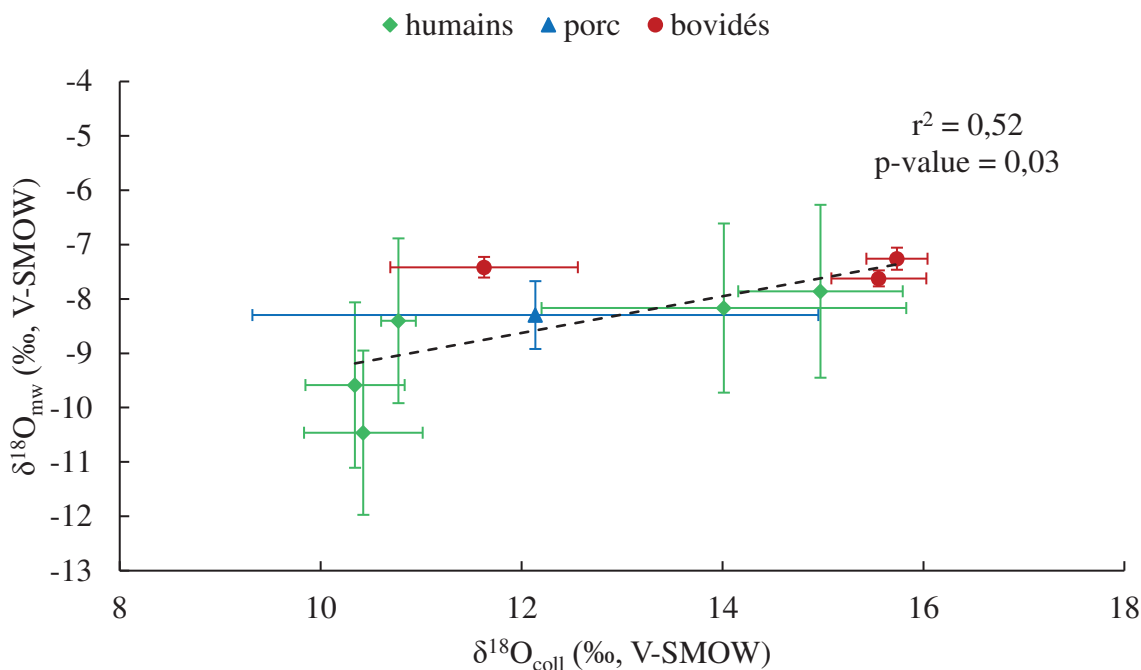


Figure 73 : Composition isotopique de l’oxygène de l’eau météorique estimée ( $\delta^{18}O_{mw}$ , ‰ V-SMOW) vs. la composition isotopique de l’oxygène du collagène osseux ( $\delta^{18}O_{coll}$ , ‰ V-SMOW) des individus humains et animaux de Thézy-Glimont. La droite de régression linéaire est représentée avec le coefficient de corrélation de Pearson ( $r^2$ ) et la p-value.

Variables considérées	Nombre d’échantillons (n)	Test de corrélation de Pearson	
		$r^2$	p-value
$\delta^{18}O_{coll}$ vs. $\delta^{18}O_p$	8	0,49	0,04
$\delta^{18}O_{coll}$ vs. $\delta^{18}O_{mw}$	8	0,52	0,03
$\delta^{18}O_{coll}$ vs. $\delta^{15}N_{coll}$	8	0,12	0,36
$\delta^{18}O_{coll}$ vs. $\delta^{13}C_{coll}$	8	0,20	0,23

Tableau 27 : Tests de corrélation de Pearson appliqués sur les différentes variables considérées.

Ainsi, on montre que la signature isotopique de l’oxygène du collagène des individus de Thézy-Glimont est essentiellement impactée par l’eau de boisson, comme proposé par Crowley (2014). Cela suppose, en termes de cycle biologique, que l’oxygène utilisé dans la biosynthèse des acides aminés du collagène proviendrait de l’eau de boisson intégrée dans l’eau corporelle, et non de la dégradation des macronutriments ingérés, contrairement aux systèmes isotopiques du carbone et de l’azote. La compréhension de ces processus de biosynthèse ainsi que de l’application de ce système isotopique dans le registre archéologique constituent des pistes de recherche et de développement.

### III. Conclusions et perspectives

L'analyse de la composition isotopique de l'hydrogène et de l'oxygène des tissus osseux et dentaires des individus de Thézy-Glimont permet, à l'aide du contexte archéologique ainsi que des données isotopiques acquises illustrant le climat et les pratiques alimentaires de cette population, de mieux comprendre les informations enregistrées par ces proxys. La composition isotopique de l'hydrogène des tissus s'avère être un bon traceur de climat et de régime alimentaire, dans les trois matrices (os global, collagène, émail dentaire) ou celle-ci a été mesurée. La composition isotopique de l'oxygène du collagène semble enregistrer les conditions climatiques, bien que de futures études soient nécessaires pour mieux contraindre ce système et ses sources de variations. Comme l'analyse des compositions isotopiques de l'hydrogène et de l'oxygène du collagène se font de manière couplée (Chapitre 4), le développement de ces proxys permettrait, *via* une seule mesure sur du collagène, de contraindre les deux aspects « climat » et « régime alimentaire », essentiels dans les études bioarchéologiques. De nombreuses perspectives de développement et d'applications sont possibles par l'utilisation de ces proxys.



**Chapitre 9 : Étude isotopique des restes osseux des guerriers du site archéologique de Ribemont-sur-Ancre**

Les mesures des compositions isotopiques de l'oxygène, du carbone et de l'azote ainsi que la mesure du rapport radiogénique du strontium et la datation par le radiocarbone des restes osseux des individus humains et animaux de Ribemont-sur-Ancre permettent de mieux contraindre l'origine des individus enterrés sur le site ainsi que leur statut social, illustré par un accès privilégié à la protéine animale. L'ensemble de ces résultats est présenté dans un article scientifique.

Article scientifique accepté : « Geographic origin and social status of the Gallic warriors from Ribemont-sur-Ancre (France) studied through isotope systematics of bone remains »

Cet article a été soumis en juillet 2022 dans *International Journal of Osteoarchaeology* (Wiley®) et a été accepté pour publication en octobre 2022.

### Résumé :

Ribemont-sur-Ancre, France, est le plus grand assemblage archéologique de Gaule du Nord mis à jour. Ce site est interprété comme un dépôt post-affrontement, bâti afin de célébrer l'esprit guerrier. Néanmoins, la chronologie du site, son organisation et l'origine des guerriers impliqués dans le conflit sont toujours incertaines. Ces questions sont abordées par une approche multi-proxy, basée sur la datation par le radiocarbone et l'analyse en isotope stables et radiogénique de restes osseux retrouvés dans trois structures différentes du site. Un total de 47 restes osseux humains et 12 restes osseux animaux a été analysé pour sa composition isotopique de l'oxygène des groupements phosphates de la bioapatite ( $\delta^{18}\text{O}_p$ ), sa composition isotopique du carbone et de l'azote du collagène osseux ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  et  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ). Un sous-échantillonnage de 17 collagènes et de 20 restes osseux a été sélectionné pour la datation par le radiocarbone et l'analyse de la composition isotopique du strontium radiogénique ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ), respectivement. Tous les échantillons montrent une bonne préservation du signal isotopique, bien que la contribution locale de l'environnement à la signature isotopique du  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  ne puisse pas être exclue. Ainsi, les données isotopiques en strontium sont incluses dans l'étude mais ne sont pas exploitées dans l'interprétation des résultats. La datation par le radiocarbone montre des âges homogènes pour les restes humains, tandis que des dates plus jeunes sont obtenues pour certains restes animaux, mettant en évidence l'usage continu du monument des décennies après le conflit. Les individus humains présentent des valeurs homogènes de valeurs de  $\delta^{18}\text{O}_p$ , qui sont cohérentes avec des études numismatiques indépendantes et suggèrent une potentielle origine géographique localisée autour de la région du Maine. Des hétérogénéités de  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  et de  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  sont identifiées entre les individus des différentes structures et sont attribuées à un accès plus ou moins privilégié à la protéine animale, en fonction du statut social des guerriers enterrés.

Geographic origin and social status of the Gallic warriors from Ribemont-sur-Ancre (France) studied through isotope systematics of bone remains

Thibault Clauzel<sup>a</sup>, Pascale Richardin<sup>b,b'</sup>, Jannick Ricard<sup>c</sup>, Gilles Prilaux<sup>d</sup>, Jeremy E. Martin<sup>a</sup>, Romain Amiot<sup>a</sup>, François Fourel<sup>e</sup>, Anh Nguyen Van<sup>b</sup>, Florent Arnaud-Godet<sup>a</sup>, Arnauld Vinçon-Laugier<sup>a</sup>, Jean-Pierre Flandrois<sup>f</sup> and Christophe Lécuyer<sup>a,\*</sup> §

a: Univ Lyon, Univ Lyon 1, ENSL, CNRS, LGL-TPE, F-69622, Villeurbanne, France

b: Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France C2RMF, Palais du Louvre, Porte des Lions, Paris, France

b': TEMPS–Technologie et Ethnologie des Mondes Préhistoriques, CNRS UMR8068, Université Paris 1 Panthéon Sorbonne & Paris Nanterre, Nanterre, France

c: TRAME (Université de Picardie Jules Verne) & Unité Mixte de Recherche n° 8546, AOrOc, CNRS, ENS Ulm, Paris, France

d: HALMA - Histoire Archéologie Littérature des Mondes Anciens - UMR 8164 (ULille, CNRS, MC), Université de Lille, 59653 Villeneuve d'Ascq

e: Univ Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, ENTPE, UMR 5023 LEHNA, F-69622, Villeurbanne, France

f: Université de Lyon, CNRS, UMR 5558, Laboratoire de Biométrie et Biologie Evolutive, Villeurbanne, France

§: also at Institut Universitaire de France

\*: corresponding author – mail: [christophe.lecuyer@univ-lyon1.fr](mailto:christophe.lecuyer@univ-lyon1.fr)

**Keywords:** stable isotopes, migration, Iron Age, bones, diet



## Abstract

Ribemont-sur-Ancre, France, is the biggest excavated human skeletal assemblage of Northern Gaul. It is interpreted as a post-battle deposit constructed to celebrate war. However, the chronology of the site, its organization and the origin of the buried warriors are still poorly understood. These problems are studied by a multi-proxy approach, based on radiocarbon dating, stable and radiogenic isotope analysis of bone remains from three structures within the site. A total of 47 human and 12 animal bone samples were analyzed for their oxygen isotope composition of bone bioapatite ( $\delta^{18}\text{O}_p$ ), carbon and nitrogen isotope compositions of bone collagen ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ). Subsamples of 17 bone collagen and 20 bone samples were selected for radiocarbon dating and strontium isotope analysis ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ), respectively. All samples show preservation from diagenesis, although  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  contribution from the burial environment cannot be excluded. Therefore, the strontium isotope data are included in the study but are not used in the interpretation of the results. Homogeneous radiocarbon dates of human remains are observed, while later dates are obtained for some animal remains, highlighting the continuous use of the monument decades after the conflict. Human individuals have homogeneous  $\delta^{18}\text{O}_p$  values, which are consistent with independent numismatic analyses and lead us to propose the Maine region as a potential geographic origin. Heterogeneities of  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values are highlighted between individuals from different structures and are attributed to preferential access to animal protein and different social statuses among the buried warriors.

## Introduction

Warfare, which is recorded since the Early Holocene (Lahr et al., 2016), displays the human condition in extreme situations. It has pushed societies to collaborate and innovate, but also led to acts of cruelty and vandalism. It is observed on prehistorical sites such as Talheim (Germany, Wahl & Trautmann, 2012) and is depicted in historical records, such as the chronicles of the conquest of Gilgamesh in 2700 BCE (Bauer, 2007) or the History of the Peloponnesian War by Thucydides (V<sup>th</sup> century BCE).

Violence, massacres, and inter-tribal warfare are attested in Europe during the Iron Age by numerous archaeological sites, such as Alken Enge (Denmark, Holst et al., 2018), Maiden Castle Hillfort (England, Redfern, 2011) or La Hoya (Spain, Quesada-Sanz, 2015). During the Later Iron Age, the European territory was occupied by the Gauls, whose belligerent nature was recognized by all as depicted by Aristotle (Politics, IV, 1324b). Gallic society was composed of households and extended families, gathered in larger groups described by Caesar (*Comentarii de Bello Gallico*) as *pagi*, which occupied a politically and geographically coherent territory (Fichtl, 2004; Rose & Fernández-Götz, 2019). Each *pagi* had its own army and operated separately during military operations (Brunaux, 2005). Inter-tribal relationships, which were cultivated through continuous warfare, ranged from domination to alliance and clientelism (Fichtl, 2004; Brunaux, 2005). Because of the oral transmission of culture among the Gauls, no records of these confrontations have been found, and the only archaeological evidence of inter-tribal warfare are post-war deposits and ceremonial monuments (Fernández-Götz & Roymans, 2017). The Picardie region, North of France, is where these post-war monuments were first excavated in the years 1970-1980, with the emblematic one of Gournay-sur-Aronde (Brunaux et al., 1980; Rose, 2020) and the sanctuary of Ribemont-sur-Ancre. However, there are still many questions about the internal organization of these monuments and the conflicts that led to their construction.

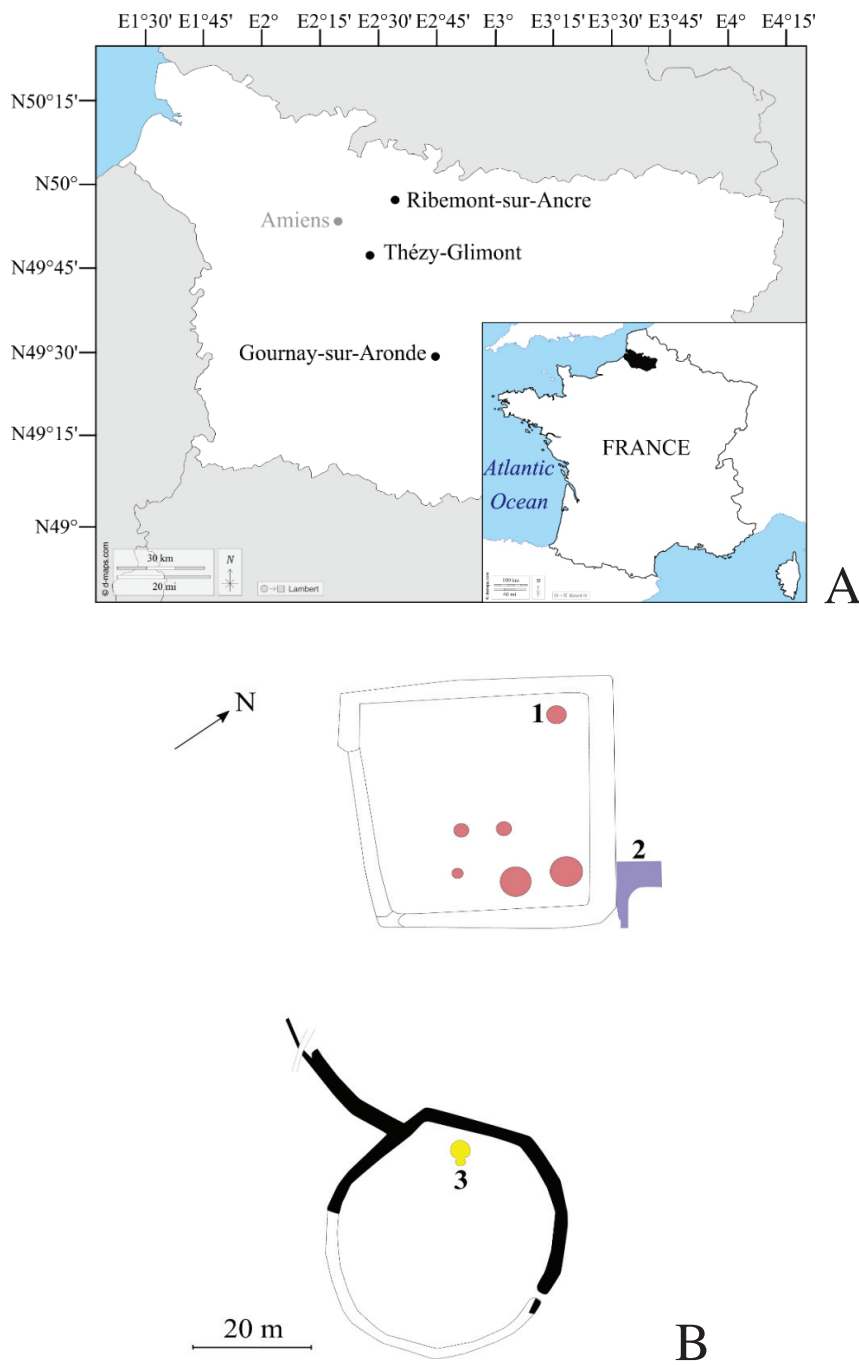
### The Ribemont-sur-Ancre archaeological site

The Ribemont-sur-Ancre archaeological monument (49°57'53.4" N, 2°33'13.3" E) is built on the western slope of the Ancre river, 20 km northeast from the city of Amiens (Figure 1A). It is the biggest excavated human skeletal assemblage in Northern Gallic archaeology to date (Ricard, 2014; Rose, 2020) with ~23 000 human bone remains belonging to an estimated Minimal Number of Individuals (MNI) of 508 and ~10 000 iron components from weapons,

harnesses and chariots (Brunaux et al., 1999). These objects, dated from the III<sup>rd</sup> century BCE, bear marks of their use in battle (Lejars, 1998). All human individuals are identified as men, which were mostly young and tall (Ricard, 2014). No crania were discovered, and numerous cervical vertebrae bear osteological evidence of beheading (Ricard, 2014; Brunaux, 2018), which is part of the Gauls' ritual treatment of dead enemies as attested by Diodorus Siculus (Historical Library, V, 29, 4). Some bones bear marks of weapon impact or post-mortem dismemberment (Brunaux, 2018). The monument is interpreted as a post-battle deposit, dedicated to war, erected after a huge conflict between two or several populations 10/11/2022 5:30:00 PM. Precise descriptions and interpretations of Ribemont-sur-Ancre can be found in Brunaux et al. (1999), Ricard (2014), Fercoq du Leslay (2017) and Rose (2020). However, there is still no consensus about the internal organization of the archaeological site, its chronology, the location of the confrontation and the origins of the warriors who took part in it 10/11/2022 5:30:00 PM. These debates, which are presented in Appendix S1, mostly revolve around three specific deposit structures found within the site (Figure 1B, Figure S1).

The first one has been historically called “ossuary” and is comprised in a quadrangular enclosure located on the northern part of the site. The ossuary is a ritual pit under the form of a cubic bone frame of 1.65 m by side, made of limb bones from humans (~2 000) and horses (~100), and filled in its center by bone ashes and fragments. The estimated MNI is 179. All bones are stratigraphically associated with the La Tène period. It was probably one of four similar ossuaries constructed in each corner of the quadrangular enclosure during the III<sup>rd</sup> century BCE (Rose, 2020).

East of the quadrangular enclosure, the second structure, interpreted as a “mass grave”, is a high concentrated deposit of weapons (~500) and human remains (~13 000). It is widespread on at least 35 m<sup>2</sup> and up to 40 cm deep. The computed MNI of 114 is probably an underestimation as the feature was heavily disturbed by the construction of a Gallo-Roman portico. Human skeletons are intact for the most part, and bones retain extensive anatomical connection (Ricard, 2014). Pedologic and paleoparasitological studies suggest a single deposit of the corpses, which were left to decay in the structure (Thiol, 2002). It is very similar to the archaeological deposit of Moeuvres c. 50 km to the Northeast (Salomon, 1913).



**Figure 1:** (A) Geographic map of France with a focus on the Picardie region and location of the archaeological sites of Ribemont-sur-Ancre, Thézy-Glimont and Gournay-sur-Aronde. The datum used for latitude and longitude is WGS84. (B) General map of the Ribemont-sur-Ancre archaeological site with the three structures considered in the study: (1) The ossuary within the quadrangular enclosure, (2) the mass grave and (3) the circular enclosure. Other bone frame structures are represented as red circles. After Ricard (2014).

Finally, south of the site, the third structure is a “circular enclosure”, which contains, in its northern part, five pits in which a total of 391 human bones belonging to an estimated MNI of 30, associated with ceramics and animal bones, were excavated. Human bones bear marks of violence with documented extensive trauma (Ricard, 2014), while weathering and gnawing marks suggest exposure to the open air for between a decade to a year before the bones were collected for interment (Rose, 2020).

This paper seeks to further understanding of the site of Ribemont-sur-Ancre through radiocarbon dating, radiogenic and stable isotope analysis of the osteological material from these three structures.

#### Radiogenic and stable isotope analysis of archaeological bone remains

Bioarchaeology techniques such as isotopic compositions of human and animal remains are frequently used to understand funerary and warfare archaeological sites, such as Eulau and Tollense Valley (Germany, Haak et al., 2008; Price et al., 2019); Musselburgh (Scotland, Moore et al., 2020), Potočani (Croatia, McClure et al., 2020) or CA-YOL-117 (California, Eerkens et al., 2014).

Geographic origin of human populations can be studied using the radiogenic strontium ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ) and stable oxygen ( $\delta^{18}\text{O}$ ) isotope compositions of bone remains. There is a direct link between an individual's  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  signature and their geographic origin as strontium isotope ratios are affected by very low isotopic fractionations during transfer processes at low temperature and biologic absorption (Price et al., 1994, 2002; Faure & Mensing, 2005). Baselines of the  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  ratio available to biological organisms, called bioavailable strontium, have been generated through *in situ* sampling in different regions (*e.g.* Evans et al., 2010; Bataille et al., 2012) and allow mobility to be studied at a fine scale.

The oxygen isotope composition ( $\delta^{18}\text{O}$ ) of mineralized tissues from mammals comes from food and drinking water (Longinelli, 1984; Luz et al., 1984; Kohn, 1996). Humans, as omnivores with moderate water turnover, have an oxygen isotope signature mainly imprinted by the  $\delta^{18}\text{O}$  value of drinking water, which, during pre-industrial times, is assumed to come from local sources derived from local meteoric waters (Daux et al., 2005; Darling, 2006). Therefore, the  $\delta^{18}\text{O}$  of bioapatite measured in human bone remains reflects the local meteoric water consumed during their adult life, whereas childhood can be studied using the  $\delta^{18}\text{O}$  of bioapatite from tooth enamel (Clauzel et al., 2020).

Information about dietary practices can be acquired through carbon ( $\delta^{13}\text{C}$ ) and nitrogen ( $\delta^{15}\text{N}$ ) stable isotope analysis of bone collagen, as both systems are inherited from food (DeNiro & Schoeninger, 1983; Hare et al., 1991). The  $\delta^{13}\text{C}$  value of bone collagen discriminates between a  $\text{C}_3$  and a  $\text{C}_4$ -plant diet or the consumption of marine products (Schoeninger & DeNiro, 1984). The  $\delta^{15}\text{N}$  value of bone collagen indicates trophic-level due to an isotopic enrichment from prey to consumer comprised between +2‰ and +6‰ (DeNiro & Epstein, 1981; Schwarcz & Schoeninger, 1991; O'Connell et al., 2012). It is also a marine consumption indicator (Schoeninger & DeNiro, 1984), as higher  $\delta^{15}\text{N}$  values are measured in marine organisms due to longer trophic chains in the ocean (Tykot, 2004).

### Materials and methods

A total of 59 samples were collected from bone remains of 47 humans and 12 animals from the three structures with respectively 19 human and 6 horse samples from the ossuary, 18 human samples from the mass grave (where animals are absent), 10 human and 6 animal samples from the circular enclosure. Bone samples of approximately 2g were acquired using a toothless diamond saw blade fitted to a Dremel™ drill. For all individuals, we ensured to sample the same bone element, and on the same location within the bone, to avoid collecting the same individual twice. Specifically, right femur epiphysis was sampled for humans, right tibia epiphysis was sampled for horses from the ossuary and limb bone was sampled for animals from the circular enclosure. Human remains were treated with dignity and respect (Squires et al., 2019) and care was taken to keep destruction to a minimum, in the presence and in accordance with the curators of the Ribemont-sur-Ancre Conservation Center. All remaining material will be returned to permit future analysis while avoiding new sampling. All 59 bone samples were analyzed for their  $\delta^{18}\text{O}$  value of bioapatite phosphate groups,  $\delta^{13}\text{C}$  and  $\delta^{15}\text{N}$  values of bone collagen, while subsamples of 17 bone collagen and 20 bone samples were selected for radiocarbon dating and strontium isotope analysis, respectively (Tables S1 to S4). The performed cleaning, extractions, radiocarbon dating, isotopic and elemental analysis are described in detail in Appendix S2. Except for strontium analysis, isotopic data are reported as  $\delta$  values with respect to standard references in ‰ units. All statistical tests were performed using the PAST 4.09 software (Hammer et al., 2001).

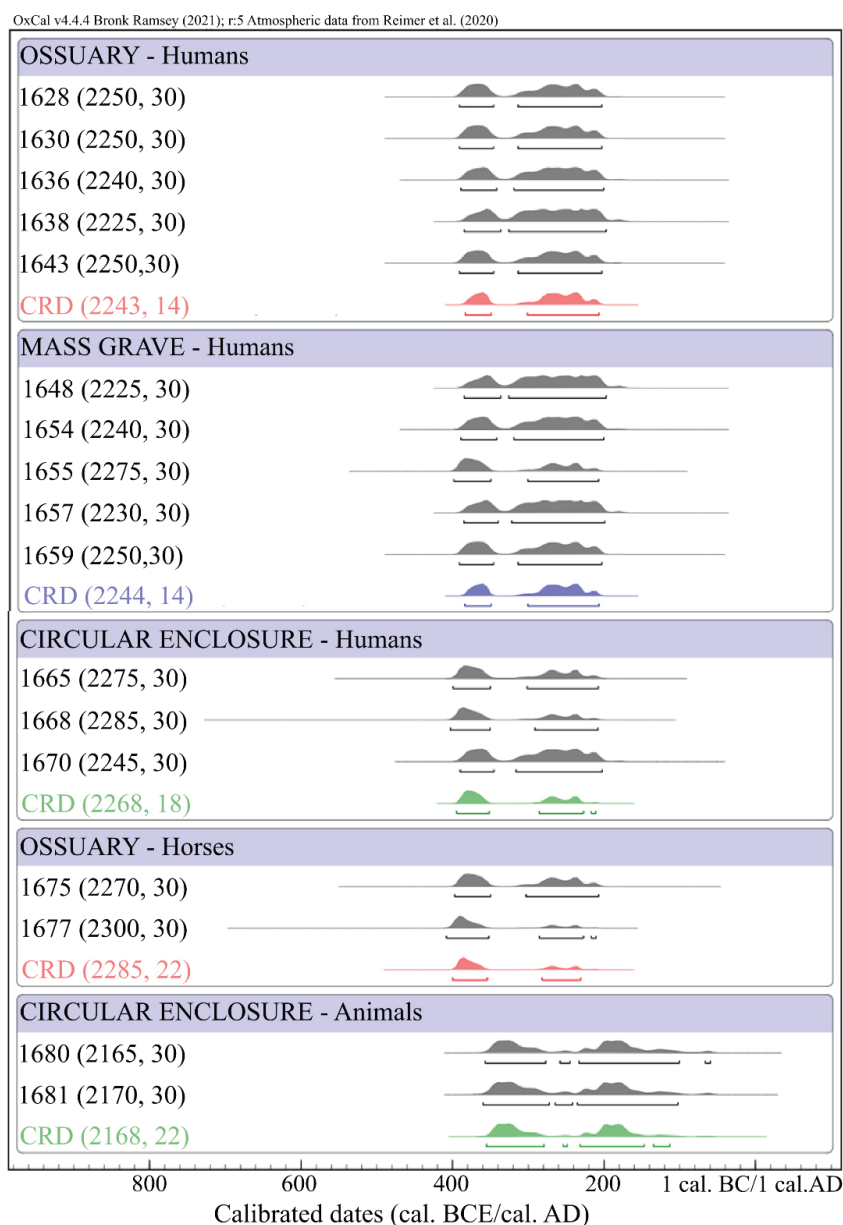
## Results

Radiocarbon dating, radiogenic and stable isotope compositions and elemental concentrations measured in human and animal bone remains are available in Tables S1 to S4 and illustrated in Figures 2 to 4 and Figures S2 and S3. Stable isotope data coming from the nearby, contemporaneous archaeological site of Thézy-Glimont (Clauzel et al., 2020) is considered for discussion.

The complete data for the radiocarbon dating of the 17 samples is reported in Table S1 and illustrated in Figure 2. The combined radiocarbon date (CRD) for each structure is acquired by combining the dates obtained for all individuals before calibration. It is checked for internal consistency by a chi-squared test which is performed automatically by the OxCal™ program. The CRD obtained for the five human remains from the ossuary is  $2243 \pm 14$  BP, corresponding to a calibrated date at  $2\sigma$  (95.4%) certainty of 390-350 cal. BCE (28%) and 310-200 cal. BCE (67.6%). Considering the five human remains from the mass grave, the CRD is  $2244 \pm 14$  BP, which corresponds to a calibrated date of 400-350 cal. BCE (54%) and 290-210 cal. BCE (41.5%). Finally, for the three human remains from the circular enclosure, the CRD is  $2268 \pm 18$  BP, corresponding to a calibrated date of 390-350 cal. BCE (28.9%) and 310-200 cal. BCE (66.5%). The CRD obtained for the two horse remains from the ossuary is  $2285 \pm 22$  BP, with a calibrated date of 400-350 cal. BCE (67.9%) and 290-230 cal. BCE (27.5%), while the two pigs from the circular enclosure give a CRD of  $2168 \pm 22$  BP, with calibrated dates of 360-270 cal. BCE (46.8%) and 260-110 cal. BCE (48.6%).

The  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  ratio of bone remains range from 0.708511 to 0.709670 for humans and from 0.708685 to 0.709360 for animals, with an overall average  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  value of  $0.708892 \pm 0.000295$  (Figure S2). The  $\delta^{18}\text{O}$  values of bone bioapatite phosphate groups ( $\delta^{18}\text{O}_p$ ) range from +16.6‰ (V-SMOW) to +18.0‰ for humans and from +16.8‰ to +18.0‰ for animals (Figure 3A). The human average  $\delta^{18}\text{O}_p$  values are  $+17.3 \pm 0.3$ ‰ for the ossuary,  $+17.0 \pm 0.3$ ‰ for the mass grave, and  $+17.4 \pm 0.3$ ‰ for the circular enclosure. The horses from the ossuary have an average  $\delta^{18}\text{O}_p$  value of  $+17.4 \pm 0.3$ ‰, while animals from the circular enclosure have an average  $\delta^{18}\text{O}_p$  value of  $+17.5 \pm 0.5$ ‰. The  $\delta^{13}\text{C}$  values of bone collagen ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ) range from -20.4‰ (V-PDB) to -17.0‰ for humans and from -23.1‰ to -21.8‰ for animals (Figure 5). The average  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  values of humans are  $-19.8 \pm 0.3$ ‰,  $-19.3 \pm 0.7$ ‰ and  $-19.9 \pm 0.3$ ‰ for the ossuary, the mass grave, and the circular enclosure, respectively. On the other hand, the average  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  value of horses from the ossuary is  $-22.5 \pm 0.2$ ‰, while it is  $-22.4 \pm 0.5$ ‰ for the animals from the circular enclosure. The  $\delta^{15}\text{N}$  values of bone collagen

( $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ) range from +6.9‰ (AIR) to +13.0‰ for humans and from +4.6‰ to +9.8‰ for animals (Figure 5). The average  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values of humans are  $+8.9\pm 1.1\text{‰}$ ,  $+10.5\pm 0.7\text{‰}$  and  $+9.7\pm 1.2\text{‰}$  for the ossuary, the mass grave, and the circular enclosure, respectively. It is  $+6.0\pm 1.1\text{‰}$  for the horses from the ossuary and  $+6.9\pm 1.8\text{‰}$  for the animals from the circular enclosure.



**Figure 2:**  $^{14}\text{C}$  dating (Before Present) and corresponding calibrated dates at 95.4% certainty of the human and animal bone collagen samples from Ribemont-sur-Ancre. Data are presented under the form “sample ( $^{14}\text{C}$  date, standard deviation)” and calibrated dates are indicated on the left of the figure. Combined Radiocarbon Dates (CRD) are available for each studied structure and are checked for internal consistency by a chi-squared test which is performed automatically by the OxCal™ program.



The carbon (%C) and nitrogen (%N) elemental concentrations of bone collagen, together with their molar C:N ratios are available in Table S3, with average %C, %N, and C:N values of  $40.3\pm 2.2\%$ ,  $14.5\pm 0.7\%$  and  $3.3\pm 0.1$ , respectively. Elemental concentrations were measured for the samples selected for radiogenic strontium isotope analysis and are reported in Table S4 and illustrated in Figure S3.

### **Discussion**

#### **Limitations of the study**

The isotopic study of human and animal bone remains to understand archaeological sites is submitted to some limitations which need to be considered when interpreting such data.  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  ratios are preferably measured on tooth enamel, which is more resistant to diagenesis due to lower porosity and higher crystallinity (Budd et al., 2000; Hedges, 2002), while tooth dentin and bone are expected to exchange with the soil and to represent the local environment (Hoppe et al., 2003; Bentley, 2006). In the case of Ribemont-sur-Ancre, no tooth material is available due to systematic removal of the crania. The Sr isotope composition was analyzed on bone remains, and preservation from diagenesis is discussed in the following section of the discussion. As strontium contribution from the burial environment could not be excluded, the data are not used to discuss the origin of the individuals. The use of  $\delta^{18}\text{O}$  values to study mobility is also subject to uncertainties such as inter-individual variability (Lightfoot & O'Connell, 2016) or large errors associated with oxygen isotope fractionation equations (Pollard et al., 2011). Therefore, specific geographic areas cannot be indicated based on this proxy alone, but more precise locations can be considered based on a body of archaeological and isotopic evidence (Lightfoot & O'Connell, 2016), such as documented in this study.

#### **Preservation of the isotope signal**

The isotope composition of bone remains can be altered by various processes during burial, decomposition, and fossilization (*e.g.* Hedges, 2002; Kendall et al., 2018). Therefore, its preservation needs to be assessed following several external, internal, elemental, and isotopic criteria. They are discussed for the bone remains of Ribemont-sur-Ancre in Appendix S3 and show that the pristine character of the isotope signal is preserved in both the mineral and the organic matrix of bones. In the case of the  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  signature of bone remains, there is currently

no certain way to assess its preservation. In this study, several criteria have been tested and would advocate for the absence of diagenetic alteration (Appendix S3). However, all samples have  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  that are consistent with the local burial soil and contribution from the burial environment cannot be fully excluded. Therefore, strontium data are presented in Table S2 and Figure S2 but are not discussed to assess geographic origin. We hope they will provide useful for future migration studies in the Picardie region.

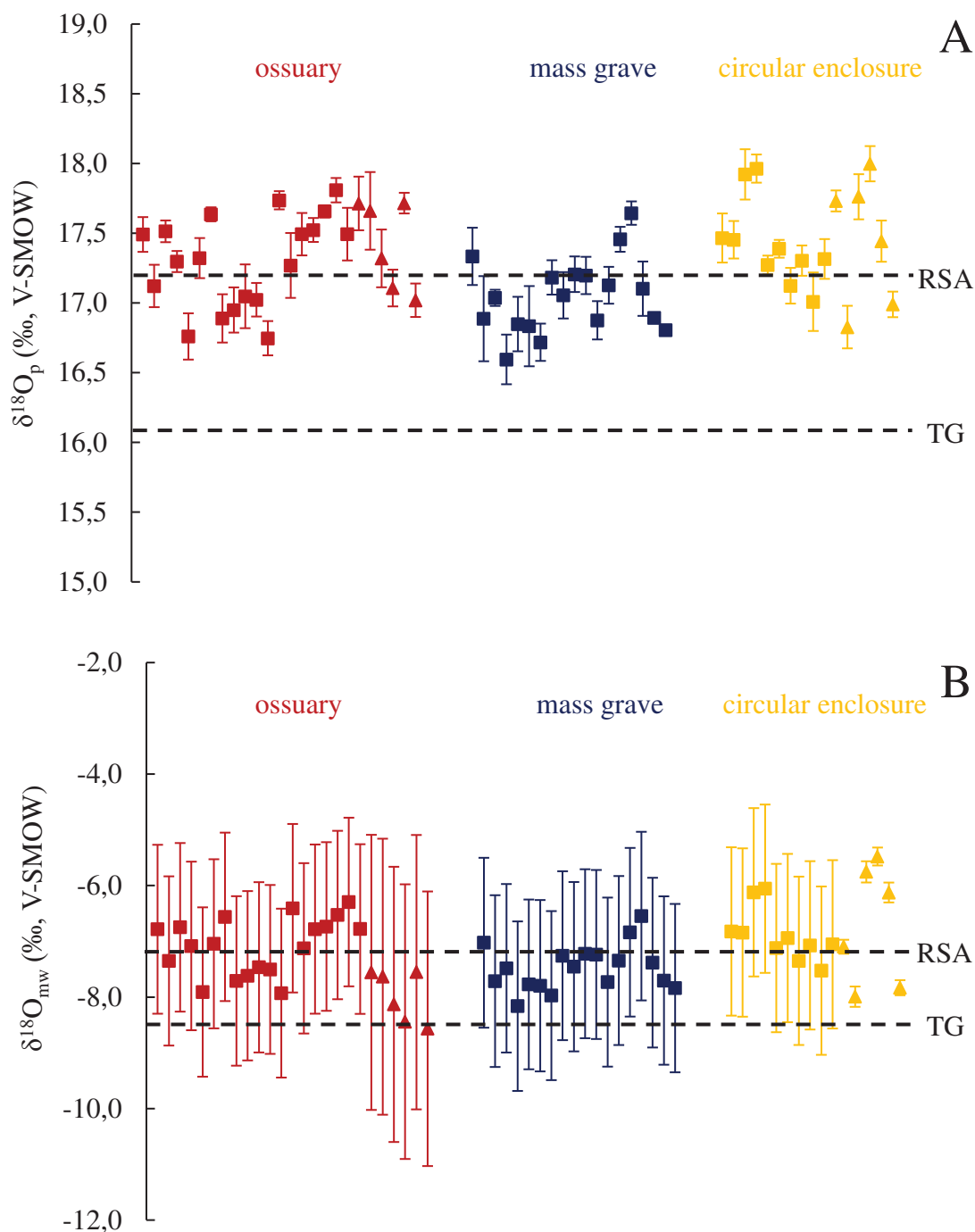
### **Dating and chronology of Ribemont-sur-Ancre**

Human remains from the three structures are characterized by clustered  $^{14}\text{C}$  dates, with CRD of  $2243\pm 14$  BP,  $2244\pm 14$  BP and  $2268\pm 18$  BP for the ossuary, the mass grave, and the circular enclosure, respectively (Figure 2). Similarly, the horses from the ossuary have a CRD of  $2285\pm 22$  BP. As the calibration curve IntCal20 (Reimer et al., 2020) displays a plateau during this temporal period, preventing dating accuracy, we date the individuals between 400 BCE and 200 BCE which corresponds to the La Tène B-C1 periods and agrees with the radiocarbon dates previously obtained by Fercoq du Leslay (2017). Dating similarity within the site highlights the contemporaneity of the individuals, and that the major warlike event which led to the building of the monument happened during the III<sup>rd</sup>-II<sup>nd</sup> centuries BCE. Although this agrees with the proposed dating of the construction of the sanctuary during the La Tène B2 to C1b periods (Brunaux et al., 2003; Fercoq du Leslay, 2017), radiocarbon dating is not accurate enough to discriminate between the different structures, except for the animal remains from the circular enclosure. Interestingly, they have a CRD of  $2168\pm 22$  BP with calibrated dates between 360 BCE and 110 BCE, possibly decades to one century later than the other remains. The animal remains were interpreted as leftovers from ritual sacrifices and likely banquets held in the structure after the burying of the human corpses (Fercoq du Leslay, 2017; Rose, 2020). Our results show that these rituals persisted decades to one century after the building of the sanctuary and highlights the cultural importance of Ribemont-sur-Ancre as a memoryscape dedicated to war (Rose & Fernández-Götz, 2019). It is therefore important to better understand the origin and the status of the populations involved in it.

### **Geographic origin of the warriors buried in Ribemont-sur-Ancre**

The geographic origin of the populations buried in the different structures of Ribemont-sur-Ancre can be assessed using stable isotope data. The oxygen isotope composition of bone bioapatite phosphate groups ( $\delta^{18}\text{O}_p$ ) can indicate geographic mobility when it is interpreted in the frame of an archaeological context (Lightfoot & O'Connell, 2016). The  $\delta^{18}\text{O}_p$  values of humans and animals within Ribemont-sur-Ancre are clustered between +16.6‰ and +18.0‰ (Figure 3A). The  $\delta^{18}\text{O}_p$  value of mammals with a medium water turnover, such as humans (around 5-10% of total body water per day, Shimamoto & Komiya, 2000), horses and cattle, is mostly representative of the  $\delta^{18}\text{O}$  value of the drinking water (Longinelli, 1984; Kohn, 1996). Drinking water is considered to source from surface waters, themselves derived from local precipitations. Using species-specific stable isotope fractionation equations, it is possible to estimate the  $\delta^{18}\text{O}$  value of drinking water during the lifetime of the studied individuals, here interpreted as local meteoric water ( $\delta^{18}\text{O}_{mw}$ ). Several  $\delta^{18}\text{O}_p - \delta^{18}\text{O}_{mw}$  fractionation equations are used (Clauzel et al., 2020): Daux et al. (2008) for humans; Longinelli (1984) for pigs; D'Angela & Longinelli (1990) for bovids and Bryant et al. (1994) for equids. The estimated  $\delta^{18}\text{O}_{mw}$  values are  $-7.1 \pm 0.5\text{‰}$ ,  $-7.5 \pm 0.4\text{‰}$ , and  $-6.9 \pm 0.5\text{‰}$  for the human individuals from respectively the ossuary, the mass grave, and the circular enclosure;  $-8.0 \pm 0.5\text{‰}$  for horses and  $-6.7 \pm 1.1\text{‰}$  for animals from the circular enclosure (Figure 3B, Table S2).

A local range of  $\delta^{18}\text{O}_{mw}$  values is necessary to infer a geographic origin of the individuals from these data. While current isoscapes of  $\delta^{18}\text{O}_{mw}$  in Europe (*e.g.* Bowen et al., 2005; Terzer et al., 2013) and France (Millot et al., 2010; Daux et al., 2021) are available, variations in air temperatures and humidity during the last two millennia, which have a direct impact on the  $\delta^{18}\text{O}$  values of precipitations (Rozanski et al., 1993) limit the usability of modern data. Oxygen stable isotope data have been published in Clauzel et al. (2020) and consist of individuals from the nearby, contemporaneous site of Thézzy-Glimont, which has been dated between 350 and 200 BCE. Based on archaeological, anthropological, and isotopic observations, the analyzed humans were interpreted as local and sedentary (Clauzel et al., 2020, 2022). Therefore, the average  $\delta^{18}\text{O}_p$  value for these individuals of  $+16.1 \pm 0.6\text{‰}$  ( $\delta^{18}\text{O}_{mw} = -8.4 \pm 1.0\text{‰}$ ,  $n=7$ ) is used here as the local signature for the Picardie region during the La Tène B-C1 periods. The average  $\delta^{18}\text{O}$  values calculated from humans at Ribemont-sur-Ancre ( $\delta^{18}\text{O}_p = +17.2 \pm 0.3\text{‰}$ ;  $\delta^{18}\text{O}_{mw} = -7.2 \pm 0.5\text{‰}$ ;  $n=47$ ) is 1.2‰ higher compared to these local values.



**Figure 3:** (A) Oxygen isotope values of bone bioapatite phosphate groups ( $\delta^{18}\text{O}_p$ , ‰ V-SMOW) from the humans (squares) and animals (triangles) of Ribemont-sur-Ancre, with the three studied structures (ossuary, mass grave and circular enclosure) evidenced. (B) Oxygen isotope values of meteoric water ( $\delta^{18}\text{O}_{mw}$ , ‰ V-SMOW) inferred from the bones of humans (squares) and animals (triangles) of Ribemont-sur-Ancre using the fractionation equations described in the text. The dashed lines correspond to the average  $\delta^{18}\text{O}_p$  (A) and  $\delta^{18}\text{O}_{mw}$  (B) values measured on human bone remains at Ribemont-sur-Ancre (RSA, this study) and

Thézy-Glimont (TG, Clauzel et al., 2020). Refer to Table S2 for the specific value of each sample.

This difference could be explained by several factors, such as specific culturally mediated behaviors (Brettell et al., 2012) or individual physiological characteristics (Lightfoot & O'Connell, 2016). However, the low intra-site variability in  $\delta^{18}\text{O}$  values and the fact that the enrichment of +1.2‰ appears to be fairly consistent within Ribemont-sur-Ancre suggests that the reason is, at least partly, a difference of geographic origin of the warriors buried in Ribemont-sur-Ancre, who may have lived in an area with  $^{18}\text{O}$ -enriched water compared to the Picardie region. In the west of France, the  $\delta^{18}\text{O}$  of precipitation gradually declines relative to its marine source when moving inland, as part of the continental effect (Rozanski et al., 1993). This  $\delta^{18}\text{O}$  continental gradient has been estimated for the French Atlantic coast along the prevailing direction of air masses carried by the westerlies and is  $-3.2\pm 0.8\text{‰}$  per 1000 km (Milot et al., 2010) or  $-3.7\pm 0.3\text{‰}$  per 1000 km (Daux et al., 2021). These gradients can be applied to the Iron Age as global climatic circulation was steady during the last two millennia with climatic moisture delivered by the North-Atlantic Oscillation (Smith et al., 2016). As such, a +1.2‰ difference in  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  values would correspond to a location approximately 325 to 375 km closer to the coast. Intriguingly, the resulting radius includes the area of the Maine region, near Lisieux - Le Mans, ~350 km southwest of Ribemont-sur-Ancre, which has been previously proposed as the homeland of the vanquished warriors based on numismatic analysis (Appendix S1, Delestrée, 2001; Delestrée & Fercoq Du Leslay, 2018). The consistence between independent archaeological and isotopic data would lead us to support the Maine region as a possible origin for the buried warriors even if, based on stable isotopes alone, this is only one of several areas consistent with the data. The homogeneity of the calculated  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  values from the human remains across the archaeological site would also argue that all studied individuals share the same origin. This is a new interpretation for the individuals from the circular enclosure, who had previously been interpreted as fallen of the victorious (local) side (Brunaux et al., 1999; Fercoq du Leslay, 2000). Our results would rather concur with the hypothesis of Rose (2020) that this structure hosted the ritual destruction of enemy corpses. Some of the horses may share the same geographic origin as the humans according to the similar calculated  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  values, although this needs further confirmation. The animals from the circular enclosure have higher  $\delta^{18}\text{O}_{\text{p}}$  ( $+17.5\pm 0.5\text{‰}$ ) and  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  ( $-6.7\pm 1.1\text{‰}$ ) values and are very close isotopically to the cattle studied at Thézy-Glimont (Clauzel et al., 2020). They are interpreted

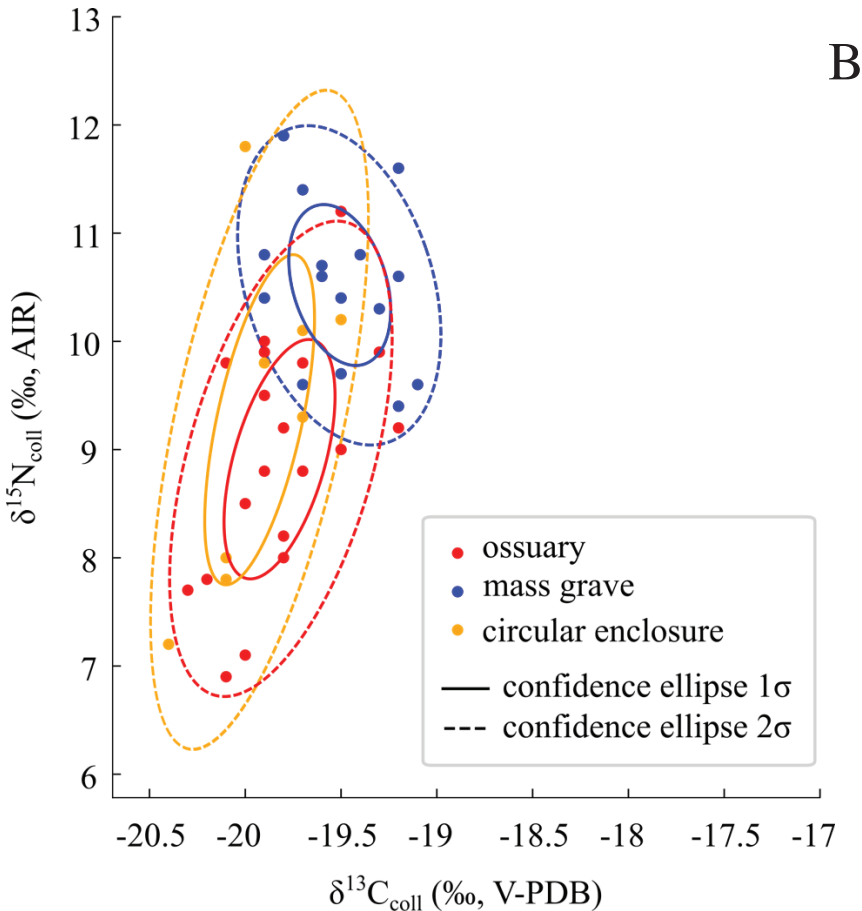
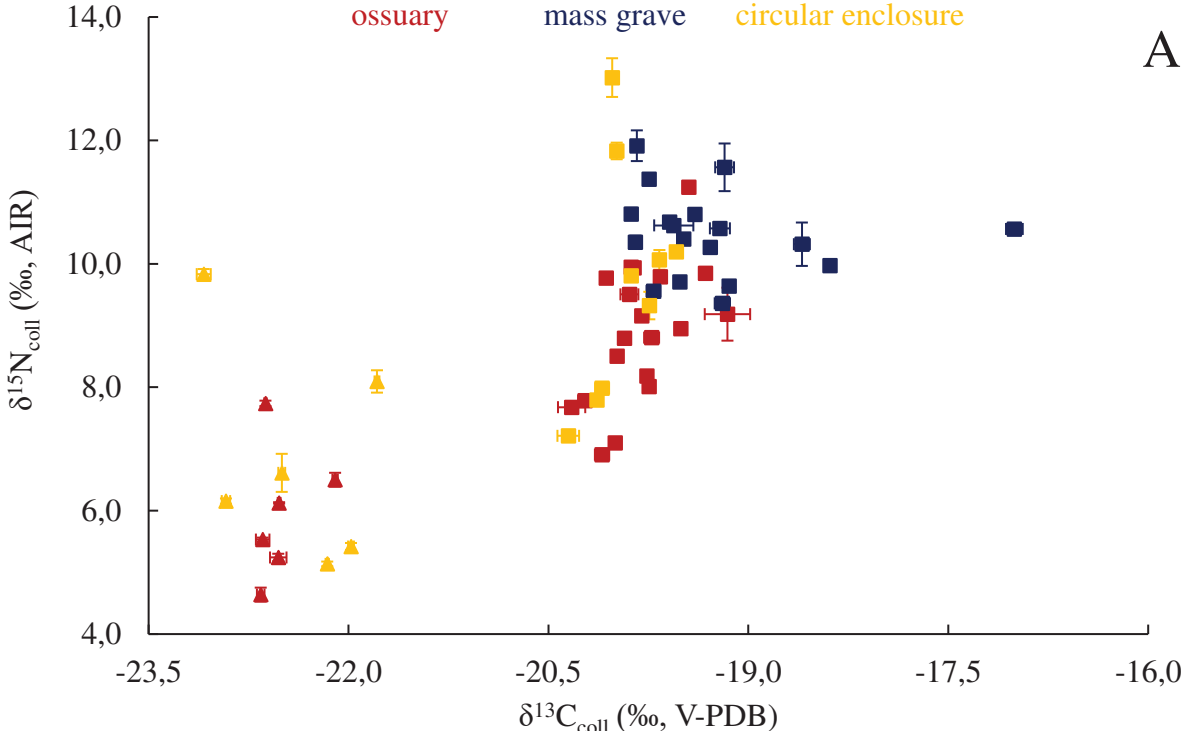
as local and from Picardie, which is consistent with their identification as remains from ritual celebrations after the conflict.

### **Diet, intra-population isotopic variations and the social status of warriors**

Gallic populations were farmers who cultivated cereals and raised cattle, pigs, and sheep (*e.g.* Méniel, 1988; Zech-Matterne et al., 2009). Their dietary practices can be studied using carbon ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ ) and nitrogen ( $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ) stable isotope compositions of bone collagen (Figure 4). Animals from the ossuary and the circular enclosure have carbon and nitrogen isotope values indicating an herbivorous diet based on  $\text{C}_3$ -plants (DeNiro & Epstein, 1978, 1981). High  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values are observed for the horse #1674 due to specific physiological characteristics (Sponheimer et al., 2003) and the pigs #1680 and #1681 which were probably piglets killed before weaning.

Humans are characterized by higher average  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  (+3.2‰) and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  (+2.8‰) values than those recorded in animals (Figure 4A), as would be expected for an omnivorous diet based on  $\text{C}_3$ -plants and animal products (meat and/or dairy), in agreement with studies performed on contemporaneous sites (*e.g.* Knipper et al., 2017; Clauzel et al., 2022). Sample #1649 stands out with high  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  (-17.0±0.1‰) and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  (+10.6±0.1‰) values, indicating different dietary habits with the possible consumption of  $\text{C}_4$ -plants or marine food. This individual may be considered as allochthonous from the group buried in the mass grave, and his presence could be explained by his recruitment as a mercenary to go to war against the local *pagi*, as it is commonly observed among the Gauls (Pernet, 2010).

**Figure 4:** (A) Nitrogen ( $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ , ‰ AIR) and carbon ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ , ‰ V-PDB) isotope values of bone collagen from the humans (squares) and animals (triangles) of Ribemont-sur-Ancre with the three structures (ossuary, mass grave, circular enclosure) evidenced. Refer to Table S3 for the specific value of each sample. (B) Nitrogen ( $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ , ‰ AIR) and carbon ( $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ , ‰ V-PDB) isotope values of bone collagen from the human remains of the three structures (ossuary, mass grave, circular enclosure) of Ribemont-sur-Ancre. Confidence ellipses at 1 $\sigma$  and 2 $\sigma$  are represented for each group. The outliers (outside of the 3 $\sigma$  confidence ellipse) have not been represented (samples #1649, #1654, #1661, #1663).



Isotopic heterogeneities are observed among humans (Figure 4): individuals from the mass grave are characterized by higher average  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  (+0.6‰) and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  (+1.2‰) values compared to the individuals from the ossuary and the circular enclosure, which are similar isotopically (Figure 4B). When samples from those two structures are pooled to a single group and compared to the mass grave through two Mann-Whitney tests for carbon and nitrogen isotope values, statistically significant differences are highlighted (p-value = 0.002 for  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and p-value < 0.001 for  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ ). The observed difference in mean  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  (0.6‰) is too small to be interpreted considering analytical uncertainties and isotopic variability among populations. However, the difference in  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  is more substantial (1.2‰). Based on isotopic studies conducted on other Iron Age archaeological sites which showed that high social status warriors were characterized by a privileged access to animal protein (e.g. Le Huray & Schutkowski, 2005; Knipper et al., 2014; Moghaddam et al., 2016), a similar interpretation may be proposed here: preferential access to animal protein (meat and/or dairy products) would explain the higher  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values of the warriors of high-social status buried in the mass grave (Schwarcz & Schoeninger, 1991). With the exception of two individuals from the circular enclosure who have relatively  $^{15}\text{N}$ -enriched isotope values (samples #1663,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}} = +13.0 \pm 0.3\text{‰}$  and #1667,  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}} = +11.8 \pm 0.1\text{‰}$ ) and may have been of higher social status, the individuals buried in the ossuary and the circular enclosure had significantly lower  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values, suggestive of more limited access to animal protein and a lower social status. Writing in the 1<sup>st</sup> century BCE, Diodorus Siculus (Historical Library, V, 29) described differences in status between those taking part in armed conflict in ancient Gaul, reporting that professional warriors brought along their retainers or *ambacti* to assist them in battle as charioteers or shield bearers. The analyzed group of individuals may correspond to this description. Based on analysis of osteological structures and anatomical connections, Brunaux et al. (2003), Fercoq du Leslay (2017) and Rose (2020) previously argued that bone material transfer existed between the mass grave and the ossuaries, while Ricard (2014) distinguished between the two structures, suggesting that while the mass grave comprised warriors' corpses, the ossuaries were built from remains of non-warriors or captured warriors who were ritually sacrificed. Our study concurs with this latter hypothesis, as the populations from the two structures can be differentiated based on their diet using carbon and nitrogen isotopes.

In the light of these results, we propose an updated and refined scenario from Ricard (2014) about Ribemont-sur-Ancre: the site may be associated with a single warlike event (as attested by radiocarbon dating), between a local (*Ambiani pagi*) and a non-local population (the latter



potentially from the Maine region), which resulted in the victory of the local tribe and the building of the sanctuary. While remains of the defeated warriors were collected from the battlefield and piled up in the mass grave deposit (with their skulls removed and curated separately), enemies who did not die or did not participate in the battle were captured and secondarily sacrificed. Their limb remains, along with horses' long bones, were used to build the bone frames of the ossuaries within a quadrangular enclosure. Sacrifice rituals were also performed in the circular enclosure in which banquets and commemorations were held decades after the end of the conflict. Another possibility is that all sacrifices were executed in the circular enclosure, and some of the remains were later brought to the quadrangular enclosure to build the bone frames. Complementary answers could be provided through a larger scale isotopic study of the archaeological site, especially on bone remains from structures which were not considered here.

### Conclusion

A multi-proxy approach based on radiocarbon dating, stable and radiogenic isotope analysis of bone remains from the archaeological site of Ribemont-sur-Ancre provides a better comprehension of the origin and the status of the warriors buried in the site. Radiocarbon dating of human remains highlights that they were contemporaneous and lived during the III<sup>rd</sup>-II<sup>nd</sup> centuries BCE, agreeing with the hypothesis of a single major conflict. Earlier dates are obtained for animal remains identified as leftovers from ritual celebrations held in the circular enclosure, highlighting the continuous use of the sanctuary, probably as a memoryscape. While the  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  signatures of bone remains were not interpreted due to potential diagenesis from the burial environment, the  $\delta^{18}\text{O}$  values of bone bioapatite phosphate groups may attest that the buried warriors were non-local. Isotopic data are consistent with previous numismatic analysis and lead us to propose the Maine region as a possible origin. Carbon and nitrogen stable isotope compositions of bone collagen indicate that all human individuals followed an omnivorous diet based on C<sub>3</sub>-plants and animal meat, although C<sub>4</sub>-plants or marine products may have been consumed by some. The warriors buried in the mass grave are characterized by higher  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  values and may have been of high social status with a privileged access to animal protein. Conversely, the individuals buried in the ossuary and the circular enclosure had less animal protein in their diet and are interpreted as low social status warriors or servants who took part in the battle. An updated scenario of the history and organization of Ribemont-sur-Ancre is proposed in the light of these results. This study highlights the benefits of multi-proxy

approaches in the case of such complex archaeological site. Here, radiocarbon dating, radiogenic and stable isotope analysis provide a new outlook on the chronology and the organization of the monument. Much is left to discover about Iron Age warfare sites to better understand the causes and origins of violence in proto-historical societies.

### **Acknowledgments**

We thank the Établissement Public de Coopération Culturelle (EPCC) Somme Patrimoine and its director Ludovic Moignet, for providing the archaeological samples presented in this study along with information about archaeological context. We also thank the « Géochimie organique moléculaire et isotopique » Platform (Laboratoire de Géologie de Lyon : Terre , Planètes, Environnement) for the use of their freeze-drier. This study was funded by the Centre National de la Recherche Scientifique and the Institut Universitaire de France (CL). JEM thanks CNRS INSU and ENS de Lyon for supporting analytical costs related to Sr isotope analyses.

### **Supporting Information**

Figure S1: Plans, photography, and representations of the structures from Ribemont-sur-Ancre which are described in the manuscript.

Figure S2: Radiogenic strontium isotope values ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ) of selected bone samples from the humans and animals of Ribemont-sur-Ancre.

Figure S3: Elemental and isotope values measured on the subsample of 20 bone remains from human and animals at Ribemont-sur-Ancre.

Table S1: Radiocarbon dates obtained on the subsample of 17 bone collagens from human and animals at Ribemont-sur-Ancre.

Table S2: Measured  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  values,  $\delta^{18}\text{O}_p$  values (‰, V-SMOW) and corresponding calculated  $\delta^{18}\text{O}_{mw}$  values (‰, V-SMOW) of the bone remains from human and animals at Ribemont-sur-Ancre.

## Chapitre 9 : Étude isotopique des guerriers de Ribemont-sur-Ancre

Table S3: Measured  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  (‰, V-PDB) and  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  (‰, AIR) values of bone collagen, along with elemental carbon (%C), nitrogen (%N) and calculated molar C:N ratios from human and animals at Ribemont-sur-Ancre.

Table S4: Elemental concentrations of trace and major elements and strontium isotope ratios ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ) measured on the subsample of 20 bone remains from human and animals at Ribemont-sur-Ancre.

Appendix S1: Current interpretations and debates about the chronology and organization of the archaeological site of Ribemont-sur-Ancre.

Appendix S2: Methods employed during this study.

Appendix S3: Assessment and discussion of preservation of bone samples from diagenesis.

### **Conflict of interest**

The authors declare no competing financial and non-financial interests.

### **Data availability statement**

The data that supports the findings of this study are available in the supplementary material of this article.

### **Author contributions**

TC, PR and JR collected the samples. JR and GP provided the samples and the archaeological context of Ribemont-sur-Ancre. TC, PR and ANV performed the collagen extractions. TC, JEM, FAG, RA and FF performed the isotopic measurements. TC and CL interpreted the data and wrote the manuscript with input from AVL, JPF and the other authors.

## References

- Aristotle. (1st century BCE). *Politics*.
- Bataille, C. P., Laffoon, J., & Bowen, G. J. (2012). Mapping multiple source effects on the strontium isotopic signatures of ecosystems from the circum-Caribbean region. *Ecosphere*, 3(12), art118. <https://doi.org/10.1890/ES12-00155.1>
- Bauer, S. W. (2007). *The History of the Ancient World : From the Earliest Accounts to the Fall of Rome*. W. W. Norton & Company.
- Bentley, R. A. (2006). Strontium Isotopes from the Earth to the Archaeological Skeleton : A Review. *Journal of Archaeological Method and Theory*, 13(3), 135-187.
- Bowen, G. J., Wassenaar, L. I., & Hobson, K. A. (2005). Global application of stable hydrogen and oxygen isotopes to wildlife forensics. *Oecologia*, 143(3), 337-348. <https://doi.org/10.1007/s00442-004-1813-y>
- Brettell, R., Montgomery, J., & Evans, J. (2012). Brewing and stewing : The effect of culturally mediated behaviour on the oxygen isotope composition of ingested fluids and the implications for human provenance studies. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 27(5), 778-785. <https://doi.org/10.1039/C2JA10335D>
- Brunaux, J.-L. (2005). *Les Gaulois* (Les Belles Lettres).
- Brunaux, J.-L. (2018). A battle between Gauls in Picardy : The « tropaion » of Ribemont-sur-Ancre. In *Conflict archaeology. Materialities of collective violence from prehistory to late antiquity* (p. 79-88).
- Brunaux, J.-L., Amandry, M., Brouquier-Reddé, V., Delestrée, L.-P., Duday, H., Fercoq Du Leslay, G., Lejars, T., Marchand, C., Méniel, P., Petit, B., & Rogéré, B. (1999). Ribemont-sur-Ancre (Somme) : Bilan préliminaire et nouvelles hypothèses. *Gallia - Archéologie de la France antique*, 56, 177-283. <https://doi.org/10.3406/galia.1999.3010>
- Brunaux, J.-L., Malagoli, C., Bataille, G., & Lambot, B. (2003). La France du Nord (Champagne-Ardenne, Île-de-France, Nord, Basse-Normandie, Haute-Normandie, Pas-de-Calais, Picardie). *Gallia*, 60, 9-73.
- Brunaux, J.-L., Méniel, P., & Rapin, A. (1980). Un sanctuaire gaulois à Gournay-sur-Aronde (Oise). *Gallia*, 38(1), 1-25. <https://doi.org/10.3406/galia.1980.1787>
- Budd, P., Montgomery, J., Barreiro, B., & Thomas, R. G. (2000). Differential diagenesis of strontium in archaeological human dental tissues. *Applied Geochemistry*, 15(5), 687-694. [https://doi.org/10.1016/S0883-2927\(99\)00069-4](https://doi.org/10.1016/S0883-2927(99)00069-4)
- Caesar, J. (1st century BCE). *Commentarii de Bello Gallico*.
- Clauzel, T., Richardin, P., Ricard, J., Le Béchenec, Y., Amiot, R., Fourel, F., Phouybanhdyt, B., Joseph, D., Vinçon-Laugier, A., Flandrois, J.-P., & Lécuyer, C. (2022). Climate conditions and dietary practices during the Second Iron Age studied through the multi-isotope analysis of bones and teeth from individuals of Thézy-Glimont, Picardie, France. *Archaeological and Anthropological Sciences*, 14(4), 61. <https://doi.org/10.1007/s12520-022-01534-1>

## Chapitre 9 : Étude isotopique des guerriers de Ribemont-sur-Ancre

- Clauzel, T., Richardin, P., Ricard, J., Le Béchenec, Y., Amiot, R., Fourel, F., Phouybanhdyt, B., Vinçon-Laugier, A., Flandrois, J.-P., & Lécuyer, C. (2020). The Gauls experienced the Roman Warm Period : Oxygen isotope study of the Gallic site of Thézy-Glimont, Picardie, France. *Journal of Archaeological Science: Reports*, 34, 102595. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102595>
- D'Angela, D., & Longinelli, A. (1990). Oxygen isotopes in living mammal's bone phosphate : Further results. *Chemical Geology: Isotope Geoscience Section*, 86(1), 75-82. [https://doi.org/10.1016/0168-9622\(90\)90007-Y](https://doi.org/10.1016/0168-9622(90)90007-Y)
- Daniel Bryant, J., Luz, B., & Froelich, P. N. (1994). Oxygen isotopic composition of fossil horse tooth phosphate as a record of continental paleoclimate. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 107(3), 303-316. [https://doi.org/10.1016/0031-0182\(94\)90102-3](https://doi.org/10.1016/0031-0182(94)90102-3)
- Darling, G. (2006). Isotopes in water. In M. J. Leng (Éd.), *Isotopes in Palaeoenvironmental Research* (p. 1-66). Springer Netherlands. [https://doi.org/10.1007/1-4020-2504-1\\_01](https://doi.org/10.1007/1-4020-2504-1_01)
- Daux, V., Lécuyer, C., Adam, F., Martineau, F., & Vimeux, F. (2005). Oxygen isotope composition of human teeth and the record of climate changes in France (Lorraine) during the last 1700 years. *Climatic change*, 70(3), 445-464.
- Daux, V., Lécuyer, C., Héran, M.-A., Amiot, R., Simon, L., Fourel, F., Martineau, F., Lynnerup, N., Reyhler, H., & Escarguel, G. (2008). Oxygen isotope fractionation between human phosphate and water revisited. *Journal of human evolution*, 55(6), 1138-1147.
- Daux, V., Minster, B., Cauquoin, A., Jossoud, O., Werner, M., & Landais, A. (2021). Oxygen and hydrogen isotopic composition of tap waters in France. *Geological Society, London, Special Publications*, 507(1), 47-61. <https://doi.org/10.1144/SP507-2020-207>
- Delestrée, L.-P. (2001). L'or du trophée Laténien de Ribemont-sur-Ancre (Somme), témoin d'une bataille oubliée. *Revue Numismatique*, 6(157), 175-213. <https://doi.org/10.3406/numi.2001.2326>
- Delestrée, L.-P., & Fercoq Du Leslay, G. (2018). Les monnaies d'or du « charnier » de Ribemont-sur-Ancre (Somme) : Les conclusions de l'archéologue et du numismate. *Cahiers Numismatiques*, 55(217), 7-32.
- DeNiro, M. J., & Epstein, S. (1978). Influence of diet on the distribution of carbon isotopes in animals. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 42(5), 495-506. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(78\)90199-0](https://doi.org/10.1016/0016-7037(78)90199-0)
- DeNiro, M. J., & Epstein, S. (1981). Influence of diet on the distribution of nitrogen isotopes in animals. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 45(3), 341-351. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(81\)90244-1](https://doi.org/10.1016/0016-7037(81)90244-1)
- DeNiro, M. J., & Schoeninger, M. J. (1983). Stable carbon and nitrogen isotope ratios of bone collagen : Variations within individuals, between sexes, and within populations raised on monotonous diets. *Journal of Archaeological Science*, 10(3), 199-203. [https://doi.org/10.1016/0305-4403\(83\)90002-X](https://doi.org/10.1016/0305-4403(83)90002-X)
- Diodorus Siculus. (Ist century BCE). *Historical Library*.

## Chapitre 9 : Étude isotopique des guerriers de Ribemont-sur-Ancre

- Eerkens, J. W., Barford, G. H., Jorgenson, G. A., & Peske, C. (2014). Tracing the mobility of individuals using stable isotope signatures in biological tissues : “Locals” and “non-locals” in an ancient case of violent death from Central California. *Journal of Archaeological Science*, *41*, 474-481. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2013.09.014>
- Evans, J. A., Montgomery, J., Wildman, G., & Boulton, N. (2010). Spatial variations in biosphere  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  in Britain. *Journal of the Geological Society*, *167*(1), 1-4. <https://doi.org/10.1144/0016-76492009-090>
- Faure, G., & Mensing, T. M. (2005). *Isotopes : Principles and Applications*. Wiley.
- Fercoq du Leslay, G. (2000). L’apport des fossés de Ribemont-sur-Ancre (Somme) à la chronologie et à l’interprétation du site. *Revue archéologique de Picardie*, *1*(1), 113-146. <https://doi.org/10.3406/pica.2000.2233>
- Fercoq du Leslay, G. (2017). *Ribemont-sur-Ancre. Hommes et dieux dans la Somme, il y a 2000 ans* (Somme Patrimoine).
- Fernández-Götz, M., & Roymans, N. (2017). *Conflict Archaeology : Materialities of Collective Violence from Prehistory to Late Antiquity*. Routledge.
- Fichtl, S. (2004). *Les Peuples gaulois : IIIe, Ier siècle av, J,-C.*. Editions Errance.
- Haak, W., Brandt, G., Jong, H. N. de, Meyer, C., Ganslmeier, R., Heyd, V., Hawkesworth, C., Pike, A. W. G., Meller, H., & Alt, K. W. (2008). Ancient DNA, Strontium isotopes, and osteological analyses shed light on social and kinship organization of the Later Stone Age. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, *105*(47), 18226-18231. <https://doi.org/10.1073/pnas.0807592105>
- Hammer, Ø., Harper, D. A., & Ryan, P. D. (2001). PAST : Paleontological statistics software package for education and data analysis. *Palaeontologia electronica*, *4*(1), 9.
- Hare, E., Fogel, M. L., Stafford, T. W., Mitchell, A. D., & Hoering, T. C. (1991). The isotopic composition of carbon and nitrogen in individual amino acids isolated from modern and fossil proteins. *Journal of Archaeological Science*, *18*(3), 277-292. [https://doi.org/10.1016/0305-4403\(91\)90066-X](https://doi.org/10.1016/0305-4403(91)90066-X)
- Hedges, R. E. M. (2002). Bone diagenesis : An overview of processes. *Archaeometry*, *44*(3), 319-328. <https://doi.org/10.1111/1475-4754.00064>
- Holst, M. K., Heinemeier, J., Hertz, E., Jensen, P., Løvschal, M., Møllerup, L., Odgaard, B. V., Olsen, J., Sørensen, N. E., & Kristiansen, S. M. (2018). Direct evidence of a large Northern European Roman period martial event and postbattle corpse manipulation. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, *115*(23), 5920-5925. <https://doi.org/10.1073/pnas.1721372115>
- Hoppe, K. A., Koch, P. L., & Furutani, T. T. (2003). Assessing the preservation of biogenic strontium in fossil bones and tooth enamel. *International Journal of Osteoarchaeology*, *13*(1-2), 20-28. <https://doi.org/10.1002/oa.663>
- Kendall, C., Eriksen, A. M. H., Kontopoulos, I., Collins, M. J., & Turner-Walker, G. (2018). Diagenesis of archaeological bone and tooth. *Palaeogeography Palaeoclimatology Palaeoecology*, 21-37.

## Chapitre 9 : Étude isotopique des guerriers de Ribemont-sur-Ancre

- Knipper, C., Meyer, C., Jacobi, F., Roth, C., Fecher, M., Stephan, E., Schatz, K., Hansen, L., Posluschny, A., Höppner, B., Maus, M., Pare, C. F. E., & Alt, K. W. (2014). Social differentiation and land use at an Early Iron Age “princely seat” : Bioarchaeological investigations at the Glauberg (Germany). *Journal of Archaeological Science*, *41*, 818-835. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2013.09.019>
- Knipper, C., Pichler, S. L., Rissanen, H., Stopp, B., Kühn, M., Spichtig, N., Röder, B., Schibler, J., Lassau, G., & Alt, K. W. (2017). What is on the menu in a Celtic town? Iron Age diet reconstructed at Basel-Gasfabrik, Switzerland. *Archaeological and Anthropological Sciences*, *9*(7), 1307-1326. <https://doi.org/10.1007/s12520-016-0362-8>
- Kohn, M. J. (1996). Predicting animal  $\delta^{18}\text{O}$ : Accounting for diet and physiological adaptation. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, *60*(23), 4811-4829. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(96\)00240-2](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(96)00240-2)
- Lahr, M. M., Rivera, F., Power, R. K., Mounier, A., Copsey, B., Crivellaro, F., Edung, J. E., Fernandez, J. M. M., Kiarie, C., Lawrence, J., Leakey, A., Mbua, E., Miller, H., Muigai, A., Mukhongo, D. M., Van Baelen, A., Wood, R., Schwenninger, J.-L., Grün, R., ... Foley, R. A. (2016). Inter-group violence among early Holocene hunter-gatherers of West Turkana, Kenya. *Nature*, *529*(7586), 394-398. <https://doi.org/10.1038/nature16477>
- Le Huray, J. D., & Schutkowski, H. (2005). Diet and social status during the La Tène period in Bohemia : Carbon and nitrogen stable isotope analysis of bone collagen from Kutná Hora-Karlov and Radovesice. *Journal of Anthropological Archaeology*, *24*(2), 135-147. <https://doi.org/10.1016/j.jaa.2004.09.002>
- Lejars, T. (1998). Des armes celtiques dans un contexte culturel particulier : Le “ charnier ” de Ribemont-sur-Ancre (Somme). *Revue archéologique de Picardie*, *1-2*, 233-244.
- Lightfoot, E., & O’Connell, T. C. (2016). On the Use of Biomineral Oxygen Isotope Data to Identify Human Migrants in the Archaeological Record : Intra-Sample Variation, Statistical Methods and Geographical Considerations. *PLoS ONE*, *11*(4). <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0153850>
- Longinelli, A. (1984). Oxygen isotopes in mammal bone phosphate : A new tool for paleohydrological and paleoclimatological research? *Geochimica et Cosmochimica Acta*, *48*(2), 385-390. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(84\)90259-X](https://doi.org/10.1016/0016-7037(84)90259-X)
- Luz, B., Kolodny, Y., & Horowitz, M. (1984). Fractionation of oxygen isotopes between mammalian bone-phosphate and environmental drinking water. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, *48*(8), 1689-1693. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(84\)90338-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(84)90338-7)
- McClure, S. B., Zavodny, E., Novak, M., Balen, J., Potrebica, H., Janković, I., & Kennett, D. J. (2020). Paleodiet and health in a mass burial population : The stable carbon and nitrogen isotopes from Potočani, a 6,200-year-old massacre site in Croatia. *International Journal of Osteoarchaeology*, *30*(4), 507-518. <https://doi.org/10.1002/oa.2878>
- Méniel, P. (1988). Les animaux dans l’alimentation des Gaulois. *Anthropozoologica*, *NS*(2), 115-122.

## Chapitre 9 : Étude isotopique des guerriers de Ribemont-sur-Ancre

- Millot, R., Petelet-Giraud, E., Guerrot, C., & Négrel, P. (2010). Multi-isotopic composition ( $\delta^7\text{Li}$ – $\delta^{11}\text{B}$ – $\delta\text{D}$ – $\delta^{18}\text{O}$ ) of rainwaters in France: Origin and spatio-temporal characterization. *Applied Geochemistry*, 25(10), 1510-1524. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2010.08.002>
- Moghaddam, N., Müller, F., Hafner, A., & Lösch, S. (2016). Social stratigraphy in Late Iron Age Switzerland: Stable carbon, nitrogen and sulphur isotope analysis of human remains from Münsingen. *Archaeological and Anthropological Sciences*, 8(1), 149-160. <https://doi.org/10.1007/s12520-014-0221-4>
- Moore, J., Rose, A., Anderson, S., Evans, J., Nowell, G., Gröcke, D. R., Pashley, V., Kirby, M., & Montgomery, J. (2020). A multi-isotope (C, N, O, Sr, Pb) study of Iron Age and Roman period skeletons from east Edinburgh, Scotland exploring the relationship between decapitation burials and geographical origins. *Journal of Archaeological Science: Reports*, 29, 102075. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2019.102075>
- O'Connell, T. C., Kneale, C. J., Tasevska, N., & Kuhnle, G. G. C. (2012). The diet-body offset in human nitrogen isotopic values: A controlled dietary study. *American Journal of Physical Anthropology*, 149(3), 426-434. <https://doi.org/10.1002/ajpa.22140>
- Pernet, L. (2010). *Armement et auxiliaires gaulois (Ile et Ier siècles avant notre ère)* (p. 550 p.). Editions Monique Mergoil.
- Pollard, A. m., Pellegrini, M., & Lee-Thorp, J. a. (2011). Technical note: Some observations on the conversion of dental enamel  $\delta^{18}\text{O}_{\text{op}}$  values to  $\delta^{18}\text{O}_{\text{ow}}$  to determine human mobility. *American Journal of Physical Anthropology*, 145(3), 499-504. <https://doi.org/10.1002/ajpa.21524>
- Price, T. D., Burton, J., & Bentley, R. A. (2002). The Characterization of Biologically Available Strontium Isotope Ratios for the Study of Prehistoric Migration. *Archaeometry*, 44(1), 117-135. <https://doi.org/10.1111/1475-4754.00047>
- Price, T. D., Frei, R., Brinker, U., Lidke, G., Terberger, T., Frei, K. M., & Jantzen, D. (2019). Multi-isotope proveniencing of human remains from a Bronze Age battlefield in the Tollense Valley in northeast Germany. *Archaeological and Anthropological Sciences*, 11(1), 33-49. <https://doi.org/10.1007/s12520-017-0529-y>
- Price, T. D., Grupe, G., & Schröter, P. (1994). Reconstruction of migration patterns in the Bell Beaker period by stable strontium isotope analysis. *Applied Geochemistry*, 9(4), 413-417. [https://doi.org/10.1016/0883-2927\(94\)90063-9](https://doi.org/10.1016/0883-2927(94)90063-9)
- Quesada-Sanz, F. (2015). Genocide and mass murder in Second Iron Age Europe: Methodological issues and case studies in the Iberian Peninsula. In *The Routledge History of Genocide*. Routledge.
- Redfern, R. C. (2011). A Re-appraisal of the Evidence for Violence in the Late Iron Age Human Remains from Maiden Castle Hillfort, Dorset, England. *Proceedings of the Prehistoric Society*, 77, 111-138. <https://doi.org/10.1017/S0079497X00000657>
- Reimer, P. J., Austin, W. E. N., Bard, E., Bayliss, A., Blackwell, P. G., Ramsey, C. B., Butzin, M., Cheng, H., Edwards, R. L., Friedrich, M., Grootes, P. M., Guilderson, T. P., Hajdas, I., Heaton, T. J., Hogg, A. G., Hughen, K. A., Kromer, B., Manning, S. W., Muscheler, R., ... Talamo, S.



## Chapitre 9 : Étude isotopique des guerriers de Ribemont-sur-Ancre

- (2020). The IntCal20 Northern Hemisphere Radiocarbon Age Calibration Curve (0–55 cal kBP). *Radiocarbon*, 62(4), 725-757. <https://doi.org/10.1017/RDC.2020.41>
- Ricard, J. (2014). *Représentation du guerrier gaulois à travers les restes osseux découverts dans le sanctuaire de Ribemont-sur-Ancre*. Université Lyon 2.
- Rose, D., & Fernández-Götz, M. (2019). Memoryscapes in Late Iron Age Northern Gaul : Warfare and sacrifice from Ribemont to Titelberg. *Enclosing Space, Opening New Ground: Iron Age Studies from Scotland to Mainland Europe, 2019, ISBN 978-1-78925-201-9, Págs. 175-208, 175-208*.
- Rose, D. S. (2020). *Ribemont-sur-Ancre, ritual practice, and northern Gallic sanctuaries from the third through first century B.C.* The University of Edinburgh.
- Rozanski, K., Araguás-Araguás, L., & Gonfiantini, R. (1993). Isotopic patterns in modern global precipitation. *Climate change in continental isotopic records*, 78, 1-36.
- Schoeninger, M. J., & DeNiro, M. J. (1984). Nitrogen and carbon isotopic composition of bone collagen from marine and terrestrial animals. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 48(4), 625-639. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(84\)90091-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(84)90091-7)
- Szwarcz, H. P., & Schoeninger, M. J. (1991). Stable isotope analyses in human nutritional ecology. *American Journal of Physical Anthropology*, 34(S13), 283-321. <https://doi.org/10.1002/ajpa.1330340613>
- Shimamoto, H., & Komiya, S. (2000). The turnover of body water as an indicator of health. *Journal of Physiological Anthropology and Applied Human Science*, 19(5), 207-212. <https://doi.org/10.2114/jpa.19.207>
- Sponheimer, M., Robinson, T., Ayliffe, L., Roeder, B., Hammer, J., Passey, B., West, A., Cerling, T., Dearing, D., & Ehleringer, J. (2003). Nitrogen isotopes in mammalian herbivores : Hair  $\delta^{15}\text{N}$  values from a controlled feeding study. *International Journal of Osteoarchaeology*, 13(1-2), 80-87. <https://doi.org/10.1002/oa.655>
- Squires, K., Booth, T., & Roberts, C. A. (2019). The Ethics of Sampling Human Skeletal Remains for Destructive Analyses. In K. Squires, D. Errickson, & N. Márquez-Grant (Éds.), *Ethical Approaches to Human Remains : A Global Challenge in Bioarchaeology and Forensic Anthropology* (p. 265-297). Springer International Publishing. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-32926-6\\_12](https://doi.org/10.1007/978-3-030-32926-6_12)
- Terzer, S., Wassenaar, L. I., Araguás-Araguás, L. J., & Aggarwal, P. K. (2013). Global isoscapes for  $\delta^{18}\text{O}$  and  $\delta^2\text{H}$  in precipitation : Improved prediction using regionalized climatic regression models. *Hydrology and Earth System Sciences*, 17(11), 4713-4728. <https://doi.org/10.5194/hess-17-4713-2013>
- Tykot, R. H. (2004). Stable isotopes and diet : You are what you eat. *Physics Methods in Archaeometry*, 433-444. <https://doi.org/10.3254/978-1-61499-010-9-433>
- Wahl, J., & Trautmann, I. (2012). The Neolithic massacre at Talheim-A Pivotal find in conflict archaeology. *Sticks, Stones, and Broken Bones: Neolithic Violence in a European Perspective*, 77-100.

## Chapitre 9 : Étude isotopique des guerriers de Ribemont-sur-Ancre

Zech-Matterne, V., Bouby, L., Bouchette, A., Cabanis, M., Derremaux, M., Durand, F., Marinval, P., Pradat, B., Sellami, M.-F., & Wiethold, J. (2009). *L'agriculture du VIe au Ier siècle avant J.-C. en France : État des recherches carpologiques sur les établissements ruraux*. Habitats et paysages ruraux en Gaule et regards sur d'autres régions du monde celtique, actes du XXXIe colloque de l'AFEAF, Chauvigny.

**Appendix S1: Current interpretations and debates about the chronology and organization of the archaeological site of Ribemont-sur-Ancre.**

Historically, Ribemont-sur-Ancre was interpreted as a post-war *tropaion*, constructed by the victors of the conflict, who were certainly autochthons from the *Ambiani pagi* (Brunaux et al., 1999, 2003; Brunaux, 2018). The identity of the vanquished tribe was proposed using coins found *in situ* in the mass grave which imitate the stater of Philipp II of Macedonia; setting their origin in Armorica, ~350 km southwest, near Lisieux-Le Mans, land of the *Aulerci Cenomani pagi* (Delestrée, 2001; Delestrée & Fercoq Du Leslay, 2018). The absence of little bones suggests a transport of the bodies, but at a short distance as attested by the preservation of connections on several remains (Brunaux, 2018). The currently accepted hypothesis is that the battle took place on the alluvial plain of the Ancre and that the sanctuary was built on the valley slope. Brunaux et al. (1999, 2003) date the activity at the sanctuary from the La Tène C1b period (230-200 BCE) using metallic material found around the quadrangular enclosure. Fercoq du Leslay (2017) date the foundation of the circular enclosure from the La Tène B2 period (275-260 BCE), while earlier dates are obtained by radiocarbon dating, and proposes that ritual activity started during the III<sup>rd</sup> century BCE and that the site was in use continuously until its decommissioning during the I<sup>st</sup> century BCE. Similarly, Rose (2020) proposes that the quadrangular enclosure was an existing sanctuary later modified to process a large influx of battlefield material.

Within the archaeological site, the circular enclosure is believed to have served a funerary ritual treatment of high-social status fallen comrades based on its shape and on armament, osteological and zooarchaeological analyses of bone remains (Brunaux et al., 1999; Fercoq du Leslay, 2000; Brunaux et al., 2003), but Rose (2020) argues it may also evidence ritual destruction of enemy warrior corpses, similarly to the circular enclosures of the nearby Iron Age sites of Montmartin and Gournay-sur-Aronde (Brunaux et al., 1980; Méniel & Brunaux, 1997). The mass grave is indubitably a post-battle deposit, composed of full bodies as attested by the detection of gut parasites in the soil, belonging to enemies as evidenced by systematic beheading or throat slitting (Ricard, 2014). The ossuaries are believed to be “hollow altars” meant to collect the remains of the vanquished warriors and their weapons within the quadrangular enclosure (Brunaux et al., 1999, 2003). Ricard (2014) proposed that the preservation and relative integrity of bone remains, along with the presence of children and teenagers, evidence that they belong to either non-warriors (servants, *ambacts*) or secondarily sacrificed warriors who were captured after the battle. Brunaux et al. (2003) integrate the

ossuaries and the mass grave in a single ritual presentation of the bones from defeated warriors. The corpses would be placed primarily in the mass grave, and sampled limb bones would have built the ossuaries within the sanctuary. However, Ricard (2014) noticed that the mass grave does not show a significant shortage of limb bones, which would be expected from their dominance in the ossuaries. According to Fercoq du Leslay (2017), the mass grave was a reject deposit of the quadrangular enclosure, composed of corpse fragments and armament which were not used in the bone frames. Recently, Rose (2020) proposed that the mass grave was a collection point which provided human remains and armaments to the quadrangular enclosure.

### References:

- Brunaux, J.-L. (2018). A battle between Gauls in Picardy : The « tropaion » of Ribemont-sur-Ancre. In *Conflict archaeology. Materialities of collective violence from prehistory to late antiquity* (p. 79-88).
- Brunaux, J.-L., Amandry, M., Brouquier-Reddé, V., Delestrée, L.-P., Duday, H., Fercoq Du Leslay, G., Lejars, T., Marchand, C., Méniel, P., Petit, B., & Rogéré, B. (1999). Ribemont-sur-Ancre (Somme) : Bilan préliminaire et nouvelles hypothèses. *Gallia - Archéologie de la France antique*, 56, 177-283. <https://doi.org/10.3406/galia.1999.3010>
- Brunaux, J.-L., Malagoli, C., Bataille, G., & Lambot, B. (2003). La France du Nord (Champagne-Ardenne, Île-de-France, Nord, Basse-Normandie, Haute-Normandie, Pas-de-Calais, Picardie). *Gallia*, 60, 9-73.
- Brunaux, J.-L., Méniel, P., & Rapin, A. (1980). Un sanctuaire gaulois à Gournay-sur-Aronde (Oise). *Gallia*, 38(1), 1-25. <https://doi.org/10.3406/galia.1980.1787>
- Delestrée, L.-P. (2001). L'or du trophée Laténien de Ribemont-sur-Ancre (Somme), témoin d'une bataille oubliée. *Revue Numismatique*, 6(157), 175-213. <https://doi.org/10.3406/numi.2001.2326>
- Delestrée, L.-P., & Fercoq Du Leslay, G. (2018). Les monnaies d'or du « charnier » de Ribemont-sur-Ancre (Somme) : Les conclusions de l'archéologue et du numismate. *Cahiers Numismatiques*, 55(217), 7-32.
- Fercoq du Leslay, G. (2000). L'apport des fossés de Ribemont-sur-Ancre (Somme) à la chronologie et à l'interprétation du site. *Revue archéologique de Picardie*, 1(1), 113-146. <https://doi.org/10.3406/pica.2000.2233>
- Fercoq du Leslay, G. (2017). *Ribemont-sur-Ancre. Hommes et dieux dans la Somme, il y a 2000 ans* (Somme Patrimoine).
- Méniel, P., & Brunaux, J.-L. (1997). *La résidence aristocratique de Montmartin, Oise : Du IIIe au IIe s. av. J.-C.* Maison des Sciences de l'Homme.
- Ricard, J. (2014). *Représentation du guerrier gaulois à travers les restes osseux découverts dans le sanctuaire de Ribemont-sur-Ancre.* Université Lyon 2.
- Rose, D. S. (2020). *Ribemont-sur-Ancre, ritual practice, and northern Gallic sanctuaries from the third through first century B.C.* The University of Edinburgh.

## **Appendix S2: Methods employed in this study.**

### **Cleaning and powdering**

The alteration surface of all samples was removed using a scalpel. The samples were gently grinded, washed multiple times with Stakpure<sup>TM</sup> ultrapure water and dried in an oven under medium vacuum, at 60°C, for 24 hours. Finally, a Pulverisette 7<sup>TM</sup> planetary ball mill was used to crush them in fine powder

### **Collagen extraction**

Collagen extraction follows the method developed by Richardin et al. (2017), adapted from the protocol of Longin (1971). It consists of eliminating the mineral matrix by successive attacks in acid and basic solutions before filtration and freeze-drying of the collagen.

Approximately 400 mg of bone powder is first dissolved in 4 ml of 2 M hydrochloric acid (HCl) in ice bath during 1 h. The solution is then diluted by adding 5 ml of Ultrapure<sup>TM</sup> water and placed at the fridge during 5 h. The solution is brought back to a neutral pH by successive washings, then left at night at room temperature. The next day, 3 ml of 0.1 M soda (NaOH) is added in ice bath during 1 h. Successive washings are performed to bring back the solution to a neutral pH, and another acidic attack is performed at 95°C by adding 4 ml of 2 M HCl during 16 h. This attack leads to the hydrolysis of the collagen which is dissolved in the solution. The next day, the solution is filtrated, freeze-dried, and the obtained dry collagen is stocked in glass vials.

### **Radiocarbon dating**

Radiocarbon dating was performed with Accelerator Mass Spectrometry (AMS) techniques from the Artemis AMS facility at Saclay (France) (Moreau et al., 2013). Calendar dates were determined using the OxCal v.4.4.4 procedure (Ramsey, 1994; Ramsey & Lee, 2013; Ramsey, 2017) and the most recent calibration curve data for the Northern Hemisphere, IntCal20 (Reimer et al., 2020). Calibration of radiocarbon ages was performed considering that the contribution of marine products to the studied individuals diet remained marginal. Calibrated date ranges correspond to 95.4% probability (2 $\sigma$ ) and are expressed in years BCE.

### **Strontium radiogenic isotope analysis**

The 20 selected sample went through (1) elemental and trace element analyses and (2) chemical extraction and analysis of their strontium radiogenic isotope composition.

(1) For each sample, an aliquot of approximately 2 mg of bone sample was dissolved in concentrated nitric acid, left to evaporate, and dissolved in 2 ml of 2% HNO<sub>3</sub>. The elemental concentrations of barium, lithium, iron, zinc, copper, uranium, thorium, plumb and rare earth elements were measured using an inductively coupled plasma (ICP) mass spectrometer (ICAP™ Q, Thermo Scientific™) while major elements were measured using an ICP Optical Emission Spectrometer (X7 SII ICP-OES, Thermo Scientific™). Measurement reliability was controlled through a set of blanks and standard NIST SRM-1400 (bone meal).

(2) For each sample, a 1 mg aliquot of bone sample was dissolved in concentrated nitric acid. Ion exchange columns were filled with a strontium-specific resin (Sr-Spec Eichrom). Resin was washed with 4 ml of 0.5 M HNO<sub>3</sub> and conditioned with 2.5 ml of 3 M HNO<sub>3</sub>. The dissolved samples were loaded into the columns. Column blanks were prepared with 3 M HNO<sub>3</sub>. Columns with samples were rinsed with 2.5 ml of 3 M HNO<sub>3</sub> to remove concomitant matrix elements, and then with 4 ml of 0.5 M HNO<sub>3</sub> to collect the purified strontium fraction. The obtained samples were evaporated, and dried residues were finally dissolved in 1 ml of 0.5 M HNO<sub>3</sub>.

The samples were analyzed for their <sup>87</sup>Sr/<sup>86</sup>Sr ratios at the Laboratoire de Géologie de Lyon (LGL-TPE) hosted by the École Normale Supérieure de Lyon, with a Neptune Plus multicollector-ICP-MS (Thermo Scientific™). The standard NIST SRM 987 was set to 15 V on mass 88 and the average voltage for all samples was adjusted at 15 V. The standard NIST SRM 987 was repeatedly measured between two samples and gave an average <sup>87</sup>Sr/<sup>86</sup>Sr value of  $0.710412 \pm 0.000009$  (2 SD, n = 9), which has been drift-corrected and calibrated against the previously published values of 0.710248 (Muynck et al., 2009). Three measurements of NIST SRM 1400 bone meal gave a mean <sup>87</sup>Sr/<sup>86</sup>Sr value of  $0.713196 \pm 0.000012$ , which is close to the values reported in the literature (Muynck et al., 2009).

### **Oxygen stable isotope analysis of bone apatite phosphate**

For all samples, phosphate ions were extracted from the bone apatite using a wet chemistry procedure. After the dissolution of about 30 mg of each sample in 2 ml of 2 M HF at ambient temperature for 24 h, the CaF<sub>2</sub> precipitate was separated from the sample solution by

centrifugation. The phosphate ions were neutralized with KOH and isolated using a strong anionic resin (Amberlite® IRN 78) before being precipitated as silver phosphate following the method first described by Crowson et al. (1991) and modified by Lécuyer et al. (1993). The oxygen isotope data were obtained using a high-temperature pyrolysis continuous flow technique developed by Lécuyer et al. (2007) and Fourel et al. (2011). For each sample, five aliquots of 280-320 µg of silver phosphate were mixed with 300 µg of carbon black powder (Elementar GmbH) loaded into 3.5×5 mm silver foil isotope grade capsules (Elemental Microanalysis Technology France). Pyrolysis was performed at 1450°C using a vario PYROcube™ elemental analyzer (Elementar GmbH-Germany) interfaced in continuous flow mode with an isotopic ratio mass spectrometer IsoPrime™ (Elementar UK Ltd UK). Measurements were performed with CO gas selectively separated by “Purge and Trap” technology within the vario PYROcube™ system at the LGL-TPE and at the Laboratoire d’Ecologie des Hydrosystèmes Naturels et Anthropisés (LEHNA), both hosted by the Université Claude Bernard Lyon 1 (UCBL) and being part of the RÉGEF national network. Oxygen isotope compositions were drift corrected and blank subtracted to account for instrumental variations. Results were calibrated against silver phosphate samples of known  $\delta^{18}\text{O}$  values precipitated from the NBS120c standard for which the  $\delta^{18}\text{O}$  value was fixed at +21.7‰ V-SMOW (Lécuyer et al., 1993; Chenery et al., 2010; Halas et al., 2011), as well as with NBS127 (barium sulfate) having a certified value of +9.3‰ V-SMOW (Hut, 1987). NBS120c standards were converted into silver phosphate along with the samples from each chemistry batch and considered as “internal standards”. They have  $\delta^{18}\text{O}$  values that range from +21.6‰ to +22.2‰ with a mean value of +21.8±0.2‰ (n = 8). The analytical uncertainty for samples is always better than 0.3‰ (2 $\sigma$ ).

### **Carbon and nitrogen stable isotope analysis of bone collagen**

Carbon and nitrogen isotope compositions of bone collagen ( $\delta^{13}\text{C}$  and  $\delta^{15}\text{N}$  respectively) were determined simultaneously using a vario PYROcube™ elemental analyzer (EA) using “Purge and Trap” technology connected online in continuous flow mode to an IsoPrime100™ mass spectrometer (Elementar UK Ltd Cheadle, UK). The  $\delta^{13}\text{C}$  measurement is performed on CO<sub>2</sub> gas going through a CO<sub>2</sub> trap, while  $\delta^{15}\text{N}$  measurements are performed on N<sub>2</sub> gas which is not trapped. For each sample, three aliquots of 450 to 550 µg of freeze-dried collagen were loaded into 3.5x5 mm tin foil isotope grade capsules (Eurovector, Pavia, Italy). Carbon and nitrogen isotope compositions were calibrated against the following international standards: caffeine

IAEA-600 ( $\delta^{13}\text{C} = -27.77\text{‰}$  V-PDB and  $\delta^{15}\text{N} = +1.0\text{‰}$  AIR) (Coplen et al., 2006), sucrose IAEA-CH-6 ( $\delta^{13}\text{C} = -10.45\text{‰}$  V-PDB) (Hut, 1987; Coplen et al., 2006) and ammonium sulfate IAEA-N-2 ( $\delta^{15}\text{N} = +20.3\text{‰}$  AIR) (Gonfiantini, 1978, 1984; Kendall & Grim, 1990; Bohlke et al., 1993; Bohlke & Coplen, 1995). Analytical precision ( $2\sigma$ ) is better than 0.1‰ and 0.2‰ for carbon and nitrogen isotope measurements, respectively.

Carbon and nitrogen concentrations, reported in weight%, have been measured using the traces obtained with the Thermal Conductivity Detector (TCD) of the Elemental Analyzer according to the procedure reported by Fourel et al. (2014). All isotopic and concentration measurements were performed at the Plateforme d'Ecologie Isotopique of the LEHNA hosted by the UCBL and being part of the RéGEF national network.

### References:

- Bohlke, J. K., & Coplen, T. B. (1995). *Interlaboratory comparison of reference materials for nitrogen-isotope-ratio measurements*.
- Bohlke, J. K., Gwinn, C. J., & Coplen, T. B. (1993). New Reference Materials for Nitrogen-Isotope-Ratio Measurements. *Geostandards Newsletter*, 17(1), 159-164. <https://doi.org/10.1111/j.1751-908X.1993.tb00131.x>
- Chenery, C., Mueldner, G., Evans, J., Eckardt, H., & Lewis, M. (2010). Strontium and stable isotope evidence for diet and mobility in Roman Gloucester, UK. *Journal of archaeological Science*, 37(1), 150-163.
- Coplen, T. B., Brand, W. A., Gehre, M., Gröning, M., Meijer, H. A., Toman, B., & Verkouteren, R. M. (2006). New guidelines for  $\delta^{13}\text{C}$  measurements. *Analytical Chemistry*, 78(7), 2439-2441.
- Crowson, R. A., Showers, W. J., Wright, E. K., & Hoering, T. C. (1991). Preparation of phosphate samples for oxygen isotope analysis. *Analytical Chemistry*, 63(20), 2397-2400. <https://doi.org/10.1021/ac00020a038>
- Fourel, F., Martineau, F., Lécuyer, C., Kupka, H.-J., Lange, L., Ojeimi, C., & Seed, M. (2011).  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  ratio measurements of inorganic and organic materials by elemental analysis–pyrolysis–isotope ratio mass spectrometry continuous-flow techniques. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 25(19), 2691-2696. <https://doi.org/10.1002/rcm.5056>
- Fourel, F., Martineau, F., Seris, M., & Lécuyer, C. (2014). Simultaneous N, C, S stable isotope analyses using a new purge and trap elemental analyzer and an isotope ratio mass spectrometer. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 28(23), 2587-2594. <https://doi.org/10.1002/rcm.7048>
- Gonfiantini, R. (1978). Standards for stable isotope measurements in natural compounds. *Nature*, 271(5645), 534-536. <https://doi.org/10.1038/271534a0>
- Gonfiantini, R. (1984). Stable isotope reference samples for geochemical and hydrological investigations. *The International Journal of Applied Radiation and Isotopes; (United Kingdom)*, 35:5. [https://doi.org/10.1016/0020-708X\(84\)90059-0](https://doi.org/10.1016/0020-708X(84)90059-0)
- Halas, S., Skrzypek, G., Meier-Augenstein, W., Pelc, A., & Kemp, H. F. (2011). Inter-laboratory



- calibration of new silver orthophosphate comparison materials for the stable oxygen isotope analysis of phosphates. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 25(5), 579-584. <https://doi.org/10.1002/rcm.4892>
- Hut, G. (1987). *Consultants' group meeting on stable isotope reference samples for geochemical and hydrological investigations*.
- Kendall, C., & Grim, E. (1990). Combustion tube method for measurement of nitrogen isotope ratios using calcium oxide for total removal of carbon dioxide and water. *Analytical Chemistry*, 62(5), 526-529.
- Lécuyer, C., Fourel, F., Martineau, F., Amiot, R., Bernard, A., Daux, V., Escarguel, G., & Morrison, J. (2007). High-precision determination of  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  ratios of silver phosphate by EA-pyrolysis-IRMS continuous flow technique. *Journal of Mass Spectrometry*, 42(1), 36-41. <https://doi.org/10.1002/jms.1130>
- Lécuyer, C., Grandjean, P., O'Neil, J. R., Cappetta, H., & Martineau, F. (1993). Thermal excursions in the ocean at the Cretaceous—Tertiary boundary (northern Morocco) :  $\delta^{18}\text{O}$  record of phosphatic fish debris. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 105(3), 235-243. [https://doi.org/10.1016/0031-0182\(93\)90085-W](https://doi.org/10.1016/0031-0182(93)90085-W)
- Longin, R. (1971). New Method of Collagen Extraction for Radiocarbon Dating. *Nature*, 230(5291), 241-242. <https://doi.org/10.1038/230241a0>
- Moreau, C., Caffy, I., Comby, C., Delqué-Količ, E., Dumoulin, J.-P., Hain, S., Quiles, A., Setti, V., Souprayen, C., Thellier, B., & Vincent, J. (2013). Research and Development of the Artemis  $^{14}\text{C}$  AMS Facility : Status Report. *Radiocarbon*, 55(2), 331-337. <https://doi.org/10.1017/S0033822200057441>
- Muynck, D. D., Huelga-Suarez, G., Heghe, L. V., Degryse, P., & Vanhaecke, F. (2009). Systematic evaluation of a strontium-specific extraction chromatographic resin for obtaining a purified Sr fraction with quantitative recovery from complex and Ca-rich matrices. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 24(11), 1498-1510. <https://doi.org/10.1039/B908645E>
- Ramsey, C. B. (1994). Analysis of chronological information and radiocarbon calibration : The program OxCal. *Archaeological Computing Newsletter*, 41(11), e16.
- Ramsey, C. B. (2017). Methods for Summarizing Radiocarbon Datasets. *Radiocarbon*, 59(6), 1809-1833. <https://doi.org/10.1017/RDC.2017.108>
- Ramsey, C. B., & Lee, S. (2013). Recent and Planned Developments of the Program OxCal. *Radiocarbon*, 55(2), 720-730. <https://doi.org/10.1017/S0033822200057878>
- Reimer, P. J., Austin, W. E. N., Bard, E., Bayliss, A., Blackwell, P. G., Ramsey, C. B., Butzin, M., Cheng, H., Edwards, R. L., Friedrich, M., Grootes, P. M., Guilderson, T. P., Hajdas, I., Heaton, T. J., Hogg, A. G., Hughen, K. A., Kromer, B., Manning, S. W., Muscheler, R., ... Talamo, S. (2020). The IntCal20 Northern Hemisphere Radiocarbon Age Calibration Curve (0–55 cal kBP). *Radiocarbon*, 62(4), 725-757. <https://doi.org/10.1017/RDC.2020.41>
- Richardin, P., Porcier, S., Ikram, S., Louarn, G., & Berthet, D. (2017). Cats, Crocodiles, Cattle, and More : Initial Steps Toward Establishing a Chronology of Ancient Egyptian Animal Mummies. *Radiocarbon*, 59(2), 595-607. <https://doi.org/10.1017/RDC.2016.102>

### **Appendix S3: Assessment and discussion of preservation of bone samples from diagenesis.**

Firstly, all sampled bone remains presented a brownish layer at the surface corresponding to alteration from the soil. It was removed using a surgical knife. No macroscopic change in porosity or traces of microbially-induced diagenesis has been noticed.

In the context of protohistoric bones in temperate conditions, bio-erosion by microorganisms can degrade collagen proteins (Hedges, 2002). An organic content of good quality is characterized by collagen extraction yields higher than 10 mg per g of bone, C% > 30% and N% > 10% (Van Klinken, 1999) and C:N molar ratios between 2.9 and 3.6 (DeNiro, 1985). All the analyzed samples fit these criteria, with an average collagen yield of  $46.4 \pm 19.2$  mg per g of bone, an average C% of  $40.3 \pm 2.2\%$ , N% of  $14.5 \pm 0.7\%$ , and C:N molar ratios of  $3.3 \pm 0.1$  (Table S3). These parameters indicate good preservation of bone collagen.

In bone apatite, P-O bonds are resistant to isotope exchange with aqueous fluids at surface temperature (Blake et al., 1997; Lécuyer et al., 1999), except through biological mediation (Zazzo et al., 2004). In the case of such alteration, partial or total isotopic reequilibration of bone apatite with local water is expected. It can be modelled using the equation of Lécuyer et al. (2013), considering, for our samples, an average bone apatite  $\delta^{18}\text{O}$  value of +17.3‰ and present-day Somme river surface waters  $\delta^{18}\text{O}$  values ranging from -6.6‰ to -7.3‰ (Négre & Petelet-Giraud, 2005). Using this equation, the obtained reequilibration temperatures are comprised between 6.7°C and 9.8°C, which are significantly different to the current average annual air temperature of 10.9°C for the Picardie region (Clauzel et al., 2020) and advocate for the absence of such process.

Bone is considered to exchange isotopically with the soil and that its  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  signature may represent local values (Hoppe et al., 2003; Bentley, 2006). Such alteration happens through recrystallization in the pores of the bone or absorption at the hydroxyapatite surface from the surface local groundwater (Nelson et al., 1986; Bentley, 2006). Using the performed elemental analyses (Table S4), several criteria are proposed to test our samples for diagenetic alteration. Mineral recrystallization can be detected using the Ca/P ratio, which is expected to differ from the theoretical ratio of hydroxyapatite estimated at 2.1-2.2 (Price et al., 1992; Mays, 2003; Burton & Katzenberg, 2018), although more variability is observed by Zaichick & Tzaphlidou (2002) on modern bones with an average Ca/P ratio of  $2.17 \pm 0.31$ . For all samples, the average Ca/P ratio is  $2.21 \pm 0.12$ , with one sample (#1629) exceeding modern ratios. This sample is

considered as potentially diagenetically altered and is therefore not included in the following considerations. Chemical alteration may also be characterized by a high content in uranium (Kohn et al., 1999). In our study the average U/Ca ratio is  $1.94 \cdot 10^{-5} \pm 6.61 \cdot 10^{-6}$ , which is comparable to the average ratio of  $1.44 \cdot 10^{-5} \pm 2.72 \cdot 10^{-5}$  measured by Alonzi et al. (2019) and advocates for the absence of alteration (Price et al., 2002).

Additionally, Rare Earth Elements (REE) can attest changes in strontium isotope ratios of diagenetic origin as they are mostly present in the soil, contrary to the bone. In the case of such process, a mixing line is expected between two poles representing the pristine sample and soil isotopic compositions (Reynard & Balter, 2014) when computing (1) the  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  signature or (2) the strontium content *versus* the sum of REE for each sample (Figure S3). In case (1), no correlation is observed neither for humans ( $r^2 < 0.01$ , p-value = 0.77) nor animals ( $r^2 = 0.03$ , p-value = 0.76). In case (2), no correlation is observed for human bones ( $r^2 < 0.01$ , p-value = 0.79), while a correlation is obtained for animal bones ( $r^2 = 0.87$ , p-value = 0.02), mostly due to an outlier (sample #1672). When it is removed, no correlation is observed ( $r^2 = 0.48$ , p-value = 0.31).

## References:

- Alonzi, E., Daly, N., Gordon, G., Scott, R. E., & Knudson, K. J. (2019). Traveling monastic paths: Mobility and religion at medieval Irish monasteries. *Journal of Anthropological Archaeology*, 55, 101077. <https://doi.org/10.1016/j.jaa.2019.101077>
- Bentley, R. A. (2006). Strontium Isotopes from the Earth to the Archaeological Skeleton : A Review. *Journal of Archaeological Method and Theory*, 13(3), 135-187.
- Blake, R. E., O'Neil, J. R., & Garcia, G. A. (1997). Oxygen isotope systematics of biologically mediated reactions of phosphate: I. Microbial degradation of organophosphorus compounds. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 61(20), 4411-4422. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(97\)00272-X](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(97)00272-X)
- Burton, J., & Katzenberg, M. A. (2018). Strontium Isotopes and the Chemistry of Bones and Teeth. In *Biological Anthropology of the Human Skeleton* (p. 505-514). John Wiley & Sons, Ltd. <https://doi.org/10.1002/9781119151647.ch15>
- Clauzel, T., Richardin, P., Ricard, J., Le Béchenec, Y., Amiot, R., Fourel, F., Phouybanhdyt, B., Vinçon-Laugier, A., Flandrois, J.-P., & Lécuyer, C. (2020). The Gauls experienced the Roman Warm Period: Oxygen isotope study of the Gallic site of Thézy-Glimont, Picardie, France. *Journal of Archaeological Science: Reports*, 34, 102595. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102595>

## Chapitre 9 : Étude isotopique des guerriers de Ribemont-sur-Ancre

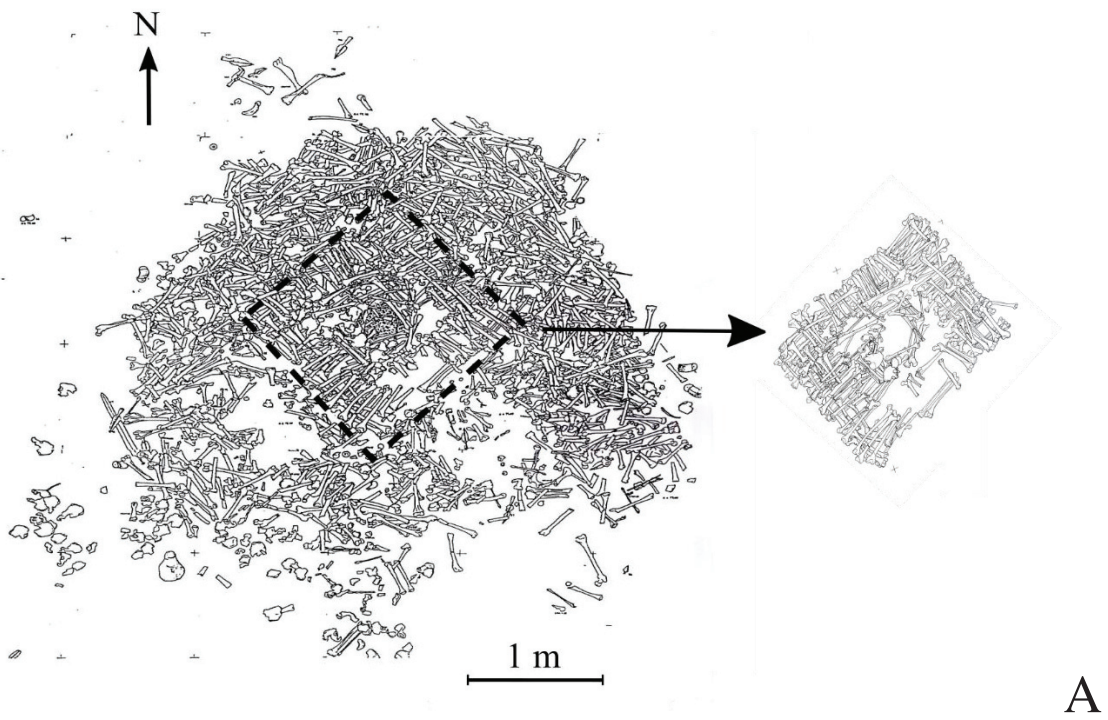
- DeNiro, M. J. (1985). Postmortem preservation and alteration of in vivo bone collagen isotope ratios in relation to palaeodietary reconstruction. *Nature*, 317(6040), 806-809. <https://doi.org/10.1038/317806a0>
- Hedges, R. E. M. (2002). Bone diagenesis: An overview of processes. *Archaeometry*, 44(3), 319-328. <https://doi.org/10.1111/1475-4754.00064>
- Hoppe, K. A., Koch, P. L., & Furutani, T. T. (2003). Assessing the preservation of biogenic strontium in fossil bones and tooth enamel. *International Journal of Osteoarchaeology*, 13(1-2), 20-28. <https://doi.org/10.1002/oa.663>
- Kohn, M. J., Schoeninger, M. J., & Barker, W. W. (1999). Altered states : Effects of diagenesis on fossil tooth chemistry. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 63(18), 2737-2747. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(99\)00208-2](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(99)00208-2)
- Lécuyer, C., Amiot, R., Touzeau, A., & Trotter, J. (2013). Calibration of the phosphate  $\delta^{18}\text{O}$  thermometer with carbonate–water oxygen isotope fractionation equations. *Chemical Geology*, 347, 217-226. <https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2013.03.008>
- Lécuyer, C., Grandjean, P., & Sheppard, S. M. F. (1999). Oxygen isotope exchange between dissolved phosphate and water at temperatures  $\leq 135^\circ\text{C}$ : Inorganic versus biological fractionations. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 63(6), 855-862. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(99\)00096-4](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(99)00096-4)
- Mays, S. (2003). Bone strontium: Calcium ratios and duration of breastfeeding in a Mediaeval skeletal population. *Journal of Archaeological Science*, 30(6), 731-741. [https://doi.org/10.1016/S0305-4403\(02\)00247-9](https://doi.org/10.1016/S0305-4403(02)00247-9)
- Négre, Ph., & Petelet-Giraud, E. (2005). Strontium isotopes as tracers of groundwater-induced floods: The Somme case study (France). *Journal of Hydrology*, 305(1), 99-119. <https://doi.org/10.1016/j.jhydrol.2004.08.031>
- Nelson, B. K., Deniro, M. J., Schoeninger, M. J., De Paolo, D. J., & Hare, P. E. (1986). Effects of diagenesis on strontium, carbon, nitrogen and oxygen concentration and isotopic composition of bone. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 50(9), 1941-1949. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(86\)90250-4](https://doi.org/10.1016/0016-7037(86)90250-4)
- Price, T. D., Blitz, J., Burton, J., & Ezzo, J. A. (1992). Diagenesis in prehistoric bone : Problems and solutions. *Journal of Archaeological Science*, 19(5), 513-529. [https://doi.org/10.1016/0305-4403\(92\)90026-Y](https://doi.org/10.1016/0305-4403(92)90026-Y)
- Price, T. D., Burton, J., & Bentley, R. A. (2002). The Characterization of Biologically Available Strontium Isotope Ratios for the Study of Prehistoric Migration. *Archaeometry*, 44(1), 117-135. <https://doi.org/10.1111/1475-4754.00047>
- Reynard, B., & Balter, V. (2014). Trace elements and their isotopes in bones and teeth : Diet, environments, diagenesis, and dating of archeological and paleontological samples. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 416, 4-16. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2014.07.038>

## Chapitre 9 : Étude isotopique des guerriers de Ribemont-sur-Ancre

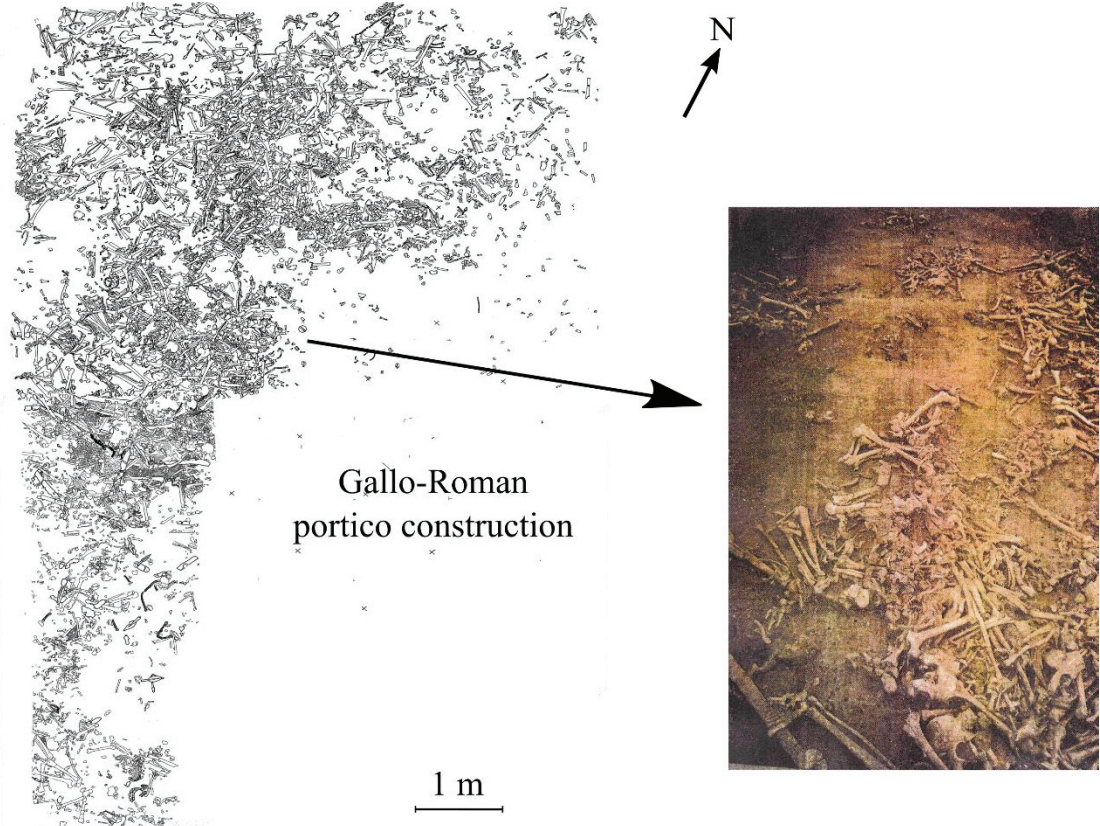
Van Klinken, G. J. (1999). Bone collagen quality indicators for palaeodietary and radiocarbon measurements. *Journal of Archaeological Science*, 26(6), 687-695.

Zaichick, V., & Tzaphlidou, M. (2002). Determination of calcium, phosphorus, and the calcium/phosphorus ratio in cortical bone from the human femoral neck by neutron activation analysis. *Applied Radiation and Isotopes*, 56(6), 781-786. [https://doi.org/10.1016/S0969-8043\(02\)00066-0](https://doi.org/10.1016/S0969-8043(02)00066-0)

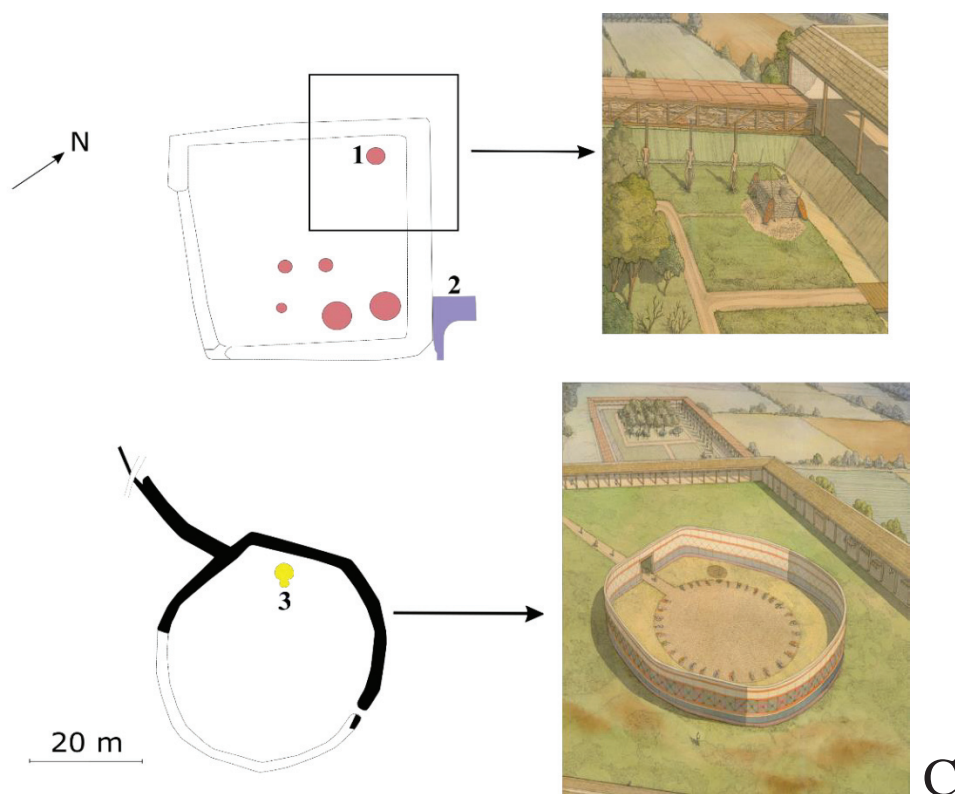
Zazzo, A., Lécuyer, C., Sheppard, S. M. F., Grandjean, P., & Mariotti, A. (2004). Diagenesis and the reconstruction of paleoenvironments: A method to restore original  $\delta^{18}\text{O}$  values of carbonate and phosphate from fossil tooth enamel. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 68(10), 2245-2258. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2003.11.009>



A



B



**Figure S1:** Plans, photography, and representations of the structures from Ribemont-sur-Ancre which are described in the manuscript. (A) Plan and shape of the ossuary with details of the bone frame at its center (after Ricard, 2014). (B) General plan of the mass grave and photography of the structure's excavation (after Ricard, 2014). (C) General plan of the site (see Figure 1 for the legend) with recently proposed illustrations of the quadrangular (up) and the circular (low) enclosures by Brunaux (2018).

### References:

- Brunaux, J.-L. (2018). A battle between Gauls in Picardy : The « tropaion » of Ribemont-sur-Ancre. In *Conflict archaeology. Materialities of collective violence from prehistory to late antiquity* (p. 79-88).
- Ricard, J. (2014). *Représentation du guerrier gaulois à travers les restes osseux découverts dans le sanctuaire de Ribemont-sur-Ancre*. Université Lyon 2.

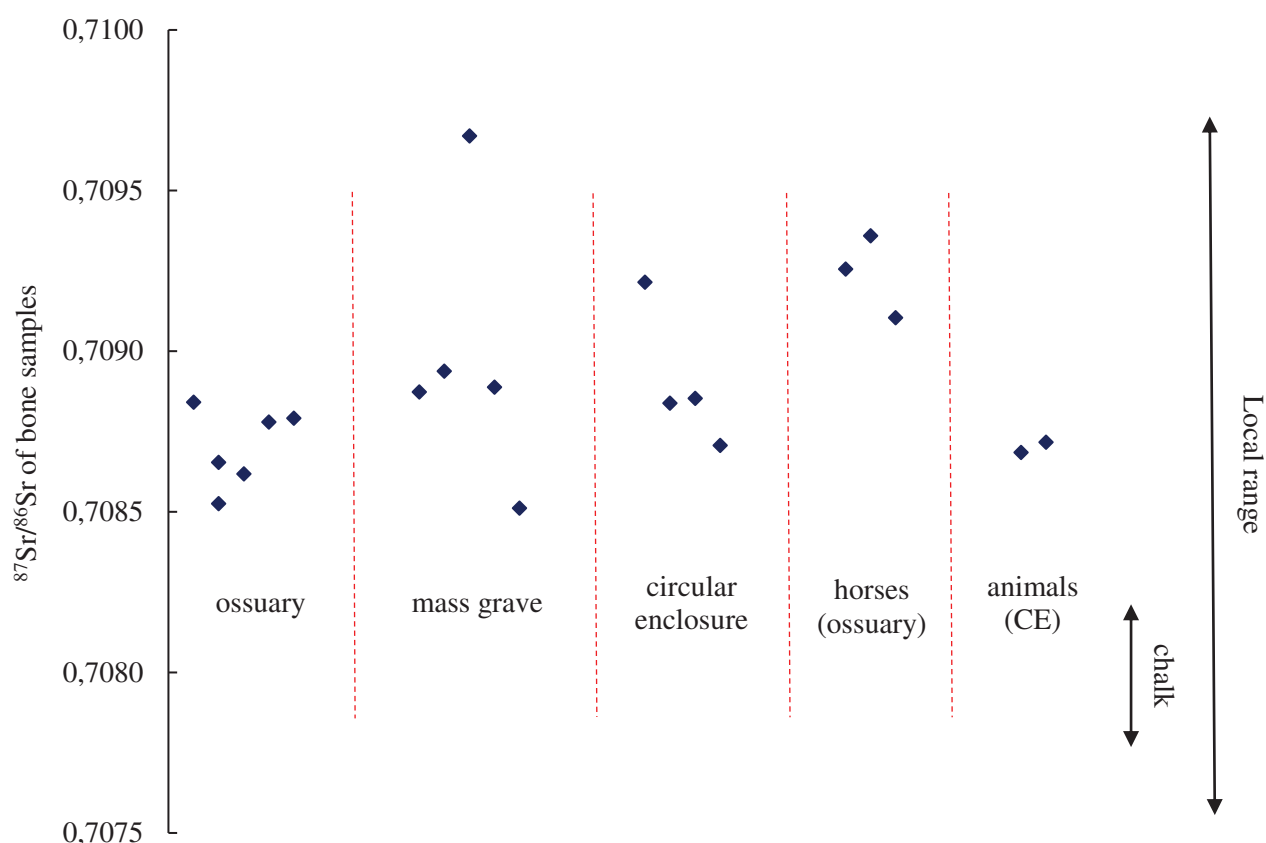
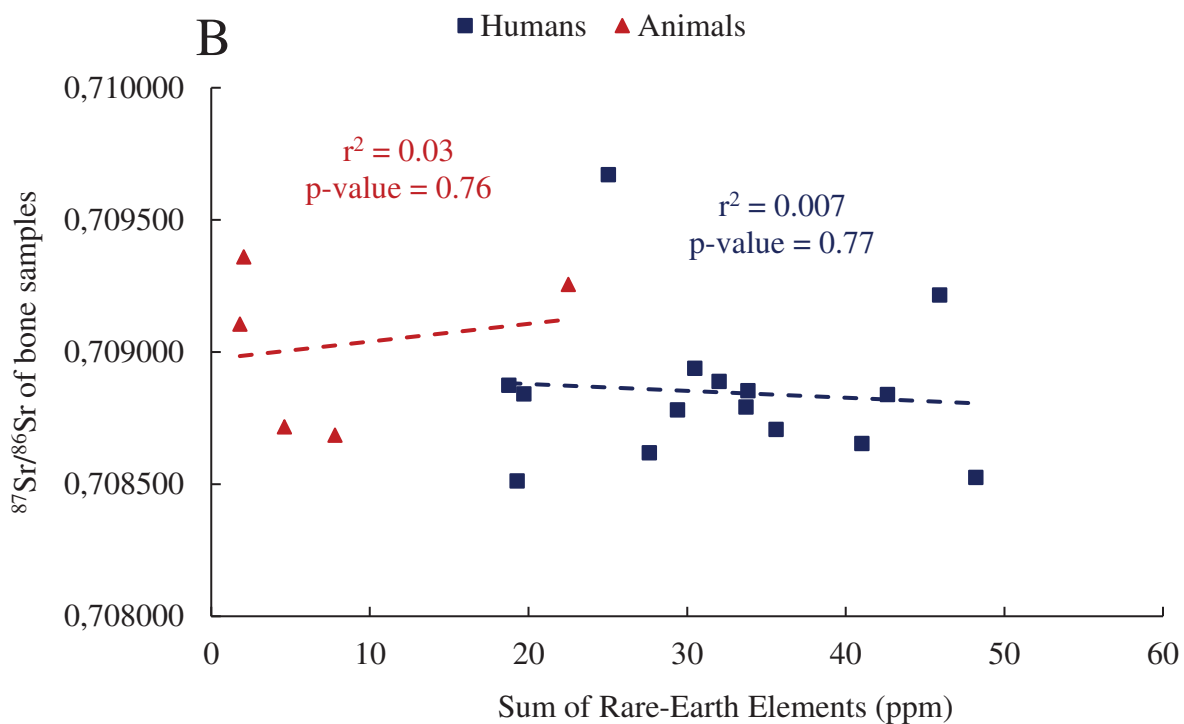
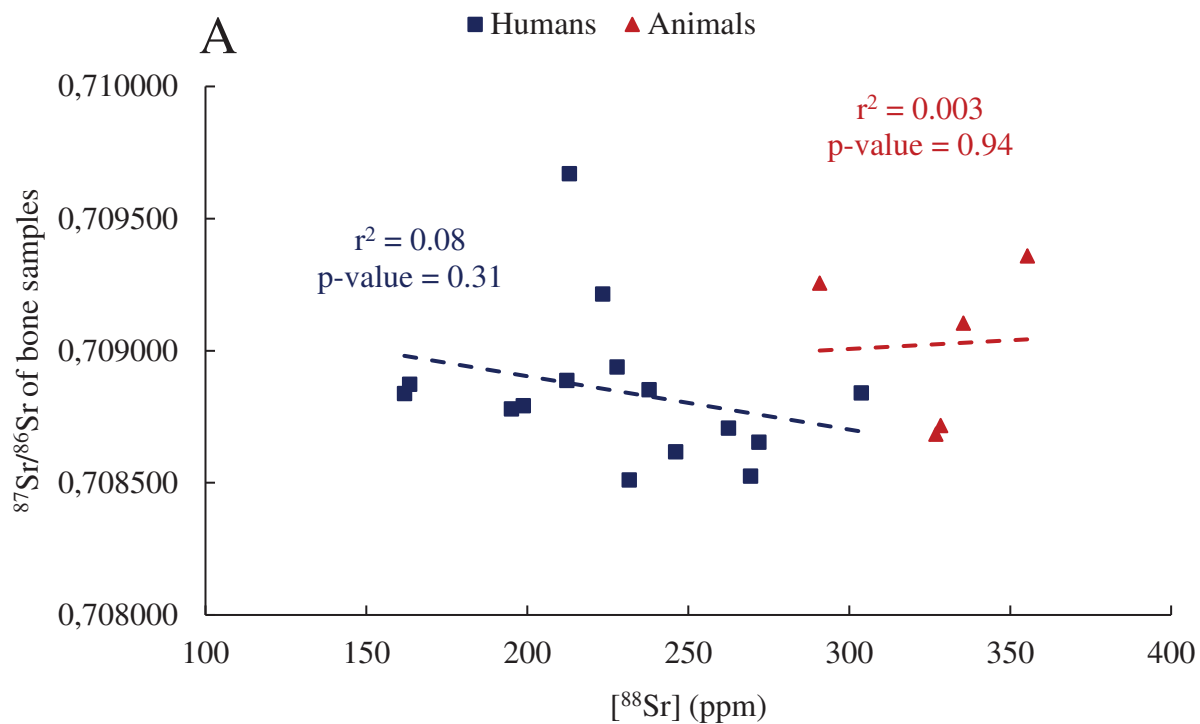


Figure S2: Radiogenic strontium isotope values ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ) of selected bone samples from the humans and animals of Ribemont-sur-Ancre, Picardie, France. CE = circular enclosure. Refer to Table S2 for the precise value of each sample. The bioavailable  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  range of the geologic substratum (“chalk”) and the expected local  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  range inferred from the isoscapes produced by Willmes et al. (2018) (“Local range”) are indicated.

**Reference:**

Willmes, M., Bataille, C. P., James, H. F., Moffat, I., McMorrow, L., Kinsley, L., Armstrong, R. A., Eggins, S., & Grün, R. (2018). Mapping of bioavailable strontium isotope ratios in France for archaeological provenance studies. *Applied Geochemistry*, 90, 75-86. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2017.12.025>





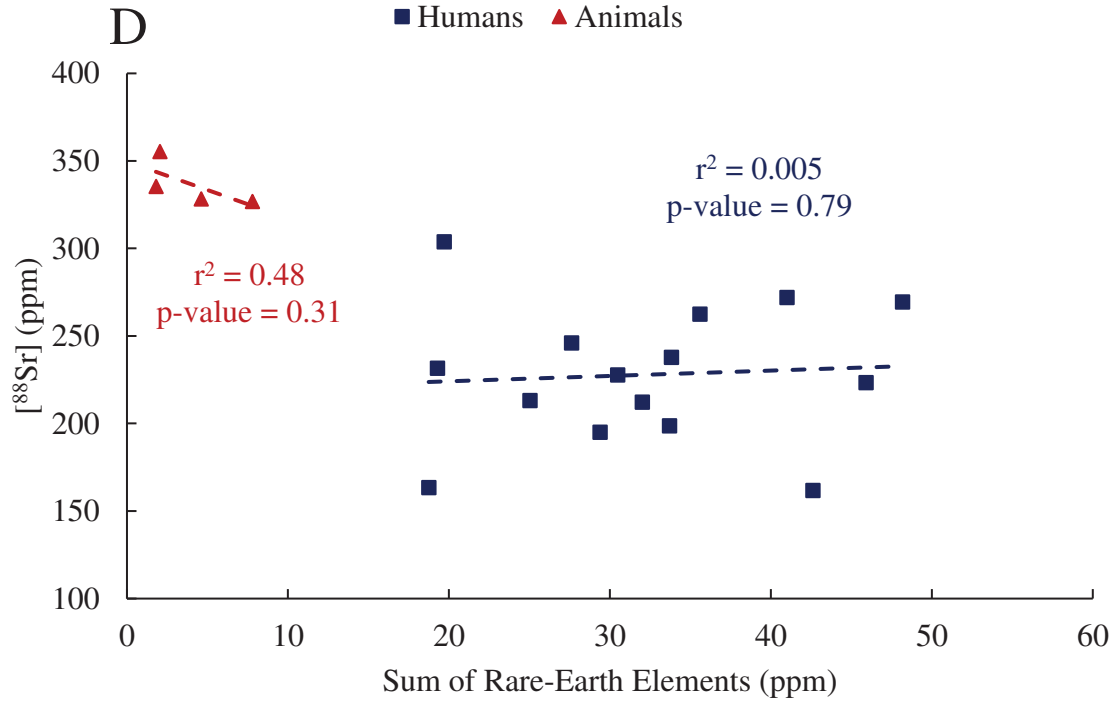
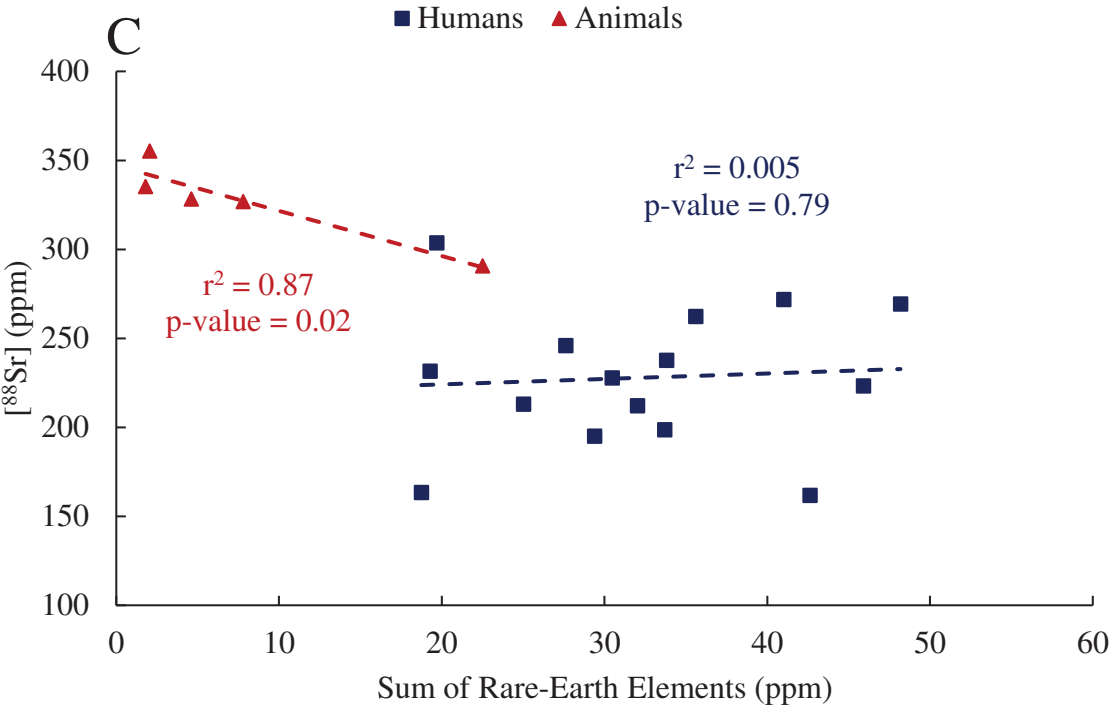


Figure S3: Elemental and isotope values measured on the subsample of 20 bone remains from human and animals at Ribemont-sur-Ancre.

(A) Radiogenic strontium isotope values ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ) vs.  $^{88}\text{Sr}$  concentration (ppm);

(B) Radiogenic strontium isotope values ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ) vs. the sum of Rare Earth Elements concentrations (ppm);

(C) and (D)  $^{88}\text{Sr}$  concentration (ppm) vs. the sum of Rare Earth Elements concentrations (ppm) with (C) or without (D) the outlier sample #1672.

Linear regression lines are represented with Pearson's test correlation coefficient ( $r^2$ ) and p-value.

## Chapitre 9 : Étude isotopique des guerriers de Ribemont-sur-Ancre

Structure	Individual	Type	AMS Lab. code	<sup>14</sup> C dates (BP)	Calibrated dates 2σ (95.4%)§
Ossuary	1628	<i>Homo sapiens</i>	SacA 65948	2250 ± 30	392 - 347 BCE (30,5%) 314 - 204 BCE (64,9%)
	1630	<i>Homo sapiens</i>	SacA 65949	2250 ± 30	392 - 347 BCE (30,5%) 314 - 204 BCE (64,9%)
	1636	<i>Homo sapiens</i>	SacA 65951	2240 ± 30	390 - 343 BCE (26,1%) 320 - 202 BCE (69,4%)
	1638	<i>Homo sapiens</i>	SacA 65952	2225 ± 30	386 - 338 BCE (21,5%) 326 - 198 BCE (74,0%)
	1643	<i>Homo sapiens</i>	SacA 65953	2250 ± 30	392 - 347 BCE (30,5%) 314 - 204 BCE (64,9%)
	1675	<i>Equus caballus</i>	SacA 65964	2270 ± 30	398 - 350 BCE (43,5%) 304 - 208 BCE (51,9%)
	1677	<i>Equus caballus</i>	SacA 65966	2300 ± 30	408 - 352 BCE (70,2%) 286 - 228 BCE (24,6%) 217 - 211 BCE (0,7%)
Mass grave	1648	<i>Homo sapiens</i>	SacA 65954	2225 ± 30	386 - 338 BCE (21,5%) 326 - 198 BCE (74,0%)
	1654	<i>Homo sapiens</i>	SacA 65956	2240 ± 30	390 - 343 BCE (26,1%) 320 - 202 BCE (69,4%)
	1655	<i>Homo sapiens</i>	SacA 65957	2275 ± 30	400 - 350 BCE (47,5%) 302 - 208 BCE (48,0%)
	1657	<i>Homo sapiens</i>	SacA 65958	2230 ± 30	386 - 341 BCE (22,5%) 323 - 200 BCE (72,9%)
	1659	<i>Homo sapiens</i>	SacA 65959	2250 ± 30	392 - 347 BCE (30,5%) 314 - 204 BCE (64,9%)
Circular enclosure	1665	<i>Homo sapiens</i>	SacA 65961	2275 ± 30	400 - 350 BCE (47,5%) 302 - 208 BCE (48,0%)
	1668	<i>Homo sapiens</i>	SacA 65962	2285 ± 30	403 - 351 BCE (56,1%) 292 - 208 BCE (39,3%)
	1670	<i>Homo sapiens</i>	SacA 65963	2245 ± 30	390 - 346 BCE (28,0%) 316 - 203 BCE (67,5%)
	1680	<i>Sus scrofa</i>	SacA 65967	2165 ± 30	357 - 278 BCE (40,5%) 258 - 246 BCE (1,8%) 234 - 101 BCE (52,5%) 66 - 60 BCE (0,8%)
	1681	<i>Sus scrofa</i>	SacA 65968	2170 ± 30	360 - 272 BCE (43,8%) 265 - 242 BCE (3,3%) 236 - 103 BCE (48,3%)

## Chapitre 9 : Étude isotopique des guerriers de Ribemont-sur-Ancre

§: If there are two or three dates from the same sample, the radiocarbon dates have been combined before calibration. Such a combination is checked for internal consistency by a chi-squared test which is performed automatically by the OxCal™ program.

Table S1: Identification of the human and animal bone samples from Ribemont-sur-Ancre with corresponding calibrated dates (at 95.4% certainty) inferred from their <sup>14</sup>C dating (Before Present).

Structure	Individual	Type	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	$\delta^{18}\text{O}_p$ (‰, V-SMOW)	Standard deviation	$\delta^{18}\text{O}_{mv}$ (‰, V-SMOW)	Standard deviation
Ossuary	1625	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.5	0.1	-6.8	1.5
	1626	<i>Homo sapiens</i>	0.708841	+17.1	0.2	-7.4	1.5
	1627	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.5	0.1	-6.8	1.5
	1628	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.3	0.1	-7.1	1.5
	1629	<i>Homo sapiens</i>	0.708526	+16.8	0.2	-7.9	1.5
	1630	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.3	0.1	-7.0	1.5
	1631	<i>Homo sapiens</i>	0.708654	+17.6	0.1	-6.6	1.5
	1632	<i>Homo sapiens</i>	0.708618	+16.9	0.2	-7.7	1.5
	1633	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.0	0.2	-7.6	1.5
	1634	<i>Homo sapiens</i>	0.708780	+17.1	0.2	-7.5	1.5
	1635	<i>Homo sapiens</i>	0.708792	+17.0	0.1	-7.5	1.5
	1636	<i>Homo sapiens</i>	-	+16.8	0.1	-7.9	1.5
	1637	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.7	0.1	-6.4	1.5
	1638	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.3	0.2	-7.1	1.5
	1639	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.5	0.2	-6.8	1.5
	1640	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.5	0.1	-6.7	1.5
	1641	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.7	0	-6.5	1.5
	1642	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.8	0.1	-6.3	1.5
	1643	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.5	0.2	-6.8	1.5
	1672	<i>Equus caballus</i>	0.709256	+17.7	0.2	-7.6	2.5
	1673	<i>Equus caballus</i>	0.709360	+17.7	0.3	-7.6	2.5

1674	<i>Equus caballus</i>	0.709105	+17.3	0.2	-8.1	2.5
1675	<i>Equus caballus</i>	-	+17.1	0.1	-8.4	2.5
1676	<i>Equus caballus</i>	-	+17.7	0.1	-7.6	2.5
1677	<i>Equus caballus</i>	-	+17.0	0.1	-8.6	2.5
1644	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.3	0.2	-7.0	1.5
1645	<i>Homo sapiens</i>	0.708874	+16.9	0.3	-7.7	1.5
1646	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.0	0.1	-7.5	1.5
1647	<i>Homo sapiens</i>	0.708938	+16.6	0.2	-8.2	1.5
1648	<i>Homo sapiens</i>	-	+16.9	0.2	-7.8	1.5
1649	<i>Homo sapiens</i>	0.709670	+16.8	0.3	-7.8	1.5
1650	<i>Homo sapiens</i>	-	+16.7	0.1	-8.0	1.5
1651	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.2	0.1	-7.3	1.5
1652	<i>Homo sapiens</i>	0.708888	+17.1	0.2	-7.5	1.5
1653	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.2	0.1	-7.2	1.5
1654	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.2	0.1	-7.2	1.5
1655	<i>Homo sapiens</i>	-	+16.9	0.1	-7.7	1.5
1656	<i>Homo sapiens</i>	0.708511	+17.1	0.1	-7.3	1.5
1657	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.5	0.1	-6.8	1.5
1658	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.6	0.1	-6.6	1.5
1659	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.1	0.2	-7.4	1.5
1660	<i>Homo sapiens</i>	-	+16.9	0	-7.7	1.5
1661	<i>Homo sapiens</i>	-	+16.8	0	-7.8	1.5

Mass grave

Circular enclosure	1662	<i>Homo sapiens</i>	0.709215	+17.5	0.2	-6.8	1.5
	1663	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.5	0.1	-6.8	1.5
	1664	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.9	0.2	-6.1	1.5
	1665	<i>Homo sapiens</i>	0.708839	+18.0	0.1	-6.1	1.5
	1666	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.3	0.1	-7.1	1.5
	1667	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.4	0.1	-6.9	1.5
	1668	<i>Homo sapiens</i>	0.708853	+17.1	0.1	-7.4	1.5
	1669	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.3	0.1	-7.1	1.5
	1670	<i>Homo sapiens</i>	0.708707	+17.0	0.2	-7.5	1.5
	1671	<i>Homo sapiens</i>	-	+17.3	0.1	-7.1	1.5
	1678	<i>Bos taurus</i>	0.708685	+17.7	0.1	-7.1	0.1
	1679	<i>Bos taurus</i>	0.708717	+16.8	0.2	-8.0	0.1
	1680	<i>Sus scrofa</i>	-	+17.8	0.2	-5.8	0.1
	1681	<i>Sus scrofa</i>	-	+18.0	0.1	-5.5	0.1
	1682	<i>Sus scrofa</i>	-	+17.4	0.2	-6.1	0.1
	1683	<i>Bos taurus</i>	-	+17.0	0.1	-7.8	0.1

**Table S2:** Identification of the human and animal bone samples from Ribemont-sur-Ancres with measured  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  values,  $\delta^{18}\text{O}_p$  values ( $\text{‰}$ , V-SMOW) and corresponding calculated  $\delta^{18}\text{O}_{\text{mw}}$  values ( $\text{‰}$ , V-SMOW) using the fractionation equations described in the main text.



Structure	Individual	Type	$\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ (‰, V-PDB)	Standard deviation	$\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$ (‰, AIR)	Standard deviation	C%	N%	C:N
Ossuary	1625	<i>Homo sapiens</i>	-19.9	0.04	+8.8	0.02	40.6	14.2	3.3
	1626	<i>Homo sapiens</i>	-19.7	0.05	+9.8	0.03	41.6	14.7	3.3
	1627	<i>Homo sapiens</i>	-20.1	0.03	+9.8	0.05	36.9	13.4	3.2
	1628	<i>Homo sapiens</i>	-19.9	0.02	+9.9	0.04	38.2	14.0	3.2
	1629	<i>Homo sapiens</i>	-20.0	0.03	+8.5	0.08	34.1	12.3	3.2
	1630	<i>Homo sapiens</i>	-19.8	0.00	+8.0	0.02	39.6	14.5	3.2
	1631	<i>Homo sapiens</i>	-19.7	0.06	+8.8	0.04	37.3	13.4	3.2
	1632	<i>Homo sapiens</i>	-19.9	0.07	+9.5	0.06	41.6	14.8	3.3
	1633	<i>Homo sapiens</i>	-19.5	0.01	+11.2	0.06	34.8	12.6	3.2
	1634	<i>Homo sapiens</i>	-19.3	0.03	+9.9	0.02	39.9	14.3	3.3
	1635	<i>Homo sapiens</i>	-20.0	0.03	+7.1	0.02	40.6	14.4	3.3
	1636	<i>Homo sapiens</i>	-19.2	0.17	+9.2	0.43	40.0	-	-
	1637	<i>Homo sapiens</i>	-19.5	0.03	+9.0	0.02	39.5	14.3	3.2
	1638	<i>Homo sapiens</i>	-20.2	0.05	+7.8	0.01	40.7	14.7	3.2
	1639	<i>Homo sapiens</i>	-19.8	0.01	+8.2	0.04	42.0	15.0	3.3
	1640	<i>Homo sapiens</i>	-19.9	0.04	+10.0	0.07	38.8	13.9	3.3
1641	<i>Homo sapiens</i>	-19.8	0.01	+9.2	0.05	40.6	14.7	3.2	
1642	<i>Homo sapiens</i>	-20.1	0.05	+6.9	0.06	39.7	14.1	3.3	
1643	<i>Homo sapiens</i>	-20.3	0.10	+7.7	0.02	41.8	14.9	3.3	
1672	<i>Equus caballus</i>	-22.5	0.06	+5.2	0.06	39.4	14.2	3.2	
1673	<i>Equus caballus</i>	-22.6	0.05	+5.5	0.03	43.2	15.2	3.3	

1674	<i>Equus caballus</i>	-22.6	0.01	+7.7	0.04	42.6	15.0	3.3
1675	<i>Equus caballus</i>	-22.7	0.03	+4.6	0.11	39.6	14.6	3.2
1676	<i>Equus caballus</i>	-22.5	0.01	+6.1	0.01	41.7	15.1	3.2
1677	<i>Equus caballus</i>	-22.5	0.06	+6.5	0.11	41.7	15.0	3.2
1644	<i>Homo sapiens</i>	-19.4	0.03	+10.8	0.05	38.2	13.9	3.2
1645	<i>Homo sapiens</i>	-19.6	0.05	+10.7	0.05	43.5	15.2	3.3
1646	<i>Homo sapiens</i>	-19.1	0.02	+9.6	0.06	41.1	15.1	3.2
1647	<i>Homo sapiens</i>	-19.2	0.08	+10.6	0.06	40.7	14.6	3.3
1648	<i>Homo sapiens</i>	-19.7	0.05	+9.6	0.03	42.3	15.1	3.3
1649	<i>Homo sapiens</i>	-17.0	0.06	+10.6	0.06	41.6	15.0	3.3
1650	<i>Homo sapiens</i>	-19.5	0.03	+9.7	0.05	41.7	15.0	3.2
1651	<i>Homo sapiens</i>	-19.2	0.07	+11.6	0.39	40.6	14.5	3.3
1652	<i>Homo sapiens</i>	-19.3	0.02	+10.3	0.00	42.3	15.0	3.3
1653	<i>Homo sapiens</i>	-19.9	0.03	+10.8	0.10	39.5	14.6	3.2
1654	<i>Homo sapiens</i>	-18.4	0.02	+10.0	0.01	43.4	15.6	3.3
1655	<i>Homo sapiens</i>	-19.5	0.04	+10.4	0.02	41.5	15.0	3.2
1656	<i>Homo sapiens</i>	-19.2	0.06	+9.4	0.03	41.8	14.9	3.3
1657	<i>Homo sapiens</i>	-19.7	0.02	+11.4	0.07	42.1	15.1	3.3
1658	<i>Homo sapiens</i>	-19.9	0.04	+10.4	0.10	41.3	14.9	3.2
1659	<i>Homo sapiens</i>	-19.8	0.05	+11.9	0.25	39.6	14.5	3.2
1660	<i>Homo sapiens</i>	-19.6	0.15	+10.6	0.08	42.7	14.9	3.3
1661	<i>Homo sapiens</i>	-18.6	0.06	+10.3	0.35	36.7	13.2	3.3

Circular enclosure	1662	<i>Homo sapiens</i>	-19.9	0.02	+9.8	0.03	40.7	14.6	3.3
	1663	<i>Homo sapiens</i>	-20.0	0.02	+13.0	0.31	38.3	13.7	3.3
	1664	<i>Homo sapiens</i>	-19.5	0.03	+10.2	0.09	38.5	14.0	3.2
	1665	<i>Homo sapiens</i>	-20.1	0.05	+8.0	0.01	42.2	15.0	3.3
	1666	<i>Homo sapiens</i>	-	-	-	-	-	-	-
	1667	<i>Homo sapiens</i>	-20.0	0.01	+11.8	0.13	38.0	13.7	3.2
	1668	<i>Homo sapiens</i>	-20.1	0.02	+7.8	0.03	43.7	15.4	3.33
	1669	<i>Homo sapiens</i>	-19.7	0.04	+9.3	0.22	33.2	12.2	3.2
	1670	<i>Homo sapiens</i>	-20.4	0.08	+7.2	0.03	42.8	15.2	3.3
	1671	<i>Homo sapiens</i>	-19.7	0.02	+10.1	0.16	39.4	14.6	3.2
	1678	<i>Bos taurus</i>	-22.2	0.01	+5.1	0.04	42.7	15.1	3.3
	1679	<i>Bos taurus</i>	-22.0	0.02	+5.4	0.06	42.2	15.1	3.3
	1680	<i>Sus scrofa</i>	-23.1	0.05	+9.8	0.08	40.6	14.3	3.3
	1681	<i>Sus scrofa</i>	-22.9	0.03	+6.2	0.04	39.8	14.3	3.3
	1682	<i>Sus scrofa</i>	-22.5	0.03	+6.6	0.31	39.3	14.3	3.2
	1683	<i>Bos taurus</i>	-21.8	0.02	+8.1	0.18	40.8	14.8	3.2

**Table S3:** Identification of the human and animal bone samples from Ribemont-sur-Ancre with corresponding  $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$  (‰, V-PDB),  $\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$  (‰, AIR) values; and elemental carbon (%C), nitrogen (%N) and calculated molar C:N ratio values measured on bone collagen.

## Chapitre 9 : Étude isotopique des guerriers de Ribemont-sur-Ancre

La Supplementary Table 4 (fichier Excel) peut être téléchargée à l'adresse indiquée en Annexe 1.



## **Conclusions générales et perspectives**

Les peuples de Gaule ont vécu, durant le Second Âge du Fer, une période remarquable au niveau politique et climatique. La conquête romaine, les interactions entre peuples gaulois et l'Optimum Climatique Romain ont conditionné les comportements culturels de ces derniers. C'est le sujet auquel s'est intéressé ce travail de thèse, par une association étroite entre archéologie, anthropologie, et géochimie isotopique. Deux sites archéologiques de Gaule du Nord ont été étudiés : Thézy-Glimont avec ses individus enterrés dans les fosses à offrandes et Ribemont-sur-Ancre avec sa population guerrière.

Tout d'abord, l'étude de l'homogénéité du signal isotopique enregistré à l'échelle intra-squelettique de trois individus de Thézy-Glimont a permis de proposer que ceux-ci étaient sédentaires, autochtones, avec un mode de vie similaire à celui des personnes occupant l'habitat groupé. De plus, l'étude de l'homogénéité isotopique d'un squelette d'humain moderne a permis de discuter les critères isotopiques considérés pour repérer la diagenèse dans du matériel osseux. L'intérêt de l'étude isotopique d'un individu moderne, notamment pour lui attribuer une origine géographique, a également été démontrée. Les populations des deux sites archéologiques ont ensuite été étudiées par divers systèmes isotopiques.

L'étude de la composition isotopique de l'oxygène des groupements phosphates de l'apatite des individus des fosses à offrandes de Thézy-Glimont a montré que ceux-ci ont expérimenté l'Optimum Climatique Romain, avec des températures moyennes similaires aux températures actuelles. La datation par le radiocarbone des restes osseux a mis en évidence la contemporanéité des individus des fosses à offrandes avec les autres dépôts retrouvés sur le site (fosses-silos, enclos à armes). Enfin, la diagenèse des groupements carbonates de l'apatite des restes osseux a été mise en évidence et discutée, et certains pôles diagénétiques ont pu être identifiés.

L'analyse de la composition isotopique du carbone, de l'azote et du soufre du collagène de ces mêmes individus a mis en évidence qu'ils ont suivi un régime alimentaire constant et omnivore, basé sur la consommation de plantes en C3 et pauvre en viande. Le millet n'était donc pas cultivé dans la région, et les individus étaient probablement de bas niveau social. D'autre part, des compositions isotopiques du soufre élevées ont été mises en relation avec une humidité

## Conclusions générales et perspectives

exacerbée en Picardie durant le Second Âge du Fer, illustrant comment l'influence climatique peut être enregistrée biologiquement.

L'ensemble des résultats isotopiques acquis sur les individus de Thézy-Glimont, associé au contexte du site, a ensuite permis de démontrer le potentiel du système isotopique de l'hydrogène, mesuré sur le collagène osseux, sur l'émail dentaire, et sur l'os total, comme proxy dans le registre archéologique. Des corrélations linéaires entre les proxys isotopiques précédemment étudiés et les signatures isotopiques de l'hydrogène, mesurées sur les trois tissus, montrent que le système isotopique de l'hydrogène enregistre effectivement les conditions climatiques et les pratiques alimentaires. Des variations isotopiques similaires sont constatées entre le collagène osseux et l'os total, suggérant que l'étude de cette dernière matrice conduirait aux mêmes interprétations tout en s'affranchissant de l'extraction chimique du collagène, potentiellement à l'origine de biais analytiques. Enfin, l'étude de la composition isotopique de l'oxygène du collagène, bien que moins contrainte et connue, semble également enregistrer un signal climatique *via* la signature isotopique de l'eau de boisson.

L'étude isotopique multi-proxy, basée sur la datation par le radiocarbone, la composition isotopique de l'oxygène des groupements phosphates, les rapports radiogéniques du strontium, et la composition isotopique du carbone et de l'azote du collagène de restes osseux des guerriers du site de Ribemont-sur-Ancre, permet de mieux comprendre le fonctionnement et l'origine de ce site archéologique. Une origine géographique peut être suggérée pour l'ensemble des guerriers à environ 350 km du site archéologique. Des différences de composition isotopique du carbone et azote du collagène osseux sont constatées entre les groupes enterrés dans différentes zones du site et sont interprétées comme liées à un accès variable à la viande animale. On propose que les individus retrouvés dans le charnier soient des guerriers de haut statut social, tandis que ceux retrouvés au sein des ossuaires et de l'enclos circulaire soient des non-guerriers ou des compagnons sacrifiés secondairement. Enfin, la datation par le radiocarbone des restes osseux humains et animaux a montré que le site a persisté pendant plusieurs décennies, en tant que lieu de mémoire, où la guerre était certainement célébrée et l'esprit guerrier entretenu.

Durant l'ensemble de ce travail de thèse, de nombreuses perspectives de développement analytiques et d'applications archéologiques ont été proposées. La compréhension de l'enregistrement isotopique à l'échelle d'un individu, le développement d'outils adaptés pour

## Conclusions générales et perspectives

détecter la diagenèse du signal isotopique, ou encore l'utilisation comme proxys des compositions isotopiques de l'hydrogène et de l'oxygène du collagène, sont quelques exemples de perspectives analytiques qui pourront être développées par de nouvelles études réalisées sur du matériel osseux et dentaire moderne et archéologique. De nombreuses connaissances restent également à acquérir sur les populations gauloises. La consommation de produits de la mer n'a pas été constatée sur les sites considérés : il serait intéressant d'étudier les régimes alimentaires de populations côtières, afin de pouvoir affirmer si, de manière similaire à la Grande-Bretagne (Dobney & Ervynck, 2007), la consommation de ressources marines était peu ancrée dans la culture gauloise, et aurait été introduite par l'Empire romain. On pourrait alors considérer cette pratique comme un marqueur culturel de la conquête romaine sur les peuples de Gaule et tracer, dans différentes régions, l'étendue de celle-ci. D'autre part, l'étude de Ribemont-sur-Ancre a mis en évidence la mobilité constante des peuples gaulois, qui n'étaient qu'à moitié sédentaires. Ces migrations à l'échelle locale sont encore très peu connues, en lien avec l'absence de restes écrits gaulois et la méconnaissance de ces phénomènes par les observateurs grecs et romains. Elles pourraient être documentées par l'acquisition systématique, lors de la découverte de nouveaux sites de guerre ou de conflits, de compositions isotopiques permettant le traçage géographique des individus.

L'ensemble de ces perspectives archéologiques nécessite des études isotopiques à large échelle spatiale et temporelle. Celles-ci pourraient notamment bénéficier de la mise en commun, de manière collaborative, des données isotopiques acquises. C'est cette pratique qui a permis le développement et la généralisation d'autres proxys, comme la dendroclimatologie et la palynologie (Chapitre 1). La mise en place de bases de données isotopiques collaboratives a été initiée depuis une dizaine d'années (*e.g.* IRHUM, Willmes *et al.*, 2014 ; IsoArcH.eu, Salesse *et al.*, 2018) et doit être poursuivie et encouragée. L'utilisation de ces outils permettra une meilleure compréhension des interactions entre peuples gaulois, entre les Gaulois et les populations extérieures (Romains, Grecs), ou entre les Gaulois et leur environnement. Ces objectifs doivent être associés à un effort de communication auprès de la communauté archéologique, afin de démontrer l'intérêt scientifique réciproque dont peuvent bénéficier l'analyse isotopique et les analyses archéologiques « traditionnelles ». Cette thèse s'inscrit dans cette démarche, en illustrant l'apport de la géochimie isotopique à la connaissance des peuples de Gaule du Nord et la contribution du matériel archéologique à l'approfondissement des connaissances analytiques isotopiques.





## **Références bibliographiques**

- Aaby, B., 1976. Cyclic climatic variations in climate over the past 5,500 yr reflected in raised bogs. *Nature* 263, 281–284.
- Abrantes, F., Lebreiro, S., Rodrigues, T., Gil, I., Bartels-Jónsdóttir, H., Oliveira, P., Kissel, C., Grimalt, J.O., 2005. Shallow-marine sediment cores record climate variability and earthquake activity off Lisbon (Portugal) for the last 2000 years. *Quaternary Science Reviews* 24, 2477–2494. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2004.04.009>
- Adams, B.J., Byrd, J.E. (Eds.), 2008. Recovery, Analysis, and Identification of Commingled Human Remains, 2008<sup>th</sup> edition. ed. Humana, Totowa, NJ.
- Adams, S., Grün, R., McGahan, D., Zhao, J.-X., Feng, Y., Nguyen, A., Willmes, M., Quaresimin, M., Lobsey, B., Collard, M., Westaway, M.C., 2019. A strontium isoscape of north-east Australia for human provenance and repatriation. *Geoarchaeology* 34, 231–251. <https://doi.org/10.1002/gea.21728>
- Agache, R., Vasselle, F., Will, E., 1965. Les villas gallo-romaines de la Somme : aperçu préliminaire. *Revue du Nord* 47, 541–576. <https://doi.org/10.3406/rnord.1965.2544>
- Ahmed, M., Anchukaitis, K.J., Asrat, A., Borgaonkar, H.P., Braidia, M., Buckley, B.M., Büntgen, U., Chase, B.M., Christie, D.A., Cook, E.R., Curran, M.A.J., Diaz, H.F., Esper, J., Fan, Z.-X., Gaire, N.P., Ge, Q., Gergis, J., González-Rouco, J.F., Goosse, H., Grab, S.W., Graham, N., Graham, R., Grosjean, M., Hanhijärvi, S.T., Kaufman, D.S., Kiefer, T., Kimura, K., Korhola, A.A., Krusic, P.J., Lara, A., Lézine, A.-M., Ljungqvist, F.C., Lorrey, A.M., Luterbacher, J., Masson-Delmotte, V., McCarroll, D., McConnell, J.R., McKay, N.P., Morales, M.S., Moy, A.D., Mulvaney, R., Mundo, I.A., Nakatsuka, T., Nash, D.J., Neukom, R., Nicholson, S.E., Oerter, H., Palmer, J.G., Phipps, S.J., Prieto, M.R., Rivera, A., Sano, M., Severi, M., Shanahan, T.M., Shao, X., Shi, F., Sigl, M., Smerdon, J.E., Solomina, O.N., Steig, E.J., Stenni, B., Thamban, M., Trouet, V., Turney, C.S.M., Umer, M., van Ommen, T., Verschuren, D., Viau, A.E., Villalba, R., Vinther, B.M., von Gunten, L., Wagner, S., Wahl, E.R., Wanner, H., Werner, J.P., White, J.W.C., Yasue, K., Zorita, E., PAGES 2k Consortium, 2013. Continental-scale temperature variability during the past two millennia. *Nature Geosci* 6, 339–346. <https://doi.org/10.1038/ngeo1797>
- Albarède, F., 2009. *Geochemistry: an introduction*. Cambridge University Press.
- Alonzi, E., Pacheco-Forés, S.I., Gordon, G.W., Kuijt, I., Knudson, K.J., 2020. New understandings of the sea spray effect and its impact on bioavailable radiogenic strontium isotope ratios in coastal environments. *Journal of Archaeological Science: Reports* 33, 102462. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102462>
- Álvarez, M.C., Flores, J.A., Sierro, F.J., Diz, P., Francés, G., Pelejero, C., Grimalt, J., 2005. Millennial surface water dynamics in the Ría de Vigo during the last 3000 years as revealed by coccoliths and molecular biomarkers. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 218, 1–13. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2004.12.002>

## Références bibliographiques

- Ambers, J., 2005. Archaeometry and antique analysis | Dating of Artifacts, in: Worsfold, P., Townshend, A., Poole, C. (Eds.), *Encyclopedia of Analytical Science* (Second Edition). Elsevier, Oxford, pp. 109–117. <https://doi.org/10.1016/B0-12-369397-7/00019-4>
- Ambrose, S.H., 2002. Controlled Diet and Climate Experiments on Nitrogen Isotope Ratios of Rats, in: Ambrose, S.H., Katzenberg, M.A. (Eds.), *Biogeochemical Approaches to Paleodietary Analysis*. Springer US, Boston, MA, pp. 243–259. [https://doi.org/10.1007/0-306-47194-9\\_12](https://doi.org/10.1007/0-306-47194-9_12)
- Ambrose, S.H., DeNiro, M.J., 1986. The isotopic ecology of East African mammals. *Oecologia* 69, 395–406. <https://doi.org/10.1007/BF00377062>
- Andersen, K.K., Svensson, A., Johnsen, S.J., Rasmussen, S.O., Bigler, M., Röthlisberger, R., Ruth, U., Siggaard-Andersen, M.-L., Peder Steffensen, J., Dahl-Jensen, D., Vinther, B.M., Clausen, H.B., 2006. The Greenland Ice Core Chronology 2005, 15–42ka. Part 1: constructing the time scale. *Quaternary Science Reviews, Critical Quaternary Stratigraphy* 25, 3246–3257. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2006.08.002>
- Anderson, H.C., 1995. Molecular biology of matrix vesicles. *Clin Orthop Relat Res* 266–280.
- André, J., 2009. *L'alimentation et la cuisine à Rome*, Belles Lettres.
- Aristote, I<sup>er</sup> siècle BCE. *Politique*.
- Arnaud, F., Magand, O., Chapron, E., Bertrand, S., Boës, X., Charlet, F., Mélières, M.-A., 2006. Radionuclide dating (<sup>210</sup>Pb, <sup>137</sup>Cs, <sup>241</sup>Am) of recent lake sediments in a highly active geodynamic setting (Lakes Puyehue and Icalma—Chilean Lake District). *Science of The Total Environment* 366, 837–850. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2005.08.013>
- Arnaud-Fassetta, G., Carcaud, N., Castanet, C., Salvador, P.-G., 2010. Fluvialite palaeoenvironments in archaeological context: Geographical position, methodological approach and global change – Hydrological risk issues. *Quaternary International, Landscape Evolution and Geoarchaeology* 216, 93–117. <https://doi.org/10.1016/j.quaint.2009.03.009>
- Arnay-de-la-Rosa, M., González-Reimers, E., Yanes, Y., Velasco-Vázquez, J., Romanek, C.S., Noakes, J.E., 2010. Paleodietary analysis of the prehistoric population of the Canary Islands inferred from stable isotopes (carbon, nitrogen and hydrogen) in bone collagen. *Journal of Archaeological Science* 37, 1490–1501. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2010.01.009>
- Asrat, A., 2008. Precipitation records of the last century reconstructed from annual growth-rate parameters of two Ethiopian stalagmites. *PAGES News* 16, 22–24.
- Athénée de Naucratis, III<sup>ème</sup> siècle BCE. *Les Deipnosophistes*.
- Augustin, L., Barbante, C., Barnes, P.R.F., Marc Barnola, J., Bigler, M., Castellano, E., Cattani, O., Chappellaz, J., Dahl-Jensen, D., Delmonte, B., Dreyfus, G., Durand, G., Falourd, S., Fischer, H., Flückiger, J., Hansson, M.E., Huybrechts, P., Jugie, G., Johnsen, S.J., Jouzel, J., Kaufmann, P., Kipfstuhl, J., Lambert, F., Lipenkov, V.Y., Littot, G.C., Longinelli, A., Lorrain, R., Maggi, V., Masson-Delmotte, V., Miller, H., Mulvaney, R., Oerlemans, J., Oerter, H., Orombelli, G., Parrenin, F., Peel, D.A., Petit, J.-R., Raynaud, D., Ritz, C., Ruth, U., Schwander, J., Siegenthaler, U., Souchez, R., Stauffer, B., Peder Steffensen, J., Stenni, B., Stocker, T.F., Tabacco, I.E., Udisti,

## Références bibliographiques

- R., van de Wal, R.S.W., van den Broeke, M., Weiss, J., Wilhelms, F., Winther, J.-G., Wolff, E.W., Zucchelli, M., 2004. Eight glacial cycles from an Antarctic ice core. *Nature* 429, 623–628. <https://doi.org/10.1038/nature02599>
- Ault, W.U., Kulp, J.L., 1959. Isotopic geochemistry of sulphur. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 16, 201–235. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(59\)90112-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(59)90112-7)
- Austin, C., Smith, T.M., Bradman, A., Hinde, K., Joannes-Boyau, R., Bishop, D., Hare, D.J., Doble, P., Eskenazi, B., Arora, M., 2013. Barium distributions in teeth reveal early-life dietary transitions in primates. *Nature* 498, 216–219. <https://doi.org/10.1038/nature12169>
- Bakke, J., Lie, Ø., Dahl, S.O., Nesje, A., Bjune, A.E., 2008. Strength and spatial patterns of the Holocene wintertime westerlies in the NE Atlantic region. *Global and Planetary Change, Historical and Holocene glacier – climate variations* 60, 28–41. <https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2006.07.030>
- Bala, Y., Farlay, D., Boivin, G., 2013. Bone mineralization: from tissue to crystal in normal and pathological contexts. *Osteoporos Int* 24, 2153–2166. <https://doi.org/10.1007/s00198-012-2228-y>
- Balasse, M., Bocherens, H., Mariotti, A., 1999. Intra-bone Variability of Collagen and Apatite Isotopic Composition Used as Evidence of a Change of Diet. *Journal of Archaeological Science* 26, 593–598. <https://doi.org/10.1006/jasc.1998.0376>
- Balter, V., Simon, L., Fouillet, H., Lécuyer, C., 2006. Box-modeling of  $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$  in mammals. *Oecologia* 147, 212–222. <https://doi.org/10.1007/s00442-005-0263-5>
- Barbour, M.M., 2007. Stable oxygen isotope composition of plant tissue: a review. *Functional Plant Biol.* 34, 83–94. <https://doi.org/10.1071/FP06228>
- Bard, E., 2001. Comparison of alkenone estimates with other paleotemperature proxies. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems* 2. <https://doi.org/10.1029/2000GC000050>
- Bar-Matthews, M., Ayalon, A., Kaufman, A., 1998. Middle to Late Holocene (6,500 yr. Period) Paleoclimate in the Eastern Mediterranean Region from Stable Isotopic Composition of Speleothems from Soreq Cave, Israel, in: Issar, A.S., Brown, N. (Eds.), *Water, Environment and Society in Times of Climatic Change: Contributions from an International Workshop within the Framework of International Hydrological Program (IHP) UNESCO, Held at Ben-Gurion University, Sede Boker, Israel from 7–12 July 1996*. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 203–214. [https://doi.org/10.1007/978-94-017-3659-6\\_9](https://doi.org/10.1007/978-94-017-3659-6_9)
- Baron, R., 2001. L'ostéoclaste et les mécanismes moléculaires de la résorption osseuse. *Med Sci (Paris)* 17, 1260–1269. <https://doi.org/10.1051/medsci/200117121260>
- Bartlett, J.D., 2013. Dental enamel development: proteinases and their enamel matrix substrates. *ISRN Dent* 2013, 684607. <https://doi.org/10.1155/2013/684607>
- Bataille, C.P., Jaouen, K., Milano, S., Trost, M., Steinbrenner, S., Crubézy, É., Colleter, R., 2021. Triple sulfur-oxygen-strontium isotopes probabilistic geographic assignment of archaeological remains using a novel sulfur isoscape of western Europe. *PLOS ONE* 16, e0250383. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0250383>

## Références bibliographiques

- Bataille, C.P., Laffoon, J., Bowen, G.J., 2012. Mapping multiple source effects on the strontium isotopic signatures of ecosystems from the circum-Caribbean region. *Ecosphere* 3, art118. <https://doi.org/10.1890/ES12-00155.1>
- Bé, A.W.H., Hamlin, W.H., 1967. Ecology of Recent Planktonic Foraminifera: Part 3: Distribution in the North Atlantic during the Summer of 1962. *Micropaleontology* 13, 87–106. <https://doi.org/10.2307/1484808>
- Beard, B.L., Johnson, C.M., 2000. Strontium isotope composition of skeletal material can determine the birth place and geographic mobility of humans and animals. *Journal of Forensic Science* 45, 1049–1061.
- Beasley, M.M., Bartelink, E.J., Taylor, L., Miller, R.M., 2014. Comparison of transmission FTIR, ATR, and DRIFT spectra: implications for assessment of bone bioapatite diagenesis. *Journal of Archaeological Science* 46, 16–22. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2014.03.008>
- Bender, M., 1971. Variations in the  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  ratios of plants in relation to the pathway of photosynthetic carbon dioxide fixation. *Phytochemistry* 10, 1239–1244. [https://doi.org/10.1016/S0031-9422\(00\)84324-1](https://doi.org/10.1016/S0031-9422(00)84324-1)
- Bendrey, R., Vella, D., Zazzo, A., Balasse, M., Lepetz, S., 2015. Exponentially decreasing tooth growth rate in horse teeth: implications for isotopic analyses. *Archaeometry* 57, 1104–1124. <https://doi.org/10.1111/arc.12151>
- Beniston, M., 2002. Climate modeling at various spatial and temporal scales: where can dendrochronology help? *Dendrochronologia* 20, 117–131. <https://doi.org/10.1078/1125-7865-00012>
- Benito, G., Sopena, A., Sánchez-Moya, Y., Machado, M.J., Pérez-González, A., 2003. Palaeoflood record of the Tagus River (Central Spain) during the Late Pleistocene and Holocene. *Quaternary Science Reviews* 22, 1737–1756. [https://doi.org/10.1016/S0277-3791\(03\)00133-1](https://doi.org/10.1016/S0277-3791(03)00133-1)
- Bentley, R.A., 2006. Strontium Isotopes from the Earth to the Archaeological Skeleton: A Review. *Journal of Archaeological Method and Theory* 13, 135–187.
- Benvenuti, M., Mariotti-Lippi, M., Pallecchi, P., Sagri, M., 2006. Late-Holocene catastrophic floods in the terminal Arno River (Pisa, Central Italy) from the story of a Roman riverine harbour. *The Holocene* 16, 863–876. <https://doi.org/10.1191/0959683606hl978rp>
- Berg, G.E., Kenyhercz, M., 2017. IsoLocate [WWW Document]. IsoLocate. URL <https://anthropologyapps.shinyapps.io/IsoLocate/> (accessed 4.19.22).
- Berger, J.-F., Bravard, J.-P., 2012. Le développement économique romain face à la crise environnementale : le cas de la Gaule narbonnaise. *Des climats et des hommes. La Découverte*, Paris 269–289.
- Berger, W.H., Heath, G.R., 1968. Vertical mixing in pelagic sediments. *J. mar. Res* 26, 134–143.

## Références bibliographiques

- Bergquist, B.A., Blum, J.D., 2007. Mass-Dependent and -Independent Fractionation of Hg Isotopes by Photoreduction in Aquatic Systems. *Science* 318, 417–420. <https://doi.org/10.1126/science.1148050>
- Bernard, A., Daux, V., Lécuyer, C., Brugal, J.-P., Genty, D., Wainer, K., Gardien, V., Fourel, F., Jaubert, J., 2009. Pleistocene seasonal temperature variations recorded in the  $\delta^{18}\text{O}$  of *Bison priscus* teeth. *Earth and Planetary Science Letters* 283, 133–143. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2009.04.005>
- Bianchi, G.G., McCave, I.N., 1999. Holocene periodicity in North Atlantic climate and deep-ocean flow south of Iceland. *Nature* 397, 515–517. <https://doi.org/10.1038/17362>
- Bigeleisen, J., Mayer, M.G., 1947. Calculation of Equilibrium Constants for Isotopic Exchange Reactions. *J. Chem. Phys.* 15, 261–267. <https://doi.org/10.1063/1.1746492>
- Bigler, C., Larocque, I., Peglar, S.M., Birks, H.J.B., Hall, R.I., 2002. Quantitative multiproxy assessment of long-term patterns of Holocene environmental change from a small lake near Abisko, northern Sweden. *The Holocene* 12, 481–496. <https://doi.org/10.1191/0959683602hl559rp>
- Birchall, J., O’Connell, T.C., Heaton, T.H.E., Hedges, R.E.M., 2005. Hydrogen Isotope Ratios in Animal Body Protein Reflect Trophic Level. *Journal of Animal Ecology* 74, 877–881.
- Bird, M.I., Haig, J., Ulm, S., Wurster, C., 2022. A carbon and nitrogen isotope perspective on ancient human diet in the British Isles. *Journal of Archaeological Science* 137, 105516. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2021.105516>
- Birks, H.J.B., 1995. Quantitative palaeoenvironmental reconstructions. *Statistical modelling of Quaternary Science Data. Technical guide* 5, 161–254.
- Black, D.E., Abahazi, M.A., Thunell, R.C., Kaplan, A., Tappa, E.J., Peterson, L.C., 2007. An 8-century tropical Atlantic SST record from the Cariaco Basin: Baseline variability, twentieth-century warming, and Atlantic hurricane frequency. *Paleoceanography* 22. <https://doi.org/10.1029/2007PA001427>
- Blake, R.E., O’Neil, J.R., Garcia, G.A., 1997. Oxygen isotope systematics of biologically mediated reactions of phosphate: I. Microbial degradation of organophosphorus compounds. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 61, 4411–4422. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(97\)00272-X](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(97)00272-X)
- Blancquaert, G., Leroyer, C., Lorho, T., Malrain, F., Zech-Matterne, V., 2011. Rythmes de créations et d’abandons des établissements ruraux du second âge du Fer et interactions environnementales, in : *Variations Environnementales, Mutations Sociales: Natures, Intensités, Échelles et Temporalités Des Changements*. Presented at the *Rencontres internationales d’archéologie et d’histoire d’Antibes.*, Antibes.
- Boaks, A., Siwek, D., Mortazavi, F., 2014. The temporal degradation of bone collagen: A histochemical approach. *Forensic Science International* 240, 104–110. <https://doi.org/10.1016/j.forsciint.2014.04.008>
- Bocherens, H., Drucker, D., 2003. 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. <https://doi.org/10.1002/oa.662>

## Références bibliographiques

- Bocherens, H., Drucker, D.G., Taubald, H., 2011. Preservation of bone collagen sulphur isotopic compositions in an early Holocene river-bank archaeological site. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, Special Issue: Fossil bones and teeth: preservation or alteration of biogenic compositions?* 310, 32–38. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2011.05.016>
- Bocherens, H., Fizet, M., Mariotti, A., Olive, C., Bellon, G., Billiou, D., 1991. Application de la biogéochimie isotopique ( $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ ) à la détermination du régime alimentaire des populations humaines et animales durant les périodes antique et médiévale. *Archives des sciences, Genève* 44, 329–340.
- Bohlke, J.K., Coplen, T.B., 1995. Interlaboratory comparison of reference materials for nitrogen-isotope-ratio measurements.
- Bohlke, J.K., Gwinn, C.J., Coplen, T.B., 1993. New Reference Materials for Nitrogen-Isotope-Ratio Measurements. *Geostandards Newsletter* 17, 159–164. <https://doi.org/10.1111/j.1751-908X.1993.tb00131.x>
- Bol, R., Eriksen, J., Smith, P., Garnett, M.H., Coleman, K., Christensen, B.T., 2005. The natural abundance of  $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ ,  $^{34}\text{S}$  and  $^{14}\text{C}$  in archived (1923–2000) plant and soil samples from the Askov long-term experiments on animal manure and mineral fertilizer. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 19, 3216–3226. <https://doi.org/10.1002/rcm.2156>
- Bond, G., Kromer, B., Beer, J., Muscheler, R., Evans, M.N., Showers, W., Hoffmann, S., Lotti-Bond, R., Hajdas, I., Bonani, G., 2001. Persistent Solar Influence on North Atlantic Climate During the Holocene. *Science* 294, 2130–2136. <https://doi.org/10.1126/science.1065680>
- Bond, G., Showers, W., Cheseby, M., Lotti, R., Almasi, P., deMenocal, P., Priore, P., Cullen, H., Hajdas, I., Bonani, G., 1997. A Pervasive Millennial-Scale Cycle in North Atlantic Holocene and Glacial Climates. *Science* 278, 1257–1266. <https://doi.org/10.1126/science.278.5341.1257>
- Bookman, R., Enzel, Y., Agnon, A., Stein, M., 2004. Late Holocene lake levels of the Dead Sea. *GSA Bulletin* 116, 555–571. <https://doi.org/10.1130/B25286.1>
- Boskey, A.L., 1989. Noncollagenous matrix proteins and their role in mineralization. *Bone and Mineral* 6, 111–123. [https://doi.org/10.1016/0169-6009\(89\)90044-5](https://doi.org/10.1016/0169-6009(89)90044-5)
- Bosshardt, D.D., Selvig, K.A., 1997. Dental cementum: the dynamic tissue covering of the root. *Periodontol* 2000 13, 41–75. <https://doi.org/10.1111/j.1600-0757.1997.tb00095.x>
- Böttcher, M.E., Brumsack, H.-J., Dürselen, C.-D., 2007. The isotopic composition of modern seawater sulfate: I. Coastal waters with special regard to the North Sea. *Journal of Marine Systems* 67, 73–82. <https://doi.org/10.1016/j.jmarsys.2006.09.006>
- Bowen, G.J., 2010. Isoscapes: Spatial Pattern in Isotopic Biogeochemistry. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* 38, 161–187. <https://doi.org/10.1146/annurev-earth-040809-152429>
- Bowen, G.J., Ehleringer, J.R., Chesson, L.A., Thompson, A.H., Podlesak, D.W., Cerling, T.E., 2009. Dietary and physiological controls on the hydrogen and oxygen isotope ratios of hair from mid-20th century indigenous populations. *American Journal of Physical Anthropology* 139, 494–504. <https://doi.org/10.1002/ajpa.21008>

## Références bibliographiques

- Bowen, G.J., Wassenaar, L.I., Hobson, K.A., 2005. Global application of stable hydrogen and oxygen isotopes to wildlife forensics. *Oecologia* 143, 337–348. <https://doi.org/10.1007/s00442-004-1813-y>
- Boyce, B.F., 2013. Advances in the Regulation of Osteoclasts and Osteoclast Functions. *J Dent Res* 92, 860–867. <https://doi.org/10.1177/0022034513500306>
- Brady, A.L., White, C.D., Longstaffe, F.J., Southam, G., 2008. Investigating intra-bone isotopic variations in bioapatite using IR-laser ablation and micromilling: Implications for identifying diagenesis? *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, Beyond documenting diagenesis: The fifth international bone diagenesis workshop* 266, 190–199. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2008.03.031>
- Brauer, A., 2004. Annually Laminated Lake Sediments and Their Palaeoclimatic Relevance, in: Fischer, H., Kumke, T., Lohmann, G., Flöser, G., Miller, H., von Storch, H., Negendank, J.F.W. (Eds.), *The Climate in Historical Times: Towards a Synthesis of Holocene Proxy Data and Climate Models*. Springer, Berlin, Heidelberg, pp. 109–127. [https://doi.org/10.1007/978-3-662-10313-5\\_7](https://doi.org/10.1007/978-3-662-10313-5_7)
- Brázdil, R., Pfister, C., Wanner, H., Storch, H.V., Luterbacher, J., 2005. Historical Climatology in Europe – The State of the Art. *Climatic Change* 70, 363–430. <https://doi.org/10.1007/s10584-005-5924-1>
- Brazier, J.-M., Schmitt, A.-D., Pelt, E., Lemarchand, D., Gangloff, S., Tacail, T., Balter, V., 2020. Determination of Radiogenic  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  and Stable  $\delta^{88/86}\text{Sr}_{\text{SRM987}}$  Isotope Values of Thirteen Mineral, Vegetal and Animal Reference Materials by DS-TIMS. *Geostandards and Geoanalytical Research* 44, 331–348. <https://doi.org/10.1111/ggr.12308>
- Brettell, R., Evans, J., Marzinzik, S., Lamb, A., Montgomery, J., 2012a. ‘Impious Easterners’: Can Oxygen and Strontium Isotopes Serve as Indicators of Provenance in Early Medieval European Cemetery Populations? *European Journal of Archaeology* 15, 117–145. <https://doi.org/10.1179/1461957112Y.0000000001>
- Brettell, R., Montgomery, J., Evans, J., 2012b. Brewing and stewing: the effect of culturally mediated behaviour on the oxygen isotope composition of ingested fluids and the implications for human provenance studies. *J. Anal. At. Spectrom.* 27, 778–785. <https://doi.org/10.1039/C2JA10335D>
- Brewer, S., Guiot, J., Barboni, D., 2013. Pollen methods and studies - Use of Pollen as Climate Proxies, in: Elias, S.A., Mock, C.J. (Eds.), *Encyclopedia of Quaternary Science (Second Edition)*. Elsevier, Amsterdam, pp. 805–815. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53643-3.00180-1>
- Briere, M.D., Gajewski, K., 2020. Human population dynamics in relation to Holocene climate variability in the North American Arctic and Subarctic. *Quaternary Science Reviews* 240, 106370. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2020.106370>
- Briffa, K.R., Schweingruber, F.H., Jones, P.D., Osborn, T.J., Shiyatov, S.G., Vaganov, E.A., 1998. Reduced sensitivity of recent tree-growth to temperature at high northern latitudes. *Nature* 391, 678–682. <https://doi.org/10.1038/35596>



## Références bibliographiques

- Britton, K., Le Corre, M., Willmes, M., Moffat, I., Grün, R., Mannino, M.A., Woodward, S., Jaouen, K., 2020. Sampling Plants and Malacofauna in  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  Bioavailability Studies: Implications for Isoscape Mapping and Reconstructing of Past Mobility Patterns. *Frontiers in Ecology and Evolution* 8.
- Bronk Ramsey, C., 2008. Radiocarbon Dating: Revolutions in Understanding. *Archaeometry* 50, 249–275. <https://doi.org/10.1111/j.1475-4754.2008.00394.x>
- Brun, J.-P., 2010. Viticulture et oléiculture en Gaule, in : Comment les Gaules devinrent romaines. La Découverte, pp. 231–253.
- Brunaux, J.-L., 2005. Les Gaulois, Les Belles Lettres. ed.
- Brunaux, J.-L., 2018. A battle between Gauls in Picardy: the “tropaion” of Ribemont-sur-Ancre, in: Conflict Archaeology. Materialities of Collective Violence from Prehistory to Late Antiquity. pp. 79–88.
- Brunaux, J.-L., Amandry, M., Brouquier-Reddé, V., Delestrée, L.-P., Duday, H., du Leslay, G.F., Lejars, T., Marchand, C., Méniel, P., Petit, B., Rogéré, B., 1999. Ribemont-sur-Ancre (Somme) : Bilan préliminaire et nouvelles hypothèses. *Gallia* 56, 177–283.
- Brunaux, J.-L., Malagoli, C., Bataille, G., Lambot, B., 2003. La France du Nord (Champagne-Ardenne, Île-de-France, Nord, Basse-Normandie, Haute-Normandie, Pas-de-Calais, Picardie). *Gallia* 60, 9–73.
- Brunaux, J.-L., Méniel, P., Rapin, A., 1980. Un sanctuaire gaulois à Gournay-sur-Aronde (Oise). *Gallia* 38, 1–25. <https://doi.org/10.3406/galia.1980.1787>
- Bruneton, H., Arnaud-Fassetta, G., Provansal, M., Sistach, D., 2001. Geomorphological evidence for fluvial change during the Roman period in the lower Rhone valley (southern France). *CATENA* 45, 287–312. [https://doi.org/10.1016/S0341-8162\(01\)00143-6](https://doi.org/10.1016/S0341-8162(01)00143-6)
- Brůžek, J., Santos, F., Dutailly, B., Murail, P., Cunha, E., 2017. Validation and reliability of the sex estimation of the human os coxae using freely available DSP2 software for bioarchaeology and forensic anthropology. *American Journal of Physical Anthropology* 164, 440–449. <https://doi.org/10.1002/ajpa.23282>
- Bryant, D.J., Froelich, P.N., 1995. A model of oxygen isotope fractionation in body water of large mammals. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 59, 4523–4537. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(95\)00250-4](https://doi.org/10.1016/0016-7037(95)00250-4)
- Budd, P., Montgomery, J., Barreiro, B., Thomas, R.G., 2000. Differential diagenesis of strontium in archaeological human dental tissues. *Applied Geochemistry* 15, 687–694. [https://doi.org/10.1016/S0883-2927\(99\)00069-4](https://doi.org/10.1016/S0883-2927(99)00069-4)
- Buehler, M.J., 2006. Nature designs tough collagen: Explaining the nanostructure of collagen fibrils. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 103, 12285–12290. <https://doi.org/10.1073/pnas.0603216103>

## Références bibliographiques

- Buizert, C., Cuffey, K.M., Severinghaus, J.P., Baggenstos, D., Fudge, T.J., Steig, E.J., Markle, B.R., Winstrup, M., Rhodes, R.H., Brook, E.J., Sowers, T.A., Clow, G.D., Cheng, H., Edwards, R.L., Sigl, M., McConnell, J.R., Taylor, K.C., 2015. The WAIS Divide deep ice core WD2014 chronology; Part 1: Methane synchronization (68–31 ka BP) and the gas age–ice age difference. *Climate of the Past* 11, 153–173. <https://doi.org/10.5194/cp-11-153-2015>
- Büntgen, U., Arseneault, D., Boucher, É., Churakova (Sidorova), O.V., Gennaretti, F., Crivellaro, A., Hughes, M.K., Kirilyanov, A.V., Klippel, L., Krusic, P.J., Linderholm, H.W., Ljungqvist, F.C., Ludescher, J., McCormick, M., Myglan, V.S., Nicolussi, K., Piermattei, A., Oppenheimer, C., Reinig, F., Sigl, M., Vaganov, E.A., Esper, J., 2020. Prominent role of volcanism in Common Era climate variability and human history. *Dendrochronologia* 64, 125757. <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2020.125757>
- Büntgen, U., Tegel, W., Nicolussi, K., McCormick, M., Frank, D., Trouet, V., Kaplan, J.O., Herzig, F., Heussner, K.-U., Wanner, H., Luterbacher, J., Esper, J., 2011. 2500 Years of European Climate Variability and Human Susceptibility. *Science* 331, 578–582. <https://doi.org/10.1126/science.1197175>
- Burke, A., Present, T.M., Paris, G., Rae, E.C.M., Sandilands, B.H., Gaillardet, J., Peucker-Ehrenbrink, B., Fischer, W.W., McClelland, J.W., Spencer, R.G.M., Voss, B.M., Adkins, J.F., 2018. Sulfur isotopes in rivers: Insights into global weathering budgets, pyrite oxidation, and the modern sulfur cycle. *Earth and Planetary Science Letters* 496, 168–177. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2018.05.022>
- Burton, J., Katzenberg, M.A., 2018. Strontium Isotopes and the Chemistry of Bones and Teeth, in: *Biological Anthropology of the Human Skeleton*. John Wiley & Sons, Ltd, pp. 505–514. <https://doi.org/10.1002/9781119151647.ch15>
- Cacciotti, I., 2016. Cationic and Anionic Substitutions in Hydroxyapatite, in: Antoniac, I.V. (Ed.), *Handbook of Bioceramics and Biocomposites*. Springer International Publishing, Cham, pp. 145–211. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-12460-5\\_7](https://doi.org/10.1007/978-3-319-12460-5_7)
- Candy, I., Schreve, D.C., Sherriff, J., Tye, G.J., 2014. Marine Isotope Stage 11: Palaeoclimates, palaeoenvironments and its role as an analogue for the current interglacial. *Earth-Science Reviews* 128, 18–51. <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2013.09.006>
- Canfield, D.E., 2001. Biogeochemistry of Sulfur Isotopes. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 43, 607–636. <https://doi.org/10.2138/gsrmg.43.1.607>
- Cao, Y., Mei, M.L., Li, Q.-L., Lo, E.C.M., Chu, C.H., 2014. Enamel prism-like tissue regeneration using enamel matrix derivative. *J Dent* 42, 1535–1542. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2014.08.014>
- Capo, R.C., Stewart, B.W., Chadwick, O.A., 1998. Strontium isotopes as tracers of ecosystem processes: theory and methods. *Geoderma* 82, 197–225. [https://doi.org/10.1016/S0016-7061\(97\)00102-X](https://doi.org/10.1016/S0016-7061(97)00102-X)
- Carmody, R.W., Seal, R.R., 1999. Evaluation of the sulfur isotopic composition and homogeneity of the Soufre de Lacq reference material. *Chemical Geology* 153, 289–295. [https://doi.org/10.1016/S0009-2541\(98\)00159-4](https://doi.org/10.1016/S0009-2541(98)00159-4)

## Références bibliographiques

- Caroli, I., Caldara, M., 2007. Vegetation history of Lago Battaglia (eastern Gargano coast, Apulia, Italy) during the middle-late Holocene. *Vegetation History and Archaeobotany* 16, 317–327.
- Carrión, J.S., 2002. Patterns and processes of Late Quaternary environmental change in a montane region of southwestern Europe. *Quaternary Science Reviews* 21, 2047–2066.
- Carron, D., 2016. Les domaines agricoles gaulois et gallo-romains de Prasville “Le Pilori” et “les Grandes Canettes”, du Ve siècle av. J-C au IIe siècle ap. J-C.
- Casey, M.M., Post, D.M., 2011. The problem of isotopic baseline: Reconstructing the diet and trophic position of fossil animals. *Earth-Science Reviews* 106, 131–148. <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2011.02.001>
- Caut, S., Angulo, E., Courchamp, F., 2009. Variation in discrimination factors ( $\Delta^{15}\text{N}$  and  $\Delta^{13}\text{C}$ ): the effect of diet isotopic values and applications for diet reconstruction. *Journal of Applied Ecology* 46, 443–453. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2664.2009.01620.x>
- Cerling, T.E., Harris, J.M., 1999. Carbon isotope fractionation between diet and bioapatite in ungulate mammals and implications for ecological and paleoecological studies. *Oecologia* 120, 347–363. <https://doi.org/10.1007/s004420050868>
- Cernusak, L.A., Barbour, M.M., Arndt, S.K., Cheesman, A.W., English, N.B., Feild, T.S., Helliker, B.R., Holloway-Phillips, M.M., Holtum, J.A.M., Kahmen, A., McInerney, F.A., Munksgaard, N.C., Simonin, K.A., Song, X., Stuart-Williams, H., West, J.B., Farquhar, G.D., 2016. Stable isotopes in leaf water of terrestrial plants. *Plant, Cell & Environment* 39, 1087–1102. <https://doi.org/10.1111/pce.12703>
- César, J., I<sup>er</sup> siècle BCE. La Guerre des Gaules ou *Commentarii de Bello Gallico*.
- Chaidron, C., Dubois, S., 2013. De timides influences méditerranéennes en gaule septentrionale, in : À Table ! Boire et Manger En Gaule Du Nord.
- Chambers, F.M., Barber, K.E., Maddy, D., Brew, J., 1997. A 5500-year proxy-climate and vegetation record from blanket mire at Talla Moss, Borders, Scotland. *The Holocene* 7, 391–399. <https://doi.org/10.1177/095968369700700402>
- Chapman, M.R., Shackleton, N.J., 2000. Evidence of 550-year and 1000-year cyclicities in North Atlantic circulation patterns during the Holocene. *The Holocene* 10, 287–291. <https://doi.org/10.1191/095968300671253196>
- Cheddadi, R., Lamb, H.F., Guiot, J., van der Kaars, S., 1998. Holocene climatic change in Morocco: a quantitative reconstruction from pollen data. *Climate Dynamics* 14, 883–890. <https://doi.org/10.1007/s003820050262>
- Cheddadi, R., Yu, G., Guiot, J., Harrison, S.P., Prentice, I.C., 1996. The climate of Europe 6000 years ago. *Climate Dynamics* 13, 1–9. <https://doi.org/10.1007/s003820050148>
- Chen, H., Liu, Y., 2014. Chapter 2 - Teeth, in: Shen, J.Z., Kosmač, T. (Eds.), *Advanced Ceramics for Dentistry*. Butterworth-Heinemann, Oxford, pp. 5–21. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-394619-5.00002-X>

## Références bibliographiques

- Chen, L., Zonneveld, K.A., Versteegh, G.J., 2011. Short term climate variability during “Roman Classical Period” in the eastern Mediterranean. *Quaternary Science Reviews* 30, 3880–3891.
- Chenery, C., Mueldner, G., Evans, J., Eckardt, H., Lewis, M., 2010. Strontium and stable isotope evidence for diet and mobility in Roman Gloucester, UK. *Journal of Archaeological Science* 37, 150–163.
- Chenery, C.A., Pashley, V., Lamb, A.L., Sloane, H.J., Evans, J.A., 2012. The oxygen isotope relationship between the phosphate and structural carbonate fractions of human bioapatite. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 26, 309–319. <https://doi.org/10.1002/rcm.5331>
- Chesson, L.A., Berg, G.E., 2022. The use of stable isotopes in postconflict forensic identification. *WIREs Forensic Science* 4, e1439. <https://doi.org/10.1002/wfs2.1439>
- Child, A.M., 1995. Towards and Understanding of the Microbial Decomposition of Archaeological Bone in the Burial Environment. *Journal of Archaeological Science* 22, 165–174. <https://doi.org/10.1006/jasc.1995.0018>
- Cicéron, 54 AD. *De la République*.
- CIFA/BABAO, 2017. Updated Guidelines to the Standards for Recording Human Remains.
- Cisneros, M., Cacho, I., Frigola, J., Canals, M., Martrat, B., Casado, M., Grimalt, J., Pena, L., Margaritelli, G., Lirer, F., 2016. Sea surface temperature variability in the central-western Mediterranean Sea during the last 2700 years: a multi-proxy and multi-record approach.
- Clauzel, T., Richardin, P., Ricard, J., Le Béchenec, Y., Amiot, R., Fourel, F., Phouybanhdyt, B., Joseph, D., Vinçon-Laugier, A., Flandrois, J.-P., Lécuyer, C., 2022b. Climate conditions and dietary practices during the Second Iron Age studied through the multi-isotope analysis of bones and teeth from individuals of Thézy-Glimont, Picardie, France. *Archaeol Anthropol Sci* 14, 61. <https://doi.org/10.1007/s12520-022-01534-1>
- Clauzel, T., Richardin, P., Ricard, J., Le Béchenec, Y., Amiot, R., Fourel, F., Phouybanhdyt, B., Vinçon-Laugier, A., Flandrois, J.-P., Lécuyer, C., 2020. The Gauls experienced the Roman Warm Period: Oxygen isotope study of the Gallic site of Thézy-Glimont, Picardie, France. *Journal of Archaeological Science: Reports* 34, 102595. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102595>
- Clowes, J.A., Khosla, S., Eastell, R., 2005. Potential role of pancreatic and enteric hormones in regulating bone turnover. *Journal of Bone and Mineral Research* 20, 1497–1506. <https://doi.org/10.1359/JBMR.050524>
- Coelho, I., Castanheira, I., Bordado, J.M., Donard, O., Silva, J.A.L., 2017. Recent developments and trends in the application of strontium and its isotopes in biological related fields. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 90, 45–61. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2017.02.005>
- Cohen, A.S., 2003. *Paleolimnology: The History and Evolution of Lake Systems*. Oxford University Press, New York. <https://doi.org/10.1093/oso/9780195133530.001.0001>
- COHMAP Members, 1988. Climatic Changes of the Last 18,000 Years: Observations and Model Simulations. *Science* 241, 1043–1052. <https://doi.org/10.1126/science.241.4869.1043>

## Références bibliographiques

- Collins, M.J., Riley, M.S., Child, A.M., Turner-Walker, G., 1995. A Basic Mathematical Simulation of the Chemical Degradation of Ancient Collagen. *Journal of Archaeological Science* 22, 175–183. <https://doi.org/10.1006/jasc.1995.0019>
- Comas-Bru, L., Hernández, A., 2018. Reconciling North Atlantic climate modes: revised monthly indices for the East Atlantic and the Scandinavian patterns beyond the 20th century. *Earth System Science Data* 10, 2329–2344. <https://doi.org/10.5194/essd-10-2329-2018>
- Comas-Bru, L., McDermott, F., 2014. Impacts of the EA and SCA patterns on the European twentieth century NAO–winter climate relationship. *Quarterly Journal of the Royal Meteorological Society* 140, 354–363. <https://doi.org/10.1002/qj.2158>
- Combourieu Nebout, N., Peyron, O., Dormoy, I., Desprat, S., Beaudouin, C., Kotthoff, U., Marret, F., 2009. Rapid climatic variability in the west Mediterranean during the last 25 000 years from high resolution pollen data. *Climate of the Past* 5, 503–521.
- Compston, J., 2011. Age-Related Changes in Bone Remodelling and Structure in Men: Histomorphometric Studies. *Journal of Osteoporosis* 2011, e108324. <https://doi.org/10.4061/2011/108324>
- Cook, E.R., Briffa, K.R., Meko, D.M., Graybill, D.A., Funkhouser, G., 1995. The “segment length curse” in long tree-ring chronology development for palaeoclimatic studies. *The Holocene* 5, 229–237. <https://doi.org/10.1177/095968369500500211>
- Cook, E.R., Kairiukstis, L., 1990. *Methods of Dendrochronology - Applications in the Environmental Sciences*. Springer Netherlands, Dordrecht, Netherlands.
- Coplen, T.B., Brand, W.A., Gehre, M., Gröning, M., Meijer, H.A., Toman, B., Verkouteren, R.M., 2006. New guidelines for  $\delta^{13}\text{C}$  measurements. *Analytical Chemistry* 78, 2439–2441.
- Corella, J.P., Moreno, A., Morellón, M., Rull, V., Giralt, S., Rico, M.T., Pérez-Sanz, A., Valero-Garcés, B.L., 2011. Climate and human impact on a meromictic lake during the last 6,000 years (Montcortès Lake, Central Pyrenees, Spain). *J Paleolimnol* 46, 351–367. <https://doi.org/10.1007/s10933-010-9443-3>
- Cormie, A.B., Schwarcz, H.P., Gray, J., 1994a. Relation between hydrogen isotopic ratios of bone collagen and rain. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 58, 377–391. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(94\)90471-5](https://doi.org/10.1016/0016-7037(94)90471-5)
- Cormie, A.B., Schwarcz, H.P., Gray, J., 1994b. Determination of the hydrogen isotopic composition of bone collagen and correction for hydrogen exchange. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 58, 365–375. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(94\)90470-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(94)90470-7)
- Covington, A.D., Song, L., Suparno, O., Koon, H.E.C., Collins, M.J., 2010. Link-lock: an explanation of the chemical stabilisation of collagen. *World Leather* 23, 35–43.
- Craig, H., 1961. Isotopic Variations in Meteoric Waters. *Science* 133, 1702–1703. <https://doi.org/10.1126/science.133.3465.1702>

## Références bibliographiques

- Craig, H., Gordon, L.I., 1965. Deuterium and oxygen 18 variations in the ocean and the marine atmosphere.
- Crowley, B.E., 2014. Oxygen isotope values in bone carbonate and collagen are consistently offset for New World monkeys. *Biol Lett* 10, 20140759. <https://doi.org/10.1098/rsbl.2014.0759>
- Crowley, B.E., Melin, A.D., Yeakel, J.D., Dominy, N.J., 2015. Do Oxygen Isotope Values in Collagen Reflect the Ecology and Physiology of Neotropical Mammals? *Frontiers in Ecology and Evolution* 3.
- Crowley, B.E., Wheatley, P.V., 2014. To bleach or not to bleach? Comparing treatment methods for isolating biogenic carbonate. *Chemical Geology* 381, 234–242. <https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2014.05.006>
- Crowley, T.J., 2000. Causes of Climate Change Over the Past 1000 Years. *Science* 289, 270–277. <https://doi.org/10.1126/science.289.5477.270>
- Crowson, R.A., Showers, W.J., Wright, E.K., Hoering, T.C., 1991. Preparation of phosphate samples for oxygen isotope analysis. *Anal. Chem.* 63, 2397–2400. <https://doi.org/10.1021/ac00020a038>
- Cullen, H.M., deMenocal, P.B., 2000. North Atlantic influence on Tigris–Euphrates streamflow. *International Journal of Climatology* 20, 853–863. [https://doi.org/10.1002/1097-0088\(20000630\)20:8<853::AID-JOC497>3.0.CO;2-M](https://doi.org/10.1002/1097-0088(20000630)20:8<853::AID-JOC497>3.0.CO;2-M)
- Cunliffe, B., 1993. *La Gaule et ses voisins : le grand commerce dans l'Antiquité*. Editions A&J Picard.
- Dahl-Jensen, D., Mosegaard, K., Gundestrup, N., Clow, G.D., Johnsen, S.J., Hansen, A.W., Balling, N., 1998. Past Temperatures Directly from the Greenland Ice Sheet. *Science* 282, 268–271. <https://doi.org/10.1126/science.282.5387.268>
- Daire, M.-Y., Baudry, A., Quesnel, L., 2006. Le site de Port-Blanc à Hoedic (Morbihan) : résultats préliminaires de la campagne de fouille de 2005. *Bulletin de l'Association Manche Atlantique pour la Recherche Archéologique dans les Îles* 19, 69–86.
- Dal Sasso, G., Lebon, M., Angelini, I., Maritan, L., Usai, D., Artioli, G., 2016. Bone diagenesis variability among multiple burial phases at Al Khiday (Sudan) investigated by ATR-FTIR spectroscopy. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 463, 168–179. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2016.10.005>
- Daniel Bryant, J., Koch, P.L., Froelich, P.N., Showers, W.J., Genna, B.J., 1996. Oxygen isotope partitioning between phosphate and carbonate in mammalian apatite. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 60, 5145–5148. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(96\)00308-0](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(96)00308-0)
- Dansgaard, W., 1964. Stable isotopes in precipitation. *Tellus* 16, 436–468. <https://doi.org/10.3402/tellusa.v16i4.8993>
- Daux, V., Lécuyer, C., Héran, M.-A., Amiot, R., Simon, L., Fourel, F., Martineau, F., Lynnerup, N., Reyhler, H., Escarguel, G., 2008. Oxygen isotope fractionation between human phosphate and water revisited. *Journal of human evolution* 55, 1138–1147.

## Références bibliographiques

- Daux, V., Minster, B., Cauquoin, A., Jossoud, O., Werner, M., Landais, A., 2021. Oxygen and hydrogen isotopic composition of tap waters in France. Geological Society, London, Special Publications 507, 47–61. <https://doi.org/10.1144/SP507-2020-207>
- Dawson, T.E., Ehleringer, J.R., 1991. Streamside trees that do not use stream water. *Nature* 350, 335–337. <https://doi.org/10.1038/350335a0>
- Dawson, T.E., Mambelli, S., Plamboeck, A.H., Templer, P.H., Tu, K.P., 2002. Stable Isotopes in Plant Ecology. *Annual Review of Ecology and Systematics* 33, 507–559.
- de Montaigne, M., 1580. *Essais*.
- Deakins, M., Volker, J.F., 1941. Amount of organic matter in enamel from several types of human teeth. *J Dent Res* 20, 117–121. <https://doi.org/10.1177/00220345410200020201>
- Dearing, J.A., Battarbee, R.W., Dikau, R., Larocque, I., Oldfield, F., 2006. Human–environment interactions: learning from the past. *Reg Environ Change* 6, 1–16. <https://doi.org/10.1007/s10113-005-0011-8>
- Decaulne, A., 2016. Lichenometry in Iceland, results and application. *Géomorphologie : relief, processus, environnement* 22, 77–91. <https://doi.org/10.4000/geomorphologie.11291>
- Déchelette, J., 1914. *Manuel d'archéologie préhistorique, celtique et gallo-romaine, vol. 2 : Archéologie celtique ou protohistorique, 3e partie : Second âge du Fer ou époque de la Tène*.
- Deffressigne, S., Tikonoff, N., Boulanger-Bouchet, K., Chaussé, C., Tesnier-Hermetey, C., 2002. Les gisements d'habitat de la fin du premier âge du fer à Gondreville-Fontenoy-sur-Moselle (54). Le stockage intensif et ses conséquences économiques et sociales. *Archeologia Mosellana* 4, 81–184.
- Defgnée, A., Munaut, A.-V., 1996. Evolution de l'environnement végétal du Nord de la Gaule de La Tène à l'époque gallo-romaine. *Revue archéologique de Picardie* 11, 325–331. <https://doi.org/10.3406/pica.1996.1904>
- Degens, E.T., Wong, H.K., Kempe, S., Kurtman, F., 1984. A geological study of lake van, Eastern Turkey. *Geol Rundsch* 73, 701–734. <https://doi.org/10.1007/BF01824978>
- Delestrée, L.P., 2001. L'or du trophée Laténien de Ribemont-sur-Ancre (Somme), témoin d'une bataille oubliée. *Revue Numismatique* 6, 175–213. <https://doi.org/10.3406/numi.2001.2326>
- Delestrée, L.-P., Fercoq Du Leslay, G., 2018. Les monnaies d'or du “charnier” de Ribemont-sur-Ancre (Somme) : Les conclusions de l'archéologue et du numismate. *Cahiers Numismatiques* 55, 7–32.
- Delgado-Darias, T., Velasco-Vázquez, J., Arnay-de-la-Rosa, M., Martín-Rodríguez, E., González-Reimers, E., 2006. Calculus, periodontal disease and tooth decay among the prehispanic population from Gran Canaria. *Journal of Archaeological Science* 33, 663–670. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2005.09.018>
- deMenocal, P., Ortiz, J., Guilderson, T., Sarnthein, M., 2000. Coherent High- and Low-Latitude Climate Variability During the Holocene Warm Period. *Science* 288, 2198–2202. <https://doi.org/10.1126/science.288.5474.2198>

## Références bibliographiques

- Demény, A., Gugora, A.D., Kesjár, D., Lécuyer, C., Fourel, F., 2019. Stable isotope analyses of the carbonate component of bones and teeth: The need for method standardization. *Journal of Archaeological Science* 109, 104979. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2019.104979>
- Demougeot, É., 1965. Variations climatiques et invasions. *Revue Historique* 233, 1–22.
- DeNiro, M.J., 1985. Postmortem preservation and alteration of in vivo bone collagen isotope ratios in relation to palaeodietary reconstruction. *Nature* 317, 806–809. <https://doi.org/10.1038/317806a0>
- DeNiro, M.J., Epstein, S., 1976. You are what you eat (plus a few ‰): the carbon isotope cycle in food chains. Presented at the The Geological Society of America, pp. 834–835.
- DeNiro, M.J., Epstein, S., 1978. Influence of diet on the distribution of carbon isotopes in animals. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 42, 495–506. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(78\)90199-0](https://doi.org/10.1016/0016-7037(78)90199-0)
- DeNiro, M.J., Epstein, S., 1981. Influence of diet on the distribution of nitrogen isotopes in animals. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 45, 341–351. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(81\)90244-1](https://doi.org/10.1016/0016-7037(81)90244-1)
- Denton, G.H., Karlén, W., 1973. Holocene Climatic Variations—Their Pattern and Possible Cause. *Quaternary Research* 3, 155–205. [https://doi.org/10.1016/0033-5894\(73\)90040-9](https://doi.org/10.1016/0033-5894(73)90040-9)
- Dermody, B., De Boer, H.J., Bierkens, M.F.P., Weber, S.L., Wassen, M.J., Dekker, S.C., 2012. A seesaw in Mediterranean precipitation during the Roman Period linked to millennial-scale changes in the North Atlantic. *Climate of the Past* 8, 637–651.
- Desbat, A., 2004. Le commerce des vins à Lugdunum, in: *Vin, Nectar Des Dieux, Génie Des Hommes*.
- Desbat, A., Forest, V., Batigne-Vallet, C., 2006. La cuisine et l’art de la table en Gaule après la conquête romaine. *Celtés et Gaulois : l’archéologie face à l’histoire* 5, 167–192.
- Desprat, S., Sánchez Goñi, M.F., Loutre, M.-F., 2003. Revealing climatic variability of the last three millennia in northwestern Iberia using pollen influx data. *Earth and Planetary Science Letters* 213, 63–78. [https://doi.org/10.1016/S0012-821X\(03\)00292-9](https://doi.org/10.1016/S0012-821X(03)00292-9)
- Diodore de Sicile, Ier siècle av. JC. *Bibliothèque Historique*.
- Diodore de Sicile, Ier siècle av. JC. *Histoire Universelle*.
- Diz, P., Francés, G., Pelejero, C., Grimalt, J.O., Vilas, F., 2002. The last 3000 years in the Ría de Vigo (NW Iberian Margin): climatic and hydrographic signals. *The Holocene* 12, 459–468.
- Djindjian, F., 2011. Chapitre 1 - L’objet archéologique. U 167–177.
- Dobberstein, R.C., Collins, M.J., Craig, O.E., Taylor, G., Penkman, K.E.H., Ritz-Timme, S., 2009. Archaeological collagen: Why worry about collagen diagenesis? *Archaeol Anthropol Sci* 1, 31–42. <https://doi.org/10.1007/s12520-009-0002-7>
- Dobney, K., Ervynck, A., 2007. To fish or not to fish? Evidence for the possible avoidance of fish consumption during the Iron Age around the North Sea. *The later Iron Age in Britain and beyond* 403–418.



## Références bibliographiques

- Doi, H., Akamatsu, F., González, A.L., 2017. Starvation effects on nitrogen and carbon stable isotopes of animals: an insight from meta-analysis of fasting experiments. *Royal Society Open Science* 4, 170633. <https://doi.org/10.1098/rsos.170633>
- Dole, M., Lane, G.A., Rudd, D.P., Zaukelies, D.A., 1954. Isotopic composition of atmospheric oxygen and nitrogen. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 6, 65–78. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(54\)90016-2](https://doi.org/10.1016/0016-7037(54)90016-2)
- Dominguez, L.J., Di Bella, G., Belvedere, M., Barbagallo, M., 2011. Physiology of the aging bone and mechanisms of action of bisphosphonates. *Biogerontology* 12, 397–408. <https://doi.org/10.1007/s10522-011-9344-5>
- Domínguez-Villar, D., Wang, X., Cheng, H., Martín-Chivelet, J., Edwards, R.L., 2008. A high-resolution late Holocene speleothem record from Kaite Cave, northern Spain:  $\delta^{18}\text{O}$  variability and possible causes. *Quaternary International* 187, 40–51.
- Doostmohammadi, A., Monshi, A., Salehi, R., Fathi, M.H., Karbasi, S., Pieleš, U., Daniels, A.U., 2012. Preparation, chemistry and physical properties of bone-derived hydroxyapatite particles having a negative zeta potential. *Materials Chemistry and Physics* 132, 446–452. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2011.11.051>
- Dorale, J.A., Edwards, R.L., Ito, E., Gonzalez, L., 1998. Climate and vegetation history of the midcontinent from 75 to 25 ka: A speleothem record from crevice cave, missouri, USA. *Science* 282, 1871–1874. <https://doi.org/10.1126/science.282.5395.1871>
- Doucett, R.R., Marks, J.C., Blinn, D.W., Caron, M., Hungate, B.A., 2007. Measuring Terrestrial Subsidies to Aquatic Food Webs Using Stable Isotopes of Hydrogen. *Ecology* 88, 1587–1592. <https://doi.org/10.1890/06-1184>
- Douglas, M.S.V., 2013. Paleolimnology - Overview of Paleolimnology, in: Elias, S.A., Mock, C.J. (Eds.), *Encyclopedia of Quaternary Science (Second Edition)*. Elsevier, Amsterdam, pp. 259–270. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53643-3.00232-6>
- Drake, B.L., 2012. The influence of climatic change on the Late Bronze Age Collapse and the Greek Dark Ages. *Journal of Archaeological Science* 39, 1862–1870. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2012.01.029>
- Drewicz, A.E., Trayler, R.B., Holloway, M.E., Harrigan, C.O., Kohn, M.J., 2020. The interpretability of stable hydrogen isotopes in modern herbivore tooth enamel. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 270, 84–94. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2019.11.013>
- Driessens, F.C.M., Verbeek, R.K., 1990. *Biominerals*. CRC Press.
- Dubois, S., 2013. Un cheptel renouvelé et l'accès à de nouvelles ressources aquatiques - conchyliculture, pêche de mer, in : *À Table ! Boire & Manger En Gaule Du Nord*.
- Duday, H., 1998. Le charnier gaulois de Ribemont-sur-Ancre (Somme). *Etudes et Documents Fouilles* 4, Les Celtes : Rites Funéraires en Gaule du Nord entre le VI<sup>e</sup> et le 1<sup>er</sup> siècle avant Jesus-Christ 113–19.

## Références bibliographiques

- Duval, A., Blanchet, J.-C., Lobjois, G., Massy, J.-L., 1976. Le deuxième âge du fer, ou époque de la Tène, en Picardie. *Revue archéologique de Picardie* 7, 48–58. <https://doi.org/10.3406/pica.1976.1058>
- Duval, P.-M., 1954. Une perspective nouvelle sur la guerre des Gaules et sur les Gaulois (premier article). *Journal des Savants* 1, 19–31.
- Duval, P.-M., 1989. Carte de la Gaule indépendante. *Publications de l'École Française de Rome* 116, 218–219.
- Eastoe, J.E., 1955. The amino acid composition of mammalian collagen and gelatin. *Biochem J* 61, 589–600.
- Echard, A., 2017. Caractérisation multi-échelle du tissu osseux : Application à l'ostéogénèse imparfaite. Université de Lyon.
- Edwards, R., Chen, J.H., Wasserburg, G.J., 1987.  $^{238}\text{U}$ - $^{234}\text{U}$ - $^{230}\text{Th}$ - $^{232}\text{Th}$  systematics and the precise measurement of time over the past 500,000 years. *Earth and Planetary Science Letters* 81, 175–192. [https://doi.org/10.1016/0012-821X\(87\)90154-3](https://doi.org/10.1016/0012-821X(87)90154-3)
- Eerkens, J.W., Mackie, M., Bartelink, E.J., 2013. Brackish water foraging: isotopic landscapes and dietary reconstruction in Suisun Marsh, Central California. *Journal of Archaeological Science* 40, 3270–3281. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2013.03.023>
- Ehleringer, J.R., Bowen, G.J., Chesson, L.A., West, A.G., Podlesak, D.W., Cerling, T.E., 2008. Hydrogen and oxygen isotope ratios in human hair are related to geography. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 105, 2788–2793. <https://doi.org/10.1073/pnas.0712228105>
- Ehleringer, J.R., Thompson, A.H., Podlesak, D.W., Bowen, G.J., Chesson, L.A., Cerling, T.E., Park, T., Dostie, P., Schwarcz, H., 2010. A Framework for the Incorporation of Isotopes and Isoscapes in Geospatial Forensic Investigations, in: West, J.B., Bowen, G.J., Dawson, T.E., Tu, K.P. (Eds.), *Isoscapes: Understanding Movement, Pattern, and Process on Earth through Isotope Mapping*. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 357–387. [https://doi.org/10.1007/978-90-481-3354-3\\_17](https://doi.org/10.1007/978-90-481-3354-3_17)
- Eiler, J.M., 2007. “Clumped-isotope” geochemistry—The study of naturally-occurring, multiply-substituted isotopologues. *Earth and Planetary Science Letters* 262, 309–327. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2007.08.020>
- Eiríksson, J., Bartels-Jónsdóttir, H.B., Cage, A.G., Gudmundsdóttir, E.R., Klitgaard-Kristensen, D., Marret, F., Rodrigues, T., Abrantes, F., Austin, W.E.N., Jiang, H., Knudsen, K.-L., Sejrup, H.-P., 2006. Variability of the North Atlantic Current during the last 2000 years based on shelf bottom water and sea surface temperatures along an open ocean/shallow marine transect in western Europe. *The Holocene* 16, 1017–1029. <https://doi.org/10.1177/0959683606h1991rp>
- Elliott, J.C., Holcomb, D.W., Young, R.A., 1985. Infrared determination of the degree of substitution of hydroxyl by carbonate ions in human dental enamel. *Calcif Tissue Int* 37, 372–375. <https://doi.org/10.1007/BF02553704>
- Engelkemeir, A.G., Hamill, W.H., Inghram, M.G., Libby, W.F., 1949. The Half-Life of Radiocarbon ( $\text{C}^{14}$ ). *Phys. Rev.* 75, 1825–1833. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.75.1825>

## Références bibliographiques

- Enzel, Y., Agnon, A., Stein, M., 2004. Late Holocene lake levels of the Dead Sea. *Geological Society of America Bulletin* 116, 555–571.
- EPICA Community Members, 2006. One-to-one coupling of glacial climate variability in Greenland and Antarctica. *Nature* 444, 195–198. <https://doi.org/10.1038/nature05301>
- Esper, J., Büntgen, U., Timonen, M., Frank, D.C., 2012. Variability and extremes of northern Scandinavian summer temperatures over the past two millennia. *Global and Planetary Change* 88, 1–9.
- Esper, J., DÜthorn, E., Krusic, P.J., Timonen, M., Büntgen, U., 2014. Northern European summer temperature variations over the Common Era from integrated tree-ring density records. *Journal of Quaternary Science* 29, 487–494.
- Estep, M.F., Dabrowski, H., 1980. Tracing Food Webs with Stable Hydrogen Isotopes. *Science* 209, 1537–1538. <https://doi.org/10.1126/science.209.4464.1537>
- Estep, M.F., Hoering, T.C., 1980. Biogeochemistry of the stable hydrogen isotopes. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 44, 1197–1206. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(80\)90073-3](https://doi.org/10.1016/0016-7037(80)90073-3)
- Euw, S. von, 2014. Biominéralisation osseuse : de la caractérisation structurale du minéral à son organisation 3D. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI.
- Evans, J., Stoodley, N., Chenery, C., 2006. A strontium and oxygen isotope assessment of a possible fourth century immigrant population in a Hampshire cemetery, southern England. *Journal of Archaeological Science* 33, 265–272. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2005.07.011>
- Evans, J.A., Montgomery, J., Wildman, G., Boulton, N., 2010. Spatial variations in biosphere  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  in Britain. *Journal of the Geological Society* 167, 1–4. <https://doi.org/10.1144/0016-76492009-090>
- Exposito, J.-Y., Cluzel, C., Garrone, R., Lethias, C., 2002. Evolution of collagens. *Anat Rec* 268, 302–316. <https://doi.org/10.1002/ar.10162>
- Fagan, B., 2008. *The Great Warming: Climate Change and the Rise and Fall of Civilizations*. Bloomsbury Publishing USA.
- Fahy, G.E., Deter, C., Pitfield, R., Miszkiewicz, J.J., Mahoney, P., 2017. Bone deep: Variation in stable isotope ratios and histomorphometric measurements of bone remodelling within adult humans. *Journal of Archaeological Science* 87, 10–16. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2017.09.009>
- Fairchild, I.J., Smith, C.L., Baker, A., Fuller, L., Spötl, C., Matthey, D., McDermott, F., 2006. Modification and preservation of environmental signals in speleothems. *Earth-Science Reviews, ISOTopes in PALaeoenvironmental reconstruction (ISOPAL)* 75, 105–153. <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2005.08.003>
- Fauquette, S., Guiot, J., Suc, J.-P., 1998. A method for climatic reconstruction of the Mediterranean Pliocene using pollen data. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 144, 183–201. [https://doi.org/10.1016/S0031-0182\(98\)00083-2](https://doi.org/10.1016/S0031-0182(98)00083-2)

## Références bibliographiques

- Faust, J.C., Fabian, K., Milzer, G., Giraudeau, J., Knies, J., 2016. Norwegian fjord sediments reveal NAO related winter temperature and precipitation changes of the past 2800 years. *Earth and Planetary Science Letters* 435, 84–93. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2015.12.003>
- Fercoq du Leslay, G., 2017. Ribemont-sur-Ancre. Hommes et dieux dans la Somme, il y a 2000 ans, Somme Patrimoine. ed.
- Fercoq du Leslay, G., 2000. L'apport des fossés de Ribemont-sur-Ancre (Somme) à la chronologie et à l'interprétation du site. *Revue archéologique de Picardie* 1, 113–146. <https://doi.org/10.3406/pica.2000.2233>
- Ferembach, D., Schwidetzky, I., Stloukal, M., 1979. Recommandations pour déterminer l'âge et le sexe sur le squelette. *Bulletins et Mémoires de la Société d'Anthropologie de Paris* 6, 7–45. <https://doi.org/10.3406/bmsap.1979.1945>
- Fernandes, R., Millard, A.R., Brabec, M., Nadeau, M.-J., Grootes, P., 2014. Food Reconstruction Using Isotopic Transferred Signals (FRUITS): A Bayesian Model for Diet Reconstruction. *PLOS ONE* 9, e87436. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0087436>
- Fernandes, R., Nadeau, M.-J., Grootes, P.M., 2012. Macronutrient-based model for dietary carbon routing in bone collagen and bioapatite. *Archaeol Anthropol Sci* 4, 291–301. <https://doi.org/10.1007/s12520-012-0102-7>
- Fernández, J., Panarello, H.O., Schobinger, J., 1999. The Inka mummy from Mount Aconcagua: Decoding the geographic origin of the “Messenger to the Deities” by means of stable carbon, nitrogen, and sulfur isotope analysis. *Geoarchaeology* 14, 27–46. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1520-6548\(199901\)14:1<27::AID-GEA3>3.0.CO;2-D](https://doi.org/10.1002/(SICI)1520-6548(199901)14:1<27::AID-GEA3>3.0.CO;2-D)
- Fernández-Jalvo, Y., Andrews, P., Pesquero, D., Smith, C., Marín-Monfort, D., Sánchez, B., Geigl, E.-M., Alonso, A., 2010. Early bone diagenesis in temperate environments: Part I: Surface features and histology. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 288, 62–81. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2009.12.016>
- Ferrio, J.P., Alonso, N., López, J.B., Araus, J.L., Voltas, J., 2006. Carbon isotope composition of fossil charcoal reveals aridity changes in the NW Mediterranean Basin. *Global Change Biology* 12, 1253–1266.
- Fichtl, S., 1996. Les fortifications de la Gaule Belgique à La Tène finale : une approche des entités régionales. *Revue archéologique de Picardie* 3, 223–231. <https://doi.org/10.3406/pica.1996.2186>
- Fichtl, S., 2004. Les Peuples gaulois : IIIe, Ier siècle av, J.-C. Editions Errance, Paris.
- Finkelstein, J.D., 1990. Methionine metabolism in mammals. *The Journal of Nutritional Biochemistry* 1, 228–237. [https://doi.org/10.1016/0955-2863\(90\)90070-2](https://doi.org/10.1016/0955-2863(90)90070-2)
- Flato, G., Marotzke, J., Abiodun, B., Braconnot, P., Chou, S.C., Collins, W., Cox, P., Driouech, F., Emori, S., Eyring, V., 2013. Evaluation of climate models. Cambridge University Press.

## Références bibliographiques

- Fleitmann, D., Treble, P., Cruz Jr, F., Cole, J., Cobb, K., 2008. White paper on “Speleothem-based climate proxy records “, in: PAGES/CLIVAR Paleoclimate Uncertainties Workshop Report. Citeseer.
- Flockhart, D.T.T., Kyser, T.K., Chipley, D., Miller, N.G., Norris, D.R., 2015. Experimental evidence shows no fractionation of strontium isotopes ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ) among soil, plants, and herbivores: implications for tracking wildlife and forensic science. *Isotopes in Environmental and Health Studies* 51, 372–381. <https://doi.org/10.1080/10256016.2015.1021345>
- Forel, F.A., 1985. Les variations périodiques des glaciers. Discours préliminaire., in : *Archives Des Sciences Physiques et Naturelles XXXIV*. pp. 209–229.
- Forster, P., Toth, A., 2003. Toward a phylogenetic chronology of ancient Gaulish, Celtic, and Indo-European. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 100, 9079–9084.
- Fourel, F., Lécuyer, C., Seris, M., Blamey, N., Brand, U., Fralick, P., Volders, F., 2019. Improved online hydrogen isotope analysis of halite aqueous inclusions. *Journal of Mass Spectrometry* 54, 342–350. <https://doi.org/10.1002/jms.4323>
- Fourel, F., Martineau, F., Lécuyer, C., Kupka, H.-J., Lange, L., Ojeimi, C., Seed, M., 2011.  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  ratio measurements of inorganic and organic materials by elemental analysis–pyrolysis–isotope ratio mass spectrometry continuous-flow techniques. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 25, 2691–2696. <https://doi.org/10.1002/rcm.5056>
- Fourel, F., Martineau, F., Seris, M., Lécuyer, C., 2014. Simultaneous N, C, S stable isotope analyses using a new purge and trap elemental analyzer and an isotope ratio mass spectrometer. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 28, 2587–2594. <https://doi.org/10.1002/rcm.7048>
- Fourel, F., Martineau, F., Tóth, E.E., Görög, A., Escarguel, G., Lécuyer, C., 2016. Carbon and oxygen isotope variability among foraminifera and ostracod carbonated shells. *Annales Universitatis Mariae Curie-Sklodowska, sectio AAA–Physica* 70, 133.
- Fournier, L., Detante, M., 2012. Une structure particulière associant un homme et plusieurs animaux à Chilleurs-aux-Bois (Loiret), in : *Rencontre Autour de “ l’animal en contexte funéraire .”* GAAF, Saint-Germain-en-Laye, France, pp. 45–52.
- Francey, R.J., Allison, C.E., Etheridge, D.M., Trudinger, C.M., Enting, I.G., Leuenberger, M., Langenfelds, R.L., Michel, E., Steele, L.P., 1999. A 1000-year high precision record of  $\delta^{13}\text{C}$  in atmospheric  $\text{CO}_2$ . *Tellus B* 51, 170–193. <https://doi.org/10.1034/j.1600-0889.1999.t01-1-00005.x>
- Fraser, R.A., Bogaard, A., Heaton, T., Charles, M., Jones, G., Christensen, B.T., Halstead, P., 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. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2011.06.024>
- Fratzl, P., 2008. Collagen: Structure and Mechanics, an Introduction, in: Fratzl, Peter (Ed.), *Collagen: Structure and Mechanics*. Springer US, Boston, MA, pp. 1–13. [https://doi.org/10.1007/978-0-387-73906-9\\_1](https://doi.org/10.1007/978-0-387-73906-9_1)

## Références bibliographiques

- Fricke, H.C., O'Neil, J.R., 1999. The correlation between  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  ratios of meteoric water and surface temperature: its use in investigating terrestrial climate change over geologic time. *Earth and Planetary Science Letters* 170, 181–196. [https://doi.org/10.1016/S0012-821X\(99\)00105-3](https://doi.org/10.1016/S0012-821X(99)00105-3)
- Friedman, I., O'Neil, J.R., 1977. Compilation of stable isotope fractionation factors of geochemical interest. Professional Paper. <https://doi.org/10.3133/pp440KK>
- Friedman, I., O'Neill, J.R., Cebula, G., 1982. Two new carbonate stable-isotope standards. *Geostandards Newsletter* 6, 11–12.
- Frigola, J., Moreno, A., Cacho, I., Canals, M., Sierro, F.J., Flores, J.A., Grimalt, J.O., Hodell, D.A., Curtis, J.H., 2007. Holocene climate variability in the western Mediterranean region from a deepwater sediment record. *Paleoceanography* 22. <https://doi.org/10.1029/2006PA001307>
- Frisia, S., Borsato, A., Preto, N., McDermott, F., 2003. Late Holocene annual growth in three Alpine stalagmites records the influence of solar activity and the North Atlantic Oscillation on winter climate. *Earth and Planetary Science Letters* 216, 411–424. [https://doi.org/10.1016/S0012-821X\(03\)00515-6](https://doi.org/10.1016/S0012-821X(03)00515-6)
- Frisia, S., Borsato, A., Spötl, C., Villa, I.M., Cucchi, F., 2005. Climate variability in the SE Alps of Italy over the past 17 000 years reconstructed from a stalagmite record. *Boreas* 34, 445–455.
- Fritts, H.C., 1976. *Tree rings and climate*. New York.
- Froehle, A.W., Kellner, C.M., Schoeninger, M.J., 2010. FOCUS: effect of diet and protein source on carbon stable isotope ratios in collagen: follow up to Warinner and Tuross (2009). *Journal of Archaeological Science* 37, 2662–2670. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2010.06.003>
- Froehle, A.W., Kellner, C.M., Schoeninger, M.J., 2012. Multivariate carbon and nitrogen stable isotope model for the reconstruction of prehistoric human diet. *American Journal of Physical Anthropology* 147, 352–369. <https://doi.org/10.1002/ajpa.21651>
- Frost, H.M., 1969. Tetracycline-based histological analysis of bone remodeling. *Calcif Tissue Res* 3, 211–237. <https://doi.org/10.1007/BF02058664>
- Frumkin, A., Magaritz, M., Carmi, I., Zak, I., 1991. The Holocene climatic record of the salt caves of Mount Sedom Israel. *The Holocene* 1, 191–200. <https://doi.org/10.1177/095968369100100301>
- Gallia - Archéologie de la France Antique - Tome 55, 1998.
- Galvani, A.P., Bauch, C.T., Anand, M., Singer, B.H., Levin, S.A., 2016. Human–environment interactions in population and ecosystem health. *PNAS* 113, 14502–14506. <https://doi.org/10.1073/pnas.1618138113>
- Gao, C., Robock, A., Ammann, C., 2008. Volcanic forcing of climate over the past 1500 years: An improved ice core-based index for climate models. *Journal of Geophysical Research: Atmospheres* 113. <https://doi.org/10.1029/2008JD010239>

## Références bibliographiques

- García, M.J.G., Zapata, M.B.R., Santisteban, J.I., Mediavilla, R., López-Pamo, E., Dabrio, C.J., 2007. Late holocene environments in Las Tablas de Daimiel (south central Iberian peninsula, Spain). *Vegetation History and Archaeobotany* 16, 241–250.
- Garvie-Lok, S.J., Varney, T.L., Katzenberg, M.A., 2004. Preparation of bone carbonate for stable isotope analysis: the effects of treatment time and acid concentration. *Journal of Archaeological Science* 31, 763–776. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2003.10.014>
- Gasser, J.A., Kneissel, M., 2017. Bone Physiology and Biology, in: Smith, S.Y., Varela, A., Samadfam, R. (Eds.), *Bone Toxicology*. Springer International Publishing, Cham, pp. 27–94. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-56192-9\\_2](https://doi.org/10.1007/978-3-319-56192-9_2)
- Gat, J.R., 1996. Oxygen and Hydrogen Isotopes in the Hydrologic Cycle. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* 24, 225–262. <https://doi.org/10.1146/annurev.earth.24.1.225>
- Gautieri, A., Vesentini, S., Redaelli, A., Buehler, M.J., 2011. Hierarchical Structure and Nanomechanics of Collagen Microfibrils from the Atomistic Scale Up. *Nano Lett.* 11, 757–766. <https://doi.org/10.1021/nl103943u>
- Gerstenberger, H., Herrmann, M., 1983. Report on the intercomparison for the isotope standards limestone KH 2 and polyethylene foil PEF 1. *ZfI-Mitteilungen* 66, 67–83.
- Giraudi, C., 1989. Lake levels and climate for the last 30,000 years in the fucino area (Abruzzo-Central Italy) — A review. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, The Phanerozoic Record of Lacustrine Basins and Their Environmental* 70, 249–260. [https://doi.org/10.1016/0031-0182\(89\)90094-1](https://doi.org/10.1016/0031-0182(89)90094-1)
- Giraudi, C., 2009. Late Holocene glacial and periglacial evolution in the upper Orco Valley, northwestern Italian Alps. *Quaternary Research* 71, 1–8.
- Glimcher, M.J., 2006. Bone: Nature of the Calcium Phosphate Crystals and Cellular, Structural, and Physical Chemical Mechanisms in Their Formation. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 64, 223–282. <https://doi.org/10.2138/rmg.2006.64.8>
- Goedert, J., Fourel, F., Amiot, R., Simon, L., Lécuyer, C., 2016. High-precision  $^{34}\text{S}/^{32}\text{S}$  measurements in vertebrate bioapatites using purge-and-trap elemental analyser/isotope ratio mass spectrometry technology. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 30, 2002–2008.
- Göktürk, O.M., Fleitmann, D., Badertscher, S., Cheng, H., Edwards, R.L., Leuenberger, M., Fankhauser, A., Tüysüz, O., Kramers, J., 2011. Climate on the southern Black Sea coast during the Holocene: implications from the Sofular Cave record. *Quaternary Science Reviews* 30, 2433–2445.
- Goldberg, M., Kulkarni, A.B., Young, M., Boskey, A., 2011. Dentin: Structure, Composition and Mineralization. *Front Biosci (Elite Ed)* 3, 711–735.
- Golub, E.E., 2009. Role of matrix vesicles in biomineralization. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - General Subjects* 1790, 1592–1598. <https://doi.org/10.1016/j.bbagen.2009.09.006>
- Gómez-Morales, J., Iafisco, M., Delgado-López, J.M., Sarda, S., Drouet, C., 2013. Progress on the preparation of nanocrystalline apatites and surface characterization: Overview of fundamental and

## Références bibliographiques

- applied aspects. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials* 59, 1–46. <https://doi.org/10.1016/j.pcrysgrow.2012.11.001>
- Gonfiantini, R., 1984. Stable isotope reference samples for geochemical and hydrological investigations. *The International Journal of Applied Radiation and Isotopes*; (United Kingdom) 35:5. [https://doi.org/10.1016/0020-708X\(84\)90059-0](https://doi.org/10.1016/0020-708X(84)90059-0)
- Gonfiantini, R., 1978. Standards for stable isotope measurements in natural compounds. *Nature* 271, 534–536. <https://doi.org/10.1038/271534a0>
- González-Martín, I., González Pérez, C., Hernández Méndez, J., Sánchez González, C., 2001. Differentiation of dietary regimene of Iberian swine by means of isotopic analysis of carbon and sulphur in hepatic tissue. *Meat Sci* 58, 25–30. [https://doi.org/10.1016/s0309-1740\(00\)00126-1](https://doi.org/10.1016/s0309-1740(00)00126-1)
- Goosse, H., Arzel, O., Luterbacher, J., Mann, M.E., Renssen, H., Riedwyl, N., Timmermann, A., Xoplaki, E., Wanner, H., 2006. The origin of the European “Medieval Warm Period.” *Climate of the Past* 2, 99–113. <https://doi.org/10.5194/cp-2-99-2006>
- Goudeau, M.S., Reichart, G.-J., Wit, J.C., De Nooijer, L.J., Grauel, A.-L., Bernasconi, S.M., De Lange, G.J., 2015. Seasonality variations in the Central Mediterranean during climate change events in the Late Holocene. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 418, 304–318.
- Gouletquer, P., Weller, O., 2010. Continuités et discontinuités dans l’exploitation du sel sur la Côte Atlantique de la Bretagne. *Haute Normandie archéologique* 14, 95–105.
- Gow, A.J., Ueda, H.T., Garfield, D.E., 1968. Antarctic Ice Sheet: Preliminary Results of First Core Hole to Bedrock. *Science* 161, 1011–1013. <https://doi.org/10.1126/science.161.3845.1011>
- Gransar, F., Desenne, S., Gransar, M., 2002. La batterie de silos de Soupir « le Champ Grand Jacques » (Aisne) : contribution à l’identification d’une centralisation du stockage à la Tène B dans le nord de la France. *Bulletin de la Société archéologique champenoise* 67–80.
- Grassineau, N.V., Matthey, D.P., Lowry, D., 2001. Sulfur Isotope Analysis of Sulfide and Sulfate Minerals by Continuous Flow-Isotope Ratio Mass Spectrometry. *Anal. Chem.* 73, 220–225. <https://doi.org/10.1021/ac000550f>
- Grauel, A.-L., Goudeau, M.-L.S., de Lange, G.J., Bernasconi, S.M., 2013. Climate of the past 2500 years in the Gulf of Taranto, central Mediterranean Sea: a high-resolution climate reconstruction based on  $\delta^{18}\text{O}$  and  $\delta^{13}\text{C}$  of *Globigerinoides ruber* (white). *The Holocene* 23, 1440–1446.
- Graustein, W.C., 1989.  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  Ratios Measure the Sources and Flow of Strontium in Terrestrial Ecosystems, in: Rundel, P.W., Ehleringer, J.R., Nagy, K.A. (Eds.), *Stable Isotopes in Ecological Research*. Springer, New York, NY, pp. 491–512. [https://doi.org/10.1007/978-1-4612-3498-2\\_28](https://doi.org/10.1007/978-1-4612-3498-2_28)
- Greenland Ice-core Project (GRIP) Members, 1993. Climate instability during the last interglacial period recorded in the GRIP ice core. *Nature* 364, 203–207. <https://doi.org/10.1038/364203a0>
- Griffith, O.W., 1987. Mammalian sulfur amino acid metabolism: An overview, in: *Methods in Enzymology, Sulfur and Sulfur Amino Acids*. Academic Press, pp. 366–376. [https://doi.org/10.1016/0076-6879\(87\)43065-6](https://doi.org/10.1016/0076-6879(87)43065-6)



## Références bibliographiques

- Gröcke, D.R., Sauer, P.E., Bridault, A., Drucker, D.G., Germonpré, M., Bocherens, H., 2017. Hydrogen isotopes in Quaternary mammal collagen from Europe. *Journal of Archaeological Science: Reports* 11, 12–16. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2016.11.020>
- Grunenwald, A., Keyser, C., Sautereau, A.M., Crubézy, E., Ludes, B., Drouet, C., 2014. Revisiting carbonate quantification in apatite (bio)minerals: a validated FTIR methodology. *Journal of Archaeological Science* 49, 134–141. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2014.05.004>
- Guiot, J., de Vernal, A., 2007. Chapter Thirteen Transfer Functions: Methods for Quantitative Paleoceanography Based on Microfossils, in: Hillaire-Marcel, C., De Vernal, A. (Eds.), *Developments in Marine Geology, Proxies in Late Cenozoic Paleoceanography*. Elsevier, pp. 523–563. [https://doi.org/10.1016/S1572-5480\(07\)01018-4](https://doi.org/10.1016/S1572-5480(07)01018-4)
- Guiot, J., Pons, A., de Beaulieu, J.L., Reille, M., 1989. A 140,000-year continental climate reconstruction from two European pollen records. *Nature* 338, 309–313. <https://doi.org/10.1038/338309a0>
- Guiry, E.J., Szpak, P., 2020. Quality control for modern bone collagen stable carbon and nitrogen isotope measurements. *Methods in Ecology and Evolution* 11, 1049–1060. <https://doi.org/10.1111/2041-210X.13433>
- Guiry, E.J., Szpak, P., Richards, M.P., 2016. Effects of lipid extraction and ultrafiltration on stable carbon and nitrogen isotopic compositions of fish bone collagen. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 30, 1591–1600. <https://doi.org/10.1002/rcm.7590>
- Hackett, C.J., 1981. Microscopical Focal Destruction (Tunnels) in Exhumed Human Bones. *Med Sci Law* 21, 243–265. <https://doi.org/10.1177/002580248102100403>
- Haeberli, W., Hoelzle, M., 1995. Application of inventory data for estimating characteristics of and regional climate-change effects on mountain glaciers: a pilot study with the European Alps. *Annals of Glaciology* 21, 206–212. <https://doi.org/10.3189/S0260305500015834>
- Haeberli, W., Hoelzle, M., Paul, F., Zemp, M., 2007. Integrated monitoring of mountain glaciers as key indicators of global climate change: the European Alps. *Annals of Glaciology* 46, 150–160. <https://doi.org/10.3189/172756407782871512>
- Hakenbeck, S., McManus, E., Geisler, H., Grupe, G., O'Connell, T., 2010. Diet and mobility in Early Medieval Bavaria: A study of carbon and nitrogen stable isotopes. *American Journal of Physical Anthropology* 143, 235–249. <https://doi.org/10.1002/ajpa.21309>
- Halas, S., Skrzypek, G., Meier-Augenstein, W., Pelc, A., Kemp, H.F., 2011. Inter-laboratory calibration of new silver orthophosphate comparison materials for the stable oxygen isotope analysis of phosphates. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 25, 579–584. <https://doi.org/10.1002/rcm.4892>
- Halas, S., Szaran, J., 2001. Improved thermal decomposition of sulfates to SO<sub>2</sub> and mass spectrometric determination of  $\delta^{34}\text{S}$  of IAEA SO-5, IAEA SO-6 and NBS-127 sulfate standards. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 15, 1618–1620. <https://doi.org/10.1002/rcm.416>

## Références bibliographiques

- Haldon, J., Elton, H., Huebner, S.R., Izdebski, A., Mordechai, L., Newfield, T.P., 2018a. Plagues, climate change, and the end of an empire: A response to Kyle Harper's *The Fate of Rome* (1): Climate. *History Compass* 16, e12508. <https://doi.org/10.1111/hic3.12508>
- Haldon, J., Elton, H., Huebner, S.R., Izdebski, A., Mordechai, L., Newfield, T.P., 2018b. Plagues, climate change, and the end of an empire. A response to Kyle Harper's *The Fate of Rome* (2): Plagues and a crisis of empire. *History Compass* 16, e12506. <https://doi.org/10.1111/hic3.12506>
- Haldon, J., Elton, H., Huebner, S.R., Izdebski, A., Mordechai, L., Newfield, T.P., 2018c. Plagues, climate change, and the end of an empire: A response to Kyle Harper's *The Fate of Rome* (3): Disease, agency, and collapse. *History Compass* 16, e12507. <https://doi.org/10.1111/hic3.12507>
- Hansen, L.B., 1966. Deep core drilling in ice and core analysis at Camp Century, Greenland, 1961-1966. *CRREL Spec. Report* 126, 207–208.
- Harper, K., 2017. *The Fate of Rome: Climate, Disease, and the End of an Empire*, *The Fate of Rome*. Princeton University Press. <https://doi.org/10.1515/9781400888917>
- Harris, E.F., 2015. Odontogenesis, in: *A Companion to Dental Anthropology*. John Wiley & Sons, Ltd, pp. 142–158. <https://doi.org/10.1002/9781118845486.ch11>
- Hatt, J.-J., 1960. Les invasions celtiques en Italie du Nord. Leur chronologie. *Bulletin de la Société préhistorique française* 57, 362–372. <https://doi.org/10.3406/bspf.1960.3545>
- He, G., Dahl, T., Veis, A., George, A., 2003. Nucleation of apatite crystals in vitro by self-assembled dentin matrix protein 1. *Nature Mater* 2, 552–558. <https://doi.org/10.1038/nmat945>
- Heaton, T.H.E., 1986. Isotopic studies of nitrogen pollution in the hydrosphere and atmosphere: A review. *Chemical Geology: Isotope Geoscience section, Calibration of the Phanerozoic Time Scale* 59, 87–102. [https://doi.org/10.1016/0168-9622\(86\)90059-X](https://doi.org/10.1016/0168-9622(86)90059-X)
- Hedges, R.E.M., Clement, J.G., Thomas, C.D.L., O'Connell, T.C., 2007. Collagen turnover in the adult femoral mid-shaft: Modeled from anthropogenic radiocarbon tracer measurements. *American Journal of Physical Anthropology: The Official Publication of the American Association of Physical Anthropologists* 133, 808–816.
- Hedges, R.E.M., 2002. Bone diagenesis: an overview of processes. *Archaeometry* 44, 319–328. <https://doi.org/10.1111/1475-4754.00064>
- Hedges, R.E.M., Millard, A.R., 1995. Bones and Groundwater: Towards the Modelling of Diagenetic Processes. *Journal of Archaeological Science* 22, 155–164. <https://doi.org/10.1006/jasc.1995.0017>
- Hedges, R.E.M., Millard, A.R., Pike, A.W.G., 1995. Measurements and Relationships of Diagenetic Alteration of Bone from Three Archaeological Sites. *Journal of Archaeological Science* 22, 201–209. <https://doi.org/10.1006/jasc.1995.0022>
- Hedges, R.E.M., Stevens, R.E., Richards, Michael.P., 2004. Bone as a stable isotope archive for local climatic information. *Quaternary Science Reviews, Isotopes in Quaternary Paleoenvironmental reconstruction* 23, 959–965. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2003.06.022>

## Références bibliographiques

- Heim, C., Nowaczyk, N.R., Negendank, J.F., Leroy, S.A., Ben-Avraham, Z., 1997. Near East desertification: evidence from the Dead Sea. *Naturwissenschaften* 84, 398–401.
- Hemleben, C., Spindler, M., Anderson, O.R., 2012. *Modern Planktonic Foraminifera*. Springer Science & Business Media.
- Herfort, L., Schouten, S., Boon, J.P., Sinninghe Damsté, J.S., 2006. Application of the TEX<sub>86</sub> temperature proxy to the southern North Sea. *Organic Geochemistry, Advances in Organic Geochemistry 2005* 37, 1715–1726. <https://doi.org/10.1016/j.orggeochem.2006.07.021>
- Hernández, A., Sánchez-López, G., Pla-Rabes, S., Comas-Bru, L., Parnell, A., Cahill, N., Geyer, A., Trigo, R.M., Giral, S., 2020. A 2,000-year Bayesian NAO reconstruction from the Iberian Peninsula. *Sci Rep* 10, 14961. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-71372-5>
- Higgins, D., Austin, J.J., 2016. Nucleic Acid Sample Preparation from Teeth/Dental Remains, in: Micic, M. (Ed.), *Sample Preparation Techniques for Soil, Plant, and Animal Samples*, Springer Protocols Handbooks. Springer, New York, NY, pp. 183–193. [https://doi.org/10.1007/978-1-4939-3185-9\\_13](https://doi.org/10.1007/978-1-4939-3185-9_13)
- Hillson, S., Bond, S., 1997. Relationship of enamel hypoplasia to the pattern of tooth crown growth: a discussion. *Am J Phys Anthropol* 104, 89–103. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1096-8644\(199709\)104:1<89::AID-AJPA6>3.0.CO;2-8](https://doi.org/10.1002/(SICI)1096-8644(199709)104:1<89::AID-AJPA6>3.0.CO;2-8)
- Hobbie, E.A., Olszyk, D.M., Rygielwicz, P.T., Tingey, D.T., Johnson, M.G., 2001. Foliar nitrogen concentrations and natural abundance of <sup>15</sup>N suggest nitrogen allocation patterns of Douglas-fir and mycorrhizal fungi during development in elevated carbon dioxide concentration and temperature. *Tree Physiology* 21, 1113–1122. <https://doi.org/10.1093/treephys/21.15.1113>
- Hobson, K.A., Wassenaar, L.I., Taylor, O.R., 1999. Stable isotopes ( $\delta$ D and  $\delta^{13}$ C) are geographic indicators of natal origins of monarch butterflies in eastern North America. *Oecologia* 120, 397–404. <https://doi.org/10.1007/s004420050872>
- Hocquet, J.-C., 1994. Production et commerce du sel à l'Age du Fer et à l'époque romaine dans l'Europe du Nord-Ouest. *Revue du Nord* 76, 9–20. <https://doi.org/10.3406/rnord.1994.4967>
- Hodson, F.R., 1977. Quantifying Hallstatt: Some Initial Results. *American Antiquity* 42, 394–412. <https://doi.org/10.2307/279064>
- Högberg, P., 1997. Tansley Review No. 95 Box-modeling of <sup>15</sup>N natural abundance in soil-plant systems. *New Phytologist* 137, 179–203. <https://doi.org/10.1046/j.1469-8137.1997.00808.x>
- Hollinger, J.O., 2005. Bone Dynamics, in: Lieberman, J.R., Friedlaender, G.E. (Eds.), *Bone Regeneration and Repair: Biology and Clinical Applications*. Humana Press, Totowa, NJ, pp. 1–19. <https://doi.org/10.1385/1-59259-863-3:001>
- Holobinko, A., Meier-Augenstein, W., Kemp, H.F., Prowse, T., Ford, S.M., 2011. <sup>2</sup>H stable isotope analysis of human tooth enamel: a new tool for forensic human provenancing? *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 25, 910–916. <https://doi.org/10.1002/rcm.4942>

## Références bibliographiques

- Holt, E., Evans, J.A., Madgwick, R., 2021. Strontium ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ) mapping: A critical review of methods and approaches. *Earth-Science Reviews* 216, 103593. <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2021.103593>
- Holzhauser, H., Magny, M., Zumbühl, H.J., 2005. Glacier and lake-level variations in west-central Europe over the last 3500 years. *The Holocene* 15, 789–801.
- Holzhauser, H., Zumbühl, H.J., 1996. To the history of the Lower Grindelwald Glacier during the last 2800 years-paleosols, fossil wood and historical pictorial records-new results. *Zeitschrift für Geomorphologie. Supplementband* 95–127.
- Hoppe, K.A., Koch, P.L., Furutani, T.T., 2003. Assessing the preservation of biogenic strontium in fossil bones and tooth enamel. *International Journal of Osteoarchaeology* 13, 20–28. <https://doi.org/10.1002/oa.663>
- Horace, I<sup>er</sup> siècle BCE. *Satires*.
- Houghton, J.T., Jenkins, G.J., Ephraums, J.J., 1990. Climate change: the IPCC scientific assessment. *American Scientist*; (United States) 80.
- Hubert, J.F., Panish, P.T., Chure, D.J., Probst, K.S., 1996. Chemistry, microstructure, petrology, and diagenetic model of Jurassic dinosaur bones, Dinosaur National Monument, Utah. *Journal of Sedimentary Research* 66, 531–547. <https://doi.org/10.1306/D426839C-2B26-11D7-8648000102C1865D>
- Hughes, M.K., 2002. Dendrochronology in climatology – the state of the art. *Dendrochronologia* 20, 95–116. <https://doi.org/10.1078/1125-7865-00011>
- Hughes, P.D.M., Mauquoy, D., Barber, K.E., Langdon, P.G., 2000. Mire-development pathways and palaeoclimatic records from a full Holocene peat archive at Walton Moss, Cumbria, England. *The Holocene* 10, 465–479. <https://doi.org/10.1191/095968300675142023>
- Hurrell, J.W., 1995. Decadal Trends in the North Atlantic Oscillation: Regional Temperatures and Precipitation. *Science* 269, 676–679. <https://doi.org/10.1126/science.269.5224.676>
- Hut, G., 1987. Consultants' group meeting on stable isotope reference samples for geochemical and hydrological investigations.
- Hyland, C., Scott, M.B., Routledge, J., Szpak, P., 2021. Stable Carbon and Nitrogen Isotope Variability of Bone Collagen to Determine the Number of Isotopically Distinct Specimens. *J Archaeol Method Theory*. <https://doi.org/10.1007/s10816-021-09533-7>
- Iacumin, P., Bocherens, H., Mariotti, A., Longinelli, A., 1996. Oxygen isotope analyses of co-existing carbonate and phosphate in biogenic apatite: a way to monitor diagenetic alteration of bone phosphate? *Earth and Planetary Science Letters* 142, 1–6. [https://doi.org/10.1016/0012-821X\(96\)00093-3](https://doi.org/10.1016/0012-821X(96)00093-3)
- Jacks, M., Sherburne, R., Lubell, D., Barker, C., Wayman, M., 2001. Destruction of microstructure in archaeological bone: a case study from Portugal. *International Journal of Osteoarchaeology* 11, 415–432. <https://doi.org/10.1002/oa.583>

## Références bibliographiques

- Jacobson, G.L., Bradshaw, R.H.W., 1981. The Selection of Sites for Paleovegetational Studies. *Quaternary Research* 16, 80–96. [https://doi.org/10.1016/0033-5894\(81\)90129-0](https://doi.org/10.1016/0033-5894(81)90129-0)
- Jalut, G., Amat, A.E., Bonnet, L., Gauquelin, T., Fontugne, M., 2000. Holocene climatic changes in the Western Mediterranean, from south-east France to south-east Spain. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 160, 255–290.
- Janis, C.M., Fortelius, M., 1988. On the Means Whereby Mammals Achieve Increased Functional Durability of Their Dentitions, with Special Reference to Limiting Factors. *Biological Reviews* 63, 197–230. <https://doi.org/10.1111/j.1469-185X.1988.tb00630.x>
- Jim, S., Jones, V., Ambrose, S.H., Evershed, R.P., 2006. Quantifying dietary macronutrient sources of carbon for bone collagen biosynthesis using natural abundance stable carbon isotope analysis. *British Journal of Nutrition* 95, 1055–1062. <https://doi.org/10.1079/BJN20051685>
- Joerin, U.E., Nicolussi, K., Fischer, A., Stocker, T.F., Schlüchter, C., 2008. Holocene optimum events inferred from subglacial sediments at Tschierwa Glacier, Eastern Swiss Alps. *Quaternary Science Reviews* 27, 337–350. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2007.10.016>
- Joerin, U.E., Stocker, T.F., Schlüchter, C., 2006. Multicentury glacier fluctuations in the Swiss Alps during the Holocene. *The Holocene* 16, 697–704.
- Joffroy, R., 1954. La tombe de Vix (Côte-d’Or). *Monuments et mémoires de la Fondation Eugène Piot* 48, 1–68. <https://doi.org/10.3406/piot.1954.1652>
- Johnsen, S.J., Dahl-Jensen, D., Gundestrup, N., Steffensen, J.P., Clausen, H.B., Miller, H., Masson-Delmotte, V., Sveinbjörnsdóttir, A.E., White, J., 2001. Oxygen isotope and palaeotemperature records from six Greenland ice-core stations: Camp Century, Dye-3, GRIP, GISP2, Renland and NorthGRIP. *Journal of Quaternary Science* 16, 299–307. <https://doi.org/10.1002/jqs.622>
- Johnson, K.R., Hu, C., Belshaw, N.S., Henderson, G.M., 2006. Seasonal trace-element and stable-isotope variations in a Chinese speleothem: The potential for high-resolution paleomonsoon reconstruction. *Earth and Planetary Science Letters* 244, 394–407. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2006.01.064>
- Jowsey, J., 1966. Studies of Haversian systems in man and some animals. *J Anat* 100, 857–864.
- Jull, A.J.T., 2007. Radiocarbon dating | AMS Method, in: Elias, S.A. (Ed.), *Encyclopedia of Quaternary Science*. Elsevier, Oxford, pp. 2911–2918. <https://doi.org/10.1016/B0-44-452747-8/00041-7>
- Jullian, C., 1908. *Histoire de la Gaule*.
- Kadoya, T., Osada, Y., Takimoto, G., 2012. IsoWeb: A Bayesian Isotope Mixing Model for Diet Analysis of the Whole Food Web. *PLOS ONE* 7, e41057. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0041057>
- Kaeser, M.-A., 2019. La Tène, ou la construction d’un site éponyme., in : *La Construction de l’archéologie Européenne, 1865-1914*. pp. 165–187.

## Références bibliographiques

- Kaniewski, D., Paulissen, E., Campo, E.V., Weiss, H., Otto, T., Bretschneider, J., Lerberghe, K.V., 2010. Late second–early first millennium BC abrupt climate changes in coastal Syria and their possible significance for the history of the Eastern Mediterranean. *Quaternary Research* 74, 207–215. <https://doi.org/10.1016/j.yqres.2010.07.010>
- Karaplis, A.C., 2008. Chapter 3 - Embryonic Development of Bone and Regulation of Intramembranous and Endochondral Bone Formation, in: Bilezikian, J.P., Raisz, L.G., Martin, T.J. (Eds.), *Principles of Bone Biology (Third Edition)*. Academic Press, San Diego, pp. 53–84. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-373884-4.00025-2>
- Karlén, W., 1988. Scandinavian glacial and climatic fluctuations during the Holocene. *Quaternary Science Reviews* 7, 199–209. [https://doi.org/10.1016/0277-3791\(88\)90006-6](https://doi.org/10.1016/0277-3791(88)90006-6)
- Katz, E.P., Li, S.-T., 1973. Structure and function of bone collagen fibrils. *Journal of Molecular Biology* 80, 1–15. [https://doi.org/10.1016/0022-2836\(73\)90230-1](https://doi.org/10.1016/0022-2836(73)90230-1)
- Kay, M.I., Young, R.A., Posner, A.S., 1964. Crystal Structure of Hydroxyapatite. *Nature* 204, 1050–1052. <https://doi.org/10.1038/2041050a0>
- Keeling, C.D., 1979. The Suess effect: <sup>13</sup>Carbon-<sup>14</sup>Carbon interrelations. *Environment International* 2, 229–300. [https://doi.org/10.1016/0160-4120\(79\)90005-9](https://doi.org/10.1016/0160-4120(79)90005-9)
- Keenan, S.W., 2016. From bone to fossil: A review of the diagenesis of bioapatite. *American Mineralogist* 101, 1943–1951. <https://doi.org/10.2138/am-2016-5737>
- Kendall, C., Eriksen, A.M.H., Kontopoulos, I., Collins, M.J., Turner-Walker, G., 2018. Diagenesis of archaeological bone and tooth. *Palaeogeography palaeoclimatology palaeoecology* 21–37.
- Kendall, C., Grim, E., 1990. Combustion tube method for measurement of nitrogen isotope ratios using calcium oxide for total removal of carbon dioxide and water. *Analytical Chemistry* 62, 526–529.
- Killingley, J.S., Johnson, R.F., Berger, W.H., 1981. Oxygen and carbon isotopes of individual shells of planktonic foraminifera from Ontong-Java plateau, equatorial pacific. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, Oxygen and Carbon Isotopes in Foraminifera* 33, 193–204. [https://doi.org/10.1016/0031-0182\(81\)90038-9](https://doi.org/10.1016/0031-0182(81)90038-9)
- King, C.L., Tayles, N., Gordon, K.C., 2011. Re-examining the chemical evaluation of diagenesis in human bone apatite. *Journal of Archaeological Science, Satellite remote sensing in archaeology: past, present and future perspectives* 38, 2222–2230. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2011.03.023>
- Kirsanow, K., Makarewicz, C., Tuross, N., 2008. Stable oxygen ( $\delta^{18}\text{O}$ ) and hydrogen ( $\delta\text{D}$ ) isotopes in ovicaprid dentinal collagen record seasonal variation. *Journal of Archaeological Science* 35, 3159–3167. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2008.06.025>
- Kirsanow, K., Tuross, N., 2011. Oxygen and hydrogen isotopes in rodent tissues: Impact of diet, water and ontogeny. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, Special Issue: Fossil bones and teeth: preservation or alteration of biogenic compositions?* 310, 9–16. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2011.03.022>

## Références bibliographiques

- Knipper, C., Pichler, S.L., Rissanen, H., Stopp, B., Kühn, M., Spichtig, N., Röder, B., Schibler, J., Lassau, G., Alt, K.W., 2017. What is on the menu in a Celtic town? Iron Age diet reconstructed at Basel-Gasfabrik, Switzerland. *Archaeol Anthropol Sci* 9, 1307–1326. <https://doi.org/10.1007/s12520-016-0362-8>
- Knox, J.C., 1993. Large increases in flood magnitude in response to modest changes in climate. *Nature* 361, 430–432. <https://doi.org/10.1038/361430a0>
- Knox, J.C., 2000. Sensitivity of modern and Holocene floods to climate change. *Quaternary Science Reviews* 19, 439–457. [https://doi.org/10.1016/S0277-3791\(99\)00074-8](https://doi.org/10.1016/S0277-3791(99)00074-8)
- Knudson, K.J., Williams, H.M., Buikstra, J.E., Tomczak, P.D., Gordon, G.W., Anbar, A.D., 2010. Introducing  $\delta^{88/86}\text{Sr}$  analysis in archaeology: a demonstration of the utility of strontium isotope fractionation in paleodietary studies. *Journal of Archaeological Science* 37, 2352–2364. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2010.04.009>
- Knudson, K.J., Williams, S.R., Osborn, R., Forgey, K., Williams, P.R., 2009. The geographic origins of Nasca trophy heads using strontium, oxygen, and carbon isotope data. *Journal of Anthropological Archaeology* 28, 244–257. <https://doi.org/10.1016/j.jaa.2008.10.006>
- Kobashi, T., Kawamura, K., Severinghaus, J.P., Barnola, J.-M., Nakaegawa, T., Vinther, B.M., Johnsen, S.J., Box, J.E., 2011. High variability of Greenland surface temperature over the past 4000 years estimated from trapped air in an ice core. *Geophysical Research Letters* 38. <https://doi.org/10.1029/2011GL049444>
- Koch, P.L., Tuross, N., Fogel, M.L., 1997. The Effects of Sample Treatment and Diagenesis on the Isotopic Integrity of Carbonate in Biogenic Hydroxylapatite. *Journal of Archaeological Science* 24, 417–429. <https://doi.org/10.1006/jasc.1996.0126>
- Kohn, M.J., 1996. Predicting animal  $\delta^{18}\text{O}$ : Accounting for diet and physiological adaptation. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 60, 4811–4829. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(96\)00240-2](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(96)00240-2)
- Kohn, M.J., Schoeninger, M.J., Barker, W.W., 1999. Altered states: effects of diagenesis on fossil tooth chemistry. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 63, 2737–2747. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(99\)00208-2](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(99)00208-2)
- Kohn, M.J., 2010. Carbon isotope compositions of terrestrial C3 plants as indicators of (paleo)ecology and (paleo)climate. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 107, 19691–19695. <https://doi.org/10.1073/pnas.1004933107>
- Kontopoulos, I., Nystrom, P., White, L., 2016. Experimental taphonomy: post-mortem microstructural modifications in *Sus scrofa domesticus* bone. *Forensic Science International* 266, 320–328. <https://doi.org/10.1016/j.forsciint.2016.06.024>
- Koon, H., Tuross, N., 2013. The Dutch whalers: a test of a human migration in the oxygen, carbon and nitrogen isotopes of cortical bone collagen. *World Archaeology* 45, 360–372. <https://doi.org/10.1080/00438243.2013.823884>

## Références bibliographiques

- Kootker, L.M., van Lanen, R.J., Kars, H., Davies, G.R., 2016. Strontium isoscapes in The Netherlands. Spatial variations in  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  as a proxy for palaeomobility. *Journal of Archaeological Science: Reports* 6, 1–13. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2016.01.015>
- Koprivova, A., Melzer, M., von Ballmoos, P., Mandel, T., Brunold, C., Kopriva, S., 2001. Assimilatory Sulfate Reduction in C3, C3-C4, and C4 Species of *Flaveria*. *Plant Physiology* 127, 543–550. <https://doi.org/10.1104/pp.010144>
- Korhola, A., Weckström, J., Holmström, L., Erästö, P., 2000. A Quantitative Holocene Climatic Record from Diatoms in Northern Fennoscandia. *Quaternary Research* 54, 284–294. <https://doi.org/10.1006/qres.2000.2153>
- Kristiansen, K., Larsson, T.B., 2005. L'âge du Bronze, une période historique. *Annales. Histoire, Sciences Sociales* 60e année, 975–1007.
- Kroopnick, P., Craig, H., 1972. Atmospheric Oxygen: Isotopic Composition and Solubility Fractionation. *Science* 175, 54–55. <https://doi.org/10.1126/science.175.4017.54>
- Krouse, H.R., 1991. Stable isotopes: Natural and anthropogenic sulphur in the environment. John Wiley and Sons, United Kingdom.
- Krouse, H.R., Mayer, B., Schoenau, J.J., 1996. Application of Stable Isotope Techniques to Soil Sulfur Cycling, in: *Mass Spectrometry of Soils*. CRC Press.
- Kusaka, S., Nakano, T., 2014. Carbon and oxygen isotope ratios and their temperature dependence in carbonate and tooth enamel using a GasBench II preparation device. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 28, 563–567. <https://doi.org/10.1002/rcm.6799>
- Kvavadze, E.V., Connor, S.E., 2005. *Zelkova carpinifolia* (Pallas) K. Koch in Holocene sediments of Georgia—an indicator of climatic optima. *Review of Palaeobotany and Palynology* 133, 69–89.
- Labuhn, I., Finné, M., Izdebski, A., Roberts, N., Woodbridge, J., 2016. Climatic Changes and Their Impacts in the Mediterranean during the First Millennium AD. *Late Antique Archaeology* 12, 65–88. <https://doi.org/10.1163/22134522-12340067>
- Lam, B.V., Murray, R.H., Andres, B.W., Boyle-Mejia, O., Curry Rogers, K., 2009. Patterns of microbial bioerosion in bones from the Campanian Judith River Formation of Montana, in: *Geological Society of America. Abstracts with Programs*. p. 628.
- Lamb, A.L., Evans, J.E., Buckley, R., Appleby, J., 2014. Multi-isotope analysis demonstrates significant lifestyle changes in King Richard III. *Journal of Archaeological Science* 50, 559–565. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2014.06.021>
- Lamb, H.H., 1995. *Climate, History and the Modern World*. Psychology Press.
- Lambert, P., 2012. Ethics and Issues in the Use of Human Skeletal Remains in Paleopathology, in: *A Companion to Paleopathology*. pp. 17–33. <https://doi.org/10.1002/9781444345940.ch2>
- Lamoureux, S., 2001. Varve Chronology Techniques, in: Last, W.M., Smol, J.P. (Eds.), *Tracking Environmental Change Using Lake Sediments: Basin Analysis, Coring, and Chronological*



## Références bibliographiques

- Techniques. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 247–260. [https://doi.org/10.1007/0-306-47669-X\\_11](https://doi.org/10.1007/0-306-47669-X_11)
- Landis, W.J., Silver, F.H., Freeman, J.W., 2006. Collagen as a scaffold for biomimetic mineralization of vertebrate tissues. *J. Mater. Chem.* 16, 1495–1503. <https://doi.org/10.1039/B505706J>
- Lannoy, S., Marinval, P., Buleon, A., Chiron, H., Mejanelle, P., Pin, S., Rech, J., Tchaplal, A., 2002. Etude de « pains/galettes » archéologiques français. *Civilisations* 49, 119–160.
- Larsen, N.K., Kjær, K.H., Olsen, J., Funder, S., Kjeldsen, K.K., Nørgaard-Pedersen, N., 2011. Restricted impact of Holocene climate variations on the southern Greenland Ice Sheet. *Quaternary Science Reviews* 30, 3171–3180. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2011.07.022>
- Larson, T.E., Longstaffe, F.J., 2007. Deciphering seasonal variations in the diet and drinking water of modern White-Tailed deer by in situ analysis of osteons in cortical bone. *Journal of Geophysical Research: Biogeosciences* 112. <https://doi.org/10.1029/2006JG000376>
- Laubenheimer, F., Ouzoulias, P., Van Ossel, P., 2003. La bière en Gaule. Sa fabrication, les mots pour le dire, les vestiges archéologiques : première approche. *Revue archéologique de Picardie* 1, 47–63. <https://doi.org/10.3406/pica.2003.2356>
- Lauritzen, S.-E., Lundberg, J., 1999. Calibration of the speleothem delta function: an absolute temperature record for the Holocene in northern Norway. *The Holocene* 9, 659–669. <https://doi.org/10.1191/095968399667823929>
- Le Béchenec, Y., Frère, S., Corsiez, A., Rolland, J., Sauvageot, P., 2016. Rapport final d’opération : Thézy-Glimont, Les Vergnes, (Somme). Novembre 2012 - Mai 2013. Service Archéologie Préventive d’Amiens Métropole.
- Le Roy, M., Astrade, L., Edouard, J.-L., Miramont, C., Deline, P., 2009. La dendroglaciologie, ou l’apport de l’étude des cernes d’arbres pour la reconstitution des fluctuations glaciaires holocènes. *Collection EDYTEM. Cahiers de géographie* 8, 79–90. <https://doi.org/10.3406/edyte.2009.1074>
- Lea, D.W., Mashiotta, T.A., Spero, H.J., 1999. Controls on magnesium and strontium uptake in planktonic foraminifera determined by live culturing. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 63, 2369–2379. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(99\)00197-0](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(99)00197-0)
- Lea, D.W., Pak, D.K., Spero, H.J., 2000. Climate impact of late quaternary equatorial Pacific sea surface temperature variations. *Science* 289, 1719–1724. <https://doi.org/10.1126/science.289.5485.1719>
- Lean, J., Rind, D., 1999. Evaluating sun–climate relationships since the Little Ice Age. *Journal of Atmospheric and Solar-Terrestrial Physics* 61, 25–36. [https://doi.org/10.1016/S1364-6826\(98\)00113-8](https://doi.org/10.1016/S1364-6826(98)00113-8)
- Lebourgeois, F., Mérian, P., 2012. Principes et méthodes de la dendrochronologie.
- Lebrato, M., Garbe-Schönberg, D., Müller, M.N., Blanco-Ameijeiras, S., Feely, R.A., Lorenzoni, L., Molinero, J.-C., Bremer, K., Jones, D.O.B., Iglesias-Rodríguez, D., Greeley, D., Lamare, M.D., Paulmier, A., Graco, M., Cartes, J., Barcelos e Ramos, J., de Lara, A., Sanchez-Leal, R., Jimenez, P., Pappas, F.E., Hartman, S.E., Westernströer, U., Küter, M., Benavides, R., da Silva, A.F.,

## Références bibliographiques

- Bell, S., Payne, C., Olafsdottir, S., Robinson, K., Jantunen, L.M., Korablev, A., Webster, R.J., Jones, E.M., Gilg, O., Bailly du Bois, P., Beldowski, J., Ashjian, C., Yahia, N.D., Twining, B., Chen, X.-G., Tseng, L.-C., Hwang, J.-S., Dahms, H.-U., Oschlies, A., 2020. Global variability in seawater Mg:Ca and Sr:Ca ratios in the modern ocean. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 117, 22281–22292. <https://doi.org/10.1073/pnas.1918943117>
- Lebreiro, S.M., Francés, G., Abrantes, F.F.G., Diz, P., Bartels-Jónsdóttir, H.B., Stroynowski, Z.N., Gil, I.M., Pena, L.D., Rodrigues, T., Jones, P.D., Nombela, M.A., Alejo, I., Briffa, K.R., Harris, I., Grimalt, J.O., 2006. Climate change and coastal hydrographic response along the Atlantic Iberian margin (Tagus Prodelta and Muros Ría) during the last two millennia. *The Holocene* 16, 1003–1015. <https://doi.org/10.1177/0959683606h1990rp>
- Lécuyer, C., 2013. *Water on Earth*, 1st ed. John Wiley & Sons, Ltd. <https://doi.org/10.1002/9781118574928>
- Lécuyer, C., 2016. Seawater residence times of some elements of geochemical interest and the salinity of the oceans. *Bulletin de la Société Géologique de France* 187, 245–260. <https://doi.org/10.2113/gssgfbull.187.6.245>
- Lécuyer, C., Amiot, R., Touzeau, A., Trotter, J., 2013. Calibration of the phosphate  $\delta^{18}\text{O}$  thermometer with carbonate–water oxygen isotope fractionation equations. *Chemical Geology* 347, 217–226. <https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2013.03.008>
- Lécuyer, C., Balter, V., Martineau, F., Fourel, F., Bernard, A., Amiot, R., Gardien, V., Otero, O., Legendre, S., Panczer, G., Simon, L., Martini, R., 2010. Oxygen isotope fractionation between apatite-bound carbonate and water determined from controlled experiments with synthetic apatites precipitated at 10–37°C. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 74, 2072–2081. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2009.12.024>
- Lécuyer, C., Fourel, F., Martineau, F., Amiot, R., Bernard, A., Daux, V., Escarguel, G., Morrison, J., 2007. High-precision determination of  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  ratios of silver phosphate by EA-pyrolysis-IRMS continuous flow technique. *Journal of Mass Spectrometry* 42, 36–41. <https://doi.org/10.1002/jms.1130>
- Lécuyer, C., Goedert, J., Klee, J., Clauzel, T., Richardin, P., Fourel, F., Delgado-Darias, T., Alberto-Barroso, V., Velasco-Vázquez, J., Betancort, J.F., Amiot, R., Maréchal, C., Flandrois, J.-P., 2021. Climatic change and diet of the pre-Hispanic population of Gran Canaria (Canary Archipelago, Spain) during the Medieval Warm Period and Little Ice Age. *Journal of Archaeological Science* 128, 105336. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2021.105336>
- Lécuyer, C., Grandjean, P., O’Neil, J.R., Cappetta, H., Martineau, F., 1993. Thermal excursions in the ocean at the Cretaceous—Tertiary boundary (northern Morocco):  $\delta^{18}\text{O}$  record of phosphatic fish debris. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 105, 235–243. [https://doi.org/10.1016/0031-0182\(93\)90085-W](https://doi.org/10.1016/0031-0182(93)90085-W)
- Lee-Thorp, J.A., Sponheimer, M., 2003. Three case studies used to reassess the reliability of fossil bone and enamel isotope signals for paleodietary studies. *Journal of Anthropological Archaeology* 22, 208–216.

## Références bibliographiques

- Lee-Thorp, J.A., Sealy, J.C., van der Merwe, N.J., 1989. Stable carbon isotope ratio differences between bone collagen and bone apatite, and their relationship to diet. *Journal of Archaeological Science* 16, 585–599. [https://doi.org/10.1016/0305-4403\(89\)90024-1](https://doi.org/10.1016/0305-4403(89)90024-1)
- LeGeros, R.Z., 1981. Apatites in biological systems. *Progress in Crystal Growth and Characterization* 4, 1–45. [https://doi.org/10.1016/0146-3535\(81\)90046-0](https://doi.org/10.1016/0146-3535(81)90046-0)
- Legros, R., Balmain, N., Bonel, G., 1987. Age-related changes in mineral of rat and bovine cortical bone. *Calcif Tissue Int* 41, 137–144. <https://doi.org/10.1007/BF02563793>
- Leichliter, J.N., Lüdecke, T., Foreman, A.D., Duprey, N.N., Winkler, D.E., Kast, E.R., Vonhof, H., Sigman, D.M., Haug, G.H., Clauss, M., Tütken, T., Martínez-García, A., 2021. Nitrogen isotopes in tooth enamel record diet and trophic level enrichment: Results from a controlled feeding experiment. *Chemical Geology* 563, 120047. <https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2020.120047>
- Lejars, T., 1998. Des armes celtiques dans un contexte culturel particulier : le “ charnier ” de Ribemont-sur-Ancre (Somme). *Revue archéologique de Picardie* 1–2, 233–244.
- Leng, M.J., Jones, M.D., Frogley, M.R., Eastwood, W.J., Kendrick, C.P., Roberts, C.N., 2010. Detrital carbonate influences on bulk oxygen and carbon isotope composition of lacustrine sediments from the Mediterranean. *Global and Planetary Change, Oxygen isotopes as tracers of Mediterranean variability: linking past, present and future* 71, 175–182. <https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2009.05.005>
- Lepetz, S., 1996. L’animal dans la société gallo-romaine de la France du Nord. *Revue Archéologique de Picardie*.
- Lepetz, S., 2010. Pratiques alimentaires dans un quartier d’Amiens au Ier siècle. Les restes osseux animaux du “Palais des Sports”. *Revue archéologique de Picardie* 27, 409–422. <https://doi.org/10.3406/pica.2010.3548>
- Lepetz, S., Matterné, V., 2003. Élevage et agriculture dans le Nord de la Gaule durant l’époque gallo-romaine : une confrontation des données archéologiques et carpologiques. *Revue archéologique de Picardie* 1, 23–35. <https://doi.org/10.3406/pica.2003.2354>
- Lepot, A., 2014. Céramique et alimentation en Gaule du Nord. Trois siècles d’acculturation des populations dans les régions de Bavay, Tournai et Tongres : résultats et perspectives, in: *Signa Romana*. Presented at the Journée d’archéologie romaine/Romeinendag, p. 123.
- Levinson, A.A., Luz, B., Kolodny, Y., 1987. Variations in oxygen isotopic compositions of human teeth and urinary stones. *Applied Geochemistry* 2, 367–371. [https://doi.org/10.1016/0883-2927\(87\)90021-7](https://doi.org/10.1016/0883-2927(87)90021-7)
- Lewis, J., Pike, A.W.G., Coath, C.D., Evershed, R.P., 2017. Strontium concentration, radiogenic ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ) and stable ( $\delta^{88}\text{Sr}$ ) strontium isotope systematics in a controlled feeding study. *STAR: Science & Technology of Archaeological Research* 3, 45–57. <https://doi.org/10.1080/20548923.2017.1303124>

## Références bibliographiques

- Li, H., Yu, C., Wang, F., Chang, S.J., Yao, J., Blake, R.E., 2016. Probing the metabolic water contribution to intracellular water using oxygen isotope ratios of PO<sub>4</sub>. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 113, 5862–5867. <https://doi.org/10.1073/pnas.1521038113>
- Libby, W.F., 1951. Radiocarbon Dates, II. *Science*. <https://doi.org/10.1126/science.114.2960.291>
- Licciardi, J.M., Schaefer, J.M., Taggart, J.R., Lund, D.C., 2009. Holocene Glacier Fluctuations in the Peruvian Andes Indicate Northern Climate Linkages. *Science* 325, 1677–1679. <https://doi.org/10.1126/science.1175010>
- Lidke, G., Jantzen, D., Lorenz, S., Terberger, T., 2017. The Bronze Age battlefield in the Tollense Valley, Northeast Germany: Conflict scenario research, in: *Conflict Archaeology*. Routledge.
- Lightfoot, E., O’Connell, T.C., 2016. On the Use of Biomineral Oxygen Isotope Data to Identify Human Migrants in the Archaeological Record: Intra-Sample Variation, Statistical Methods and Geographical Considerations. *PLoS One* 11. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0153850>
- Lightfoot, E., Šlaus, M., Šikanjić, P.R., O’Connell, T.C., 2015. Metals and millets: Bronze and Iron Age diet in inland and coastal Croatia seen through stable isotope analysis. *Archaeol Anthropol Sci* 7, 375–386. <https://doi.org/10.1007/s12520-014-0194-3>
- Lindsey, R., Dahlman, L., 2009. Climate Variability: North Atlantic Oscillation | NOAA Climate.gov [WWW Document]. climate.gov. URL <https://www.climate.gov/news-features/understanding-climate/climate-variability-north-atlantic-oscillation>.
- Lippmann-Provansal, M., Morhange, C., 1994. Seuils climatiques et réponses morphogéniques en Basse-Provence depuis 5000 ans. *Quaternaire* 5, 113–118. <https://doi.org/10.3406/quate.1994.2022>
- Lirer, F., Sprovieri, M., Vallefucio, M., Ferraro, L., Pelosi, N., Giordano, L., Capotondi, L., 2014. Planktonic foraminifera as bio-indicators for monitoring the climatic changes that have occurred over the past 2000 years in the southeastern Tyrrhenian Sea. *Integrative Zoology* 9, 542–554. <https://doi.org/10.1111/1749-4877.12083>
- Longin, R., 1971. New Method of Collagen Extraction for Radiocarbon Dating. *Nature* 230, 241–242. <https://doi.org/10.1038/230241a0>
- Longinelli, A., 1984. Oxygen isotopes in mammal bone phosphate: A new tool for paleohydrological and paleoclimatological research? *Geochimica et Cosmochimica Acta* 48, 385–390. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(84\)90259-X](https://doi.org/10.1016/0016-7037(84)90259-X)
- Lowe, D.J., 2011. Tephrochronology and its application: A review. *Quaternary Geochronology* 6, 107–153. <https://doi.org/10.1016/j.quageo.2010.08.003>
- Lu, X., Leng, Y., 2005. Theoretical analysis of calcium phosphate precipitation in simulated body fluid. *Biomaterials* 26, 1097–1108. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2004.05.034>
- Lucero, L.J., Gunn, J.D., Scarborough, V.L., 2011. Climate Change and Classic Maya Water Management. *Water* 3, 479–494. <https://doi.org/10.3390/w3020479>

## Références bibliographiques

- Luterbacher, J., Garcia-Herrera, R., Acker-On, S., Allen, R., Alvarez-Castro, M.-C., Benito, G., Booth, J., Buntgen, U., Cagatay, N., Colombaroli, D., Davis, B., Esper, J., Felis, T., Fleitman, D., Frank, D., Gallego, D., Garcia-Bustamante, E., Glaser, R., Gonzales-Rouco, F.J., Goosse, H., Kiefer, T., Macklin, M.G., Manning, S.W., Montagna, P., Newman, L., Power, M.J., Rath, V., Ribera, P., Riemann, D., Roberts, N., Sicre, M.-A., Silenzi, S., Tinner, W., Tzedakis, P.C., Valero-Garces, B., van der Schrier, G., Vanniere, B., Vogt, S., Wanner, H., Werner, J.P., Willitt, G., Williams, M.H., Xoplaki, E., Zerefos, C.S., Zorita, E., 2012. A Review of 2000 Years of Paleoclimatic Evidence in the Mediterranean.
- Luyer, M.L., 2016. Évolution dentaire dans les populations humaines de la fin du Pléistocène et du début de l'Holocène (19000 – 5500 cal. BP) : une approche intégrée des structures externe et interne des couronnes pour le Bassin aquitain et ses marges. Université de Bordeaux.
- Luz, B., Kolodny, Y., Horowitz, M., 1984. Fractionation of oxygen isotopes between mammalian bone-phosphate and environmental drinking water. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 48, 1689–1693. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(84\)90338-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(84)90338-7)
- Maas, Glenn.S., Macklin, Mark.G., 2002. The impact of recent climate change on flooding and sediment supply within a Mediterranean mountain catchment, southwestern Crete, Greece. *Earth Surface Processes and Landforms* 27, 1087–1105. <https://doi.org/10.1002/esp.398>
- Macklin, M.G., Benito, G., Gregory, K.J., Johnstone, E., Lewin, J., Michczyńska, D.J., Soja, R., Starkel, L., Thorndycraft, V.R., 2006. Past hydrological events reflected in the Holocene fluvial record of Europe. *Catena* 66, 145–154.
- Macklin, M.G., Fuller, I.C., Lewin, J., Maas, G.S., Passmore, D.G., Rose, J., Woodward, J.C., Black, S., Hamlin, R.H.B., Rowan, J.S., 2002. Correlation of fluvial sequences in the Mediterranean basin over the last 200ka and their relationship to climate change. *Quaternary Science Reviews* 21, 1633–1641. [https://doi.org/10.1016/S0277-3791\(01\)00147-0](https://doi.org/10.1016/S0277-3791(01)00147-0)
- Madsen, H.E.L., 2020. Homogeneous Nucleation of Hydroxyapatite,  $\text{Ca}_5\text{OH}(\text{PO}_4)_3$ , at 37 °C. *Crystals* 10, 695. <https://doi.org/10.3390/cryst10080695>
- Maggiano, C.M., White, C.D., Stern, R.A., Peralta, J.S., Longstaffe, F.J., 2019. Focus: Oxygen isotope microanalysis across incremental layers of human bone: Exploring archaeological reconstruction of short term mobility and seasonal climate change. *Journal of Archaeological Science* 111, 105028. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2019.105028>
- Magny, M., de Beaulieu, J.-L., Drescher-Schneider, R., Vannière, B., Walter-Simonnet, A.-V., Miras, Y., Millet, L., Bossuet, G., Peyron, O., Brugiapaglia, E., Leroux, A., 2007. Holocene climate changes in the central Mediterranean as recorded by lake-level fluctuations at Lake Accesa (Tuscany, Italy). *Quaternary Science Reviews* 26, 1736–1758. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2007.04.014>
- Magny, M., Miramont, C., Sivan, O., 2002. Assessment of the impact of climate and anthropogenic factors on Holocene Mediterranean vegetation in Europe on the basis of palaeohydrological records. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 186, 47–59. [https://doi.org/10.1016/S0031-0182\(02\)00442-X](https://doi.org/10.1016/S0031-0182(02)00442-X)
- Malrain, F., Matterné, V., Méniel, P., 2002. Les paysans gaulois (IIIe siècle-52 av. JC.), Errance. ed.

## Références bibliographiques

- Malrain, F., Pinard, E., Leroyer, C., Méniel, P., Maréchal, D., Zech-Matterne, V., Pastre, J.-F., Pommepuy, C., 2006. Les sites laténiens de la moyenne vallée de l'Oise du Ve au Ier s. avant notre ère : Contribution à l'Histoire de la société gauloise.
- Mangini, A., Spötl, C., Verdes, P., 2005. Reconstruction of temperature in the Central Alps during the past 2000 yr from a  $\delta^{18}\text{O}$  stalagmite record. *Earth and Planetary Science Letters* 235, 741–751. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2005.05.010>
- Mann, M.E., 2002. The Value of Multiple Proxies. *Science* 297, 1481–1482. <https://doi.org/10.1126/science.1074318>
- Mann, M.E., Zhang, Z., Rutherford, S., Bradley, R.S., Hughes, M.K., Shindell, D., Ammann, C., Faluvegi, G., Ni, F., 2009. Global Signatures and Dynamical Origins of the Little Ice Age and Medieval Climate Anomaly. *Science* 326, 1256–1260. <https://doi.org/10.1126/science.1177303>
- Manolagas, S.C., 2000. Birth and death of bone cells: basic regulatory mechanisms and implications for the pathogenesis and treatment of osteoporosis. *Endocr Rev* 21, 115–137. <https://doi.org/10.1210/edrv.21.2.0395>
- Marchiafava, V., Bonucci, E., Ascenzi, A., 1974. Fungal osteoclasia: a model of dead bone resorption. *Calc. Tis Res.* 14, 195–210. <https://doi.org/10.1007/BF02060295>
- Margaritelli, G., Cacho, I., Català, A., Barra, M., Bellucci, L.G., Lubritto, C., Rettori, R., Lirer, F., 2020. Persistent warm Mediterranean surface waters during the Roman period. *Scientific Reports* 10, 10431. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-67281-2>
- Margaritelli, G., Vallefucio, M., Di Rita, F., Capotondi, L., Bellucci, L.G., Insinga, D.D., Petrosino, P., Bonomo, S., Cacho, I., Cascella, A., Ferraro, L., Florindo, F., Lubritto, C., Lurcock, P.C., Magri, D., Pelosi, N., Rettori, R., Lirer, F., 2016. Marine response to climate changes during the last five millennia in the central Mediterranean Sea. *Global and Planetary Change* 142, 53–72. <https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2016.04.007>
- Marie, P.J., Ammann, P., Boivin, G., Rey, C., 2001. Mechanisms of action and therapeutic potential of strontium in bone. *Calcif Tissue Int* 69, 121–129. <https://doi.org/10.1007/s002230010055>
- Marinval, P., 1993. Étude carpologique d'offrandes alimentaires végétales dans les sépultures gallo-romaines : réflexions préliminaires. *Supplément à la Revue archéologique du centre de la France* 6, 45–65.
- Marquer, L., Pomel, S., Abichou, A., Schulz, E., Kaniewski, D., Campo, E.V., 2008. Late Holocene high resolution palaeoclimatic reconstruction inferred from Sebkhah Mhabeul, southeast Tunisia. *Quaternary Research* 70, 240–250. <https://doi.org/10.1016/j.yqres.2008.06.002>
- Marshall, J.D., Brooks, J.R., Latjha, K., 2008. Sources of variation in the stable isotopic composition of plants, in: *Stable Isotopes in Ecology and Environmental Science*. John Wiley & Sons.
- Martín-Chivelet, J., Muñoz-García, M.B., Edwards, R.L., Turrero, M.J., Ortega, A.I., 2011. Land surface temperature changes in Northern Iberia since 4000yrBP, based on  $\delta^{13}\text{C}$  of speleothems. *Global and Planetary Change* 77, 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2011.02.002>

## Références bibliographiques

- Martín-Puertas, C., Valero-Garcés, B.L., Brauer, A., Mata, M.P., Delgado-Huertas, A., Dulski, P., 2009. The Iberian–Roman Humid Period (2600–1600 cal yr BP) in the Zoñar Lake varve record (Andalucía, southern Spain). *Quaternary Research* 71, 108–120. <https://doi.org/10.1016/j.yqres.2008.10.004>
- Martínez-Cortizas, A., Pontevedra-Pombal, X., García-Rodeja, E., Nóvoa-Muñoz, J.C., Shotyk, W., 1999. Mercury in a Spanish Peat Bog: Archive of Climate Change and Atmospheric Metal Deposition. *Science* 284, 939–942. <https://doi.org/10.1126/science.284.5416.939>
- Mashiotta, T.A., Lea, D.W., Spero, H.J., 1999. Glacial–interglacial changes in Subantarctic sea surface temperature and  $\delta^{18}\text{O}$ -water using foraminiferal Mg. *Earth and Planetary Science Letters* 170, 417–432. [https://doi.org/10.1016/S0012-821X\(99\)00116-8](https://doi.org/10.1016/S0012-821X(99)00116-8)
- Masson, V., Vimeux, F., Jouzel, J., Morgan, V., Delmotte, M., Ciais, P., Hammer, C., Johnsen, S., Lipenkov, V.Ya., Mosley-Thompson, E., Petit, J.-R., Steig, E.J., Stievenard, M., Vaikmae, R., 2000. Holocene Climate Variability in Antarctica Based on 11 Ice-Core Isotopic Records. *Quaternary Research* 54, 348–358. <https://doi.org/10.1006/qres.2000.2172>
- Masson-Delmotte, V., Stenni, B., Jouzel, J., 2004. Common millennial-scale variability of Antarctic and Southern Ocean temperatures during the past 5000 years reconstructed from the EPICA Dome C ice core. *The Holocene* 14, 145–151. <https://doi.org/10.1191/0959683604hl697ft>
- Mathew, M., Takagi, S., 2001. Structures of Biological Minerals in Dental Research. *J Res Natl Inst Stand Technol* 106, 1035–1044. <https://doi.org/10.6028/jres.106.054>
- Matsubayashi, J., Tayasu, I., 2019. Collagen turnover and isotopic records in cortical bone. *Journal of Archaeological Science* 106, 37–44. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2019.03.010>
- Matterne, V., 2000. Agriculture et alimentation végétale durant l'âge du fer et l'époque gallo-romaine en France septentrionale. Paris 1.
- Matterne, V., 2003. Nouvelles données carpologiques relatives à la période gallo-romaine en régions Picardie et Île-de-France, in : Actualité de la recherche en histoire et archéologie agraires : actes du colloque AGER V, 19-20 septembre 2000. Presses Univ. Franche-Comté.
- Mayewski, P.A., Bender, M., 1995. The GISP2 ice core record—Paleoclimate highlights. *Reviews of Geophysics* 33, 1287–1296. <https://doi.org/10.1029/95RG00498>
- Mays, S., 2003. Bone strontium: calcium ratios and duration of breastfeeding in a Mediaeval skeletal population. *Journal of Archaeological Science* 30, 731–741. [https://doi.org/10.1016/S0305-4403\(02\)00247-9](https://doi.org/10.1016/S0305-4403(02)00247-9)
- McCormick, M., Büntgen, U., Cane, M.A., Cook, E.R., Harper, K., Huybers, P., Litt, T., Manning, S.W., Mayewski, P.A., More, A.F.M., Nicolussi, K., Tegel, W., 2012. Climate Change during and after the Roman Empire: Reconstructing the Past from Scientific and Historical Evidence. *The Journal of Interdisciplinary History* 43, 169–220. [https://doi.org/10.1162/JINH\\_a\\_00379](https://doi.org/10.1162/JINH_a_00379)
- McCormick, M., Harper, K., More, A.M., Gibson, K., 2013. Geodatabase of Historical Evidence on Roman and Post-Roman Climate. <https://doi.org/10.7910/DVN/TVXATE>

## Références bibliographiques

- McCutchan Jr, J.H., Lewis Jr, W.M., Kendall, C., McGrath, C.C., 2003. Variation in trophic shift for stable isotope ratios of carbon, nitrogen, and sulfur. *Oikos* 102, 378–390. <https://doi.org/10.1034/j.1600-0706.2003.12098.x>
- McDermott, F., 2004. Palaeo-climate reconstruction from stable isotope variations in speleothems: a review. *Quaternary Science Reviews, Isotopes in Quaternary Paleoenvironmental reconstruction* 23, 901–918. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2003.06.021>
- McDermott, F., Frisia, S., Huang, Y., Longinelli, A., Spiro, B., Heaton, T.H.E., Hawkesworth, C.J., Borsato, A., Keppens, E., Fairchild, I.J., van der Borg, K., Verheyden, S., Selmo, E., 1999. Holocene climate variability in Europe: Evidence from  $\delta^{18}\text{O}$ , textural and extension-rate variations in three speleothems. *Quaternary Science Reviews* 18, 1021–1038. [https://doi.org/10.1016/S0277-3791\(98\)00107-3](https://doi.org/10.1016/S0277-3791(98)00107-3)
- McDermott, F., Matthey, D.P., Hawkesworth, C., 2001. Centennial-Scale Holocene Climate Variability Revealed by a High-Resolution Speleothem  $\delta^{18}\text{O}$  Record from SW Ireland. *Science* 294, 1328–1331. <https://doi.org/10.1126/science.1063678>
- McElderry, J.-D.P., Zhu, P., Mroue, K.H., Xu, J., Pavan, B., Fang, M., Zhao, G., McNerny, E., Kohn, D.H., Franceschi, R.T., Holl, M.M.B., Tecklenburg, M.M.J., Ramamoorthy, A., Morris, M.D., 2013. Crystallinity and compositional changes in carbonated apatites: Evidence from  $^{31}\text{P}$  solid-state NMR, Raman, and AFM analysis. *Journal of Solid State Chemistry* 206, 192–198. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2013.08.011>
- McKinney, C.R., McCrea, J.M., Epstein, S., Allen, H.A., Urey, H.C., 1950. Improvements in mass spectrometers for the measurement of small differences in isotope abundance ratios. *Rev Sci Instrum* 21, 724–730. <https://doi.org/10.1063/1.1745698>
- McMichael, A.J., 2012. Insights from past millennia into climatic impacts on human health and survival. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 109, 4730–4737. <https://doi.org/10.1073/pnas.1120177109>
- Meier-Augenstein, W., 2011. *Stable Isotope Forensics: An Introduction to the Forensic Application of Stable Isotope Analysis*. John Wiley & Sons.
- Meier-Augenstein, W., Hobson, K.A., Wassenaar, L.I., 2013. Critique: measuring hydrogen stable isotope abundance of proteins to infer origins of wildlife, food and people. *Bioanalysis* 5, 751–767. <https://doi.org/10.4155/bio.13.36>
- Melvin, T.M., Grudd, H., Briffa, K.R., 2013. Potential bias in ‘updating’ tree-ring chronologies using regional curve standardisation: Re-processing 1500 years of Torneträsk density and ring-width data. *The Holocene* 23, 364–373. <https://doi.org/10.1177/0959683612460791>
- Menez, Y., Arramond, J.-C., 1997. L’habitat aristocratique fortifié de Paule (Côtes-d’Armor). *Gallia* 54, 119–155. <https://doi.org/10.3406/galia.1997.2995>
- Méniel, P., 1987. Chasse et élevage chez les Gaulois (450-52 av. J-C), Errance. ed.
- Méniel, P., 1988. Les animaux dans l’alimentation des Gaulois. *Anthropozoologica NS*, 115–122.



## Références bibliographiques

- Méniel, P., 1994. Les chevaux découpés du village d'Acy-Romance et l'hippophagie en Gaule septentrionale. *Anthropozoologica* 20, 55–68.
- Méniel, P., 1996. Les faunes des établissements ruraux de La Tène finale dans le Nord de la France. *Revue archéologique de Picardie* 11, 309–316. <https://doi.org/10.3406/pica.1996.1902>
- Méniel, P., 2005. Porc et sanglier en Gaule septentrionale, entre archéozoologie et imaginaire collectif 7.
- Méniel, P., Brunaux, J.-L., 1997. La résidence aristocratique de Montmartin, Oise : Du IIIe au IIe s. av. J.-C. *Maison des Sciences de l'Homme*, Paris.
- Méniel, P., Jouin, M., 2001. Les dépôts animaux et le fanum gallo-romains de Vertault (Côte d'Or). *Revue archéologique de l'Est* 50, 119.
- Messerschmid, T.F.E., Wehling, J., Bobon, N., Kahmen, A., Klak, C., Los, J.A., Nelson, D.B., dos Santos, P., de Vos, J.M., Kadereit, G., 2021. Carbon isotope composition of plant photosynthetic tissues reflects a Crassulacean Acid Metabolism (CAM) continuum in the majority of CAM lineages. *Perspectives in Plant Ecology, Evolution and Systematics* 51, 125619. <https://doi.org/10.1016/j.ppees.2021.125619>
- Metcalf, J.L., Xu, Z.Z., Weiss, S., Lax, S., Van Treuren, W., Hyde, E.R., Song, S.J., Amir, A., Larsen, P., Sangwan, N., Haarmann, D., Humphrey, G.C., Ackermann, G., Thompson, L.R., Lauber, C., Bibat, A., Nicholas, C., Gebert, M.J., Petrosino, J.F., Reed, S.C., Gilbert, J.A., Lynne, A.M., Bucheli, S.R., Carter, D.O., Knight, R., 2016. Microbial community assembly and metabolic function during mammalian corpse decomposition. *Science* 351, 158–162. <https://doi.org/10.1126/science.aad2646>
- Metcalf, J.Z., Longstaffe, F.J., White, C.D., 2009. Method-dependent variations in stable isotope results for structural carbonate in bone bioapatite. *Journal of Archaeological Science* 36, 110–121. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2008.07.019>
- Meyers, M.A., Chen, P.-Y., Lin, A.Y.-M., Seki, Y., 2008. Biological materials: Structure and mechanical properties. *Progress in Materials Science* 53, 1–206. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2007.05.002>
- Migowski, C., Stein, M., Prasad, S., Negendank, J.F.W., Agnon, A., 2006. Holocene Climate Variability and Cultural Evolution in the Near East from the Dead Sea Sedimentary Record. *Quaternary Research* 66, 421–431. <https://doi.org/10.1016/j.yqres.2006.06.010>
- Milbourn, G.M., Ellis, F.B., Russell, R.S., 1959. The absorption of radioactive strontium by plants under field conditions in the United Kingdom. *Journal of Nuclear Energy. Part A. Reactor Science* 10, 116–132. [https://doi.org/10.1016/0368-3265\(59\)90062-3](https://doi.org/10.1016/0368-3265(59)90062-3)
- Moore, G.W.K., Renfrew, I.A., 2012. Cold European winters: interplay between the NAO and the East Atlantic mode. *Atmospheric Science Letters* 13, 1–8. <https://doi.org/10.1002/asl.356>
- Moreau, C., Caffy, I., Comby, C., Delqué-Količ, E., Dumoulin, J.-P., Hain, S., Quiles, A., Setti, V., Souprayen, C., Thellier, B., Vincent, J., 2013. Research and Development of the Artemis <sup>14</sup>C

## Références bibliographiques

- AMS Facility: Status Report. Radiocarbon 55, 331–337.  
<https://doi.org/10.1017/S0033822200057441>
- Morgan, C., Losey, A., Trout, L., 2014. Late-Holocene paleoclimate and treeline fluctuation in Wyoming's Wind River Range, USA. *The Holocene* 24, 209–219.  
<https://doi.org/10.1177/0959683613516817>
- Moron, N., 2020. Pétosse – Lelleton. ADLFI. Archéologie de la France - Informations.
- Murail, P., Brůžek, J., Houët, F., Cunha, E., 2005. DSP: A tool for probabilistic sex diagnosis using worldwide variability in hip-bone measurements. *Bulletins et mémoires de la Société d'Anthropologie de Paris. BMSAP* 17, 167–176. <https://doi.org/10.4000/bmsap.1157>
- Museum of London Human Remains Working Group, 2011. Policy for the Care of Human Remains in Museum of London Collections.
- Muynck, D.D., Huelga-Suarez, G., Heghe, L.V., Degryse, P., Vanhaecke, F., 2009. Systematic evaluation of a strontium-specific extraction chromatographic resin for obtaining a purified Sr fraction with quantitative recovery from complex and Ca-rich matrices. *J. Anal. At. Spectrom.* 24, 1498–1510. <https://doi.org/10.1039/B908645E>
- Nagy, K.A., Costa, D.P., 1980. Water flux in animals: analysis of potential errors in the tritiated water method. *American Journal of Physiology-Regulatory, Integrative and Comparative Physiology* 238, R454–R465. <https://doi.org/10.1152/ajpregu.1980.238.5.R454>
- National Research Council, 2006. Surface Temperature Reconstructions for the Last 2,000 Years. The National Academies Press, Washington, DC. <https://doi.org/10.17226/11676>
- Négrel, P., Casanova, J., Aranyossy, J.-F., 2001. Strontium isotope systematics used to decipher the origin of groundwaters sampled from granitoids: the Vienne Case (France). *Chemical Geology* 177, 287–308. [https://doi.org/10.1016/S0009-2541\(00\)00414-9](https://doi.org/10.1016/S0009-2541(00)00414-9)
- Nehlich, O., 2015. The application of sulphur isotope analyses in archaeological research: A review. *Earth-Science Reviews* 142, 1–17. <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2014.12.002>
- Nehlich, O., Oelze, V.M., Jay, M., Conrad, M., Stauble, H., Teegen, W.-R., Richards, M.P., 2014. Sulphur isotope ratios of multi-period archaeological skeletal remains from Central Germany: a dietary and mobility study. *Anthropologie (1962-)* 52, 15–34.
- Nehlich, O., Richards, M.P., 2009. Establishing collagen quality criteria for sulphur isotope analysis of archaeological bone collagen. *Archaeological and Anthropological Sciences* 1, 59–75. <https://doi.org/10.1007/s12520-009-0003-6>
- Nelson, B.K., Deniro, M.J., Schoeninger, M.J., De Paolo, D.J., Hare, P.E., 1986. Effects of diagenesis on strontium, carbon, nitrogen and oxygen concentration and isotopic composition of bone. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 50, 1941–1949. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(86\)90250-4](https://doi.org/10.1016/0016-7037(86)90250-4)
- Nesje, A., Dahl, S.O., 2003. The 'Little Ice Age' – only temperature? *The Holocene* 13, 139–145. <https://doi.org/10.1191/0959683603hl603fa>

## Références bibliographiques

- Nesje, A., Jansen, E., Birks, H.J.B., Bjune, A.E., Bakke, J., Andersson, C., Dahl, S.O., Kristensen, D.K., Lauritzen, S., Lie, O., 2005. Holocene climate variability in the northern North Atlantic region: a review of terrestrial and marine evidence. *Geophysical Monograph-American Geophysical Union* 158, 289.
- Nesje, A., Matthews, J.A., Dahl, S.O., Berrisford, M.S., Andersson, C., 2001. Holocene glacier fluctuations of Flatebreen and winter-precipitation changes in the Jostedalbreen region, western Norway, based on glaciolacustrine sediment records. *The Holocene* 11, 267–280. <https://doi.org/10.1191/095968301669980885>
- Neukom, R., Steiger, N., Gómez-Navarro, J.J., Wang, J., Werner, J.P., 2019. No evidence for globally coherent warm and cold periods over the preindustrial Common Era. *Nature* 571, 550–554. <https://doi.org/10.1038/s41586-019-1401-2>
- Nicholson, R.A., 1996. Bone Degradation, Burial Medium and Species Representation: Debunking the Myths, an Experiment-based Approach. *Journal of Archaeological Science* 23, 513–533. <https://doi.org/10.1006/jasc.1996.0049>
- Nicolussi, K., Patzelt, G., 2000. Discovery of early Holocene wood and peat on the forefield of the Pasterze Glacier, Eastern Alps, Austria. *The Holocene* 10, 191–199. <https://doi.org/10.1191/095968300666855842>
- Nielsen-Marsh, C., Gernaey, A., Turner-Walker, G., Hedges, R., Pike, A., Collins, M., 2000. The chemical degradation of bone. *Human osteology in archaeology and forensic science* 439–454.
- Nier, A.O., Hanson, E.E., 1936. A Mass-Spectrographic Analysis of the Ions Produced in HCl Under Electron Impact. *Phys. Rev.* 50, 722–726. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.50.722>
- Nieto-Moreno, V., Martínez-Ruiz, F., Giralt, S., Jiménez-Espejo, F., Gallego-Torres, D., Rodrigo-Gámiz, M., García-Orellana, J., Ortega-Huertas, M., de Lange, G.J., 2011. Tracking climate variability in the western Mediterranean during the Late Holocene: a multiproxy approach. *Climate of the Past* 7, 1395–1414. <https://doi.org/10.5194/cp-7-1395-2011>
- Noji, M., Saito, K., 2003. Sulphur Amino Acids: Biosynthesis of Cysteine and Methionine, in: Abrol, Y.P., Ahmad, A. (Eds.), *Sulphur in Plants*. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 135–144. [https://doi.org/10.1007/978-94-017-0289-8\\_7](https://doi.org/10.1007/978-94-017-0289-8_7)
- Norman, A.-L., Anlauf, K., Hayden, K., Thompson, B., Brook, J.R., Li, S.-M., Bottenheim, J., 2006. Aerosol sulphate and its oxidation on the Pacific NW coast: S and O isotopes in PM<sub>2.5</sub>. *Atmospheric Environment, The Pacific 2001 Air Quality Study II* 40, 2676–2689. <https://doi.org/10.1016/j.atmosenv.2005.09.085>
- Nudelman, F., Pieterse, K., George, A., Bomans, P.H.H., Friedrich, H., Brylka, L.J., Hilbers, P.A.J., de With, G., Sommerdijk, N.A.J.M., 2010. The role of collagen in bone apatite formation in the presence of hydroxyapatite nucleation inhibitors. *Nature Mater* 9, 1004–1009. <https://doi.org/10.1038/nmat2875>
- Nürnberg, D., Bijma, J., Hemleben, C., 1996. Assessing the reliability of magnesium in foraminiferal calcite as a proxy for water mass temperatures. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 60, 803–814. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(95\)00446-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(95)00446-7)

## Références bibliographiques

- O'Connell, T.C., Kneale, C.J., Tasevska, N., Kuhnle, G.G.C., 2012. The diet-body offset in human nitrogen isotopic values: A controlled dietary study. *American Journal of Physical Anthropology* 149, 426–434. <https://doi.org/10.1002/ajpa.22140>
- Oelze, V.M., Koch, J.K., Kupke, K., Nehlich, O., Zäuner, S., Wahl, J., Weise, S.M., Rieckhoff, S., Richards, M.P., 2012. Multi-isotopic analysis reveals individual mobility and diet at the early iron age monumental tumulus of Magdalenenberg, Germany. *American Journal of Physical Anthropology* 148, 406–421. <https://doi.org/10.1002/ajpa.22063>
- Oerlemans, J., 2001. *Glaciers and climate change*. CRC Press.
- Oerlemans, J., 2005. Extracting a Climate Signal from 169 Glacier Records. *Science* 308, 675–677. <https://doi.org/10.1126/science.1107046>
- O'Leary, M.H., 1988. Carbon Isotopes in Photosynthesis. *BioScience* 38, 328–336. <https://doi.org/10.2307/1310735>
- Ollive, V., Petit, C., Garcia, J.-P., Reddé, M., 2006. Rhine flood deposits recorded in the Gallo-Roman site of Oedenburg (Haut-Rhin, France). *Quaternary International, Impact of rapid environmental changes on humans and ecosystems* 150, 28–40. <https://doi.org/10.1016/j.quaint.2006.01.006>
- Olsen, J., Anderson, N.J., Knudsen, M.F., 2012. Variability of the North Atlantic Oscillation over the past 5,200 years. *Nature Geosci* 5, 808–812. <https://doi.org/10.1038/ngeo1589>
- Olsen, K.C., White, C.D., Longstaffe, F.J., Heyking, K. von, McGlynn, G., Grupe, G., Rühli, F.J., 2014. Intraskelletal isotopic compositions ( $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$ ) of bone collagen: Nonpathological and pathological variation. *American Journal of Physical Anthropology* 153, 598–604. <https://doi.org/10.1002/ajpa.22459>
- Olszta, M.J., Cheng, X., Jee, S.S., Kumar, R., Kim, Y.-Y., Kaufman, M.J., Douglas, E.P., Gower, L.B., 2007. Bone structure and formation: a new perspective. *Materials Science and Engineering: R: Reports* 58, 77–116. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2007.05.001>
- Orland, I.J., Bar-Matthews, M., Kita, N.T., Ayalon, A., Matthews, A., Valley, J.W., 2009. Climate deterioration in the Eastern Mediterranean as revealed by ion microprobe analysis of a speleothem that grew from 2.2 to 0.9 ka in Soreq Cave, Israel. *Quaternary Research* 71, 27–35. <https://doi.org/10.1016/j.yqres.2008.08.005>
- Ortega, P., Lehner, F., Swingedouw, D., Masson-Delmotte, V., Raible, C.C., Casado, M., Yiou, P., 2015. A model-tested North Atlantic Oscillation reconstruction for the past millennium. *Nature* 523, 71–74. <https://doi.org/10.1038/nature14518>
- Palmer, L.C., Newcomb, C.J., Kaltz, S.R., Spoerke, E.D., Stupp, S.I., 2008. Biomimetic systems for hydroxyapatite mineralization inspired by bone and enamel. *Chem Rev* 108, 4754–4783. <https://doi.org/10.1021/cr8004422>
- Parfitt, A.M., 2013. Chapter 36 - Skeletal Heterogeneity and the Purposes of Bone Remodeling: Implications for the Understanding of Osteoporosis, in: Marcus, R., Feldman, D., Dempster, D.W., Luckey, M., Cauley, J.A. (Eds.), *Osteoporosis (Fourth Edition)*. Academic Press, San Diego, pp. 855–872. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-415853-5.00036-4>

## Références bibliographiques

- Parfitt, A.M., 2002. Misconceptions (2): turnover is always higher in cancellous than in cortical bone. *Bone* 30, 807–809. [https://doi.org/10.1016/s8756-3282\(02\)00735-4](https://doi.org/10.1016/s8756-3282(02)00735-4)
- Passey, B.H., Cerling, T.E., Levin, N.E., 2007. Temperature dependence of oxygen isotope acid fractionation for modern and fossil tooth enamels. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 21, 2853–2859.
- Passey, B.H., Robinson, T.F., Ayliffe, L.K., Cerling, T.E., Sponheimer, M., Dearing, M.D., Roeder, B.L., Ehleringer, J.R., 2005. Carbon isotope fractionation between diet, breath CO<sub>2</sub>, and bioapatite in different mammals. *Journal of Archaeological Science* 32, 1459–1470. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2005.03.015>
- Patterson, J.K., Lei, X.G., Miller, D.D., 2008. The Pig as an Experimental Model for Elucidating the Mechanisms Governing Dietary Influence on Mineral Absorption. *Exp Biol Med (Maywood)* 233, 651–664. <https://doi.org/10.3181/0709-MR-262>
- Pausanias, II<sup>ème</sup> siècle AD. Description de la Grèce.
- Pazdur, A., Fontugne, M.R., Goslar, T., Pazdur, M.F., 1995. Lateglacial and holocene water-level changes of the Gościąż Lake, Central Poland, derived from carbon isotope studies of laminated sediment. *Quaternary Science Reviews* 14, 125–135. [https://doi.org/10.1016/0277-3791\(94\)00124-T](https://doi.org/10.1016/0277-3791(94)00124-T)
- Pearson, P.N., 2012. Oxygen Isotopes in Foraminifera: Overview and Historical Review. *The Paleontological Society Papers* 18, 1–38. <https://doi.org/10.1017/S1089332600002539>
- Pederzani, S., Britton, K., 2019. Oxygen isotopes in bioarchaeology: Principles and applications, challenges and opportunities. *Earth-Science Reviews* 188, 77–107. <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2018.11.005>
- Pellegrini, M., Snoeck, C., 2016. Comparing bioapatite carbonate pre-treatments for isotopic measurements: Part 2 — Impact on carbon and oxygen isotope compositions. *Chemical Geology* 420, 88–96. <https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2015.10.038>
- Pemmer, B., Roschger, A., Wastl, A., Hofstaetter, J.G., Wobraschek, P., Simon, R., Thaler, H.W., Roschger, P., Klaushofer, K., Strelci, C., 2013. Spatial distribution of the trace elements zinc, strontium and lead in human bone tissue. *Bone* 57, 184–193. <https://doi.org/10.1016/j.bone.2013.07.038>
- Pesquero, M.D., Bell, L.S., Fernández-Jalvo, Y., 2018. Skeletal modification by microorganisms and their environments. *Historical Biology* 30, 882–893. <https://doi.org/10.1080/08912963.2017.1371713>
- Pestle, W.J., Crowley, B.E., Weirauch, M.T., 2014. Quantifying Inter-Laboratory Variability in Stable Isotope Analysis of Ancient Skeletal Remains. *PLOS ONE* 9, e102844. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0102844>
- Petit, C., Camerlynck, C., Deweirdt, E., Durllet, C., Garcia, J.-P., Gauthier, E., Ollive, V., Richard, H., Wahlen, P., 2006. Géoarchéologie du site antique de Molesme en vallée de Laigne (Côte-d'Or) Mise en évidence de l'impact anthropique sur la sédimentation alluviale. *Gallia* 63, 263–335.

## Références bibliographiques

- Petit, C., Wahlen, P., Arrignon, J., 2005. Le bassin gallo-romain de Molesme (Cote d'Or) : questions et perspectives de recherche sur les viviers antiques d'eau douce, in : Occupation et Gestion Des Plaines Alluviales Dans Le Nord de La France de l'âge Du Fer à l'époque Gallo-Romaine, Actes de La Table-Ronde de Molesme, 17-18 Septembre 1999, Presse Universitaires Franc-Comtoises, (Annales Littéraires ; 786. Série “ Environnement, Sociétés et Archéologie ” ; 8). pp. 47–62.
- Petit, J.-R., Jouzel, J., Raynaud, D., Barkov, N.I., Barnola, J.-M., Basile, I., Bender, M., Chappellaz, J., Davis, M., Delaygue, G., 1999. Climate and atmospheric history of the past 420,000 years from the Vostok ice core, Antarctica. *Nature* 399, 429.
- Phillips, D.L., 2012. Converting isotope values to diet composition: the use of mixing models. *Journal of Mammalogy* 93, 342–352. <https://doi.org/10.1644/11-MAMM-S-158.1>
- Philp, R.P., 2007. The emergence of stable isotopes in environmental and forensic geochemistry studies: a review. *Environ Chem Lett* 5, 57–66. <https://doi.org/10.1007/s10311-006-0081-y>
- Picavet, P.P., Balligand, M., 2016. Organic and mechanical properties of Cervidae antlers: a review. *Vet Res Commun* 40, 141–147. <https://doi.org/10.1007/s11259-016-9663-8>
- Pietsch, S.J., Hobson, K.A., Wassenaar, L.I., Tütken, T., 2011. Tracking Cats: Problems with Placing Feline Carnivores on  $\delta^{18}\text{O}$ ,  $\delta\text{D}$  Isoscapes. *PLOS ONE* 6, e24601. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0024601>
- Pietsch, S.J., Tütken, T., 2016. Oxygen isotope composition of North American bobcat (*Lynx rufus*) and puma (*Puma concolor*) bone phosphate: implications for provenance and climate reconstruction. *Isotopes in Environmental and Health Studies* 52, 164–184. <https://doi.org/10.1080/10256016.2015.1113957>
- Pigière, F., 2017. The Evolution of Cattle Husbandry Practices in the Roman Period in Gallia Belgica and Western Germania Inferior. *European Journal of Archaeology* 20, 472–493. <https://doi.org/10.1017/eea.2017.1>
- Piva, A., Asioli, A., Trincardi, F., Schneider, R.R., Vigliotti, L., 2008. Late-Holocene climate variability in the Adriatic Sea (Central Mediterranean). *The Holocene* 18, 153–167. <https://doi.org/10.1177/0959683607085606>
- Pla, S., Catalan, J., 2005. Chrysophyte cysts from lake sediments reveal the submillennial winter/spring climate variability in the northwestern Mediterranean region throughout the Holocene. *Clim Dyn* 24, 263–278. <https://doi.org/10.1007/s00382-004-0482-1>
- Pline l'Ancien, I<sup>er</sup> siècle. Histoire naturelle.
- Pollard, A. m., Ditchfield, P., Piva, E., Wallis, S., Falys, C., Ford, S., 2012. ‘Sprouting Like Cockle Amongst the Wheat’: The St Brice’s Day Massacre and the Isotopic Analysis of Human Bones from St John’s College, Oxford. *Oxford Journal of Archaeology* 31, 83–102. <https://doi.org/10.1111/j.1468-0092.2011.00380.x>
- Polybe, 167 AD. Histoires.

## Références bibliographiques

- Poux, M., 2002. L'archéologie du festin en Gaule préromaine acquis, méthodologie et perspectives, in : Bulletin de la Société archéologique champenoise (1954). Presented at the Découvertes récentes de l'Age du Fer dans le massif des Ardennes et ses marges. Repas des vivants et nourriture pour les morts en Gaule, pp. 345–374.
- Price, T.D., Blitz, J., Burton, J., Ezzo, J.A., 1992. Diagenesis in prehistoric bone: Problems and solutions. *Journal of Archaeological Science* 19, 513–529. [https://doi.org/10.1016/0305-4403\(92\)90026-Y](https://doi.org/10.1016/0305-4403(92)90026-Y)
- Price, T.D., Burton, J., Bentley, R.A., 2002. The Characterization of Biologically Available Strontium Isotope Ratios for the Study of Prehistoric Migration. *Archaeometry* 44, 117–135. <https://doi.org/10.1111/1475-4754.00047>
- Price, T.D., Grupe, G., Schröter, P., 1994. Reconstruction of migration patterns in the Bell Beaker period by stable strontium isotope analysis. *Applied Geochemistry* 9, 413–417. [https://doi.org/10.1016/0883-2927\(94\)90063-9](https://doi.org/10.1016/0883-2927(94)90063-9)
- Price, T.D., Knipper, C., Grupe, G., Smrcka, V., 2004. Strontium Isotopes and Prehistoric Human Migration: The Bell Beaker Period in Central Europe. *European Journal of Archaeology* 7, 9–40. <https://doi.org/10.1177/1461957104047992>
- Probst, A., Viville, D., Fritz, B., Ambroise, B., Dambrine, E., 1992. Hydrochemical budgets of a small forested granitic catchment exposed to acid deposition: The strengbach catchment case study (Vosges massif, France). *Water Air Soil Pollut* 62, 337–347. <https://doi.org/10.1007/BF00480265>
- Pross, J., Klotz, S., Mosbrugger, V., 2000. Reconstructing palaeotemperatures for the Early and Middle Pleistocene using the mutual climatic range method based on plant fossils. *Quaternary Science Reviews* 19, 1785–1799. [https://doi.org/10.1016/S0277-3791\(00\)00089-5](https://doi.org/10.1016/S0277-3791(00)00089-5)
- Qi, H.P., Coplen, T.B., 2003. Evaluation of the  $^{34}\text{S}/^{32}\text{S}$  ratio of Soufre de Lacq elemental sulfur isotopic reference material by continuous flow isotope-ratio mass spectrometry. *Chemical Geology* 199, 183–187. [https://doi.org/10.1016/S0009-2541\(03\)00075-5](https://doi.org/10.1016/S0009-2541(03)00075-5)
- Rafferty, J.E., 1985. The Archaeological Record on Sedentariness: Recognition, Development, and Implications. *Advances in Archaeological Method and Theory* 8, 113–156.
- Ram, M., Donarummo Jr., J., Sheridan, M., 1996. Volcanic ash from Icelandic ~57,300 Yr BP eruption found in GISP2 (Greenland) Ice Core. *Geophysical Research Letters* 23, 3167–3169. <https://doi.org/10.1029/96GL03099>
- Ramsey, C.B., 1994. Analysis of chronological information and radiocarbon calibration: the program OxCal. *Archaeological Computing Newsletter* 41, e16.
- Ramsey, C.B., 2017. Methods for Summarizing Radiocarbon Datasets. *Radiocarbon* 59, 1809–1833. <https://doi.org/10.1017/RDC.2017.108>
- Ramsey, C.B., Lee, S., 2013. Recent and Planned Developments of the Program OxCal. *Radiocarbon* 55, 720–730. <https://doi.org/10.1017/S0033822200057878>

## Références bibliographiques

- Ramshaw, J.A.M., Shah, N.K., Brodsky, B., 1998. Gly-X-Y Tripeptide Frequencies in Collagen: A Context for Host–Guest Triple-Helical Peptides. *Journal of Structural Biology* 122, 86–91. <https://doi.org/10.1006/jsbi.1998.3977>
- Raubenheimer, E.J., Brown, J.M.M., Rama, D.B.K., Dreyer, M.J., Smith, P.D., Dauth, J., 1998. Geographic variations in the composition of ivory of the African elephant (*Loxodonta africana*). *Archives of Oral Biology* 43, 641–647. [https://doi.org/10.1016/S0003-9969\(98\)00051-X](https://doi.org/10.1016/S0003-9969(98)00051-X)
- Raynaud, D., Parrenin, F., 2009. Ice Cores, Antarctica and Greenland, in: Gornitz, V. (Ed.), *Encyclopedia of Paleoclimatology and Ancient Environments*. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 453–457. [https://doi.org/10.1007/978-1-4020-4411-3\\_110](https://doi.org/10.1007/978-1-4020-4411-3_110)
- Reale, O., Dirmeyer, P., 2000. Modeling the effects of vegetation on Mediterranean climate during the Roman Classical Period: Part I: Climate history and model sensitivity. *Global and Planetary Change* 25, 163–184. [https://doi.org/10.1016/S0921-8181\(00\)00002-3](https://doi.org/10.1016/S0921-8181(00)00002-3)
- Rees, C.E., 1978. Sulphur isotope measurements using SO<sub>2</sub> and SF<sub>6</sub>. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 42, 383–389. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(78\)90269-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(78)90269-7)
- Rees, C.E., Jenkins, W.J., Monster, J., 1978. The sulphur isotopic composition of ocean water sulphate. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 42, 377–381. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(78\)90268-5](https://doi.org/10.1016/0016-7037(78)90268-5)
- Regan, L.A., 2006. Isotopic determination of region of origin in modern peoples: Applications for identification of United States war-dead from the Vietnam conflict. University of Florida.
- Reimer, P.J., Austin, W.E.N., Bard, E., Bayliss, A., Blackwell, P.G., Ramsey, C.B., Butzin, M., Cheng, H., Edwards, R.L., Friedrich, M., Grootes, P.M., Guilderson, T.P., Hajdas, I., Heaton, T.J., Hogg, A.G., Hughen, K.A., Kromer, B., Manning, S.W., Muscheler, R., Palmer, J.G., Pearson, C., Plicht, J. van der, Reimer, R.W., Richards, D.A., Scott, E.M., Southon, J.R., Turney, C.S.M., Wacker, L., Adolphi, F., Büntgen, U., Capano, M., Fahrni, S.M., Fogtmann-Schulz, A., Friedrich, R., Köhler, P., Kudsk, S., Miyake, F., Olsen, J., Reinig, F., Sakamoto, M., Sookdeo, A., Talamo, S., 2020. The IntCal20 Northern Hemisphere Radiocarbon Age Calibration Curve (0–55 cal kBP). *Radiocarbon* 62, 725–757. <https://doi.org/10.1017/RDC.2020.41>
- Reinecke, P., 1902. Zur Kenntnis der Latène-Denkmäler der Zone nordwärts der Alpen. *Festschrift RGZM* 53–109.
- Research ethics - Staffordshire University [WWW Document], 2019. URL <https://www.staffs.ac.uk/research/work-with-us/research-governance/ethics>.
- Rey, L., Tacail, T., Santos, F., Rottier, S., Goude, G., Balter, V., 2022. Disentangling diagenetic and biogenic trace elements and Sr radiogenic isotopes in fossil dental enamel using laser ablation analysis. *Chemical Geology* 587, 120608. <https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2021.120608>
- Reynard, B., Balter, V., 2014. Trace elements and their isotopes in bones and teeth: Diet, environments, diagenesis, and dating of archeological and paleontological samples. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, Bone and enamel diagenesis: From the crystal to the environment - A tribute to Jean-François Saliège* 416, 4–16. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2014.07.038>



## Références bibliographiques

- Reynard, L.M., Hedges, R.E.M., 2008. Stable hydrogen isotopes of bone collagen in palaeodietary and palaeoenvironmental reconstruction. *Journal of Archaeological Science* 35, 1934–1942. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2007.12.004>
- Reynard, L.M., Ryan, S.E., Guirguis, M., Contreras-Martínez, M., Pompianu, E., Ramis, D., van Dommelen, P., Tuross, N., 2020. Mediterranean precipitation isoscape preserved in bone collagen  $\delta^2\text{H}$ . *Scientific Reports* 10, 8579. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-65407-0>
- Reynard, L.M., Tuross, N., 2016. Hydrogen isotopic analysis with a chromium-packed reactor of organic compounds of relevance to ecological, archaeological, and forensic applications. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 30, 1857–1864. <https://doi.org/10.1002/rcm.7662>
- Reynolds, P.J., 1974. Experimental Iron Age Storage Pits: An Interim Report. *Proceedings of the Prehistoric Society* 40, 118–131. <https://doi.org/10.1017/S0079497X00011348>
- Reznikov, N., Shahar, R., Weiner, S., 2014. Bone hierarchical structure in three dimensions. *Acta Biomaterialia, Biomineralization* 10, 3815–3826. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2014.05.024>
- Rho, J.-Y., Kuhn-Spearing, L., Zioupos, P., 1998. Mechanical properties and the hierarchical structure of bone. *Medical Engineering & Physics* 20, 92–102. [https://doi.org/10.1016/S1350-4533\(98\)00007-1](https://doi.org/10.1016/S1350-4533(98)00007-1)
- Ricard, J., 2014. Représentation du guerrier gaulois à travers les restes osseux découverts dans le sanctuaire de Ribemont-sur-Ancre. Université Lyon 2.
- Ricard-Blum, S., 2011. The Collagen Family. *Cold Spring Harb Perspect Biol* 3, a004978. <https://doi.org/10.1101/cshperspect.a004978>
- Richardin, P., Porcier, S., Ikram, S., Louarn, G., Berthet, D., 2017. Cats, Crocodiles, Cattle, and More: Initial Steps Toward Establishing a Chronology of Ancient Egyptian Animal Mummies. *Radiocarbon* 59, 595–607. <https://doi.org/10.1017/RDC.2016.102>
- Richards, D.A., Dorale, J.A., 2003. Uranium-series Chronology and Environmental Applications of Speleothems. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 52, 407–460. <https://doi.org/10.2113/0520407>
- Richards, M.P., 2020. Isotope Analysis for Diet Studies, in: Britton, K., Richards, M.P. (Eds.), *Archaeological Science: An Introduction*. Cambridge University Press, Cambridge, pp. 125–144. <https://doi.org/10.1017/9781139013826.006>
- Richards, M.P., Fuller, B.T., Hedges, R.E.M., 2001. Sulphur isotopic variation in ancient bone collagen from Europe: implications for human palaeodiet, residence mobility, and modern pollutant studies. *Earth and Planetary Science Letters* 191, 185–190. [https://doi.org/10.1016/S0012-821X\(01\)00427-7](https://doi.org/10.1016/S0012-821X(01)00427-7)
- Richards, M.P., Hedges, R.E.M., 1999. Stable Isotope Evidence for Similarities in the Types of Marine Foods Used by Late Mesolithic Humans at Sites Along the Atlantic Coast of Europe. *Journal of Archaeological Science* 26, 717–722. <https://doi.org/10.1006/jasc.1998.0387>
- Rieckhoff, S., 1992. Eine römische “Brauerei” aus Regensburg.

## Références bibliographiques

- Risebrobakken, B., Jansen, E., Andersson, C., Mjelde, E., Hevrøy, K., 2003. A high-resolution study of Holocene paleoclimatic and paleoceanographic changes in the Nordic Seas. *Paleoceanography* 18. <https://doi.org/10.1029/2002PA000764>
- Roberts, N., Stevenson, T., Davis, B., Cheddadi, R., Brewster, S., Rosen, A., 2004. Holocene climate, environment and cultural change in the circum-Mediterranean region, in: Battarbee, R.W., Gasse, F., Stickley, C.E. (Eds.), *Past Climate Variability through Europe and Africa*. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 343–362. [https://doi.org/10.1007/978-1-4020-2121-3\\_17](https://doi.org/10.1007/978-1-4020-2121-3_17)
- Robinson, B.W., 1995. Sulphur isotope standards. International Atomic Energy Agency TECDOC 825 39–45.
- Robinson, C., Weatherell, J.A., Hoehling, H.J., 1983. Formation and mineralization of dental enamel. *Trends in Biochemical Sciences* 8, 284–287. [https://doi.org/10.1016/0968-0004\(83\)90084-1](https://doi.org/10.1016/0968-0004(83)90084-1)
- Robock, A., 2000. Volcanic eruptions and climate. *Reviews of Geophysics* 38, 191–219. <https://doi.org/10.1029/1998RG000054>
- Roman, Y., 2009. Entre Rome et Gaules, le commerce, vecteur de romanisation. *Pallas. Revue d'études antiques* 245–277. <https://doi.org/10.4000/pallas.1842>
- Roos-Barraclough, F., van der Knaap, W.O., van Leeuwen, J.F.N., Shotyk, W., 2004. A Late-glacial and Holocene record of climatic change from a Swiss peat humification profile. *The Holocene* 14, 7–19. <https://doi.org/10.1191/0959683604hl685rp>
- Rose, D.S., Fernández-Götz, M., 2019. Memoryscapes in Late Iron Age Northern Gaul: Warfare and sacrifice from Ribemontto Titelberg, in: *Enclosing Space, Opening New Ground: Iron Age Studies from Scotland to Mainland Europe, 2019*, ISBN 978-1-78925-201-9, Págs. 175-208. Presented at the *Enclosing Space, Opening New Ground: Iron Age Studies from Scotland to Mainland Europe*, Oxbow Books, pp. 175–208.
- Rose, D.S., 2020. Ribemont-sur-Ancre, ritual practice, and northern Gallic sanctuaries from the third through first century B.C. The University of Edinburgh.
- Rosell-Melé, A., Bard, E., Emeis, K.-C., Grimalt, J.O., Müller, P., Schneider, R., Bouloubassi, I., Epstein, B., Fahl, K., Fluegge, A., Freeman, K., Goñi, M., Güntner, U., Hartz, D., Hellebust, S., Herbert, T., Ikehara, M., Ishiwatari, R., Kawamura, K., Kenig, F., de Leeuw, J., Lehman, S., Mejanelle, L., Ohkouchi, N., Pancost, R.D., Pelejero, C., Prah, F., Quinn, J., Rontani, J.-F., Rostek, F., Rullkötter, J., Sachs, J., Blanz, T., Sawada, K., Schulz-Bull, D., Sikes, E., Sonzogni, C., Ternois, Y., Versteegh, G., Volkman, J.K., Wakeham, S., 2001. Precision of the current methods to measure the alkenone proxy UK'37 and absolute alkenone abundance in sediments: Results of an interlaboratory comparison study. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems* 2. <https://doi.org/10.1029/2000GC000141>
- Rosén, P., Segerström, U., Eriksson, L., Renberg, I., Birks, H.J.B., 2001. Holocene climatic change reconstructed from diatoms, chironomids, pollen and near-infrared spectroscopy at an alpine lake (Sjuodjijaure) in northern Sweden. *The Holocene* 11, 551–562. <https://doi.org/10.1191/095968301680223503>

## Références bibliographiques

- Rothman, R.W., 1840. XV. Observations on the climate of Italy and other countries in ancient times. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* 17, 92–102. <https://doi.org/10.1080/14786444008650122>
- Rozanski, K., Araguás-Araguás, L., Gonfiantini, R., 1993. Isotopic patterns in modern global precipitation. *Climate change in continental isotopic records* 78, 1–36.
- Rozanski, K., Araguás-Araguás, L., Gonfiantini, R., 1992. Relation Between Long-Term Trends of Oxygen-18 Isotope Composition of Precipitation and Climate. *Science* 258, 981–985. <https://doi.org/10.1126/science.258.5084.981>
- Ruddiman, W.F., 2014. *Earth's Climate: past and future*. Freeamn and Company.
- Russell, R.S., Squire, H.M., 1958. The Absorption and Distribution of Strontium in Plants: I. Preliminary studies in water culture. *Journal of Experimental Botany* 9, 262–276.
- Ruth, U., Wagenbach, D., Steffensen, J.P., Bigler, M., 2003. Continuous record of microparticle concentration and size distribution in the central Greenland NGRIP ice core during the last glacial period. *Journal of Geophysical Research: Atmospheres* 108. <https://doi.org/10.1029/2002JD002376>
- Rutherford, E., 1911. The Scattering of  $\alpha$  and  $\beta$  Particles by Matter and the Structure of the Atom. *Philosophical Magazine* 21.
- Saarnisto, M., Ojala, A.E.K., 2009. Varved Sediments, in: Gornitz, V. (Ed.), *Encyclopedia of Paleoclimatology and Ancient Environments*. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 973–975. [https://doi.org/10.1007/978-1-4020-4411-3\\_226](https://doi.org/10.1007/978-1-4020-4411-3_226)
- Salesse, K., 2015. Archéo-biogéochimie isotopique, reconstitutions des régimes alimentaires et des schémas de mobilité, et interactions bioculturelles. Les sépultures plurielles de la catacombe des Saints Pierre-et-Marcellin (Rome, Ier-IIIe s. ap. J.-C.) : Les sépultures plurielles de la région X de la catacombe des Saints Pierre-et-Marcellin (Rome, Ier-IIIe s. ap. J.-C.). Université de Bordeaux.
- Salesse, K., Fernandes, R., de Rochefort, X., Brůžek, J., Castex, D., Dufour, É., 2018. IsoArcH.eu: An open-access and collaborative isotope database for bioarchaeological samples from the Graeco-Roman world and its margins. *Journal of Archaeological Science: Reports* 19, 1050–1055. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2017.07.030>
- Salomon, A., 1913. Le Charnier gaulois de Mœuvres (Nord). *Bulletin de la Société préhistorique française* 10, 319–322. <https://doi.org/10.3406/bspf.1913.6896>
- Salvador, P.-G., Vérot-Bourrely, A., Bravard, J.-P., Franc, O., Macé, S., 2002. Les crues du Rhône à l'époque gallo-romaine dans la région lyonnaise. Bravard, J.-P. & Magny, M.(éd.) : *Les paléoenvironnements fluviaux et lacustres en France depuis 15 000 ans*.
- Sánchez-López, G., Hernández, A., Pla-Rabes, S., Trigo, R.M., Toro, M., Granados, I., Sáez, A., Masqué, P., Pueyo, J.J., Rubio-Inglés, M.J., Giralt, S., 2016. Climate reconstruction for the last two millennia in central Iberia: The role of East Atlantic (EA), North Atlantic Oscillation (NAO)

## Références bibliographiques

- and their interplay over the Iberian Peninsula. *Quaternary Science Reviews* 149, 135–150. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2016.07.021>
- Sancho, C., Peña, J.L., Muñoz, A., Benito, G., McDonald, E., Rhodes, E.J., Longares, L.A., 2008. Holocene alluvial morphopedosedimentary record and environmental changes in the Bardenas Reales Natural Park (NE Spain). *CATENA* 73, 225–238. <https://doi.org/10.1016/j.catena.2007.09.011>
- Sandiford, A., Alloway, B., Shane, P., 2001. A 28 000–6600 cal yr record of local and distal volcanism preserved in a paleolake, Auckland, New Zealand. *New Zealand Journal of Geology and Geophysics* 44, 323–336. <https://doi.org/10.1080/00288306.2001.9514941>
- Sarrazin, S., Louesdon, É., 2017. Des témoignages d’activités saunières au sein de l’établissement laténien « du Muid » sur les communes de Campagne et de Catigny (60), in : Hoët-van Cauwenberghe, C., Masse, A., Prilaux, G. (Eds.), *Sel et société : Tome 1 : Techniques, usages, langage, Histoire et civilisations*. Presses universitaires du Septentrion, Villeneuve d’Ascq, pp. 83–106.
- Sarry, F., Courtaud, P., Cabezuelo, U., 2016. La sépulture multiple laténienne du site de Gondole (Le Cendre, Puy-de-Dôme). *BMSAP* 28, 72–83. <https://doi.org/10.1007/s13219-016-0151-z>
- Sayle, K.L., Brodie, C.R., Cook, G.T., Hamilton, W.D., 2019. Sequential measurement of  $\delta^{15}\text{N}$ ,  $\delta^{13}\text{C}$  and  $\delta^{34}\text{S}$  values in archaeological bone collagen at the Scottish Universities Environmental Research Centre (SUERC): A new analytical frontier. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 33, 1258–1266. <https://doi.org/10.1002/rcm.8462>
- Scaffidi, B.K., Knudson, K.J., 2020. An archaeological strontium isoscape for the prehistoric Andes: Understanding population mobility through a geostatistical meta-analysis of archaeological  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  values from humans, animals, and artifacts. *Journal of Archaeological Science* 117, 105121. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2020.105121>
- Schilman, B., Bar-Matthews, M., Almogi-Labin, A., Luz, B., 2001. Global climate instability reflected by Eastern Mediterranean marine records during the late Holocene. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 176, 157–176. [https://doi.org/10.1016/S0031-0182\(01\)00336-4](https://doi.org/10.1016/S0031-0182(01)00336-4)
- Schmitt, A., 2002. Estimation de l’âge au décès des sujets adultes à partir du squelette : des raisons d’espérer. *Bulletins et mémoires de la Société d’Anthropologie de Paris*. *BMSAP* 14. <https://doi.org/10.4000/bmsap.256>
- Schneider, B., Leduc, G., Park, W., 2010. Disentangling seasonal signals in Holocene climate trends by satellite-model-proxy integration. *Paleoceanography* 25. <https://doi.org/10.1029/2009PA001893>
- Schoeninger, M.J., DeNiro, M.J., 1984. Nitrogen and carbon isotopic composition of bone collagen from marine and terrestrial animals. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 48, 625–639. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(84\)90091-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(84)90091-7)
- Schoeninger, M.J., Moore, K., 1992. Bone stable isotope studies in archaeology. *J World Prehist* 6, 247–296. <https://doi.org/10.1007/BF00975551>

## Références bibliographiques

- Schulert, A.R., Peets, E.A., Laszlo, D., Spencer, H., Charles, M., Samachson, J., 1959. Comparative metabolism of strontium and calcium in man. *The International Journal of Applied Radiation and Isotopes* 4, 144–153. [https://doi.org/10.1016/0020-708X\(59\)90186-3](https://doi.org/10.1016/0020-708X(59)90186-3)
- Schulte, L., Veit, H., Burjachs, F., Julià, R., 2009. Lütschine fan delta response to climate variability and land use in the Bernese Alps during the last 2400 years. *Geomorphology, Climate and long-term human impact on sediment fluxes in watershed systems* 108, 107–121. <https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2007.11.014>
- Schultz, M., Carli-Thiele, P., Schmidt-Schultzf, T.H., Kierdorf, U., Kierdorf, H., Teegen, W.-R., Kreutz, K., 1998. Enamel Hypoplasias in Archaeological Skeletal Remains, in: Alt, K.W., Rösing, F.W., Teschler-Nicola, M. (Eds.), *Dental Anthropology: Fundamentals, Limits and Prospects*. Springer, Vienna, pp. 293–311. [https://doi.org/10.1007/978-3-7091-7496-8\\_16](https://doi.org/10.1007/978-3-7091-7496-8_16)
- Schüpbach, S., Fischer, H., Bigler, M., Erhardt, T., Gfeller, G., Leuenberger, D., Mini, O., Mulvaney, R., Abram, N.J., Fleet, L., Frey, M.M., Thomas, E., Svensson, A., Dahl-Jensen, D., Kettner, E., Kjaer, H., Seierstad, I., Steffensen, J.P., Rasmussen, S.O., Vallelonga, P., Winstrup, M., Wegner, A., Twarloh, B., Wolff, K., Schmidt, K., Goto-Azuma, K., Kuramoto, T., Hirabayashi, M., Uetake, J., Zheng, J., Bourgeois, J., Fisher, D., Zhiheng, D., Xiao, C., Legrand, M., Spolaor, A., Gabrieli, J., Barbante, C., Kang, J.-H., Hur, S.D., Hong, S.B., Hwang, H.J., Hong, S., Hansson, M., Iizuka, Y., Oyabu, I., Muscheler, R., Adolphi, F., Maselli, O., McConnell, J., Wolff, E.W., 2018. Greenland records of aerosol source and atmospheric lifetime changes from the Eemian to the Holocene. *Nat Commun* 9, 1476. <https://doi.org/10.1038/s41467-018-03924-3>
- Schwarcz, H.P., 1991. Some theoretical aspects of isotope paleodiet studies. *Journal of Archaeological Science* 18, 261–275.
- Schwarcz, H.P., 2002. Some Biochemical Aspects of Carbon Isotopic Paleodiet Studies, in: Ambrose, S.H., Katzenberg, M.A. (Eds.), *Biogeochemical Approaches to Paleodietary Analysis*. Springer US, Boston, MA, pp. 189–209. [https://doi.org/10.1007/0-306-47194-9\\_10](https://doi.org/10.1007/0-306-47194-9_10)
- Schwarcz, H.P., Dupras, T.L., Fairgrieve, S.I., 1999. <sup>15</sup>N Enrichment in the Sahara: In Search of a Global Relationship. *Journal of Archaeological Science* 6, 629–636. <https://doi.org/10.1006/jasc.1998.0380>
- Schwarcz, H.P., Schoeninger, M.J., 1991. Stable isotope analyses in human nutritional ecology. *American Journal of Physical Anthropology* 34, 283–321. <https://doi.org/10.1002/ajpa.1330340613>
- Schweissing, M.M., Grupe, G., 2003. Stable strontium isotopes in human teeth and bone: a key to migration events of the late Roman period in Bavaria. *Journal of Archaeological Science* 30, 1373–1383. [https://doi.org/10.1016/S0305-4403\(03\)00025-6](https://doi.org/10.1016/S0305-4403(03)00025-6)
- Seidenkrantz, M.-S., Aagaard-Sørensen, S., Sulsbrück, H., Kuijpers, A., Jensen, K.G., Kunzendorf, H., 2007. Hydrography and climate of the last 4400 years in a SW Greenland fjord: implications for Labrador Sea palaeoceanography. *The Holocene* 17, 387–401. <https://doi.org/10.1177/0959683607075840>

## Références bibliographiques

- Seierstad, J., Nesje, A., Dahl, S.O., Simonsen, J.R., 2002. Holocene glacier fluctuations of Grovabreen and Holocene snow-avalanche activity reconstructed from lake sediments in Grningstlsvatnet, western Norway. *The Holocene* 12, 211–222. <https://doi.org/10.1191/0959683602hl536rp>
- Séon, N., Amiot, R., Suan, G., Lécuyer, C., Fourel, F., Demaret, F., Vinçon-Laugier, A., Charbonnier, S., Vincent, P., 2022. Intraskelétal variability in phosphate oxygen isotope composition reveals regional heterothermies in marine vertebrates. *Biogeosciences Discussions* 1–21. <https://doi.org/10.5194/bg-2022-10>
- Serna, A., Prates, L., Mange, E., Salazar-García, D.C., Bataille, C.P., 2020. Implications for paleomobility studies of the effects of quaternary volcanism on bioavailable strontium: A test case in North Patagonia (Argentina). *Journal of Archaeological Science* 121, 105198. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2020.105198>
- Serrat, M.A., Reno, P.L., McCollum, M.A., Meindl, R.S., Lovejoy, C.O., 2007. Variation in mammalian proximal femoral development: comparative analysis of two distinct ossification patterns. *Journal of Anatomy* 210, 249–258. <https://doi.org/10.1111/j.1469-7580.2007.00694.x>
- Setiawati, R., Rahardjo, P., 2018. Bone Development and Growth, in: *Osteogenesis and Bone Regeneration*. IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.82452>
- Sharp, Z.D., Atudorei, V., Panarello, H.O., Fernández, J., Douthitt, C., 2003. Hydrogen isotope systematics of hair: archeological and forensic applications. *Journal of Archaeological Science* 30, 1709–1716. [https://doi.org/10.1016/S0305-4403\(03\)00071-2](https://doi.org/10.1016/S0305-4403(03)00071-2)
- Shemesh, A., Rosqvist, G., Rietti-Shati, M., Rubensdotter, L., Bigler, C., Yam, R., Karlén, W., 2001. Holocene climatic change in Swedish Lapland inferred from an oxygen-isotope record of lacustrine biogenic silica. *The Holocene* 11, 447–454. <https://doi.org/10.1191/095968301678302887>
- Shimamoto, H., Komiya, S., 2000. The turnover of body water as an indicator of health. *J Physiol Anthropol Appl Human Sci* 19, 207–212. <https://doi.org/10.2114/jpa.19.207>
- Shoulders, M.D., Raines, R.T., 2009. Collagen structure and stability. *Annu Rev Biochem* 78, 929–958. <https://doi.org/10.1146/annurev.biochem.77.032207.120833>
- Sicre, M.-A., Jacob, J., Ezat, U., Rousse, S., Kissel, C., Yiou, P., Eiríksson, J., Knudsen, K.L., Jansen, E., Turon, J.-L., 2008. Decadal variability of sea surface temperatures off North Iceland over the last 2000 years. *Earth and Planetary Science Letters* 268, 137–142. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2008.01.011>
- Sigl, M., Winstrup, M., McConnell, J.R., Welten, K.C., Plunkett, G., Ludlow, F., Büntgen, U., Caffee, M., Chellman, N., Dahl-Jensen, D., Fischer, H., Kipfstuhl, S., Kostick, C., Maselli, O.J., Mekhaldi, F., Mulvaney, R., Muscheler, R., Pasteris, D.R., Pilcher, J.R., Salzer, M., Schüpbach, S., Steffensen, J.P., Vinther, B.M., Woodruff, T.E., 2015. Timing and climate forcing of volcanic eruptions for the past 2,500 years. *Nature* 523, 543–549. <https://doi.org/10.1038/nature14565>
- Sillen, A., Hall, G., Richardson, S., Armstrong, R., 1998.  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  ratios in modern and fossil food-webs of the Sterkfontein Valley: implications for early hominid habitat preference. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 62, 2463–2473. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(98\)00182-3](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(98)00182-3)

## Références bibliographiques

- Simkiss, K., Wilbur, K.M., 2012. *Biom mineralization*. Elsevier.
- Smerdon, J.E., Pollack, H.N., Cermak, V., Enz, J.W., Kresl, M., Safanda, J., Wehmiller, J.F., 2006. Daily, seasonal, and annual relationships between air and subsurface temperatures. *Journal of Geophysical Research: Atmospheres* 111. <https://doi.org/10.1029/2004JD005578>
- Smith, B.H., 1991. Standards of human Tooth Formation and Dental Age Assessment, in: *Advances in Dental Anthropology*. Wiley-Liss Inc., pp. 143–168.
- Smith, B.N., Epstein, S., 1970. Biogeochemistry of the Stable Isotopes of Hydrogen and Carbon in Salt Marsh Biota. *Plant Physiology* 46, 738–742. <https://doi.org/10.1104/pp.46.5.738>
- Smith, B.N., Epstein, S., 1971. Two Categories of  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  Ratios for Higher Plants. *Plant Physiology* 47, 380–384. <https://doi.org/10.1104/pp.47.3.380>
- Smol, J.P., 2002. *Pollution of lakes and rivers: a paleoenvironmental perspective*, Key issues in environmental change. Arnold, London.
- Snoeck, C., Pellegrini, M., 2015. Comparing bioapatite carbonate pre-treatments for isotopic measurements: Part 1—Impact on structure and chemical composition. *Chemical Geology* 417, 394–403. <https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2015.10.004>
- Snoeck, C., Ryan, S., Pouncett, J., Pellegrini, M., Claeys, P., Wainwright, A.N., Mattielli, N., Lee-Thorp, J.A., Schulting, R.J., 2020. Towards a biologically available strontium isotope baseline for Ireland. *Science of The Total Environment* 712, 136248. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.136248>
- Someda, H., Gakuhari, T., Akai, J., Araki, Y., Kodera, T., Tsumatori, G., Kobayashi, Y., Matsunaga, S., Abe, S., Hashimoto, M., Saito, M., Yoneda, M., Ishida, H., 2016. Trial application of oxygen and carbon isotope analysis in tooth enamel for identification of past-war victims for discriminating between Japanese and US soldiers. *Forensic Science International* 261, 166.e1-166.e5. <https://doi.org/10.1016/j.forsciint.2016.02.010>
- Sørensen, M.L., Rebay-Salisbury, K., Lehoërff, A., 2006. The impact of 19th century ideas on the construction of ‘urnfield’ as a chronological and cultural concept: tales from Northern and Central Europe, in: *Construire le temps. Histoire et méthodes des chronologies et calendriers des derniers millénaires avant notre ère en Europe occidentale*. Actes Du XXXe Colloque International de Halma-Ipel, UMR. pp. 7–9.
- Sponheimer, M., Lee-Thorp, J.A., 1999. Oxygen Isotopes in Enamel Carbonate and their Ecological Significance. *Journal of Archaeological Science* 26, 723–728. <https://doi.org/10.1006/jasc.1998.0388>
- Spötl, C., Mangini, A., 2002. Stalagmite from the Austrian Alps reveals Dansgaard–Oeschger events during isotope stage 3: Implications for the absolute chronology of Greenland ice cores. *Earth and Planetary Science Letters* 203, 507–518. [https://doi.org/10.1016/S0012-821X\(02\)00837-3](https://doi.org/10.1016/S0012-821X(02)00837-3)
- Squires, K., Booth, T., Roberts, C.A., 2019. The Ethics of Sampling Human Skeletal Remains for Destructive Analyses, in: Squires, K., Erickson, D., Márquez-Grant, N. (Eds.), *Ethical Approaches to Human Remains: A Global Challenge in Bioarchaeology and Forensic*

## Références bibliographiques

- Anthropology. Springer International Publishing, Cham, pp. 265–297.  
[https://doi.org/10.1007/978-3-030-32926-6\\_12](https://doi.org/10.1007/978-3-030-32926-6_12)
- Starkel, L., Soja, R., Michczyńska, D.J., 2006. Past hydrological events reflected in Holocene history of Polish rivers. *CATENA, Past Hydrological Events Related to Understanding Global Change* 66, 24–33. <https://doi.org/10.1016/j.catena.2005.07.008>
- Steinhilber, F., Beer, J., Fröhlich, C., 2009. Total solar irradiance during the Holocene. *Geophysical Research Letters* 36. <https://doi.org/10.1029/2009GL040142>
- Stichler, W., 1995. Interlaboratory comparison of new materials for carbon and oxygen isotope ratio measurements. Reference and intercomparison materials for stable isotopes of light elements 825, 67–74.
- Still, C.J., Berry, J.A., Collatz, G.J., DeFries, R.S., 2003. Global distribution of C3 and C4 vegetation: Carbon cycle implications. *Global Biogeochemical Cycles* 17, 6-1-6–14. <https://doi.org/10.1029/2001GB001807>
- Stiller, M., Ehrlich, A., Pollinger, U., Baruch, U., Kaufman, A., 1984. The Late Holocene sediments of Lake Kinneret (Israel), multidisciplinary study of a five-meter core.
- Strabon, 20 AD. Géographie.
- Stuiver, M., Braziunas, T.F., Grootes, P.M., Zielinski, G.A., 1997. Is There Evidence for Solar Forcing of Climate in the GISP2 Oxygen Isotope Record? *Quaternary Research* 48, 259–266. <https://doi.org/10.1006/qres.1997.1931>
- Swart, P.K., Burns, S.J., Leder, J.J., 1991. Fractionation of the stable isotopes of oxygen and carbon in carbon dioxide during the reaction of calcite with phosphoric acid as a function of temperature and technique. *Chemical Geology: Isotope Geoscience section* 86, 89–96.
- Swedish National Heritage Board, 2016. Guidance for handling human remains in museum collection.
- Tarasevich, B.J., Howard, C.J., Larson, J.L., Snead, M.L., Simmer, J.P., Paine, M., Shaw, W.J., 2007. The nucleation and growth of calcium phosphate by amelogenin. *J Cryst Growth* 304, 407–415. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2007.02.035>
- Taricco, C., Ghil, M., Alessio, S.M., Vivaldo, G., 2009. Two millennia of climate variability in the Central Mediterranean 5, 171–181. <https://doi.org/10.5194/cp-5-171-2009>
- Tchernia, A., Girard, M., Poplin, F., 1986. Pollens et ossements animaux de l'épave romaine 3 de Planier (Provence), in : L'exploitation de La Mer de l'antiquité à Nos Jours, 2. La Mer Comme Lieu d'échanges et de Communication. VI<sup>èmes</sup> Rencontres Internationales d'archéologie et d'histoire d'Antibes, 24-26 Octobre 1985. pp. 231–256, Abb.
- Theophrastus, III<sup>ème</sup> siècle BCE. *Historia Plantarum*.
- Thiol, S., 2002. Les guerriers gaulois de Ribemont-sur-Ancre (III<sup>ème</sup> siècle avant J. -C., Somme) : Blessures au combat et traitement du cadavre. Université Bordeaux 1.



## Références bibliographiques

- Thivet, M., Bossuet, G., 2008. Les aménagements des rives du Doubs à Epomanduodurum. Impact de l'aléa fluvial sur le développement d'une agglomération antique. *Archéopages : archéologie & société* octobre, 34–37.
- Thorndycraft, V.R., Benito, G., 2006. Late Holocene fluvial chronology of Spain: The role of climatic variability and human impact. *CATENA, Past Hydrological Events Related to Understanding Global Change* 66, 34–41. <https://doi.org/10.1016/j.catena.2005.07.007>
- Tieszen, L.L., 1991. Natural variations in the carbon isotope values of plants: Implications for archaeology, ecology, and paleoecology. *Journal of Archaeological Science* 18, 227–248. [https://doi.org/10.1016/0305-4403\(91\)90063-U](https://doi.org/10.1016/0305-4403(91)90063-U)
- Tinner, W., Lotter, A.F., Ammann, B., Conedera, M., Hubschmid, P., van Leeuwen, J.F.N., Wehrli, M., 2003. Climatic change and contemporaneous land-use phases north and south of the Alps 2300 BC to 800 AD. *Quaternary Science Reviews* 22, 1447–1460. [https://doi.org/10.1016/S0277-3791\(03\)00083-0](https://doi.org/10.1016/S0277-3791(03)00083-0)
- Tite-Live, I<sup>er</sup> siècle BCE. *Histoire Romaine*.
- Tjäderhane, L., Carrilho, M.R., Breschi, L., Tay, F.R., Pashley, D.H., 2009. Dentin basic structure and composition—an overview. *Endodontic Topics* 20, 3–29. <https://doi.org/10.1111/j.1601-1546.2012.00269.x>
- Topalov, K., Schimmelmann, A., Polly, P.D., Sauer, P.E., Viswanathan, S., 2019. Stable isotopes of H, C and N in mice bone collagen as a reflection of isotopically controlled food and water intake. *Isotopes in Environmental and Health Studies* 55, 129–149. <https://doi.org/10.1080/10256016.2019.1580279>
- Törnqvist, T.E., Rosenheim, B.E., Hu, P., Fernandez, A.B., 2015. Radiocarbon dating and calibration. *Handbook of Sea-Level Research*, edited by: Shennan, I., Long, A.J., and Horton, BP 349–360.
- Touzeau, A., 2014. L’Égypte ancienne, une civilisation face à un changement climatique : le message isotopique (C, N, O, S) des tissus vivants momifiés. Université Lyon 1.
- Touzeau, A., Amiot, R., Blichert-Toft, J., Flandrois, J.-P., Fourel, F., Grossi, V., Martineau, F., Richardin, P., Lécuyer, C., 2014. Diet of ancient Egyptians inferred from stable isotope systematics. *Journal of Archaeological Science* 46, 114–124.
- Towers, J., Gledhill, A., Bond, J., Montgomery, J., 2014. An Investigation of Cattle Birth Seasonality using  $\delta^{13}\text{C}$  and  $\delta^{18}\text{O}$  Profiles within First Molar Enamel. *Archaeometry* 56, 208–236. <https://doi.org/10.1111/arcm.12055>
- Townsend, G., Bockmann, M., Hughes, T., Brook, A., 2012. Genetic, environmental and epigenetic influences on variation in human tooth number, size and shape. *Odontology* 100, 1–9. <https://doi.org/10.1007/s10266-011-0052-z>
- Traub, W., Arad, T., Weiner, S., 1989. Three-dimensional ordered distribution of crystals in turkey tendon collagen fibers. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 86, 9822–9826. <https://doi.org/10.1073/pnas.86.24.9822>

## Références bibliographiques

- Traub, W., Arad, T., Weiner, S., 1992. Origin of mineral crystal growth in collagen fibrils. *Matrix* 12, 251–255. [https://doi.org/10.1016/s0934-8832\(11\)80076-4](https://doi.org/10.1016/s0934-8832(11)80076-4)
- Trouet, V., Esper, J., Graham, N.E., Baker, A., Scourse, J.D., Frank, D.C., 2009. Persistent Positive North Atlantic Oscillation Mode Dominated the Medieval Climate Anomaly. *Science* 324, 78–80. <https://doi.org/10.1126/science.1166349>
- Trueman, C.N., 2013. Chemical taphonomy of biomineralized tissues. *Palaeontology* 56, 475–486. <https://doi.org/10.1111/pala.12041>
- Trueman, C.N., Behrensmeyer, A.K., Tuross, N., Weiner, S., 2004. Mineralogical and compositional changes in bones exposed on soil surfaces in Amboseli National Park, Kenya: diagenetic mechanisms and the role of sediment pore fluids. *Journal of Archaeological Science* 31, 721–739. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2003.11.003>
- Tummers, M., Thesleff, I., 2003. Root or crown: a developmental choice orchestrated by the differential regulation of the epithelial stem cell niche in the tooth of two rodent species. *Development* 130, 1049–1057. <https://doi.org/10.1242/dev.00332>
- Turner-Walker, G., 2008. The Chemical and Microbial Degradation of Bones and Teeth, in: *Advances in Human Palaeopathology*. John Wiley & Sons.
- Turner-Walker, G., Nielsen-Marsh, C.M., Syversen, U., Kars, H., Collins, M.J., 2002. Sub-micron spongiform porosity is the major ultra-structural alteration occurring in archaeological bone. *International Journal of Osteoarchaeology* 12, 407–414. <https://doi.org/10.1002/oa.642>
- Tuross, N., Behrensmeyer, A.K., Eanes, E.D., 1989. Strontium increases and crystallinity changes in taphonomic and archaeological bone. *Journal of Archaeological Science* 16, 661–672. [https://doi.org/10.1016/0305-4403\(89\)90030-7](https://doi.org/10.1016/0305-4403(89)90030-7)
- Tuross, N., Warinner, C., Kirsanow, K., Kester, C., 2008. Organic oxygen and hydrogen isotopes in a porcine controlled dietary study. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 22, 1741–1745. <https://doi.org/10.1002/rcm.3556>
- Tütken, T., Vennemann, T.W., 2011. Fossil bones and teeth: Preservation or alteration of biogenic compositions? *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, Special Issue: Fossil bones and teeth: preservation or alteration of biogenic compositions?* 310, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2011.06.020>
- Tütken, T., Vennemann, T.W., Pfretzschner, H.-U., 2008. Early diagenesis of bone and tooth apatite in fluvial and marine settings: Constraints from combined oxygen isotope, nitrogen and REE analysis. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, Beyond documenting diagenesis: The fifth international bone diagenesis workshop* 266, 254–268. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2008.03.037>
- Ungar, P.S., 2015. Mammalian dental function and wear: A review. *Biosurface and Biotribology* 1, 25–41. <https://doi.org/10.1016/j.bsbt.2014.12.001>

## Références bibliographiques

- Valcourt, U., Merle, B., Gineyts, E., Sté, Viguet-Carrin, P., Delmas, P.D., Garnero, P., 2007. Non-enzymatic Glycation of Bone Collagen Modifies Osteoclastic Activity and Differentiation. *Journal of Biological Chemistry* 282, 5691–5703. <https://doi.org/10.1074/jbc.M610536200>
- Van Klinken, G.J., 1999. Bone collagen quality indicators for palaeodietary and radiocarbon measurements. *Journal of Archaeological Science* 26, 687–695.
- Van Overloop, E., 1986. Comparison of Climatic Evolution During Post-Glacial Times in Greece, Tropical and Subtropical Regions, in Relation to Desertification, in: Fantechi, R., Margaris, N.S. (Eds.), *Desertification in Europe*. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 59–72. [https://doi.org/10.1007/978-94-009-4648-4\\_6](https://doi.org/10.1007/978-94-009-4648-4_6)
- Vander Zanden, H.B., Soto, D.X., Bowen, G.J., Hobson, K.A., 2016. Expanding the Isotopic Toolbox: Applications of Hydrogen and Oxygen Stable Isotope Ratios to Food Web Studies. *Front. Ecol. Evol.* 4. <https://doi.org/10.3389/fevo.2016.00020>
- Verger, S., 2006. La grande tombe de Hochdorf, mise en scène funéraire d'un "cursus honorum" tribal hors pair. *SIRIS : Studi e ricerche della Scuola di specializzazione in archeologia di Matera*. 7, 5–44.
- Viguet-Carrin, S., Garnero, P., Delmas, P.D., 2006. The role of collagen in bone strength. *Osteoporos Int* 17, 319–336. <https://doi.org/10.1007/s00198-005-2035-9>
- Vika, E., 2009. Strangers in the grave? Investigating local provenance in a Greek Bronze Age mass burial using  $\delta^{34}\text{S}$  analysis. *Journal of Archaeological Science* 36, 2024–2028. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2009.05.022>
- Villagran, X.S., Huisman, D.J., Mentzer, S.M., Miller, C.E., Jans, M.M., 2017. Archaeological Soil and Sediment Micromorphology, in: *Bone and Other Skeletal Tissues*. Wiley.
- Vocke, R.D., 1999. Atomic Weights of the Elements 1997. *Pure Appl. Chem.* 71, 1593–1607. <https://doi.org/10.1351/pac199971081593>
- Voerkelius, S., Lorenz, G.D., Rummel, S., Quézel, C.R., Heiss, G., Baxter, M., Brach-Papa, C., Deters-Itzelsberger, P., Hoelzl, S., Hoogewerff, J., Ponzevera, E., Van Bockstaele, M., Ueckermann, H., 2010. Strontium isotopic signatures of natural mineral waters, the reference to a simple geological map and its potential for authentication of food. *Food Chemistry, Food Authenticity & Traceability* 118, 933–940. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.04.125>
- Voltaire, 1785. *Oeuvres Complètes*.
- von Holstein, I.C.C., von Tersch, M., Coutu, A.N., Penkman, K.E.H., Makarewicz, C.A., Collins, M.J., 2018. Collagen proteins exchange oxygen with demineralisation and gelatinisation reagents and also with atmospheric moisture. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 32, 523–534. <https://doi.org/10.1002/rcm.8064>
- von Koenigswald, W., 2011. Diversity of hypsodont teeth in mammalian dentitions – construction and classification. *Palaeontographica Abteilung A* 63–94. <https://doi.org/10.1127/pala/294/2011/63>

## Références bibliographiques

- Wakshal, E., Nielsen, H., 1982. Variations of  $\delta^{34}\text{S}$  ( $\text{SO}_4$ ),  $\delta^{18}\text{O}$  ( $\text{H}_2\text{O}$ ) and  $\text{Cl}/\text{SO}_4$  ratio in rainwater over northern Israel, from the Mediterranean Coast to Jordan Rift Valley and Golan Heights. *Earth and Planetary Science Letters* 61, 272–282. [https://doi.org/10.1016/0012-821X\(82\)90058-9](https://doi.org/10.1016/0012-821X(82)90058-9)
- Walton, M.J., Cowey, C.B., Adron, J.W., 1982. Methionine Metabolism in Rainbow Trout Fed Diets of Differing Methionine and Cystine Content. *J Nutr* 112, 1525–1535. <https://doi.org/10.1093/jn/112.8.1525>
- Wang, T., Surge, D.M., Mithen, S., 2010. Paleoclimate of the Neoglacial and Roman Warm Period Reconstructed from Oxygen Isotope Ratios of Limpet Shells (*Patella vulgata*), Northwest Scotland, in: AGU Fall Meeting Abstracts.
- Wang, X., Tang, Z., Dong, X., 2018. Distribution of strontium isotopes in river waters across the Tarim Basin: a map for migration studies. *Journal of the Geological Society* 175, 967–973. <https://doi.org/10.1144/jgs2018-074>
- Wanner, H., Brönnimann, S., Casty, C., Gyalistras, D., Luterbacher, J., Schmutz, C., Stephenson, D.B., Xoplaki, E., 2001. North Atlantic Oscillation – concepts and studies. *Surveys in Geophysics* 22, 321–381. <https://doi.org/10.1023/A:1014217317898>
- Wanner, H., Holzhauser, H., Pfister, C., Zumbühl, H., 2000. Interannual to Century Scale Climate Variability in the European Alps. *Erdkunde* 54, 62–69.
- Warham, J.O., 2013. Mapping biosphere strontium isotope ratios across major lithological boundaries. A systematic investigation of the major influences on geographic variation in the  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  composition of bioavailable strontium above the Cretaceous and Jurassic rocks of England.
- Warinner, C., Tuross, N., 2009. Alkaline cooking and stable isotope tissue-diet spacing in swine: archaeological implications. *Journal of Archaeological Science* 36, 1690–1697. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2009.03.034>
- Wassenaar, L.I., Hobson, K.A., 2000. Improved Method for Determining the Stable-Hydrogen Isotopic Composition ( $\delta\text{D}$ ) of Complex Organic Materials of Environmental Interest. *Environ. Sci. Technol.* 34, 2354–2360. <https://doi.org/10.1021/es990804i>
- Wassenaar, L.I., Hobson, K.A., 2003. Comparative equilibration and online technique for determination of non-exchangeable hydrogen of keratins for use in animal migration studies. *Isotopes in Environmental and Health Studies* 39, 211–217. <https://doi.org/10.1080/1025601031000096781>
- Watanabe, O., Jouzel, J., Johnsen, S., Parrenin, F., Shoji, H., Yoshida, N., 2003. Homogeneous climate variability across East Antarctica over the past three glacial cycles. *Nature* 422, 509–512. <https://doi.org/10.1038/nature01525>
- Wefer, G., Berger, W.H., Bijma, J., Fischer, G., 1999. Clues to Ocean History: a Brief Overview of Proxies, in: Fischer, Gerhard, Wefer, Gerold (Eds.), *Use of Proxies in Paleoceanography: Examples from the South Atlantic*. Springer, Berlin, Heidelberg, pp. 1–68. [https://doi.org/10.1007/978-3-642-58646-0\\_1](https://doi.org/10.1007/978-3-642-58646-0_1)
- Weiner, S., Wagner, H.D., 1998. The material bone: Structure-Mechanical Function Relations. *Annual Review of Materials Science* 28, 271–298. <https://doi.org/10.1146/annurev.matsci.28.1.271>

## Références bibliographiques

- Weller, O., Robert, B., 1995. Le commerce du sel au La Tène Final : une problématique enfin relancée. *Revue archéologique de Picardie* 1, 87–96. <https://doi.org/10.3406/pica.1995.2153>
- Whipkey, C.E., Capo, R.C., Chadwick, O.A., Stewart, B.W., 2000. The importance of sea spray to the cation budget of a coastal Hawaiian soil: a strontium isotope approach. *Chemical Geology* 168, 37–48. [https://doi.org/10.1016/S0009-2541\(00\)00187-X](https://doi.org/10.1016/S0009-2541(00)00187-X)
- Widga, C., Walker, J.D., Boehm, A., 2017. Variability in Bioavailable  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  in the North American Midcontinent. <https://doi.org/10.5334/oq.32>
- Wigley, T.M.L., Jones, P.D., Briffa, K.R., 1987. Cross-dating methods in dendrochronology. *Journal of Archaeological Science* 14, 51–64. [https://doi.org/10.1016/S0305-4403\(87\)80005-5](https://doi.org/10.1016/S0305-4403(87)80005-5)
- Willmes, M., 2015. Strontium isotope tracing of prehistoric human mobility in France. Australian National University.
- Willmes, M., Bataille, C.P., James, H.F., Moffat, I., McMorrow, L., Kinsley, L., Armstrong, R.A., Eggins, S., Grün, R., 2018. Mapping of bioavailable strontium isotope ratios in France for archaeological provenance studies. *Applied Geochemistry* 90, 75–86. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2017.12.025>
- Willmes, M., McMorrow, L., Kinsley, L., Armstrong, R., Aubert, M., Eggins, S., Falguères, C., Maureille, B., Moffat, I., Grün, R., 2014. The IRHUM (Isotopic Reconstruction of Human Migration) database &ndash; bioavailable strontium isotope ratios for geochemical fingerprinting in France. *Earth System Science Data* 6, 117–122. <https://doi.org/10.5194/essd-6-117-2014>
- Wilson, E.E., Awonusi, A., Morris, M.D., Kohn, D.H., Tecklenburg, M.M.J., Beck, L.W., 2006. Three Structural Roles for Water in Bone Observed by Solid-State NMR. *Biophysical Journal* 90, 3722–3731. <https://doi.org/10.1529/biophysj.105.070243>
- Witzel, C., Kierdorf, U., Frölich, K., Kierdorf, H., 2018. The pay-off of hypsodonty - timing and dynamics of crown growth and wear in molars of Soay sheep. *BMC Evolutionary Biology* 18, 207. <https://doi.org/10.1186/s12862-018-1332-9>
- Włodarczak, P., 2013. Les peuples des Kurgans sur les plateaux de la petite Pologne. Reflets d'une communauté du Néolithique final à travers ses pratiques funéraires. Numéro spécial des Annales de l'Académie Polonaise des Sciences.
- Woodward, F.I., Williams, B.G., 1987. Climate and Plant Distribution at Global and Local Scales. *Vegetatio* 69, 189–197.
- Wright, L.E., Schwarcz, H.P., 1996. Infrared and Isotopic Evidence for Diagenesis of Bone Apatite at Dos Pilas, Guatemala: Palaeodietary Implications. *Journal of Archaeological Science* 23, 933–944. <https://doi.org/10.1006/jasc.1996.0087>
- Wright, L.E., Schwarcz, H.P., 1998. Stable carbon and oxygen isotopes in human tooth enamel: identifying breastfeeding and weaning in prehistory. *American Journal of Physical Anthropology: The Official Publication of the American Association of Physical Anthropologists* 106, 1–18.

## Références bibliographiques

- Yamamoto, Tsuneyuki, Hasegawa, T., Yamamoto, Tomomaya, Hongo, H., Amizuka, N., 2016. Histology of human cementum: Its structure, function, and development. *Jpn Dent Sci Rev* 52, 63–74. <https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2016.04.002>
- Zachos, J., Pagani, M., Sloan, L., Thomas, E., Billups, K., 2001. Trends, Rhythms, and Aberrations in Global Climate 65 Ma to Present. *Science* 292, 686–693. <https://doi.org/10.1126/science.1059412>
- Zaichick, V., Tzaphlidou, M., 2002. Determination of calcium, phosphorus, and the calcium/phosphorus ratio in cortical bone from the human femoral neck by neutron activation analysis. *Applied Radiation and Isotopes* 56, 781–786. [https://doi.org/10.1016/S0969-8043\(02\)00066-0](https://doi.org/10.1016/S0969-8043(02)00066-0)
- Zanchetta, G., Drysdale, R.N., Hellstrom, J.C., Fallick, A.E., Isola, I., Gagan, M.K., Pareschi, M.T., 2007. Enhanced rainfall in the Western Mediterranean during deposition of sapropel S1: stalagmite evidence from Corchia cave (Central Italy). *Quaternary Science Reviews* 26, 279–286. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2006.12.003>
- Žarić, S., Donner, B., Fischer, G., Mulitza, S., Wefer, G., 2005. Sensitivity of planktic foraminifera to sea surface temperature and export production as derived from sediment trap data. *Marine Micropaleontology* 55, 75–105. <https://doi.org/10.1016/j.marmicro.2005.01.002>
- Zazzo, A., Balasse, M., Passey, B.H., Moloney, A.P., Monahan, F.J., Schmidt, O., 2010. The isotope record of short- and long-term dietary changes in sheep tooth enamel: Implications for quantitative reconstruction of paleodiets. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 74, 3571–3586. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2010.03.017>
- Zazzo, A., Lécuyer, C., Mariotti, A., 2004a. Experimentally-controlled carbon and oxygen isotope exchange between bioapatites and water under inorganic and microbially-mediated conditions. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 68, 1–12. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(03\)00278-3](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(03)00278-3)
- Zazzo, A., Lécuyer, C., Sheppard, S.M.F., Grandjean, P., Mariotti, A., 2004b. Diagenesis and the reconstruction of paleoenvironments: A method to restore original  $\delta^{18}\text{O}$  values of carbonate and phosphate from fossil tooth enamel. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 68, 2245–2258. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2003.11.009>
- Zazzo, A., Saliège, J.-F., 2011. Radiocarbon dating of biological apatites: A review. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, Special Issue: Fossil bones and teeth: preservation or alteration of biogenic compositions?* 310, 52–61. <https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2010.12.004>
- Zech-Matterne, V., 2010. Le développement de la fructiculture en Gaule du Nord, à l'époque romaine, in : *Comment les gaules devinrent romaines. La Découverte*, pp. 255–266.
- Zech-Matterne, V., Bouby, L., Bouchette, A., Cabanis, M., Derremaux, M., Durand, F., Marival, P., Pradat, B., Sellami, M.-F., Wiethold, J., 2009. L'agriculture du VI<sup>e</sup> au I<sup>er</sup> siècle avant J.-C. en France : état des recherches carpologiques sur les établissements ruraux. Presented at the Habitats et paysages ruraux en Gaule et regards sur d'autres régions du monde celtique, actes du XXXI<sup>e</sup> colloque de l'AFEAF, Chauvigny.
- Zech-Matterne, V., Bouby, L., Coubray, S., Boulén, M., Lemaître, S., 2011. Viticulture et viniculture dans le nord du bassin parisien d'après les données archéobotaniques. *Gallia - Archéologie de la France antique, Dossier : La vigne et le vin dans les Trois Gaules* 68, 257–262.

## Références bibliographiques

- Zech-Matterne, V., Wiethold, J., Pradat, B., 2014. L'essor des blés nus en France septentrionale : systèmes de culture et commerce céréalier autour de la conquête césarienne et dans les siècles qui suivent. *Revue du Nord, Consommer dans les campagnes de la Gaule romaine. Actes du Xe congrès de l'Association AGER Hors-série*, 23–50.
- Zhao, F.J., Spiro, B., Poulton, P.R., McGrath, S.P., 1998. Use of sulfur isotope ratios to determine anthropogenic sulfur signals in a grassland ecosystem. *Environ. Sci. Technol.* 32, 2288–2291. <https://doi.org/10.1021/es980157f>
- Żurek, S., Michczyńska, D.J., Pazdur, A., 2002. Time record of palaeohydrologic changes in the development of mires during the Late Glacial and Holocene, North Podlasie Lowland and Holy Cross Mts. *Geochronometria* 21, e118.

**Annexes**

Lien pour les documents supplémentaires :

<https://drive.google.com/drive/folders/1qBPr8u35kA5-nHfqwLaVrDdE5vIh9gUm>

*Annexe 1 : Lien d'accès aux documents supplémentaires.*

<b>Identifiant</b>	<b>Référence bibliographique</b>
1	Bakke <i>et al.</i> (2008)
2	Bigler <i>et al.</i> (2002)
3	Caroli & Caldara (2007)
4	Carrión (2002)
5	Chambers <i>et al.</i> (1997)
6	Cheddadi <i>et al.</i> (1998)
7	Combourieu Nebout <i>et al.</i> (2009)
8	Desprat <i>et al.</i> (2003)
9	Ferrio <i>et al.</i> (2006)
10	García <i>et al.</i> (2007)
11	Heim <i>et al.</i> (1997)
12	Hughes <i>et al.</i> (2000)
13	Jalut <i>et al.</i> (2000)
14	Kvavadze & Connor (2005)
15	Marquer <i>et al.</i> (2008)
16	Roos-Barraclough <i>et al.</i> (2004)
17	Rosén <i>et al.</i> (2001)
18	Stiller <i>et al.</i> (1984)
19	Tinner <i>et al.</i> (2003)
20	Van Overloop (1986)

*Annexe 2 : Identification des références bibliographiques représentées sur la Figure 9.*



Identifiant	Référence bibliographique
1	Aaby (1976)
2	Bigler <i>et al.</i> (2002)
3	Bookman <i>et al.</i> (2004)
4	Bruneton <i>et al.</i> (2001)
5	Corella <i>et al.</i> (2011)
6	Degens <i>et al.</i> (1984)
7	Enzel <i>et al.</i> (2004)
8	Frumkin <i>et al.</i> (1991)
9	Giraudi (1989)
10	Korhola <i>et al.</i> (2000)
11	Lippmann-Provansal & Morhange (1994)
12	Magny <i>et al.</i> (2007)
13	Martín-Puertas <i>et al.</i> (2009)
14	Martínez-Cortizas <i>et al.</i> (1999)
15	Migowski <i>et al.</i> (2006)
16	Ollive <i>et al.</i> (2006)
17	Pazdur <i>et al.</i> (1995)
18	Petit <i>et al.</i> (2006)
19	Pla & Catalan (2005)
20	Salvador <i>et al.</i> (2002)
21	Schulte <i>et al.</i> (2009)
22	Shemesh <i>et al.</i> (2001)
23	Starkel <i>et al.</i> (2006)
24	Thivet & Bossuet (2008)
25	Żurek <i>et al.</i> (2002)

Annexe 3 : Identification des références bibliographiques représentées sur la Figure 10.

<b>Identifiant</b>	<b>Référence bibliographique</b>
1	Abrantes <i>et al.</i> (2005)
2	Álvarez <i>et al.</i> (2005)
3	Bianchi & McCave (1999)
4	Chen <i>et al.</i> (2011)
5	Cisneros <i>et al.</i> (2016)
6	deMenocal <i>et al.</i> (2000)
7	Diz <i>et al.</i> (2002)
8	Eiríksson <i>et al.</i> (2006)
9	Frigola <i>et al.</i> (2007)
10	Goudeau <i>et al.</i> (2015)
11	Grauel <i>et al.</i> (2013)
12	Lirer <i>et al.</i> (2014)
13	Margaritelli <i>et al.</i> (2016)
14	Nieto-Moreno <i>et al.</i> (2011)
15	Piva <i>et al.</i> (2008)
16	Risebrobakken <i>et al.</i> (2003)
17	Schilman <i>et al.</i> (2001)
18	Seidenkrantz <i>et al.</i> (2007)
19	Sicre <i>et al.</i> (2008)
20	Taricco <i>et al.</i> (2009)
21	Wang <i>et al.</i> (2010)

*Annexe 4 : Identification des références bibliographiques représentées sur la Figure 11.*

Identifiant	Référence bibliographique
1	Abrantes <i>et al.</i> (2005)
2	Álvarez <i>et al.</i> (2005)
3	Bakke <i>et al.</i> , (2008)
4	Bianchi & McCave (1999)
5	Bigler <i>et al.</i> (2002)
6	Cheddadi <i>et al.</i> (1998)
7	Chen <i>et al.</i> (2011)
8	Cisneros <i>et al.</i> (2016)
9	Dahl-Jensen <i>et al.</i> (1998)
10	deMenocal <i>et al.</i> (2000)
11	Desprat <i>et al.</i> (2003)
12	Diz <i>et al.</i> (2002)
13	Eiríksson <i>et al.</i> (2006)
14	Esper <i>et al.</i> (2012)
15	Frisia <i>et al.</i> (2005)
16	Giraudi (1989)
17	Goudeau <i>et al.</i> (2015)
18	Grauel <i>et al.</i> (2013)
19	Holzhauser <i>et al.</i> (2005)
20	Jalut <i>et al.</i> (2000)
21	Joerin <i>et al.</i> (2006)
22	Johnsen <i>et al.</i> (2001)
23	Kobashi <i>et al.</i> (2011)
24	Korhola <i>et al.</i> (2000)
25	Kvavadze & Connor (2005)
26	Lauritzen & Lundberg (1999)
27	Lirer <i>et al.</i> (2014)
28	Mangini <i>et al.</i> (2005)
29	Margaritelli <i>et al.</i> (2016)
30	Martín-Chivelet <i>et al.</i> (2011)
31	Martínez-Cortizas <i>et al.</i> (1999)
32	McDermott <i>et al.</i> (2001)
33	Piva <i>et al.</i> (2008)
34	Pla & Catalan (2005)
35	Risebrobakken <i>et al.</i> (2003)
36	Rosén <i>et al.</i> (2001)
37	Seidenkrantz <i>et al.</i> (2007)
38	Shemesh <i>et al.</i> (2001)
39	Sicre <i>et al.</i> (2008)

## Annexes

40	Stiller <i>et al.</i> (1984)
41	Taricco <i>et al.</i> (2009)
42	Tinner <i>et al.</i> (2003)
43	Wang <i>et al.</i> (2010)
44	Wanner <i>et al.</i> (2000)

---

*Annexe 5 : Identification des références bibliographiques représentées sur la Figure 13.*

Identifiant	Référence bibliographique
1	Aaby (1976)
2	Bakke <i>et al.</i> , (2008)
3	Bar-Matthews <i>et al.</i> (1998)
4	Bookman <i>et al.</i> (2004)
5	Bruneton <i>et al.</i> (2001)
6	Caroli & Caldara (2007)
7	Carrión (2002)
8	Chambers <i>et al.</i> (1997)
9	Cheddadi <i>et al.</i> (1998)
10	Combourieu Nebout <i>et al.</i> (2009)
11	Corella <i>et al.</i> (2011)
12	Degens <i>et al.</i> (1984)
13	Domínguez-Villar <i>et al.</i> (2008)
14	Enzel <i>et al.</i> (2004)
15	Ferrio <i>et al.</i> (2006)
16	Frigola <i>et al.</i> (2007)
17	Frumkin <i>et al.</i> (1991)
18	García <i>et al.</i> (2007)
19	Giraudi (1989)
20	Giraudi (2009)
21	Göktürk <i>et al.</i> (2011)
22	Heim <i>et al.</i> (1997)
23	Holzhauser <i>et al.</i> (2005)
24	Hughes <i>et al.</i> (2000)
25	Jalut <i>et al.</i> (2000)
26	Kvavadze & Connor (2005)
27	Lippmann-Provansal & Morhange (1994)
28	Magny <i>et al.</i> (2007)
29	Marquer <i>et al.</i> (2008)
30	Martín-Puertas <i>et al.</i> (2009)
31	McDermott <i>et al.</i> (2001)
32	Migowski <i>et al.</i> (2006)
33	Nesje <i>et al.</i> (2000)
34	Nieto-Moreno <i>et al.</i> (2011)
35	Ollive <i>et al.</i> (2006)
36	Orland <i>et al.</i> (2009)
37	Pazdur <i>et al.</i> (1995)
38	Petit <i>et al.</i> (2006)
39	Piva <i>et al.</i> (2008)

## Annexes

40	Roos-Barraclough <i>et al.</i> (2004)
41	Salvador <i>et al.</i> , (2002)
42	Schilman <i>et al.</i> (2001)
43	Schulte <i>et al.</i> (2009)
44	Seierstad <i>et al.</i> (2002)
45	Starkel <i>et al.</i> (2006)
46	Taricco <i>et al.</i> (2009)
47	Thivet & Bossuet (2008)
48	Van Overloop (1986)
49	Wanner <i>et al.</i> (2000)
50	Zanchetta <i>et al.</i> (2007)
51	Żurek <i>et al.</i> (2002)

---

*Annexe 6 : Identification des références bibliographiques représentées sur la Figure 14.*

Annexes

Échantillon	%C	%N	%S	C:N	C:S	N:S	%O	%H	O:H
SA-1	44,1	16,1	0,20	3,2	594,1	185,8	21,0	5,6	0,24
SA-2	43,5	15,8	0,20	3,2	571,9	177,6	23,4	5,2	0,28
SA-3	43,8	15,6	0,19	3,3	601,9	183,2	21,1	5,6	0,24
SA-4	43,8	15,8	0,21	3,2	558,2	172,9	21,4	5,5	0,24
SA-5	42,5	15,3	0,21	3,2	539,7	166,4	21,8	5,5	0,25
SA-6	42,8	16,1	0,17	3,1	668,7	215,3	21,6	5,3	0,25
SA-7	42,0	15,8	0,16	3,1	712,3	229,0	21,6	5,2	0,26
SA-8	41,6	15,1	0,21	3,2	537,8	167,2	21,7	5,0	0,27
SA-9	44,5	15,7	0,21	3,3	577,4	174,5	24,3	5,3	0,29
SA-10	44,5	16,5	0,18	3,1	653,8	207,7	21,2	5,5	0,24
SA-11	43,0	16,1	0,16	3,1	698,2	223,4	22,1	5,2	0,27
SA-12	44,0	16,0	0,15	3,2	759,8	236,3	23,7	5,6	0,26
SA-13	42,7	16,1	0,23	3,1	492,1	159,5	22,0	4,9	0,28
SA-14	42,8	16,1	0,20	3,1	565,6	182,6	22,7	5,2	0,27
SA-15	42,8	15,3	0,21	3,3	555,5	170,3	21,6	5,6	0,24
SA-16	42,0	15,6	0,19	3,1	578,5	184,6	23,1	5,1	0,28
SA-17	42,2	15,9	0,24	3,1	466,0	150,6	23,5	5,4	0,27
SA-18	42,7	16,1	0,18	3,1	623,9	201,2	21,9	5,3	0,26
SA-19	41,5	15,7	0,18	3,1	605,6	196,4	22,3	5,0	0,28
SA-20	41,9	15,9	0,22	3,1	515,3	167,5	21,4	5,4	0,25
SA-21	43,1	16,1	0,23	3,1	510,3	163,1	21,7	5,3	0,26
SA-22	41,6	15,8	0,22	3,1	501,4	163,2	22,7	5,0	0,29
SA-23	42,3	15,2	0,22	3,2	518,9	160,2	20,9	5,1	0,26
SA-24	43,0	15,8	0,17	3,2	659,2	208,3	21,1	5,1	0,26
SA-25	41,5	15,1	0,22	3,2	503,5	157,1	21,6	5,4	0,25
SA-26	42,1	15,4	0,19	3,2	587,5	183,7	21,6	5,4	0,25
SA-27	43,8	15,7	0,24	3,3	492,6	151,3	22,2	5,7	0,24
SA-28	42,9	15,3	0,21	3,3	537,1	164,2	22,3	4,7	0,30
SA-29	42,4	15,7	0,17	3,1	667,2	212,2	18,9	5,2	0,23

*Annexe 7 : Composition élémentaires (%) en carbone (%C), azote (%N), soufre (%S), hydrogène (%H) et oxygène (%O) et rapports molaires correspondants mesurés sur le collagène extrait des échantillons osseux de l'humain moderne.*

Échantillon	$\delta^{18}\text{O}_p$	SD	$\delta^{13}\text{C}_{\text{carb}}$	SD	$\delta^{18}\text{O}_{\text{carb}}$	SD	$\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$	SD	$\delta^{15}\text{N}_{\text{coll}}$	SD	$\delta^{34}\text{S}_{\text{coll}}$	SD	$\delta^2\text{H}_{\text{coll}}$	SD	$\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$	SD
SA-1	18,8	0,3	-13,9	0,1	26,3	0,2	-19,8	0,0	10,9	0,0	3,9	0,2	-26,6	1,1	7,5	0,8
SA-2	18,8	0,2	-12,8	0,1	27,9	0,2	-19,6	0,0	11,4	0,0	5,6	0,2	-27,9	0,7	6,3	0,3
SA-3	17,9	0,3	-12,8	0,0	26,2	0,1	-19,6	-	9,8	-	6,4	0,3	-60,2	1,2	11,7	0,4
SA-4	18,1	0,2	-12,0	0,0	26,3	0,1	-19,6	0,0	10,0	0,0	5,3	0,5	-23,7	0,6	22,3	0,2
SA-5	17,8	0,1	-15,0	0,1	26,6	0,4	-19,2	0,0	11,3	0,0	6,3	0,5	-15,0	0,9	8,4	0,4
SA-6	17,8	0,1	-13,8	0,1	26,8	0,0	-19,7	0,1	11,8	0,0	6,8	0,3	-21,9	0,2	8,5	0,3
SA-7	17,4	0,0	-14,3	0,1	26,0	0,2	-19,6	0,0	11,8	0,0	7,1	0,5	-21,5	0,6	18,8	0,4
SA-8	18,8	0,1	-12,3	0,1	27,8	0,4	-19,6	0,1	10,8	0,1	7,9	0,1	-21,2	0,2	4,6	0,5
SA-9	17,6	0,1	-14,0	0,1	25,6	0,5	-20,0	0,1	11,0	0,1	3,8	0,1	-27,9	0,9	31,3	0,0
SA-10	17,3	0,2	-13,6	0,0	25,7	0,3	-19,7	0,1	11,3	0,0	8,6	0,3	-29,4	0,5	8,1	0,3
SA-11	18,1	0,1	-12,8	0,1	25,0	0,2	-19,5	0,0	11,2	0,0	7,2	0,3	-32,5	0,8	20,9	0,3
SA-12	17,9	0,2	-13,6	0,1	25,5	0,1	-19,7	0,0	11,6	0,0	10,4	0,4	-49,9	0,4	5,8	0,4
SA-13	18,1	0,2	-13,3	0,1	25,5	0,1	-19,8	0,1	10,8	0,0	7,1	0,1	-22,8	0,3	4,8	0,2
SA-14	17,4	0,2	-13,6	0,2	27,2	0,2	-19,5	0,0	11,4	0,1	6,4	0,1	-27,9	0,5	37,6	0,6
SA-15	19,4	0,1	-15,0	0,1	28,2	0,3	-19,1	0,1	11,9	0,0	8,2	0,3	-38,4	0,5	7,7	0,3
SA-16	17,2	0,0	-15,0	0,0	25,4	0,1	-19,6	0,2	11,7	0,0	7,7	0,3	-25,8	1,1	16,3	0,0
SA-17	18,3	0,1	-14,5	0,1	26,8	0,1	-19,0	0,0	12,0	0,0	9,3	0,1	-18,5	0,4	6,8	0,2
SA-18	16,6	0,1	-15,1	0,1	26,9	0,4	-19,9	0,0	11,3	0,0	6,8	0,4	-22,2	0,9	15,6	0,2
SA-19	17,1	0,1	-14,7	0,0	24,3	1,0	-19,9	0,0	12,1	0,2	7,7	0,1	-31,9	0,7	4,5	0,5
SA-20	17,9	0,1	-14,8	0,2	24,6	1,3	-19,2	0,0	12,1	0,0	6,1	0,1	-28,1	0,8	12,1	0,5
SA-21	17,9	0,1	-14,2	0,1	25,1	0,6	-19,8	0,0	10,5	0,0	6,2	0,2	-40,2	0,8	-	-
SA-22	17,0	0,1	-15,2	0,1	28,8	0,5	-19,7	0,0	12,3	0,0	9,2	0,2	-20,4	0,2	3,9	0,3
SA-23	16,9	0,1	-15,5	0,1	27,9	0,1	-19,9	0,0	12,5	0,2	8,1	0,3	-23,2	0,3	34,2	0,5
SA-24	17,0	0,1	-15,3	0,0	27,8	0,6	-19,9	0,0	12,2	0,0	9,0	0,2	-25,5	0,5	6,7	0,4
SA-25	17,7	0,1	-15,0	0,1	26,1	0,1	-19,7	0,0	11,6	0,0	7,3	0,2	-35,8	0,8	8,8	0,3



SA-26	16,3	0,2	-15,7	0,2	26,5	0,4	-19,9	0,1	12,3	0,0	6,5	0,2	-27,8	0,1	38,0	0,7
SA-27	16,3	0,1	-15,9	0,0	26,8	0,2	-20,2	0,0	12,0	0,0	7,2	0,1	-38,8	0,7	25,7	0,4
SA-28	16,4	0,0	-15,6	0,0	27,4	0,7	-20,1	0,0	12,2	0,1	7,6	0,1	-28,9	0,6	20,5	0,4
SA-29	16,3	0,2	-15,7	0,1	26,9	0,1	-19,8	0,2	12,4	0,0	8,8	0,0	-28,1	0,0	4,8	0,4

Annexe 8 : Compositions isotopiques mesurées sur les échantillons osseux prélevés sur l'humain moderne. Les compositions isotopiques de l'oxygène ( $\delta^{18}O_p$ ,  $\delta^{18}O_{carb}$ ,  $\delta^{18}O_{coll}$ ) et de l'hydrogène ( $\delta^2H_{coll}$ ) sont exprimées en ‰ V-SMOW, les compositions isotopiques du carbone ( $\delta^{13}C_{carb}$ ,  $\delta^{13}C_{coll}$ ) sont exprimées en ‰ V-PDB, la composition isotopique de l'azote ( $\delta^{15}N_{coll}$ ) en ‰ AIR et la composition isotopique du soufre ( $\delta^{34}S_{coll}$ ) en ‰ V-CDT. SD = déviation standard.

<b>Ossements de TG-01</b>	<b>Code d'identification</b>
Voute crânienne	1401
Symphyse mandibulaire	1402
Vertèbre cervicale	1403
Vertèbre thoracique	1404
Vertèbre lombaire	1405
Côte gauche	1406
Humérus droit (épiphyse)	1409
Humérus gauche (épiphyse)	1407
Carpe droit	1410
Carpe gauche	1408
Métacarpe droit	1411
Crête iliaque droite	1412
Crête iliaque gauche	1413
Fémur droit (diaphyse)	1417
Fémur gauche (diaphyse)	1414
Tibia droit (diaphyse)	1418
Tibia gauche (diaphyse)	1415
Calcanéus droit	1419
Calcanéus gauche	1416

*Annexe 9 : Identification des échantillons des séries d'ossements archéologiques analysés lors de l'étude de l'effet des prétraitements chimiques des carbonates d'apatite (Chapitre 6).*

Individu	Échantillon	$\delta^{18}\text{O}_{\text{coll}}$ (‰, V-SMOW)	Déviati standard	%O (%)	Déviati standard
TG-01	Voute crânienne	-	-	-	-
	Symphyse mandibulaire	12,8	0,2	22,2	0,5
	Vertèbre cervicale	15,6	0,5	23,5	0,4
	Vertèbre thoracique	12,8	0,7	22,4	0,4
	Vertèbre lombaire	15,2	0,4	22,9	0,4
	Côte gauche	13,1	0,3	22,3	0,3
	Humérus droit (épiphyse)	14,8	7,6	21,8	0,3
	Humérus gauche (épiphyse)	11,9	1,1	23,0	0,5
	Carpe droit	15,2	0,3	23,6	0,3
	Carpe gauche	11,8	0,9	22,1	0,5
	Métacarpe droit	-	-	-	-
	Crête iliaque droite	11,3	0,3	21,8	0,7
	Crête iliaque gauche	16,7	0,5	22,5	0,2
	Fémur droit (diaphyse)	17,0	0,4	23,1	0,2
	Fémur gauche (diaphyse)	12,6	0,1	21,0	0,6
	Tibia droit (diaphyse)	13,1	0,2	21,3	0,4
	Tibia gauche (diaphyse)	12,9	0,4	21,5	0,4
	Calcaneus droit	16,3	0,3	23,3	0,4
	Calcaneus gauche	15,0	0,7	22,7	0,4
	TG-02	Voute crânienne	15,1	0,2	23,9
Symphyse mandibulaire		-	-	-	-
Humérus droit (épiphyse)		14,0	0,3	21,0	0,8
Humérus gauche (épiphyse)		13,8	0,3	21,9	0,6
Carpe droit		-	-	-	-
Carpe gauche		-	-	-	-
Métacarpe droit		-	-	-	-
Métacarpe gauche		13,8	0,3	21,7	0,5
Fémur droit (diaphyse)		17,1	0,3	21,5	0,4
Fémur gauche (diaphyse)		19,2	0,5	21,0	0,7
Tibia droit (diaphyse)		17,0	0,4	20,8	0,2
Tibia gauche (diaphyse)		15,3	0,5	21,3	0,9
Calcaneus droit		15,6	0,5	23,8	1,0
Calcaneus gauche		19,1	0,6	21,4	0,2
Voute crânienne		14,4	0,3	22,0	1,3
TG-03	Symphyse mandibulaire	14,5	0,3	21,7	0,5
	Vertèbre cervicale	15,1	0,6	23,0	0,2
	Vertèbre thoracique	14,4	0,3	23,0	0,4
	Vertèbre lombaire	-	-	-	-
	Côte	15,5	0,5	23,4	0,2

## Annexes

Humérus droit (diaphyse)	14,5	0,4	23,1	0,7
Humérus gauche (épiphyse)	-	-	-	-
Carpe droit	-	-	-	-
Carpe gauche	16,3	0,3	23,5	0,1
Métacarpe droit	14,8	0,3	23,9	0,3
Métacarpe gauche	15,3	0,2	21,9	0,4
Crête iliaque droite	14,1	0,4	21,3	0,8
Fémur droit (diaphyse)	14,7	0,2	20,7	0,1
Fémur gauche (diaphyse)	14,4	0,2	23,8	0,3
Tibia droit (diaphyse)	14,5	0,1	20,7	0,7
Tibia gauche (diaphyse)	17,1	0,5	22,9	0,1
Calcaneus droit	14,1	0,1	20,8	0,3
Calcaneus gauche	15,6	0,2	20,8	0,2

*Annexe 10 : Compositions isotopiques ( $\delta^{18}O_{coll}$ , ‰ V-SMOW) et concentrations élémentaires (%O, %) en oxygène du collagène mesurées sur l'ensemble des restes osseux échantillonnées sur les individus TG-01, TG-02 et TG-03.*