HAL
open science

Stratégies de fertilisation des champs durant le second âge du Fer et la période romaine (VIe siècle avant notre ère – Ve siècle de notre ère) dans la moitié nord de la France, témoignage direct des restes céréaliers par l'approche biogéochimique

Sammy Ben Makhad

To cite this version:

Sammy Ben Makhad. Stratégies de fertilisation des champs durant le second âge du Fer et la période romaine (VIe siècle avant notre ère – Ve siècle de notre ère) dans la moitié nord de la France, témoignage direct des restes céréaliers par l'approche biogéochimique. Archéologie et Préhistoire. Muséum national d'Histoire naturelle, 2022. Français. NNT : . tel-03953193

HAL Id: tel-03953193

https://hal.science/tel-03953193

Submitted on 7 Mar 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.

MUSEUM NATIONAL D'HISTOIRE NATURELLE
Ecole Doctorale Sciences de la Nature et de l'Homme – ED 227

Année 2022

N° attribué par la bibliothèque
|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|

THESE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DU MUSEUM NATIONAL D'HISTOIRE NATURELLE

Spécialité : Archéologie et archéobotanique

Présentée et soutenue publiquement par

Sammy BEN MAKHAD

Le 03 juin 2022

Stratégies de fertilisation des champs durant le second âge du Fer et la période romaine (VIe siècle avant notre ère – Ve siècle de notre ère) dans la moitié nord de la France, témoignage direct des restes céréaliers par l'approche biogéochimique.

Sous la direction de :

Marie BALASSE, Directrice de Recherche, CNRS

Véronique MATTERNE, Directrice de Recherche, CNRS

JURY :

M. REDDÉ, Michel	Directeur d'études émérite, EPHE	Président du jury
Mme. BOGAARD, Amy	Professor, University of Oxford	Rapporteure
M. BOUBY, Laurent	Ingénieur de recherche, CNRS	Rapporteur
M. HUITOREL, Guillaume	Docteur, Conseil Départemental de Seine-Saint-Denis	Examinateur
Mme. BALASSE, Marie	Directrice de recherche, CNRS	Directrice de Thèse
Mme. MATTERNE, Véronique	Directrice de recherche, CNRS	Directrice de Thèse
M. MALRAIN, François	Chargé de recherche, Inrap	Co-encadrant

À Fatna et Mohamed,

mes grands-parents.

REMERCIEMENTS

Je tiens à débuter cette thèse en remerciant les membres du jury qui ont accepté d'évaluer mes travaux : Amy Bogaard et Laurent Bouby, comme rapporteurs, Michel Reddé et Guillaume Huitorel, comme examinateurs, François Malrain, comme tuteur, ainsi que Marie Balasse et Véronique Matterne, mes directrices. Par leurs travaux respectifs, ils et elles ont tous été une source d'inspiration pour mes réflexions durant ces quelques dernières années.

Mes remerciements s'adressent tout particulièrement à Véronique Matterne et Marie Balasse, qui m'ont accordé leur confiance pour mener cette recherche et m'ont soutenu durant ces trois années et demi de thèse. Véronique m'a formé à la carpologie et à l'archéologie agraire depuis mon master et Marie s'est patiemment consacrée à m'apprendre les méthodes de la biogéochimie. Leur implication et leur générosité m'ont beaucoup apporté et nos riches discussions m'ont été indispensables.

Je tiens aussi à remercier toutes les équipes de l'UMR Archéozoologie et Archéobotanique, dirigée par Marie-Pierre Ruas et Marjan Mashkour, qui m'ont accueilli et m'ont offert tout le cadre de travail dont j'avais besoin. Merci à Denis Fiorillo, Olivier Tombret, Sylvain Pont et Smaïl Mostefaoui, pour le temps qu'ils ont consacré à me former aux techniques instrumentales de la spectrométr ie, Michel Lemoine et Anne-Cécile Haussonne, pour leur précieuse aide à la préparation des missions et à celle des échantillons.

Je remercie les archéologues qui m'ont confié l'étude de leurs sites et surtout mes collègues carpologues qui m'ont ouvert leurs armoires pour me fournir leur matériel d'étude : Emmanuelle Bonnaire, Bénédicte Pradat, Françoise Toulemonde, Elsa Neveu, Geneviève Daoulas et Véronique Matterne. J'espère que les résultats de mes travaux satisferont leurs attentes, en compensation de la destruction des précieuses céréales millénaires, malheureusement incontournable pour leur analyse. J'ai aussi pu bénéficier des compétences de mes collègues archéozoologues, qui m'ont accordé leur temps pour des missions d'échantillonnage dans différents dépôts archéologiques :

Benoit Clavel, Karyne Debue, Svenja Höltkemeier, Sébastien Lepetz, Nicolas Morand, Élodie Sauvage, Rose-Marie Arbogast et Ghislaine Billand.

Merci à Mònica Aguilera-Delgado de m'avoir permis d'intégrer ses données aux miennes afin d'enrichir ma thèse. Merci à l'association les Gaulois d'Esse, son président, Corentin Baudon et son directeur de site, Patrick Boos, ainsi que Vincent Pichon et Henri Gandois pour leur investissement et leur aide précieuse pour la mise en place de cultures de céréales expérimentales. Merci à Magdalena Blanz pour la mise à disposition de ses échantillons expérimentaux pour suppléer à nos cultures infructueuses.

Merci à Chantal Leroyer de m'avoir guidé sur la voie de l'archéobotanique depuis ma licence.

Je souhaite aussi saluer Alexandra Elbakyan et la mise à disposition de sa plateforme SciHub, qui porte un engagement inestimable pour l'ouverture des sciences comme bien public.

Merci à toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin au succès de cette thèse et que je n'ai pas eu la place de nommer ici.

Je voudrais maintenant remercier mes ami·e·s et les (post)doctorant·e·s de l'UMR AASPE qui m'ont soutenu et avec qui nous avons pu partager des moments conviviaux et décompresser durant les durs moments du doctorat, et tout spécialement : Juliette Milon, avec qui j'ai commencé mes premier pas dans la carpologie, Nicolas Morand et Nicolas Lazzerini, pour leur bonne humeur et leurs quelques grincheries, Maria Rousou et Manon Le Neün avec qui j'ai partagé les derniers mois de rédaction, Solenn Rondet-Correc, Cédric Sarrazin, Chloé Damay, Youna Le Roux–Le Bras et Manue Smirou, pour leur soutien malgré la distance et bien sûr, Anaïs Marrast, mon extraordinaire camarade de bureau.

Je conclus ces quelques mots en remerciant ma famille, mon frère Théo et mes parents Sylvie et Mustapha, qui m'ont toujours apporté un soutien sans faille et m'ont toujours encouragé dans tout ce que j'entreprenais. Mes affectueuses pensées vont, pour finir, à ma compagne, Léna, que je vais enfin pouvoir retrouver.

TABLE DES MATIÈRES

Remerciements 7

Table des matières 11

Introduction 19

Le système agraire et la fertilité, une vision agronomique 19

L'économie agraire du second âge du Fer et de la période romaine 24

L'occupation du territoire 24

Les productions agricoles 27

Notre contribution à l'étude de la gestion de la fertilité par les agriculteurs gaulois 30

Chapitre 1 : État de l'art, la question historique de la fertilisation 33

1.1. La gestion de la fertilité des sols dans les sources littéraires 34

1.2. Les indices intrasites de la production de fumier 39

1.3. La localisation des épandages de fumier grâce au mobilier hors site 41

1.4. Les régimes de cultures par l'écologie des flores adventices 42

1.5. Le nouvel apport des analyses isotopiques 43

Chapitre 2 : La fertilisation abordée par la biogéochimie 47

2.1. Variations de la composition isotopique en azote du sol et des plantes et mise en évidence de la gestion de la fertilité des sols 47

2.2. Identification d'une valeur seuil de $\delta^{15}N$ discriminant l'usage de fertilisation organique 50

2.2.1. Études expérimentales et observationnelles des effets de la fertilisation en céréaliculture 51

2.2.2. Utilisation du collagène osseux de cerf comme référence pour la flore sous influence non anthropique 54

2.2.2.1. Reconstitution des chaines alimentaires passées 54

2.2.2.2. Comportement alimentaire des cerfs modernes 56

2.3. Discrimination isotopique du carbone et conditions environnementales de croissance des céréales 59

2.4. Fertilisation aux algues et enrichissement des céréales en arsenic 61

2.5. Préservation des signaux isotopiques et élémentaires dans les vestiges archéologiques et critères de contrôle qualité des mesures 63

2.5.1. La teneur relative en azote et carbone et le rapport atomique C/N pour s'assurer de l'intégrité du collagène osseux 63

2.5.2. Effet de la carbonisation et des traitements chimiques sur les céréales archéologiques 64

2.5.3. Pistes de recherche sur la diagénèse de l'arsenic dans les plantes 66

2.5.3.1. Contamination des grains en éléments traces métalliques par le ruissellement 66

2.5.3.2. Localisation de l'arsenic dans les grains 67

Chapitre 3 : Corpus 71

3.1. Division du territoire d'étude en zones géographiques 71

3.2. Corpus archéologique 74

3.2.1. Céréales 74

3.2.2. Cerf 83

3.3. Corpus expérimental 86

3.3.1. Culture d'épeautre et pâturage de l'archéosite « Coriobona, village gaulois » à Esse (Charente) 86

3.3.2. Cultures d'orge vêtue fertilisées aux algues de la station agronomique du Orkney College UHI (archipel des Orcades, Écosse) 89

Chapitre 4 : Méthodes 91

4.1. Analyse isotopique des céréales archéologiques 91

4.2. Extraction et analyse isotopique du collagène osseux de cerf archéologiques 92

4.3. Analyses isotopiques des céréales expérimentales pour l'étude du pâturage 93

4.4. Analyses des céréales expérimentales pour l'étude de la fertilisation aux algues 93

4.4.1. Pré-traitement des grains 93
4.4.2. Digestion des grains et analyses élémentaires par Q-ICP-MS 95
4.4.3. Analyse élémentaire et isotopique par EA-IRMS 97
4.4.4. Imagerie MEB et cartographie par NanoSIMS 97
4.5. Analyses statistiques 98
4.5.1. Analyses statistiques des valeurs isotopiques de l'azote et du carbone 98
4.5.2. Analyses des cartographies élémentaires NanoSIMS 100
4.6. Logiciels utilisés 101
Chapitre 5 : Résultats 103
5.1. Céréales archéologiques : résultats des analyses isotopiques 103
5.1.1. Massif armoricain 106
5.1.2. Plaine de Caen 106
5.1.3. Normandie 107
5.1.4. Beauce 107
5.1.5. Centre du Bassin parisien 108
5.1.6. Picardie 108
5.1.7. Champagne crayeuse 109
5.1.8. Lorraine 109
5.1.9. Vosges 110
5.2. Collagène osseux de cerf : résultats des analyses isotopiques 110
5.3. Expérimentation de pâturage : résultats des analyses isotopiques de l'épeautre de Coriobona 112
5.4. Fertilisation aux algues : résultats de l'analyse des grains d'orge expérimentaux d'Écosse 113
5.4.1. Analyses élémentaires par Q-ICP-MS et EA-IRMS 113
5.4.1.1. Influence du compost d'algues sur la composition des grains d'orge vêtue 116
5.4.1.2. Effet de la carbonisation sur la composition des grains 117
5.4.2. Cartographies élémentaires par MEB et NanoSIMS 120
Chapitre 6 : Validations méthodologiques 127
6.1. Reproductibilité des mesures avec les données du programme ERC RurLand 127
6.2. Des contrôles qualité difficiles à établir 133

6.2.1. Comparaison des échantillons archéologiques avec les grains actuels carbonisés expérimentalement....133
6.2.2. État visuel de préservation des grains 137
6.2.3. Synthèse sur les critères de contrôle de la qualité des résultats 143
6.3. Dispersion des valeurs des lots archéologiques et expérimentaux.... 143
Chapitre 7 : Pratiques de fertilisation anciennes : signal biogéochimique et gradient d'intensité 149
7.1. Effet du pâturage du bétail sur la composition isotopique des céréales 149
7.2. Utilisation du collagène osseux de cerf pour établir le $\delta^{15}N$ de plantes croissant dans des sols non fertilisés 151
7.3. Moyens de fertilisation et estimation quantitative de la production de fumier 157
7.3.1. Production de fumier par les animaux 157
7.3.2. Modes d'élevages des troupeaux et disponibilité du fumier....158
7.3.3. Quantités de fumier manipulées d'après les sources historiques....164
7.3.4. Limites dans le transport du fumier....167
7.3.5. Conséquences attendues sur le $\delta^{15}N$ des céréales 169
7.4. Prémices à l'étude de la fertilisation aux algues.... 170
7.4.1. Répartition anatomique de l'arsenic....170
7.4.2. Synthèse et perspectives pour l'étude de la fertilisation aux algues....173
Chapitre 8 : Gestion de la fertilité des champs au second âge du Fer et à la période romaine en Gaule....177
8.1. Intensité de la fertilisation 177
8.1.1. Discrimination des niveaux d'intensité de fumure à partir des valeurs de $\delta^{15}N$ des céréales expérimentales 177
8.1.2. Classement des lots de céréales archéologiques en niveaux de fumure....180
8.1.3. Première interprétation des résultats 184
8.2. Différences entre les céréales d'un même contexte.... 189
8.3. Légères variations chronologiques 199
8.3.1. Évolution des blés nus....203
8.4. Disparités régionales.... 205
8.4.1. Une fertilisation hétérogène en Plaine de Caen ? 208

8.4.2. Une fertilisation soutenue en Beauce 209
8.4.3. Un manque de fumure en Champagne crayeuse 210
8.4.4. Un essor de la fumure dans le centre du Bassin parisien....211
8.4.5. Une fertilisation modérée en Picardie 212
8.4.6. Synthèse de l'approche régionale 212
8.5. Capture des pratiques agricoles sur les sites multiphasés 213
Crop manuring on the Beauce plateau (France) during the Second Iron Age 215
Abstract *216*
1. Introduction *216*
2. Material and methods *222*
3. Results *224*
4. Discussion *228*
5. Conclusion *231*
Acknowledgments *231*
Bibliography *231*
Supplementary material 1 237
Supplementary material 2 239
1. Introduction *239*
2. Carbon discrimination and environmental growing conditions *239*
6. Methods *240*
7. Results *241*
8. Discussion *241*
9. Conclusion *242*
Bibliography *245*
8.6. Variations du $\Delta^{13}C$ 247
8.6.1. Différences interspécifiques....247
8.6.2. Une influence de la germination sur la discrimination du carbone ? 248
8.6.3. Contraintes environnementales 250
Conclusions et perspectives 257
Principaux résultats méthodologiques 257
Principaux résultats archéologiques 258
Perspectives pour la compréhension des stratégies de fertilisation.... 260
Perspectives méthodologiques 262

Bibliographie 263
Sources latines..... 263
Articles, ouvrages 264
Annexe 1 : Résultats des standards des analyses IRMS.....301
Annexe 2 : Résultats par sites (figures) 305
2.1. Massif armoricain..... 305
2.2. Plaine de Caen 308
2.3. Normandie 313
2.4. Beauce..... 315
2.5. Bassin parisien 319
2.6. Picardie 332
2.7. Champagne crayeuse 343
2.8. Loraine..... 350
2.9. Vosges..... 351
Annexe 3 : Tableaux de résultats des analyses IRMS 353
Annexe 4 : Résultats des analyses par NanoSIMS des grains d'orge vêtue 367
4.1. Cartes élémentaires 367
4.2. Cartes des rapports élémentaires 376
Table des figures 385
Table des tableaux 393
Table des figures (annexes) 397
Table des tableaux (annexes) 403
Résumé 406
Abstract 407

INTRODUCTION

Quid est agrum bene colere? Bene arare.	Qu'est-ce que bien cultiver la terre ? Bien labourer.
Quid secundum? Arare.	Et en second lieu ? Labourer.
Tertio? Stercorare.	Et en troisième ? Fumer.

Caton, *De Agricultura*, LXX

La question de la fertilité des sols est centrale pour comprendre les modes de gestion agricole et l'organisation des sociétés qui en dépendent. Grâce aux récentes avancées de l'archéologie, nous pouvons aborder ce sujet avec un nouveau niveau de détail inédit.

Cette thèse se propose d'explorer la question de la fertilité des sols en utilisant comme objet d'étude des grains de céréales carbonisés issus de structures de stockage, témoignant de l'entretien de parcelles agricoles en Gaule du Nord, par des communautés du second âge du Fer et de l'époque romaine. Les pratiques de fertilisation seront évaluées en utilisant les méthodes de la biogéochimie isotopique appliquées à l'étude de ces grains. Après avoir posé les objectifs et le cadre de ce travail, le corpus d'étude et les méthodes seront décrits, les résultats seront ensuite exposés et commentés, avant d'ouvrir la discussion et de réaliser le bilan des avancées obtenues et des perspectives qui s'amorcent à la suite de cette démarche.

Le système agraire et la fertilité, une vision agronomique

L'étude des productions agricoles et des moyens mis en œuvre par les populations rurales à partir des sources archéologiques (Guilaine [éd.], 1991), peut être menée en mobilisant le concept de système agraire.

Le système agraire est un « outil intellectuel » qui résume les caractéristiques de l'agriculture pratiquée dans un espace donné et à un moment de l'Histoire et qui permet de saisir son organisation et son fonctionnement, dans un processus continuel de transformation historique (Mazoyer et Roudart, 1997, p. 41 et 46). Le concept intègre les aspects techniques employés par les groupes humains pour agir sur un milieu écologique afin d'en tirer des productions et ainsi répondre à leur organisation économique (Sebillotte, 1992, p. 118, note 1). Il peut être décomposé en différentes cellules théoriques (jardin, champ, prairie, forêt, troupeau, bâtiments d'exploitation…), dans lesquelles différentes pratiques techniques sont réalisées (défrichage, labour, alimentation du bétail, rotations culturales…).

Deux modèles sont souvent employés pour décrire les systèmes agraires et caractériser l'organisation sociale du travail (Boserup, 1965 ; Morrison, 1994 ; Halstead, 1995 ; Bogaard, 2004). Une agriculture intensive est décrite comme un système de production où une importante quantité de travail est investie par unité de surface exploitée. Les sols sont labourés en profondeur (à la houe ou à la bêche), régulièrement désherbés et entretenus avec des quantités élevées de fertilisants. La place de l'élevage dans ce système est importante, par sa participation à fournir les matières fertilisantes. Cette agriculture est traditionnellement pratiquée par la cellule familiale qui mise sur de hauts rendements. À l'opposé, le système extensif diminue la quantité de travail par unité de surface. Les moindres rendements sont compensés par l'augmentation des surfaces cultivées, qui sont préparées grâce au recours à la traction animale pour travailler le sol superficiellement à l'araire. Les désherbages et la fertilisation sont moins fréquents. Le besoin en main-d'œuvre pour la préparation des champs est plus faible, ce qui permet la diversification des activités (artisanat, commerce) et la stratification sociale. À cause de la taille des surfaces, le moment des moissons nécessite une main-d'œuvre temporairement plus importante. Ces cadres théoriques extrêmes doivent être nuancés, par toute une variété de pratiques. Ces concepts doivent plutôt être mobilisés pour analyser les agricultures dans des processus de transformation historique d'intensification-extensification.

Parmi les paramètres qui permettent la stabilité du système agraire et son développement, la fertilité des sols « correspond à une préoccupation de tous les temps » (Sebillotte, 1993, p. 128). La fertilité d'un écosystème peut se définir comme « sa capacité à produire de la biomasse végétale » et est très liée à la notion de rendements (Mazoyer et Roudart, 1997, p. 22). Elle est en partie caractérisée par la disponibilité de minéraux (nutriments) contenus dans le sol, dont la teneur est primairement conditionnée par le climat, la roche mère et l'activité microbiologique (qui fixe l'azote atmosphérique) et évolue en fonction des pertes essentiellement par lessivage. Le lessivage peut

être contré par le stockage des nutriments dans la biomasse végétale vivante (dans le cas des friches et des boisements). Lorsqu'un sol est cultivé, la fertilité devient une « variable historique » (Mazoyer et Roudart, 1997, p. 55) qui peut diminuer si les pertes en nutriments accélèrent (avec l'exportation des récoltes, la mise à nu des sols et l'augmentation de l'érosion) ou augmenter si les agriculteurs apportent suffisamment de matière organique. Le bilan des apports et pertes de nutriments détermine en partie la trajectoire des rendements, que les pratiques culturales cherchent à maitriser.

La fertilité est un concept opérationnel qui sert à évaluer les variations de la production agricole (Sebillotte, 1993, p. 128) en comparant des régions par leurs rendements (Sebillotte, 1992, p. 123). Toutefois, le rendement d'un champ est tributaire de la dynamique du territoire exploité : il dépend en partie de la fertilité chimique du sol, qui est elle-même déterminée par les possibilités d'amélioration par « transfert d'éléments fertilisants », limitées par les moyens techniques choisis et l'organisation sociale des agriculteurs (Sigaut, 1992, p. 397). Par exemple, un sol riche chimiquement, pouvant être qualifié de fertile du point de vue des agronomes et des sciences du sol, peut ne pas être jugé fertile par les agriculteurs s'il est difficile à travailler. Des sols plus pauvres peuvent être préférés et être ainsi considérés plus fertiles par les agriculteurs s'ils se travaillent facilement (Cheverry *et al.*, 1995, p. 250). C'est ainsi que Columelle et d'autres auteurs antiques conçoivent leur classement des sols (Petit *et al.*, 2018, p. 42). Les rendements sont aussi limités par d'autres paramètres que la fertilité, par exemple, la concurrence des « mauvaises herbes » (la flore adventice), le développement racinaire ralenti dans un sol compact, le manque ou l'excès d'eau… Les agriculteurs peuvent palier ces inconvénients par un travail conséquent de préparation du sol : décompactage par le labour ou l'arairage, désherbage par sarclage, irrigation ou drainage par l'aménagement de réseau fossoyé, épierrage. La qualité chimique du sol peut aussi être améliorée par l'apport de matière fertilisante, souvent désignée sous les termes d'engrais et d'amendements, qui optimisent la production de biomasse végétale. L'existence de moyens techniques pour corriger le milieu et leurs performances dépend du contexte historique, qui fixe les potentialités agricoles : « dans la pratique, l'agriculteur pour des raisons économiques et (ou) d'organisation du travail, ne corrige pas suffisamment le milieu » (Sebillotte, 1993, p. 131). L'amélioration des rendements se confronte ainsi aux contraintes de fonctionnement des exploitations (Sebillotte, 1992, p. 120).

Les agronomes donnent des sens stricts aux mots engrais et amendements. L'engrais est une matière minérale ou organique qui fournit des minéraux nutritifs aux plantes (voire des hormones de croissance). Les amendements sont des matières minérales et organiques incorporées au sol afin d'améliorer ses propriétés physiques et chimiques (acidité, rétention d'eau, structure) (Mazoyer et Roudart, 1997, p. 57). Cependant, ces termes segmentent une réalité moins tranchée : par exemple,

l'apport de matière organique pour délivrer des nutriments peut corriger la structure d'un sol en améliorant sa cohésion et en permettant une meilleure rétention d'eau. La diminution de l'acidité d'un sol, par l'apport de matière calcique (chaulage, marnage) ou potassique (cendres), a pour rôle de limiter la biodisponibilité de métaux potentiellement toxiques pour la plante (aluminium) et favorise le développement de microorganismes qui minéralisent les nutriments exploités par les végétaux.

L'apport de matières fertilisantes se fait en exploitant la matière organique d'une autre partie du territoire (qui se retrouve appauvrie par ce fait), ce que les agronomes qualifient de « transfert de fertilité » (Sigaut, 1992, p. 398). Les transferts de fertilités sont historiquement pratiqués de deux façons (Sigaut, 1992, p. 398) : par une agriculture itinérante où les champs sont déplacés sur des espaces permettant d'exploiter la matière organique accumulée depuis des dizaines d'années (essartage, écobuage) (Menbrivès *et al.*, 2019, p. 124-126), ou bien par l'apport de matières fertilisantes (excréments, fumier, végétaux…) sur des champs fixés. Dans le sens commun, la jachère, en tant que friche herbeuse installée entre deux cultures successives, est souvent considérée comme servant à renouveler la fertilité des sols, au même titre qu'une friche longue. Cependant, ce rôle intervient non pas par l'existence même de la jachère, mais par le travail qui lui est appliqué : apport de fumier, parcage mobile et labour pour enfouir les épandages, décompacter le sol et détruire la végétation concurrente (Mazoyer et Roudart, 1997, p. 234 ; Morlon et Sigaut, 2008). Le renouvèlement de la fertilité par un transfert vertical opéré par les végétaux qui puisent des nutriments profondément dans le sol se réalise surtout sur le long terme, avec le développement de végétaux pérennes, dans le cadre d'une agriculture itinérante.

Les surfaces cultivées ne peuvent occuper qu'une part réduite du territoire nécessaire pour garantir une stabilité du système agropastoral (Sigaut, 1992, p. 399). « De véritables oppositions » sont ainsi conçues entre les zones appauvries et les zones enrichies (Sebillotte, 1992, p. 120). Ces espaces peuvent se rapporter aux notions antiques d'*« ager »*, les terres cultivées, et de « *saltus »*, l'espace périphérique parcouru par le bétail (Mazoyer et Roudart, 1997, p. 218)[1]. Les espaces incultes, d'où sont tirées les matières organiques fertilisantes, sont composés de multiples milieux : friches, pâturages, landes, boisements, entretien des chemins et fossés… (Mazoyer et Roudart, 1997, p. 58). Si la part des surfaces cultivées est importante dans le territoire exploité, le transfert de fertilité est dilué et ne peut être que faible. Dans un système intensif qui réduit l'emprise des

[1] Un troisième espace rural existe, forestier et de friche, nommé « *silva »* et se différencie du *saltus,* car ce n'est pas un espace de parcours du bétail.

surfaces cultivées (ou qui possède un *saltus* étendu), l'apport de fertilisants peut être plus concentré, sous réserve d'un investissement conséquent dans le travail (transport).

Le recours aux animaux domestiques comme intermédiaires du transfert de fertilité est la pratique la mieux documentée et la plus pratiquée avant l'apparition d'engrais minéraux de synthèse. Les agriculteurs doivent articuler les besoins de nourrissage des animaux et les besoins de fertilisation des champs pour exploiter aux mieux les espaces et permettre la collecte des déjections. Nous pouvons distinguer quatre manières de gérer l'alimentation du bétail, qui ont chacune leurs conséquences sur l'organisation des tâches de fertilisation des sols.

i) Si le bétail demeure uniquement sur le *saltus* pour pâturer, les déjections sont difficilement récupérables pour les champs. Ces matières rapidement minéralisées profitent plutôt à la flore des pâturages.

ii) Si le bétail est mis à pâturer sur les jachères, en se nourrissant des éteules (chaumes subsistant après la moisson) et de la repousse des végétaux adventices entre deux labours, les animaux assimilent une part des nutriments et peu d'entre eux sont restitués au sol, causant un appauvrissement progressif de leur fertilité.

iii) Des allers-retours entre l'*ager* et le *saltus* sont donc nécessaires et peuvent se concrétiser par plusieurs déplacements quotidiens du troupeau entre les temps d'alimentation et ceux de repos sur les jachères où les animaux peuvent déféquer. Cette pratique de fertilisation est nommée « parcage (mobile) ». Le transfert de fertilité est forcément imparfait, car une part non négligeable des éléments nutritifs est perdue entre le *saltus* et l'*ager*, par la quantité de nutriments assimilée par les animaux et les quelques déjections dispersées dans les espaces de pâturage et les chemins durant le déplacement du troupeau. Une petite partie des végétaux consommés sur la jachère durant le repos est aussi renvoyée vers le *saltus* (Mazoyer et Roudart, 1997, p. 234). Cette technique demande d'organiser le travail autour du gardiennage et du déplacement des troupeaux, en mobilisant de la main-d'œuvre spécialisée sur ces seules tâches.

iv) Si les agriculteurs développent la production de fourrage, via des prairies de fauche (artificielles) ou par la récolte de végétaux issus du *saltus*, et le servent au bétail parqué sur la jachère ou placé en stabulation à proximité de l'habitat (dans un enclos ou une étable), le transfert de fertilité est plus efficace. En effet, la majorité des déjections peut alors être récupérée mêlée à de la litière, sous forme de fumier (Mazoyer et Roudart, 1997, p. 262-263). Le fumier peut être facilement stocké et utilisé au moment le plus convenable pour le calendrier des agriculteurs. Cette technique

d'élevage nécessite le développement de solutions de transports de grandes quantités de matières, pour l'affourragement et le déplacement du fumier de l'habitat vers les champs.

D'autres matières peuvent être exploitées pour assurer le transfert de fertilité, comme les végétaux récoltés sur le *saltus* ou durant l'entretien des chemins, des fossés et des haies, puis compostées et épandues. Les cendres des foyers et les excréments humains issus des latrines sont aussi employés. Les amendements minéraux nécessitent des moyens de transport importants et devaient être relativement limités avant la mécanisation de l'agriculture (Mazoyer et Roudart, 1997, p. 356).

La gestion de la fertilité par les agriculteurs est un processus dynamique. Les rendements sont affectés par l'état du sol après les cultures précédentes et les effets positifs ou négatifs se cumulent dans le temps (Sebillotte, 1992, p. 120). La fertilité n'est donc pas un paramètre absolu et dépend de la fonction que les agriculteurs attribuent à un milieu (en choisissant telle ou telle culture) et des moyens humains et techniques qu'ils y investissent (Sebillotte, 1993, p. 130).

L'économie agraire du second âge du Fer et de la période romaine

Tout système agraire mobilise le concept de fertilité des sols et c'est par ce prisme que nous avons choisi d'étudier la vie rurale du second âge du Fer et de la période romaine dans la moitié nord de la France. Pour mener à bien cette démarche, nous débutons par la présentation des principales caractéristiques connues des systèmes de production de ces sociétés.

Au nord de la Loire, de la côte atlantique à la vallée du Rhin, le développement de l'archéologie préventive depuis les années 1980-1990, assorti de celui des études bioarchéologiques a permis de renouveler et d'approfondir les connaissances sur l'économie rurale. Les campagnes du second âge du Fer (durant les cinq derniers siècles avant notre ère) et de la période romaine (du tournant de notre ère jusqu'au Ve siècle) sont désormais particulièrement bien étudiées de ce point de vue.

L'occupation du territoire

Les études paléoenvironnementales portant sur le second âge du Fer montrent qu'à l'échelle globale, les massifs forestiers ont largement reculé au profit des espaces anthropiques et des activités agricoles (Blancquaert *et al.*, 2012), en accélérant la dynamique déjà observée depuis l'âge

du Bronze (Gautier *et al.*, 2018). La déforestation a marqué deux étapes : au IVe siècle avant notre ère (recul des ripisylves, de la chênaie-hêtraie et des essences héliophiles) et au Ier siècle avant notre ère (recul des ripisylves et des essences héliophiles), qui correspondent, avec un retard chronologique, aux pics d'occupation du territoire (Malrain *et al.* [éd.], 2013). Les pollens de céréales restent assez discrets, mais les plantes des prairies (pollens et restes carpologiques, Zech-Matterne et Brun, 2016, p. 633), montrent une réelle croissance de ce milieu attestant la transformation des paysages au profit du développement des sociétés rurales.

L'occupation du sol du second âge du Fer est héritée d'une trame souvent mise en place dès l'âge du Bronze et parfois dès le Néolithique (Besnard-Vauterin *et al.*, 2016). Les habitats en enclos fossoyé sont apparus dans l'Ouest dès le VIe siècle avant notre ère et se sont généralisés à l'ensemble du territoire celtique à partir du IIIe siècle et ont perduré à la période romaine (Bertrand *et al.* [éd.], 2009 ; Malrain *et al.* [éd.], 2013). La forme des enclos et l'amplitude des fossés varient selon les régions, mais sont de éléments architecturaux omniprésents, sauf en Lorraine où les établissements ouverts sont restés la norme et en Champagne-Ardenne où les deux types d'aménagements sont présents. L'installation des enclos marque physiquement le paysage et pourrait témoigner d'une volonté de pérennité de l'habitat (Malrain *et al.*, 2018). D'après F. Malrain, cette appropriation de l'espace, ainsi que plusieurs autres indices (installation des enclos funéraires en bordure de parcelles ou à proximité des voies, « essaimage » des habitats à partir d'un foyer originel, en conservant une trame commune), pourraient refléter la mise en place de propriétés (Malrain *et al.*, 2018 ; Malrain et Lorho, 2018 ; Malrain, 2020). Même si les habitats n'ont été occupés le plus souvent que durant quelques dizaines d'années à un siècle (sauf en Bretagne où les occupations durent plusieurs siècles) (Malrain *et al.* [éd.], 2013), l'exploitation du territoire s'est faite dans la durée avec la création de nouveaux habitats à proximité de l'établissement « mère », au rythme des générations successives. En parallèle, les terrains exploités pour l'agriculture ont aussi été matérialisés par des espaces enclos, qui se sont progressivement étendus. Les différentes grappes d'établissements étaient connectées par des chemins majeurs et secondaires. Dans la plupart des régions, il est courant qu'un ou deux établissements présentent un faciès témoignant d'un important statut social, indiqué par la richesse de son mobilier, la présence de monnaies, ou l'acquisition de biens de commerce. Les inégalités entre les établissements pourraient relever de relations de dépendance, avec le prélèvement d'une partie des productions des établissements du domaine lui offrant les moyens de sa puissance économique.

Cette organisation sociale se concrétise par un important développement du nombre d'établissements (Malrain *et al.* [éd.], 2013), d'abord au Ve siècle avant notre ère, suivi d'une déprise

avant une forte augmentation qui a débuté au IIIe siècle et a abouti à un pic deux fois plus important que le précédent à la fin du IIe siècle avant notre ère. Avec l'augmentation du nombre d'habitats, l'ensemble des milieux sont occupés et les cordons littoraux, auparavant délaissés sont exploités (ils sont particulièrement bien documentés sur la côte picarde). À partir de ce moment, le développement des *oppida* marque une transformation dans l'occupation du territoire et entraine une chute du nombre d'établissements ruraux. Ces agglomérations ont alors concentré les élites, les artisans et les commerçants, en captant une part substantielle de la population, en préfigurant l'essor de l'urbanité romaine (Buchsenschutz, 2018). L'impact de la guerre césarienne sur l'occupation du territoire n'est pas encore bien défini. Le nombre d'établissements a diminué à ce moment-là, mais un certain nombre ont aussi été nouvellement construits (Malrain et Lorho, 2018, p. 483). Parmi les grappes de plusieurs établissements qui maillaient le territoire, la majorité est abandonnée et les quelques qui ont subsisté ont été la base du réseau producteur du début de la période romaine (Malrain et Lorho, 2018, p. 482).

Les évolutions des campagnes romaines poursuivent celles du second âge du Fer et ne présentent pas de réelles ruptures entre les deux périodes. Les plus grosses transformations ont eu lieu aux abords du *limes* rhénan, hors du cadre de cette thèse, afin d'y développer la production et approvisionner les armées (Reddé, 2018a). Ailleurs, très peu de nouvelles terres ont été mises en exploitation après la conquête, car la plupart étaient déjà occupées durant le second âge du Fer. On peut toutefois noter quelques efforts qui ont été fournis pour valoriser des espaces précédemment plus marginaux, comme les zones humides et les versants de montagnes. Une des mutations majeures de l'organisation sociale et économique se trouve dans l'essor de l'urbanité sous l'impulsion de l'administration romaine (Van Andringa, 2015), qui a redéfini les réseaux et les marchés (Reddé *et al.*, 2018).

Le faciès entièrement romanisé des habitats ruraux n'est observé qu'à partir de la fin du IIe siècle de notre ère (Reddé, 2018c, p. 514). Certains grands établissements du second âge du Fer ont pu préfigurer les *villae* romaines (Fichtl, 2009), même si la filiation n'est pas établie de manière directe (Reddé, 2018a, p. 499). Ces *villae* sont caractérisées par leur architecture et par le mobilier reflétant la richesse des propriétaires, mais ne présuppose rien quant à la place de l'établissement dans le système de production (Reddé, 2017). Elles côtoient d'autres établissements ruraux avec une architecture moins monumentale et qui maillent le territoire. Les régions à *villae* ne témoignent pas forcément d'une plus forte puissance économique. Par exemple, les exploitations de la Plaine de France (nord-est de l'Ile-de-France), centre de production important des blés nus fortement valorisés, ne sont composées que d'établissements modestes (Ouzoulias et Van Ossel, 2009). À l'inverse, en Lorraine, les établissements de haut statut sont abondants. À la fin de l'Antiquité, une

déprise dans l'occupation du territoire est observée, en relation avec les invasions du IIIe siècle, même si le recul du nombre d'habitats ne s'est pas produit à la même intensité dans toutes les régions (par exemple, la Plaine de France reste très dynamique) (Reddé [éd.], 2018, p. 653).

Les productions agricoles

Plusieurs travaux de synthèse des données carpologiques réalisés depuis une dizaine d'années ont permis d'accroitre nettement la connaissance des pratiques agricoles et des espèces cultivées durant le second âge du Fer et la période romaine dans le nord des Gaules (Zech-Matterne *et al.*, 2009, 2013, 2014b, 2017a, 2017b ; Pradat, 2010 ; Derreumaux, 2012 ; Toulemonde, 2013 ; Bouby *et al.*, 2017 ; Neveu, 2017 ; Toulemonde *et al.*, 2017a, 2017b ; Lepetz et Zech-Matterne, 2018 ; Neveu *et al.*, 2021).

L'agriculture du premier et du début du second âge du Fer était basée sur une grande diversité végétale. À partir du IVe siècle, les établissements se sont spécialisés sur la culture d'une ou deux céréales, sans que le spectre des plantes cultivées ai vraiment été réduit. Les espèces les moins productives ont été reléguées à une place minoritaire dans les systèmes de culture. L'orge vêtue et le blé amidonnier ont alors formé des cultures communes à l'ensemble des Gaules pour les siècles suivants, situation nuancée par des déclinaisons régionales. En Bretagne, les cultures restent plus longtemps diversifiées. En Plaine de Caen, l'avoine et les légumineuses sont plus abondamment cultivées qu'ailleurs. Dans l'Est, le système de culture associe orge vêtue et épeautre. En Picardie, l'épeautre occupe aussi une place importante aux côtés de l'orge vêtue et de l'amidonnier. Dans la Beauce, les blés nus ont été beaucoup cultivés très tôt. Le centre des cultures des blés nus s'est déplacé vers l'Ile-de-France au IIe siècle avant notre ère, avant que ces espèces ne prennent leur essor à partir du Ier siècle avant notre ère et que leur aire de culture ne s'étende de la Beauce à la Picardie du Ier au IIIe siècle de notre ère. Ces cultures se sont ensuite rétractées en Ile-de-France et en Champagne crayeuse au IVe siècle de notre ère. Dans les régions à blés nus, les légumineuses, qui étaient jusque-là rares, sont de plus en plus cultivées à partir du IIe siècle de notre ère. La culture des blés nus s'est faite au détriment de l'orge et de l'amidonnier. À la période romaine, l'amidonnier a régressé et a laissé plus de place à l'épeautre. En choisissant ces espèces, les agriculteurs se sont tournés vers des céréales performantes, permettant de dégager des surplus. Les variations géographiques dans les cultures semblent globalement adaptées aux types de sols rencontrés : les sols fertiles d'Ile-de-France se prêtent bien à la culture des blés nus, tandis que l'orge vêtue et l'épeautre sont bien adaptés aux sols difficiles à valoriser de l'Est. La céréaliculture évolue graduellement sans rupture et les transformations majeures dans les pratiques agricoles et alimentaires avec la romanisation des sociétés sont surtout à placer dans l'adoption de la

fruiticulture (Zech-Matterne, 2010 ; Zech-Matterne *et al.*, 2017a) et dans la mise à profit des propriétés panifiables de certains blés nus et de l'épeautre pour développer la boulangerie (Reddé [éd], 2018).

Les études de la flore adventice nous renseignent sur les conditions de croissances des plantes dans les champs et permettent de définir les pratiques culturales. Elles ont été réalisées à l'échelle régionale pour le territoire qui nous concerne, en particulier pour le Bassin parisien (Ile-de-France, Picardie, Champagne crayeuse) (Zech-Matterne et Brun, 2016 ; Zech-Matterne et al., 2017b). Les régions ouest (Massif armoricain, Plaine de Caen) sont un peu moins documentées (Neveu *et al.*, 2021). Les études montrent qu'à la transition du premier et du second âge du Fer, les champs étaient localisés sur des sols riches en nutriments. Ils pouvaient être désherbés, mais la présence prépondérante de plantes annuelles indique que les sols n'étaient pas fortement perturbés. Au cours du second âge du Fer, les assemblages carpologiques ont enregistré la transformation de l'agriculture et la même tendance s'est poursuivie à la période romaine. La texture et la fertilité des sols se sont diversifiées, reflétant l'exploitation d'une variété des sols qui ne sont plus tous entretenus par l'apport de fumure. Ces caractéristiques sont synchrones avec les signaux palynologiques de déforestation (Blancquaert *et al.*, 2012) et les changements dans la localisation topographique des habitats, qui ont commencé à être installés sur les plateaux et non plus uniquement dans les fonds de vallées à la fin du IVe siècle avant notre ère (Malrain *et al.*, 2015). Ces nouveaux terrains traduisent l'augmentation des surfaces exploitées. En parallèle de l'adoption des monocultures de céréales, ces mutations marquent la volonté d'augmenter le volume des productions agricoles par un régime plus extensif.

Trois autres évolutions sont perçues dans la composition des spectres de flore adventices. Au début de la séquence, les semis étaient réalisés majoritairement au printemps, puis ont évolué vers une part plus équilibrée avec des semis d'automne. La vernalisation des céréales (passage de l'hiver à l'état végétatif) permet un meilleur développement racinaire et un tallage plus important des plants de céréales, augmentant le nombre d'épis et donc le rendement d'un champ. Cela s'accorde avec le mode de cultures actuel des blés nus. Les cultures de printemps ont regagné en importance durant l'Antiquité tardive, probablement liées à la croissance des cultures de légumineuses. Par ailleurs, le cortège d'adventices contient relativement plus de plantes traduisant une perturbation fréquente du sol due à la mise en place de rotations avec jachère régulièrement labourées à l'araire. La flore prairiale a aussi pris une place de plus en plus importante, reflétant le développement de l'élevage et de l'amélioration de l'alimentation du bétail, qui s'est répercuté dans la taille des animaux (Duval et Clavel, 2018). Le développement de la métallurgie du fer (Berranger *et al.*, 2017) et l'augmentation de sa qualité ont permis l'utilisation d'un outillage efficace qui a facilité

le travail des champs et augmenté la productivité (Nillesse, 2009). Le nombre d'outils inventorié sur les sites du second âge du Fer et de la période romaine s'accroit : les araires ont permis un travail du sol qui a favorisé les rendements et les faux ont rendu possibles l'accumulation de fourrage et le développement du bétail. Plusieurs formes d'araires sont connues et correspondent probablement à des adaptations aux différents types de sols. De nombreuses fermes étaient équipées de forges, attestant du besoin incessant d'entretenir ou de renouveler les outils (Malrain *et al.*, 2018). L'outillage a gardé la même forme à la période romaine, mis à part quelques spécialisations pour la fruiticulture.

Chaque établissement est équipé de structures de stockage pour leurs productions agricoles (grenier et silos principalement, caves en Plaine de Caen et souterrains en Bretagne) (Zech-Matterne *et al.*, 2020). Certains sites se démarquent par le nombre de structures dépassant largement les besoins des habitants (Gransar, 2002). Ces sites modestes ou aristocratiques centralisent les productions de plusieurs établissements, mais dans un but inconnu. Il pourrait autant s'agir de mise à l'abri collective ou sous l'autorité d'une aristocratie de prélèvements spéculatifs permettant le commerce. Durant l'Antiquité, les greniers et les *horrea* de grande capacité (Ferdière, 2015a), ainsi que plusieurs témoignages épigraphiques et littéraires, montrent que les céréales étaient échangées sur des distances relativement grandes (200-250 km), pour approvisionner les armées et les villes (Reddé *et al.*, 2018). La présence de semences de Myagre perfolié *(Myagrum perfoliatum)*, une espèce de la moitié sud de la France, au sein des stocks de céréales du nord de la Gaule, atteste de l'importation de récoltes à longue distance, via le couloir rhodanien (Zech-Matterne *et al.*, 2014b). Le développement de la meunerie (moulins de type pompéien dans les villes, et apparition précoce des moulins hydrauliques), en parallèle de l'essor des blés nus, traduit un changement dans les pratiques alimentaires (boulangerie) et dans l'échelle de la production de farine.

Pour conclure, on observe une évolution progressive des systèmes agropastoraux, sans rupture notable depuis le début du second âge du Fer à la fin de la période romaine, liée aux transformations sociales visibles dans l'occupation du territoire. La mise en réseau des fermes et le développement d'outils ont permis aux établissements de réaliser des productions excédentaires, participant au développement économique des sociétés du second âge du Fer (Malrain et Lorho, 2018). Les véritables changements de la période romaine se trouvent probablement dans le développement des réseaux d'échange à longue distance et l'interconnexion des différentes régions des Gaules, en particulier l'alimentation du *limes* (Reddé [éd.], 2018). Les systèmes agraires se sont spécialisés durant le second âge du Fer afin d'augmenter les productions agricoles en s'adaptant

aux situations régionales. À la fin de l'âge du Fer et à la période romaine on ne cherchait plus à produire plus, mais à produire mieux, en optimisant les moyens de production (Lepetz et Zech-Matterne, 2018). L'amélioration de l'outillage et l'extensification du système agraire ont permis d'augmenter la productivité. Cette réorganisation du travail libère de la main-d'œuvre pour d'autres activités et pourrait être à l'origine du phénomène urbain dont l'essor n'a pu se réaliser que grâce à la productivité des campagnes.

Notre contribution à l'étude de la gestion de la fertilité par les agriculteurs gaulois

Les transformations de l'économie durant le second âge du Fer puis avec la mise en place de l'administration romaine, vues ci-dessus, ont été accomplies par l'augmentation des productions agricoles. Dans cette thèse, nous avons investigué la question de la fertilité des sols en nous concentrant sur un aspect restreint : l'apport de matières organiques, pistées par des marqueurs biogéochimiques. L'analyse de ces marqueurs dans des grains de céréales archéologiques permet de décrire les traitements culturaux à l'échelle d'une récolte et nous offre un bon outil pour étudier les pratiques agricoles avec une haute résolution.

Nous cherchons à observer l'intensité du recours aux fertilisants et ses variations spatiales et chronologiques. Les pratiques de fertilisation ne sont pas obligatoirement uniformes d'une région à l'autre, d'un site à l'autre, d'une espèce à l'autre. Elles sont en partie contraintes par les paramètres naturels, mais relèvent aussi d'une logique de groupe humain ou de propriétaire. Les sites archéologiques mobilisés sont étudiés à plusieurs échelles : intraoccupation pour observer les variations locales, régionale pour comparer différents espaces géographiques et à un niveau global pour appréhender les évolutions sur le temps long. Les espèces cultivées occupent des places différentes dans le système de production et nous avons voulu évaluer si les agriculteurs leur appliquaient des traitements différenciés.

Pour répondre à ces questions, nous avons organisé cette thèse en huit chapitres. Dans une première partie, nous résumerons l'état des connaissances sur les pratiques de fertilisation durant l'Antiquité (Chapitre 1). Nous verrons ensuite comment l'étude de la composition isotopique (en azote et en carbone) et en éléments traces (arsenic) des plantes reflète leurs conditions de croissance et peut nous renseigner sur l'emploi de fertilisants épandus dans les champs (fumier et compost d'algues) (Chapitre 2). Le corpus mobilisé et les méthodes d'analyses sont ensuite présentés (Chapitres 3 et 4), ainsi que les résultats qui seront exposés succinctement (Chapitre 5), et donnés

plus complètement en annexes à la fin du manuscrit. Leur interprétation est scindée en trois chapitres de discussion : quelques questions d'ordre méthodologique sont abordées pour évaluer la qualité des résultats (Chapitre 6), puis pour fournir un cadre de référence (Chapitre 7), avant de finalement explorer les pratiques des agriculteurs gaulois (Chapitre 8).

CHAPITRE 1 : ÉTAT DE L'ART, LA QUESTION HISTORIQUE DE LA FERTILISATION

L'intérêt pour le sujet de la fertilisation des champs a grandi ces dernières années. L'étude de l'économie rurale, des systèmes agropastoraux et de leurs conditions de production amène à évoquer les techniques garantissant leur stabilité et leur développement.

Cet intérêt se concrétise par plusieurs initiatives d'échanges collectifs. On peut citer l'ouvrage édité par R. Jones *« Manure Matters: Historical, Archaeological and Ethnographic Perspectives »* qui agrège plusieurs textes multidisciplinaires promouvant l'étude de la fertilisation, en montrant son rôle essentiel dans les économies agraires du Néolithique à nos jours et dans différentes régions du monde (Jones [éd.], 2012). La contribution de A. Bogaard démontre, grâce au croisement de multiples sources archéologiques, la gestion active de la fertilité des sols durant le Néolithique européen (Bogaard, 2012). La table ronde *« Améliorer et maintenir la fertilité des espaces cultivés, du Néolithique à l'actuel, en Europe du Nord-Ouest »* (15 mai 2014, MNHN, org. V. Materne, M. Balasse et S. Lepetz), organisée dans le cadre du programme ERC advanced grants RurLand *« Rural Landscape in north-eastern Roman Gaul »* (2014-2018, dir. M. Reddé, EPHE) a offert un espace pour confronter différentes approches historiques, archéologiques et agronomiques, en mettant l'accent sur les méthodes pédologiques et biogéochimiques (Zech-Matterne *et al.*, 2014a).

Ces différentes méthodes ont été largement employées pour attester la pratique de la fertilisation, et particulièrement l'usage de fumier, dans plusieurs sociétés agropastorales d'Europe. Dans un ouvrage mettant en perspectives connaissances archéologiques et questionnements sociaux et technologiques actuels (Balasse et Dillmann [éd.], 2017), Aguilera *et al.* en ont décrit un état de l'art depuis le Néolithique, en évoquant particulièrement l'étude des biomarqueurs moléculaires conservés dans les paléosols (Aguilera *et al.*, 2017, p. 56-60). Dans ce chapitre, nous

nous limiterons à évoquer les avancées sur l'étude de la fertilisation des champs dans le nord de la France durant le second âge du Fer et la période romaine.

1.1. La gestion de la fertilité des sols dans les sources littéraires

Dans sa préface à la publication de la thèse de V. Matterne au début des années 2000, O. Buchsenschutz rappelle qu'avant le développement de l'archéologie rurale adossé à l'archéologie de sauvetage et préventive et à l'essor d'outils tels que l'archéozoologie et la carpologie, « dans les décennies précédentes, les connaissances [sur le monde rural antique] s'appuyaient essentiellement sur les textes latins […], ce qui n'était déjà pas si mal » (Buchsenschutz, 2001, p. 5). L'importance des sources écrites antiques (Boissinot et Brochier, 1997, p. 35) n'a depuis pas décliné chez les archéologues et leur citation est presque un incontournable à tout travail portant sur les pratiques culturales et la fertilisation (pré)historiques (par exemple, Comet, 1992, p. 6-9 ; Ouzoulias, 2006, p. 183-190 ; Jones [éd.], 2012, p. 5-8 ; Poirier et Nuninger, 2012, p. 17-20 ; Aguilera *et al.*, 2017, p. 54-55 ; Lepetz et Zech-Matterne, 2018, p. 391-393 ; Reddé, 2018, p. 316-317).

Il est vrai que les « Agronomes latins » ou *« scriptores rei rusticae »* (Caton, Varron, Columelle et Palladius) et d'autres auteurs (Pline l'Ancien et Virgile) ont largement abordé la question de la fertilisation des sols dans leurs textes, dans l'objectif d'augmenter le rendement des cultures des domaines de leur auditoire. Ces textes s'étalent sur une grande période chronologique (du IIe siècle avant notre ère au Ve siècle de notre ère) : leur contenu s'inscrit dans le contexte social et politique de leur rédaction et ils reflètent les évolutions de l'économie rurale tout au long de l'histoire romaine. Nous présenterons d'abord quelques éléments de contexte avant d'explorer les recommandations des Agronomes à propos des techniques de fertilisation.

Tous les auteurs antiques de traités agronomiques appartiennent à l'aristocratie romaine et provinciale. Certains d'entre eux les rédigent en marge de leurs fonctions dirigeantes (Caton, Varron, Pline), tandis que d'autres se retirent ou sont écartés de la vie publique et se concentrent sur la tenue de leurs domaines (Columelle, Palladius) (Zannier, 2007, p. 86). Contrairement à des auteurs comme Vitruve, les Agronomes ne sont pas considérés comme des « techniciens », c'est-à-dire des professionnels de leur art *« ars »*, mais plutôt comme des conseillers, des aristocrates, habiles dans la gestion des grandes propriétés rurales, attachant des considérations idéologiques et morales à la vie rurale et au développement économique (Zannier, 2007, p. 87-89). Ils ont cependant vocation à une scientificité des savoirs agronomiques (Blandenet, 2009, p. 17-18), établie

sur « des connaissances empiriques fondées sur l'expérience et la tradition, qui convergent parfois avec les constatations des agronomes contemporains. » (Fruyt, 2014, p. 28).

Ce sont des sources incontournables pour comprendre l'économie et les techniques agricoles antiques et les archéologues puisent régulièrement dans ces textes, le plus souvent pour identifier des structures archéologiques ou des équipements agraires (Massendari, 2007 ; Ferdière, 2017 ; Leveau, 2017 ; Huitorel, 2018), mais aussi pour traiter des pratiques agropastorales. Comme il est souvent souligné, l'utilisation de sources historiques latines pour éclairer des faits archéologiques dans le cadre de l'archéologie des Gaules doit se faire avec prudence.

La première des limites est le peu de mentions des territoires gaulois, *a fortiori* en dehors de la Narbonnaise. La majorité des descriptions portent sur la Péninsule italique, et surtout l'Italie centrale. Ainsi, les faits archéologiques des Gaules sont comparés à des données littéraires italiques et l'on peut aisément comprendre que les distances géographiques et historiques s'ajoutent aux différences d'approche méthodologique entre ces deux types de sources (textuelles et matérielles).

Les ouvrages se placent dans une économie méditerranéenne, en s'étendant surtout sur les productions les plus valorisées, à savoir la vigne, l'olivier et le jardin (Foucher, 1957, p. 45). La céréaliculture, qui est la base de l'économie agraire des régions septentrionales des Gaules, est relativement moins évoquée par les Agronomes. Les conditions climatiques et géologiques entre ces régions diffèrent et n'offrent pas les mêmes potentialités de développement aux cultures. Ces facteur environnementaux et historiques interagissent et compliquent les comparaisons entre Gaule et Italie antiques.

Comme nous l'avons mentionné ci-dessus, les Agronomes sont des membres de l'aristocratie et traitent presqu'exclusivement des très grands domaines. Les autres formes d'exploitations rurales ne sont pas évoquées et les différences qui peuvent intervenir dans leur gestion ne sont pas évoquées. L'archéologie préventive nous montre une grande diversité dans la forme et la taille de l'habitat d'époque romaine en France (Leveau *et al.*, 2010), et seules les méthodes de l'archéologie peuvent nous informer sur les relations et le fonctionnement de ces différents espaces.

Une autre critique régulièrement formulée est celle de la traduction difficile de certains termes latins ainsi que du caractère généraliste des prescriptions des Agronomes, qui rendent peu aisé le transfert vers des observations archéologiques. Dans notre cas, les mentions de fertilisation ne sont pas si limitées (Cordier, 2003b) et offrent même certains détails qui méritent d'être explorés.

Concernant la chronologie, la publication de ces textes se concentre durant la fin de la période républicaine et le premier siècle de l'Empire. Un hiatus de quatre siècles sépare ce groupe

du texte de Palladius, à la fin de l'Antiquité. Néanmoins, les descriptions concernant la gestion de la fertilité restent très cohérentes. Cette unité des écrits est en partie due à leur intertextualité. Alors que les nombreuses citations et plagiats d'un texte à l'autre jouent leur rôle de légitimation du discours (Zannier, 2007, p. 71), ils peuvent aussi servir à critiquer des idées irrationnelles et à apporter des contre-arguments pour défendre une nouvelle vision des choses (Blandenet, 2009, p. 13). L'accord entre les auteurs n'est donc pas seulement le fruit d'un suivisme des Anciens, mais semble indiquer que leur vision de la fertilité des sols est une conception largement partagée et nous permet d'utiliser ces sources comme un même ensemble.

En gardant à l'esprit les précautions que nous venons d'énoncer, les traités des Agronomes sont souvent utilisés comme témoignages des connaissances techniques liées à la fertilisation des terrains cultivés durant l'Antiquité. La question de la fertilité des sols est primordiale pour ces auteurs, qui avaient une connaissance poussée des besoins des cultures. Dans les chapitres décrivant le choix d'un domaine et les caractéristiques que celui-ci doit posséder, ils s'intéressent aux aspects permettant une bonne qualité des productions et un bon rendement, à savoir la fertilité *(« fecunditas »)* (Palladius, *Op. agr.*, I, 5, 1) ou qualité « grasse » de la terre *(« pingui*s ») (Fruyt, 2014, p. 41-43).

Columelle explique au début du livre II les principes généraux de la fertilité des sols cultivés. Il fait part de l'opinion courante qui évoque l'épuisement d'une terre cultivée sur le très long terme. La première technique évoquée pour restaurer la fertilité d'un sol est l'abandon de la parcelle et sa mise en friche durant un certain temps avant de la remettre en culture. Cette pause permet de retrouver une certaine productivité, avant que celle-ci ne décroisse à nouveau. Pour lui, le retour à la friche permet une production de biomasse « naturelle » – feuilles et herbes – qui, en tombant au sol, fournissent un humus « engraissant ». Le défrichage et le travail du sol répété pour les cultures causent la perte de la matière organique et stoppent le renouvellement de la fertilité (Columelle, *De re rus.* II, 1). Les terres sans humus doivent d'ailleurs être évitées pour l'installation d'un champ (Palladius, *Op. agr.*, I, 5, 1). Columelle affirme que la « fatigue » de la terre n'est pas une fatalité, mais peut être compensée par un apport régulier d'engrais (Columelle, *De re rus.* II, 1). Cet usage est, de plus, gage de bons rendements (Columelle, *De re rus.* XI, 3, 24) et garantit d'avantageux revenus au propriétaire (Columelle, *De re rus.* II, 2). Pline est même catégorique, la fertilisation est indispensable :

> Pline, Naturalis Historiæ, XVIII, 53 : *« Hoc tantum enim in confesso est nisi stercorato seri non opertere. »*
> « La seule chose que tout le monde sache, c'est qu'il ne faut semer que dans une terre fumée. »

La fertilité des sols « maigres, qui produisent peu » *(ieiunus, macies, gracili)* ou qui sont épuisés pouvait être améliorée grâce à différentes matières :

> Columelle, De re rus., X, 1, 81-85 : *« Rudere tum pingui, solido uel stercore aselli, armentiue fimo saturet ieiunia terrae ipse ferens holitor diruptos pondere qualos, pabula nec pudeat fisso praebere nouali immundis quaecumque uomit latrina cloacis. »*
> « Il faut que la terre affamée soit rassasiée de marne grasse, ou de ferme crottin d'âne, ou de fumier de gros bétail, par le jardinier portant lui-même des corbeilles rompues par leur charge ; qu'il n'ait pas honte de donner en pâture à la terre nouvellement labourée tout ce que les latrines vomissent par leurs immondes égouts. »

Dans cet extrait, Columelle associe une matière minérale à plusieurs matières organiques (fumiers animaux et humains) au même rôle d'élément fertilisant pour les champs. Comme nous l'avons vu en introduction, les agronomes actuels différencient des amendements qui agissent plus sur la structure physique du sol, tels que la marne, des engrais qui apportent des nutriments aux cultures (les fumiers animaux et humains). Ces notions ne sont pas différenciées durant l'Antiquité, car toutes deux participent à la fertilité du sol et au développement des cultures. Lorsqu'ils parlent de fertilisation ou du fait de fertiliser des sols, les Agronomes latins utilisent les termes de *fimum* (fumier) et *stercus* (excréments)[2], *stercoro* (fumer [les terres]) ou encore *pinguesco* (engraisser [les terres]), ainsi que leurs formes dérivées. Dans certains cas, un adjectif est ajouté pour qualifier l'origine du fumier (*pecudes* – de bétail, *columbinus* – de pigeon, *humanus* – humain…), mais la plupart du temps, cette dernière n'est pas mentionnée. Cette absence de détail est peut-être à comprendre dans un sens littéral de « fumier/excréments animaux et humains », mais aussi de manière générale « toute matière fertilisante ».

La plupart des préceptes donnés par les Agronomes sont cohérents avec les savoirs agronomiques actuels, malgré quelques mécompréhensions : certaines pratiques antiques ne font pas intervenir de transfert de fertilité. Par exemple, l'humus produit par la friche et les cendres issues de l'écobuage résultent de la biomasse constituée en place (Columelle, *De re rus.*, III, 11 ; IV, 32 ; Palladius, *Op. agr.*, X, 13 ; Pline, *Nat. Hist.*, XIX, 42 ; Virgile, Georg., I, 84-88). L'exportation de nutriments par les cultures n'est pas restituée et seuls les minéraux déjà présents dans le sol sont mobilisés. Ces techniques rendent facilement disponibles aux cultures les nutriments et permettent d'augmenter les rendements durant les premières années, mais à long terme, les sols doivent nécessairement bénéficier d'un apport d'engrais extérieur. Heureusement, des bribes de cette

[2] Pour une définition de *stercus*, voir Cordier, 2003b, p. 20-21.

notion de transfert de fertilité transparaissent tout au long des ouvrages des Agronomes, et leur arsenal diversifié de techniques de fertilisation assurait la durabilité des systèmes agricoles antiques.

Les traités des Agronomes détaillent beaucoup de gestes techniques liés à la fertilisation des champs et une étude plus poussée serait nécessaire pour évoquer l'ensemble de leurs préceptes.

L'iconographie est une source muette sur le sujet de la fertilisation. Les travaux agricoles sont souvent représentés sur les mosaïques ou les bas-reliefs funéraires (Caillaud, 2013), en particulier la fruiticulture (la vigne), les labours, les semis et les moissons. Seule la mosaïque de Saint-Romain-en-Gal « La Chantrerie » (IIIe siècle de notre-ère) pourrait présenter un « transport de fumier » dans l'un des quarante panneaux du calendrier agricole (Figure 1-1). La description donnée dans le *Recueil général des Mosaïques de la Gaule* est la suivante : « deux paysans vêtus d'un cucullus jaune ocre marron pour celui de gauche, jaune gris et blanc pour celui de droite, transportent un brancard sur lequel est placé un plateau à quatre pieds chargé de fumier rouge-marron » (Stern et Blanchard-Lemée [éd.], 1975). Cette interprétation du contenu du brancard est reprise par de nombreux auteurs. Cependant, le motif a aussi pu être rapproché d'une plaque foyère mobile, découverte dans la ville de Nîmes–*Nemausus* et la couleur rougeâtre du contenu pourrait évoquer le rougeoiement des braises (Bouvier, 2002). Avec l'hypothèse du fumier, la faible capacité de transport est étonnante en regard de la quantité de fertilisants exigée pour un effet satisfaisant. Columelle décrivait le transport de fumier pour les jardins dans des « corbeilles rompues par leur charge » (Columelle, De re rus., X, 1, 81-85). L'emploi de deux travailleurs pour cette tâche avec si peu de matière peut aussi paraitre disproportionné. L'interprétation de « transport de fumier » semble devoir être abandonnée.

Figure 1-1 Tableau III de la mosaïque de Saint-Romain-en-Gal. Photo RMN-Grand Palais (musée d'Archéologie nationale)/Michel Urtado

1.2. Les indices intrasites de la production de fumier

L'architecture des équipements sur les sites archéologiques peut parfois révéler la présence d'espaces destinés à l'élevage et offrant la possibilité de récolter et stocker le fumier. L'attribution fonctionnelle de faits archéologiques est souvent un exercice compliqué qui ne permet pas de dépasser la qualification « d'annexes agricoles » ou de « bâtiments d'exploitations ». De nettes améliorations ont été constatées ces dernières années, matérialisées par la tenue d'un colloque sur l'identification des espaces de travail dans les établissements ruraux antiques : *« Produire, transformer et stocker dans les campagnes des Gaules romaines. Problèmes d'interprétation fonctionnelle et économique des bâtiments d'exploitation et des structures de production agro-pastorale »*, XIe colloque de l'Association d'étude du monde rural gallo-romain (juin 2014, Clermont-Ferrand) (Trément [éd.], 2017). Plusieurs contributions ont mis en évidence des espaces de stabulation et des fosses à fumier, particulièrement grâce au recours aux méthodes de la pédologie et de la géochimie (Adam, 2017 ; Broes *et al.*, 2017 ; De Muylder *et al.*, 2017 ; Garnier, 2017 ; Guicheteau, 2017 ; Lautier, 2017 ; Poitevin *et al.*, 2017 ; Rouppert, 2017 ; Salé, 2017). Les méthodes de la micromorphologie, de l'archéopédologie et des analyses chimiques des sédiments (en particulier l'analyse des phosphates), fréquemment utilisées conjointement pour localiser des espaces ayant reçu des excréments (lors de la stabulation du bétail, du stockage du fumier ou de son épandage), ont pu être présentées à l'occasion de la session *« From microprobe to spatial analysis - Enclosed and buried surfaces as key sources in Archaeology and Pedology »* de la 12e conférence de l'European Association of Archaeologists (septembre 2006, Krakow, Pologne) (Fechner [éd.], 2011). Les approches interdisciplinaires sont aussi décrites par Broes *et al.* (2012).

La carpologie peut, dans certains cas particuliers, être mise à profit pour identifier la présence de déjections et le fonctionnement des espaces. À Épiais-lès-Louvres « La Grande Fosse », des fosses jouxtant une étable du IIIe-IVe siècle de notre ère ont livré des restes carpologiques conservés par minéralisation, causée par les fortes teneurs en minéraux (phosphate de calcium). La composition de l'assemblage montrerait que le fumier, composé de litière végétale et de résidus de fourrage ou de résidus de plantes pâturée retrouvées dans les excréments, était rejeté dans ces fosses, avec d'autres déchets domestiques (Gambier *et al.*, 2012).

La thèse de G. Huitorel, *« L'instrumentum fundi : l'équipement des activités domaniales des établissements ruraux du nord de la Gaule (Ier-IVe ap. J.-C.) »* (2017, Nanterre, dir. P. Van Ossel), a permis de rassembler une partie de la documentation portant sur le nord des Gaules romaines et de recenser 54 bâtiments de stabulation et 9 fosses à fumier dans l'ensemble de la moitié nord des Gaules (Huitorel, 2020).

En concomitance avec les indices de gestion du fumier, les grandes séries carpologiques diachroniques montrent que la culture des légumineuses se développe de deux à trois siècles après l'essor des cultures de blés nus, au moment de leur pic maximal au Haut Empire. Les légumineuses, en puisant l'azote atmosphérique, limitent l'appauvrissement en nutriment des sols. L'hypothèse émise est que l'introduction de cette culture dans les cycles de rotation participe à la gestion de la fertilité des sols et à la stabilité des systèmes agricoles (Zech-Matterne *et al.*, 2014b, 2020).

La contribution des espaces urbains n'est pas en reste quant à la production de matières fertilisantes. Le colloque *« La ville et ses déchets dans le monde romain : rebuts et recyclages »* (septembre 2002, Poitiers) a réuni des historiens et des archéologues pour traiter de la gestion logistique et du rôle économique des déchets dans les villes gauloises et ailleurs dans l'Empire romain (Ballet *et al.*, 2003). L'article *« Le destin urbain du* stercus *et de l'urine »* de P. Cordier détaille l'organisation politique de la récolte des excréments pour alimenter les campagnes environnantes et l'artisanat textile (Cordier, 2003a). A. Bouet a offert une somme exhaustive de l'évolution des latrines urbaines puis rurales dans l'ensemble des Gaules (Bouet, 2009). En lien avec les productions agricoles, ces travaux sont la base de l'hypothèse d'explication du développement de la culture de blés nus durant l'Antiquité tardive dans les environs de Reims–*Durocortorum*, rendu possible par la disponibilité de matières fertilisantes en quantité (Toulemonde *et al.*, 2017a).

Toutes ces études ont surtout bénéficié au développement des connaissances sur les campagnes romaines, mais un tel travail n'a pas encore eu l'occasion d'être produit pour le second âge du Fer. Ce retard est probablement dû aux conditions de conservation dégradées des bâtiments des occupations rurales, ce qui décourage le recours aux analyses chimiques de sols en l'absence d'hypothèses préalables. Par contraste, en Belgique et aux Pays-Bas, la reconnaissance d'espaces de stabulation de cette période est beaucoup plus courante grâce à l'architecture caractéristique des « maisons-étables » (Mathiot, 2012, p. 20). En Gaule, on peut mentionner l'existence d'un bâtiment barrant un corridor d'accès à un enclos, daté de La Tène D, dans l'établissement d'Amiens « ZAC de la Croix de Fer », servant potentiellement à la stabulation du bétail gardé dans un enclos de 6 ha (Gaudefroy, 2016, p. 107). Dans de tels enclos à bétail, des creusements peuvent avoir été aménagés. Lorsqu'ils ne correspondent pas à des mares pour abreuver les animaux, l'hypothèse du curage des déjections a été proposée (Van den Bosche *et al.*, 2009)

1.3. La localisation des épandages de fumier grâce au mobilier hors site

La cartographie du mobilier hors-site, réalisée par des prospections pédestres autour des habitats permet d'appréhender l'emprise des activités humaines sur l'environnement proche. La méthode est développée depuis les années 1980 (Wilkinson, 1982 ; Hayfield, 1987) et est utilisée pour localiser les espaces où le fumier et les déchets domestiques sont épandus pour fertiliser les champs. À l'aide d'exemples ethnographiques (Forbes, 2013), les chercheurs expliquent que les plus petits fragments de céramique se retrouvent rejetés sur les tas de fumier avec les balayures des cours de fermes, tandis que les plus gros tessons sont éliminés dans des dépotoirs du site (Conesa et Poirier, 2019).

Dans une lettre publiée dans la chronique tenue par A. Ferdière, p. Ouzoulias émet quelques réserves quant à l'interprétation de ces épandages de céramiques (Ferdière, 2015b, paragr. 85-92) : Pour les villes, qui produisent de gigantesques quantités de déchets, l'épandage de céramiques pourrait résulter de la fertilisation des champs à proximité de la cité avec les résidus curés dans les latrines (Bouet, 2009). Dans les contextes ruraux, il est plutôt difficile de distinguer un « épandage agraire » d'un site mal conservé dont seuls quelques vestiges subsisteraient dans la couche arable. P. Ouzoulias rappelle que la production de fumier n'est pas universelle et qu'elle est déterminée par le système d'élevage pratiqué, pour lequel le bétail doit stabuler à proximité de l'habitat. Il cite en exemple le « paradoxe » du Sud des Gaules, où les études d'épandage sont les plus nombreuses, alors que les équipements permettant la stabulation y sont plutôt rares.

L'étude du mobilier hors-site s'est développée en France ces dernières années grâce à son intégration dans l'atelier 1 *« La dynamique des finages dans la longue durée »* (Georges-Leroy *et al.*, 2019), du projet ArchaeDyn *« Dynamique spatiale des territoires de la Préhistoire au Moyen Age »* (2005-2020, MSHE, dir. F. Favory et L. Nuniger) (Favory et Nuninger, 2018). À partir d'une approche quantitative, l'atelier visait à modéliser le taux d'anthropisation de l'espace dans le temps, de la Protohistoire à la période contemporaine, et de comparer des « dynamiques agraires » de différentes fenêtres d'études.

Dans les trois fenêtres de la moitié nord de la France (région Centre-Val de Loire), les prospections de 267 à 700 ha ont révélé que la part des surfaces livrant des épandages augmente entre la Protohistoire (10-30 % des surfaces prospectées) et le Haut-Empire (60-80 %). Durant l'Antiquité tardive, les surfaces diminuent, mais les situations sont variables selon la zone étudiée (de 10 % à 60 %). Le nombre de surfaces fertilisées augmente ensuite tout au long du Moyen Âge

jusqu'à atteindre un usage généralisé de la fumure à tous les espaces de culture à la période moderne. Les analyses montrent aussi que les concentrations d'épandages diminuent à mesure que l'on s'éloigne de l'habitat. Ces distances évoluent, passant d'un rayon des épandages de 600-800 m durant la Protohistoire à 1200-1800 m durant l'Antiquité tardive (Poirier, 2014, p. 126-131). La proportion de surfaces fertilisées est à mettre en lien avec la dynamique de l'habitat : durant le second âge du Fer, le nombre d'établissements est important et le territoire exploité par chaque ferme est réduit, tandis qu'à la fin de l'Antiquité, les populations se regroupent dans des grands centres de productions (*villae* ou agglomérations) et les distances aux champs sont plus grandes.

Ces études se confrontent à la limite majeure de la datation des épandages hors site. Les tessons fragmentaires et déconnectés de tout contexte stratigraphique ne permettent qu'une attribution large à des périodes de trois ou quatre siècles. Les prospections n'ont ainsi pas la capacité d'évaluer la contemporanéité ou la durée des épandages et donc l'emprise effective de la fertilisation menée par un établissement.

1.4. Les régimes de cultures par l'écologie des flores adventices

Des méthodes inspirées de l'écologie fonctionnelle ont été appliquées aux assemblages carpologiques pour mieux appréhender certaines pratiques culturales (FIBS, Functionnal Interpretation of Botanical Surveys) (Charles *et al.*, 1997). Les « attributs fonctionnels » ou « traits de vie » sont des caractéristiques morphologiques et phénologiques propres à une espèce (par exemple, période et durée de floraison, type de reproduction, sensibilité aux nutriments). Cette méthode, en s'affranchissant des réserves émises quant à la comparaison directe de spectres taxonomiques et de groupements végétaux actuels, permet de comparer différents écosystèmes. Les pressions de sélection imposées par les différents régimes de culture sélectionnent les plantes les mieux adaptées à s'en accommoder, en fonction de leurs traits de vie (Bogaard, 2004, p. 96). L'écologie des flores adventices renseigne ainsi dans quelles conditions sont entretenues les cultures.

Les études menées sur la France septentrionale, durant le second âge du Fer et la période romaine, se sont intéressées aux types de sols exploités et à l'intensité du travail investi dans les cultures, à savoir les perturbations du sol causées par les labours et les sarclages, la période de semis, la texture et la fertilité du sol (Zech-Matterne et Brun, 2016 ; Neveu, 2017 ; Zech-Matterne *et al.*, 2017b).

Dans les régions du Massif armoricain, de la Plaine de Caen, de Picardie, d'Ile-de-France et de Champagne, plusieurs mutations sont observées. Au début du second âge du Fer, les champs sont localisés sur des sols relativement riches en nutriments. Les cultures sont régulièrement désherbées, mais le sol reste travaillé assez superficiellement. À partir du IVe siècle avant notre ère, les types de sols exploités se diversifient. Avec l'installation d'un nombre croissant d'établissements sur les plateaux, les cultures sont établies sur de nouveaux sols, dont les qualités en nutriments sont variables. Plusieurs critères donnés dans ces études indiquent le passage d'une agriculture plutôt intensive, où les parcelles sont entretenues avec soin, à des régimes plus extensifs, pour lesquels la diminution de la quantité de travail par parcelle est compensée par l'augmentation des surfaces cultivées. L'extensification des systèmes agraires se poursuit ensuite durant la période romaine. Les sols fertiles sont toujours exploités, aux côtés de sols plus pauvres.

1.5. Le nouvel apport des analyses isotopiques

Les méthodes précédemment citées attestent les techniques de fertilisation employées durant le second âge du Fer et la période romaine. Cependant, elles ne témoignent pas de façon directe de l'intensité d'une pratique à l'échelle d'un site. Ces dernières années, le développement des méthodes isotopiques a permis de cibler le sujet de la fertilisation des champs à l'échelle des récoltes. Les rapports d'isotopes stables des tissus végétaux reflètent les conditions environnementales dans lesquelles ils ont poussé. Les différents traitements culturaux appliqués aux champs d'une exploitation, instaurant des conditions de croissance différentes, peuvent ainsi potentiellement être discriminés.

Plusieurs éléments chimiques sont utilisés dans les études archéologiques pour reconstituer les conditions environnementales et les pratiques. L'analyse des rapports isotopiques du carbone des plantes s'est développée depuis les années 1970 pour des reconstitutions paléoclimatiques, en particulier dans le bassin méditerranéen (Ferrio *et al.*, 2020, p. 110-112). Les rapports isotopiques de l'oxygène tracent la source d'eau et sont utilisés comme marqueur climatique sur des restes fossilisés par imbibition ou par dessication. Cependant, cet élément est fortement altéré par la carbonisation et la démarche peut rarement être appliquée sur le matériel carpologique archéologique (Fiorentino *et al.*, 2015, p. 222). Bien que l'influence des techniques de fertilisation sur la composition isotopique en azote soit connue depuis les années 1970 (Riga *et al.*, 1971), c'est à partir des années 2000 que ce marqueur a été réexploité (Choi *et al.*, 2002, 2003 ; Bol *et al.*, 2004, 2005 ; Bogaard *et al.*, 2007 ; Aguilera *et al.*, 2008). Actuellement, de nouveaux marqueurs isotopiques

(soufre et strontium) sont explorés pour s'intéresser aux questions de mobilité et de provenance des récoltes (Bogaard *et al.*, 2014 ; Styring *et al.*, 2018a ; Nitsch *et al.*, 2019), ainsi que les amendements calcaires par marnage ou chaulage (projet Calcisotop *« Émergence des pratiques d'amendements calcaires dans les agricultures anciennes, approches croisées sur restes carpologiques »*, 2020 dir. B. Brasseur, Univ. Picardie Jules Verne) (Brasseur, 2020).

La composition isotopique en azote, exprimée par la grandeur $\delta^{15}N$, est désormais régulièrement utilisée pour évaluer la fertilité des sols passée (Aguilera *et al.*, 2008). Des expérimentations ont été conduites sur des plantes actuelles en Europe pour quantifier l'effet de la fertilisation au fumier sur les valeurs de $\delta^{15}N$ (Bogaard *et al.*, 2007, 2013 ; Fraser *et al.*, 2011 ; Kanstrup *et al.*, 2011 ; Szpak *et al.*, 2012, 2013). Plusieurs études ont été menées pour évaluer la robustesse des signaux biogéochimiques aux traitements subis par les céréales archéologiques (carbonisation, enfouissement, traitement chimique de décontamination précédant l'analyse) (Aguilera *et al.*, 2008 ; Kanstrup *et al.*, 2012 ; Fraser *et al.*, 2013a ; Styring *et al.*, 2013 ; Vaiglova *et al.*, 2014a ; Nitsch *et al.*, 2015). Après ces premières études fondatrices, d'autres ont été mises en place pour mesurer l'effet de la fertilisation organique sur de nouvelles espèces (Treasure *et al.*, 2016 ; Christensen *et al.*, 2022) et dans d'autres régions du monde (Bogaard *et al.*, 2016b ; Styring *et al.*, 2016b, 2017a ; Larsson *et al.*, 2019 ; Hart et Feranec, 2020 ; Dreslerová *et al.*, 2021 ; Van Bommel *et al.*, 2021), ou poursuivre les recherches sur la préservation du marqueur (Aguilera *et al.*, 2018 ; Brinkkemper *et al.*, 2018 ; Szpak et Chiou, 2019).

En parallèle de cette vingtaine d'études méthodologiques, les analyses ont été réalisées sur du matériel archéologique à ce jour (avril 2022) dans le cadre de 33 publications[3], portant sur différentes périodes et régions (Tableau 1-1). Un net déséquilibre existe, car ce sont surtout les périodes du Néolithique et les pays d'Europe de l'Ouest qui ont bénéficié de près de la moitié des études.

[3] Aguilera *et al.*, 2008, 2018 ; Fiorentino *et al.*, 2008 ; Lightfoot et Stevens, 2012 ; Bogaard *et al.*, 2013, 2016b ; Fraser *et al.*, 2013b ; Vaiglova *et al.*, 2014a ; Araus *et al.*, 2014 ; Styring *et al.*, 2016a, 2016b, 2017b, 2017a, 2018b ; Gron *et al.*, 2017 ; Wang *et al.*, 2018 ; Alagich *et al.*, 2018 ; Eklund, 2019 ; Filipović *et al.*, 2019 ; Larsson *et al.*, 2019 ; Mueller-Bieniek *et al.*, 2019 ; Treasure *et al.*, 2019 ; Szpak et Chiou, 2019 ; Hart et Feranec, 2020 ; Lodwick *et al.*, 2020 ; Gillis *et al.*, 2020 ; Hamerow *et al.*, 2020 ; Gavériaux *et al.*, 2021 ; Varalli *et al.*, 2021 ; Dreslerová *et al.*, 2021 ; Stroud *et al.*, 2021 ; Shan *et al.*, 2022 ; Nayak *et al.*, 2022.

Tableau 1-1 Nombre d'études utilisant les isotopes stables de l'azote sur matériel carpologique, par période et région. Certaines publications sont comptées plusieurs fois lorsqu'elles couvrent différentes périodes et régions.

Périodes étudiées	
Néolithique	18
Âge du Bronze	7
Âge du Fer - Antiquité	8
Précolombien	2
Moyen Âge	2

Régions étudiées	
Europe de l'Ouest	12
Europe du Nord	3
Europe méditerranéenne	5
Europe centrale	3
Afrique du Nord	1
Asie de l'Ouest	5
Asie du Sud et de l'Est	3
Amérique du Nord et du Sud	2

CHAPITRE 2 : LA FERTILISATION ABORDÉE PAR LA BIOGÉOCHIMIE

La composition chimique élémentaire et isotopique des organismes vivants est le reflet des conditions dans lesquelles ils se développent. Depuis plusieurs dizaines d'années, les archéologues utilisent les analyses des isotopes stables de l'azote et du carbone pour déterminer les conditions environnementales de croissance des plantes. La connaissance des facteurs de variations de ces isotopes permet de discriminer différents écosystèmes et, pour les plantes cultivées, différents traitements agricoles, tels que l'apport de fumure, par l'analyse des rapports isotopiques en azote ($\delta^{15}N$). Le même principe s'applique aux éléments traces métalliques et nous montrerons l'intérêt du marqueur arsenic pour investiguer la fertilisation aux algues dans les contextes littoraux. Des critères de qualité ont été établis pour évaluer la validité des résultats et des interprétations.

2.1. Variations de la composition isotopique en azote du sol et des plantes et mise en évidence de la gestion de la fertilité des sols

La plus importante source de variation est due au métabolisme de la plante et permet de discriminer les plantes fixatrices de l'azote atmosphérique (aux valeurs de $\delta^{15}N$ très basses, proches de 0 ‰) et les plantes qui exploitent l'azote minéral disponible dans le sol – telles les céréales – dont les valeurs de $\delta^{15}N$ dérivent des phénomènes complexes du cycle de l'azote, de l'histoire des sols, et de leurs caractéristiques (Högberg, 1997, p. 184-189). L'azote minéral biodisponible est issu de la décomposition de la matière organique par les microorganismes, suivant plusieurs étapes (dont l'humification, l'ammonification et la nitratation) qui conduisent à des fractionnements isotopiques. Les fractionnements sont de plus ou moins grande amplitude selon la quantité de matière organique à dégrader et l'activité des microorganismes présents dans le sol, qui sont des paramètres soumis à de multiples facteurs environnementaux.

Högberg (1997) et Amundson *et al.* (2003) ont agrégé plusieurs études de différentes régions du monde pour estimer les effets de plusieurs facteurs sur les valeurs de $\delta^{15}N$ du sol (Figure 2-1). Les variables climatiques de température et de précipitations moyennes annuelles (MAT et MAP) affectent le plus la composition isotopique en azote du sol à l'échelle mondiale. Les valeurs de $\delta^{15}N$ décroissent avec la diminution des MAT et légèrement avec l'augmentation des MAP, donnant un gradient global selon la latitude : les régions tropicales et arides ont des valeurs de $\delta^{15}N$ bien supérieures à celles des hautes latitudes. À l'échelle régionale, d'autres facteurs peuvent entrer en ligne de compte (Figure 2-1). Les phénomènes d'érosion, qui occasionnent un rajeunissement régulier du sol, altèrent en conséquence le cycle de l'azote. La topographie entre aussi en compte, avec les valeurs de $\delta^{15}N$ qui diminuent avec l'augmentation de la pente. Les différents substrats peuvent jouer un rôle dans la composition isotopique en azote des sols, entre les roches sédimentaires et magmatiques, mais peu d'études ont été menées sur le sujet.

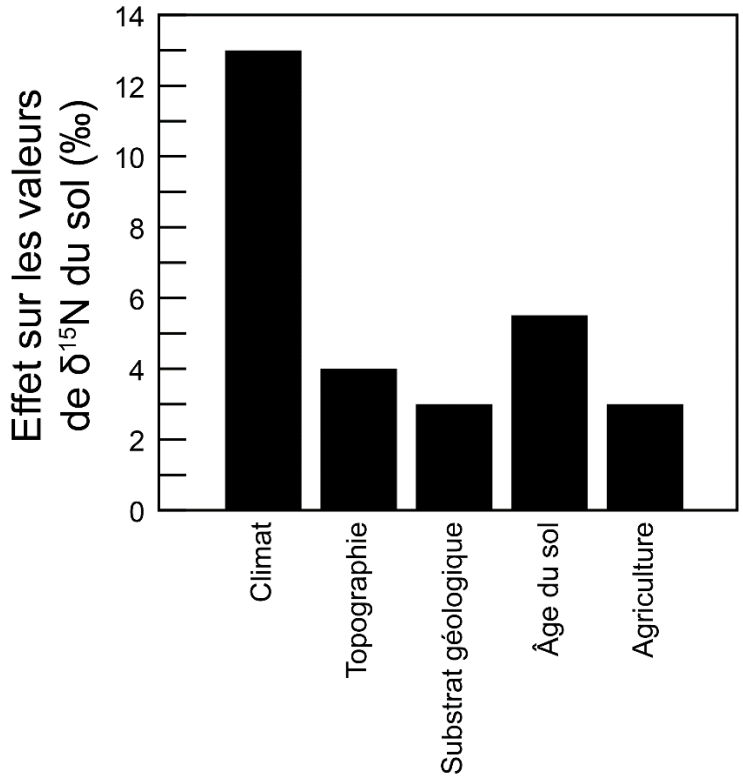

Figure 2-1 Estimation de l'amplitude de l'effet des facteurs environnementaux sur la valeur $\delta^{15}N$ du sol à l'échelle mondiale (d'après Amundson *et al.*, 2003, fig. 3). Ces observations s'appliquent aussi aux plantes, mais dans des amplitudes différentes que pour les sols.

Les sols riches en azote ont davantage tendance à subir un fractionnement (via la volatilisation de l'azote) que les sites où l'azote est limité et rapidement consommé par les plantes (Craine *et al.*, 2015, p. 12-13). Aussi l'agriculture, par sa perturbation du cycle de l'azote (par

l'exportation des productions et l'apport de matières fertilisantes exogènes), est-elle une condition de la modification des valeurs de $\delta^{15}N$ du sol. L'effet des activités humaines sur les écosystèmes est tel qu'il peut masquer les variations dues aux déterminants environnementaux (Amundson *et al.*, 2003, p. 8) et peut même perdurer dans le temps : des analyses isotopiques sur des herbacées modernes montrent que celles prélevées à l'emplacement d'anciens enclos et bâtiments d'une ferme médiévale groenlandaise étaient enrichies en ^{15}N jusqu'à +8 ‰ par rapport aux plantes hors-sites (Commisso et Nelson, 2007, p. 443-444).

L'effet des activités agricoles sur la composition isotopique des plantes est dû en particulier à la fertilisation des sols. L'usage de fertilisants organiques, comme le fumier, entraine un enrichissement relatif en ^{15}N par rapport aux sols non fertilisés, tandis que les engrais minéraux, produits industriellement à partir de l'azote atmosphérique, font baisser les valeurs de $\delta^{15}N$ (par exemple Bol *et al.*, 2005 ; Choi *et al.*, 2006 ; Riga *et al.*, 1971). Cet enrichissement résulte de la perte d'azote par volatilisation préférentielle de l'isotope léger ^{14}N sous forme d'ammoniac qui se produit durant le stockage du fumier et le compostage de la matière organique. Le fumier de bovin peut enrichir les plantes fertilisées jusqu'à +10 ‰ par rapport aux plantes contrôles, et le guano de +20 ‰ à +40 ‰. D'après la corrélation positive entre les valeurs de $\delta^{15}N$ des plantes et celles du fumier, les excréments de porc pourraient avoir un effet un peu plus marqué que celui du fumier de bovin (Szpak, 2014, p. 3 et fig. 4-5). L'enrichissement relatif en ^{15}N par l'application de fumier ne se voit pas que dans les céréales, mais aussi dans les légumineuses, lorsque le taux de fertilisation est très important (Treasure *et al.*, 2016). Les excréments d'animaux sont les seules matières organiques à avoir été bien étudiées. On peut toutefois noter que le compost d'algues récolté sur l'estran augmente aussi les valeurs de $\delta^{15}N$ des céréales (Blanz *et al.*, 2019, p. 37).

Outre le fumier, d'autres techniques agricoles peuvent potentiellement affecter la composition isotopique du sol et des plantes. L'enfouissement de légumineuses comme engrais vert, de par leurs valeurs de $\delta^{15}N$ proches de 0 ‰, semble causer un appauvrissement relatif en ^{15}N. Mais cet effet n'a pas été réévalué depuis les travaux de Riga *et al.* (1971). L'agriculture sur brûlis cause la volatilisation de l'azote lors de la combustion de la végétation. Cependant, l'effet sur les valeurs de $\delta^{15}N$ de la végétation post-incendie n'est pas clair, en partie à cause des différentes températures que peut atteindre un feu de forêt. Il semblerait malgré tout que le feu entraine un enrichissement relatif en ^{15}N et que cet effet soit court et s'estompe en quelques années (Szpak, 2014, p. 6-7 et fig. 6). Une expérimentation hors-sol a tenté de mesurer l'effet de l'application de cendres comme fertilisant sur les valeurs de $\delta^{15}N$, mais les résultats n'ont pas été concluants, car les faibles variations enregistrées résultent de la courte durée de l'expérience (un an). Le labour

ramène à la surface des nutriments anciennement minéralisés, enrichis en ^{15}N par rapport à l'azote des premiers centimètres du sol, et enfouit de la matière organique non encore minéralisée. Cependant, ce mélange de nutriments ne semble pas affecter réellement la flore (Selles *et al.*, 2011 ; Szpak, 2014, p. 8).

La composition isotopique en azote des plantes est soumise à de nombreuses sources de variation qui peuvent compliquer les interprétations de mesures. Dans le cas de notre zone d'étude, nous observons un gradient ouest-est des températures et des précipitations[4]. En reprenant les équations de Amundson *et al.* (2003)[5], les valeurs de $\delta^{15}N$ de la Bretagne sont 0,12 ‰ plus élevées que celles d'Alsace, en raison des températures, compensées par un écart de -0,4 ‰ entre la Bretagne et l'Alsace dû aux précipitations. En combinant les deux facteurs, les plantes d'Alsace ont, toutes choses égales par ailleurs, des valeurs de $\delta^{15}N$ plus élevées de 0,28 ‰ qu'en Bretagne. Ces facteurs climatiques ne sont ainsi pas dominants et l'effet des paramètres géologiques et pédologiques n'a pas été évalué quantitativement pour les régions qui nous intéressent. Nous admettons que les variations causées par la fertilisation des sols peuvent être majeures, vis-à-vis des multiples autres facteurs. À partir de ces connaissances acquises dans les domaines de l'écologie et de l'agronomie, les archéologues ont développé des recherches basées sur les rapports isotopiques de l'azote pour caractériser les pratiques agricoles passées.

2.2. Identification d'une valeur seuil de $\delta^{15}N$ discriminant l'usage de fertilisation organique

La composition isotopique en azote des plantes est directement liée à leur source d'azote et à l'histoire des sols sur lesquels elles se développent. Dans la mesure où la gestion différenciée des sols agricoles et des sols non anthropisés affecte différemment le cycle de l'azote, il est possible de discriminer la flore de ces deux écosystèmes. L'approche visant à montrer une fertilisation avec du fumier passe par la mise en évidence d'une augmentation des valeurs de $\delta^{15}N$ des plantes cultivées sur ces sols, démontrée par des expérimentations de fumure et, par ailleurs, par la détermination de la valeur initiale des sols non fertilisés.

[4] En Bretagne, les températures annuelles moyennes sont de 11,6°C et les précipitations annuelles moyennes de 1000 mm. En Alsace, les MAT valent 10,1°C et les MAP sont égales à 600 mm.

[5] Les valeurs de $\delta^{15}N_{plantes}$ augmentent de +0,08 ‰ tous les 1°C et diminuent de -0,1 ‰ tous les 100 mm de précipitation.

2.2.1. Études expérimentales et observationnelles des effets de la fertilisation en céréaliculture

Plusieurs études ont été conduites pour vérifier l'effet de l'épandage de fumier et d'excréments animaux sur la composition isotopique en azote des céréales dans différentes régions du monde. Elles ont pu être réalisées sur plusieurs sortes de matériel : des céréales issues d'expérimentations sur le long terme (de plusieurs dizaines d'années à plus d'un siècle) réalisées dans des stations agronomiques, des expérimentations ponctuelles d'une année ou deux et des céréales produites par des fermes en activité (pratiquant l'agriculture traditionnelle).

L'étude la plus complète est celle de Fraser *et al.* (2011), qui prend la suite des études pilotes de Bogaard *et al.* (2007) et Kanstrup *et al.* (2011). Elle s'intéresse à différentes espèces de céréales et de légumineuses, issues de trois stations expérimentales européennes de cultures de long terme : Rothamsted (Royaume-Uni), Askov (Danemark) et Bad Lauchstädt (Allemagne). Les traitements agricoles et les conditions de croissance y sont connus sur plus d'un siècle. Deux stations de court terme (deux années) ont été adjointes : Alep (Syrie) et Sutton Bonington (Royaume-Uni), ainsi que des observations en condition de cultures d'exploitation dans trois fermes, localisées dans les régions des Asturies (Espagne), de Sighişoara (Roumanie) et d'Evvia (Grèce).

Dans les stations de long terme, plusieurs taux de fumure sont appliqués (en moyenne 10-15 et 35-37 t/ha/an), tous les uns ou deux ans depuis plus d'un siècle. À Rothamsted, certaines parcelles d'orge ont été fumées jusqu'en 1871, puis n'ont plus reçu de fertilisation depuis. Sur les sites de court terme, les parcelles n'ont été fertilisées qu'une seule fois, avec des taux de 20 et 35t/ha. Pour les études de fermes en exploitation, la gestion de la fumure varie beaucoup, selon la distance du champ à l'étable, la quantité de travail investie, la quantité de fumier disponible, les espèces élevées et les moyens de transport à disposition.

Les échantillons en vrac sont constitués d'environ 200-300 grains de céréales et 30-50 graines de légumineuses, prélevés sur 10 plants d'une même parcelle. Les céréales ont été échantillonnées par parcelle, sur plusieurs années. Plusieurs observations peuvent être tirées des résultats d'analyses du $\delta^{15}N$ des grains :

- L'effet de la fumure est visible dès les premières années d'application, par un enrichissement relatif des céréales en ^{15}N. Après seulement un an de fumure, l'amplitude de l'effet est variable.
- Il y a une corrélation positive entre les taux de fumure et les valeurs de $\delta^{15}N$.
- Dans les parcelles contrôles ou si la fertilisation est stoppée, les valeurs de $\delta^{15}N$ décroissent lentement dans le temps.

- Des variations interannuelles surviennent, sans masquer la différence entre parcelles fertilisées et parcelles contrôles.
- L'effet de la fumure est similaire sur les différentes espèces de céréales. Les valeurs de $\delta^{15}N$ des légumineuses ne sont pas affectées par la fumure, seul un taux d'amendement très intense produit un petit effet.
- La culture en mélange des céréales et légumineuses n'affecte pas différemment les valeurs de $\delta^{15}N$ des céréales par rapport à des cultures monospécifiques.
- Les valeurs de $\delta^{15}N$ des rachis sont systématiquement inférieures à celles des grains. L'effet de la fumure sur les différentes parties anatomiques des céréales produit un écart constant.
- L'étude des fermes montre que les valeurs de $\delta^{15}N$ varient considérablement au sein d'une même exploitation, à cause de la variabilité d'application de fumure.
- Cette étude ne se prête pas à la comparaison de régions contrastées du point de vue climatique, car l'histoire des parcelles est trop déséquilibrée : les expérimentations de long terme ayant été conduites en Europe tempérée et celles de court terme en région méditerranéenne.

L'étude des expérimentations de long terme suggère que les valeurs de $\delta^{15}N$ des céréales pour l'Europe tempérée sont groupées selon les taux de fertilisation reçus, et que ces derniers peuvent être discriminés par des valeurs seuils (Figure 2-2)[6]. Les céréales des parcelles non fertilisées, que nous pouvons assimiler à la flore des milieux peu anthropisés, ont des valeurs de $\delta^{15}N$ inférieures à 3 ‰. Au-dessus de ce seuil, le sol est considéré comme ayant été enrichi en ^{15}N par les activités humaines. Les valeurs de $\delta^{15}N$ supérieures à 6 ‰ traduisent une fumure sur le long terme avec des taux d'application importants. Les hautes valeurs (au-delà de 8-9 %) sont dues à de très forts taux de fumure (comme dans le cas des cultures potagères intensives) ou à l'usage de lisier, plus riche en ammoniac que le fumier. Les valeurs comprises entre 3 ‰ et 6 ‰ reflètent soit des taux de fumure plus faibles, soit les premières années de fumure, soit un effet résiduel après l'arrêt d'une fumure intense ou longue remontant à plus d'un siècle.

[6] Les valeurs seuils citées dans l'article Fraser *et al.* (2011) sont situées à 2,5‰ et 6‰, puis à 3‰ et 5,7‰ chez Bogaard *et al.* (2013). Elles ont par la suite été stabilisées par l'usage dans les différentes études plus récentes à 3‰ et 6‰, correspondant à une lecture graphique des données de Fraser *et al.* (2011), présentées dans Bogaard *et al.* (2013, fig. 1).

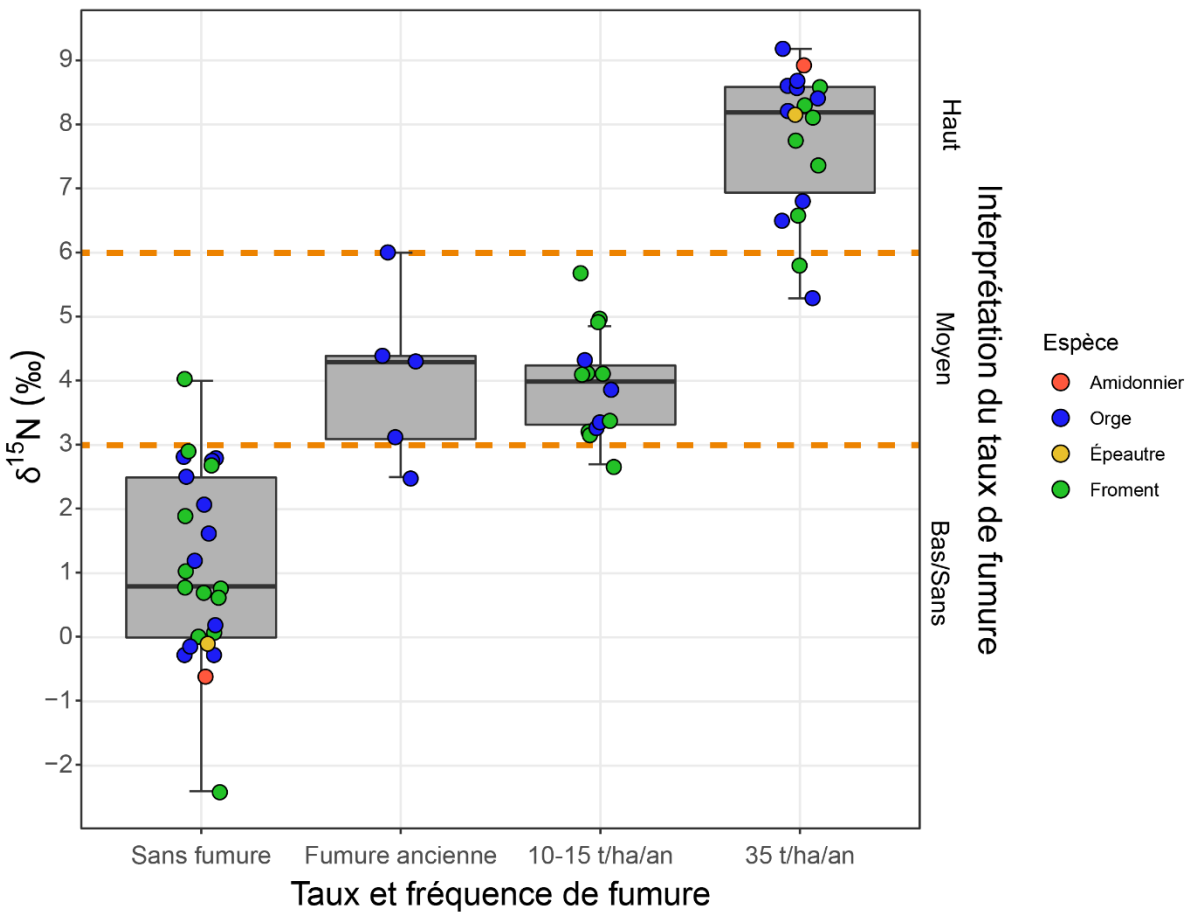

Figure 2-2 Valeurs de $\delta^{15}N$ dans des échantillons en vrac de céréales modernes de plusieurs années de récolte, cultivées sous différents taux de fumure dans des expérimentations agricoles de long terme : Rothamsted (Royaume-Uni), Askov (Danemark) et Bad Lauchstädt (Allemagne). Les lignes pointillées oranges représentent les seuils pour une absence ou de bas, moyen et haut taux de fumure (données issues de Fraser *et al.*, 2011 ; d'après Bogaard *et al.*, 2013, fig. 1).

Une autre étude a été initiée en Suède en 1957 sur le site expérimental de long terme de Borgeby (Larsson *et al.*, 2019). Une partie des parcelles a été fertilisée tous les quatre ans au fumier jusqu'en 2003, avant que ce dernier ne soit remplacé par du lisier (environ 6 t/ha/an). La parcelle contrôle n'a pas reçu de fumier depuis 1957, soit la même situation de « fumure ancienne » qu'à Rothamsted. Quatre épis d'orge par parcelle ont été prélevés et un grain sur deux par moitié d'épis a été analysé dans l'objectif de s'intéresser à la variabilité intra-plant et intra-parcelle.

Les grains de la parcelle contrôle ont des valeurs de $\delta^{15}N$ comprises entre 4,1 % et 6,2 ‰, semblables à l'orge anciennement fumée de Rothamsted (Figure 2-2). Ceux de la parcelle fumée ont des valeurs allant de 6,4 ‰ à 11,8 ‰. Ces valeurs hautes s'expliquent par l'utilisation de lisier, comme dans le cas des expérimentations d'Askov au Danemark. Le seuil discriminant les deux traitements, calculé par une moyenne pondérée des mesures, atteint 6,3 ‰, une valeur similaire au

seuil de 6 ‰ de Fraser *et al.* (2011). Les résultats de l'analyse grain par grain montrent que la variabilité intra-épis est relativement faible, comme dans l'étude de Bogaard *et al.* (2007). Les valeurs de $\delta^{15}N$ des grains de la parcelle fumée sont beaucoup plus dispersées que celles de la parcelle contrôle (amplitude de 5,4 ‰ contre 1,2 ‰, respectivement). L'application de fumier et de lisier étant hétérogène, l'effet de la fumure sur la composition isotopique en azote des céréales est variable au sein d'une même parcelle.

Ces différentes expériences montrent l'effet de la fertilisation avec du fumier d'étable, du lisier et des excréments sans litière sur la composition isotopique en azote des céréales. L'enrichissement relatif en ^{15}N est visible dès la première année d'application, se renforce dans le temps, puis décroit progressivement après l'arrêt de la fertilisation. Le cas des champs conduits de la même manière sur le long terme nous permet de définir des plages de valeurs théoriques pour chaque traitement. Ainsi, en Europe tempérée, les seuils de 3 ‰ et de 6 ‰ semblent relativement fiables pour discriminer les céréales fertilisées des non fertilisées, et la durée de la fertilisation.

2.2.2. Utilisation du collagène osseux de cerf comme référence pour la flore sous influence non anthropique

L'estimation de valeurs de référence pour la flore non fertilisée ne se base pas uniquement sur les données expérimentales actuelles, mais s'appuie aussi sur la recherche de témoins contemporains des céréales étudiées. Les restes archéologiques à privilégier seraient théoriquement les carporestes d'herbacées sauvages, mais leur présence sur les sites est le plus souvent liée aux activités anthropiques (plantes rudérales, adventices des cultures et plantes collectées) et leur composition isotopique est très certainement affectée par celles-ci. Les arbres et arbustes forestiers sont peu susceptibles d'avoir été soumis aux effets d'une fertilisation, mais la quasi absence d'azote dans les charbons de bois empêche leur analyse isotopique (Braadbaart et Poole, 2008, p. 2441). Un moyen indirect pour connaitre la composition isotopique des plantes est l'analyse des restes fauniques, méthode issue de quelques décennies d'étude des régimes alimentaires passés *(paleodiet studies)*.

2.2.2.1. Reconstitution des chaines alimentaires passées

La composition isotopique en carbone et en azote d'un animal reflète celle de son alimentation (DeNiro et Epstein, 1981, p. 345). Le squelette étant un tissu qui se renouvelle tout au long de la vie, sa composition renseigne sur l'alimentation sur le long terme (Hedges *et al.*, 2007, p. 815). Les ressources alimentaires étant variables dans l'espace, cette méthode permet de comparer les écosystèmes en donnant une image moyenne (Pate, 1994, p. 162). L'analyse de

composition isotopique de la faune indique ainsi quel environnement un individu a pu exploiter durant sa vie.

Un fractionnement isotopique produit un enrichissement relatif en ^{15}N entre l'aliment et son consommateur. Cet enrichissement est relativement « constant (et donc prédictible) » (Vanderklift et Ponsard, 2003, p. 169) et connaitre son amplitude peut servir à déterminer la position d'une espèce dans le réseau trophique, mais aussi à estimer la composition isotopique en azote de son alimentation (Figure 2-3). Malgré une certaine constance, l'enrichissement peut subir de nombreuses sources de variation (Vanderklift et Ponsard, 2003, p. 171), suivant notamment le métabolisme de l'organisme, le groupe taxonomique, l'environnement, la diversité alimentaire.

Les consommateurs, toutes espèces confondues, ont des valeurs de $\delta^{15}N$ plus élevées de 3-5 ‰ par rapport à leur alimentation (Bocherens et Drucker, 2003 ; Hedges et Reynard, 2007). Les méta-analyses consultées (Vanderklift et Ponsard, 2003 ; Caut *et al.*, 2009) fournissent un enrichissement relatif en ^{15}N d'environ +3 ‰ entre les végétaux et les mammifères herbivores pour un écosystème donné. Cette valeur, retranchée à la valeur de $\delta^{15}N$ du collagène osseux de la faune herbivore, permet de connaitre la composition isotopique en azote de la flore consommée.

Dans notre objectif d'établir une valeur de $\delta^{15}N$ de référence pour la flore non anthropique, la stratégie d'échantillonnage des restes fauniques doit être établie, en se focalisant sur certaines espèces. La faune domestique des périodes protohistorique et antique devait se nourrir dans les espaces périphériques *(saltus)*, en conduite extensive, mais l'exploitation de pâturages entretenus, susceptibles d'être fertilisés, et l'affouragement du bétail sont aussi attestés (Bouby et Ruas, 2005 ; Derreumaux, 2005), affectant la composition isotopique des animaux (Aguilera *et al.*, 2015). La faune sauvage, bien que présente en nombre limité dans les occupations archéologiques de ces périodes, semble toute désignée comme matériel d'étude. Dans les paragraphes suivants nous nous attacherons à décrire le comportement alimentaire de ces espèces et les conséquences pour l'interprétation des valeurs de $\delta^{15}N$ mesurées dans leurs os.

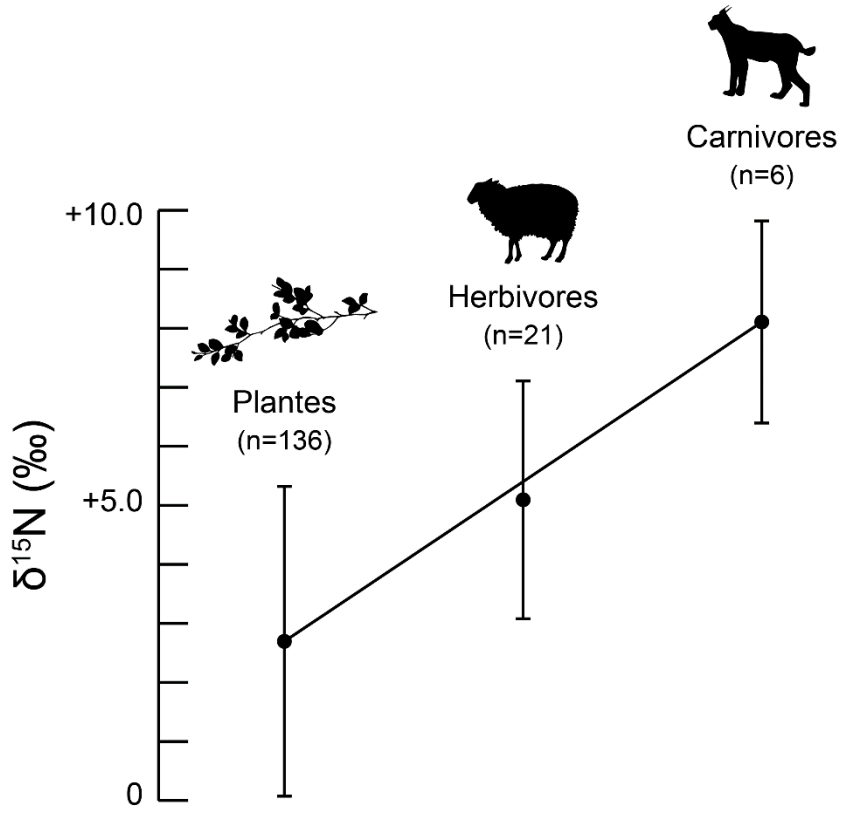

Figure 2-3 Moyennes (points) et écarts-types (barres) des valeurs de $\delta^{15}N$ de plantes et du collagène osseux d'animaux. La ligne oblique relie les valeurs moyennes des organismes situés en bas (plantes) et en haut (carnivores) des chaines alimentaires (d'après Schoeninger et DeNiro, 1984, fig. 5).

2.2.2.2. Comportement alimentaire des cerfs modernes

Plusieurs études sur le comportement alimentaire des cerfs *(Cervus elaphus)* en Europe ont été recensées afin d'évaluer la pertinence d'établir des valeurs seuils de $\delta^{15}N$ des milieux peu anthropisés à partir du collagène osseux de cet animal. Les informations présentées ci-dessous sont issues de suivis d'individus par radiopistage ou par GPS, de recensement des gites et d'analyses des contenus stomacaux. Les autres faunes sauvages potentiellement présentes sur les sites archéologiques telles les sangliers *(Sus scrofa)* et les lièvres *(Lepus europaeus)* sont exclues en raison de leur comportement respectivement omnivore (Gerard *et al.*, 1991, p. 41) et cæcotrophe (Hwang *et al.*, 2007) qui ajoutent une distorsion dans la composition isotopique de leurs tissus (Vanderklift et Ponsard, 2003, p. 171). Les chevreuils *(Capreolus capreolus)* se nourrissent d'aliments riches en sucres solubles facilement assimilables (plantes herbacées dicotylédones, fleurs, feuilles) et presque jamais de Poacées (Hofmann, 1989, p. 444-445), ce qui n'en fait pas une bonne espèce pour la comparaison entre céréales et flore peu anthropisée, étant donné les variations de composition isotopique existant entre les différentes espèces (Hobbie et Högberg, 2012).

Le cerf possède un système digestif adapté à la digestion des végétaux riches en fibres (Hofmann, 1989, p. 445). Il adopte une alimentation « intermédiaire », composée aux 2/3 de végétaux concentrés en sucres (feuilles, plantes herbacées dicotylédones, fruits…) et à 1/3 d'herbes (Poacées et laiches), variant spécifiquement selon l'habitat et la saison (Gebert et Verheyden-Tixier, 2001, p. 198). Son comportement alimentaire est proche de celui du bétail domestique (Figure 2-4).

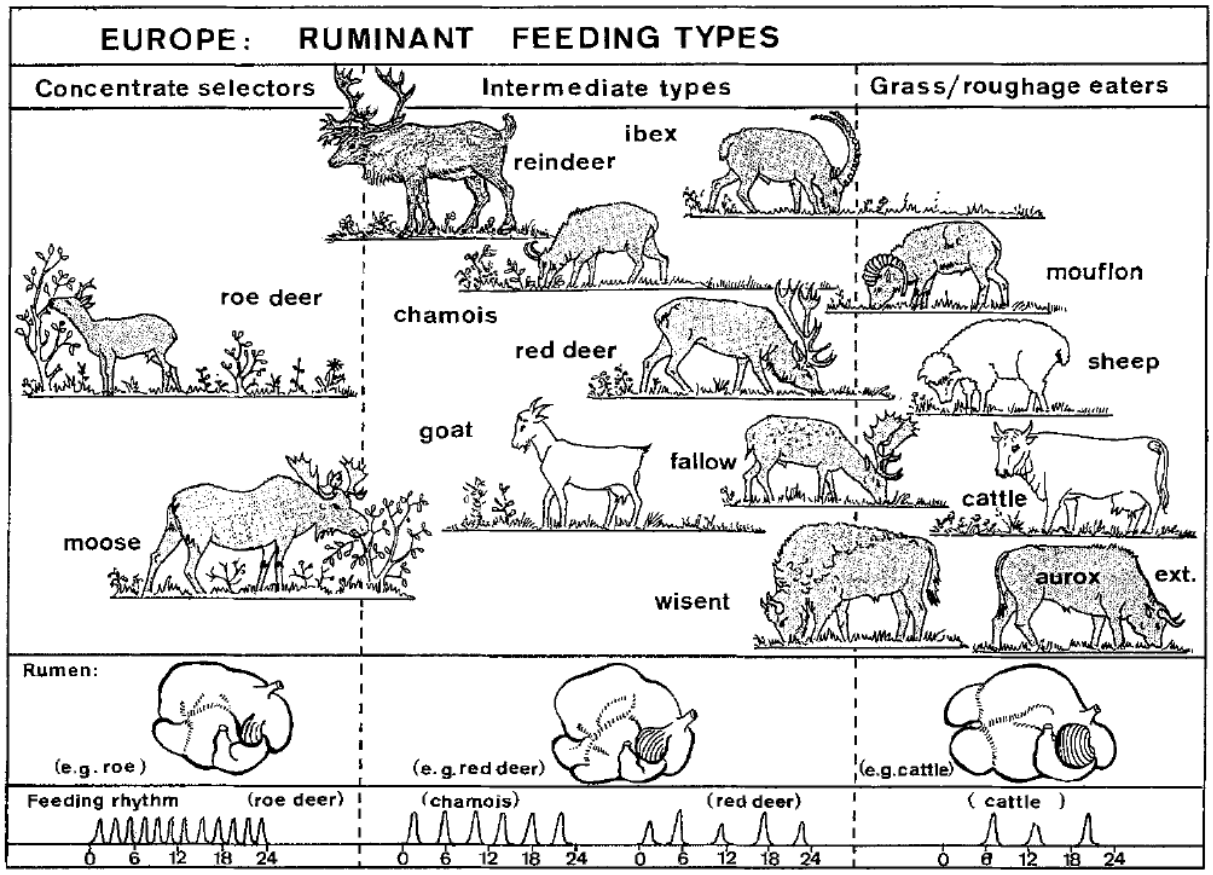

Figure 2-4 Ruminants européens selon leur type d'alimentation (espèces domestiques en blanc). Plus on se déplace vers la droite, meilleure est l'adaptation d'une espèce à la digestion de la paroi cellulaire/fibre végétale ; plus on se déplace vers la gauche, plus les ruminants se tournent vers des aliments à haute qualité énergétique (Hofmann, 1989, fig. 2).

L'habitat du cerf est constitué de forêts feuillues ou mixtes qui présentent un sous-bois épais et un couvert herbacé dense. Pour son alimentation nocturne, cet herbivore fréquente aussi les espaces ouverts (prairies, landes, clairières et cultures) situés en périphérie des massifs forestiers (Sordello, 2012, p. 3). Le domaine vital du cerf varie entre 300 ha et 6000 ha selon la qualité de la nourriture à disposition. Dans un paysage agricole en mosaïque, le domaine vital est réduit grâce à la diversité d'habitats (Szemethy *et al.*, 1998, p. 1). Le cerf est inféodé aux forêts dans lesquelles il recherche des espaces au couvert herbacé dense et fréquente les zones ouvertes pour son alimentation nocturne (Sordello, 2012, p. 3). La surface de son domaine vital est composée à 40 %

de forêts et 60 % de terres agricoles environ, mais son temps de séjour n'y est pas identique et varie saisonnièrement (Sordello, 2012, p. 4).

Plusieurs études en Hongrie montrent qu'en hiver, la population est concentrée dans les massifs boisés. Au printemps/été, quelques individus se déplacent vers les champs tandis que la majorité restent dans les massifs (Szemethy *et al.*, 1998, p. 4, 2003, p. 551). En France, il a été observé que les prairies étaient plus visitées au printemps et à l'automne et que les cerfs restaient en forêt durant l'été (Sordello, 2012, p. 6). Chaque individu choisit l'un ou l'autre des espaces (agriculture ou boisements) et ne se déplace pas entre les différents habitats durant la journée (Szemethy *et al.*, 2003, p. 548) : lorsque 5 biches hongroises sur 28 sortent définitivement dans les espaces agricoles au printemps, 19 restent en forêt et seules les 4 dernières alternent entre couvert et terres agricoles. Les déplacements sont saisonniers et non pas quotidiens, maintenant une séparation claire entre les habitats (Szemethy *et al.*, 2003, p. 551 et 553). Lorsque les cerfs se nourrissent dans les espaces agricoles, ils préfèrent les prairies de fauche plutôt que les cultures (Lande *et al.*, 2013).

Ainsi, les cerfs ont une alimentation en grande partie composée d'herbacées et de Poacées, ce qui autorise à comparer la composition isotopique de leur alimentation avec celle des céréales. Bien que le cerf soit une espèce inféodée aux espaces boisés, son temps d'alimentation dans les zones cultivées n'est pas négligeable pour certains individus. Ces observations portent toutefois sur des cerfs actuels, dont le comportement est influencé par les activités humaines, et devaient sûrement être différentes (en nature ou en ampleur) durant l'Antiquité, où la pression anthropique était moins forte que durant les XXe et XXIe siècles.

La composition isotopique en azote du collagène osseux du cerf est de ce fait en partie influencée par les activités agricoles et possiblement un peu plus enrichie en ^{15}N que si la consommation se limitait à des plantes issues de zones peu anthropisées. Cet effet n'a pas été quantifié. Nous pouvons néanmoins supposer sa faible amplitude, en partie parce que le territoire exploité est vaste et que l'alimentation du cerf est diversifiée. Si l'effet existe, considérer le collagène osseux comme le reflet de la flore sauvage surestimerait la composition isotopique en azote de cette dernière, impliquant une sous-estimation d'un enrichissement possible des céréales cultivées par comparaison avec les valeurs reconstituées de cette flore sauvage (comme schématisé dans la Figure 2-5). Le comportement alimentaire précis des cerfs archéologiques n'est pas accessible et cette inconnue empêche de connaitre la « vraie » composition isotopique des milieux non anthropisés anciens, entrainant, au pire, une sous-évaluation de l'usage de la fertilisation par les sociétés passées.

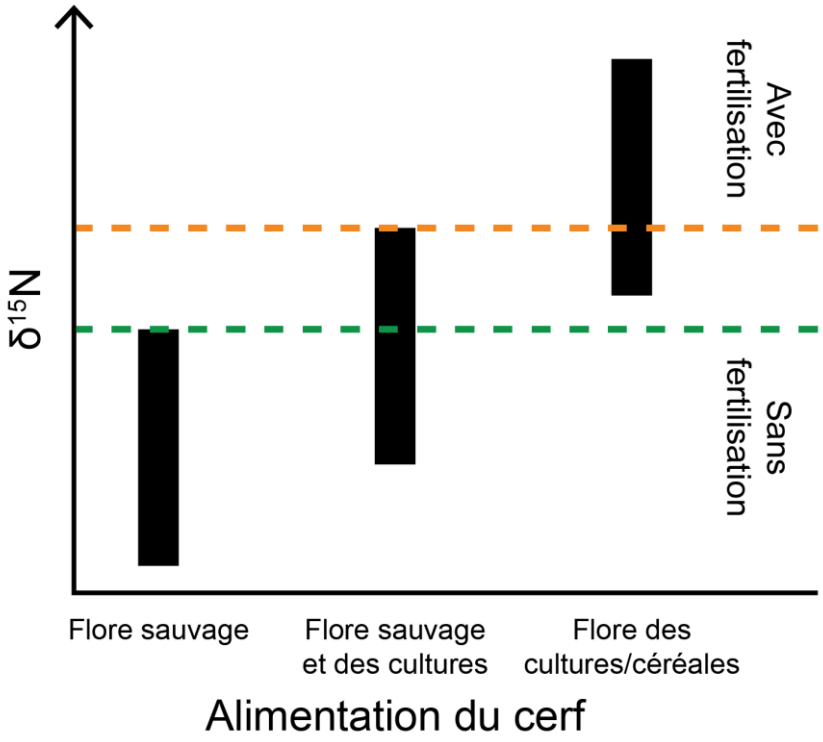

Figure 2-5 Schéma de la composition isotopique en azote de l'alimentation du cerf (barres noires), servant de seuil de discrimination pour l'usage de fertilisation (lignes pointillées). Si les cerfs se sont nourris exclusivement de flore sauvage (à gauche), le seuil d'interprétation (ligne verte) permettra de classer plus de céréales (à droite) comme ayant été fertilisées. Si la flore des cultures entre dans leur régime (milieu), moins de céréales seront considérées comme fertilisées (ligne orange).

2.3. Discrimination isotopique du carbone et conditions environnementales de croissance des céréales

La composition isotopique en carbone des plantes est déterminée durant les processus de photosynthèse (Farquhar *et al.*, 1989), affectés par plusieurs facteurs environnementaux, tels que la luminosité (irradiance), la température, la disponibilité en eau et en nutriments (Tieszen, 1991).

En régime de stress hydrique, les plantes réagissent en fermant leurs stomates, causant une discrimination plus faible du ^{13}C et engendrant de ce fait des valeurs de $\delta^{13}C$ plus élevées (Farquhar *et al.*, 1989). Ce principe a permis d'étudier les changements climatiques passés à travers le bassin méditerranéen (Ferrio *et al.*, 2007). Par le phénomène inverse, dans les climats arides ou semi-arides où la disponibilité en eau est le premier facteur limitant du développement des plantes, une diminution des valeurs de $\delta^{13}C$ peut refléter des sols avec une meilleure rétention d'eau (oasis, fond de vallées…) ou une gestion de l'irrigation par les agriculteurs et agricultrices (Araus et Buxó, 1993 ;

Araus *et al.*, 1997a). Cependant de telles discussions ne s'appliquent pas aux régions tempérées qui nous concernent dans cette thèse, peu soumises au régime de stress hydrique. D'après Thornton *et al.* (2015), en Écosse, les valeurs de $\delta^{13}C$ de la matière organique des sols de surface varient spatialement, mais ne sont que faiblement corrélées avec les précipitations moyennes annuelles (les MAP expliquent environ 10 % de la variance). Il en est de même pour les valeurs de $\delta^{13}C$ des cernes de sapin de Suède, d'Allemagne et d'Italie du Nord qui ne reflètent pas les variations saisonnières et annuelles de précipitations (Vaganov *et al.*, 2009), contrairement au pin méditerranéen (Ferrio *et al.*, 2003). Les valeurs de $\delta^{13}C$ des plantes doivent donc être déterminées par l'interaction de multiples facteurs environnementaux, parmi lesquels la disponibilité en eau n'occupe pas la première place en Europe tempérée.

Une baisse importante de la luminosité peut causer une diminution jusqu'à -5 ‰ des valeurs de $\delta^{13}C$ de plantes des milieux densément boisés par rapport à celles des milieux ouverts (Bonafini *et al.*, 2013). Cependant, cet « effet canopée » n'est pas à prendre en compte comme cause de variation dans le cas des céréales cultivées en plein champ, puisque les plantes sont alors issues d'espaces avec un seul étagement de végétation.

Des changements dans la composition isotopique en carbone des plantes peuvent avoir lieu durant la saison de croissance à cause des variations climatiques saisonnières (Heaton, 1999 ; Knohl *et al.*, 2005 ; Wang *et al.*, 2018) : des augmentations des valeurs de $\delta^{13}C$ jusqu'à +3 ‰ ont été mesurées entre la fin de l'hiver et le début de l'été. De tels phénomènes phénologiques peuvent expliquer les différences de valeurs de $\delta^{13}C$ dans les grains d'orge comparés aux blés, en lien avec leurs différentes durées de cycle de vie, les valeurs de $\delta^{13}C$ des blés étant 1-1,5 ‰ supérieures à celles de l'orge (Wallace *et al.*, 2013).

Par ailleurs, la majorité de la composition chimique des grains est produite via la photosynthèse durant le remplissage des grains, mais une certaine quantité de matière provient de la remobilisation des réserves de la plante (5-30 % de la masse du grain), et ce, même dans le cas de bonnes conditions de croissance (Gebbing *et al.*, 1999 ; Merah et Monneveux, 2015 ; Rivera-Amado *et al.*, 2020). La composition isotopique en carbone des grains pourrait alors refléter les conditions de croissance de la plante dès le début de son développement et on pourrait s'attendre à ce que la date de semis (à la fin de l'automne ou au début du printemps) ait un effet significatif. Les dates de semis sont un paramètre essentiel de la caractérisation des systèmes agricoles, déterminant le calendrier des travaux. Cependant, il n'y a actuellement pas eu d'étude expérimentale pour supporter cette hypothèse et des recherches supplémentaires doivent être menées. De plus, les variations interannuelles, allant jusqu'à ±2 ‰ (Heaton, 1999, tab. 2), pourraient masquer des

différences de traitement entre des stocks de céréales archéologiques dont la contemporanéité des récoltes ne peut pas être vérifiée.

La combinaison des variabilités interspécifiques, interannuelles et saisonnières rend actuellement difficile à distinguer ces trois facteurs et à s'en abstraire complètement quand on considère les pratiques agricoles passées.

2.4. Fertilisation aux algues et enrichissement des céréales en arsenic

Les algues, tous taxons confondus, accumulent naturellement l'arsenic, capté par divers processus dans l'eau et le substrat. Elles peuvent contenir en moyenne entre 1 et 60 µg/g poids sec, selon le lieu. Les algues brunes sont réputées être plus riches en arsenic que les vertes et rouges, et peuvent contenir autour de 100 µg/g poids sec (Francesconi et Edmonds, 1996, p. 150 et tab. 2). Lors de leur décomposition, les algues diffusent cet arsenic dans l'environnement et lorsqu'elles sont employées comme fertilisant, elles causent un enrichissement des sols en arsenic par rapport aux sols non fertilisés. Il a été mesuré dans plusieurs cultures littorales d'Écosse que la concentration dans les sols pouvait être multipliée par 3 à 12 par rapport aux sols non cultivés (Castlehouse *et al.*, 2003, p. 954-955). Sachant que la concentration en arsenic des grains de blés, d'orge et de riz est corrélée à celle du sol (Williams *et al.*, 2007, fig. 1a-c ; Zhao *et al.*, 2010, p. 5466), la composition élémentaire des grains de céréales peut refléter l'apport d'algues comme fertilisant.

Blanz *et al.* (2019) ont mis en place une culture d'orge expérimentale pour mesurer l'effet de la fertilisation aux algues sur la composition isotopique en azote et carbone et élémentaire en différents éléments traces métalliques (ETM). Les parcelles choisies se situent sur le site agronomique expérimental du Orkney College UHI (archipel des Orcades, Écosse), cultivées habituellement de manière conventionnelle et fertilisées à l'engrais minéral NPK. Les algues échouées sur l'estran, composées de plusieurs espèces (en majorité des algues brunes), ont été prélevées en vrac. Elles ont été compostées et épandues sur les parcelles quelques temps avant le semis, au début du mois de mai 2017. Deux taux de fertilisation ont été appliqués : 25 et 50 t d'algues compostées par hectare, soit des taux relativement faibles par rapport aux sources historiques, qui mentionnent des apports pouvant atteindre 124 t/ha (Blanz *et al.*, 2019, p. 37).

La composition isotopique des différentes parties anatomiques de l'orge a été affectée par la fertilisation. Les valeurs de $\delta^{15}N$ augmentent avec le taux de fertilisation aux algues. Ce phénomène est dû à l'apport de matière organique, qui subit une volatilisation préférentielle du ^{14}N lors de son

compostage et de sa dégradation. L'effet n'est pas de grande amplitude, avec un enrichissement en ^{15}N de +0,6 ‰ entre les grains de la parcelle contrôle et ceux de la parcelle fertilisée avec 50 t/ha. Des restes d'algues non décomposées ont été retrouvés au moment de la récolte, montrant que l'incorporation du fertilisant n'était pas complète. De plus, il ne s'agit là que de la première année de fertilisation organique. L'effet pourrait être accentué si l'apport d'algues se répétait dans la longue durée, si le taux était plus élevé et s'il avait lieu plusieurs fois par an, comme évoqué dans les sources anciennes.

La teneur en différents éléments chimiques des grains est aussi modifiée par l'apport d'algues. C'est particulièrement le cas de l'arsenic, qui augmente de +22,4 ng/g entre la condition témoin (13,3±3,2 ng/g) et la fertilisation à 50 t/ha (35,7±8,6 ng/g), avec des valeurs intermédiaires pour la parcelle amendée à 25 t/ha (25,7±5,3 ng/g). L'augmentation de la teneur en arsenic est proportionnelle à la quantité d'algues apportée, et des taux plus importants devraient montrer un effet encore plus marqué.

La combinaison des analyses des isotopes stables de l'azote et de l'analyse de la teneur en arsenic pourrait permettre de discriminer une fertilisation au fumier, d'une fertilisation aux algues, dans les contextes où ces deux ressources coexistent. Cette perspective affinerait les connaissances sur les techniques agropastorales.

Cependant, la fertilisation aux algues n'est pas la seule cause potentielle d'enrichissement en arsenic des terres agricoles : les activités minières et métallurgiques peuvent être des sources de pollution. Des analyses de sols d'un site d'industrie minière coloniale au Pérou ont montré une pollution de certains espaces avec différents éléments traces métalliques, où les taux importants d'arsenic de certains sols pouvaient atteindre jusqu'à plus de 1000 µg/g, tandis que les sols hors-sites avaient une valeur moyenne de 37 µg/g (Kennedy et Kelloway, 2020, p. 7 et 9, 2021, p. 153 et fig. 7). Sur des sites de métallurgie du bronze en Chine au IIe-Ier millénaire av. n. è., les sols contenaient 6 fois plus d'arsenic que les échantillons hors site. La concentration en éléments traces métalliques est plus faible dans les horizons postérieurs, témoignant de l'arrêt des activités métallurgiques à une certaine période (Storozum *et al.*, 2020). Les pollutions peuvent aussi être transportées en dehors de sites de production. Les rejets de minerais et de sous-produits de l'extraction d'or à proximité d'un cours d'eau du Dakota du Sud (USA) durant les XIXe et XXe siècles ont causé le déplacement de l'arsenic vers l'aval (étudié jusqu'à environ 200 km de la mine), sur environ 90 m de part et d'autre de la rivière. Les sédiments alluviaux de cette période sont en moyenne 100 fois plus concentrés en arsenic par rapport aux alluvions déposées avant l'ouverture de la mine, avec une diminution de la concentration avec la distance à la mine (Marron, 1989). De

telles pollutions sont potentiellement survenues sur les sols environnants les sites métallurgiques du second Âge du fer et de l'Antiquité et la connaissance des activités artisanales doit être établie avant d'interpréter l'arsenic des céréales comme provenant de pratiques agricoles.

Les activités artisanales laissent cependant des traces bien visibles, du fait de leur impact massif sur l'environnement ou de l'aménagement d'infrastructures spécifiques. Les sites concernés peuvent donc être identifiés et sont généralement connus. L'étude des pratiques de fertilisation aux algues peut raisonnablement s'accomplir sur les sites sans activité métallurgique conséquente.

2.5. Préservation des signaux isotopiques et élémentaires dans les vestiges archéologiques et critères de contrôle qualité des mesures

Pour pouvoir tenir un discours sur les conditions environnementales déterminant la composition isotopique et élémentaire des restes archéologiques et les pratiques agricoles qui ont pu les affecter, il est nécessaire de s'assurer de l'intégrité du signal dans les matériaux.

Les critères de qualité des échantillons de collagène sont bien établis, bénéficiant de plusieurs dizaines d'année de recherche pour les études du radiocarbone et de reconstitution des régimes alimentaires. Quelques études ont porté sur la conservation des rapports isotopiques en azote et en carbone dans les restes carbonisés de céréales, même si quelques zones d'ombre demeurent. Les recherches portant sur l'arsenic étant récentes, peu d'hypothèses sur sa diagénèse ont été émises à ce jour. Un des buts de ma thèse est d'étudier la validité de ce marqueur et de mesurer l'effet des phénomènes taphonomiques sur sa préservation.

2.5.1. La teneur relative en azote et carbone et le rapport atomique C/N pour s'assurer de l'intégrité du collagène osseux

En partie protégé par la matrice minérale de l'os, le collagène se dégrade progressivement lors de la diagénèse. Dans l'os frais, le collagène représente environ 22 % de la masse osseuse. Pour les os archéologiques d'Europe, une dégradation jusqu'à 0,5-1 % de collagène peut être considérée comme acceptable (Van Klinken, 1999, p. 689). L'intégrité chimique du collagène et l'efficacité des traitements de décontamination peuvent se mesurer par les teneurs relatives en carbone et azote, et par le rapport atomique C/N. Lorsque le rapport atomique C/N du collagène osseux archéologique se situe entre 2,9 et 3,6, sa composition isotopique peut être considérée comme peu altérée (DeNiro, 1985). Ce critère est utilisé par la grande majorité des études (Guiry et Szpak, 2021,

p. 2). Guiry et Szpak (2021, p. 12-13) recommandent d'abaisser la limite supérieure du rapport atomique C/N acceptable à 3,5 pour les mammifères. Les échantillons de collagène avec une concentration en azote et en carbone inférieure à 4,8 % et 13 %, respectivement, sont trop altérés (Ambrose, 1990, p. 147). D'autres critères pourraient être utilisés, mais plusieurs contraintes limitent leur application en contexte archéologique (Guiry et Szpak, 2021, p. 12).

2.5.2. Effet de la carbonisation et des traitements chimiques sur les céréales archéologiques

Contrairement au collagène, les critères de contrôle qualité des rapports isotopiques mesurés dans les grains de céréales carbonisés archéologiques ne sont pas encore établis. Les fortes teneurs en azote des céréales impliquent que ces dernières rencontrent d'autres processus de transformation que le bois lors de la carbonisation et la diagénèse, et que les réactions de transformation bien connues pour le charbon de bois ne leur sont pas extrapolables (Nitsch *et al.*, 2015, p. 2).

Lors d'expérimentations de carbonisation, la composition élémentaire de grains a été mise en relation avec des critères visuels d'état de préservation. Les grains carbonisés dont les caractéristiques morphologiques sont proches des grains archéologiques subissent une augmentation de la teneur relative en azote et en carbone, due à la volatilisation de l'oxygène et de l'hydrogène (sous forme de vapeur d'eau), mais les changements du rapport atomique C/N restent faibles (Fraser *et al.*, 2013a, p. 7 ; Styring *et al.*, 2013, p. 4778) et iraient dans le sens d'une légère diminution du rapport C/N (Nitsch *et al.*, 2015, p. 6). Dans ces trois études, les grains carbonisés (toutes températures et durée confondues) ont des teneurs relatives en azote entre 1,65 % et 9,30 %, des teneurs relatives en carbone entre 46,17 % et 71,05 % et des rapports atomiques C/N entre 7,31 et 36,78.

La carbonisation cause un léger fractionnement isotopique de l'azote et du carbone, en particulier pour les températures et durées relativement élevées. Certaines études n'attestent pas un tel phénomène : Styring *et al.* (2013, p. 4778) et Fraser *et al.* (2013a, p. 11) considèrent les variations des valeurs de $\delta^{13}C$ comme négligeables. Kanstrup *et al.* (2012, p. 2538) n'observent pas d'effet de carbonisation pour les valeurs de $\delta^{15}N$ et la comparaison de céréales archéologiques carbonisées et desséchées n'a pas montré de différences moyennes significatives des valeurs de $\delta^{15}N$ (Szpak et Chiou, 2019, p. 9). *A contrario*, la carbonisation a affecté la composition isotopique des céréales dans certaines autres études, en causant un enrichissement systématique des valeurs de $\delta^{15}N$ de +1 ‰ (Fraser *et al.*, 2013a, p. 12 ; Styring *et al.*, 2013, p. 4773) ou +0,68 ‰ (Aguilera *et al.*, 2008, fig. 2b).

Brinkkemper *et al.* (2018, p. 260) ont calculé une augmentation moyenne des valeurs de $\delta^{13}C$ et de $\delta^{15}N$ de +0,4 ‰ et +0,6 ‰, respectivement. Avec un échantillonnage encore plus élevé, Nitsch *et al.* (2015) ont trouvé un écart moyen de +0,11 ‰ (IC 95 % : 0,003-0,22 ‰) et +0,31 ‰ (IC 95 % : 0,05-0,57 ‰), pour les valeurs de $\delta^{13}C$ et de $\delta^{15}N$, respectivement, pour toutes les conditions expérimentales de température et de durée de carbonisation et pour toutes les espèces testées.

Les traitements chimiques appliqués préalablement à l'analyse isotopique (acide-base-acide) n'ont pas d'effet sur la composition élémentaire des grains modernes carbonisés, mais affectent celle des grains archéologiques, indiquant que les traitements remplissent bien leur rôle de décontamination de pollutions post-dispositionnelles. Ils n'ont pas d'effet sur la composition isotopique des grains modernes, permettant l'exploitation directe des mesures de $\delta^{13}C$ et de $\delta^{15}N$ (Fraser *et al.*, 2013a, p. 12 ; Styring *et al.*, 2013, p. 4776 ; Vaiglova *et al.*, 2014a, p. 2507-2508 ; Brinkkemper *et al.*, 2018, p. 259).

Plusieurs études comparent les teneurs relatives en azote et carbone et les rapports atomiques C/N des grains archéologiques avec les valeurs des grains modernes carbonisés expérimentalement (dans les études citées précédemment) pour évaluer leur cohérence (Vaiglova *et al.*, 2014a ; Lodwick *et al.*, 2020 ; Gillis *et al.*, 2020). Gron *et al.* (2017) ont réalisé des analyses sur des grains évalués sur une échelle visuelle de préservation (Hubbard et al Azm, 1990), mais les différences mentionnées de composition entre les grains ayant deux types de conservation ne sont pas concluantes.

L'altération des grains par des processus post-dépositionnels n'a pas encore été beaucoup explorée. Au cours de l'étude de Fraser *et al.*, des graines de pois et des grains de blé froment (séparés en deux groupes ayant poussé sans fertilisation et avec un fort taux de fumure) carbonisés à 230°C ont été enfouis dans un sol de potager durant 6 à 24 mois. Malgré la courte durée de l'expérience, les auteurs ont considéré que si des molécules peu résistantes à la dégradation restaient présentes après la carbonisation, les changements de composition chimique les plus notables auraient dû intervenir rapidement au cours de ces quelques mois. Les résultats des analyses de teneurs en azote et en carbone, ainsi que la composition isotopique en azote et en carbone n'ont pas révélé de changement dans la composition des grains (Fraser *et al.*, 2013a, p. 4 et 7-8).

Cette succession d'études montre que l'effet de la carbonisation et des traitements de décontamination sur les valeurs isotopiques des céréales reste relativement faible, et ne compromet pas la lecture des variations dues aux conditions environnementales et anthropiques de croissance des plantes. La diagénèse des grains archéologiques mérite d'être plus étudiée, pour assurer la validité des résultats.

2.5.3. Pistes de recherche sur la diagénèse de l'arsenic dans les plantes

Actuellement, aucune étude sur la conservation de la teneur en arsenic dans les céréales archéologiques n'a été menée, l'étude de Blanz *et al.* (2019) n'ayant porté que sur des grains de céréales frais. Quelques connaissances, issues de recherches sur la préservation du strontium donnent des indications sur le devenir des éléments traces métalliques dans les grains de céréales. La répartition de l'arsenic dans les grains de riz a été établie et peut servir de base pour l'étude de la diagénèse des grains de blé et d'orge, en initiant les recherches sur les effets de la carbonisation et de l'enfouissement qui ne sont pas encore connus pour cet élément.

2.5.3.1. Contamination des grains en éléments traces métalliques par le ruissellement

Les recherches sur le strontium dans les restes céréaliers sont un peu plus avancées que les autres éléments traces métalliques. La structure poreuse des grains archéologiques (Charles *et al.*, 2015) offre une grande surface d'échange avec le milieu environnant, susceptible de capter les ions métalliques du sol (Styring *et al.*, 2018a, p. 2). Cela a pu être confirmé par Heier *et al.* (2009) qui ont montré un enrichissement en strontium de grains carbonisés placés durant plusieurs mois dans une solution de craie broyée. La contamination a pu être retirée avec un rinçage à l'acide chlorhydrique.

Une étude plus poussée, et en conditions plus réalistes pour une étude archéologique, a été menée avec la réalisation de plusieurs expériences (Styring *et al.*, 2018a). Des grains issus de la station agronomique de Rothamsed (sud-est de l'Angleterre), carbonisés à 230 °C durant 24h, ont été enfouis dans des pots contenant un sol prélevé au nord-ouest de l'Écosse durant 3, 9 et 12 mois. Les sols ont été régulièrement arrosés pour garder une humidité permettant la mobilité des ions solubles. Les résultats montrent que les grains ont absorbé le strontium présent dans le sédiment dès les premiers mois d'enfouissement. Des grains archéologiques issus du site urbain néolithique de Çatalhöyük (Turquie), provenant de deux contextes (des grains mis au jour dans une céramique, isolés du sédiment et d'autres mélangés au sol) ont aussi été analysés. Les grains des deux contextes n'ont pas montré de différence de teneur en strontium, indiquant que les contaminations sont liées à la circulation de l'eau dans le sol plutôt que par le contact des grains avec le sédiment (Styring *et al.*, 2018a, p. 11-12). Cela s'accorde avec l'étude de la contamination des os par l'uranium et l'arsenic (Hedges et Millard, 1995 ; Pike et Richards, 2002)

Après 12 mois d'enfouissement, plusieurs protocoles de rinçage ont été testés pour déterminer la décontamination la plus efficace. Des grains non enfouis ont été soumis aux mêmes traitements pour évaluer la part de strontium biogénique retirée par les rinçages. Une partie du strontium, aussi bien exogène que biogénique, est éliminée par les rinçages à l'acide chlorhydrique

ou à l'hydroxyde de sodium. Le rinçage dans une solution d'acide chlorhydrique HCl 6 M pendant 24 h semble être la plus efficace (Styring *et al.*, 2018a, p. 12-13).

Nous supposons que les contaminations des grains par l'arsenic peuvent suivre un schéma similaire au strontium et que les analyses des teneurs ne sont pas suffisantes pour évaluer l'altération des restes archéologiques. D'autres méthodes doivent être développées pour identifier les éléments traces biogéniques des contaminations post-dépositionnelles.

2.5.3.2. Localisation de l'arsenic dans les grains

Pour des recherches de sureté sanitaire des aliments, plusieurs études ont été menées sur la répartition de l'arsenic dans les grains de riz, grâce à plusieurs méthodes analytiques : microtomographie aux rayons X, spectrométrie de fluorescence des rayons X par synchrotron (S-XRF) et spectrométrie de masse des ions secondaires à l'échelle nanométrique (NanoSIMS). Chaque instrument possède son équilibre entre sensibilité analytique et résolution spatiale, et la combinaison des différentes techniques permet de mieux comprendre la répartition des éléments dans un matériau organique. Les échantillons étudiés jusqu'à présent sont des grains de riz *(Oryza sativa)*, issus de cultures expérimentales en pot enrichies à l'arsénite de sodium. Les grains récoltés à maturité ont été décortiqués pour retirer l'enveloppe, sans abimer les couches superficielles du caryopse. Les échantillons ont été coupés en deux avec une lame de rasoir ou au microtome pour cartographier la répartition des éléments qui apparaissaient sur la coupe transversale des grains.

Les analyses S-XRF de grains contenant 0,5 µg/g d'arsenic montrent une localisation de l'arsenic sur la périphérie du caryopse (Figure 2-6) (Meharg *et al.*, 2008, p. 1052 ; Lombi *et al.*, 2009, p. 197). D'autres micro-nutriments métalliques suivent cette distribution (Zn, Fe, Mn et Cu). Moore *et al.* (2010) se sont intéressés à la localisation de l'arsenic dans les grains de riz à l'échelle subcellulaire. La teneur en arsenic des grains observés était de 2,5 µg/g, soit un ordre de grandeur 100 fois plus élevé que la concentration dans les grains d'orge fertilisés aux algues dans l'expérimentation de Blanz *et al.* (2019) (26-37 ng/g). Les analyses NanoSIMS montrent que l'arsenic n'est pas distribué de manière homogène dans le grain (Figure 2-7). Il est concentré dans la matrice protéique des cellules à amidon de l'endosperme (marquée aussi par la teneur élevée en azote et en soufre, $^{12}C^{14}N^{-}$ et $^{32}S^{-}$).

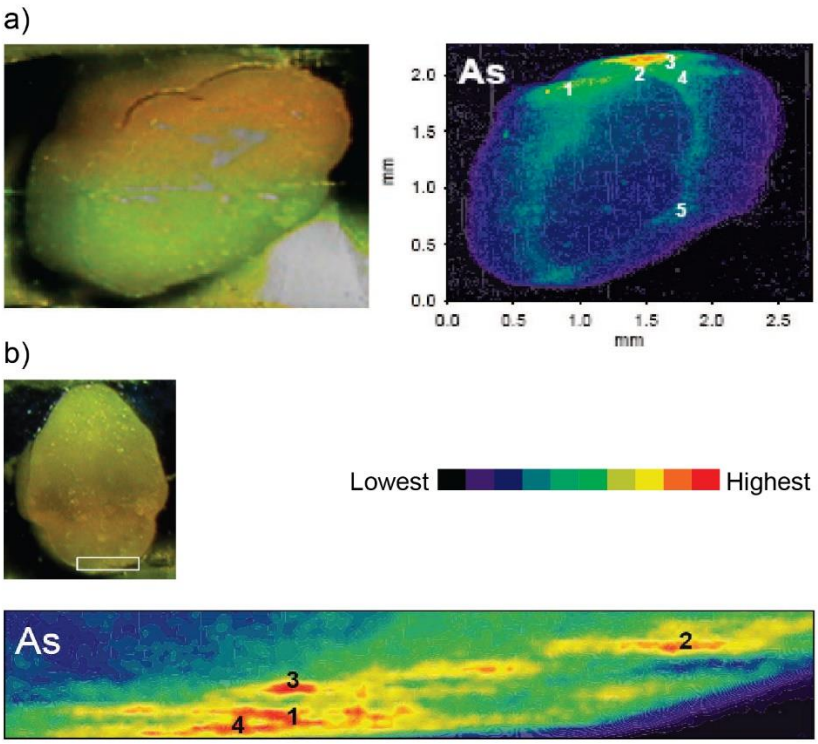

Figure 2-6 Cartographie de l'arsenic par S-XRF (a) et par microtomographie aux rayons X (b) sur la coupe transversale de grains de riz (Meharg *et al.*, 2008, fig. 1 et S1).

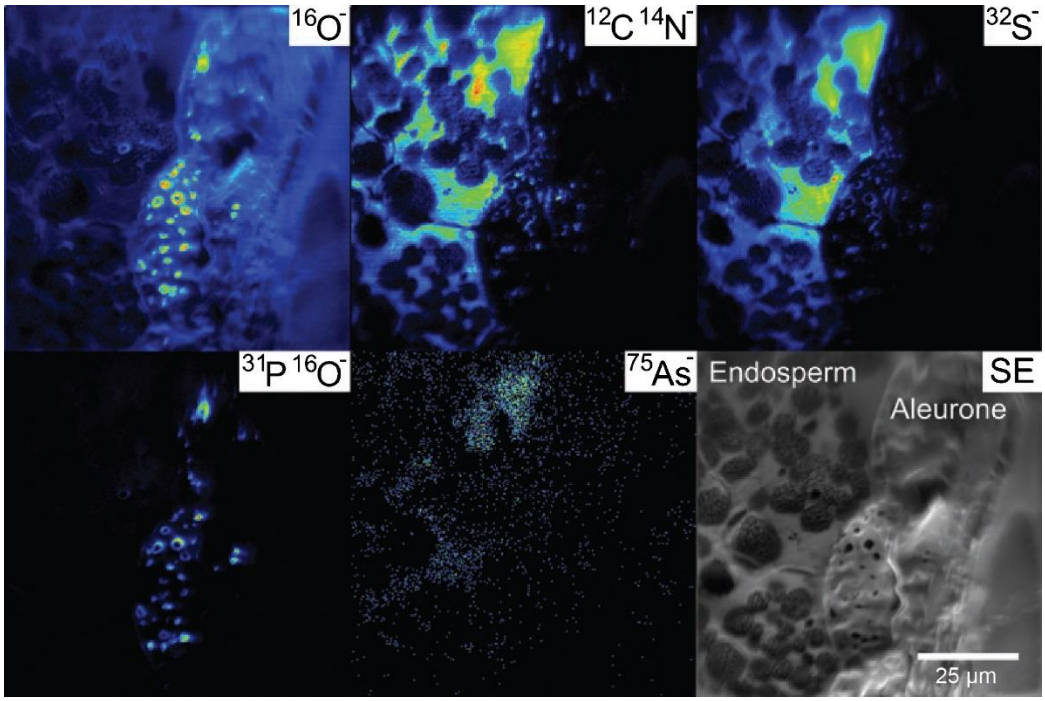

Figure 2-7 Cartographie NanoSIMS en périphérie d'un grain de riz *(Oryza sativa)* montrant les signaux ioniques $^{16}O^-$, $^{12}C^{14}N^-$, $^{32}S^-$, $^{31}P^{16}O^-$, $^{75}As^-$ et le signal des électrons secondaires (SE). Les cartes NanoSIMS sont présentées dans une échelle de couleurs linéaire arbitraire, les régions rouges et jaunes indiquant une concentration plus élevée et les régions bleues et noires une concentration plus faible. (Moore *et al.*, 2010, fig. 6)

La concentration en protéine, et donc en arsenic, décroit entre l'extérieur et le centre de l'endosperme. L'arsenic est plus rare dans les cellules à aleurone, en périphérie du grain, où il est 2,5 fois moins concentré que dans l'endosperme sous-aleurone. Les variations de topographie, liées à la préparation de l'échantillon (coupe au rasoir) et à l'anatomie des cellules, affectent la sensibilité de la NanoSIMS. Pour compenser cet effet, les ratios arsenic/azote et arsenic/souffre ont été calculés et accentuent la différence de concentration entre l'endosperme sous-aleurone et les cellules à aleurone, confirmant la première observation.

Le riz accumule plus facilement l'arsenic que les autres céréales (Figure 2-8). Les conditions de croissance du riz, sur des sols inondés et anaérobies, contrastant avec celles des blés et orges, sur sols aérobies, impliquent des différences dans les proportions des différentes formes organiques et minérales d'arsenic (Williams *et al.*, 2007, p. 6857). Les études présentant la répartition de l'arsenic dans les tissus des grains de riz ne sont alors pas forcément directement comparables à celles des blés et des orges qui nous concernent dans cette thèse. Toutefois, la structure anatomique des grains des différentes espèces de céréales cultivées étant proche (Krishnan et Dayanandan, 2003 ; Panato *et al.*, 2017), l'arsenic du blé et de l'orge devrait probablement suivre une répartition semblable à celle du riz.

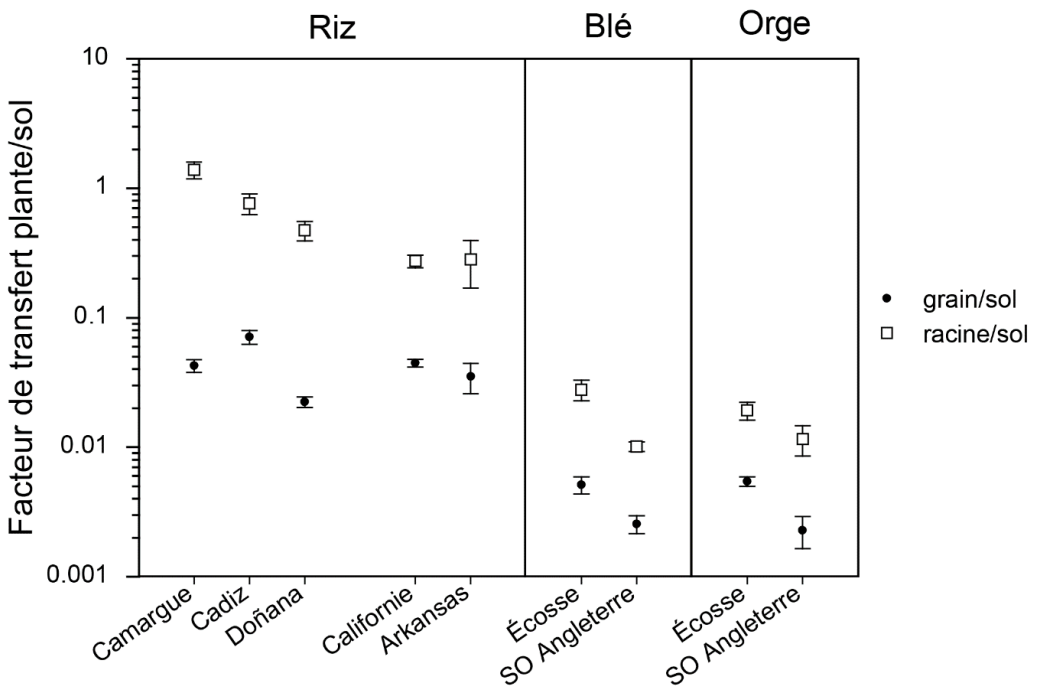

Figure 2-8 Facteur de transfert de l'arsenic du sol aux plantes pour les racines et grains de riz, de blé et d'orge, issus de différentes exploitations agricoles ($[As]_{plante}/[As]_{sol}$, Moyenne ± erreur standard). (Williams *et al.*, 2007, fig. S2)

Les variations spatiales de concentration de l'arsenic dans les grains de céréale sont dues à des raisons biologiques qui ne sont pas encore comprises. La carbonisation des grains, par les transformations chimiques qu'elle suscite, pourrait affecter sa localisation. Malgré cela, si des phénomènes de contamination des grains archéologiques par les eaux du sol surviennent, nous proposons l'hypothèse selon laquelle la localisation de l'arsenic contaminant serait différente de l'arsenic biogénique, ce qui pourrait être un critère d'identification de contamination. L'effet de la carbonisation devra être vérifié, puis les processus d'altération postdépositionnels pourront être étudiés par des expérimentations d'enfouissements similaires à celles présentées ci-dessus.

CHAPITRE 3 : CORPUS

3.1. Division du territoire d'étude en zones géographiques

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent (voir partie 2.1), la composition isotopique des plantes reflète leurs conditions de croissance, qui sont donc soumises à diverses variables environnementales (climatiques et géologiques) et ces contextes peuvent aussi être déterminants dans le potentiel agricole des sols et le choix des cultures (Petit *et al.*, 2018). Plusieurs situations géologiques sont rencontrées à travers notre terrain d'étude, structuré par trois grandes entités : un vaste bassin sédimentaire (le Bassin parisien), encadré par deux massifs magmatiques et métamorphiques (le Massif armoricain à l'ouest et les Vosges à l'est).

Nous avons cherché à diviser le territoire en quelques régions cohérentes, afin de permettre d'observer les potentielles tendances dans les variations des valeurs de $\delta^{15}N$ inter-sites. En plus des choix dans les pratiques agricoles répondant aux logiques des groupes sociaux, la gestion de la fertilisation est en partie contrainte par les paramètres naturels. Les contextes à l'échelle locale sont très diversifiés, en particulier avec l'effet du relief, mais nous avons choisi de nous limiter à de grands ensembles régionaux, caractérisés à petite échelle, dont les types de sols sont soumis aux mêmes contraintes climatiques et géologiques (Camizuli *et al.*, 2016, paragr. 14). Neuf zones ont été définies par la superposition des cartes lithologique, pédologique et carte du pH des sols forestiers (Figure 3-1) :

1) Le *Massif armoricain* est constitué d'un socle de schiste ou de grès issus de l'altération du granite. Les sols se distinguent par leur acidité et sont majoritairement de type brun (Corillion, 1971).

La plupart des sites se localisent dans le Bassin parisien, au substrat calcaire ou crayeux, et qui est subdivisés en plusieurs espaces :

2) La *Plaine de Caen* est une enclave au sol peu acide à l'extrémité occidentale du Bassin parisien, considérée comme très fertile (Langohr, 1990).
3) Bien que son sous-sol soit calcaire, le reste de la *Normandie* présente des sols acides, en partie du fait des épais placages d'argile.
4) La *Beauce* est une région fertile où affleurent les calcaires.
5) Le *centre du Bassin parisien* correspond aux couches sédimentaires les plus récentes, composées de calcaire, de sable et d'argile, et est couvert par une diversité de sols fertiles.
6) La *Picardie* est constituée de plateaux calcaires et crayeux aux sols lessivés.
7) La *Champagne crayeuse* se caractérise par un substrat crayeux, qui se délite pour former des sols très superficiels de type rendzine à la différence du reste du Bassin parisien. L'alcalinité du sol favorise l'activité microbienne qui minéralise rapidement la matière organique qui se retrouve vite lessivée. Les contraintes agricoles sont donc importantes (Boulen *et al.*, 2012).
8) Le plateau *Lorrain* forme l'extrémité orientale de Bassin parisien et est majoritairement couvert de sols bruns.

La dernière zone est localisée à l'est :

9) Les *Vosges* sont un massif montagneux ancien dont le socle est composé de grès et granite. Son versant oriental est recouvert de placages lœssiques.

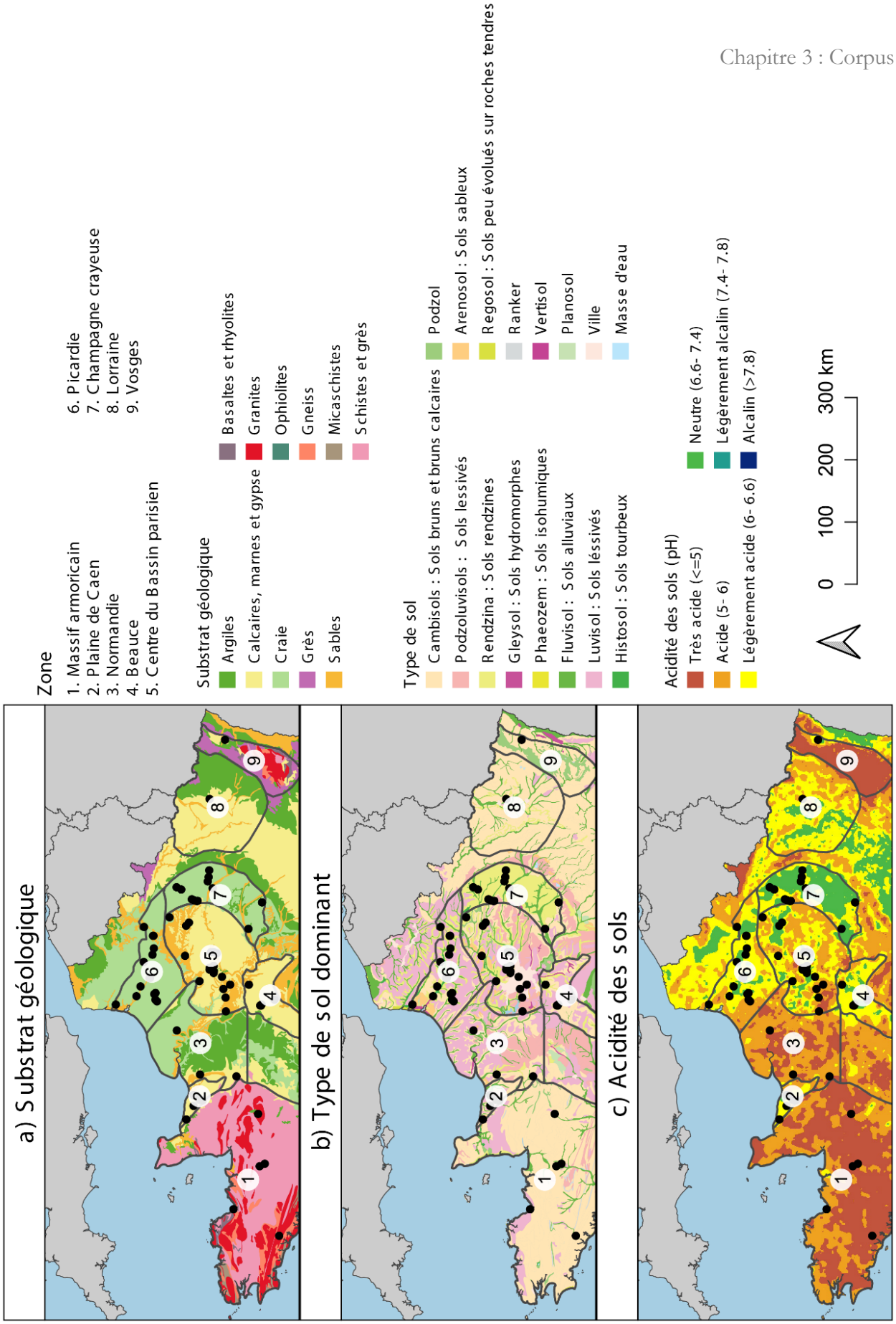

Figure 3-1 Cartes lithologique (a), pédologique (b) et du pH des sols forestiers (c) à petite échelle et zonation du territoire d'étude (chiffres). Données : BRGM, 2008 ; SGDBE–ESDB v2.0, 2001 ; IFN, 2008. Les points noirs localisent les sites mobilisés (voir partie 3.2.1).

3.2. Corpus archéologique

3.2.1. Céréales

Les céréales archéologiques sélectionnées dans le cadre de cette thèse correspondent aux quatre taxons les plus cultivées durant le second âge du Fer et la période romaine (Zech-Matterne *et al.*, 2017a, 2020) :

- Le blé amidonnier *(Triticum turgidum ssp. dicoccum) ;*
- Le blé épeautre *(Triticum aestivum ssp. spelta)* ;
- Le groupe des blés nus (froment–*Triticum aestivum ssp. aestivum*/blé dur–*T. turgidum ssp. durum*/blé poulard–*T. turgidum ssp. turgidum) ;*
- L'orge vêtue *(Hordeum vulgare).*

L'orge vêtue est identifiée par la forme caractéristique de ses grains. Les espèces de blés vêtus amidonnier et épeautre se distinguent par la morphologie de leurs grains et de leurs bases de glume et d'épillet. Les espèces qualifiées de « blés nus » sont difficiles à distinguer uniquement sur la base de la morphologie de leurs caryopses et en l'absence d'articles de rachis (qui forment l'axe central de l'épi), portant des caractéristiques diagnostiques du type génétique (tétraploïde–blé poulard et blé dur/hexaploïde–blé tendre ou froment). En raison de la facilité de nettoyage des récoltes des blés nus, ces pièces végétales sont rarement retrouvées. Dans quelques assemblages carpologiques d'Ile-de-France durant la période romaine, les deux types ont pu être reconnus, soit en mélange, soit isolement. Ailleurs, de telles déterminations sont exceptionnelles et obligent à conserver ce taxon-valise.

Ces céréales sont issues en grande majorité de fouilles d'archéologie préventive, réalisées depuis les années 1990 aux années 2010 par différents opérateurs (Afan–Inrap et collectivités territoriales). Les assemblages carpologiques ont été étudiés par plusieurs archéobotanistes (V. Matterne, B. Pradat, F. Toulemonde, E. Neveu, G. Daoulas, P. Marinval et C. Schaal). Une partie des études a été publiée dans le cadre de la thèse de V. Matterne (2001) et la plupart sont présentes sous forme de rapport d'étude dans les rapports finaux d'opérations (RFO, ou anciennement DFS) déposés aux services régionaux de l'archéologie (SRA–Ministère de la Culture).

Les structures échantillonnées sont de natures diverses. Les plus nombreuses sont des structures en creux (fosses, silos, puits, fossés, caves) utilisées comme dépotoir à la fin de leur fonction primaire (Gransar, 2002, p. 48). D'autres unités stratigraphiques correspondent à des niveaux d'incendies ou à des carbonisations accidentelles lors de l'utilisation de séchoirs à grains. Les restes trouvés dans des trous de poteaux y ont été piégés durant la destruction du bâtiment.

Quelques céréales ont été mises au jour dans des comblements de fours et ont potentiellement servi de combustible. Ces assemblages peuvent être, dans certains cas, considérés comme des stocks de céréales carbonisés *in situ*, en position primaire (Zech-Matterne, 2011). La datation des contextes archéologiques est fournie dans les RFO et a été réalisée dans la quasi entièreté des cas par chronologie relative à l'aide du mobilier contenu dans les comblements. Lorsque les rapports utilisent la chronologie relative et la nomenclature typochronologique, nous avons attribué des dates calendaires à partir d'une chronologie synthétisée pour le second âge du Fer (Barral et Fichtl, 2012).

Les céréales du corpus proviennent d'assemblages carpologiques en concentration, caractérisés par la haute densité de restes dans les prélèvements de terrain et qui ont été rejetés en une fois au moment de la mise en place de la couche archéologique. Les grains d'une espèce présents dans les concentrations sont probablement issus d'une même récolte. Cependant, comme un certain temps et différents gestes techniques séparent la moisson du rejet des céréales dans les dépotoirs (nettoyage des récoltes, stockage, déstockage, séchage des grains, carbonisation), les différentes espèces contenues dans un assemblage, s'il ne s'agit pas de cultures en mélange, ont été récoltées à différents moments. Elles ont ainsi pu être potentiellement récoltées à quelques années d'intervalle et se retrouver mêlées dans le dépotoir après un temps de stockage séparé. La stricte contemporanéité des récoltes est ainsi impossible à déterminer.

Au sein de chaque assemblage archéologique, nous avons échantillonné 30 ou 50 grains d'une même espèce. Ces ensembles de grains sont appelés « lots de céréales » dans cette étude. Dans un cas, l'échantillonnage n'a porté que sur 20 grains (orge vêtue de Saint-Quentin « La Potence »), car le nombre de grains bien conservés était insuffisant pour en prélever plus. À Bohain-en-Vermandois « Au-delà du Moulin Mayeux », les 80 grains échantillonnés, issus de deux unités stratigraphiques (US 1 et 2 de la fosse dépotoir 92), sont rassemblés en un seul lot, car le découpage de la lentille carbonisée en deux US est artificiel (Lemaire, 2002, p. 19). Ainsi, 105 lots de céréales (soit 5010 grains), issus de 81 assemblages carpologiques de 62 sites ont été échantillonnés. À ceux-ci, s'ajoutent les lots analysés dans le cadre du projet RurLand, qui ont suivi la même stratégie d'échantillonnage (26 lots, soit 1480 grains, issus de 20 structures de 12 sites) (Aguilera *et al.*, 2018). Certains contextes sont communs au corpus de thèse et au projet RurLand, portant le nombre de lots à un total de 124 (soit 6490 grains), issus de 95 structures (68 sites), datés du VIe siècle avant notre ère au Ve siècle de notre ère (Tableau 3-1). La Figure 3-2 localise les 68 sites dans la moitié nord de la France et la Figure 3-3 précise la chronologie couverte. Plus de trente lots ont été échantillonnés pour l'amidonnier, les blés nus et l'orge vêtue (N=34, N=35 et N=42, respectivement), tandis que seuls 13 lots ont pu l'être pour l'épeautre.

Tableau 3-1 Liste des sites étudiés.

Site	Département	Responsable d'opération	Opérateur	Date d'intervention	Étude carpologique	Structures (Date, Nature, Type d'assemblage) : Espèces	Nombre de lots
Ablaincourt-Pressoir « La Sole de Deniécourt »	Somme	Frédéric Lemaire	Inrap	2007	Véronique Matterne	ST 864 (-IVe s., Silo, Détritique) : Amidonnier	1
Acy-Romance « La Warde »	Ardennes	Bernard Lambot	CNRS		Véronique Matterne	Silo 3396 (-IIe s., Silo, Résidu de stock) : Orge Silo 4524 (-IIe s., Silo, Résidu de stock) : Épeautre	2
Amiens « Bd Belfort »	Somme	Éric Binet	Afan	2001	Véronique Matterne	Blés nus (+Ier s.)	1
Amiens « ZAC Cathédrale »	Somme	Dominique Gemehl	Afan	1998	Véronique Matterne	Grenier (IIe s., Niveau d'incendie, Résidu de stock) : Épeautre	1
Auve « La Vigne »	Marne	Philippe Ferray	Afan	2001	Véronique Matterne	ST 19 (-IIIe s., Silo, Dépôt primaire) : Orge	1
Bailly « Le Merisier ouest »	Yvelines	Philippe Granchon	Afan	1997-1998	Véronique Matterne	Silo 103 (-Ve s., Silo, Dépôt primaire) : Amidonnier, Blés nus, Orge	3
Barcy « Marais de Narcy »	Seine-Et-Marne			2004	Véronique Matterne	ST 134437 (-IIIe s., Fosse) : Blés nus	1
Bétheny « Les Équiernolles »	Marne	Philippe Rollet	Inrap	1998	Véronique Matterne	ST 276 (-IIe s., Silo, Résidu de stock) : Épeautre	1
Bettencourt-Saint-Ouen « Le Bois de Bettencourt »	Somme	Patrick Lemaire	Inrap		Véronique Matterne	ST 2 (+Ier s.) : Orge	1
Bohain-en-Vermandois « Au-delà du Moulin Mayeux »	Aisne	Patrick Lemaire	Afan	2000	Véronique Matterne	ST 92 (IIe s., Fosse) : Épeautre	1
Bonneuil-en-France « La Fontaine Plamond »	Val-D'Oise	Gaëlle Bruley-Chabot	Inrap	2010	Véronique Matterne	ST 2287 (+Ier s., Séchoir, Résidu de stock) : Blés nus	1
Bretteville-L'Orgueilleuse « Le Bas des Prés »	Calvados	Chris-Cécile Besnard-Vauterin	Inrap	2011	Elsa Neveu	ST 1228 (+Ier s., Fosse, Détritique) : Amidonnier ST 795 (-Ve s., Fosse, Détritique) : Épeautre ST 939 (-Ve s., Fosse, Détritique) : Orge	3
Bussy-Le-Château « Le Bout des Forces »	Marne	Catherine Moreau	Inrap	2001	Véronique Matterne	ST 2040 (-IVe s., Silo, Détritique) : Orge	1
Chambly « La Marnière »	Oise	Jean-Marc Frémolant	Afan		Philippe Marinval	ST 2 (-Ier s., Fosse, Résidu de stock) : Amidonnier, Orge	2
Chambry « ZAC Griffon »	Aisne	Alexandre Audebert	Département de l'Aisne-Inrap	2006	Véronique Matterne	ST 30 (-IIe s., Silo, Détritique) : Orge	1
Ciry-Salsogne « Le Bruy »	Aisne	Richard Cottiaux	Inrap		Véronique Matterne	Grenier 62 (-IIe s., Niveau d'incendie, Résidu de stock) : Amidonnier, Orge	2

Site	Département	Responsable d'opération	Opérateur	Date d'intervention	Étude carpologique	Structures (Date, Nature, Type d'assemblage) : Espèces	Nombre de lots
Clinchamps-Sur-Orne « Liaison D. 562A à D. 41 »	Calvados	Clarisse Parra-Prieto	Département du Calvados	2013	Véronique Matterne	ST 37 (-Ve s., Souterrain, Résidu de stock) : Amidonnier, Orge	2
Compiègne « Le Fond Pernant »	Oise	Bernard Lambot	CNRS		Véronique Matterne	Épeautre, Orge (-Ve s.)	2
Conchil-Le-Temple « Fond de la Commanderie »	Pas-De-Calais	Frédéric Lemaire	Afan	1995	Véronique Matterne	ST 1682 (IVe s.) : Amidonnier	1
Croixrault « La Dériole »	Somme	Laurent Duvette	Inrap	2002	Véronique Matterne	ST 271 (IIIe s.) : Épeautre	1
Cuperly « La Perte »	Marne	Raphaël Gestreau	Inrap	2001	Véronique Matterne	ST 386 (+Ier s., Cave) : Orge	1
Duntzenheim « Sonnenrain »	Bas-Rhin	Fabrice Reutenauer	Pôle d'Archéologie Interdépartemental Rhénan	2010	Caroline Schaal	ST 1317 (-Ier s., Trou de poteau) : Orge ST 1440 (-Ier s., Trou de poteau) : Orge	2
Eaucourt-sur-Somme « Les Monts Bergeron »	Somme	Roland Haurillon	Inrap	1994 ?	Véronique Matterne	ST 282 (IIIe s.) : Amidonnier	1
Ennemain « L'Orme »	Somme	Hervé Petitot	Afan		Véronique Matterne	ST 267 (IVe s.) : Amidonnier	1
Épiais-lès-Louvres « La Grande Fosse »	Val-D'Oise	Julien Avinain	Inrap	2008	Véronique Matterne	250 - 350 AD (IVe s.) : Blés nus 30 BC - 30 AD (+Ier s.) : Blés nus 300 - 350 AD (IVe s.) : Blés nus 50 - 150 AD (IIe s.) : Blés nus ST 5119 (IVe s., Détritique) : Amidonnier, Blés nus	6
Gauville « Le Bout de la Rue du Bois »	Somme	Nathalie Soupart	Inrap	2002	Véronique Matterne	ST 1004 (IIe s.) : Blés nus	1
Gonesse « ZAC des Tulipes Nord »	Val-D'Oise	Alexandra Mondoloni	Inrap	2008	Véronique Matterne	ST 239 (-Ier s., Silo) : Orge ST 281 (-Ier s., Silo, Détritique) : Amidonnier ST 288 (-Ier s., Trou de poteau, Résidu de stock) : Blés nus ST 555 (-Ier s., Silo) : Orge	4
Hérouvillette « Contournement routier de Sainte-Honorine-la-Chardonnette (site 3) »	Calvados	Pierre Giraud	Département du Calvados	2017	Véronique Matterne	ST 1228 (-IIe s., Fosse, Dépôt primaire) : Amidonnier	1
Houdan « Les Brosses »	Yvelines	Valérie Gonzalez			Véronique Matterne	Bat 2 (IIIe s., Niveau d'incendie, Dépôt primaire) : Blés nus, Orge	2
Inzinzac-Lochrist « Kermat III »	Morbihan	Joseph Le Gall	Inrap	2015	Elsa Neveu	ST 635 (-Ve s., Trou de poteau) : Amidonnier	1

Site	Département	Responsable d'opération	Opérateur	Date d'intervention	Étude carpologique	Structures (Date, Nature, Type d'assemblage) : Espèces	Nombre de lots
Isneauville « La Plaine de la Ronce »	Seine-Maritime	Yves-Marie Adrian	Inrap	2009	Véronique Matterne	ST A 215 (-IIe s., Fosse, Résidu de stock) : Amidonnier	1
Jouars-Pontchartrain « Ferme d'Ithe »	Yvelines	Olivier Blin	Inrap	1998	Véronique Matterne	ST 21017 (-Ier s., Fosse, Dépôt primaire) : Blés nus, Orge	2
Liéhon « Larry »	Moselle	Jean-Denis Laffite	Inrap	2003	Véronique Matterne	US 2189 (IIIe s., Sol) : Épeautre	1
Limé « Les Fussis »	Aisne	Bénédicte Hénon	Afan	1994	Véronique Matterne	ST 8 (IIIe s.) : Orge	1
La Mézière « Lignes de la Gonzée »	Ille-Et-Vilaine	Stéphane Blanchet et Françoise Le Boulanger	Inrap	2011	Véronique Matterne	ST 1059 (IIe s., Séchoir) : Blés nus, Épeautre, Orge	3
Louvres « Le Vieux Moulin »	Val-D'Oise	Diane Casadéi	Afan	1996	Véronique Matterne	ST 34 (-IIe s., Silo, Résidu de stock) : Amidonnier, Orge	2
Mareuil-Lès-Meaux « La Grange des Monts »	Seine-Et-Marne	Renaud Gosselin et Philippe Bet	Inrap	2002	Véronique Matterne	ST 41069 (+Ier s., Silo) : Amidonnier, Blés nus, Orge	3
Meaux « Rue St Faron »	Seine-Et-Marne	David Couturier	Inrap	2016	Véronique Matterne	ST 2518 (IIe s., Niveau d'incendie) : Blés nus, Orge	2
Méaulte « Plateforme aéroindustrielle - Site 3 »	Somme	Laurent Duvette	Inrap	2005	Véronique Matterne	ST 823 (IIIe s., Fosse, Détritique) : Orge	1
Mitry-Mory « La Villette aux Aulnes Est »	Seine-Et-Marne	Gaëlle Bruley-Chabot	Inrap		Véronique Matterne	ST 3081 (+Ier s., Mur) : Blés nus	1
Mondeville « L'étoile I »	Calvados	Chris-Cécile Besnard-Vauterin	Inrap	1995	Véronique Matterne	ST 113 (-Ier s., Fosse, Résidu de stock) : Amidonnier, Orge ST 118 (-IIe s., Fosse, Résidu de stock) : Amidonnier, Orge	4
Mondeville « L'étoile II, Site III »	Calvados	Chris-Cécile Besnard-Vauterin	Inrap	1995	Véronique Matterne	ST 282 (-IIe s., Fosse) : Amidonnier	1
Morvillers-Saint-Saturnin « La Chaude Vallée »	Somme	Nathalie Soupart	Inrap	2002	Véronique Matterne	ST 85 (IVe s., Séchoir) : Amidonnier	1
Morigny-Champigny « Saint-Phallier »	Essonne	Paulette Lawrence-Dubovac	Inrap	2012	Véronique Matterne	ST 1041 (-IIIe s., Silo, Résidu de stock) : Amidonnier, Blés nus, Épeautre, Orge ST 1042 (-IIIe s., Silo, Résidu de stock) : Épeautre	5
Mosles « La Pièce du Pressoir »	Calvados	Cyril Marcigny	Afan	1999	Véronique Matterne	ST 61 (-IVe s., Fosse, Résidu de stock) : Orge	1
Moulay « Oppidum du Mesnil »	Mayenne	Elven Le Goff	Inrap	2009-2011	Elsa Neveu	F 2211 (-IIe s., Fosse, Détritique) : Amidonnier, Orge	2

Site	Département	Responsable d'opération	Opérateur	Date d'intervention	Étude carpologique	Structures (Date, Nature, Type d'assemblage) : Espèces	Nombre de lots
Palaiseau « Les Trois Mares »	Essonne	Cyril Giorgi	Inrap	2012	Françoise Toulemonde	100 - 200 AD (IIe s.) : Blés nus 150 - 90 BC (-IIe s.) : Blés nus 30 BC - 30 AD (+Ier s.) : Blés nus	3
Paris « Sorbonne »	Paris				Véronique Matterne	ST 1102-19 (+Ier s.) : Blés nus	1
Plérin « Centre Hélio-Marin »	Côtes-D'Armor	Bastien Simier	Inrap	2017	Véronique Matterne	US 1008 (IVe s., Séchoir) : Amidonnier	1
Poupry « Vers Artenay 1 »	Eure-Et-Loir	Jean-Yves Noël	Inrap	2012-2013	Véronique Matterne	ST 800 (-IIIe s., Fosse, Résidu de stock) : Blés nus ST 801 (-IIIe s., Fosse, Résidu de stock) : Amidonnier	2
Prasville « Les Grandes Canettes »	Eure-Et-Loir	Dorothée Lusson	Inrap	2011	Bénédicte Pradat	F 180 (-IIIe s., Silo, Résidu de stock) : Amidonnier	1
Prasville « Vers Chesnay »	Eure-Et-Loir	Grégoire Bailleux	Inrap	2009	Bénédicte Pradat	F 1121 (-IIIe s., Fosse, Résidu de stock) : Amidonnier, Blés nus F 1251 (-IIIe s., Fosse, Résidu de stock) : Amidonnier, Blés nus F 4096 (-IIe s.) : Amidonnier, Blés nus	6
Reims « La Fosse aux Fromages »	Marne	Hervé Bocquillon	Inrap	2002/2003	Véronique Matterne	ST 1278 (-Ier s., Puits, Résidu de stock) : Épeautre	1
Reims « Rue Rockefeller »	Marne	Agnès Balmelle et Stéphane Sindonino	Inrap	1998-1999	Véronique Matterne	ST 115 (+Ier s., Couche d'occupation, Résidu de stock) : Blés nus	1
Rennes « Beauregard-Quincé »	Ille-Et-Vilaine	Gaëtan Le Cloirec et Joseph Le Gall	Inrap	2011	Véronique Matterne	US 1033 (IIIe s., Tranchée, Détritique) : Blés nus	1
Roissy-En-France « Le Dessus de la Rayonnette »	Val-D'Oise	Diane Casadéi	Inrap		Véronique Matterne	ST 1010 (-Ier s., Fossé, Détritique) : Blés nus ST 1240 (-Ve s., Silo, Détritique) : Épeautre	2
Saint-Désir « Oppidum du Castellier »	Calvados	Pierre Giraud	Département du Calvados	2007	Véronique Matterne	ST 5 (-Ier s., Fossé, Détritique) : Amidonnier, Orge	2
Sées « Rues des Ardrillers »	Orne	Bastien Simier	Inrap	2015	Véronique Matterne	US 1258 (IIe s., Fossé) : Orge	1
Saint-Gibrien « Le Dessus du Vieux Pont »	Marne	Alain Villes	Afan	1995	Véronique Matterne	ST 108 (Ve s.) : Orge	1
Saint-Martin-De-Fontenay « Le Grand Barberie »	Calvados	James Villaregut	Département du Calvados	2005	Elsa Neveu	ST 6 (-VIe s., Fossé, Détritique) : Orge	1
Saint-Quentin « La Potence »	Aisne	Patrick Lemaire	Inrap	2006	Véronique Matterne	TP 4014 (+Ier s., Trou de poteau, Résidu de stock) : Orge TP 4015 (+Ier s., Trou de poteau, Résidu de stock) : Orge	2
Saint-Quentin « Le Bois de Cambronne »	Aisne	Patrick Lemaire	Afan	2000	Véronique Matterne	ST 402 (+Ier s., Four, Résidu de stock) : Amidonnier	1
Tagnon « La Fricassée »	Ardennes	David Billoin	Afan	1992	Véronique Matterne	ST 19 (-Ve s., Silo, Résidu de stock) : Amidonnier ST 23 (-Ve s., Silo, Résidu de stock) : Orge	2

Site	Département	Responsable d'opération	Opérateur	Date d'intervention	Étude carpologique	Structures (Date, Nature, Type d'assemblage) : Espèces	Nombre de lots
Thieulloy-L'Abbaye « Au Buquet Zabelle »	Somme	Nathalie Buchez	Inrap	2004	Véronique Matterne	Amidonnier (-Ve s.)	1
Torvilliers « Le Petit Désert »	Aube	Cécile Blondeau	Inrap		Geneviève Daoulas	ST 74 (-Ier s., Fosse) : Orge	1
Varennes-Sur-Seine « La Justice »	Seine-Et-Marne	Jean-Marc Séguier	Inrap	2006	Véronique Matterne	ST 1000 (-Ier s., Fossé) : Blés nus	1
Villers-Aux-Nœuds « La Pâture Nord »	Marne	Hervé Bocquillon	Inrap	2002/2003	Véronique Matterne	ST 7002 (-IIe s., Fosse, Résidu de stock) : Amidonnier	1
Ymonville « Les Hyèbles »	Eure-Et-Loir	David Jossuet	Inrap	2009-2010	Bénédicte Pradat	F 1001, US 18 (-IVe s., Fosse, Dépôt primaire) : Blés nus F 1001, US 19 (-IVe s.) : Blés nus, Orge F 1006 (-IIe s., Fosse, Résidu de stock) : Blés nus, Orge F 1071 (-IIIe s., Fosse, Dépôt primaire) : Orge F 1221 (-IVe s., Trou de poteau, Résidu de stock) : Blés nus, Orge F 2057 (-IIIe s., Fosse, Résidu de stock) : Blés nus, Orge F 3149 (-IVe s., Fosse, Résidu de stock) : Amidonnier	11

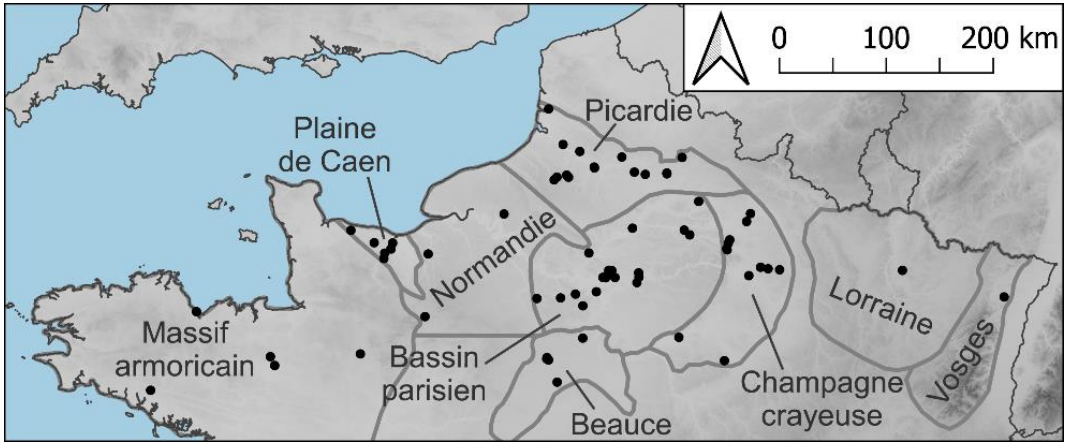

Figure 3-2 Carte des zones géographiques étudiées. Les points noirs localisent les 68 sites archéologiques mobilisés.

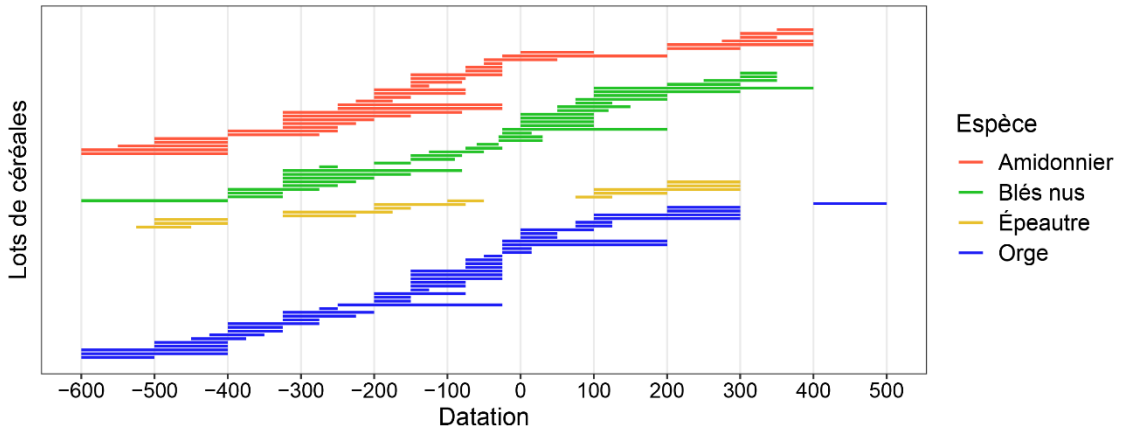

Figure 3-3 Datation des contextes archéologiques de chaque lot de céréales (N=124).

La répartition des lots est déséquilibrée au sein du corpus, en lien avec l'état de la recherche archéologique, du matériel disponible et reflétant en partie les productions agricoles passées.

Les régions de l'ouest de la France (Massif armoricain, Normandie) ont bénéficié de moins d'études carpologiques (à l'exception de la région caennaise, Zech-Matterne *et al.*, 2009) et la thèse d'E. Neveu (2017) n'a pas entièrement comblé ce retard. Le nombre de contextes d'assemblages carpologiques en concentration de ces zones y est actuellement réduit et peu d'entre eux ont pu être échantillonnés. La région Est (Lorraine et Alsace) est bien documentée par la carpologie (Toulemonde *et al.*, 2017b), mais il a été décidé de n'échantillonner que quelques contextes pour ne les considérer que comme illustratifs de la périphérie du corpus (Figure 3-4 et Figure 3-5).

Les déséquilibres concernent aussi les espèces sélectionnées. Les blés nus ont essentiellement été cultivés en Beauce au second âge du Fer (IVe–IIe siècles avant notre ère) puis plus largement dans le Bassin parisien à la période romaine (Zech-Matterne *et al.*, 2014b), tandis qu'ils sont plus rares ailleurs. En négatif de l'essor des blés nus, la diminution de l'importance des cultures d'amidonnier est notée durant la période romaine. Le corpus reflète ces tendances.

Un déficit d'échantillons concerne le IVe siècle avant notre ère (Figure 3-3), à un moment où le nombre d'établissements ruraux a diminué (Malrain *et al.* [éd.], 2013). En raison d'une réorientation du sujet en cours de thèse, les contextes romains (44 lots issus de 37 structures) ont été deux fois moins échantillonnés que ceux du second âge du Fer (80 lots issus de 58 structures), bien que le nombre de sites de ces deux périodes soit équivalent (second âge du Fer : 39 occupations, période romaine : 31 occupations).

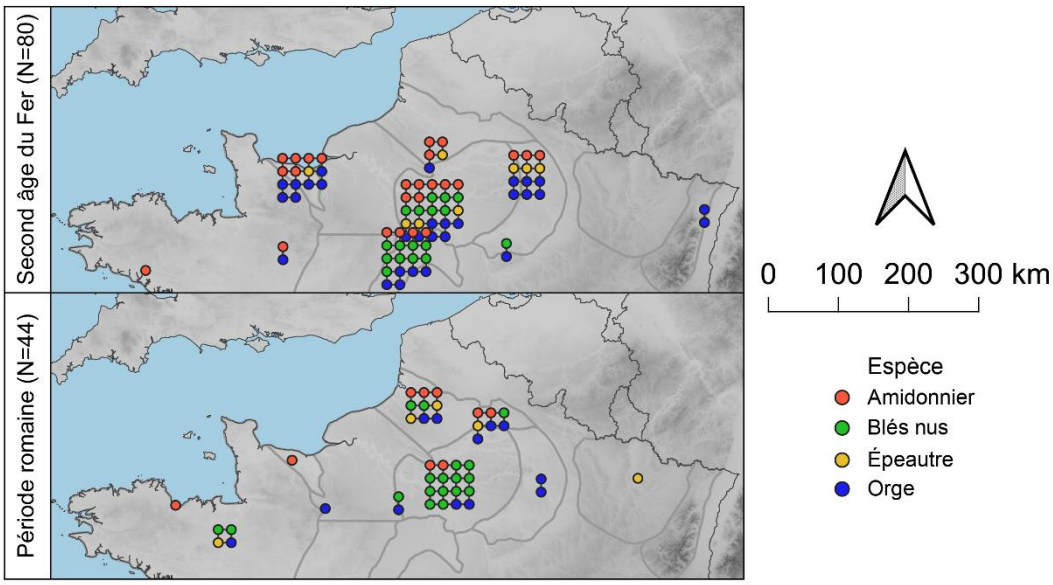

Figure 3-4 Localisation des lots de céréales par période.

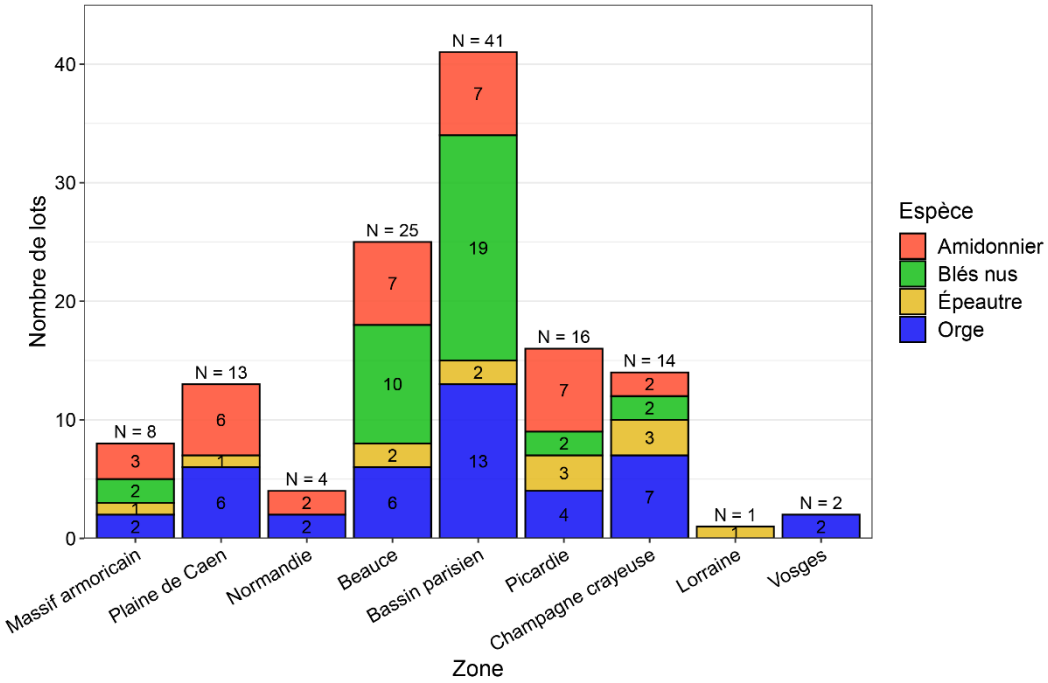

Figure 3-5 Nombre de lots de céréales par zone géographique.

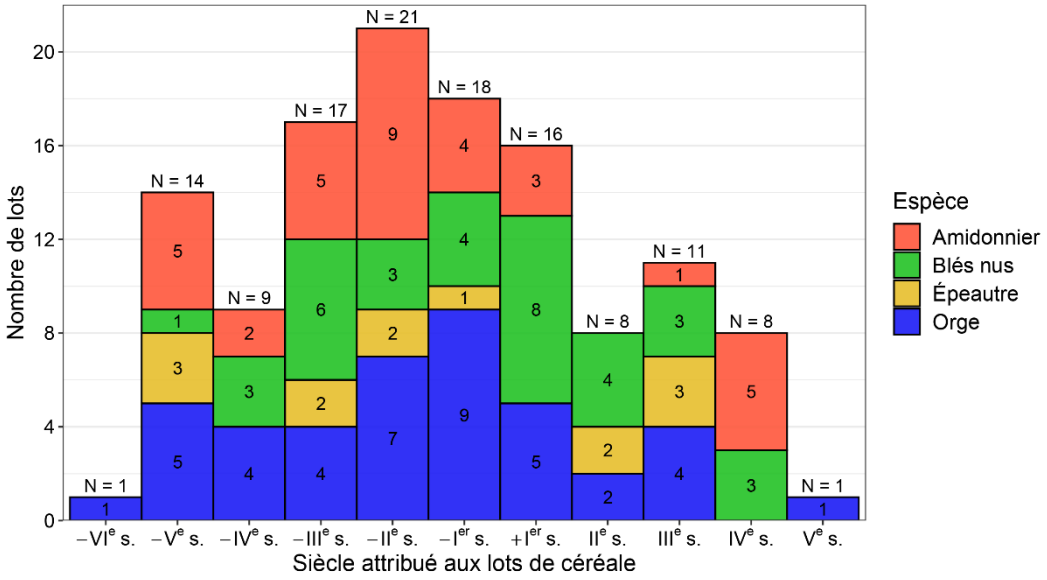

Figure 3-6 Nombre de lots de céréales par siècle.

3.2.2. Cerf

Afin de mesurer un niveau de référence pour les valeurs $\delta^{15}N$ de la flore non fertilisée, nous utilisons le collagène osseux de cerf *(Cervus elaphus)* comme indicateur (Bogaard *et al.*, 2013). La faune sauvage est très rare dans les sites du second âge du Fer et de la période romaine en Gaule, où elle ne représente qu'environ 1 % des restes de faune et n'est pas présente sur tous les sites (Lepetz et Morand, 2017, p. 15). Pour cette raison, nous n'avons pas pu échantillonner d'os de cerf aussi densément que dans certaines autres études, relatives à d'autres régions et d'autres périodes archéologiques (par exemple, Styring *et al.*, 2017a).

Nous avons pu accéder au matériel faunique de neuf établissements ruraux du second âge du Fer et de la période romaine, pour lesquels 35 os de cerf ont été échantillonnés. Les identifications des restes lors des missions d'échantillonnage dans les dépôts archéologiques ont été réalisées par Benoit Clavel (Compiègne « Le Fond Pernant »), Karyne Debue (Ifs « ZAC Object'Ifs Sud »), Svenja Höltkemeier (Langrolay-Sur-Rance « Sur les Vaux » et Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais »), Sébastien Lepetz (Venette « le Bois de Plaisance »), Nicolas Morand (Cernay-Lès-Reims « La Pelle au Four », Champfleury « La Bascule » et Villers-Aux-Nœuds « La Pâture Nord »), Élodie Sauvage et Rose-Marie Arbogast (Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal »).

Pour compléter ce corpus, nous utilisons les données publiées dans d'autres études, issues des sites de Jouars-Pontchartrain « La Ferme d'Ithe », Palaiseau « Les Trois Mares » et Acy-Romance « La Warde » (Aguilera *et al.*, 2018), de Amiens « Ilot de la Boucherie » (Mion *et al.*, 2016),

de Entzheim « Geispolsheim » (Schnitzler *et al.*, 2018) et de Basel « Gasfabrik » (Suisse) (Knipper *et al.*, 2017), portant le corpus à un total de 75 os de cerf répartis sur l'ensemble de la zone d'étude (Figure 3-7, Figure 3-8 et Tableau 3-2).

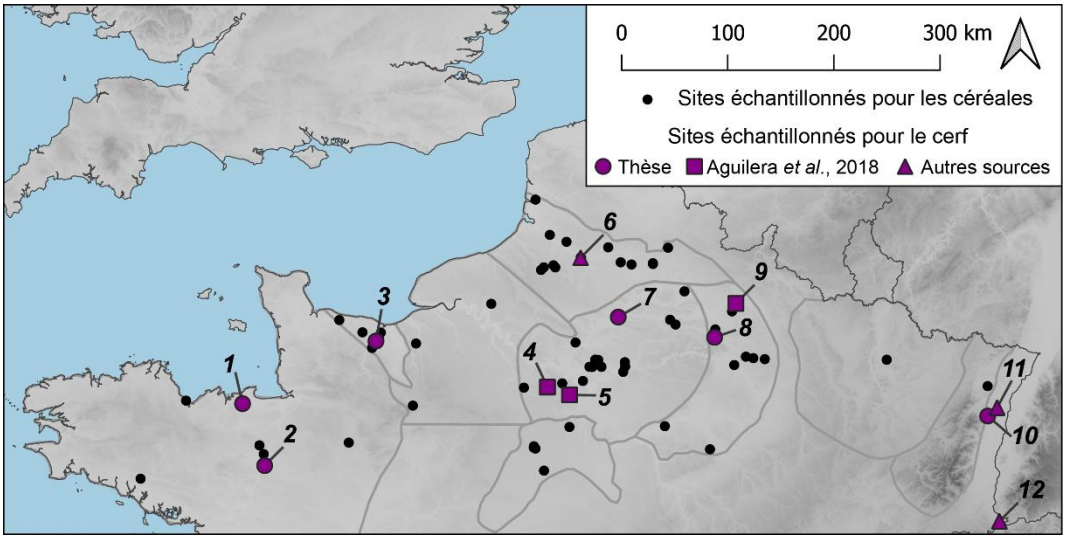

Figure 3-7 Localisation des échantillons de cerf. Les identifiants correspondent aux sites listés ci-dessous, classés d'Ouest en Est : 1 - Langrolay-Sur-Rance « Sur les Vaux » (n=9) ; 2 - Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais » (n=8) ; 3 - Ifs « ZAC Object'Ifs Sud » (n=2) ; 4 - Jouars-Pontchartrain « La Ferme d'Ithe » (n=10) ; 5 - Palaiseau « Les Trois Mares » (n=10) ; 6 - Amiens « Ilot de la Boucherie » (n=2) ; 7 - Compiègne « Le Fond Pernant » et Venette « le Bois de Plaisance » (n=4) ; 8 - Cernay-Lès-Reims « La Pelle au Four », Champfleury « La Bascule » et Villers-Aux-Nœuds « La Pâture Nord » (n=4) ; 9 - Acy-Romance « La Warde » (n=11) ; 10 - Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal » (n=8) ; 11 - Entzheim « Geispolsheim » (n=6) ; 12 - Basel « Gasfabrik » (Suisse) (n=5).

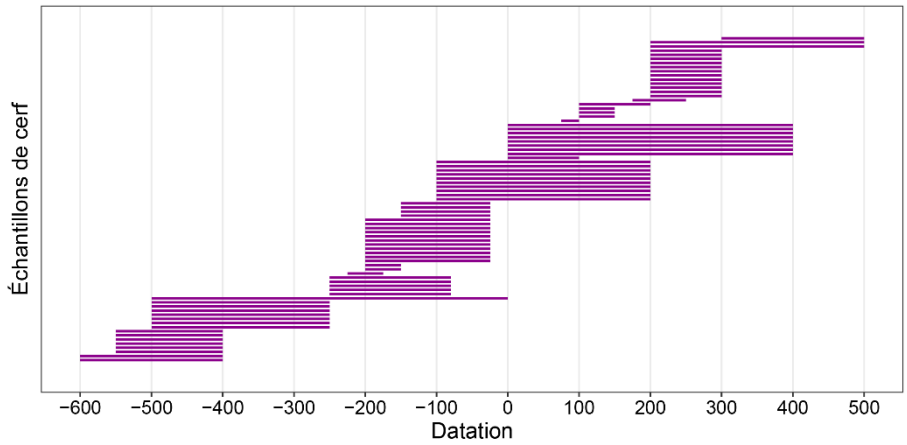

Figure 3-8 Datation des contextes archéologiques de chaque échantillon de cerf (N=75).

Tableau 3-2 Listes des sites ayant fourni des restes de cerf. L'identifiant des sites correspond à celui sur la carte de la Figure 3-7.

Id	Localité	Département	Responsable d'opération	Opérateur	Date d'intervention	Étude archéozoologique	Datation des échantillons	Nombre d'échantillons	Référence
1	Langrolay-Sur-Rance « Sur les Vaux »	Côtes-d'Armor	Bastien Simier	Inrap	2016	Lydie Mano	75 à 500	9	Thèse
2	Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais »	Ille-et-Vilaine	Romuald Ferrette	Inrap	2012	Lydie Mano	0 à 400	8	Thèse
3	Ifs « ZAC Object'Ifs Sud »	Calvados	Chris-Cécile Besnard-Vauterin	Inrap	2008	Ginette Auxiette	-600 à -400	2	Thèse
4	Jouars-Pontchartrain « La Ferme d'Ithe »	Yvelines	Olivier Blin	Inrap	1998	Grégory Bayle	200 à 300	10	Aguilera *et al.* 2018
5	Palaiseau « Les Trois Mares »	Essonne	Cyril Giorgi	Inrap	2012	Grégory Bayle	-100 à 200	10	Aguilera *et al.* 2018
6	Amiens « Ilot de la Boucherie »	Somme	Éric Binet	Inrap	2006-2007		200 à 500	2	Mion *et al.* 2016
7	Compiègne « Le Fond Pernant »	Oise	Bernard Lambot	CNRS		Patrice Méniel	-500 à -250	3	Thèse
7	Venette « le Bois de Plaisance »	Oise	Denis Maréchal	Inrap	2004		-500 à 0	1	Thèse
8	Cernay-Lès-Reims « La Pelle au Four »	Marne	Hervé Bocquillon	Inrap	2002/2003	Jean-Hervé Yvinec et Gaëtan Jouanin	0 à 100	1	Thèse
8	Champfleury « La Bascule »	Marne	Hervé Bocquillon	Inrap	2002/2003	Jean-Hervé Yvinec et Gaëtan Jouanin	-200 à -150	1	Thèse
8	Villers-Aux-Nœuds « La Pâture Nord »	Marne	Hervé Bocquillon	Inrap	2002/2003	Jean-Hervé Yvinec et Gaëtan Jouanin	-225 à -175	1	Thèse
9	Acy-Romance « La Warde »	Ardennes	Bernard Lambot	CNRS			-200 à -25	11	Aguilera *et al.* 2018
10	Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal »	Bas-Rhin	Clément Féliu	Inrap	2013	Élodie Sauvage, David Cambou et Rose-Marie Arbogast	-500 à -25	8	Thèse
11	Entzheim « Geispolsheim »	Bas-Rhin	Michaël Landolt	PAIR	2008-2009	Rose-Marie Arbogast	-550 à -400	6	Schnitzler *et al.* 2018
12	Basel « Gasfabrik »	Suisse	Sandra Pichler	Univ. Basel	2005-2007		-250 à -80	5	Knipper *et al.* 2017

3.3. Corpus expérimental

3.3.1. Culture d'épeautre et pâturage de l'archéosite « Coriobona, village gaulois » à Esse (Charente)

Des cultures d'épeautre ont été mises en place sur les terrains de l'archéosite « Coriobona, village gaulois », gérés par l'association Les Gaulois d'Esse (Charente) afin d'étudier l'effet du pâturage du bétail et de ses déjections sur les valeurs de $\delta^{15}N$ des céréales. Les cultures et l'élevage des moutons ont été menés par le responsable du site, Patrick Boos.

Le site est localisé dans la région naturelle de la Charente limousine, correspondant à l'extrémité occidentale du Massif central au relief vallonné. Le sol des parcelles cultivées pour notre étude, situées en fond de vallée, est constitué de colluvions sablo-limoneuses couvrant un substrat granitique. Elles n'ont pas été mises en culture depuis plus de dix ans et se présentent sous la forme d'une prairie entretenue par gyrobroyage régulier de la végétation (entre autres, pour contrôler le développement des fougères).

Trois traitements ont été mis en place sur deux portions de la prairie (Figure 3-9). L'extrémité ouest (parcelle A), mise en culture sur 1200 m² en février 2019 et récoltée le 16 aout 2019, est considérée comme la parcelle contrôle.

Le deuxième espace choisi pour l'étude est l'enclos constituant la parcelle B (1700 m²), contiguë à la parcelle A. Il a accueilli le troupeau de moutons pour son pâturage extensif durant les années 2017, 2018 et 2019 (et potentiellement aussi quelques années précédentes) avant sa mise en culture fin novembre 2019. Le troupeau est constitué de dix à quinze moutons (selon les naissances et les décès) de races Ouessant et landaise. Le temps de présence cumulé des moutons sur ce champs est estimé à environ trois mois par an. Le reste de l'année, les animaux se nourrissent dans d'autres espaces, par rotation de quelques jours, sur la moitié orientale de la prairie et dans le sous-bois forestier du domaine. La taille du troupeau vaut environ 4-6 moutons par hectare de pâturage[7], ce qui correspond aux exemples historiques préindustriels (2-8 ind./ha, Meuvret, 1977, p. 133-134), équivalant à un taux d'épandage de fumier inférieur à 15-20 t/ha tous les trois ans (Lachiver, 1997, p. 1252), soit de faibles apports comparés aux expérimentations de fertilisation au fumier de long-terme (10-15 t/ha/an et 30-35 t/ha/an, Fraser *et al.*, 2011). Ce deuxième enclos a été subdivisé en deux surfaces cultivées, d'environ 480 m² chacune : la parcelle B1 (au nord) et la parcelle B2 (au

[7] La propriété de l'association Les Gaulois d'Esse offrent environ 2,5 ha de pâturage en prairies et en sous-bois.

sud) qui, en plus des déjections issues du pâturage des moutons, a bénéficié de l'apport de fumier composté de bovins (environ 30 t/ha) juste avant le semis de l'épeautre (Figure 3-10).

L'épeautre a été semé à la main à la volée avec une densité d'environ 100-110 kg/ha. L'échantillonnage d'épis s'est fait de manière aléatoire au sein de chaque parcelle, en prenant une marge d'un mètre ou deux pour éviter l'effet bordure. Six échantillons de 10 grains ont été analysés pour chaque parcelle.

Les cultures se sont déroulées en condition d'exploitation et tous les paramètres expérimentaux n'ont pas pu être contrôlés. Par exemple, les moutons ont été amenés à pâturer sur un total de trois semaines durant l'hiver après le semis, dans le but de favoriser le tallage des plants par le piétinement. La parcelle témoin est aussi concernée par cet usage, et a donc reçu quelques déjections (dans une quantité qui peut être considérée comme négligeable). Le champ semé en novembre 2018 a été détruit par les sangliers durant l'hiver et un deuxième semis a dû être réalisé en février 2019. Lors des sécheresses de l'été 2020, les moutons en recherche de nourriture ont envahi les cultures et en ont détruit une partie, ce qui ne nous a pas permis de récolter autant d'épis et de grains que souhaité.

Tableau 3-3 Cultures d'épeautre sur les parcelles de « Coriobona, village gaulois ».

Parcelle	Position topographique	Date de semis	Date de moisson	Traitement
Parcelle A	Fond de vallon	Février 2019	16 aout 2019	Témoin
Parcelle B1	Bas de pente	22 nov. 2019	20 juil. 2020	Pâturage seul
Parcelle B2	Pente	22 nov. 2019	20 juil.2020	Pâturage + Fumier (30 t/ha)

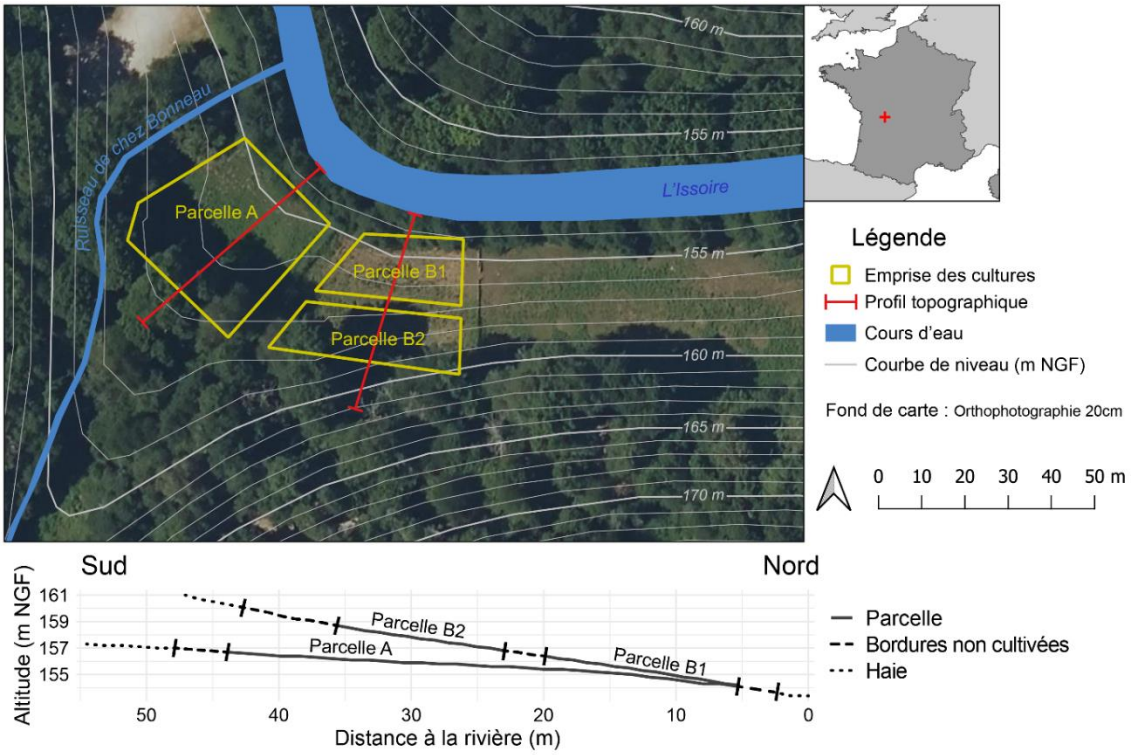

Figure 3-9 Plan des cultures expérimentales d'épeautre. Données IGN BD Ortho, 2020 ; RGE Alti, 2012.

Figure 3-10 Pâturage des moutons sur les futurs champs (24 aout 2019) (en haut), épandage du fumier sur la parcelle B2 à l'aide d'une houe à dents (20 nov. 2019) (en bas à gauche), parcelles B1 et B2 labourées (21 nov. 2019) (en bas au centre) et semis de l'épeautre à la volée (22 nov. 2019) (en bas à droite). Photos par Les Gaulois d'Esse.

3.3.2. Cultures d'orge vêtue fertilisées aux algues de la station agronomique du Orkney College UHI (archipel des Orcades, Écosse)

La collaboration mise en place avec M. Blanz nous a permis d'accéder aux grains d'orge vêtue cultivée par ses soins et ceux de ses collègues pour que nous puissions étendre l'étude de la fertilisation des sols au compost d'algue. La mise en place des cultures (Figure 3-11) est décrite dans la publication de Blanz *et al.* (2021) et nous n'en présentons que les éléments principaux.

Vingt parcelles de 9 m² ont été cultivées au printemps 2017 avec quatre traitements expérimentaux, chacun attribué aléatoirement à cinq parcelles : témoins, fertilisation avec 25 tonnes de compost d'algues par hectare, avec 50 t/ha et avec un fertilisant minéral (NPK). Pour faciliter l'incorporation des algues, le sol a été travaillé avec une herse rotative à deux reprises avant le semis. L'orge vêtue a été semée en ligne à l'aide d'un semoir tracté avec une densité d'environ 160 kg/ha. Des herbicides ont été utilisés au cours de la croissance des céréales pour contrôler le développement des plantes adventices. La récolte a eu lieu en septembre 2017, sur un espace d'un mètre carré au cœur de chaque parcelle, afin d'éviter l'effet bordure.

Nous avons récupéré deux épis de chaque parcelle des trois conditions témoin, 25 t/ha et 50 t/ha. Sur ces dix épis par traitement, nous avons aléatoirement extrait des grains pour former 15 échantillons de 30 individus (cinq échantillons par traitement) pour les analyses en vrac par Q-ICP-MS et IRMS. Quatre échantillons sont destinés aux traitements de carbonisation et un échantillon est réservé pour rester sous forme fraiche. Des grains de chaque traitement cultural ont aussi été gardés isolés pour les analyses MEB et NanoSIMS. Trois échantillons de poudres de grains frais, analysées et publiées par Blanz *et al.*, composés d'environ 50-70 grains d'une même parcelle nous ont aussi été fournis pour répliquer l'analyse de leur composition élémentaire et isotopique (parcelle 6L-témoin, parcelle 4R-25 t/ha et parcelle 8R-50 t/ha).

Figure 3-11 Fertilisation de parcelles de 3 m × 3 m avec des algues (en haut à gauche) et croissance et récolte de l'orge vêtue. Photos par P. Martin, J. Wishart et M. Blanz (Blanz, 2021).

CHAPITRE 4 : MÉTHODES

4.1. Analyse isotopique des céréales archéologiques

Les grains d'un lot de céréales (une espèce par contexte archéologique, voir partie 3.2.1) ont été répartis par sous-échantillons de dix grains. L'analyse en vrac par dix grains permet de réduire la variabilité intergrains (Kanstrup *et al.*, 2012, p. 2539 ; Nitsch *et al.*, 2015, p. 11), qui peut s'avérer importante au sein d'une même récolte (Larsson *et al.*, 2019, p. 7).

Les grains ont été nettoyés des restes de concrétions sédimentaires et des radicelles sous loupe binoculaire, à l'aide d'un pic en bois. Ils ont ensuite été traités pour éliminer les carbonates, suivant un protocole adapté de Vaiglova *et al.* (2014b) et Aguilera *et al.* (2018) : les sous-échantillons ont été placés dans 10 ml d'acide chlorhydrique HCl 0,5 M à 70 °C pendant 1 h, puis rincés à l'eau distillée à température ambiante en renouvelant la solution par trois fois au bout de 24, 8 et 16 h. Les dix grains ont été lyophilisés avant d'être pulvérisés dans un mortier en agate et la poudre a été homogénéisée. Les mesures sont réalisées sur 1 mg de poudre par un analyseur élémentaire (Thermo Flash 2000) interfacé avec un spectromètre de masse isotopique (Thermo DeltaV Advantage) sur le plateau SSMIM de la Plateforme Analytique du Muséum (PAM) du Muséum national d'Histoire naturelle (Paris).

Les rapports isotopiques sont exprimés par la notation $\delta^{15}N$ et $\delta^{13}C$ (‰) par rapport aux standards N_2 atmosphérique et VPDB, respectivement. Les teneurs relatives en azote (N) et carbone (C) sont exprimées en pourcentage (%). L'exactitude et la précision des analyses ont été déterminées par l'analyse conjointe d'un standard de laboratoire (alanine), normalisé sur le standard international IAEA-600 (caféine), et le standard NIST SRM 1547 (feuille de pêcher). Les mesures détaillées pour chaque standard sont données en annexes 1.

En suivant les recommandations de Nitsch *et al.* (2015), nous appliquons une correction de -0,31 ‰ et -0,11 ‰ aux valeurs de $\delta^{15}N$ et de $\delta^{13}C$ des grains carbonisés, respectivement, pour prendre en compte l'effet de la carbonisation lors des interprétations archéologiques.

Afin de comparer les valeurs de $\delta^{13}C$ de différentes périodes, la discrimination isotopique du carbone des grains archéologiques ($\Delta^{13}C$) a été calculée selon l'équation de Farquhar, Ehleringer et Hubick (1989), pour tenir compte des changements de valeurs de $\delta^{13}C$ du CO_2 atmosphérique au cours de l'Holocène (Ferrio *et al.*, 2005, 2007).

Afin de vérifier l'état de conservation des marqueurs chimiques et isotopiques des grains archéologiques du corpus, nous mobilisons les analyses de céréales expérimentales publiées dans de précédentes études.

La composition élémentaire des échantillons archéologiques est comparée à celle des grains de céréales cultivées en Angleterre, Allemagne et Syrie (dont les conditions de croissance sont décrites par Fraser *et al.*, 2011) et carbonisées expérimentalement à des températures variant de 215 à 400 °C, durant 2 à 24 h (Fraser *et al.*, 2013a ; Styring *et al.*, 2013 ; Nitsch *et al.*, 2015).

La dispersion des valeurs des échantillons de céréales archéologiques d'un même assemblage carpologique est étudiée en regard de celles des grains issus d'un même champ et garantissant l'homogénéité des conditions de croissance (Larsson *et al.*, 2019 ; Flohr *et al.*, 2019)

L'attribution indicative de niveaux d'intensité de fertilisation de céréales archéologiques est réalisée grâce aux expérimentations de fumure de long terme menées en Angleterre, en Allemagne et au Danemark (Fraser *et al.*, 2011) (voir partie 2.2.1).

4.2. Extraction et analyse isotopique du collagène osseux de cerf archéologiques

Un échantillon de chaque os de cerf sélectionné a été prélevé à la scie, nettoyé en surface par abrasion à l'aide d'une fraise en tungstène puis broyé dans un broyeur (IKA M20, 20000 t/min). La poudre a été tamisée et la fraction comprise entre 0,3 et 0,7 mm a été utilisée pour l'extraction du collagène, suivant le protocole de Bocherens *et al.* (1991) : (i) Environ 400 mg de poudre ont été déminéralisés dans 20 ml d'acide chlorhydrique HCl 1 M sous agitation magnétique durant 20 mn à température ambiante. (ii) L'échantillon a ensuite été décontaminé des potentiels acides humiques dans 20 ml d'hydroxyde de sodium NaOH 0,125 M durant 20 h à température ambiante. (iii) La gélatinisation du collagène est faite dans environ 10 ml d'acide chlorhydrique HCl 10^{-2} M (pH=2) à 85°C durant 17 h. Entre les étapes (i) et (ii), puis entre (ii) et (iii), l'échantillon a été filtré sur une membrane MF-Millipore 5 µm et rincé 8 fois à l'eau distillée. La solution finale a été lyophilisée puis 0,3 mg de collagène a été pesé en vue de l'analyse isotopique.

Le collagène osseux de cerf a été analysé par les mêmes instruments que les céréales archéologiques, et l'exactitude et la précision des analyses ont été déterminées grâce au même standard de laboratoire alanine. Les mesures détaillées pour chaque standard sont données en Annexe 1.

L'estimation des valeurs de la flore sauvage, approchée par celle de l'alimentation du cerf, est calculée en retranchant 3 ‰ aux valeurs de $\delta^{15}N$ du collagène osseux (Vanderklift et Ponsard, 2003 ; Caut *et al.*, 2009), ce qui est une correction plus faible que ce qui a pu être utilisé dans certaines études (valeur de 4 ‰ dans Alagich *et al.*, 2018 ; Bogaard *et al.*, 2013 ; Hart et Feranec, 2020 ; Styring *et al.*, 2016, 2017 ; Wang *et al.*, 2018), mais identique au choix de Aguilera *et al.* (2018).

4.3. Analyses isotopiques des céréales expérimentales pour l'étude du pâturage

Les grains d'épeautre frais de Coriobona ont été aléatoirement répartis en six sous-échantillons de dix grains par parcelle. Ils ont été rincés à l'eau distillée, lyophilisés, puis broyés et homogénéisés dans un vibro-broyeur (Retsch MM20, durant 5 mn à 25 Hz). 1,75 mg de cette poudre a été pesé et analysé par les mêmes instruments que les céréales archéologiques. L'exactitude et la précision des analyses ont été déterminées grâce aux mêmes standards de laboratoire alanine et feuille de pêcher. Les mesures détaillées pour chaque standard sont données en Annexe 1.

4.4. Analyses des céréales expérimentales pour l'étude de la fertilisation aux algues

Les grains d'orge de l'expérimentation de Blanz *et al.* (2019) ont subi différentes analyses, une partie portant sur les grains frais, une autre sur des grains carbonisés en laboratoire.

4.4.1. Pré-traitement des grains

Quatre conditions de carbonisation ont été réalisées dans un four à moufle (Nabertherm L15/11) au sein de l'UMR 7209 AASPE (MNHN, Paris). Une température fixe de 230°C a été choisie, correspondant à une condition de carbonisation qui altère peu la morphologie des grains de céréales (Charles *et al.*, 2015, p. 13-14) et qui est appliquée dans plusieurs études de biogéochimie des céréales (par exemple, Fraser *et al.*, 2013 ; Nitsch *et al.*, 2015 ; Styring *et al.*, 2013, 2019). Deux

durées de carbonisation (8 et 24 h) ont été testées. Une partie des grains a été carbonisé au contact de l'air du four à moufle, tandis que l'autre moitié a été confinée dans une feuille d'aluminium et enfouie dans du sable (Figure 4-1). Pour chaque traitement de fertilisation (contrôle, 25 t d'algue/ha et 50 t/ha)[8] et chaque condition de carbonisation (frais et deux durées × 2 conditions atmosphériques), un échantillon aléatoire de 30 grains a été sélectionné pour s'approcher du nombre de grains analysés en vrac par Blanz *et al.* (2019). À cela s'ajoutent trois échantillons de poudre déjà analysés et publiés par Blanz *et al.* (6L - contrôle -, 4R - 25 t/ha - et 8R - 50 t/ha - ; 2019, tab. S6) en tant que réplicas qui servent à évaluer le biais instrumental entre nos deux études. Au total, le nombre d'échantillons vrac se porte à 18.

Figure 4-1 Disposition des grains d'orge vêtue pour la carbonisation. Les coupelles à gauche contiennent les 30 grains pour les analyses Q-ICP-MS et IRMS en vrac. Les grains isolés à droite sont destinés aux analyses MEB et NanoSIMS. Les grains enveloppés de feuille d'aluminium (carbonisation en atmosphère confinée) sont disposés en dessous, enfouis à l'intérieur de la couche de sable.

Les échantillons en vrac de grains frais et de grains carbonisés ont été réduits en poudre par un vibro-broyeur (Retsch MM20, durant 5 mn à 25 Hz). Les réplicas de poudre issus de l'expérimentation de Blanz *et al.* ont eux aussi été re-pulvérisés par nos soins, afin d'obtenir une poudre plus fine et plus homogène que le broyage au mortier initial (Blanz *et al.*, 2019, p. 36).

[8] Dans l'étude de Blanz *et al.*, plusieurs parcelles par traitement ont été semées et récoltées. Nous n'avons eu accès qu'à deux épis par parcelle, ce qui ne nous permet pas d'avoir des échantillons aussi importants et variés que ceux figurant dans l'étude originelle.

Des grains issus des parcelles fertilisées à un taux de 50 t d'algues/ha ont été conservés entiers pour l'analyse par NanoSIMS. Certains d'entre eux ont été carbonisés selon les mêmes conditions que les échantillons en vrac. Ces grains frais ou carbonisés ont été décortiqués manuellement de leurs enveloppes, montés dans des bagues en métal et fixés par de la résine polyester (Résine RGBS, catalyseur CM50 et accélérateur NL 51, BrotLab). La moitié supérieure du grain dépassant de la bague a été coupée grâce à un microtome manuel, afin d'aménager une coupe transversale (Figure 4-2). Une couche de 40 nm d'or a été apposée pour rendre la surface des échantillons électriquement conductrice.

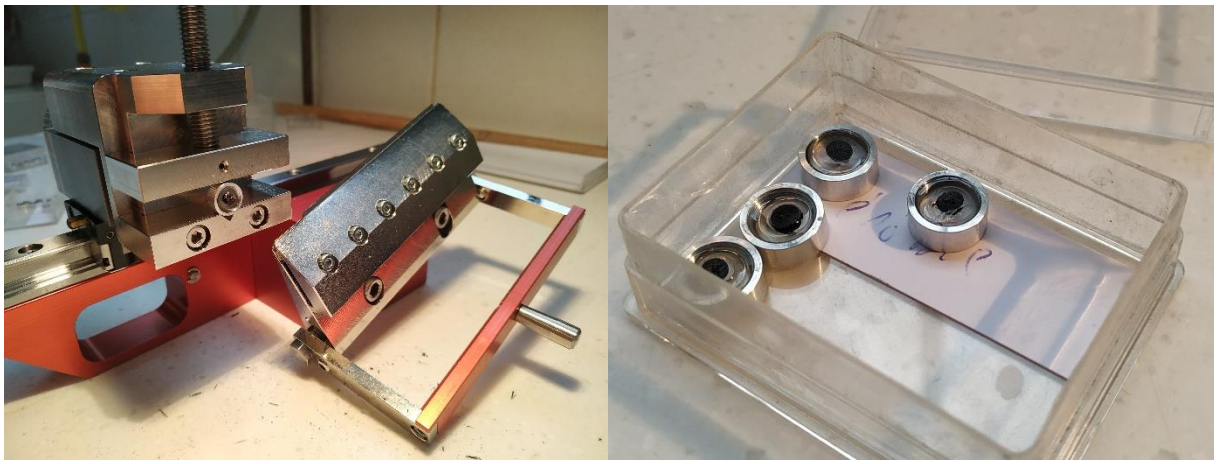

Figure 4-2 Échantillon de grain d'orge carbonisé fixé à la résine dans la bague métallique portoir, installé sur le microtome manuel (à gauche) et échantillons préparés pour l'analyse MEB (à droite).

4.4.2. Digestion des grains et analyses élémentaires par Q-ICP-MS

Pour l'analyse de la teneur élémentaire en arsenic des échantillons en vrac, environ 100 mg de poudre ont été pesés précisément à l'aide d'une balance Mettler ME204 dans des tubes DigiPREP. Pour chaque échantillon, 1 ml d'acide nitrique HNO_3 14 M ultrapur distillé au Musée de l'Homme (Savillex DST-1000) a été ajouté et chaque tube fermé a été mis à chauffer au reflux dans le système DigiPREP à 80°C durant 1 h. Après refroidissement, 1 ml d'eau oxygénée H_2O_2 ultrapur (30-32 %, NORMATOM) a été ajouté et, après homogénéisation, laissé à température ambiante pendant 30 min. Les solutions ont ensuite été mises à évaporer à 65°C pendant 10 h, puis les résidus secs ont été dissous dans 1 ml d'acide nitrique HNO_3 7 M ultrapur. Si des particules étaient encore visibles, les échantillons concernés auraient été soumis à nouveau à ces mêmes étapes. Pour finir la dissolution, les solutions ont été mises à chauffer au reflux durant 4 h après ajout de 4 ml d'eau ultrapure milli-Q. Le niveau d'eau a ensuite été complété en ajoutant environ 9 ml d'eau milli-Q, soit un volume total de solution d'environ 14 ml, pour atteindre une

concentration en acide nitrique HNO_3 de 2 %. Pour l'analyse, une dilution gravimétrique à l'acide nitrique HNO_3 2 % a été réalisée pour atteindre une charge matricielle de maximum 1 milligramme d'échantillon par gramme de solution. Les tubes ont été centrifugés à 4000 tr/min pour vérifier qu'aucune particule n'était présente, susceptible de boucher le capillaire lors de l'analyse.

Les analyses de la teneur en ^{75}As ont été réalisées par spectrométrie de masse quadripolaire couplée à un plasma inductif (Thermo Electron Q-ICP-MS iCAP RQ, dont les paramètres de mesure se trouvent dans le Tableau 4-1) au plateau de Géochronologie de la Plateforme Analytique du Muséum (PAM) au sein de l'UMR 7194, sur le site du Musée de l'Homme à Paris. Les acquisitions des données ont duré 10 s (10 « *runs* - réplicas ») de 10 balayages de masse *(« sweep »)* pour un temps d'intégration unitaire de 100 ms. Le mode KED a été utilisé (mode collision à l'hélium avec filtre en énergie, *« kinetic energy dispersive »*) afin d'éliminer les interférents isobariques. Des rapports de performance de l'instrument de routine ont été réalisés avant de démarrer les séquences. L'instrument a été calibré pour chaque série d'échantillons à l'aide d'une solution de calibration SPEXertificate PLAS2-2Y As en début de séquence. Une courbe de calibration calculée par sept points de calibration a permi ensuite le report des échantillons mesurés. Les effets de matrice en fonction des échantillons ont été pris en compte via l'utilisation d'étalons internes injectés en parallèle des échantillons (^{89}Y, ^{103}Rh, ^{115}In). Des mesures de deux échantillons de contrôles qualités (sol littoral prélevé sur l'île Molène – Finistère – riche en arsenic et grains de céréales) ont été intercalées tous les huit échantillons pour observer l'éventuelle déviation de l'instrument au cours du temps. Les standards utilisés sont des échantillons de roche du CRPG (Diorite DR-N, Granite MA-N, Serpentine UB-N, Zinnwaldite ZWC), de sol (MESS-4), ainsi que les échantillons réplicas de grains, eux-mêmes calibrés sur des standards organiques (NIST1568a, NIST1573a, NIST3232 et NIST8415) (Blanz *et al.*, 2019, p. 36). Enfin des blancs chimie ont été réalisés pour quantifier l'éventuelle pollution générée par la chimie et la soustraire aux échantillons. Trois séries d'analyses ont été réalisées pour répliquer les mesures des mêmes solutions. Les échantillons de grains utilisés comme standards ont donné une récupération des valeurs entre 87 % et 93 %.

Tableau 4-1 Paramètres de l'ICP-MS

Conditions de fonctionnement	
ICP-MS	Thermo Electron iCAP RQ
Puissance du plasma (W)	1550
Gaz du plasma	Ar
Débit du nébuliseur ($l \cdot min^{-1}$)	1,08
Type de nébuliseur	MicroMist
Débit d'adduction de l'échantillon ($ml \cdot min^{-1}$)	env. 0.4
Sampler cone	Nickel
Skimmer cone et insert	Nickel (High matrix)
Débit du gaz de collision He ($ml \cdot min^{-1}$)	4,28
Durée d'intégration (ms)	100
Mode de détection	Dual pulse / Analogique
Étalon internes	^{89}Y, ^{103}Rh, ^{115}In
m/z mesuré	^{75}As
Mode de mesure	KED (He)

4.4.3. Analyse élémentaire et isotopique par EA-IRMS

Les 18 échantillons en vrac de grains frais et carbonisés ont aussi été analysés par l'analyseur élémentaire (Thermo Flash 2000) interfacé avec un spectromètre de masse isotopique (Thermo DeltaV Advantage) du SMIM pour mesurer les teneurs relatives en azote et carbone. Pour cela, environ 1,75 mg de poudre de grains frais et 1 mg de poudre de grains carbonisés ont été pesés. L'exactitude et la précision des analyses ont été déterminées grâce au même standard de laboratoire Alanine que ci-dessus. Les mesures détaillées pour chaque standard sont données en annexes 1.

4.4.4. Imagerie MEB et cartographie par NanoSIMS

Préalablement à l'analyse par NanoSIMS, les coupes transversales des grains d'orge frais et carbonisés ont été imagées par microscopie électronique à balayage (MEB) afin de localiser les régions d'intérêt et de sélectionner les individus les plus aptes à l'analyse. La carbonisation, provoquant la transformation de l'amidon et la volatilisation de la matière, rend les grains de céréales poreux (Charles *et al.*, 2015). Cela limite le nombre de zones observables, car la NanoSIMS est sensible au relief de l'échantillon et n'acquiert pas le signal à la même intensité selon la topographie et la composition de la matrice (Follet-Gueye *et al.*, 1998, p. 208 ; Dérue *et al.*, 2006, p. 56). Les échantillons ont ensuite été placés sous vide durant plusieurs semaines pour éliminer l'humidité résiduelle. Les analyses ont porté sur deux grains, un carbonisé et l'autre frais. Pour le

grain frais, deux régions d'intérêt ont été analysées : l'endosperme (à environ 100 µm vers l'intérieur du grain à partir de la surface) et l'interface entre l'endosperme sous-aleurone et les cellules à aleurone. Pour le grain carbonisé, seule l'interface endosperme/aleurone a été cartographiée. L'analyse d'autres régions et de nouveaux échantillons est à prévoir.

L'analyse par spectrométrie de masse à ionisation secondaire de haute résolution a été réalisée par la sonde ionique Cameca NanoSIMS N50, au Muséum national d'Histoire naturelle (PAM) au sein de l'UMR 7590. Un faisceau d'ions primaires Cs^+ de 16 keV est balayé sur la surface de l'échantillon et les ions secondaires négatifs pulvérisés sont collectés et analysés à l'aide d'un spectromètre de masse. Considérant la faible teneur en As des grains d'orge analysés par rapport à celle des grains de riz de l'étude de Moore *et al.* (2010), environ 100 fois plus concentrés, les réglages de l'ouverture du faisceau d'ions étaient paramétrés pour maximiser la sensibilité à l'élément trace (D1-3), au détriment de la résolution spatiale (100-200 nm). L'intensité du faisceau de Cs^+ incident a été réglée à 3 pA. La sensibilité à l'arsenic a été calibrée par l'utilisation d'un standard arsénopyrite. La couche d'or a été retirée localement, par un balayage continu de la région d'intérêt, avant l'acquisition des données. Les ions cartographiés (carbone : ^{13}C, azote : $^{12}C^{15}N$, oxygène : ^{18}O, soufre : ^{32}S et arsenic ^{75}As) sont collectés simultanément sur une fenêtre de 50 µm de côté.

4.5. Analyses statistiques

4.5.1. Analyses statistiques des valeurs isotopiques de l'azote et du carbone

Pour les céréales archéologiques, plusieurs échantillons de dix grains ont été analysés par espèce et par assemblage carpologique. Pour décrire les valeurs de $\delta^{15}N$ et de $\Delta^{13}C$ de chaque lot de céréales, nous utilisons la moyenne et l'écart-type des valeurs des échantillons qui le composent.

Dans les représentations graphiques, les repères indiqués sur les boites à moustaches sont la médiane (trait gras), les 1er et 3e quartiles (limites de la boite) et les valeurs situées à 1,5 fois l'écart interquartile depuis les limites de la boite (moustaches). Sur les représentations cartographiques, les lots de céréales sont figurés sur une matrice de points centrée sur le site, ou un groupe de sites, d'origine.

Plusieurs méthodes statistiques sont utilisées pour analyser les valeurs de $\delta^{15}N$, de $\delta^{13}C$, de $\Delta^{13}C$, de %N, de %C et du rapport atomique C/N des céréales et du collagène osseux de cerf. La comparaison des groupes de faibles effectifs deux à deux se fait grâce au test non paramétrique de

Wilcoxon. Pour les groupes avec plus de 30 individus, le test t de Student est choisi. Ces tests sont évalués à une valeur alpha de p=0.05. La dispersion des valeurs, mesurée par l'indicateur écart-type, sert à comparer l'homogénéité des groupes.

L'attribution des lots de céréales archéologiques à une classe de niveau d'intensité de fumure (« sans fumure ou fumure faible », « fumure modérée » et « fumure intense » de long-terme) est couramment faite à partir des valeurs seuils de $\delta^{15}N$ de 3 ‰ et 6 ‰ (Fraser *et al.*, 2011). Depuis Bogaard *et al.* (2013), certaines études comparent les échantillons archéologiques avec les valeurs de $\delta^{15}N$ de la flore sauvage estimées à partir du collagène osseux de cerf. Nous proposons, à la suite de Styring *et al.* (2017b), de classer comme fertilisés, les lots de céréales ayant une valeur de $\delta^{15}N$ supérieure à la moyenne + un écart-type des valeurs de la flore sauvage.

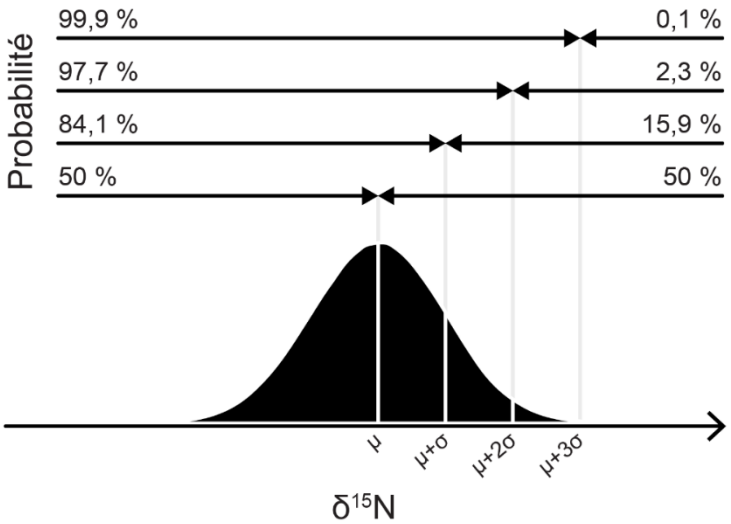

Figure 4-3 Règle des trois sigmas, pour le classement des céréales archéologiques par rapport à la distribution des valeurs de la flore sauvage.

Selon la « règles des trois sigmas » ou « règle 68-95-99,7 », avec l'hypothèse que les valeurs de $\delta^{15}N$ des plantes non fertilisées suivent une distribution normale, environ 68 % des valeurs se situent à moins d'un écart-type de la moyenne et environ 99,7 % se trouvent en deçà de trois écarts-types. Les céréales avec des valeurs supérieures à la moyenne + un écart-type de la flore sauvage ont 15,9 % de chances de faire partie du groupe des plantes non fertilisées (Figure 4-3). La probabilité d'avoir des valeurs supérieures à la moyenne + deux écarts-types pour une plante non fertilisée est de 2,3 % et vaut 0,1 % pour la moyenne + trois écarts-types. Pour des céréales avec de telles valeurs, ou des valeurs plus extrêmes, nous pouvons les considérer presque assurément comme ayant été enrichies en ^{15}N.

Deux autres méthodes statistiques sont comparées pour classer les lots en niveaux de fumure. La méthode la plus courante en archéologie est l'analyse discriminante linéaire (Kovarovic *et al.*, 2011), souvent utilisée pour prédire l'attribution taxonomique de vestiges bioarchéologiques à partir de données mesurées sur des individus actuels et bien identifiés (données d'entrainement). La régression logistique est un modèle concurrent à l'analyse discriminante (Bellanger et Tomassone, 2014, p. 393-396) mais est plus rarement utilisée. Ces deux méthodes sont testées par apprentissage supervisé sur les céréales des expérimentations de long terme publiées par Fraser *et al.* (2011) avec les valeurs de $\delta^{15}N$ comme seul *prédicteur* des niveaux de fertilisation des céréales archéologiques. Comme les classes de fertilisation suivent un gradient des parcelles les moins fertilisées aux plus fertilisées, la régression logistique ordinale est utilisée. Les modèles sont calculés selon la procédure de validation croisée d'un contre tous *(« leave-one-out cross-validation »)* afin d'améliorer l'exactitude des classements, mesurée par le pourcentage d'individus bien classés (Kovarovic *et al.*, 2011). Le modèle prédictif le plus performant est sélectionné pour la suite de l'étude. Les prédictions de classement sont associées à une probabilité *a posteriori*, selon la distance de l'individu avec la moyenne de la classe. Un seuil de probabilité peut être défini pour accepter ou non un classement[9], ce qui offre l'opportunité de définir des zones d'incertitude (Evin *et al.*, 2013, p. 738) et de nuancer l'utilisation des seuils théoriques de 3 ‰ et 6 ‰ (Figure 4-4).

La relation entre l'origine géographique, la datation et l'espèce des lots de céréales archéologiques et les niveaux d'intensité de fumure qui leur sont attribués est visualisée par des analyses factorielles de correspondance (AFC).

4.5.2. Analyses des cartographies élémentaires NanoSIMS

Pour les cartographies acquises par les analyses NanoSIMS, les concentrations de l'azote ($^{12}C^{15}N^-$), de l'oxygène ($^{18}O^-$), du soufre ($^{32}S^-$) et de l'arsenic ($^{75}As^-$) sont normalisées sur le carbone ($^{13}C^-$), pour compenser les variations d'intensité du signal induites par la topographie et la matrice organique (Follet-Gueye *et al.*, 1998, p. 208 ; Dérue *et al.*, 2006, p. 56). La corrélation entre les différentes cartes normalisées est mesurée par le coefficient de corrélation de Pearson (r), accompagné du coefficient de détermination (R^2). Pour comparer chaque région d'intérêt (endosperme, endosperme sous-aleurone et couche à aleurone), une quantification a été calculée par la moyenne des comptages de chaque ion par unité de surface.

[9] Dans l'exemple d'un classement en deux catégories, attribuer une classe à un individu avec une probabilité à posteriori de 51 % contre 49 % pour la deuxième classe n'est pas forcément certain.

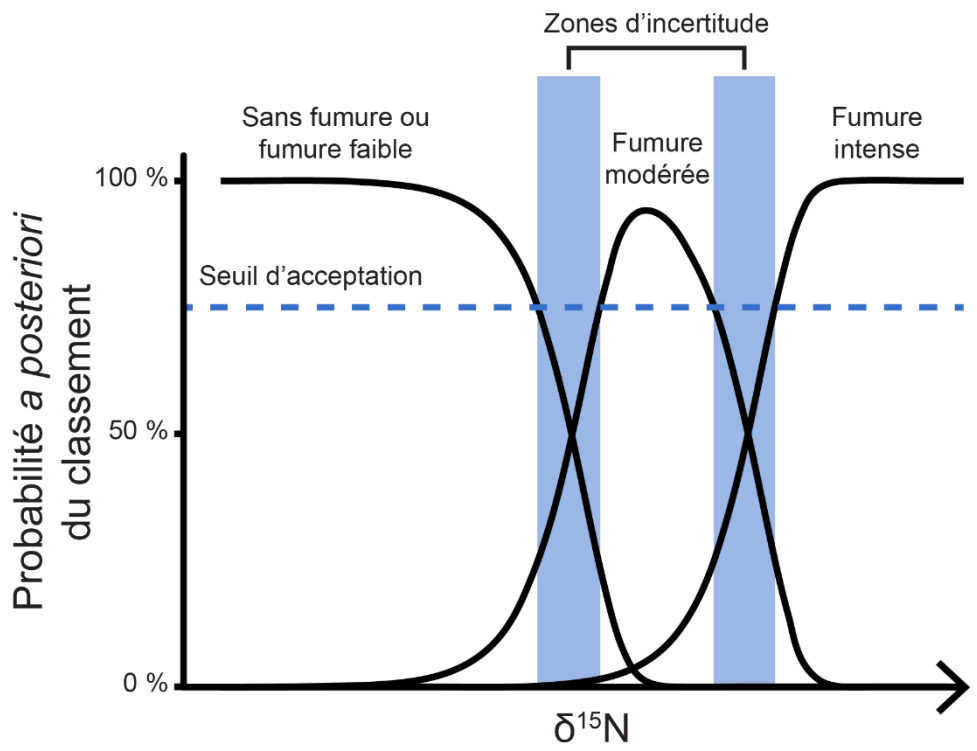

Figure 4-4 Résultat d'une analyse discriminante ou d'une régression logistique ordinale : distribution des probabilités *a posteriori* pour chaque classe, selon le prédicteur $\delta^{15}N$. Les probabilités inférieures au seuil d'acceptation définissent des plages de valeurs de $\delta^{15}N$ pour lesquelles l'attribution à une classe n'est pas assurée.

4.6. Logiciels utilisés

Les analyses statistiques ont été réalisées à l'aide du langage de programmation statistique R 4.0.2 (R Core Team, 2020) et les librairies MASS (Ripley *et al.*, 2013), caret (Kuhn, 2009), raster (Hijmans *et al.*, 2015) et FactoMineR (Lê *et al.*, 2008). Les graphiques ont été produits avec la librairie ggplot2 (Wickham, 2016) et des dérivées. Les représentations cartographiques sont réalisées avec le logiciel QGIS 3.16 (QGIS Development Team, 2021).

CHAPITRE 5 : RÉSULTATS

5.1. Céréales archéologiques : résultats des analyses isotopiques

Les échantillons de céréales du second âge du Fer et de la période romaine analysés durant la thèse (n=501) ont, après correction de l'effet carbonisation (-0,31 ‰ pour le $\delta^{15}N$ et -0,11 ‰ pour le $\delta^{13}C$), des valeurs de $\delta^{15}N$ s'étendant de -0,39 ‰ à 9,29 ‰, et des valeurs de $\Delta^{13}C$ s'étendant de 14,47 ‰ à 19,91 ‰. Les résultats par site sont présentés en annexes 2 et 3. La Figure 5-1 montre les valeurs moyennes de $\delta^{15}N$ et de $\Delta^{13}C$ de l'ensemble des lots de céréales. Les Tableau 5-1 et Tableau 5-2 résument les valeurs isotopiques par zone d'étude et par espèce pour les deux périodes étudiées. Les Figure 5-2 à Figure 5-10 représentent les valeurs moyennes de $\delta^{15}N$ et de $\Delta^{13}C$ pour chaque lot de céréale (N=105) par zone et par période.

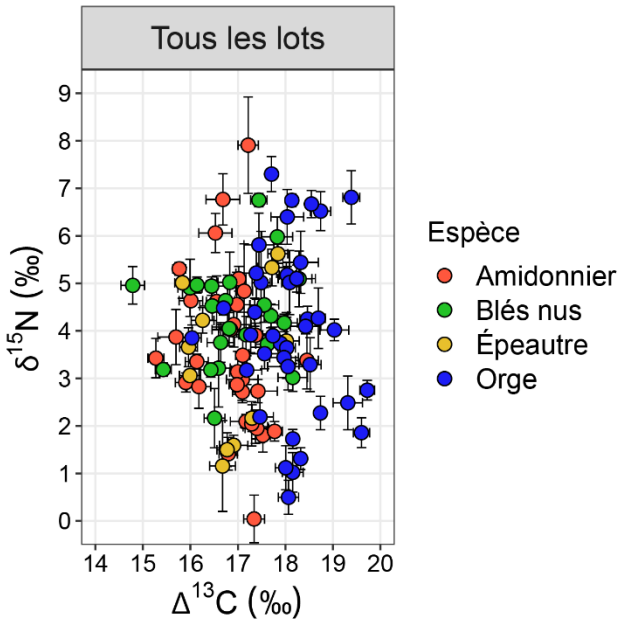

Figure 5-1 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales (N=105, issus de 62 sites) (Point : moyenne ; Barres : un écart-type).

Tableau 5-1 Résumé des compositions isotopiques en azote ($\delta^{15}N$), en carbone ($\delta^{13}C$) et de discrimination isotopique du carbone ($\Delta^{13}C$) de céréales archéologiques datées du second âge du Fer, groupées par zone d'étude et par espèce. Les statistiques Moyenne ± 1 écart-type [Minimum ; Maximum] sont calculées avec les valeurs des échantillons de dix grains (n). La colonne N donne le nombre de lots pour chaque groupe.

Second âge du Fer						
Zone	**Espèce**	**N**	**n**	**$\delta^{15}N$ (‰)**	**$\delta^{13}C$ (‰)**	**$\Delta^{13}C$ (‰)**
Massif armoricain	Amidonnier	2	6	4,22±0,65 [3,53 ; 5,24]	-22,45±0,63 [-23,15 ; -21,58]	16,24±0,67 [15,32 ; 16,99]
	Orge	1	5	5,02±0,67 [4,33 ; 6,12]	-24,20±0,16 [-24,4 ; -24,03]	18,09±0,17 [17,91 ; 18,29]
Plaine de Caen	Amidonnier	5	25	3,20±1,54 [1,54 ; 6,58]	-22,95±0,54 [-23,82 ; -21,83]	16,77±0,57 [15,57 ; 17,69]
	Épeautre	1	3	3,66±0,41 [3,40 ; 4,13]	-22,2±0,18 [-22,40 ; -22,05]	15,96±0,19 [15,81 ; 16,17]
	Orge	6	28	3,62±1,95 [1,13 ; 7,7]	-23,84±0,59 [-24,52 ; -22,55]	17,68±0,63 [16,32 ; 18,42]
Normandie	Amidonnier	2	10	5,63±2,5 [3,17 ; 9,29]	-22,84±0,57 [-23,59 ; -22,11]	16,68±0,61 [15,91 ; 17,47]
	Orge	1	5	5,44±0,65 [4,65 ; 6,35]	-24,41±0,36 [-24,82 ; -23,88]	18,32±0,37 [17,77 ; 18,75]
Beauce	Amidonnier	7	35	4,47±1,56 [0,95 ; 7,54]	-22,71±0,48 [-23,53 ; -21,74]	16,52±0,49 [15,53 ; 17,37]
	Blés nus	9	45	3,74±0,94 [1,51 ; 5,48]	-22,47±0,67 [-23,24 ; -20,72]	16,27±0,69 [14,47 ; 17,08]
	Épeautre	1	5	4,22±0,27 [3,79 ; 4,49]	-22,46±0,23 [-22,72 ; -22,10]	16,26±0,24 [15,88 ; 16,52]
	Orge	6	28	3,98±1,20 [1,5 ; 6,78]	-23,33±0,58 [-24,12 ; -21,98]	17,16±0,60 [15,75 ; 17,98]
Centre du Bassin parisien	Amidonnier	5	25	2,06±1,27 [-0,39 ; 4,22]	-23,44±0,27 [-23,89 ; -22,83]	17,28±0,27 [16,68 ; 17,71]
	Blés nus	3	13	3,68±0,64 [2,55 ; 4,58]	-23,99±0,35 [-24,72 ; -23,44]	17,85±0,38 [17,27 ; 18,65]
	Épeautre	2	10	3,46±1,99 [1,36 ; 5,86]	-23,50±0,49 [-24,23 ; -22,74]	17,31±0,51 [16,52 ; 18,08]
	Orge	8	38	4,28±0,93 [3,16 ; 7,11]	-24,36±0,44 [-25,37 ; -23,48]	18,24±0,46 [17,36 ; 19,31]
Picardie	Amidonnier	2	10	2,93±0,39 [2,41 ; 3,58]	-23,23±0,18 [-23,49 ; -22,91]	17,04±0,19 [16,70 ; 17,33]
Champagne crayeuse	Amidonnier	2	10	1,92±0,20 [1,68 ; 2,22]	-23,74±0,26 [-24,04 ; -23,32]	17,59±0,28 [17,13 ; 17,91]
	Épeautre	2	8	2,35±1,11 [0,19 ; 3,14]	-22,44±0,40 [-23,15 ; -21,86]	16,25±0,42 [15,64 ; 16,99]
	Orge	5	23	1,91±1,31 [0,12 ; 3,98]	-24,28±0,30 [-24,8 ; -23,74]	18,16±0,32 [17,57 ; 18,74]
Vosges	Orge	2	10	5,92±0,89 [4,73 ; 6,87]	-24,28±0,26 [-24,67 ; -23,74]	18,19±0,27 [17,62 ; 18,59]
Toutes les zones	**Amidonnier**	**25**	**121**	**3,45±1,83 [-0,39 ; 9,29]**	**-23,03±0,56 [-24,04 ; -21,58]**	**16,86±0,59 [15,32 ; 17,91]**
	Blés nus	**12**	**58**	**3,73±0,87 [1,51 ; 5,48]**	**-22,81±0,88 [-24,72 ; -20,72]**	**16,62±0,92 [14,47 ; 18,65]**
	Épeautre	**6**	**26**	**3,29±1,51 [0,19 ; 5,86]**	**-22,82±0,67 [-24,23 ; -21,86]**	**16,63±0,69 [15,64 ; 18,08]**
	Orge	**29**	**137**	**3,87±1,67 [0,12 ; 7,70]**	**-24,02±0,61 [-25,37 ; -21,98]**	**17,89±0,65 [15,75 ; 19,31]**
Tous les échantillons Second âge du Fer		**72**	**342**	**3,66±1,62 [-0,39 ; 9,29]**	**-23,37±0,84 [-25,37 ; -20,72]**	**17,21±0,88 [14,47 ; 19,31]**

Tableau 5-2 Résumé des compositions isotopiques en azote ($\delta^{15}N$), en carbone ($\delta^{13}C$) et de discrimination isotopique du carbone ($\Delta^{13}C$) de céréales archéologiques datées de la période romaine, groupées par zone d'étude et par espèce. Les statistiques Moyenne ± 1 écart-type [Minimum ; Maximum] sont calculées avec les valeurs des échantillons de dix grains (n). La colonne N donne le nombre de lots pour chaque groupe.

Période romaine						
Zone	**Espèce**	**N**	**n**	**$\delta^{15}N$ (‰)**	**$\delta^{13}C$ (‰)**	**$\Delta^{13}C$ (‰)**
Massif armoricain	Amidonnier	1	3	3,43±0,42 [2,95 ; 3,71]	-21,42±0,16 [-21,56 ; -21,24]	15,27±0,17 [15,09 ; 15,42]
	Blés nus	2	10	4,96±0,59 [3,91 ; 5,57]	-22,52±0,48 [-23,21 ; -21,9]	16,41±0,50 [15,76 ; 17,13]
	Épeautre	1	5	5,01±0,33 [4,58 ; 5,40]	-21,97±0,16 [-22,14 ; -21,72]	15,83±0,16 [15,58 ; 16,01]
	Orge	1	5	5,02±1,08 [3,40 ; 6,40]	-23,56±0,18 [-23,76 ; -23,37]	17,49±0,19 [17,29 ; 17,70]
Plaine de Caen	Amidonnier	1	5	5,10±0,26 [4,78 ; 5,43]	-23,15±0,15 [-23,32 ; -22,91]	17,02±0,16 [16,77 ; 17,20]
Normandie	Orge	1	5	2,49±0,57 [1,89 ; 3,22]	-25,33±0,29 [-25,78 ; -25,05]	19,31±0,31 [19,02 ; 19,79]
Centre du Bassin parisien	Amidonnier	1	5	4,13±0,47 [3,53 ; 4,68]	-23,02±0,35 [-23,40 ; -22,59]	16,91±0,36 [16,46 ; 17,30]
	Blés nus	5	25	5,34±1,04 [3,29 ; 6,96]	-23,46±0,76 [-24,77 ; -22,1]	17,37±0,79 [15,95 ; 18,73]
	Orge	2	8	5,81±0,97 [4,68 ; 7,41]	-24,19±1,03 [-25,56 ; -23,07]	18,14±1,09 [16,96 ; 19,59]
Picardie	Amidonnier	5	25	3,54±0,95 [2,45 ; 6,02]	-23,38±0,76 [-24,72 ; -21,95]	17,31±0,78 [15,84 ; 18,67]
	Blés nus	2	10	4,36±0,34 [3,98 ; 5,14]	-23,84±0,34 [-24,41 ; -23,30]	17,76±0,35 [17,21 ; 18,35]
	Épeautre	3	18	2,70±1,12 [0,96 ; 4,79]	-23,55±0,58 [-24,61 ; -22,52]	17,47±0,59 [16,42 ; 18,56]
	Orge	4	15	3,74±2,15 [1,52 ; 7,00]	-25,33±0,50 [-25,88 ; -24,50]	19,32±0,53 [18,43 ; 19,91]
Champagne crayeuse	Blés nus	1	5	4,94±0,19 [4,70 ; 5,16]	-22,59±0,32 [-22,96 ; -22,08]	16,45±0,33 [15,92 ; 16,83]
	Orge	2	10	2,96±0,87 [1,91 ; 4,69]	-24,42±0,36 [-24,86 ; -23,94]	18,38±0,40 [17,86 ; 18,87]
Lorraine	Épeautre	1	5	5,62±0,20 [5,29 ; 5,79]	-23,89±0,20 [-24,05 ; -23,55]	17,84±0,21 [17,49 ; 18,01]
Toutes les zones	**Amidonnier**	**8**	**38**	**3,81±0,96 [2,45 ; 6,02]**	**-23,15±0,82 [-24,72 ; -21,24]**	**17,06±0,85 [15,09 ; 18,67]**
	Blés nus	**10**	**50**	**5,03±0,87 [3,29 ; 6,96]**	**-23,26±0,78 [-24,77 ; -21,9]**	**17,17±0,81 [15,76 ; 18,73]**
	Épeautre	**5**	**28**	**3,64±1,57 [0,96 ; 5,79]**	**-23,33±0,81 [-24,61 ; -21,72]**	**17,24±0,84 [15,58 ; 18,56]**
	Orge	**10**	**43**	**3,95±1,82 [1,52 ; 7,41]**	**-24,7±0,84 [-25,88 ; -23,07]**	**18,67±0,88 [16,96 ; 19,91]**
Tous les échantillons Période romaine		**33**	**159**	**4,20±1,44 [0,96 ; 7,41]**	**-23,63±1,03 [-25,88 ; -21,24]**	**17,56±1,07 [15,09 ; 19,91]**

5.1.1. Massif armoricain

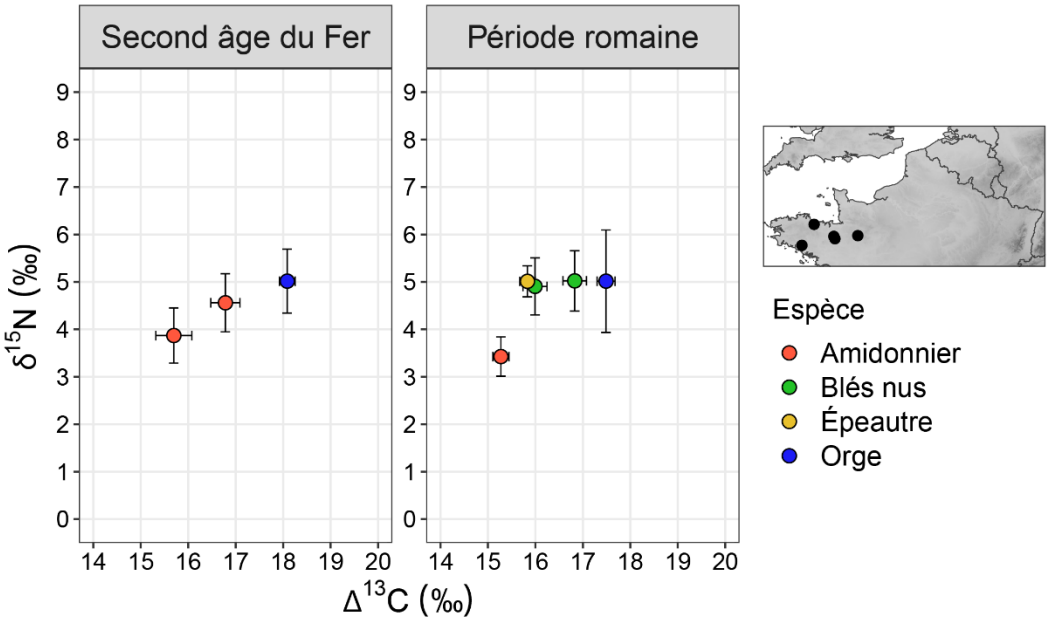

Figure 5-2 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone Massif armoricain, datés du second âge du Fer (N=3, issus de 2 sites) et de la période romaine (N=5, issus de 3 sites) (Point : moyenne ; Barres : un écart-type).

5.1.2. Plaine de Caen

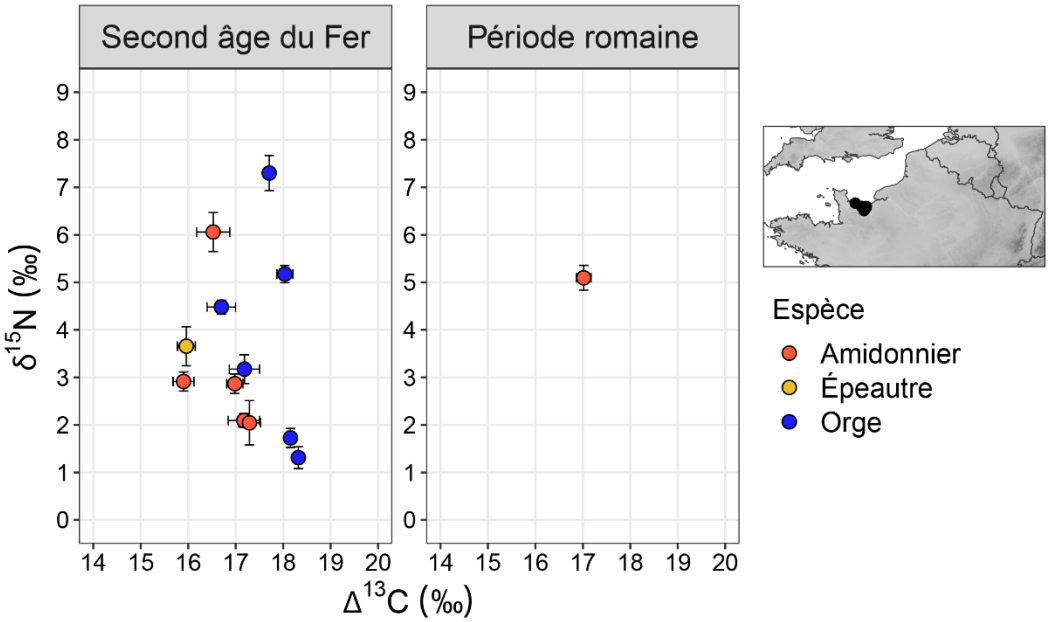

Figure 5-3 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone Plaine de Caen, datés du second âge du Fer (N=12, issus de 7 sites) et de la période romaine (N=1, issu de 1 site) (Point : moyenne ; Barres : un écart-type).

5.1.3. Normandie

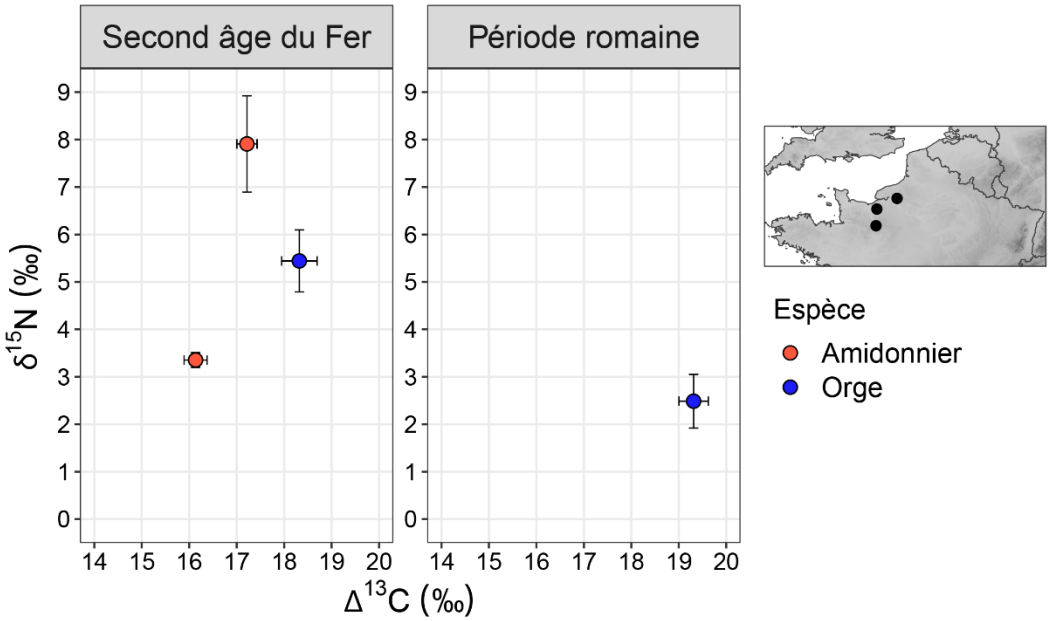

Figure 5-4 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone Normandie, datés du second âge du Fer (N=3, issus de 2 sites) et de la période romaine (N=1, issu de 1 site) (Point : moyenne ; Barres : un écart-type).

5.1.4. Beauce

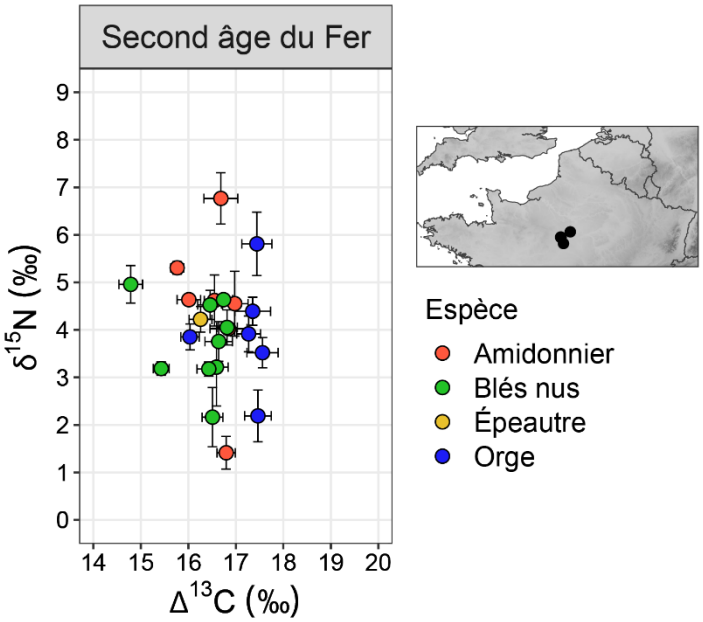

Figure 5-5 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales du second âge du Fer (N=23, issus de 5 sites), issus de la zone Beauce (Point : moyenne ; Barres : un écart-type).

5.1.5. Centre du Bassin parisien

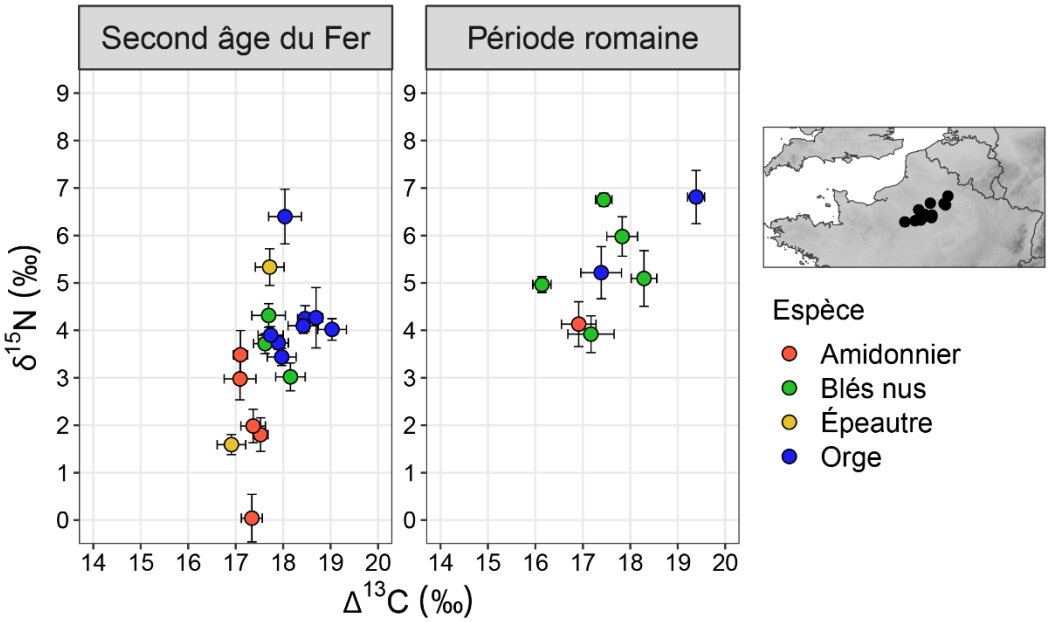

Figure 5-6 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone centre du Bassin parisien, datés du second âge du Fer (N=18, issus de 9 sites) et de la période romaine (N=8, issus de 6 sites) (Point : moyenne ; Barres : un écart-type).

5.1.6. Picardie

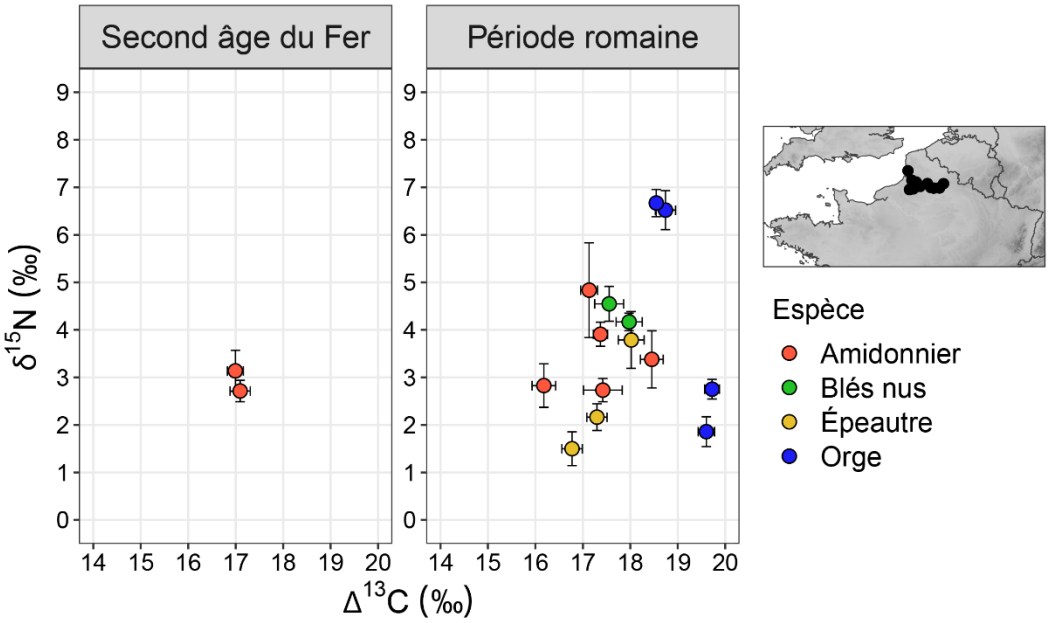

Figure 5-7 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone Picardie, datés du second âge du Fer (N=2, issus de 2 sites) et de la période romaine (N=14, issus de 13 sites) (Point : moyenne ; Barres : un écart-type).

5.1.7. Champagne crayeuse

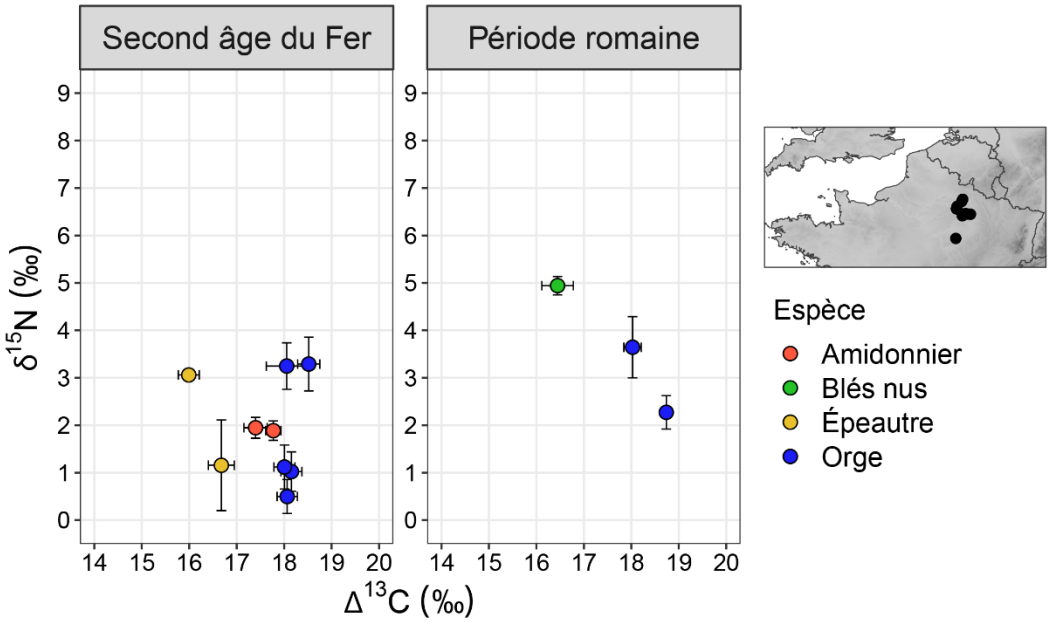

Figure 5-8 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone Champagne crayeuse, datés du second âge du Fer (N=9, issus de 9 sites) et de la période romaine (N=3, issus de 2 sites) (Point : moyenne ; Barres : un écart-type).

5.1.8. Lorraine

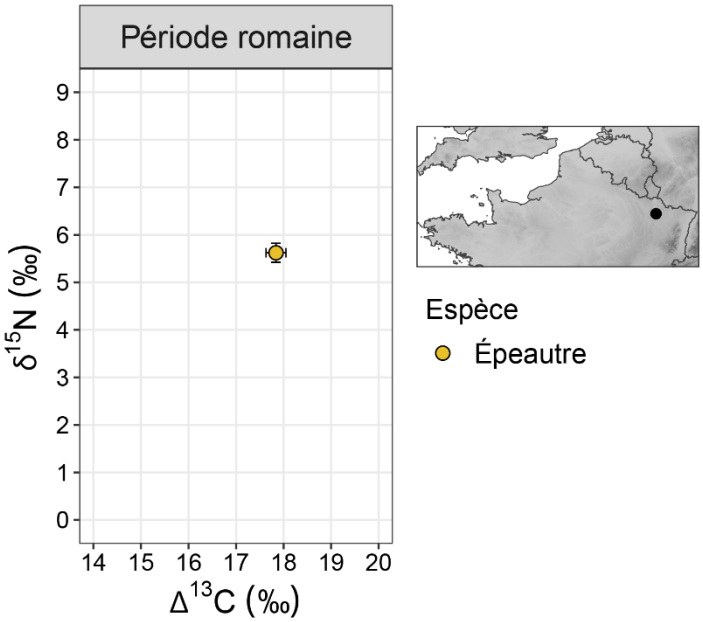

Figure 5-9 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone du lot de céréales de la zone Lorraine, daté de la période romaine (N=1, issu de 1 site) (Point : moyenne ; Barres : un écart-type).

5.1.9. Vosges

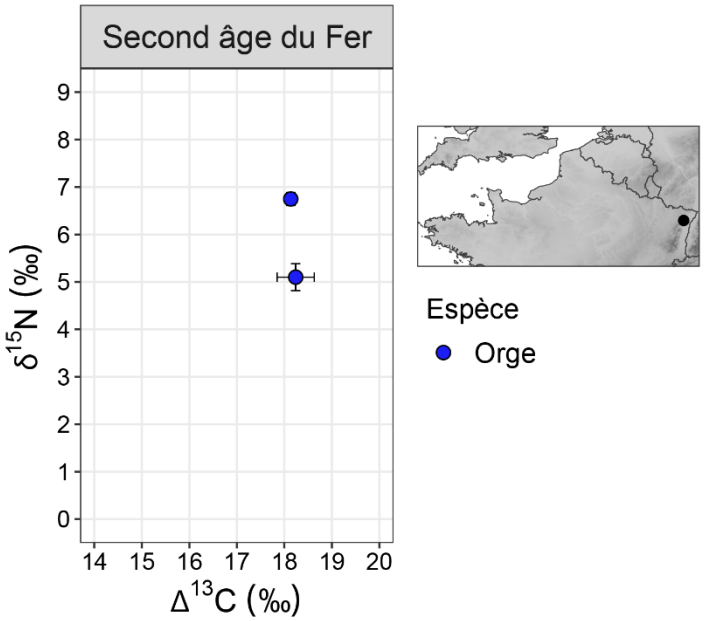

Figure 5-10 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone Vosges, datés du second âge du Fer (N=2, issus de 1 site) (Point : moyenne ; Barres : un écart-type).

5.2. Collagène osseux de cerf : résultats des analyses isotopiques

Les échantillons de collagène osseux de cerf archéologiques analysés durant la thèse, respectant les critères de validité établis (Ambrose, 1990 ; Van Klinken, 1999, p. 689 ; Guiry et Szpak, 2021) se portent au nombre de 35. Les résultats complets sont donnés en annexe 3 et sont représentés sur la Figure 5-11. Sur l'ensemble des 35 échantillons de collagène osseux de cerf, le rendement d'extraction du collagène s'étend de 9,5 à 150,6 mg/g. Les teneurs en azote s'étendent de 12,8 % à 15,7 %, les teneurs en carbone de 35,6 % à 43,0 % et les rapports atomiques C/N de 3,2 à 3,3. Les valeurs de $\delta^{15}N$ s'étendent de 3,61 ‰ à 7,87 ‰, pour une valeur moyenne de 5,55±0,91 ‰. Les valeurs de $\delta^{13}C$ valent en moyenne -22,09±0,47 ‰, et varient de -23,07 ‰ à -21,04 ‰.

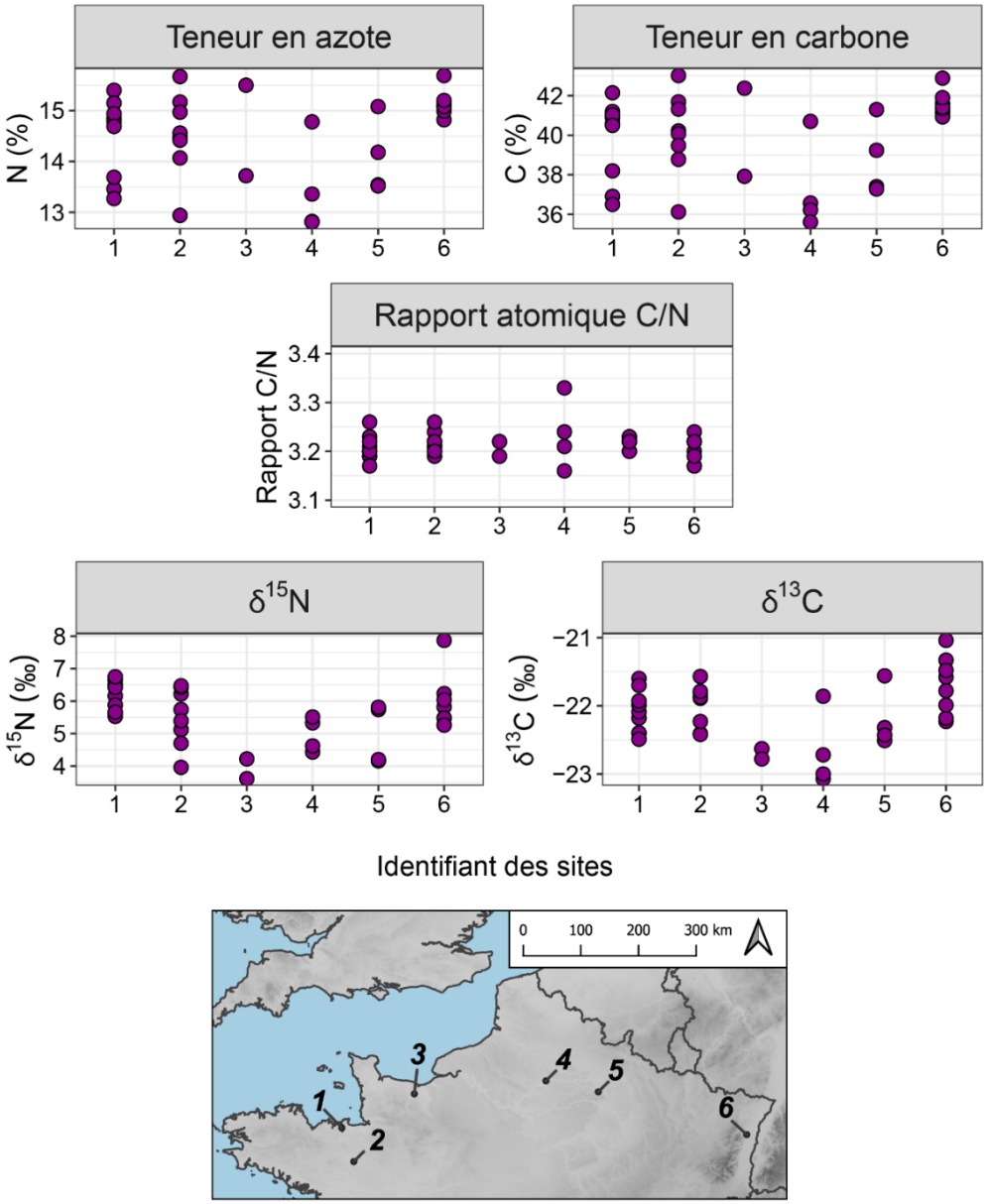

Figure 5-11 Teneurs en azote et carbone, rapport atomique C/N et composition isotopique en azote et carbone du collagène osseux de cerf pour chaque localité[10]. Les identifiants en abscisse correspondent aux sites listés ci-dessous et figurés sur la carte :
1 - Langrolay-Sur-Rance « Sur les Vaux » ; 2 - Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais » ; 3 - Ifs « ZAC Object'Ifs Sud » ; 4 - Compiègne « Le Fond Pernant » et Venette « le Bois de Plaisance » ; 5 - Cernay-Lès-Reims « La Pelle au Four », Champfleury « La Bascule » et Villers-Aux-Nœuds « La Pâture Nord » ; 6 - Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal ».

[10] Les sites archéologiques distants de quelques centaines de mètres sont regroupés en une unique entité. Considérant la mobilité des cerfs et la surface couverte par leur déplacements annuels, la proximité de ces sites ne justifient pas d'individualiser les échantillons. Compiègne « Le Fond Pernant » et Venette « le Bois de Plaisance », ainsi que Cernay-Lès-Reims « La Pelle au Four », Champfleury « La Bascule » et Villers-Aux-Nœuds « La Pâture Nord » sont considérés comme une même localité.

5.3. Expérimentation de pâturage : résultats des analyses isotopiques de l'épeautre de Coriobona

Les mesures par échantillon (n=18) des grains d'épeautre frais se trouvent en annexe 3 et sont représentées dans la Figure 5-12, le résumé par parcelle et traitement expérimental est donné dans le Tableau 3-3.

Les teneurs en carbone (%C) ne se différencient pas clairement entre les différentes parcelles, cependant les teneurs en azote (%N) sont plus hautes et le rapport atomique C/N est plus faible pour les échantillons de la parcelle A. Les grains des parcelles B1 et B2 ont été récoltés à maturité, tandis que les céréales de la parcelle A sont restés plusieurs semaines de plus sur pied, ce qui pourrait expliquer leur teneur en azote un peu plus hautes et un rapport C/N plus faible. Les échantillons des trois parcelles sont bien différenciés les uns des autres selon leur composition isotopique en carbone et azote. De plus faibles valeurs de $\delta^{13}C$ (-30,76 ‰ à -28,82 ‰) sont associées à la récolte de 2019 par comparaison à la récolte de 2020 (-27,73 ‰ à -26,14 ‰). Les valeurs de $\delta^{15}N$ augmentent après une année de pâturage du troupeau et d'apport de fumier, passant d'une moyenne de 0,64±0,43 ‰ (parcelle A témoin) à 1,79±0,17 ‰ (parcelle B1 pâturage seul) et 3,00±0,15 ‰ (parcelle B2 fumier et pâturage).

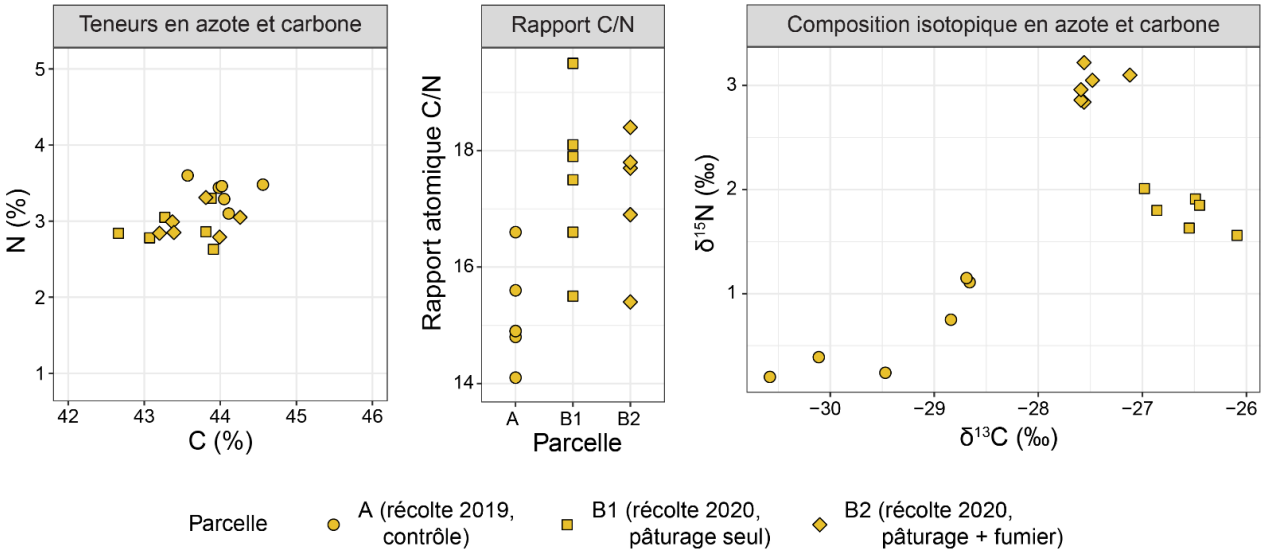

Figure 5-12 Teneurs en azote et carbone, rapport atomique C/N et composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre des cultures expérimentales d'Esse, « Coriobona, village gaulois ». Chaque point figure les valeurs d'un échantillon de dix grains d'épeautre.

Tableau 5-3 Résumé des compositions isotopiques et des teneurs en azote et carbone des grains d'épeautre des cultures expérimentales d'Esse, « Coriobona, village gaulois » : Moyenne ± 1 écart-type [Minimum ; Maximum].

Parcelle	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	$\Delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Ratio C/N
A (Fond de vallon) 16 aout 2019 Témoin (n=6)	0,64±0,43 [0,20 ; 1,15]	-29,57±0,80 [-30,76 ; -28,82]	22,22±0,85 [21,44 ; 23,48]	3,40±0,18 [3,10 ; 3,60]	44,05±0,32 [43,57 ; 44,56]	15,17±0,85 [14,12 ; 16,6]
B1 (Bas de pente) 20 juillet 2020 Pâturage seul (n=6)	1,79±0,17 [1,56 ; 2,01]	-26,62±0,32 [-27,02 ; -26,14]	19,13±0,33 [18,63 ; 19,55]	2,91±0,23 [2,63 ; 3,30]	43,43±0,51 [42,66 ; 43,91]	17,50±1,36 [15,51 ; 19,48]
B2 (Pente) 20 juillet 2020 Fumier + pâturage (n=6)	3,00±0,15 [2,84 ; 3,22]	-27,60±0,18 [-27,73 ; -27,24]	20,16±0,19 [19,78 ; 20,29]	2,97±0,19 [2,79 ; 3,31]	43,67±0,41 [43,2 ; 44,26]	17,20±1,03 [15,44 ; 18,39]

5.4. Fertilisation aux algues : résultats de l'analyse des grains d'orge expérimentaux d'Écosse

Les analyses de la composition élémentaire (azote, carbone et arsenic) et isotopique ($\delta^{15}N$ et $\delta^{13}C$) que nous avons réalisées sur les échantillons de 30 grains d'orge vêtue, cultivée sur le site agronomique expérimental du Orkney College UHI (archipel des Orcades, Écosse) avec plusieurs conditions de fertilisation au compost d'algue, permettent de décrire les effets de la carbonisation, en comparaison aux analyses de grains frais déjà publiées (Blanz *et al.*, 2019). La cartographie élémentaire cherche à visualiser un éventuel déplacement des espèces chimiques lors de la carbonisation.

5.4.1. Analyses élémentaires par Q-ICP-MS et EA-IRMS

Lors des analyses des teneurs relatives en arsenic par Q-ICP-MS, la mesure des échantillons réplicas a donné des valeurs systématiquement plus basses (Tableau 5-4 et Figure 5-13). Ces plus faibles valeurs (Figure 5-13) peuvent être dues à un regain d'humidité entre les deux analyses et à la préparation légèrement différente des échantillons, pour laquelle la poudre des réplicas a été rebroyée plus finement par rapport à celle qui a servi à la publication originale. La teneur en arsenic des autres échantillons est donc probablement sous-évaluée.

Les résultats pour chaque type d'échantillon, frais ou carbonisé, sont donnés dans le Tableau 5-5. La teneur relative en arsenic des échantillons s'étend de 8,93 à 53,50 ppb. Les valeurs de $\delta^{15}N$ s'étendent de 4,21 ‰ à 6,03 ‰. L'apport de compost d'algues et la carbonisation des grains causent l'augmentation de la teneur relative en arsenic et des valeurs de $\delta^{15}N$.

Tableau 5-4 Teneurs relatives en arsenic des échantillons de grains d'orge vêtue des cultures expérimentales d'Écosse publiés par Blanz *et al.* (2019) et de leurs réplicas.

Taux de fertilisation aux algues	Blanz *et al.* (2019) As (ppb)	Réplicas As (ppb)
Témoin	12,3	10,78±1,04 (n=4)
25 t/ha	23,30	21,59±1,52 (n=4)
50 t/ha	35,60	30,97±1,02 (n=4)

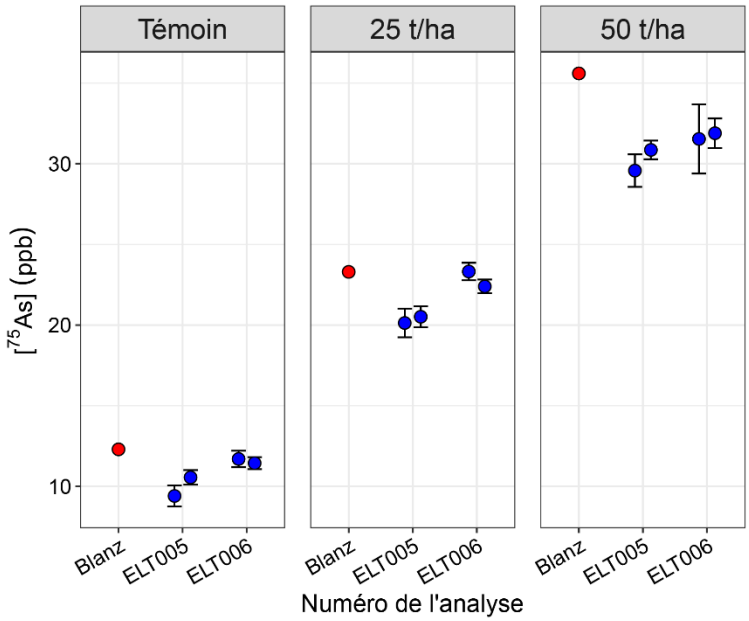

Figure 5-13 Mesures des réplicas (bleu) des échantillons analysés par Blanz *et al.* (2019) (rouge). Les barres d'erreur montrent l'incertitude des valeurs. L'incertitude n'a pas été fournie dans l'étude de Blanz *et al.*

Tableau 5-5 Résumé des teneurs relatives en arsenic, azote et carbone et des rapports atomiques As/C, As/N et C/N des grains d'orge vêtue carbonisés des cultures expérimentales d'Écosse.
Moyenne ± 1 écart-type (n : nombre de mesures répétées).

Taux de fertilisation aux algues	Carbonisation (230°C)		As (ppb)	N (%)	C (%)	$\delta^{15}N$ (‰)	Ratio As/N	Ratio C/N
	Durée	Atmosphère						
Témoin	Frais	Frais	10,39±1,09 (n=6)	1,60±0,13 (n=2)	41,14±0,08 (n=2)	4,30±0,13 (n=2)	$1,19\times10^{-7}\pm0,36\times10^{-9}$ (n=2)	30,2±2,6 (n=2)
Témoin	8h	Air libre	19,87±1,78 (n=2)	2,52	60,89	4,65	$1,47\times10^{-7}$	28,19
Témoin	8h	Confinée	22,34±1,67 (n=2)	2,51	63,47	4,70	$1,66\times10^{-7}$	29,50
Témoin	24h	Air libre	23,35±2,46 (n=2)	2,99	59,65	4,72	$1,46\times10^{-7}$	23,27
Témoin	24h	Confinée	17,32±1,86 (n=2)	2,72	63,26	4,69	$1,19\times10^{-7}$	27,13
25 t/ha	Frais	Frais	21,14±1,41 (n=6)	1,71±0,06 (n=2)	41,26±0,08 (n=2)	4,63±0,34 (n=2)	$2,29\times10^{-7}\pm2,09\times10^{-9}$ (n=2)	28,25±1,00 (n=2)
25 t/ha	8h	Air libre	39,13±2,14 (n=2)	2,74	61,73	5,26	$2,67\times10^{-7}$	26,28
25 t/ha	8h	Confinée	38,33±4,77 (n=2)	2,67	64,41	5,40	$2,68\times10^{-7}$	28,14
25 t/ha	24h	Air libre	44,39±1,46 (n=3)	3,14	60,46	5,35	$2,64\times10^{-7}$	22,46
25 t/ha	24h	Confinée	35,64±0,11 (n=3)	2,82	64,06	5,38	$2,36\times10^{-7}$	26,50
50 t/ha	Frais	Frais	30,2±1,69 (n=6)	1,83±0,08 (n=2)	41,29±0,01 (n=2)	5,73±0,11 (n=2)	$3,05\times10^{-7}\pm3,70\times10^{-9}$ (n=2)	26,42±1,14 (n=2)
50 t/ha	8h	Air libre	38,99±0,66 (n=3)	3,09	61,83	5,98	$2,36\times10^{-7}$	23,34
50 t/ha	8h	Confinée	39,25±0,77 (n=3)	3,10	64,05	6,03	$2,36\times10^{-7}$	24,10
50 t/ha	24h	Air libre	51,66±1,59 (n=3)	3,42	60,18	6,03	$2,82\times10^{-7}$	20,53
50 t/ha	24h	Confinée	45,55±1,89 (n=3)	3,34	64,38	6,00	$2,55\times10^{-7}$	22,49

5.4.1.1. Influence du compost d'algues sur la composition des grains d'orge vêtue

Comme nous étudions le même matériel que Blanz *et al.* (2019), nous avons commencé par rapporter les résultats des mêmes analyses que celles réalisées dans la publication originale (Blanz *et al.*, 2019, p. 37). Les valeurs de $\delta^{15}N$ des échantillons de grains d'orge vêtue augmentent légèrement avec l'apport d'algues, en passant de 4,30 ‰ (parcelle contrôle) à 4,63 ‰ (25 tonnes d'algues par hectare) et 5,73 ‰ (50 t/ha), soit +0,33 ‰ et +1,43 ‰ (Figure 5-14). Cette augmentation s'explique par la minéralisation de la matière organique et la volatilisation préférentielle du ^{14}N lors de l'évaporation de l'ammoniac (voir partie 2.1), mais elle est beaucoup plus faible que pour le fumier (Fraser *et al.*, 2011) ou les déjections fraiches du bétail (voir partie 7.1). Ce faible enrichissement peut venir du fait que les parcelles sont de longues dates cultivées et fertilisées et que la parcelle contrôle (sans fertilisation aux algues sur un temps récent) devait avoir un sol déjà enrichi en ^{15}N. De plus, dans le dispositif expérimental, l'apport d'algues a été bien moindre que celui mis en œuvre dans les pratiques historiques connues (entre 25 t/ha et 124 t/ha, plusieurs fois par an, Blanz *et al.*, 2019, p. 37). Des taux plus importants et une fertilisation sur un temps plus long pourraient conduire à un enrichissement d'autant plus grand.

La fertilisation aux algues enrichit aussi les grains en arsenic (Figure 5-15). Leur teneur relative est égale à 10,39±1,09 (n=6), 21,14±1,41 (n=6) et 30,2±1,69 (n=6), pour les parcelles contrôle, fertilisées à 25 t/ha et 50 t/ha, respectivement (Blanz *et al.*, 2019, p. 40).

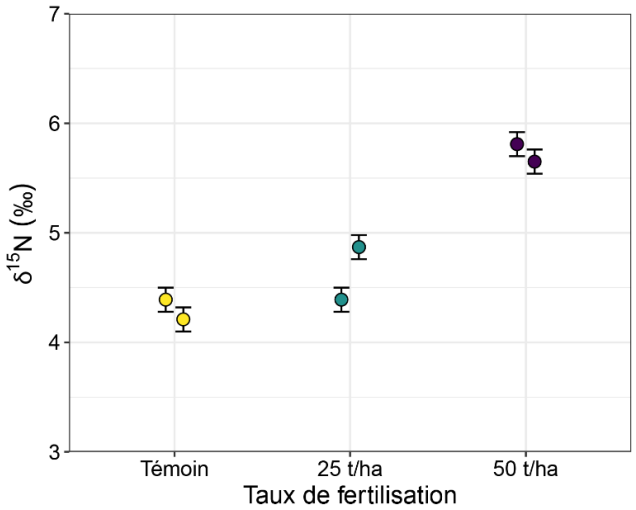

Figure 5-14 Composition isotopique en azote des échantillons de grains d'orge vêtue frais par taux de fertilisation au compost d'algues. Les barres d'erreur montrent l'incertitude des valeurs.

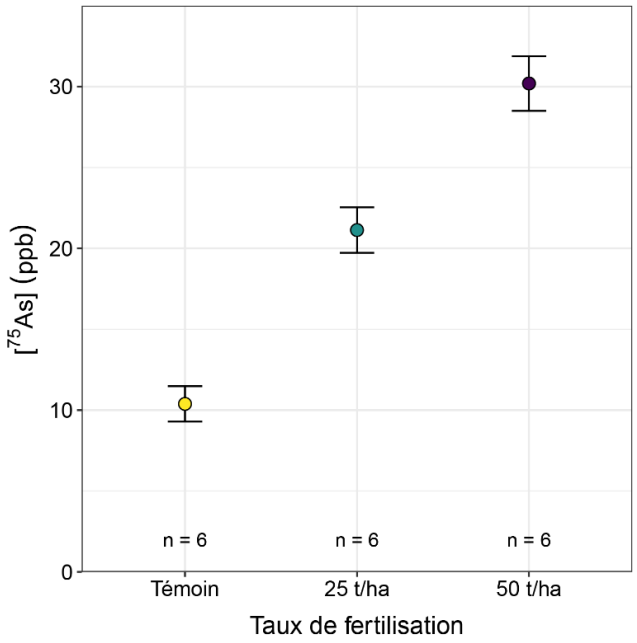

Figure 5-15 Teneur en arsenic des échantillons de grains d'orge vêtue frais en fonction du taux de fertilisation au compost d'algues. Les barres d'erreur montrent l'écart-type des six échantillons.

5.4.1.2. Effet de la carbonisation sur la composition des grains

Pour envisager l'arsenic comme marqueur de la fertilisation aux algues dans de futures applications sur céréales archéologiques, nous avons regardé les changements de la composition chimique des échantillons de 30 grains soumis à la carbonisation. La température de chauffe a été fixée à 230°C, afin de respecter au mieux la morphologie des grains (Charles *et al.*, 2015). Quatre conditions ont été testées : les carbonisations ont duré 8h et 24h et les échantillons ont été placé soit à l'air libre, soit en atmosphère confinée (voir partie 4.4.1).

La carbonisation, toutes conditions confondues, a entrainé l'augmentation des valeurs de $\delta^{15}N$ de +0,46 ‰ en moyenne (Figure 5-16), ce qui est proche de l'écart déjà mesuré sur de grandes quantités de grains expérimentaux (+0,31 ‰, Nitsch *et al.*, 2015, p. 10-12). Une baisse du rapport atomique C/N est aussi à noter, d'autant plus grande que la durée de la carbonisation est longue (Figure 5-17) (Nitsch *et al.*, 2015, p. 6). Les valeurs du rapport C/N (20,5–32,0) restent dans la gamme des autres données expérimentales publiées (~17–36,8 ; voir partie 6.2).

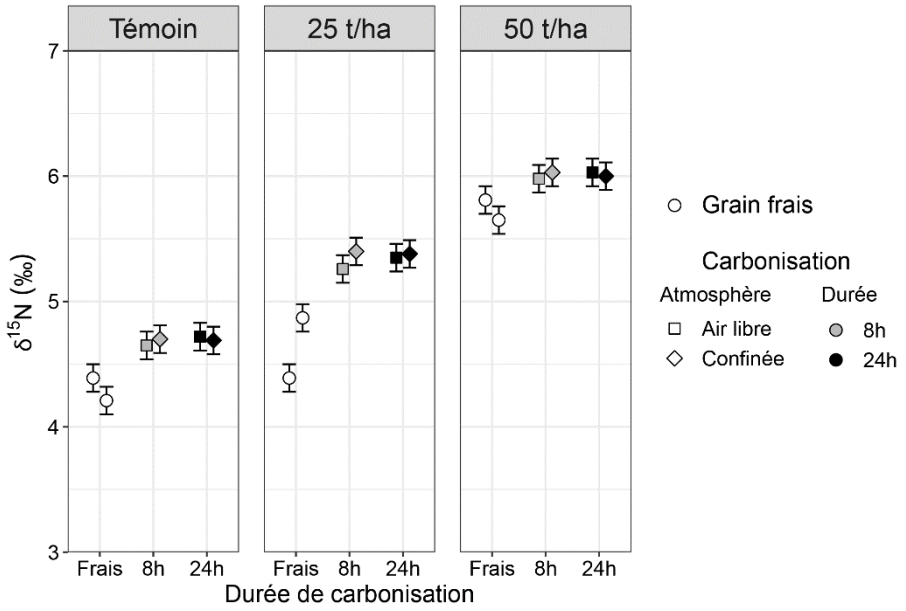

Figure 5-16 Composition isotopique en azote des échantillons de grains d'orge vêtue selon les conditions de carbonisation, par taux de fertilisation. Les barres d'erreur montrent l'incertitude des valeurs.

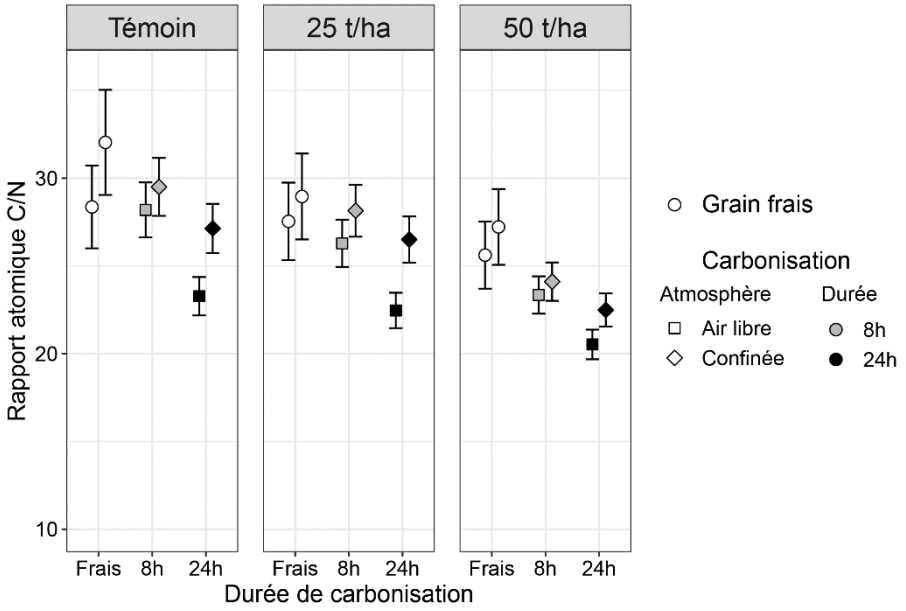

Figure 5-17 Rapport atomique C/N des échantillons de grains d'orge vêtue selon les conditions de carbonisation, par taux de fertilisation. Les barres d'erreur montrent l'incertitude des valeurs.

La teneur relative en arsenic des échantillons augmente aussi avec la carbonisation (Figure 5-18), à cause de la volatilisation des autres composants (H_2O et CO_2, par exemple).

L'enrichissement vaut en moyenne +14,35 ppb. Cependant, il n'est pas constant selon les traitements de fertilisation des échantillons. Pour les grains témoins et ceux fertilisés à 25 t/ha, les quatre conditions de carbonisation ont conduit à des valeurs similaires, mais l'enrichissement est en moyenne plus important pour les grains fertilisés (+18,47 ppb) que pour les témoins (+10,53 ppb). Pour l'orge fertilisée à un taux de 50 t/ha, la carbonisation durant 24h a provoqué un plus fort enrichissement (+18,79 ppb) qu'avec une durée de 8h (+9,30 ppb). La carbonisation des grains à l'air libre entraine, de manière générale, un enrichissement plus grand qu'en condition confinée (même si l'écart n'est jamais tout à fait constant), à cause d'une oxydation du carbone plus importante.

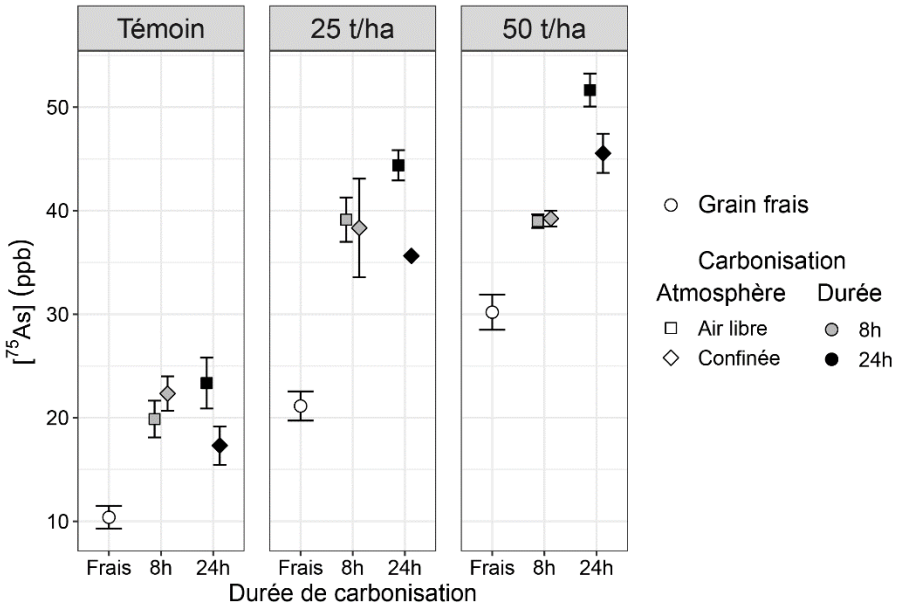

Figure 5-18 Teneur relative en arsenic des échantillons de grains d'orge vêtue selon les conditions de carbonisation, par taux de fertilisation. Les barres d'erreur montrent l'incertitude des valeurs.

Le rapport atomique As/N est assez stable indépendamment des conditions de carbonisation (Figure 5-19). Il est en moyenne près de deux fois plus élevé pour les grains fertilisés par rapport à ceux de la parcelle témoin. Comme ces deux groupes sont bien distincts, ce paramètre semble avoir le potentiel pour discriminer des grains fertilisés aux algues des non fertilisés.

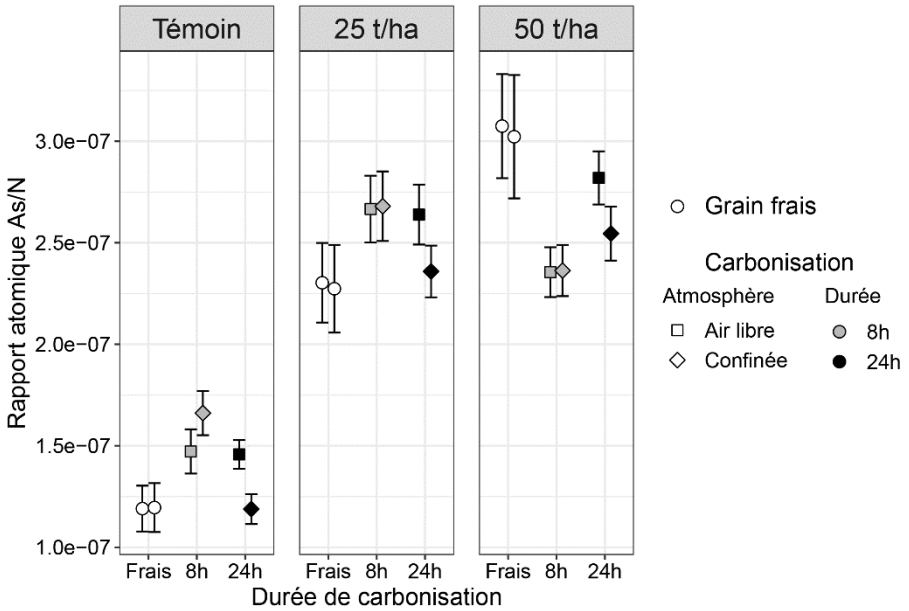

Figure 5-19 Rapport atomique As/N des échantillons de grains d'orge vêtue selon les conditions de carbonisation, par taux de fertilisation. Les barres d'erreur montrent l'incertitude des valeurs.

5.4.2. Cartographies élémentaires par MEB et NanoSIMS

Afin de caractériser la distribution anatomique de l'arsenic avant et après carbonisation, deux grains fertilisés avec un taux de 50 tonnes d'algues par hectare ont été sélectionnés pour la cartographie de leur composition élémentaire par NanoSIMS, précédée d'imageries par MEB servant à déterminer la préservation anatomique des coupes transversales des caryopses et à localiser les zones à analyser.

L'étude de l'histologie des caryopses de céréales réalisée par Panato *et al.* (2017) permet de décrire les structures cellulaires des grains d'orge vêtue (Figure 5-20) et d'aider l'analyse des images MEB et NanoSIMS. Les cellules de la couche à aleurone ont une forme cubique, bien séparées par des parois cellulaires épaisses (en orange) et renferment des corps protéiques en leur centre. Les cellules subaleurones sont plus petites et plus sphériques. La couleur violacée indique leur fort taux de protéines, qui constituent une matrice enveloppant les petits grains d'amidon en formation. Les cellules de l'endosperme contiennent de gros grains d'amidons, mesurant 15–40 µm (Type A) et 5–10 µm (Type B) (Panato *et al.*, 2017, p. 4).

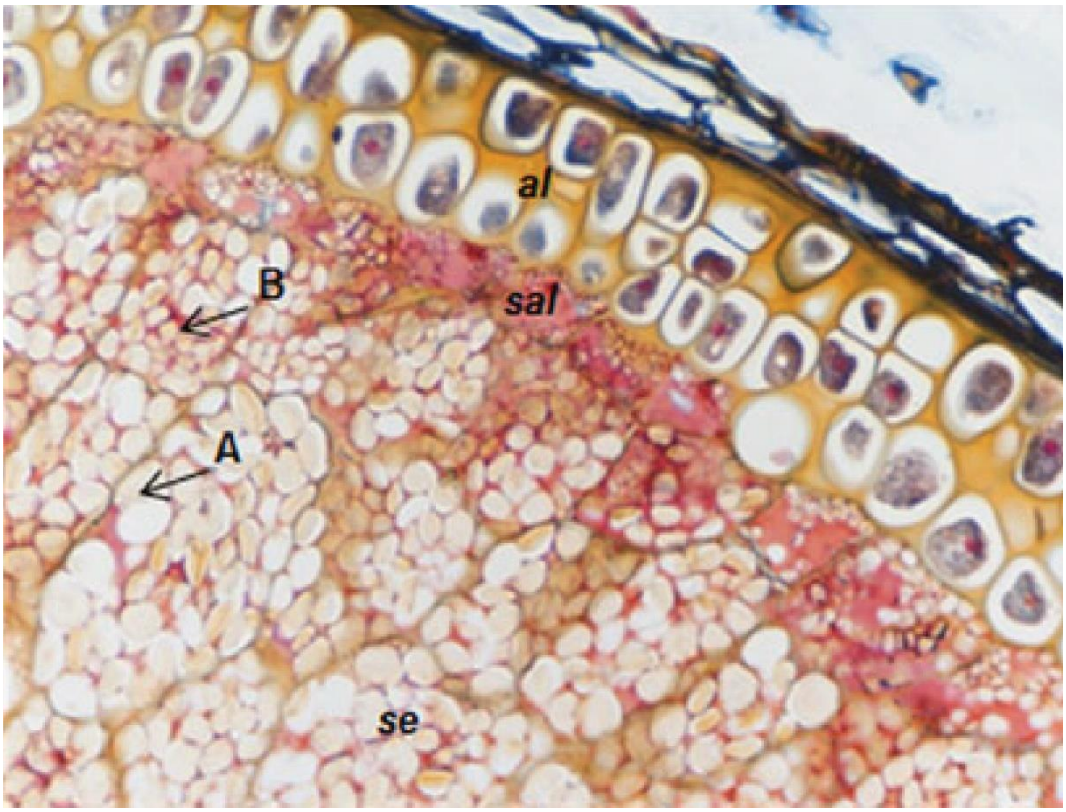

Figure 5-20 Coupe histologique d'un caryopse d'orge vêtue *(Hordeum vulgare)*, préparées par coloration ATH, observée par microscopie optique. Les protéines sont teintées en violet et les polysaccharides en orange. al : couche à aleurone, sal : cellules subaleurones, se : endosperme à amidon (Panato *et al.*, 2017, fig. 1).

Les images MEB montrent que la surface des coupes transversales est relativement irrégulière selon le type de cellules (Figure 5-21). La capture détaillée du grain frais (Figure 5-21-b) est particulièrement révélatrice des variations de relief. Les cellules à aleurone en périphérie du caryopse sont très creuses et tapissées de granules (phytates). Certains grains d'amidon au cœur de l'endosperme ont été arrachés par la lame du microtome manuel (par exemple, en haut à gauche de la figure). Des fentes de séchage sont aussi apparues dans l'endosperme entre le moment de la coupe du caryopse et l'analyse au MEB, durant la conservation des échantillons sous vide. La carbonisation du deuxième grain (230°C, 24h, atmosphère confinée) a provoqué de grosses perturbations de la structure anatomique. Les réactions de Maillard et l'évaporation des composés et de l'eau (Styring *et al.*, 2013) ont laissé de grands espaces vides (Figure 5-21-c). La structure des cellules à aleurone est très désorganisée, avec le décollement des parois cellulaires. La texture « cristalline » du grain carbonisé le rend cassant et on peut voir les traces de la lame du microtome sur les surfaces planes de l'endosperme (Figure 5-21-d), parallèles au sens de coupe.

Malgré ces reliefs, des zones relativement planes, nécessaires à l'analyses NanoSIMS, ont pu être localisées sur la partie dorsale des deux caryopses. Après deux séances de tests et de réglages,

trois acquisitions ont pu être réalisées : à l'interface entre les cellules à aleurone et l'endosperme (cellules sous-aleurone) pour les grains frais et carbonisés, et dans l'endosperme du grain frais (à environ 200 µm de la surface). La première de ces deux régions a été analysée dans un grain de riz par Moore *et al.* (2010), montrant une concentration plus importante de l'arsenic dans les cellules sous-aleurones. Nous cherchons à reproduire ces analyses sur les grains d'orge, en ajoutant l'intérieur de l'endosperme pour saisir les variations par rapport aux cellules sous-aleurones. Les acquisitions de la NanoSIMS sont assemblées sur la Figure 5-22. Les cartes avec l'échelle quantitative d'intensité du signal sont données en annexe 4.

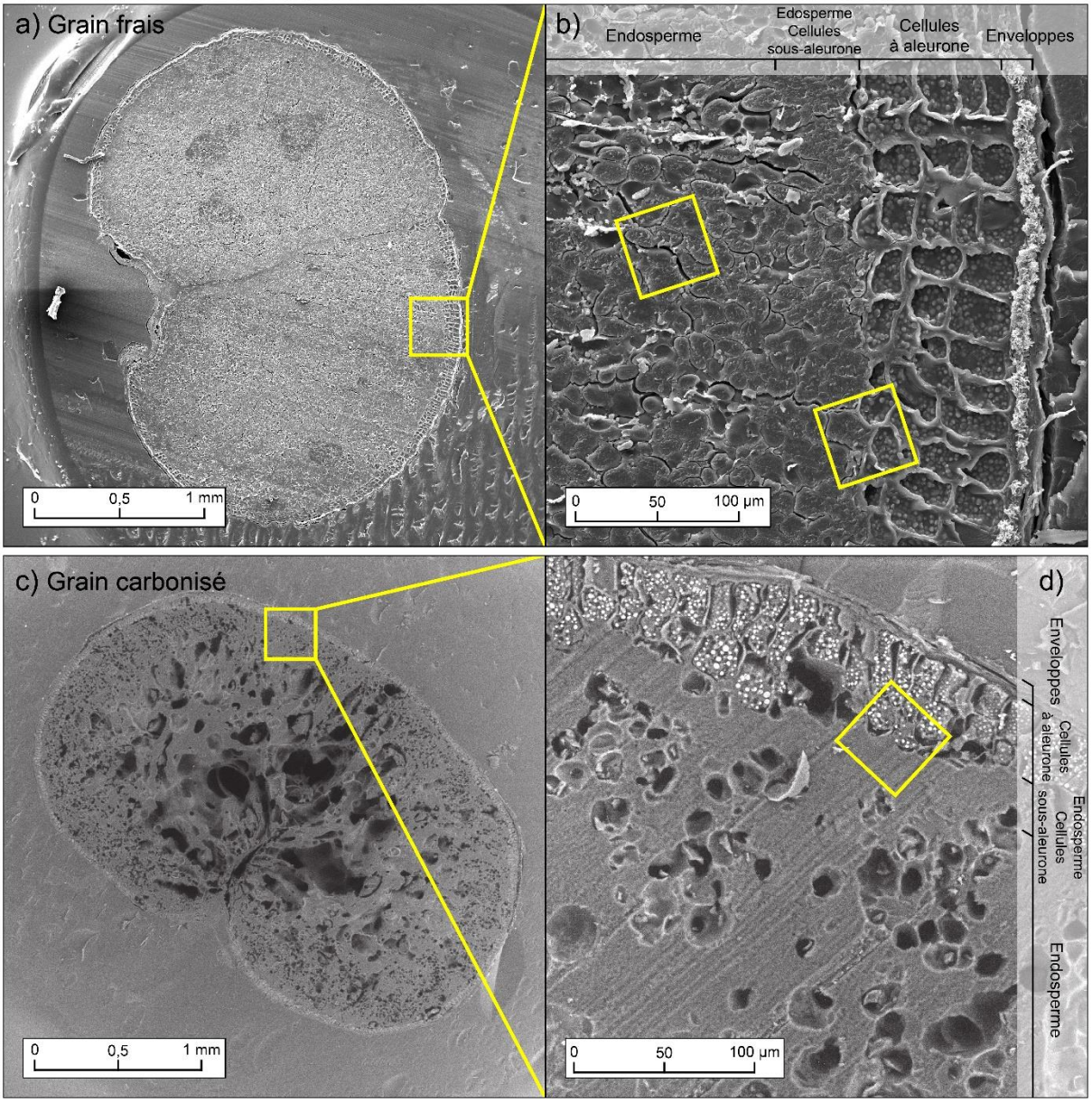

Figure 5-21 Images MEB des coupes transversales des grains d'orge vêtue frais (a-b) et carbonisé (c-d) fixés dans la résine et localisation des analyses NanoSIMS (cadres jaunes).

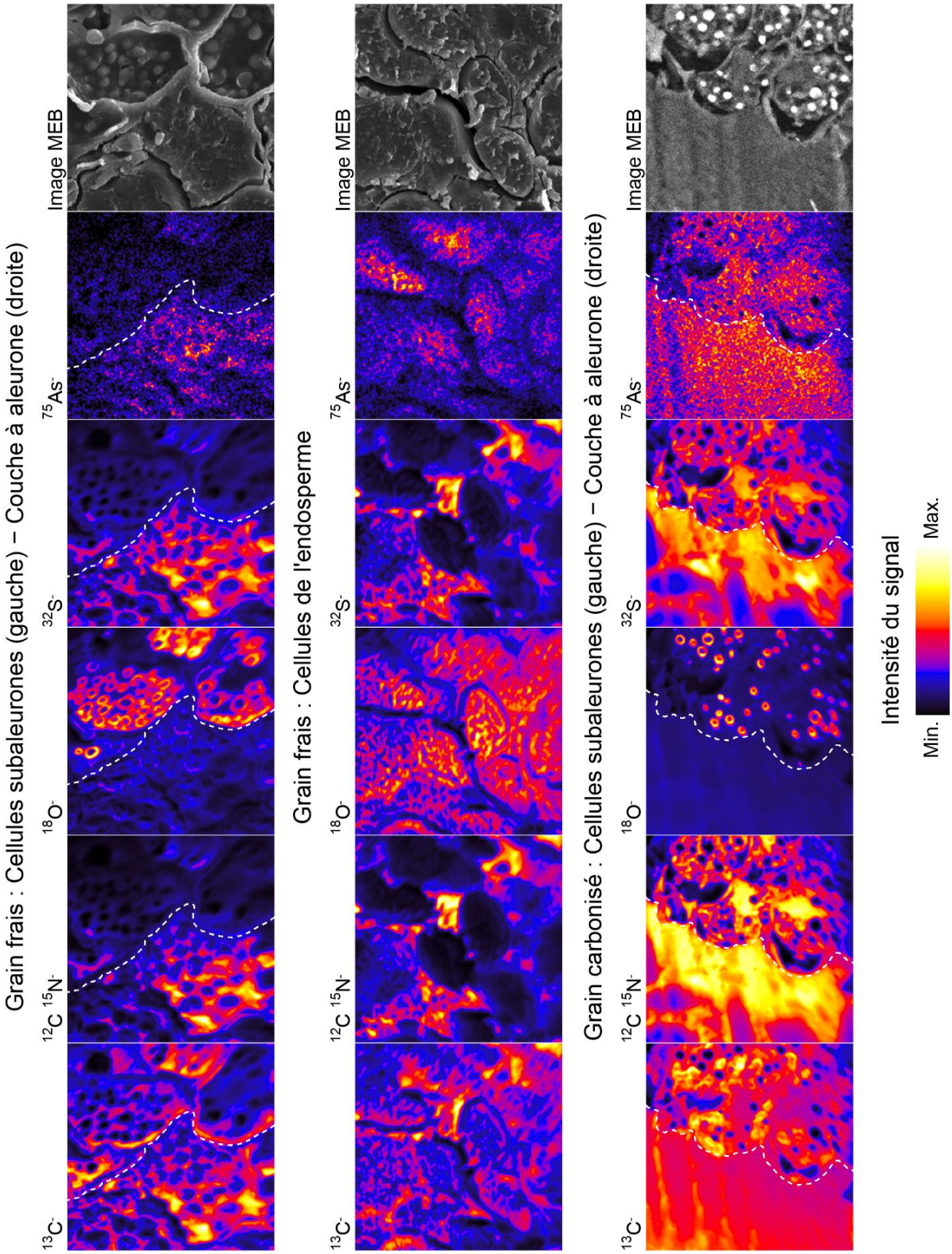

Figure 5-22 Cartes des ions dans deux grains d'orge vêtue.
Taille de raster : 45 µm.

Les variations de relief sont bien visibles sur les cartes de la NanoSIMS (fissures de l'endosperme, parois cellulaires déchirées des cellules à aleurone et traces de coupe sur les cellules sous-aleurones du grain carbonisé) et se traduisent pas une chute voire une absence de signal. Bien que les images aient été recadrées par rapport aux acquisitions originales[11], un effet bordure est aussi à noter : les signaux des différents ions sont plus faibles à certains endroits du pourtour des cartes qu'en leur centre. Pour compenser ces effets, les données ont été normalisées par la teneur en carbone (approchée par le $^{13}C^-$) en calculant le rapport de l'intensité du signal des différents ions pixel par pixel (après un lissage des valeurs sur 5 pixels) (Figure 5-23). Ainsi, la distribution des ions normalisés reflète la structure anatomique des caryopses. L'azote ($^{12}C^{15}N^-$) met en évidence les protéines. Le soufre ($^{32}S^-$), comme les autre oligo-éléments, est localisé dans les protéines (Lombi *et al.*, 2009, p. 198-199 ; Wu *et al.*, 2013, p. 1281). Dans l'endosperme (sous-aleurone et intérieur), en négatif de l'azote et du soufre, on distingue les grains d'amidon. En cours de formation, ils sont de petite taille dans les cellules sous-aleurone, tandis qu'ils sont bien formés et plus gros au cœur de l'endosperme. Ils y occupent plus de place, ce qui réduit la part de la matrice protéique (Tosi *et al.*, 2009, p. 987). L'amidon, en tant que glucide complexe, contient de l'oxygène, comme le souligne la concentration de $^{18}O^-$ dans l'endosperme du grain frais. Dans les cellules à aleurones, l'oxygène marque essentiellement les granules de phytates (Heard *et al.*, 2002). La forme annulaire de la distribution de l'oxygène est due à un artefact de l'effet matrice des analyses SIMS (Moore *et al.*, 2010, p. 440).

Le signal de l'arsenic ($^{75}As^-$) est très faible (annexe 4.1) et presque dans les limites de détection à cette échelle d'acquisition, à cause de la faible teneur dans le grain (environ 30,2 ppb pour le grain frais et 45,6 ppb pour le carbonisé, Tableau 5-5). On repère néanmoins une distribution différente de l'arsenic selon les zones : il est plus concentré dans l'endosperme que dans les cellules à aleurone du grain frais. Pour le grain carbonisé, la distribution est moins claire. Des pics d'intensité du rapport As/C sont visibles au niveau des granules de phytates, mais cela est dû à un artefact causé par le relief.

[11] Les images étudiées et présentées ici mesurent 45 µm de côté. Les acquisitions ont été réalisées sur des espaces de 48 µm.

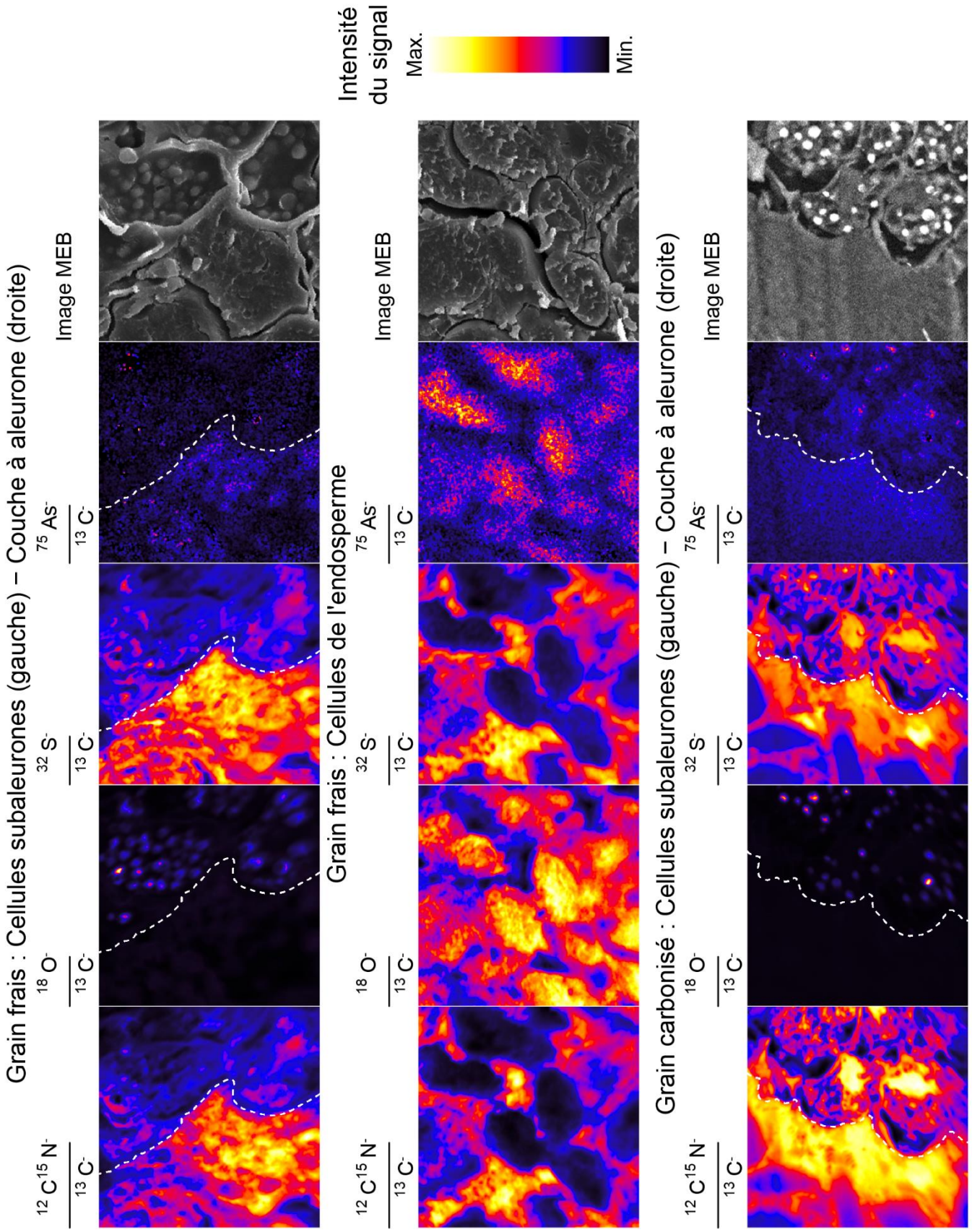

Figure 5-23 Carte des rapports élémentaires des deux grains d'orge vêtue.
Lissage : 5 pixels. Taille de raster : 45 µm.

CHAPITRE 6 : VALIDATIONS MÉTHODOLOGIQUES

6.1. Reproductibilité des mesures avec les données du programme ERC RurLand

Notre corpus de céréales archéologiques intègre des données inédites produites durant cette thèse, ainsi que les données publiées dans le cadre du projet RurLand (Aguilera *et al.*, 2018). Le protocole de prétraitement des échantillons a été adapté, en utilisant une attaque acide plus légère que celle réalisée par Aguilera *et al.* (HCl 0,5 M à 70 °C durant 1h contre HCl 1-6 M durant 24h à température ambiante, voir partie 4.1). Pour joindre ces corpus, nous avons testé la reproductibilité des résultats entre les deux méthodes. Pour cela, sept lots de céréales ont été rééchantillonnés et analysés avec l'attaque acide de plus faible concentration pour les comparer avec les valeurs déjà publiées. Il s'agit de lots d'épeautre (silo 4424, nb d'échantillons = 3) et d'orge (silo 3396, n=3) de Acy-Romance « La Warde », de blés nus (silo 103, n=3) et d'orge (silo 103, n=5) de Bailly « Le Merisier », d'amidonnier (ST 41069, n=5), de blés nus (ST 41069, n=5) de Mareuil-lès-Meaux « La Grange des Monts » et de blés nus (Bât 2, n=5) de Houdan « Les Brosses ». Les résultats des analyses sont résumés dans le Tableau 6-1.

La Figure 6-1 montre les teneurs relatives en azote et en carbone des échantillons communs à la thèse et à RurLand. L'orge de Acy-Romance « La Warde » présente un échantillon aux teneurs d'azote et de carbone aberrantes, mais qui donnent un rapport C/N dans la norme. Quatre lots (orge de Bailly « Le Merisier ouest », blés nus de Houdan « Les Brosses », amidonnier et blés nus de Mareil-lès-Meaux « La Grange des Monts ») ont des teneurs différentes entre les échantillons analysés dans le cadre de RurLand et ceux de la thèse (Tableau 6-1). Dans le cas des blés nus de Houdan, la différence est conséquente, tandis que pour les trois autres lots, les valeurs sont relativement proches, avec un certain recouvrement. Ainsi, les rapports atomiques C/N sont identiques pour tous les lots, sauf pour les blés nus d'Houdan (Figure 6-2), indiquant que les deux

prétraitements n'ont pas induit de distorsions entre les teneurs. Les différences de composition isotopique entre les échantillons sont détaillées en Figure 6-3. Tous les échantillons ont une composition isotopique en carbone identique (Tableau 6-1) et il en est de même pour la composition en azote de la majorité d'entre eux, sauf pour trois lots qui ont des valeurs de $\delta^{15}N$ statistiquement différentes : à Bailly « Le Merisier » (sur les blés nus), Houdan « Les Brosses » (blés nus) et Acy-Romance « La Warde » (épeautre).

Les lots qui ont des teneurs en carbone ou en azote statistiquement différentes selon les prétraitements chimiques ne sont pas forcément les mêmes que ceux qui ont des compositions isotopiques divergentes (Tableau 6-1). En outre, pour les lots de blés nus, d'orge et d'amidonnier de Bailly « Le Merisier » et de Mareuil-lès-Meaux « La Grange des Monts », les écarts sur les valeurs de $\delta^{15}N$ et les teneurs en carbone sont relativement faibles entre les deux analyses et pourraient être dus aux aléas de l'échantillonnage. Seuls les blés nus d'Houdan « Les Brosses » diffèrent selon tous les critères. Concernant l'épeautre d'Acy-Romance « La Warde », le contraste dans les valeurs de $\delta^{15}N$ est relativement important. Aucune explication n'a pu être avancée pour les variations de ces deux lots. Malgré les différences manifestes portant sur la plupart des variables, les échantillons de blés nus de Houdan « Les Brosses » sont issus d'une même concentration carpologique, probablement en position de dépôt primaire, et sont donc bien considérés comme un seul lot.

Malgré tout, la dispersion des échantillons, évaluée par l'écart-type des mesures des échantillons de la thèse et de RurLand prises ensembles (Tableau 6-1), n'est pas aberrante comparée à celle des autres lots du corpus. À titre d'exemples, les écarts-types des valeurs de $\delta^{15}N$ des lots de blés nus de Houdan (1,07‰) et d'épeautre d'Acy-Romance (0,96‰) se retrouvent parmi les six écarts-types les plus élevés, avec les lots d'orge de La Mézière « Les Lignes de la Gonzée » (1,08‰), d'amidonnier de Saint-Désir « Oppidum du Castellier » (1,01‰), d'amidonnier d'Eaucourt-sur-Somme « Les Monts Bergeron » (1,00‰) et d'un lot de blés nus d'Ymonville « Les Hyèbles » (0,82‰). Les mesures des échantillons communs à la thèse et RurLand ne sont donc pas plus dispersées que des lots archéologiques mesurés en une seule fois (voir partie 6.3).

Aucun biais systématique n'a été causé par les différences de protocole de prétraitement, comme le montraient Vaiglova *et al.* (2014b, p. 2502 et 2505) pour les attaques acides modérées et légères et Aguilera *et al.* (2018, p. 238) pour des acides de concentrations plus élevées. Nous n'appliquons alors pas de correction pour joindre les deux jeux de données et pouvons intégrer directement les échantillons de RurLand au corpus de la thèse.

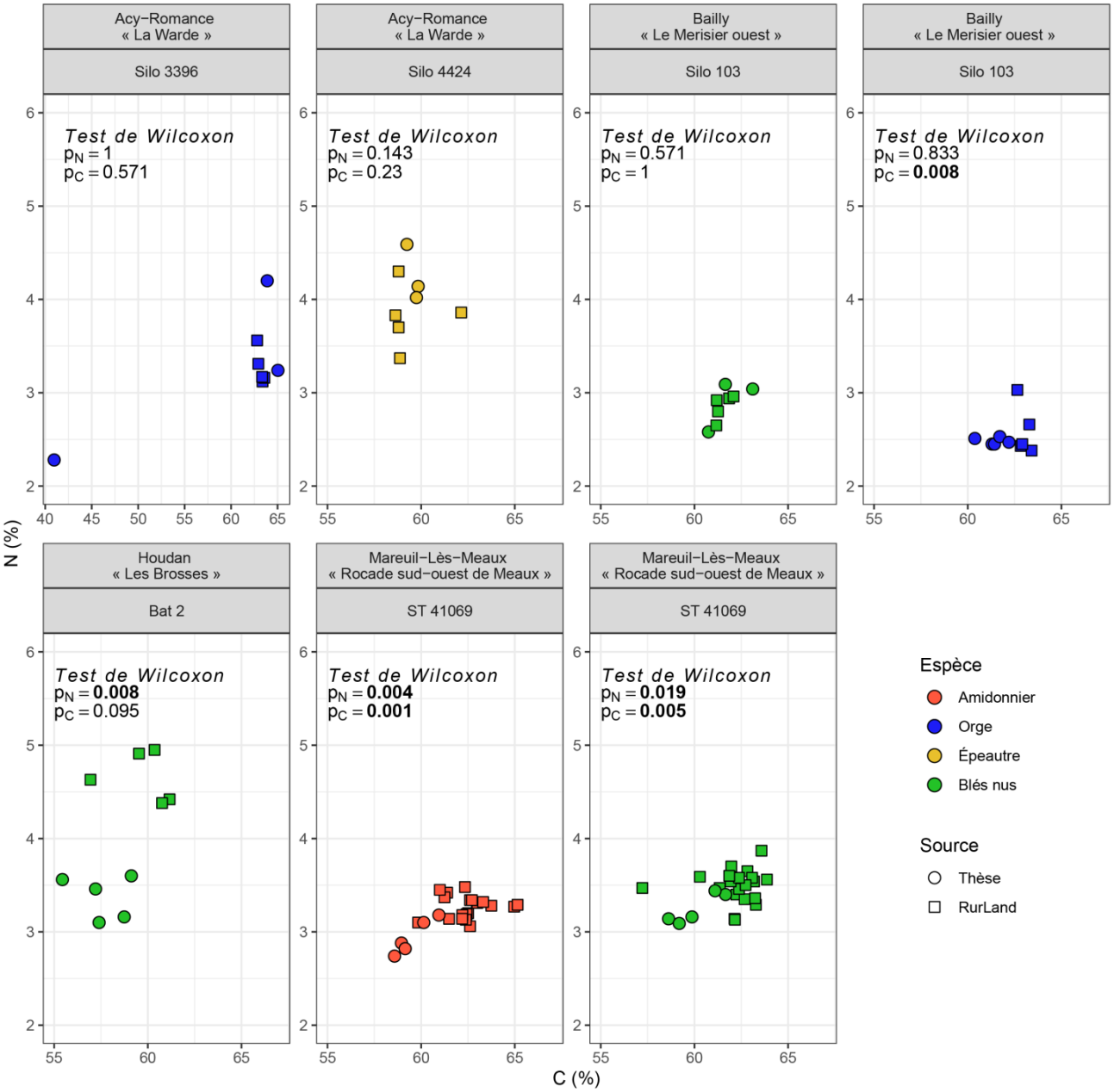

Figure 6-1 Teneur relative en carbone et en azote des échantillons communs à la thèse et à RurLand, groupés par lots. Chaque point représente un échantillon de dix grains archéologiques.

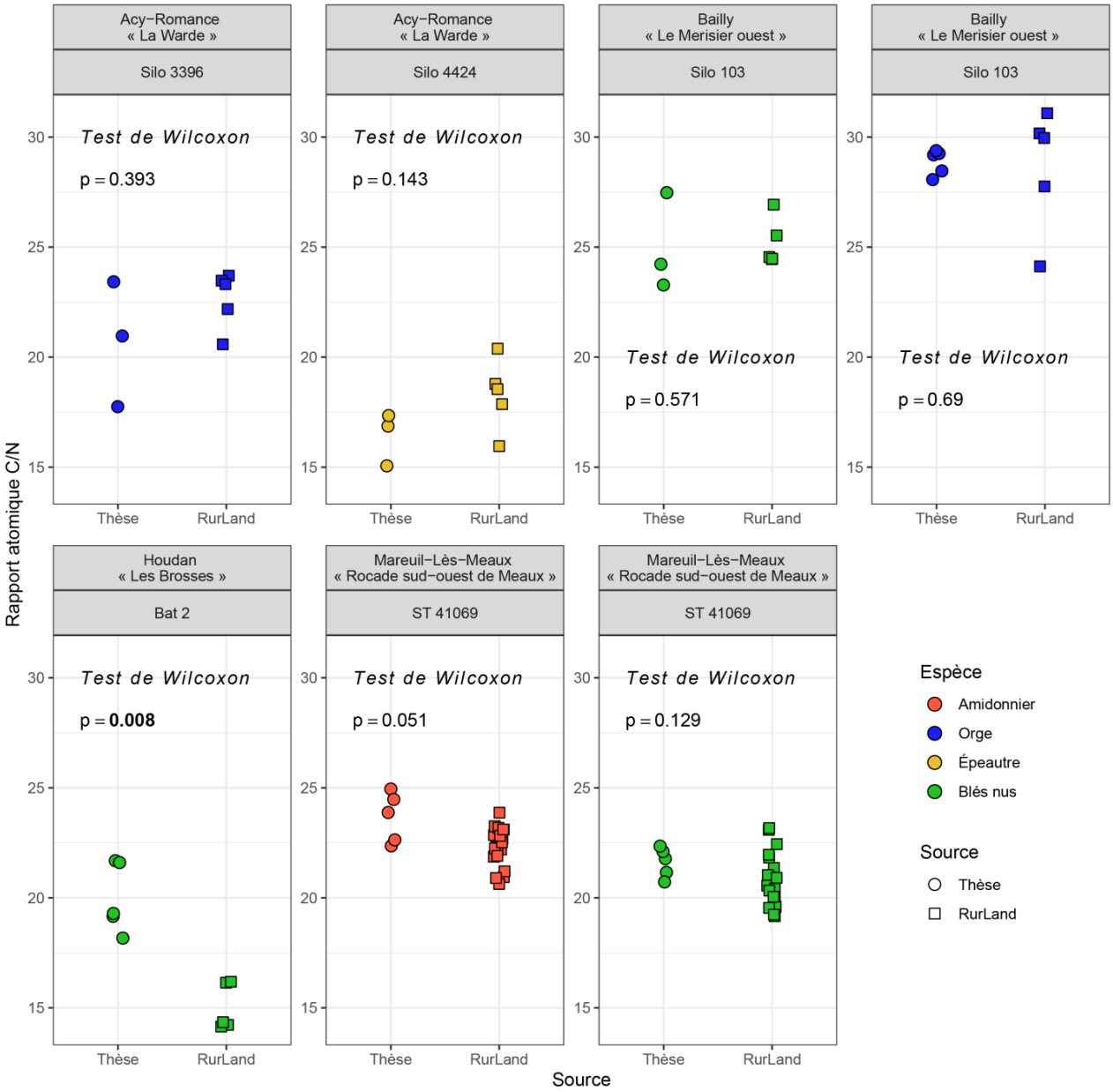

Figure 6-2 Rapport atomique C/N des échantillons communs à la thèse et à RurLand, groupés par lots. Chaque point représente un échantillon de dix grains archéologiques.

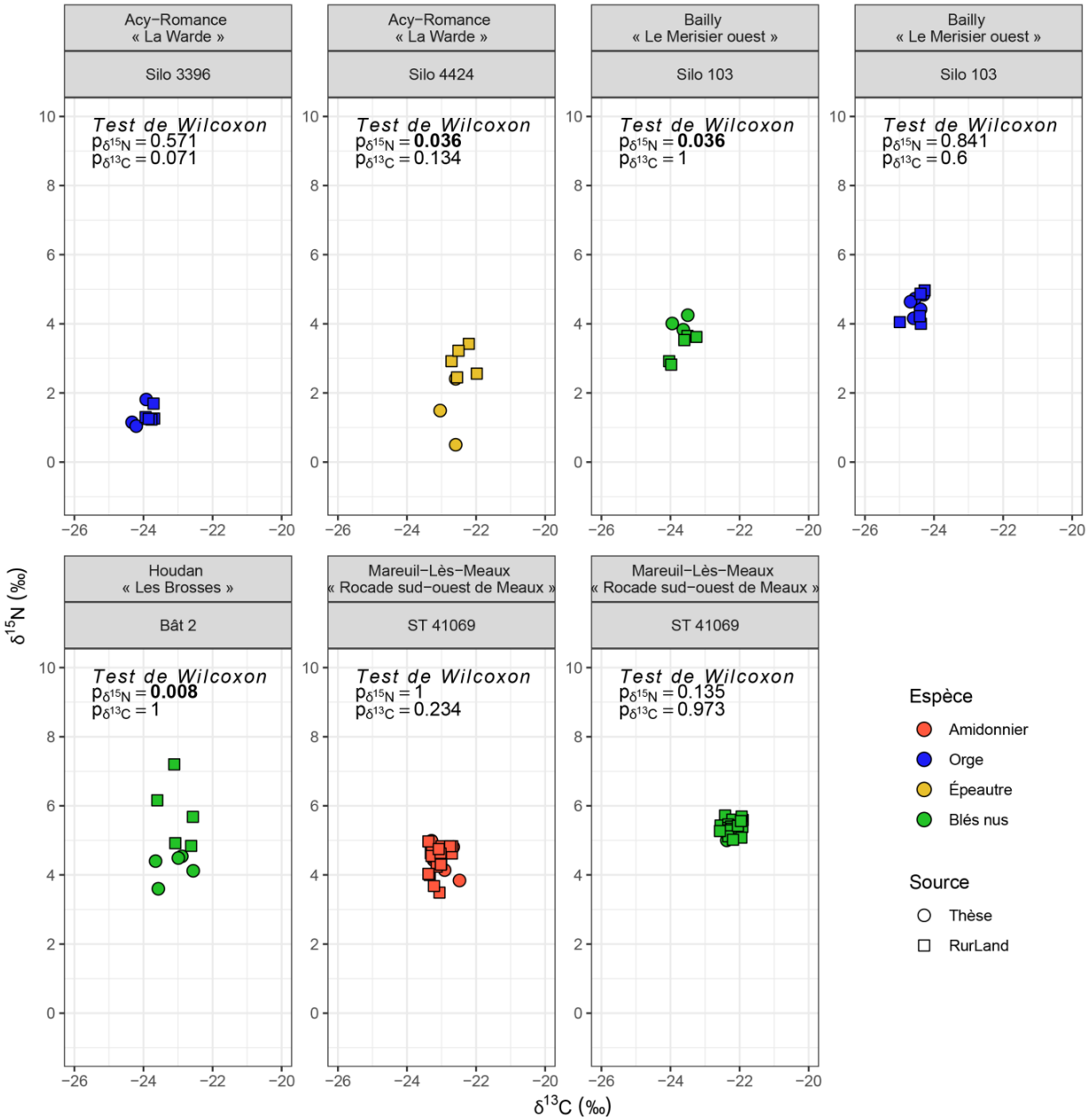

Figure 6-3 Composition isotopique en carbone et en azote des échantillons communs à la thèse et à RurLand, groupés par lots. Chaque point représente un échantillon de dix grains archéologiques.

Tableau 6-1 Comparaison des échantillons communs à la thèse et à RurLand.
Différence : différence entre les moyennes des deux sous-groupes ($\delta^{15}N_{RurLand}$-$\delta^{15}N_{Thèse}$).
Écart-type commun : dispersion des échantillons des deux sources confondues.
Les lignes en gras montrent les différences significatives selon le test de Wilcoxon.

Lot	Variable	Source des données		Différence	Écart-type commun	p du test de Wilcoxon	d de Cohen
		Thèse	RurLand				
Acy-Romance « La Warde » Silo 4424 Épeautre	$\delta^{15}N$ (‰)	1,33±0,42	1,35±0,19	1,45	0,96	0,036	1,9
	$\delta^{13}C$ (‰)	-24,15±0,21	-23,79±0,10	0,35	0,32	0,134	1,1
	N (%)	3,24±0,96	3,26±0,18	-0,44	0,38	0,143	1,2
	C (%)	56,63±13,58	63,21±0,33	-0,16	1,16	0,23	0,1
	C/N	20,71±2,84	22,65±1,30	1,88	1,68	0,143	1,1
Acy-Romance « La Warde » Silo 3396 Orge	$\delta^{15}N$ (‰)	1,47±0,96	2,91±0,42	0,01	0,27	0,571	0,03
	$\delta^{13}C$ (‰)	-22,74±0,26	-22,39±0,29	0,36	0,23	0,071	2,1
	N (%)	4,25±0,30	3,81±0,33	0,02	0,53	1	0,04
	C (%)	59,61±0,32	59,45±1,51	6,58	8,02	0,571	0,7
	C/N	16,42±1,20	18,3±1,61	1,94	2,07	0,393	0,9
Bailly « Merisier ouest » Silo 103 Blés nus	$\delta^{15}N$ (‰)	4,03±0,21	3,31±0,4	-0,72	0,5	0,036	1,8
	$\delta^{13}C$ (‰)	-23,69±0,23	-23,68±0,33	0,02	0,28	1	0,1
	N (%)	2,90±0,28	2,85±0,13	-0,05	0,18	0,571	0,2
	C (%)	61,84±1,19	61,51±0,43	-0,32	0,73	1	0,4
	C/N	24,99±2,2	25,18±1,08	0,19	1,43	0,571	0,1
Bailly « Le Merisier ouest » Silo 103 Orge	$\delta^{15}N$ (‰)	4,56±0,27	4,42±0,46	-0,14	0,36	0,841	0,3
	$\delta^{13}C$ (‰)	-24,50±0,15	-24,49±0,29	0,01	0,22	0,6	0,1
	N (%)	2,48±0,04	2,59±0,27	0,11	0,19	0,833	0,5
	C (%)	61,4±0,67	63,02±0,32	1,61	0,98	0,008	2,8
	C/N	28,87±0,58	28,62±2,79	-0,25	1,91	0,69	0,1
Houdan « Les Brosses » Bât 2 Blés nus	$\delta^{15}N$ (‰)	4,23±0,39	5,76±0,97	1,53	1,07	0,008	1,9
	$\delta^{13}C$ (‰)	-23,13±0,47	-23±0,42	0,14	0,42	1	0,3
	N (%)	3,38±0,23	4,66±0,27	1,28	0,72	0,008	4,6
	C (%)	57,58±1,45	59,75±1,68	2,17	1,87	0,095	1,2
	C/N	19,98±1,58	15,01±1,06	-4,97	2,91	0,008	3,3
Mareuil-Lès-Meaux « La Grange des Monts » ST 41069 Amidonnier	$\delta^{15}N$ (‰)	4,44±0,47	4,44±0,40	0,00	0,4	1	0,00
	$\delta^{13}C$ (‰)	-22,91±0,35	-23,1±0,21	-0,19	0,25	0,234	0,8
	N (%)	2,94±0,19	3,27±0,12	0,32	0,19	0,004	2,3
	C (%)	59,55±0,97	62,51±1,24	2,95	1,68	0,001	2,4
	C/N	23,66±1,13	22,35±0,88	-1,3	1,06	0,051	1,4
Mareuil-Lès-Meaux « La Grange des Monts » ST 41069 Blés nus	$\delta^{15}N$ (‰)	5,28±0,17	5,41±0,19	0,13	0,19	0,135	0,7
	$\delta^{13}C$ (‰)	-22,17±0,18	-22,22±0,23	-0,05	0,21	0,973	0,2
	N (%)	3,25±0,16	3,49±0,18	0,24	0,2	0,019	1,3
	C (%)	60,09±1,28	62,22±1,43	2,13	1,63	0,005	1,5
	C/N	21,62±0,67	20,86±1,17	-0,77	1,12	0,129	0,7

6.2. Des contrôles qualité difficiles à établir

6.2.1. Comparaison des échantillons archéologiques avec les grains actuels carbonisés expérimentalement

Pour les restes fauniques, la qualité de préservation du collagène est évaluée par les teneurs en azote et en carbone ainsi que par le rapport atomique carbone/azote (Ambrose, 1990 ; Guiry et Szpak, 2021). Ces critères sont aussi proposés pour les restes végétaux, même si les plages de valeurs garantissant la conservation des grains de céréales ne sont pas encore fixées (Fraser *et al.*, 2013a ; Styring *et al.*, 2013 ; Nitsch *et al.*, 2015).

Dans la Figure 6-4 et le Tableau 6-2, les teneurs en azote et en carbone, les rapports atomiques C/N et les compositions isotopiques en azote et en carbone des échantillons archéologiques sont comparés à ceux d'échantillons expérimentaux (Fraser *et al.*, 2013a ; Styring *et al.*, 2013 ; Nitsch *et al.*, 2015). Sur ces caractères, les grains archéologiques livrent globalement des étendues de variation comparables à celles des grains actuels (Figure 6-4-a). Trois groupes se détachent.

Dans le premier, quatre échantillons ont des teneurs en carbone extrêmes (supérieures à 75 %) et des teneurs en azote relativement hautes (supérieures à 4 %). Deux d'entre eux sont issus du même lot (blés nus de Paris « Sorbonne ») et les deux autres viennent de Ymonville « Les Hyèbles » (orge de la fosse F1071 et blés nus de la fosse F1001). Les rapports atomiques C/N des échantillons de Paris « Sorbonne » sont dans la norme (autour de 22, Figure 6-4-b) tandis que les échantillons de Ymonville « Les Hyèbles » ont des rapports C/N plutôt faibles (16,32 et 11,72).

Environ 25 échantillons ont des teneurs en carbone plutôt basses, proches des valeurs des grains actuels non carbonisés (teneurs en carbone autour de 40 %). Ils proviennent de dix sites archéologiques, localisés dans presque toutes les régions du corpus. Ces échantillons ont des rapports C/N proches de 22, comme la majorité des autres échantillons archéologiques. Pour certains, il s'agit du seul échantillon de son lot ayant des valeurs aussi basses. Pour l'épeautre de Bohain-en-Vermandois « Au-delà du Moulin Mayeux » (n=8), les blés nus de Gauville « Le Bout de la Rue du Bois » (n=5), les blés nus de Rennes « Beauregard-Quincé » (n=5) et l'orge du trou de poteau TP4014 de Saint-Quentin « La Potence » (n=2), il s'agit de l'ensemble des échantillons du lot.

Le troisième groupe de valeurs qui dénotent est caractérisé par des teneurs en azote supérieures à 7 %. Ces six échantillons proviennent d'un lot d'orge de Ymonville « Les Hyèbles »

(n=1) et d'un lot d'amidonnier de Mondeville « L'étoile II » (n=5). Lors de l'acquisition des données, ce dernier lot avait déjà été identifié comme manifestant des valeurs de %N hors normes et avait été réanalysé une deuxième fois pour confirmer sa teneur en azote. La réplication des mesures ayant donné approximativement les mêmes résultats montre que ces hautes valeurs ne sont pas dues à des problèmes durant la pesée ou l'analyse des échantillons. Les transformations post-dépositionnelles et le traitement de décontamination sont les origines probables de ces résultats et des études sur la diagénèse des grains devraient être menées plus avant pour identifier les potentielles sources de variation des teneurs en azote.

Le rapport C/N est peu sensible à la carbonisation (Fraser *et al.*, 2013a, p. 7 ; Styring *et al.*, 2013, p. 4778 ; Nitsch *et al.*, 2015, p. 6), ce qui en fait un critère robuste pour l'étude des céréales archéologiques dont on ne connait pas les conditions de combustion (température, durée, confinement). Les rapports C/N des céréales archéologiques sont, dans leur globalité, similaires à ceux des céréales actuelles carbonisées (test de Student : t=-0,18, ddl=111,72, p=0,85). Les lots d'orge de Ymonville « Les Hyèbles » et d'amidonnier de Mondeville « L'étoile II », par leur haute teneur en azote, présentent les rapports C/N les plus faibles des échantillons archéologiques (Figure 6-4-b, valeurs inférieures à 13-14). Un troisième lot, l'amidonnier de Prasville « Les Grandes Canettes », a un rapport C/N plutôt faible (13,41±1,24). Ce site est localisé à proximité (2 km) de Ymonville « Les Hyèbles ». Cependant, la proximité géographique n'explique pas la similarité des valeurs du rapport C/N, car les autres lots de ces sites et de ce secteur ont des valeurs plus élevées (de 14,6 à 27,9), se situant dans la moyenne des autres céréales archéologiques. Il en est de même pour les autres lots des sites de Mondeville. Les structures dans lesquelles ces trois lots ont été mis au jour n'ont pas livré d'autres céréales, il est donc difficile de savoir si celles-ci offrent des conservations différentielles au sein d'un même site ou si les variations des rapports C/N ne sont pas liées aux contextes de découverte.

La grande majorité des échantillons ont des valeurs peu dispersées au sein de leur lot (voir partie 6.3). Cela explique que les valeurs extrêmes présentées ci-dessus se rapportent la plupart du temps aux mêmes lots.

Le rapport C/N montre des variations entre espèces (Figure 6-5). L'utilisation d'un test t de Student pour la comparaison par paires (avec correction de Holm) confirme les différences entre les différentes céréales (amidonnier, blés nus, épeautre et orge, Tableau 6-3), sauf entre l'épeautre et les blés nus. Dans le corpus expérimental carbonisé, les blés nus ont des rapports C/N supérieurs à l'orge, à l'inverse des céréales archéologiques. Ces variations sont de faible amplitude et n'ont pas encore été expliquées.

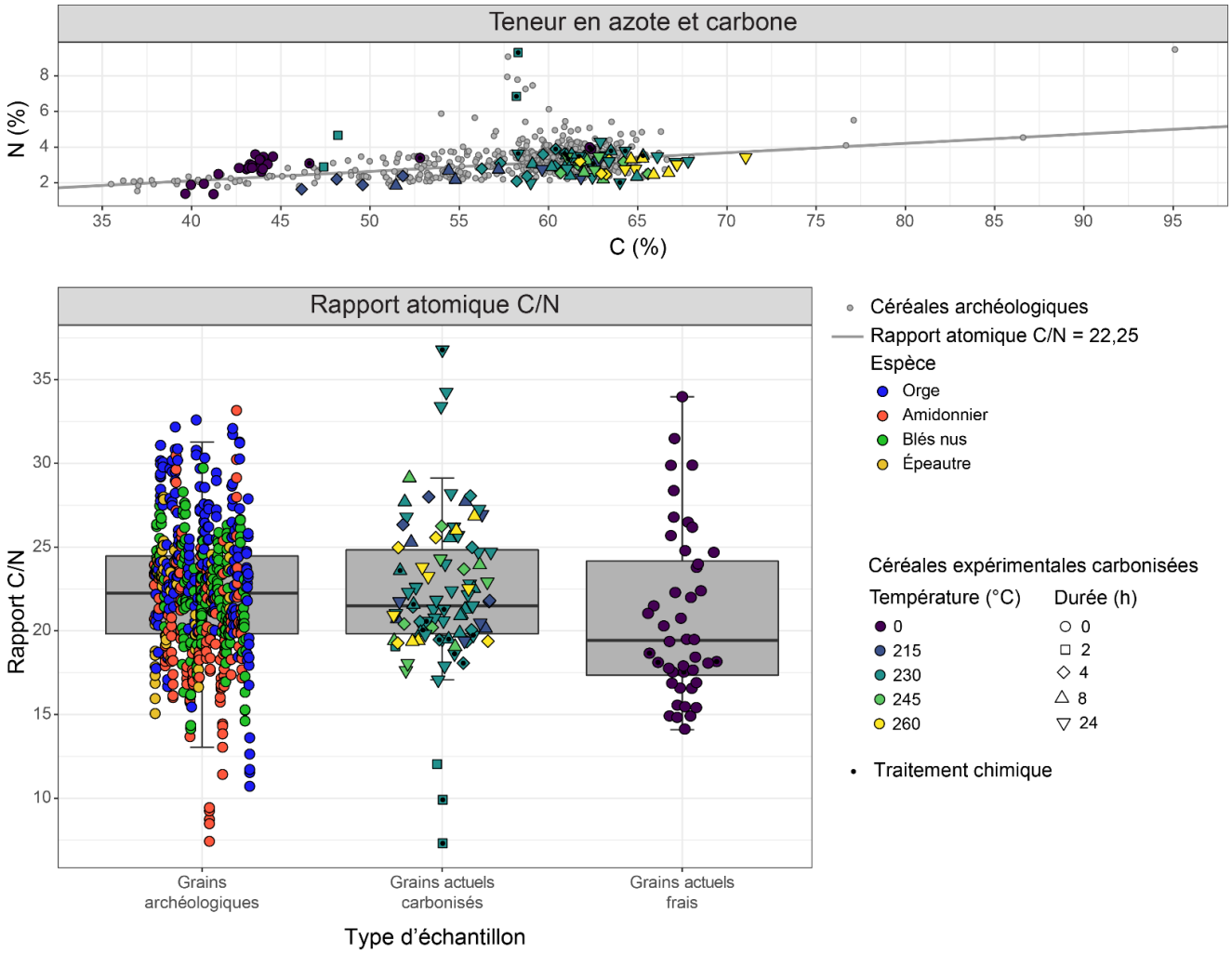

Figure 6-4 Teneur en carbone et azote des grains archéologiques (ronds gris, n=649) et des grains actuels frais et carbonisés (symboles colorés, n=101) (haut) et rapport atomique C/N des grains archéologiques (gauche, n=649) et des grains actuels carbonisés (centre, n=91) et frais (droite, n=44) (bas). La droite grise (haut) représente le rapport atomique C/N=22,25, valeur médiane des échantillons archéologiques. Les données expérimentales sont issues de Fraser *et al.* (2013a), Nitsch *et al.* (2015), de Styring *et al.* (2013) et de l'archéosite « Coriobona, village gaulois ».

Tableau 6-2 Résumé des teneurs en azote et carbone et du rapport C/N des céréales archéologiques et expérimentales : Moyenne ± 1 écart-type [Minimum ; Maximum] (nb d'échantillons). Les données expérimentales sont issues de Fraser *et al.* (2013a), Nitsch *et al.* (2015) et de Styring *et al.* (2013).

Variable	Grains archéologiques	Grains actuels carbonisés	Grains actuels frais
N (%)	3,22±0,82 [1,54 ; 9,47] (n=649)	3,11±0,96 [1,65 ; 9,30] (n=97)	2,01±0,72 [1,10 ; 4,00] (n=32)
C (%)	59,03±5,99 [35,49 ; 95,10] (n=649)	61,33±4,52 [46,17 ; 71,05] (n=93)	42,83±6,16 [38,30 ; 62,40] (n=28)
Rapport C/N	22,18±3,94 [7,43 ; 33,17] (n=649)	22,27±4,35 [7,31 ; 36,78] (n=91)	23,76±4,45 [17,54 ; 34,00] (n=26)

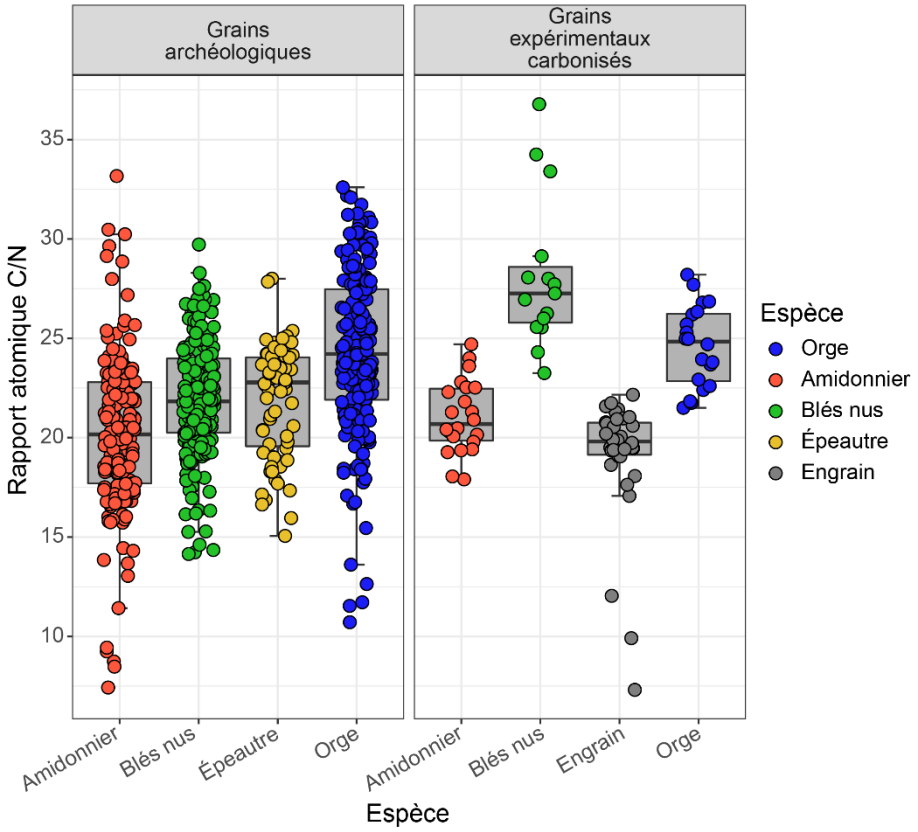

Figure 6-5 Rapport atomique C/N des grains archéologiques (Amidonnier, n=184 ; Blés nus, n=198 ; Épeautre, n=67 ; Orge, n=200) et des grains actuels carbonisés expérimentalement (Amidonnier, n=29 ; Blés nus, n=23 ; Engrain, n=36 ; Orge, n=28), groupés par espèce. Les données expérimentales sont issues de Fraser *et al.* (2013a), Nitsch *et al.* (2015) et de Styring *et al.* (2013).

Tableau 6-3 Résultat (valeur p) du test t de Student par comparaison par paire du rapport atomique C/N des espèces de céréales archéologiques (correction de Holm). Les valeurs p en gras sont inférieures au seuil de 0,05.

	Amidonnier	**Blés nus**	**Épeautre**
Blés nus	**0,000**		
Épeautre	**0,003**	0,802	
Orge	**0,000**	**0,00**	**0,000**

6.2.2. État visuel de préservation des grains

Comme ont pu le faire Gron *et al.* (2017), nous avons testé si l'état visuel de conservation des grains avait une influence sur les teneurs en carbone et azote et le rapport C/N. Les grains que nous avons sélectionnés pour la thèse[12] ne sont pas déformés par la carbonisation, mais leur état de préservation découle de phénomènes d'abrasion, survenus lors de la mise en place de la couche archéologique ou lors de la fouille et du tamisage des prélèvements archéobotaniques. Les échantillons de céréales sont décrits par trois classes de préservation des grains qui les composent (Figure 6-6) : bon état (tout au plus, présence de légères abrasions, n=278), état moyen (grains légèrement fragmentés ou poreux, n=267) et mauvais état (surfaces très abimées, n=23), qui correspondent approximativement aux classes P1-2, P3 et P4 de Hubbard et al Azm (1990). Nous avons aussi décrit les grains selon un deuxième critère de préservation, la présence de concrétions minérales avant le nettoyage manuel et le prétraitement chimique : absence de traces minérales (n=259), fine pellicule minérale (n=161), légères concrétions (n=90) et concrétions importantes (n=58). Les résultats des analyses selon l'état de préservation de la surface sont présentés sur la Figure 6-7 et selon la présence de matrice sédimentaire avant nettoyage sur la Figure 6-8.

[12] Ici ne sont pas pris en compte les échantillons de RurLand, dont l'état de préservation n'a pas été décrit. Les lots de céréales étudiés dans le cadre de RurLand qui ont été rééchantillonnés pour la thèse (voir partie 6.1) ont pu être décrits à ce moment-là et sont donc intégrés dans la réflexion.

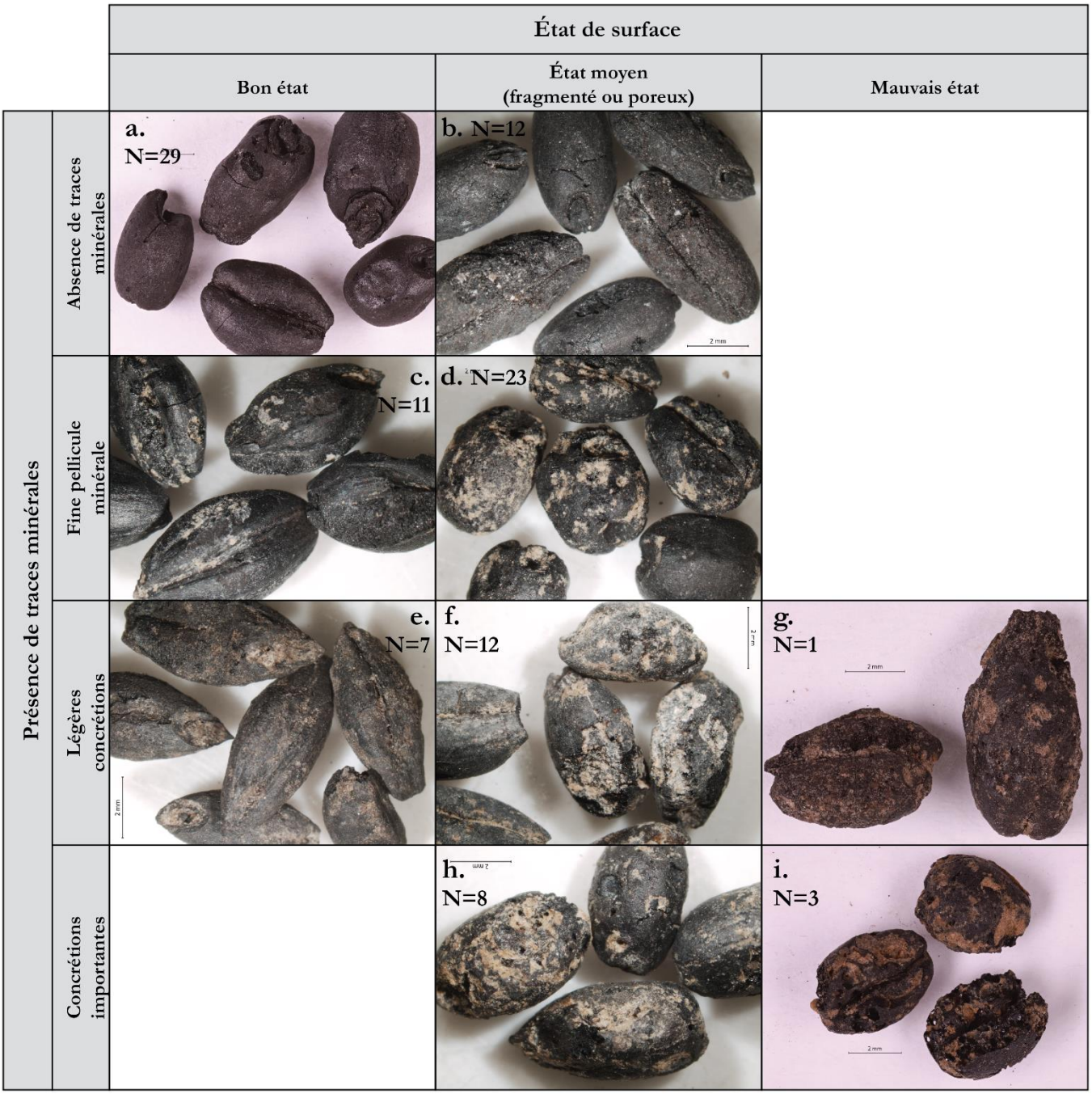

Figure 6-6 Exemples de grains de céréales échantillonnés, par état visuel de préservation. Les états non illustrés n'ont pas été rencontré dans le corpus. N : nombre de lots concernés.
a. blés nus de Meaux « Rue St Faron » (ST 2518),
b. épeautre de Acy-Romance « La Warde » (Silo 4524),
c. orge vêtue de Gonesse « ZAC des Tulipes Nord » (ST 239),
d. blés nus de Gonesse « ZAC des Tulipes Nord » (ST 288),
e. orge vêtue de Mosles « La Pièce du Pressoir » (ST 61),
f. amidonnier de Isneauville « La Plaine de la Ronce » (ST A 215),
g. épeautre de Bohain-en-Vermandois « Au-delà du Moulin Mayeux » (ST 92),
h. amidonnier de Saint-Désir « Oppidum du Castellier » (ST 5)
i. blés nus de Mitry-Mory « La Villette aux Aulnes Est » (ST 3081)

Les échantillons dont la surface est mal conservée (« mauvais état ») ont des teneurs en azote et en carbone plus faibles que les grains mieux préservés (« état moyen » et « bon état »), entrainant de rapports C/N plus élevés (Figure 6-7). Les grains étant encore enveloppés dans des concrétions minérales importantes après le tamisage ont aussi des teneurs en azote et carbone relativement plus faibles que les céréales avec moins de résidus sédimentaires (Figure 6-8). Cependant, le rapport C/N n'est que peu affecté. Les minéraux subsistant après le traitement de décarbonatation à l'acide chlorhydrique sont silicatés et n'altèrent pas les rapports élémentaires de la matière organique.

Parmi les grains dont la surface est en mauvais état, trois lots de céréales présentaient des concrétions importantes : l'épeautre de Bohain-en-Vermandois « Au-delà du Moulin Mayeux » (n=8), les blés nus de Rennes « Beauregard-Quincé » (n=5) et les blés nus de Mitry-Mory « La Villette aux Aulnes Est » (n=5). Lorsqu'on exclut ces trois lots, les céréales avec des concrétions importantes sont en moyenne plus proches des autres céréales. Le quatrième lot en mauvais état, l'orge de Torvilliers « Le Petit Désert » (n=5), ne présentait que de légères concrétions, ce qui pourrait expliquer sa teneur en carbone plus élevée que celle des trois autres lots. L'état visuel des grains ne permet pas d'expliquer les hautes teneurs en azote et en carbone, décrites précédemment (voir partie 6.2.1). Gron *et al.* (2017) avaient des grains répartis dans les classes de préservation P2 et P3 (Hubbard et al Azm, 1990) et n'avaient pas trouvé de différences remarquables entre ces deux groupes. Avec notre corpus plus conséquent, nous trouvons là aussi que les variations entre les différents états de préservation des grains sont négligeables. Le rapport C/N moyen des céréales dont la surface est la plus abimée (« mauvais état » - P4) est légèrement plus élevé que les grains mieux conservés, mais s'applique à un faible nombre d'échantillons, qui n'ont pas donné de valeurs aberrantes.

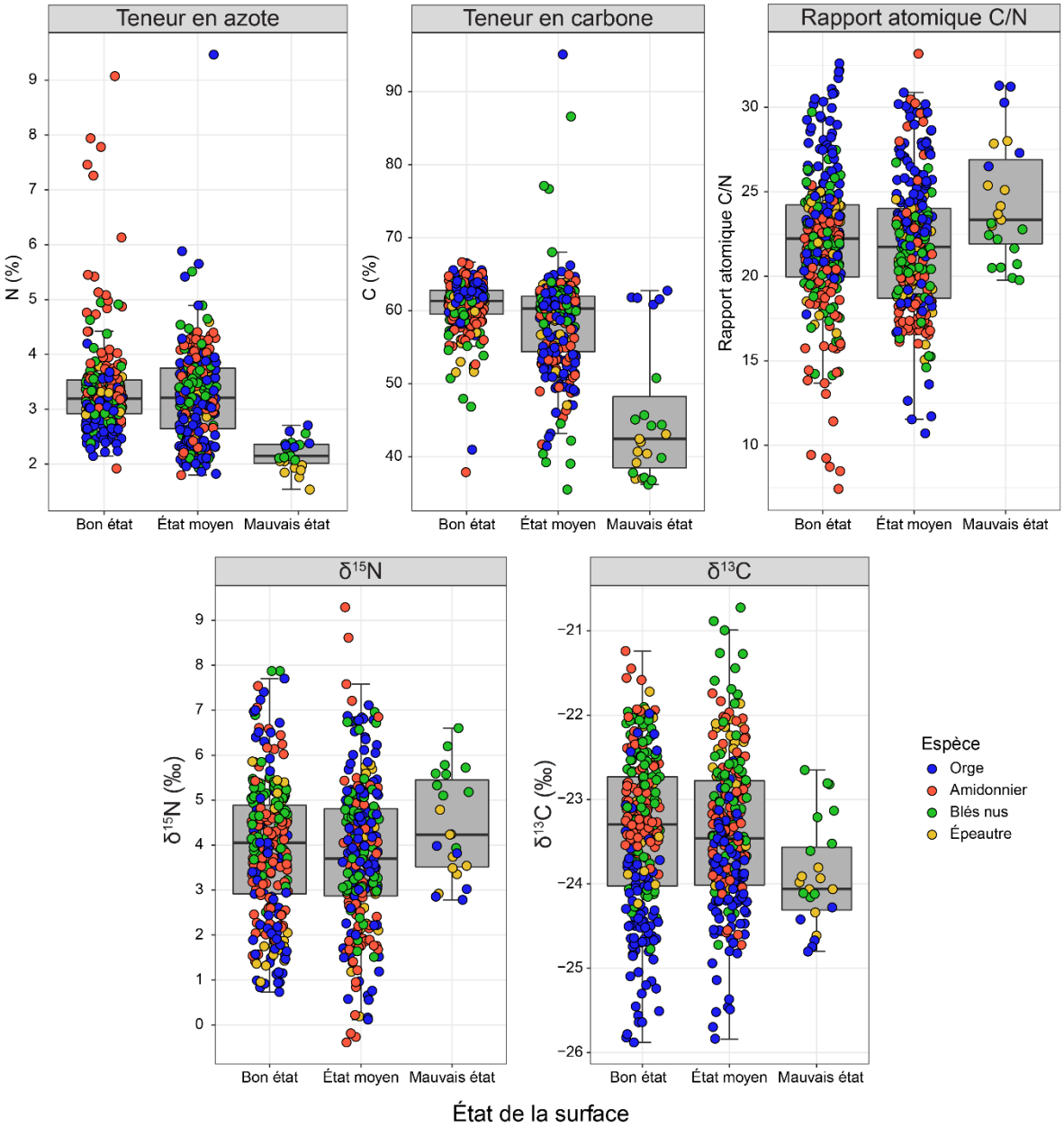

Figure 6-7 Teneurs et composition isotopiques des échantillons archéologiques selon l'état de préservation de la surface des grains (Bon état, n=278 ; État moyen, n=267 ; Mauvais état, n=23).

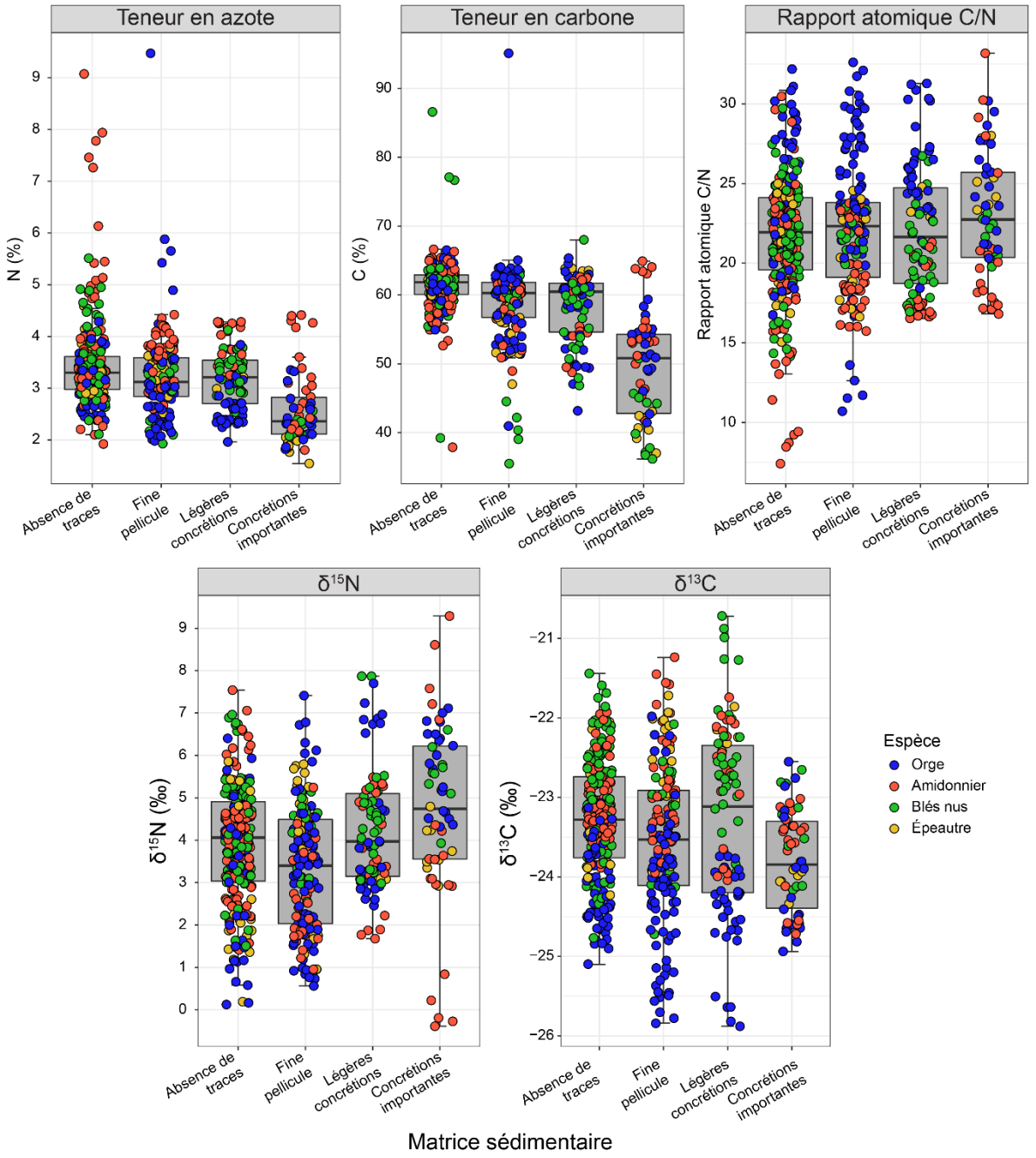

Figure 6-8 Teneurs et composition isotopiques des échantillons archéologiques selon la présence de résidus sédimentaires sur les grains (Absence de traces, n=259 ; Fine pellicule, n=161 ; Légères concrétions, n=90 ; Concrétions importantes, n=58).

Par ailleurs, à titre informatif, nous avons testé deux autres facteurs pour visualiser les variations. Le type de dépôt archéologique (assemblage carpologique détritique, résidus de stock ou dépôt primaire de récoltes) n'affecte pas les variables mesurées. La nature des sédiments présents sur le site archéologique pourrait jouer un rôle sur la composition des grains, avec par exemple les sédiments carbonatés qui pourraient influencer la teneur en carbone ou les valeurs de

$\delta^{13}C$, malgré les prétraitements de décontamination. Notre corpus est trop déséquilibré pour étudier ce critère géologique, dans la mesure où la quasi-totalité de nos sites étant localisés dans des régions calcaires et une poignée seulement sur des socles siliceux. Il semblerait à première vue que le substrat ne soit pas un facteur de variation pertinent, car l'amplitude des variations entre les régions calcaires est du même ordre de grandeur que celles entre les régions siliceuses et les calcaires (Figure 6-9). Une analyse à l'échelle de la pédologie de chaque site serait nécessaire pour aller plus loin dans cette réflexion.

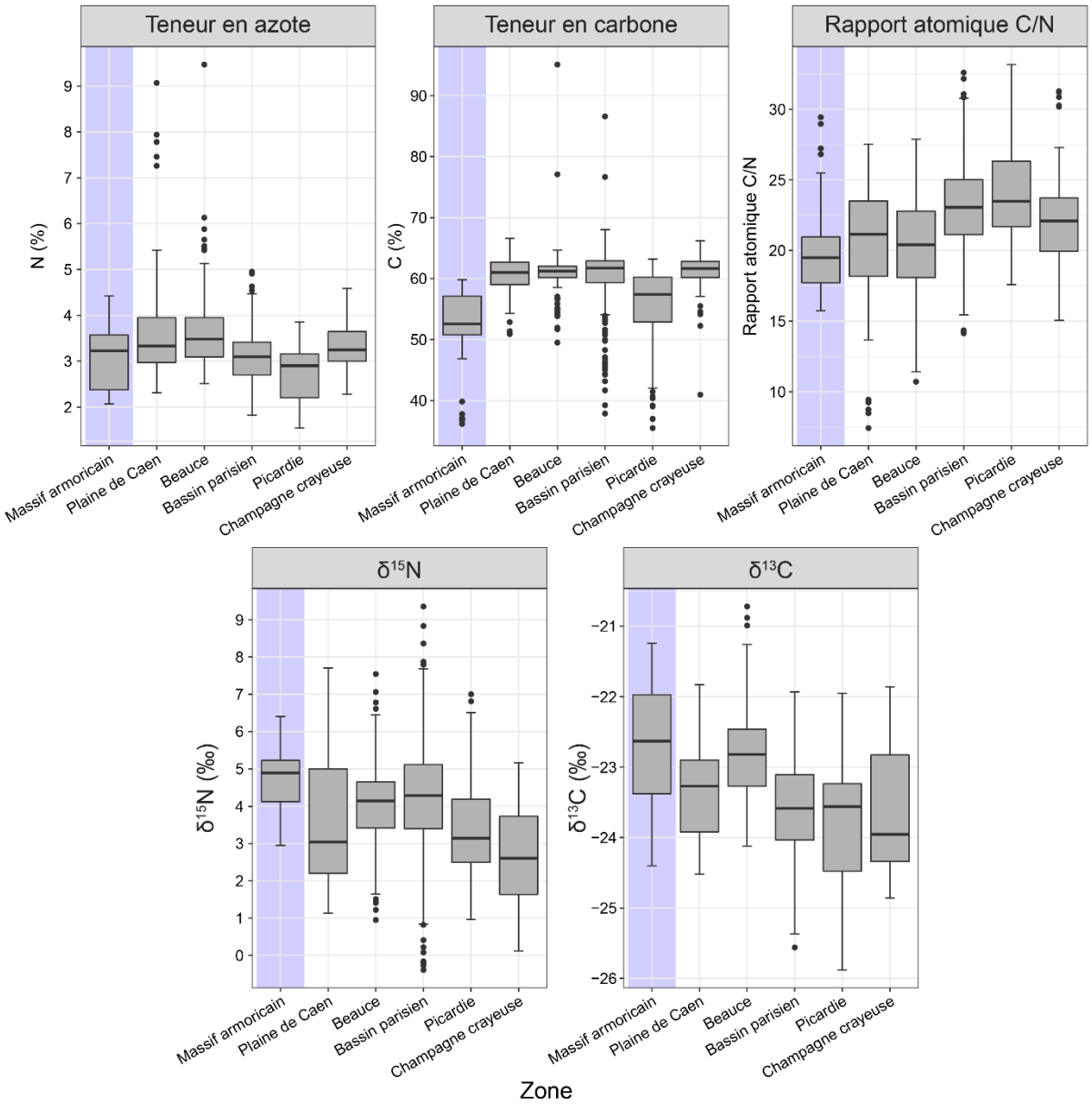

Figure 6-9 Teneurs et composition isotopiques des échantillons archéologiques selon la zone (Massif armoricain, n=34 ; Plaine de Caen, n=61 ; Beauce, n=121 ; Bassin parisien, n=244 ; Picardie, n=78 ; Champagne crayeuse, n=76). Le Massif armoricain (bande bleue) est une région siliceuse. Les autres zones sont sur socle calcaire.

6.2.3. Synthèse sur les critères de contrôle de la qualité des résultats

Les teneurs en carbone supérieures à 70-75 % peuvent être considérées comme aberrantes, mais les rapports C/N de ces échantillons ne sont pas particulièrement hors-normes. Les quelques échantillons dont les surfaces des grains sont les moins bien préservées se démarquent des autres avec des rapports C/N en moyenne plus élevés (Figure 6-7). Les échantillons pauvres en carbone (teneur inférieure à 42-45 %) correspondent pour la plupart aux grains les moins bien préservés. Toutefois, ce critère visuel de conservation des grains ne permet pas de prendre en compte toutes les faibles teneurs en carbone. Les hautes teneurs en azote entrainant des rapports C/N faibles, sont plus difficiles à appréhender. Elles se rapportent aux grains les mieux préservés visuellement et ont aussi été mesurées dans quelques échantillons actuels. Les lots concernés sont les seuls de leur site, les autres lots étant dans la norme. Cela tendrait à indiquer que les faibles rapports C/N sont soit dus à des conservations différentielles au sein d'un même site, soit à des raisons autres que celles liées à l'enfouissement. Le nombre d'échantillons concernés est limité : 14 échantillons ont un rapport C/N inférieur à 14, soit 2 % du corpus archéologique (Figure 6-10).

Des études plus poussées sur la diagénèse des céréales seront nécessaires pour comprendre ces faibles rapports C/N et déterminer s'il s'agit d'un critère d'exclusion pour des grains contaminés par un apport d'azote exogène (par exemple : contaminations avant enfouissement des restes carbonisés, ou contaminations post-fouilles).

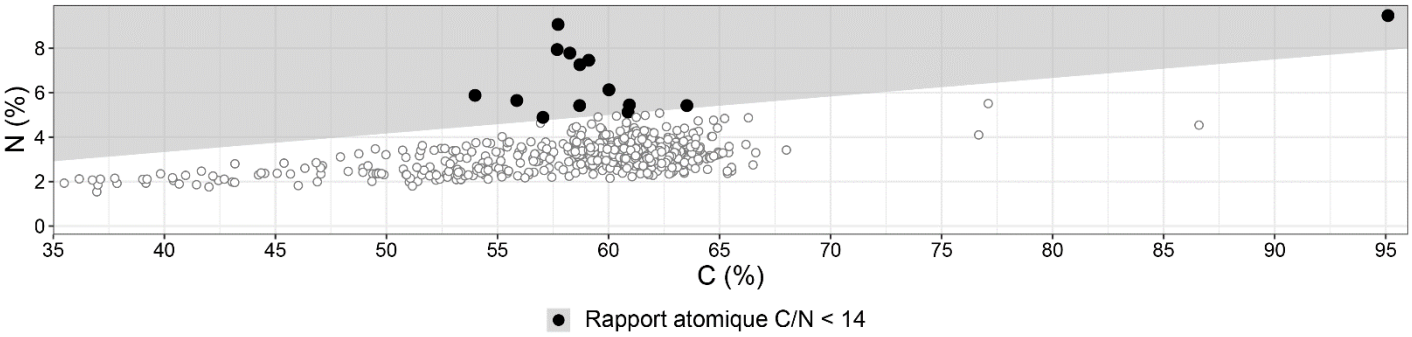

Figure 6-10 Teneur en azote et carbone des échantillons archéologiques (n=649). Les points noirs (n=14) ont un rapport atomique C/N inférieur à 14 (zone grise).

6.3. Dispersion des valeurs des lots archéologiques et expérimentaux

Afin de vérifier l'homogénéité des lots de céréales archéologiques, nous les comparons à l'aide d'un indicateur de dispersion (écart-type) aux céréales expérimentales provenant d'une même

récolte et dont l'uniformité des conditions de croissance est assurée. Les échantillons de l'archéosite « Coriobona, village gaulois » et des expérimentations de Jordanie réalisées par Flohr *et al.* (2019) sont constitués d'un mélange de dix grains, de la même façon que les échantillons archéologiques. Les échantillons jordaniens sont issus d'un environnement aride, où différentes conditions d'irrigation ont été testées. La troisième expérimentation utilisée est la culture réalisée en Suède à la « Sveriges lantbruksuniversitet (Swedish University of Agricultural Sciences) » à Borgeby (Larsson *et al.*, 2019). Dans cette étude, les grains ont été analysés un par un. Pour nous placer dans une configuration comparable aux échantillons de la thèse, nous les avons regroupés aléatoirement afin de mesurer la moyenne des valeurs de dix grains. Nous avons ainsi obtenu deux lots de dix grains par condition expérimentale (fertilisation au lisier et condition témoin) à partir de 23 et 24 échantillons-grains par parcelle. Les échantillons archéologiques sont comparés à des céréales actuelles non carbonisées, car à ce jour, il n'existe pas de corpus de grains permettant de mesurer les dispersions intra-parcelles post-carbonisation. Parmi les données des grains carbonisés utilisées dans la partie précédente (voir partie 6.2), il semble que les échantillons soient composés de grains issus de différentes parcelles. Leurs conditions de croissance ne sont donc potentiellement pas homogènes et ces échantillons ne peuvent pas être utilisés dans cette partie.

La Figure 6-11 représente les écarts-types des lots de céréales. Pour les céréales archéologiques, chaque point figure l'écart-type des lots de plusieurs échantillons (en majorité cinq échantillons) de dix grains du corpus de la thèse. Les trois points de Coriobona correspondent à l'écart-type des six échantillons de dix grains par parcelle (voir partie 7.1). Les deux points de Suède valent l'écart-type de deux échantillons de dix grains tirés aléatoirement de l'étude de Larsson *et al.* (2019). Les points de Jordanie sont l'écart-type de trois échantillons de dix grains publiés par Flohr *et al.* (2019, p. 5).

Les lots de céréales archéologiques ont des écarts-types des teneurs en azote et en carbone plus dispersés que les céréales actuelles fraiches. La carbonisation et les transformations post-dépositionnelles subies par les grains archéologiques ont pu causer des variations dans leur composition, rendant les variables mesurées plus hétérogènes, sans modifier le rapport C/N dont la dispersion est similaire à celle des lots actuels. Actuellement, aucune étude sur la variabilité des mesures intra-parcelle post-carbonisation n'a été conduite pour vérifier cette hypothèse. Les valeurs de $\delta^{15}N$ des céréales archéologiques semblent plus dispersées que celles des échantillons actuels, bien que ces derniers soient peu nombreux et n'offrent sûrement pas toute l'étendue de valeurs possibles. La forte dispersion de certains lots archéologiques pourrait être causée par l'agrégation de céréales ayant poussé dans des conditions différentes, c'est-à-dire qu'un lot pourrait combiner des grains de différentes récoltes. La faible dispersion des valeurs de $\delta^{13}C$, similaire à celle de grains

actuels, s'accorde avec l'hypothèse de diversité d'origines, car elle pourrait manifester l'homogénéité des conditions atmosphériques au sein d'un même territoire exploité par une ferme.

Parmi les lots aux valeurs les plus dispersées (Tableau 6-4), la plupart ont des écarts-types élevés pour une seule variable : tout comme aucune corrélation entre les teneurs et les compositions isotopiques n'a été révélée, les écarts-types des teneurs en azote ou en carbone et ceux des valeurs de $\delta^{15}N$ ou de $\delta^{13}C$ ne sont pas non plus liés. On y retrouve des lots qui sont l'agrégation d'échantillons ayant subi deux types de prétraitement chimique (voir partie 6.1) : le lot d'épeautre d'Acy-Romance « La Warde » et les lots de blés nus et d'orge du bâtiment 2 de Houdan « Les Brosses ». Les lots les plus dispersés, peu importe la variable considérée, ne sont pas moins bien conservés visuellement que les moins dispersés, selon les critères de la partie 6.2.2. Cette discordance entre dispersion des teneurs, dispersion des compositions isotopiques et état de conservation souligne les difficultés pour établir des critères de validité des résultats isotopiques.

Il serait intéressant de mener de nouvelles études expérimentales afin de mieux caractériser la variation intra-parcelle. De nouvelles expérimentations sur l'effet de la carbonisation et des transformations post-dépositionnelles sur la dispersion des valeurs d'un même ensemble de grains devront être menées. Une autre stratégie d'échantillonnage aurait pu être mise en place, en analysant les grains un par un et non par dix (Larsson *et al.*, 2019). La distribution des valeurs pourrait alors être plus parlante que les échantillons multi-grains homogénéisés.

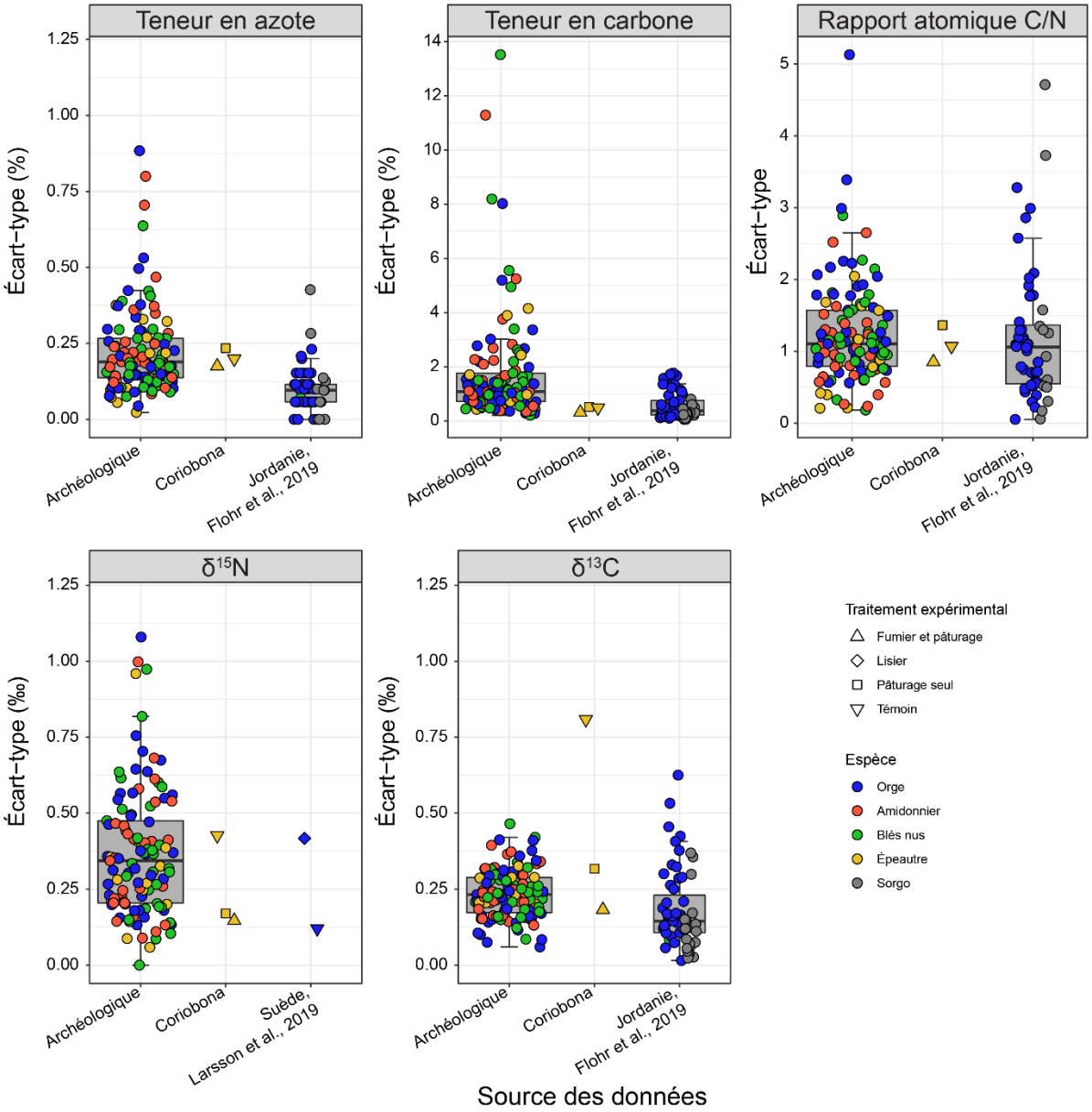

Figure 6-11 Dispersion des teneurs en azote et en carbone, du rapport atomique C/N, de valeurs de $\delta^{15}N$ et de $\delta^{13}C$, mesurée par l'écart-type des lots de céréales archéologiques (à gauche, N=113) et expérimentales (au centre et à droite, N=68).

Tableau 6-4 Liste des lots de céréales archéologiques ayant des valeurs d'écart-type extrêmes d'après la Figure 6-11.

Lots	N (sd>0,6 %)	C (sd>8 %)	Ratio C/N (sd>2,7)	$\delta^{15}N$ (sd>0,85 ‰)
Acy-Romance « La Warde », Silo 4524, Épeautre (n=8)				●
Acy-Romance « La Warde », Silo 3396, Orge (n=8)		●		
Chambly « La Marnière », ST 2, Amidonnier (n=5)	●	●		
Cuperly « La Perte », ST 386, Orge (n=5)			●	
Eaucourt-Sur-Somme « Les Monts Bergeron », ST 282, Amidonnier (n=5)				●
Épiais-Lès-Louvres « La Grande Fosse », 30 BC - 30 AD, Blés nus (n=5)		●	●	
Houdan « Les Brosses », Bât 2, Blés nus (n=10)	●		●	●
Houdan « Les Brosses », Bât 2, Orge (n=2)	●		●	
La Mézière « Lignes de la Gonzée », SD 5260, Orge (n=5)				●
Mondeville « L'étoile II, Site III », ST 282, Amidonnier (n=5)	●			
Paris « Sorbonne », ST 1102-19, Blés nus (n=5)	●	●		
Saint-Désir « Le Castellier », ST 5, Amidonnier (n=5)				●
Saint-Désir « Le Castellier », ST 5, Orge (n=5)			●	
Saint-Quentin « Le Bois de Cambronne », ST 402, Amidonnier (n=5)			●	
Tagnon « La Fricassée », ST 23, Orge (n=5)			●	
Ymonville « Les Hyèbles », F 1071, Orge (n=5)	●	●		

CHAPITRE 7 : PRATIQUES DE FERTILISATION ANCIENNES : SIGNAL BIOGÉOCHIMIQUE ET GRADIENT D'INTENSITÉ

7.1. Effet du pâturage du bétail sur la composition isotopique des céréales

À ce jour, seules des études sur l'effet de l'épandage de fumier d'étable et de lisier sur la composition isotopique en azote des céréales ont été publiées (dont les principales sont : Fraser *et al.*, 2011 ; Larsson *et al.*, 2019). Nous avons voulu vérifier l'amplitude de l'effet des déjections du bétail parqué sur des parcelles cultivées en rotation, en mettant en place des culture expérimentales à l'archéosite « Coriobona, village gaulois » à Esse (Charente).

Les comparaisons par paires réalisées avec le test de Wilcoxon (Figure 7-1) montrent que les lots de grains sont bien différenciés d'une parcelle à l'autre, pour les rapports isotopiques en azote et en carbone. La fertilisation au fumier a été réalisée à l'automne précédant la moisson, juste avant le semis. Cet apport unique, pour la première fois depuis au moins une douzaine d'années, a suffi pour passer de valeurs de $\delta^{15}N$ très basses (0,64±0,43 ‰, parcelle A témoin) au seuil de 3 ‰ discriminant les céréales fertilisées des sols peu anthropisés (+2,37 ‰ par rapport à la parcelle A), comme l'ont déjà mentionné d'autres expérimentations de court terme (Fraser *et al.*, 2011, p. 2796 ; Szpak *et al.*, 2012, p. 3728). Le petit troupeau de moutons a marqué la composition isotopique en azote du sol et des cultures, en quelques mois de présence, en provoquant un léger enrichissement en ^{15}N (+1,15 ‰ par rapport à la parcelle A). On peut facilement supposer qu'un troupeau plus important et mené plus régulièrement sur les champs affectera d'autant plus l'environnement et causera un enrichissement plus important en ^{15}N (Szpak, 2014, p. 12). Bien que la composition isotopique en azote des déjections fraiches et celle du fumier d'étable stocké et composté diffèrent

(Szpak, 2014, p. 5), ces deux matières enrichissent les cultures en ^{15}N, car, même sans compostage, les déjections connaissent une volatilisation de l'azote lors de leur minéralisation sur place. Ces deux techniques de fertilisation (épandage de fumier et pâturage du bétail) ne sont donc pas discriminables par la composition isotopique en azote des céréales, ce qui ne permet pas de renseigner le système d'élevage dont elles découlent.

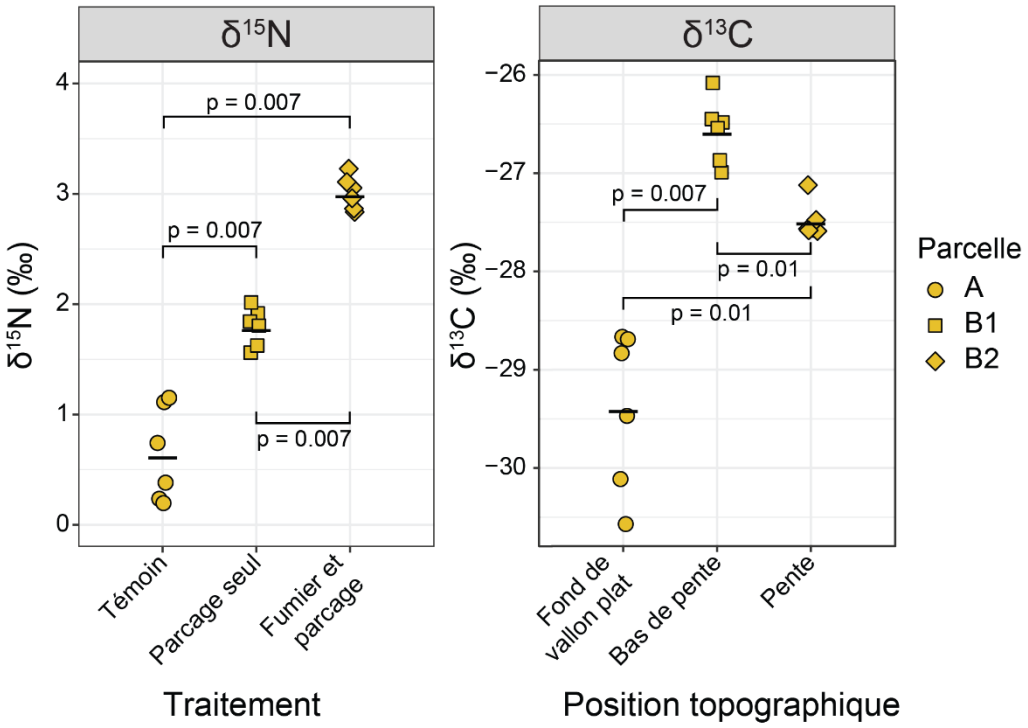

Figure 7-1 Composition isotopique en azote et en carbone par fertilisation par position topographique des grains d'épeautre des cultures expérimentales d'Esse, « Coriobona, village gaulois ». Les valeurs p ont été obtenues par test de Wilcoxon, avec correction de Holm pour les comparaisons par paires.

La Figure 7-1 révèle des différences dans les valeurs de $\delta^{13}C$ des différents lots d'épeautre, qui peuvent s'expliquer par trois facteurs. La situation topographique varie d'une parcelle à l'autre, entrainant une hétérogénéité du couvert pédologique : la parcelle B2, dans la pente, présente un sol moins épais et mieux drainé, tandis que les parcelles A et B1, en bas de pente, ont un sol épais et plus humide. Bogaard *et al.* ont pu montrer par l'analyse de grains de froment et d'engrain issus de champs de Haute Provence qu'une corrélation existait entre le pendage du terrain et les valeurs de $\Delta^{13}C$ (Bogaard *et al.*, 2016a, p. 13). Cependant, ce critère topographique/pédologique n'explique pas toutes les disparités de notre étude, car l'épeautre de la parcelle B2 a des valeurs de $\delta^{13}C$ intermédiaires entre les lots des deux autres parcelles aux caractéristiques proches.

La plus grosse différence concerne la parcelle A par rapport aux parcelles B1 et B2. Les cultures datent de deux années successives (2019 et 2020) et leurs compositions isotopiques en carbone contrastées peuvent relever des fluctuations interannuelles des valeurs de $\delta^{13}C$ dues à des variations climatiques, qui peuvent se répercuter dans la physiologie des plantes (Heaton, 1999, p. 641-642). De plus, les céréales de 2019, semées en février et récoltées en aout en outrepassant de plusieurs semaines la date optimale de moisson, ont eu un cycle de vie décalé par rapport à l'épeautre de 2020 (semé en novembre et récolté en juillet). Cette différence de temporalité doit avoir affecté la composition isotopique en carbone, qui est soumise à des variations saisonnières (Heaton, 1999, p. 641-642 ; Knohl *et al.*, 2005, p. 73 ; Wang et Schjoerring, 2012, p. 1591-1592).

Cette étude confirme l'effet des déjections animales, fraiches ou sous forme de fumier, sur l'enrichissement en ^{15}N des plantes cultivées. Elle montre aussi que les valeurs de $\delta^{13}C$ peuvent largement varier sur de très courtes distances spatiales et temporelles, compliquant l'interprétation de la composition isotopique en carbone des céréales archéologiques.

7.2. Utilisation du collagène osseux de cerf pour établir le $\delta^{15}N$ de plantes croissant dans des sols non fertilisés

Pour identifier les pratiques de fertilisation des champs à partir de la composition isotopique en azote, il est courant de se baser sur des seuils de valeurs déterminés par des cultures expérimentales récentes (Fraser *et al.*, 2011 ; Larsson *et al.*, 2019). Cependant, ces expérimentations n'ont été réalisées que dans une poignée de stations agronomiques et une partie des études isotopiques du matériel carpologique les complètent ou les remplacent par l'analyse de vestiges fauniques pour prendre en compte les variabilités environnementales locales. La composition isotopique en azote du collagène osseux de cerf permet de calculer la composition de leur alimentation, que nous utilisons comme une estimation de celle des plantes des milieux peu anthropisés (voir partie 2.2.2). Les variations de $\delta^{15}N$ du collagène osseux observées au sein d'un site ne sont pas causées par la partie anatomique analysée, le sexe ou l'âge des individus, de sorte que les échantillons peuvent être groupés pour les études écologiques (Sykut *et al.*, 2020, p. 10). Les valeurs de $\delta^{15}N$ estimées de cette flore sauvage sont alors utilisées comme témoins de la flore non fertilisée à l'échelle du site (Bogaard *et al.*, 2013 ; Styring *et al.*, 2016a ; Aguilera *et al.*, 2018 ; Alagich *et al.*, 2018). Lorsque les restes de cervidés ne sont pas présents sur les sites ayant livré les céréales, les os de cerf sont échantillonnés à l'échelle régionale, en agrégeant des sites distants, et donc en moyennant les valeurs de $\delta^{15}N$, sur un territoire plus vaste (Styring *et al.*, 2017b ; Wang *et al.*, 2018 ;

Hart et Feranec, 2020). L'analyse des os de cerf originaires de l'ensemble du territoire de l'étude nous permet d'observer les potentielles variations de la composition isotopique de leur alimentation causées par les différents environnements géologiques rencontrés, tels que présentés en partie 3.1.

Les 79 échantillons d'ossements de cerf archéologiques rassemblés dans le cadre de ce doctorat sont issus d'analyses inédites (n=35), ainsi que d'analyses publiées (Mion *et al.*, 2016 ; Knipper *et al.*, 2017 ; Aguilera *et al.*, 2018 ; Schnitzler *et al.*, 2018). Le résumé des analyses isotopiques est donné dans le Tableau 7-1. Le recouvrement des valeurs de $\delta^{15}N$ dans l'espace et dans le temps (Figure 7-2) montre une certaine homogénéité de la composition isotopique en azote de ces ossements de cerf, pour l'ensemble de la zone couverte, durant le second âge du Fer et la période romaine. Seuls deux sites présentent des valeurs relativement basses, autour de 4 ‰ à Ifs « ZAC Object'Ifs Sud » (n=2) et à Jouars-Pontchartrain « La Ferme d'Ithe » (n=10), tous les autres ayant des valeurs de $\delta^{15}N$ moyenne resserrées s'étendant de 5,00 ‰ à 6,20 ‰ (Figure 7-3). Cependant, le site de Jouars-Pontchartrain « La Ferme d'Ithe » se situe à une vingtaine de kilomètres de Palaiseau « Les Trois Mares », qui présente des valeurs de $\delta^{15}N$ plus élevées (5,69±0,69 ‰). Ces deux sites se localisent tous les deux dans des environnements géologiques identiques, à l'interface de vallées peu profondes et de plateau limoneux couvrant un substrat de sables et de grès (Blin *et al.*, 1999, p. 46 ; Giorgi, 2016, p. 36). La proximité géographique et l'unité géologique de ces sites pose question quant à la différence de valeurs de $\delta^{15}N$.

Tableau 7-1 Résumé des mesures de composition isotopique du collagène osseux de cerf du second âge du Fer et de la période romaine : Moyenne ± 1 écart-type [Min. ; Max.]. Le nombre d'échantillon n est mentionné pour chaque site. Les identifiants de site (première colonne) correspondent à ceux des figures suivantes.

Id	Localité	Datation	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	Référence
1	Langrolay-Sur-Rance « Sur les Vaux » (n=9)	75 à 500	6,13±0,47 [5,53 ; 6,75]	-22,09±0,31 [-22,49 ; -21,6]	Thèse
2	Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais » (n=8)	0 à 400	5,50±0,89 [3,96 ; 6,47]	-22,00±0,31 [-22,42 ; -21,57]	Thèse
3	Ifs « ZAC Object'Ifs Sud » (n=2)	-600 à -400	3,92±0,43 [3,61 ; 4,22]	-22,70±0,11 [-22,78 ; -22,63]	Thèse
4	Jouars-Pontchartrain « La Ferme d'Ithe » (n=10)	200 à 300	4,26±0,84 [3,10 ; 6,05]	-21,94±0,42 [-22,44 ; -20,98]	Aguilera *et al.* 2018
5	Palaiseau « Les Trois Mares » (n=10)	-100 à 200	5,69±0,69 [4,86 ; 6,53]	-21,91±0,41 [-22,29 ; -20,95]	Aguilera *et al.* 2018
6	Amiens « Ilot de la Boucherie » (n=2)	200 à 500	5,05±0,07 [5,00 ; 5,1]	-21,75±0,64 [-22,2 ; -21,3]	Mion *et al.* 2016
7	Compiègne « Le Fond Pernant » (n=3) Venette « le Bois de Plaisance » (n=1)	-500 à 0	5,23±0,74 [4,43 ; 6,26]	-22,52±0,58 [-23,07 ; -21,86]	Thèse
8	Cernay-Lès-Reims « La Pelle au Four » (n=1) Champfleury « La Bascule » (n=2) Villers-Aux-Nœuds « La Pâture Nord » (n=1)	-225 à 100	5,46±1,35 [4,16 ; 7,41]	-21,93±0,72 [-22,51 ; -20,84]	Thèse
9	Acy-Romance « La Warde » (n=11)	-200 à -25	5,00±1,03 [3,73 ; 6,68]	-21,78±0,54 [-22,71 ; -20,85]	Aguilera *et al.* 2018
10	Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal » (n=8)	-500 à -25	5,93±0,86 [5,26 ; 7,87]	-21,7±0,42 [-22,23 ; -21,04]	Thèse
11	Entzheim « Geispolsheim » (n=6)	-550 à -400	6,20±0,89 [5,10 ; 7,40]	-21,58±0,62 [-22,60 ; -21,00]	Schnitzler *et al.* 2018
12	Basel « Gasfabrik » (Suisse) (n=5)	-250 à -80	5,46±0,74 [4,40 ; 6,30]	-22,14±0,34 [-22,60 ; -21,70]	Knipper *et al.* 2017
	Tous les échantillons (n=79)		**5,36±0,99 [3,10 ; 7,87]**	**-21,96±0,49 [-23,07 ; -20,85]**	

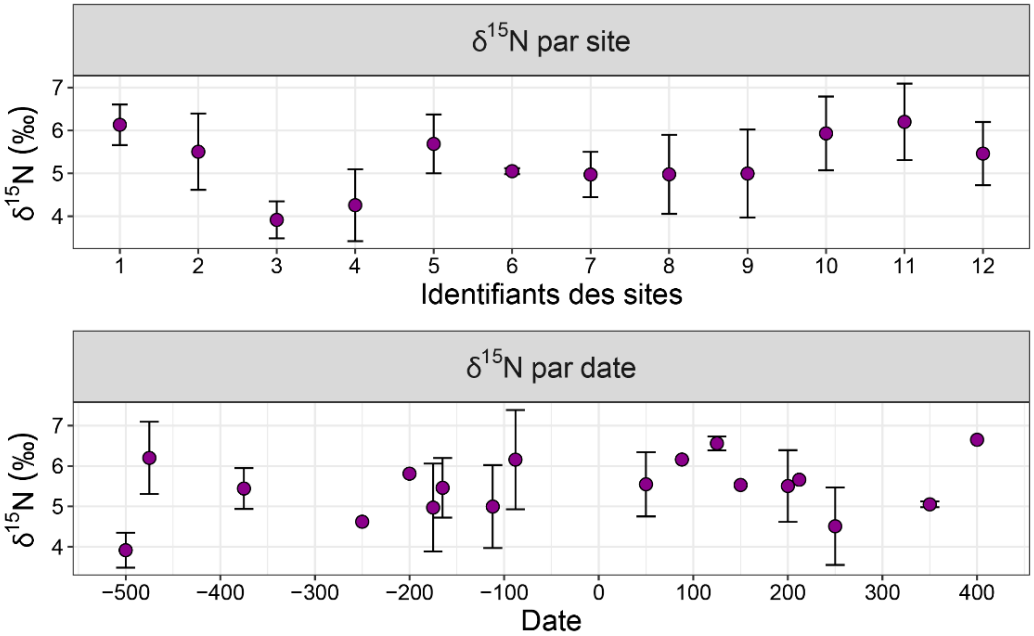

Figure 7-2 Composition isotopique en azote par site (haut) et par date (bas) du collagène osseux de cerf. Les points et les barres représentent les moyennes et un écart-type pour chaque site ou date. Les identifiants correspondent aux sites, classés d'ouest en est, listés dans le Tableau 7-1 et sur la Figure 7-3.

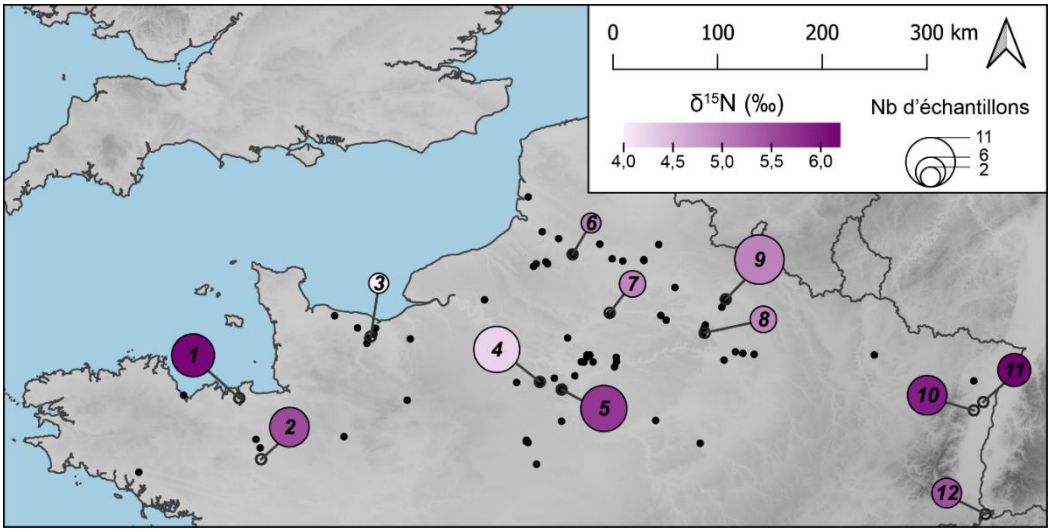

Figure 7-3 Valeurs moyennes de $\delta^{15}N$ du collagène osseux de cerf du second âge du Fer et de la période romaine pour chaque localité. Les identifiants correspondent aux sites listés ci-dessous, classés d'ouest en est : 1 - Langrolay-Sur-Rance « Sur les Vaux » (n=9) ; 2 - Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais » (n=8) ; 3 - Ifs « ZAC Object'Ifs Sud » (n=2) ; 4 - Jouars-Pontchartrain « La Ferme d'Ithe » (n=10) ; 5 - Palaiseau « Les Trois Mares » (n=10) ; 6 - Amiens « Ilot de la Boucherie » (n=2) ; 7 - Compiègne « Le Fond Pernant » et Venette « le Bois de Plaisance » (n=4) ; 8 - Cernay-Lès-Reims « La Pelle au Four », Champfleury « La Bascule » et Villers-Aux-Nœuds « La Pâture Nord » (n=4) ; 9 - Acy-Romance « La Warde » (n=11) ; 10 - Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal » (n=8) ; 11 - Entzheim « Geispolsheim » (n=6) ; 12 - Basel « Gasfabrik » (Suisse) (n=5). Les points noirs localisent les sites ayant livré les céréales.

Même avec ces quelques faibles valeurs, l'homogénéité globale des valeurs archéologiques ne doit pas forcément surprendre, car un constat semblable a été fait pour des populations de cerf actuelles. Treize populations de cerf de Pologne montrent la même dispersion de valeurs de $\delta^{15}N$, voire une dispersion plus grande (Figure 7-4-a) et le même genre de recouvrement de valeurs entre les sites (Figure 7-4-b) (Sykut *et al.*, 2020), pour une surface étudiée d'ampleur semblable à celle du territoire de la thèse.

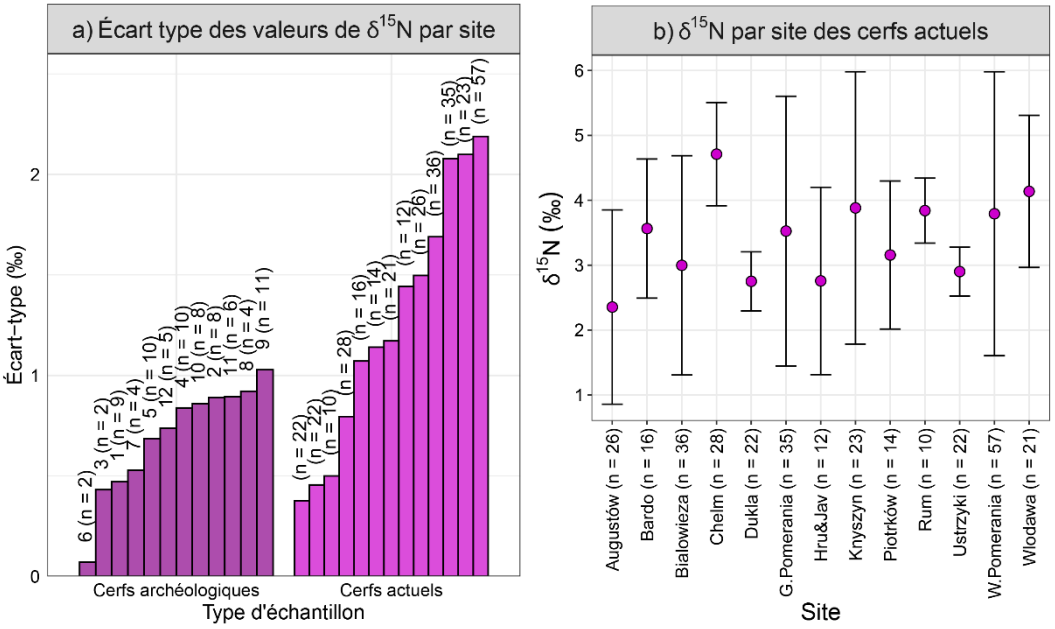

Figure 7-4 Dispersion des valeurs de $\delta^{15}N$ du collagène de cerf archéologique et actuels (a) et valeurs de $\delta^{15}N$ (moyenne + 1 écart-type) des cerfs actuels de Pologne (b). Les données actuelles sont issues de Sykut *et al.* (2020).

La même observation d'homogénéité des échantillons archéologiques vaut pour les valeurs de $\delta^{13}C$ (Tableau 6-4). Pour l'ensemble des échantillons, après retranchement de 5 ‰ pour corriger l'enrichissement entre la source de carbone et la molécule de collagène (Ambrose et Norr, 1993), les valeurs de $\delta^{13}C$ de la flore consommée par les cerfs archéologiques s'étendent de -28,07 ‰ à -25,84 ‰ (moyenne : -26,94±0,50 ‰). Cette plage de valeurs s'accorde avec celle de plantes ayant poussé en milieux ouverts (Bonafini *et al.*, 2013). Les plantes qui poussent à l'ombre des massifs forestiers ont des valeurs de $\delta^{13}C$ plus basses (inférieures à -30 ‰). Les cerfs du corpus d'étude se sont donc nourris hors des forêts, dans des espaces qui n'ont pas subi d'effet canopée et qui facilitent la comparaison avec les champs de céréales. Ils ont possiblement pu se nourrir dans des espaces cultivés, à l'exemple de l'appétence d'une population de cerfs norvégienne pour les prairies artificielles (Lande *et al.*, 2013, p. 73).

Les études sur la fertilisation des champs anciens utilisant les cervidés à l'échelle régionale ont réuni des échantillons distants de quelques centaines de kilomètres (Styring *et al.*, 2017b ; Hart et Feranec, 2020). Comme nous avons pu vérifier l'absence d'hétérogénéité géographique et chronologique flagrante pour les valeurs de $\delta^{15}N$ du corpus et malgré la grande étendue de notre aire d'étude (800 km entre Inzinzac-Lochrist « Kermat III » à l'ouest et Duntzenheim « Sonnenrain » à l'est), nous agrégeons les 79 échantillons de collagène. Leur nombre réduit et leur répartition géographique relativement déséquilibrée ne permet pas de les séparer par localité ou par zone d'étude.

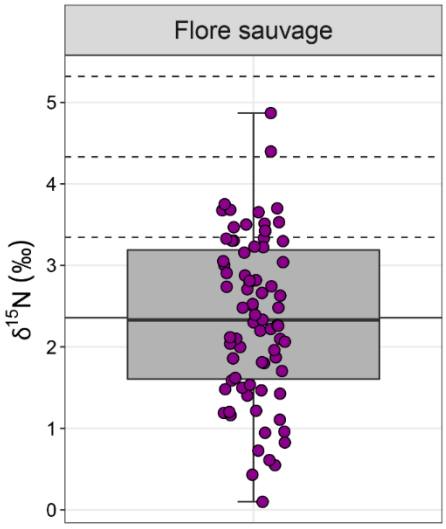

Figure 7-5 Composition isotopique en azote estimée de la flore consommée par les cerfs archéologiques ($\delta^{15}N_{flore} = \delta^{15}N_{collagène} - 3$) (n=79). La ligne horizontale pleine représente la moyenne des valeurs. Les lignes pointillées indiquent la moyenne + 1, 2 et 3 écarts-types.

Les échantillons de collagène ont une valeur de $\delta^{15}N$ moyenne de 5,36±0,99 ‰, soit, après retranchement de 3 ‰ (Vanderklift et Ponsard, 2003 ; Caut *et al.*, 2009), une valeur de 2,36±0,99 ‰ pour leur alimentation (Figure 7-5). Selon la règle des sigmas (voir partie 4.5.1) comme ont pu le faire Styring *et al.* (2017b), les céréales ayant des valeurs de $\delta^{15}N$ inférieures à la moyenne de la flore sauvage plus un écart-type (3,35 ‰) sont considérées comme relevant de l'absence de fertilisation. Si les cerfs ont pu en partie se nourrir dans des espaces cultivés, leur alimentation a pu être enrichie en ^{15}N et la valeur de $\delta^{15}N$ de la flore sauvage devrait être en réalité plus basse. En l'état, cette valeur seuil est proche de celle de 3 ‰ définie par les expérimentations agronomiques modernes de long-terme d'Europe tempérée (Fraser *et al.*, 2011 ; Bogaard *et al.*, 2013). Cela tendrait à confirmer la validité de ce seuil : les céréales non fertilisées actuelles et les plantes des milieux peu anthropisés de second âge du Fer et de la période romaine d'Europe tempérée ont en majorité des valeurs de $\delta^{15}N$ inférieures à un peu plus de 3 ‰. La méthode du collagène de cerf ne permet pas de

discriminer des niveaux croissants d'intensité de fumure tels que ceux établis grâce aux expérimentations actuelles (Bogaard *et al.*, 2013). Comme les deux méthodes sont concordantes, nous avons privilégié la seconde pour la caractérisation des systèmes de fertilisation anciens (voir partie 8.1).

7.3. Moyens de fertilisation et estimation quantitative de la production de fumier

Les sources historiques, ethnographiques et archéologiques fournissent quelques informations sur les capacités de production de fumier et sur la mise en œuvre de la fertilisation par les sociétés anciennes. Ces données sur les savoirs techniques participent de la définition des systèmes agricoles et les appréciations quantitatives balisent des *a priori* sur les résultats isotopiques que nous analyserons dans le chapitre suivant.

7.3.1. Production de fumier par les animaux

Le bétail moderne, bien nourri et disposant d'une litière suffisante, peut produire environ 10-13 t de fumier/an/individu pour les bovins, 7-11 t/an/ind. pour les chevaux et 600-900 kg/an/ind. pour les moutons, ce qui correspond à une capacité de fumure de 25-30 t/ha pour un bovin ou pour 6-10 caprinés[13] dans des systèmes culturaux à assolement triennal (Lachiver, 1997, p. 834). Ces quantités sont dépendantes de la stature et du gabarit du bétail, qui fluctuent selon les techniques d'élevage employées (Lepetz et Zech-Matterne, 2018, p. 366-367). Les animaux domestiques du second âge du Fer sont de petite taille ; leur hauteur au garrot est bien inférieure à celles des animaux d'élevage actuels. Ils commencent à grandir à la fin de la période pour atteindre un maximum de taille aux Ier-IIe siècle de notre ère, équivalent à la stature du XIXe siècle. La taille des animaux diminue ensuite à partir du IIIe siècle de notre ère avant de réaugmenter à l'époque moderne (Duval et Clavel, 2018, p. 149-155) (Figure 7-6). Cette variation des corpulences implique des quantités d'aliments ingérés différentes, ce qui affecte la quantité de déjections, et donc de fumier, produite. Il existe cependant des variations régionales marquées dans la morphologie des animaux domestiques. Même en tenant compte de ces variations, les tendances qui prévalent pour les deux périodes distinguent de fait des apparences contrastées dans les

[13] L'effectif des caprinés semble en contradiction avec les quantités de fumier produites par individu. Les agronomes du XIXe s. estimaient que les excréments de moutons avaient un meilleur pouvoir fertilisant que ceux des bovins. Les taux de fertilisation sont donc plutôt exprimés pour le fumier de bovin.

cheptels. Selon la structure des troupeaux (nombre d'individus, sexe, âge), la surface cultivée, le mode de garde et de nourrissage des animaux, les capacités de fertilisation des fermes sont donc variables.

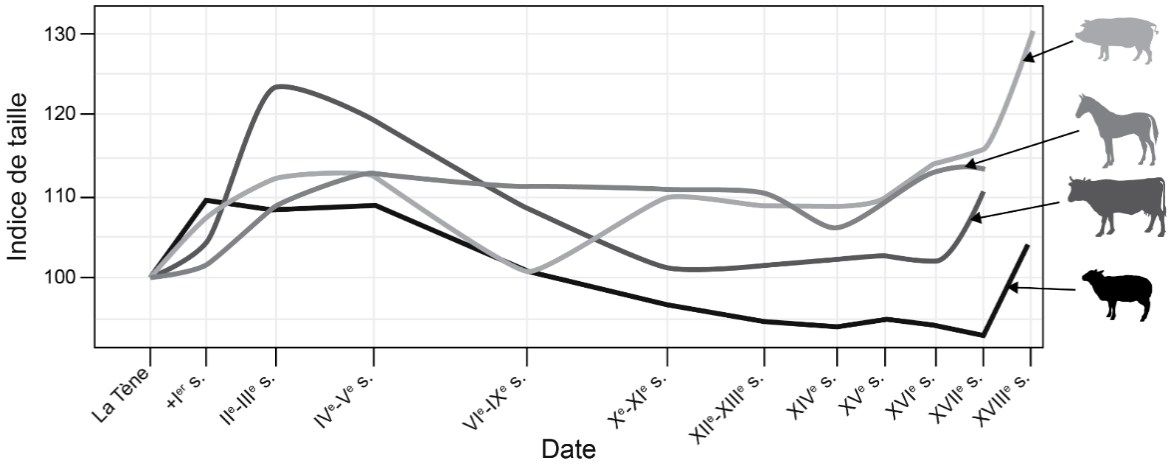

Figure 7-6 Évolution de la taille de porcs, équidés, bovins et caprinés entre le second âge du Fer et le XVIIIe siècle dans le quart nord-est de la France. Indices de base 100 au second âge du Fer (d'après Lepetz et Zech-Matterne, 2018, fig. 28).

7.3.2. Modes d'élevages des troupeaux et disponibilité du fumier

Le choix du mode de garde du bétail a des conséquences sur les facilités de récolte du fumier et d'exploitation des déjections animales. W. Zimmermann montre à partir de nombreux exemples historiques, ethnographiques et d'expérimentations agronomiques que l'hivernage des animaux en extérieur est tout à fait possible en Europe, et qu'il présente même un certain nombre d'avantages sur la stabulation, si un abri contre la pluie et le vent est fourni (Zimmermann, 1999, p. 307-313). La stabulation et l'affourragement s'inscrivent dans une gestion plus intensive des ressources végétales en accumulant un maximum de fourrage durant l'été (fauche des prairies, récoltes de feuilles d'arbres des haies, bosquets et forêts) et en prévenant la destruction des prairies par le piétinement des animaux lors des hivers humides (Zimmermann, 1999, p. 315). Avec ces principes, tout un panel de techniques d'élevage peut être envisagé pour les périodes anciennes. Elles peuvent être regroupées en trois grand types (pâturage extensif, parcage mobile et stabulation), que nous évaluerons au regard de la gestion de la fertilisation des champs. Par exemple, il semblerait que la stabulation permette de récolter trois fois plus de fumier que lors du pâturage libre (Zimmermann, 1999, p. 305).

N. Gautier recense les pratiques de pâturage décrites dans une partie des sources latines (Gautier, 2018, p. 264-268). La tendance à recourir au pâturage extensif, où le bétail est laissé à

paitre de manière libre dans des prairies permanentes (artificielles ou naturelles), dans des forêts ou sur des landes, ne permet pas de récupérer les déjections (Zimmermann, 1999, p. 315) et est donc une technique qui ne participe pas à la fertilisation des champs. Les excréments, ne servant pas pour les cultures, fertilisent d'une certaine manière les prairies et participent à la viabilité du nourrissage du bétail. Dans le cadre de rotation à cycle long, les prairie semi-permanentes peuvent être remises en culture (Lepetz et Zech-Matterne, 2018, p. 358) et les reliquats de fumure bénéficient potentiellement aux productions végétales suivantes. De tels pâturages extensifs sont susceptibles d'avoir été mis en place en Gaule du Nord, au moins pour les moutons, comme pourrait l'indiquer la découverte de sonnailles pour petit bétail à la période romaine (Huitorel, 2020, p. 290 et 363-364).

Le pâturage des chaumes et du regain d'adventices après la moisson permet lui aussi de nourrir le bétail de façon extensive (Morlon et Sigaut, 2008, p. 44-46), comme le décrivent les agronomes latins :

> Varron, De re rus., II, 2, 12 *: « Quibus uin locis messes sunt factae, inigere est utilie duplici de causa, quod et caduca spica saturantur et obtritis stramentis et stercaratione faciunt in annum segetes meliores. »*
> « Dans les champs où l'on a fait les moissons, la présence des troupeaux est doublement utile : d'une part, ils se rassasient des épis tombés ; d'autre part, en foulant le chaume et en déposant leur fumier, ils rendent le champ meilleur pour l'année suivante. »

Les déjections excrétées sur place accélèrent la minéralisation de la matière organique et enrichissent le sol en ^{15}N (voir partie 7.1). La disponibilité rapide des éléments nutritifs peut favoriser les cultures suivantes, mais cette méthode n'apporte pas d'éléments fertilisants en tant que tels et n'est pas viable à long terme : « Pour qu'il y ait fertilisation, il faut que les aliments proviennent d'autres terrains » (Morlon et Sigaut, 2008, p. 39). Le nourrissage doit alors se faire par le pâturage des prairies entretenues *(pratum)*, des espaces marginaux du *saltus* ou par affouragement, puis par apport des excréments sur l'*ager*, les champs à fertiliser (Lepetz et Zech-Matterne, 2018, p. 374), afin d'assurer un véritable transfert de fertilité (Sigaut, 1992, p. 398-399). Le nombre de restes carpologiques de la flore prairiale, témoin de la présence de prairies et de la fauche du fourrage, augmente fortement durant le second âge du Fer en Europe de l'Ouest et les espèces de ces milieux se diversifient encore à la période romaine (Ruas, 2020, p. 30).

Après les moments de pâturage, le bétail peut être conduit sur les champs pour son repos et pour y déféquer, enfermé dans des clôtures mobiles (*cratis* – claie, *rete* – filet) (Pline, *Nat. Hist.*, XVIII, 53) (Mazoyer et Roudart, 1997, p. 235). Les excréments de moutons sont réputés avoir un meilleur pouvoir fertilisant que le fumier de bovins. Ces derniers, par leur masse, tassent plus les

sols, ce qui nuit au développement racinaire des cultures. Ils sont donc moins employés que les moutons. Ce parcage mobile est réalisé par un ou plusieurs allers-retours champs-pâturage quotidiens (Varron, *De re rus.*, II, 2, 12). Pline (*Nat. Hist.*, XVIII, 53) rapporte que certaines de ses sources considèrent le parcage comme « la meilleure manière de fumer [les terres] ». Il est utilisé, *a minima*, pour les céréales – le blé – (Pline, *Nat. Hist.*, XVII, 6) et pour la vigne (Caton, *De agr.*, LV). Si le bétail n'est pas déplacé en pâture et qu'il reste durant un certain temps sur le champ à fumer, il doit être affourragé (Caton, *De agr.*, XXXIII), pour pouvoir assurer un vrai transfert de matière. L'affouragement du bétail dans les parcs est réalisé selon les disponibilités des espaces de pâturage et les capacités d'accumulation du foin (Jean-Brunhes Delamarre, 1987, p. 326). Les parcs sont soit nus, soit agrémentés de paille servant de litière. Cette litière est particulièrement appréciée du bétail sur les terrains humides (et à plus forte raison en hiver) (Jean-Brunhes Delamarre, 1987, p. 328). Le fumier pailleux est ensuite étalé de manière plus homogène. Il participe notamment au transfert de fertilité en ajoutant la matière végétale aux excréments. La paille permet, en outre, de ralentir la volatilisation de l'azote de l'urine (Ganry et Thuriès, 2018, p. 186-187), d'autant plus si un labour vient rapidement enfouir les excréments après le parcage (Morlon et Sigaut, 2008, p. 42).

Comparé à la stabulation du bétail, le parcage mobile est une « technique de fertilisation coûteuse en travail » (Morlon et Sigaut, 2008, p. 41). Si les sociétés agropastorales optaient plutôt pour un nourrissage plus sédentaire du bétail, deux solutions sont attestées archéologiquement : en bâtiment de stabulation (étable, écurie, bergerie) ou dans des parcs à bétail permanents.

Les exemples de bâtiments de stabulation sont rares pour le second âge du Fer en France (par exemple Dufour, 1997 ; Hinguant et al., 1998, p. 74-83 ; Gaudefroy, 2016, p. 107) et sont beaucoup plus courants aux Pays-Bas, représentés par les « maisons-étables » (Mathiot, 2012, p. 20). Ils sont bien mieux connus pour la période romaine (Broes *et al.*, 2017), identifiés dans une cinquantaine d'établissements sur les 140 sites du corpus de l'étude de G. Huitorel portant sur l'équipement des établissements ruraux romains de Gaule du Nord (Huitorel, 2020, p. 78 et 363). D'après les dimensions des bâtiments, la stabulation a probablement surtout été utilisée pour quelques animaux et non l'entièreté d'un troupeau, par exemple pour les animaux de trait, pour la traite du lait ou pour les individus malades, qui sont ainsi gardés à disponibilité à proximité de l'habitat (Zimmermann, 1999, p. 315 ; Huitorel, 2020, p. 360-362). Le même constat de sous-dimensionnement a été fait pour les étables des *villae* campaniennes de l'ère républicaine (Gautier, 2018, p. 256).

Les parcs à bétail permanents peuvent être identifiés sur les sites archéologiques par la présence de réseaux d'enclos fossoyés ou délimités par des trous de piquets de clôture, par leur

entrée contrainte ou par des mares aménagées (Van den Bosche *et al.*, 2009, p. 70 ; Cony, 2017, p. 139 ; Huitorel, 2020, p. 363). Ils ont été recensés dans 30 habitats sur 263 dans le travail de thèse d'A. Cony, analysant la structuration des établissements au second âge du Fer par plusieurs fenêtres d'étude de la moitié nord de la France (Cony, 2017, p. 139). Quelques enclos à bétail sont aussi connus pour la période romaine (Huitorel, 2020, p. 124-126). Dans les cas où les parcs ne sont pas fournis en litière, la récolte du fumier peut se faire par le raclage de la terre (Ganry et Thuriès, 2018, p. 185), causant des creusements potentiellement interprétables en ce sens sur les sites archéologiques (Van den Bosche et al., 2009, p. 68-71). Pour faciliter l'étape de ramassage, les abris pour animaux sont utiles (Palladius, *Op. agr.*, I, 23), car ils permettent une récolte centralisée des excréments.

Avec la stabulation du bétail, le fumier récolté doit être stocké avant sont épandage. Les excréments, litières et autres déchets de la ferme sont entassés dans une fosse à fumier (Pline, *Nat. Hist.*, XVII, 8), située « tout près de la ferme, pour qu'il[s] puiss[ent] être évacué[s] avec le minimum de travail » (Varron, *De re rust.*, I, 38). Les quelques fumières (et fosses à purin) romaines connues sont localisées à proximité des espaces de stabulation (Poitevin *et al.*, 2017). Il s'agit de fosses avec une grande capacité de stockage, mesurant de plusieurs dizaines à plusieurs centaines de mètres carrés (Huitorel, 2020, p. 301 et tab. 17), en comparaison avec les petites fosses à compost de quelques mètres carrés pour les jardins urbains de l'époque moderne (Van Ossel, 2014, p. 76-78). Le fumier peut tout à fait être stocké à même le sol de la cour de ferme, ou à proximité des champs, sans aménagement particulier, expliquant la rareté des fosses à fumier archéologiques (Huitorel, 2020, p. 302).

Les conditions d'entreposage sont très importantes et participent à la fabrication d'un engrais de qualité. Il permet le compostage des matières organiques, qui élimine les graines d'adventices résiduelles (Columelle, *De re rust.*, I, 6 ; II, 15 ; III, 11, 4 ; XI, 3, 12 ; Palladius, *Op. agr.*, I, 33, 1-2 ; Pline, *Nat. Hist.*, XVII, 8). Columelle, et Palladius à sa suite, considèrent que la durée optimale de compostage est d'une année pour un fumier destiné aux céréales. Le stockage sur une plus longue durée serait dommageable pour sa qualité (Columelle, *De re rust.*, II, 15 ; Palladius, *Op. agr.*, I, 33, 2). Un fumier plus frais peut être précieux, justement car les graines qu'il renferme ne sont pas encore détruites. Il contribue alors à l'ensemencement des prairies de fauche et de pâturage en faisant « foisonner l'herbe » et participe donc à l'entretien du bétail (Columelle, *De re rust.*, II, 15 ; II, 18 ; Palladius, *Op. agr.*, I, 33, 2 ; Varron, *De re rust.*, I, 38, 3).

Pour laisser le choix entre ces deux sortes de fumier, mais avant tout pour permettre la gestion des flux d'accumulation et d'utilisation des fumiers, Columelle propose de mettre en place

deux fosses. La première sert à recueillir les déchets tout au long de l'année, tandis que la seconde aura composté le fumier durant un an et sera prête à l'emploi (Columelle, *De re rust.*, I, 6). Couvin *et al.* ont mis en évidence dans un établissement de la Beauce l'utilisation conjointe de deux fosses à fumier au IVe siècle de notre ère, qui portent les stigmates de contrôle de la décomposition du fumier et qui pourraient relever de la gestion du compostage du fumier décrite par Columelle (Couvin, 2013). Une fumière avec une double fosse a aussi été reconnue dans la ferme romaine de Saint-Brice-sous-Forêt « La Chapelle Saint-Nicolas » ou les déjections liquides étaient acheminées depuis l'étable et l'enclos par un réseau de fossés (Rouppert *et al.*, 2011).

La stabulation du bétail nécessite un affourragement qui est attesté par les outils de fauche (les faux[14] et les enclumettes d'entretien des lames) trouvés à partir de la fin du second âge du Fer et par la composition de certains assemblages carpologiques, riches en légumineuses, en graminées et en résidus de nettoyage des céréales (Bouby et Ruas, 2005 ; Derreumaux, 2005 ; Nillesse et Buchsenschutz, 2009, p. 157 ; Pradat, 2013, p. 395-396 ; Lepetz et Zech-Matterne, 2018, p. 384 ; Huitorel, 2020, p. 237-240).

Le « fourrage qui convient » évolue au cours du temps, selon l'organisation des sociétés agropastorales (Napoléone *et al.*, 2015). On peut le comprendre avec l'exemple de la faux. Bien qu'il soit connu très tôt, dès le début du Ve siècle avant notre ère (Toulemonde *et al.*, 2017b, p. 45), cet outil est plutôt rare en France par rapport aux cultures celtiques d'Europe centrale. Durant le second âge du Fer, le bétail devait sûrement être plus facilement laissé en extérieur toute l'année sur des pâturages, à la faveur du climat océanique de la façade atlantique, tandis que les agriculteurs recouraient plus à l'abri dans des étables dans les régions à enneigement important (Zimmermann, 1999, p. 315 ; Sigaut, 2003, p. 287 ; Nillesse, 2017, p. 100). La répartition des faux s'étend considérablement à l'époque romaine (Sigaut, 2003, p. 287), traduisant une pratique accrue de l'affourragement. Le recours à la stabulation du bétail a sûrement dû augmenter entre le second âge du Fer et la période romaine, avec le développement des étables. Même s'il devait être plus courant que ce que l'archéologie peut mettre en évidence, pour des raisons évidentes de conservation, ce type de bâtiment agricole reste plutôt rare. On peut toutefois noter l'augmentation du nombre d'annexes agricoles au cours du second âge du Fer, et même si leur attribution fonctionnelle n'est pas identifiée, le développement des bâtiments de stabulation n'est pas à exclure pour cette période. Le même constat de sous identification est fait pour les parcs à bétail.

[14] Comet et Sigaut rappellent qu'avant la fin du Moyen-Âge, en Europe, la faux est l'outil typique des fenaisons et non des moissons, qui sont plutôt réalisées à la faucille (Comet, 1992, p. 189 ; Sigaut, 2003, p. 281).

À la suite de G. Huitorel (2020, p. 364-368), nous soutenons l'hypothèse que le régime d'élevage adopté durant le second âge du Fer et la période romaine en France septentrionale était un élevage semi-sédentaire. Les systèmes mixtes où la stabulation n'est que temporaire permettent de diminuer la pression sur les espaces de pâturage et leur dégradation (Ganry et Thuriès, 2018, p. 187 ; Huitorel, 2020, p. 364) et d'économiser la paille, qui est une ressource rare dans les sociétés préindustrielles (Meuvret, 1977, p. 127-128 ; Comet, 1992, p. 184-185). Cependant, les litières peuvent être composées de biens d'autres végétaux qui compensent cette limite (Columelle, *De re rus.*, VI, 3, 1 ; Pline, *Nat. Hist.*, XVII, 6).

Les animaux devaient stabuler en extérieur ou sous bâtiments pour l'hivernage durant quelques mois de l'année, mais passaient la plupart du temps à pâturer hors de l'habitat. Les moments de stabulation ne sont pas forcément stricts : les animaux peuvent rester dehors en journée, avec un retour sous abri pour les nuits d'hiver (Jean-Brunhes Delamarre, 1999, p. 176). En plus du *saltus* et des prairies, le pâturage des champs après la moisson était presque indispensable pour éliminer les « mauvaises herbes » (Morlon et Sigaut, 2008, p. 44) et le parcage mobile devait probablement être largement pratiqué. La Figure 7-7, réalisée par G. Huitorel (2020, fig. 190), synthétise les relations entre l'élevage et les cultures dans les établissements ruraux. Les flèches qui relient les champs et pâturages à l'établissement figurent les transports de produits agricoles. Elles illustrent aussi les transferts de fertilité. Dans cette optique, nous pourrions rajouter une flèche continue depuis le fenil vers les enclos de l'*ager*, pour le bétail affourragé lors de son hivernage en extérieur.

Dans un système agropastoral où le bétail ne réside pas à l'année dans des espaces de stabulation, les moments de pâturage peuvent être intégrés au schéma de fertilisation grâce au parcage de nuit sur les champs. La stabulation permet de récolter plus de fumier que lors du pâturage libre (Zimmermann, 1999, p. 305), car même avec la technique du parcage, une partie des excréments tombées sur le chemin entre le pâturage et le parc de repos est perdue. Cette complémentarité permet donc de réserver un maximum d'engrais aux cultures quand le système agropastoral n'assure pas la constitution d'un fourrage suffisant.

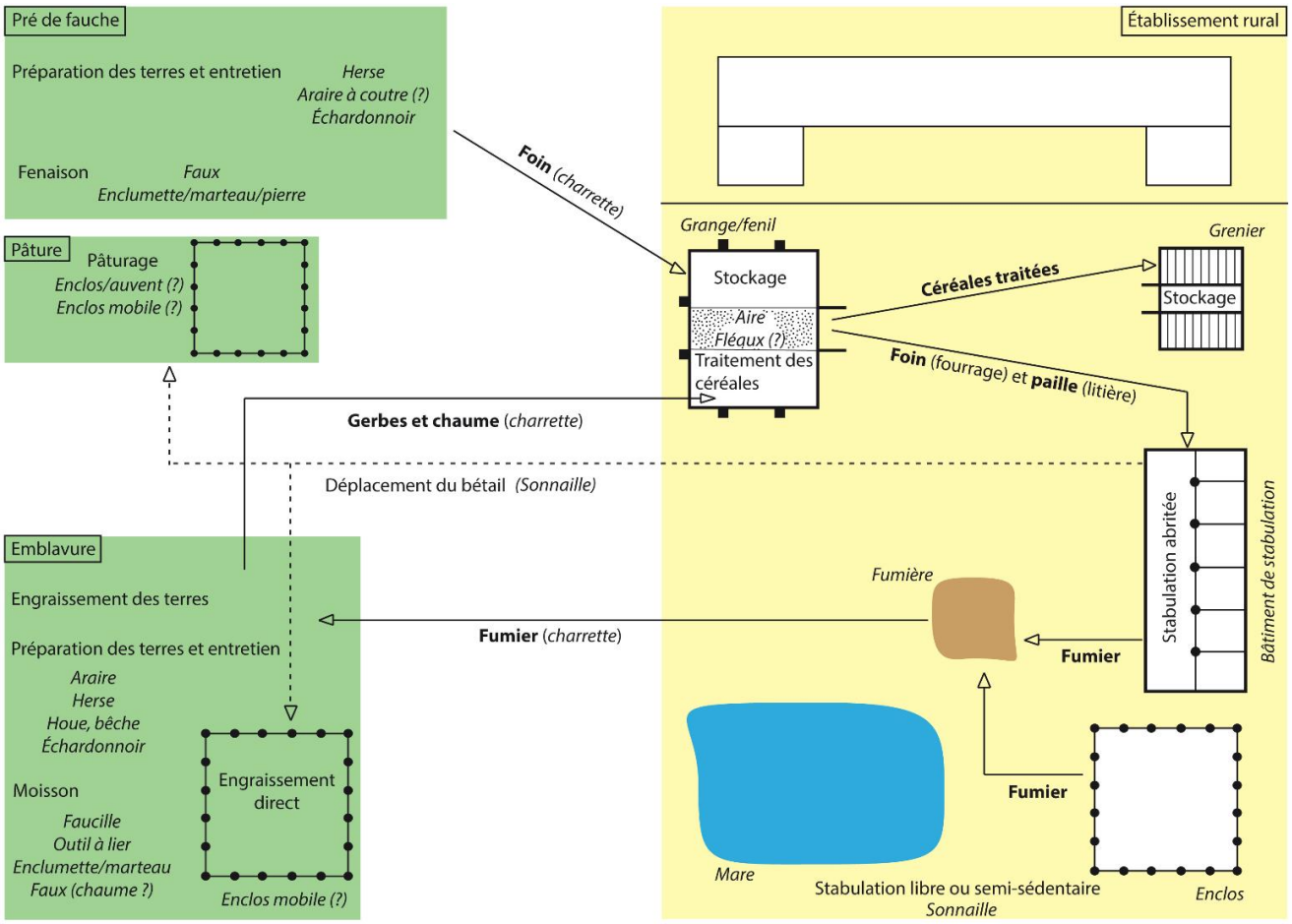

Figure 7-7 Essai de reconstitution, à partir des équipements, de systèmes agraires associant l'élevage et la culture des végétaux par le stockage du fumier (traits continus) ou le déplacement du cheptel vers les emblavures (traits pontillés) (texte droit : pratique ; *italique* : équipement ; **gras** : produit) (Huitorel, 2020, fig. 190).

7.3.3. Quantités de fumier manipulées d'après les sources historiques

Les agronomes latins estiment que si les agriculteurs assurent le bon renouvellement des litières, le petit bétail peut produire une charretée de fumier par individu et par an tandis que le gros peut en produire dix charretées (Columelle, *De re rust.*, II, 15 ; Pline, *Nat. Hist.*, XVIII, 53), correspondant respectivement à environ 350-700 kg de fumier/ind. et 3500-7000 kg/ind.[15] Columelle exprime cette production sur une durée de trente jours (*« tricenis diebus »*). Cependant, le temps de résidence total du bétail en étable n'est pas donné et il est difficile de savoir si cette

[15] Pour calculer une estimation de la quantité de fumier produite par animal, nous considérons les valeurs suivantes : Une charretée *« uehes »* correspond à 80 muids *« modius »* (Columelle, *De re rus.*, XI, 2, 86) ; Un muid mesure environ 8,67 L (Jedrzejewski, 2002, p. 76). Selon plusieurs ressources internet, la masse volumique du fumier (selon l'espèce, le type et la quantité de litière et son état de compostage) varie de 500 à 1000 kg/m^3 :

1 charretée représente 693,6 L, soit 0,6936 m^3. Selon la densité du fumier, sa masse se situe approximativement entre 350 et 700 kg.

quantité de fumier vaut pour une année complète, ou pour une portion de calendrier agricole dans le cas où le bétail stabule plus d'un mois par an. Si on accepte ces chiffres pour une année, les quantités produites dans le monde romain sont environ deux fois moins élevées que celles produites actuellement (voir partie 7.3.1). Ces quantités sont complétées par la pratique du parcage mobile, qui n'est pas quantifiée par les sources latines. L'utilisation de ces chiffres rencontre une forte limite, car nous ne pouvons pas connaitre la surface cultivée par les établissements ruraux, qui varie selon les contextes historiques, ni la répartition de ce fumier sur le domaine exploité. Les quantités de fumier sont donc données à titre indicatif, et c'est pourquoi dans la suite de la partie nous présenterons les quantifications comme des taux de fumure maximum par unité de surface[16]. Avec une quantité de fumier donnée, on peut fertiliser une certaine surface, ou une surface plus grande à des taux plus faibles. Les analyses de cortèges d'adventices montrent une extensification du système agricole accompagnée d'une probable augmentation des surfaces cultivées au cours du second âge du Fer (Zech-Matterne et Brun, 2016), sans que ces surfaces soient mesurables.

Les sols étaient probablement fertilisés à un rythme d'une année sur deux (Columelle, *De re rus.*, II, 9), en cohérence avec le système cultural le plus souvent à assolement biennal dans le monde romain (Reddé, 2018b, p. 315). La quantité de fumier épandu était en temps normal évaluée à 18 charretées par jugère, équivalente à 5 muids tous les 10 pieds (Columelle, *De re rus.*, XI, 2, 86 ; Palladius, *Op. agr.*, X, 1 ; Pline, *Nat. Hist.*, XVIII, 53), soit un taux d'environ 25 à 50 t/ha [17]. Les calculs de P. Ouzoulias donnent le même résultat (Ouzoulias, 2006, p. 185). Ce taux de fumure variait selon les terrains. Pour des cultures annuelles, le sol devait recevoir une quantité plus importante de fumier, par exemple 24 charretées par jugère (33 à 66 t/ha) (Columelle, *De re rus.*, II, 10 ; Palladius, *Op. agr.*, X, 1). Dans les terrains maigres et en pente, il fallait disposer 5 muids tous les 6 pieds (70 à 140 t/ha) au sommet et 5 muids tous les 8 pieds (39 à 78 t/ha) dans la vallée (Columelle, *De re rus.*, II, 5), qui sont des taux extraordinairement élevés.

Les sources médiévales et modernes étant plus nombreuses, elles nous offrent un regard sur la diversité des situations des sociétés préindustrielles. L'agriculture moderne est radicalement différente des systèmes antiques, avec une part de plus en plus importante donnée à l'élevage dans

---

[16] Soit par an, soit, si ce n'est pas précisé, par cycle de rotation culturale. L'historien J. Meuvret a adopté une présentation similaire en exprimant la capacité de fertilisation en nombre d'individu « équivalent gros bétail » par unité de surface (Meuvret, 1977, p. 121-144).

[17] Nous utilisons les valeurs suivantes pour calculer le taux de fumier épandu, en plus des données de la note précédente : 1 pied *« pes »* mesure environ 29,5 cm (Jedrzejewski, 2002, p. 77-78) ; 1 pied carré **«** *pes quadratus* **»** mesure environ 875 cm² (Jedrzejewski, 2002, p. 79) ; 1 jugère **«** *iugerum* **»** mesure environ 25,2 ares, soit 2520 m².

18 charretées par jugère correspondent à 127.85 m³ pour 2520 m², soit environ 500 m³/ha.
5 muids tous les 10 pieds correspondent à 43,4 L pour 8,75 m², soit environ 500 m³/ha.
Selon la densité du fumier (500 à 1000 kg/m³), le taux de fumure vaut entre 25 et 50 t/ha.

l'économie française par rapport aux systèmes antérieurs (Antoine *et al.*, 2000, p. 48). Elle peut cependant indiquer une sorte de maximum dans la capacité de production de fumier. Les sources médiévales ne sont pas plus directement utilisables pour parler de fumier antique, car les techniques de préparation du fumier évoluent et les textes médiévaux décrivent des fertilisants qui apparaissent moins divers que dans les sources antiques, avec par exemple une « répugnance » à employer les déchets domestiques et les déjections humaines (Meuvret, 1977, p. 129 ; Jones, 2019, p. 26).

Les agronomes de la fin du XIXe siècle estimaient que la fertilisation devait être assurée par une tête de gros bétail ou 6-10 de petit bétail par hectare, à un taux de 30 t/ha tous les trois ans ou 20 t/ha tous les deux ans. Les grandes enquêtes durant la Révolution française ont permis d'estimer qu'en moyenne sur tout le territoire national, les fermes ne possédaient qu'une capacité de production de fumier d'une demi tête par hectare (en équivalent gros bétail) (Meuvret, 1977, p. 123). Seules les exploitations les plus riches pouvaient atteindre le nombre d'une tête/ha. Dans le pays de Caux, en Normandie, province largement orientée vers l'élevage, les fumures triennales pouvaient s'élever à 27-54 t/ha, tandis qu'en Champagne les fermiers ne disposaient que de 0,20 tête/ha (soit 6 t/ha pour trois ans) (Meuvret, 1977, p. 124). De manière générale, les sources des XVIIe-XVIIIe siècle font état d'un manque global de fumure, en grande partie expliqué par un manque de bétail, justifiant la nécessité de développer l'élevage.

Dans les grands domaines seigneuriaux de l'Artois des XIIIe-XIVe siècle, d'une superficie d'environ 300 ha, possédant plusieurs centaines d'animaux (essentiellement des moutons) et où les rendements céréaliers sont trois fois plus élevés que la moyenne des autres exploitations, la comptabilité seigneuriale mentionne l'épandage de 5 à 8 t/ha, réalisé par trois ou quatre travailleurs en une vingtaine de jours durant l'hiver sur une des trois soles (soit 100 ha/an) (Derville, 1999, p. 150-166). Comme pour la période moderne, la production limitée de fumier est en partie liée au manque de paille pour la garniture des litières, qui était une ressource précieuse et fortement contrôlée par le pouvoir seigneurial (Meuvret, 1977, p. 128 ; Parain, 1979, p. 76 ; Derville, 1999, p. 55-56).

Le taux de fertilisation de 25-50 t/ha, en assolement biennal pour la Méditerranée romaine, calculé ci-dessus d'après les chiffres donnés par Columelle et Pline, peut paraitre relativement élevé pour des élevages qui semblent produire beaucoup moins de fumier qu'actuellement. Avec cette concentration, une exploitation devait compter sur un cheptel de 18 à 71 têtes de petit bétail ou de 2 à 7 de gros par hectare de terre cultivée. Autrement, la surface minimale pour subvenir aux besoins d'une famille, estimée à plusieurs reprises et en différenciant les approches pour le second âge du Fer et la période romaine, devait être de 3 à 5 hectares de cultures céréalières (Ouzoulias,

2006, p. 183 ; Reddé, 2018b, p. 321 ; Malrain, 2020, p. 67). Cette surface aurait nécessité un troupeau de 6-35 bovins pour la fertiliser, ce qui, pour la borne supérieure, parait excessif pour les familles les plus modestes. Sur les sites de l'âge du Fer aux Pays-Bas, la consommation de viande a été évaluée à cinq animaux par an, par site, correspondant à un troupeau d'une douzaine de bovins (Ijzereef, 1981, p. 58). Cela correspond à une taille de cheptel minimale (une dizaine d'individus adultes, plus quelques immatures) pour assurer le renouvellement des troupeaux, d'après les agronomes modernes (Malrain, 2020, p. 67).

Les capacités de fumure des agriculteurs de notre étude devaient être alors en réalité plus faibles que ne le laissent penser les sources antiques (Ouzoulias, 2006, p. 183) et plutôt se rapprocher des taux recensés pour le Moyen Âge ou l'époque moderne (en moyenne autour d'une dizaine de tonnes de fumier par hectare). La fertilisation pouvait dans ce cas passer par des solutions complémentaires comme le parcage, dont les agronomes latins ont longuement parlé. Le taux de fertilisation lié à cette technique est difficilement comparable avec celui du fumier, car le parcage se caractérise dans la grande majorité des cas par l'absence de litières et les volumes et masses ne peuvent s'exprimer sur une même échelle. Quelques ordres de grandeur peuvent néanmoins nous donner une idée de son potentiel. Au XVIIIe siècle, le parcage se fait avec un minimum de 2-8 moutons par hectare (en comptant les périodes hivernales de stabulation produisant du fumier) et pouvant aller jusqu'à plus d'une vingtaine d'animaux dans les grands élevages normands (Meuvret, 1977, p. 133-134). Dans de telles exploitations, une centaine de moutons pouvait fumer quatre hectares pour six ans (Lachiver, 1997, p. 1252). Cependant, on se rend compte que la densité d'animaux parqués est généralement légèrement plus faible que les recommandations pour la production de fumier d'étable (6-10 têtes de petit bétail par hectare), ce qui rejoint l'observation de W. Zimmermann qui mentionnait les plus faibles capacités de fertilisation du parcage par rapport celles de la stabulation (Zimmermann, 1999, p. 305).

7.3.4. Limites dans le transport du fumier

À l'époque moderne, la question des difficultés du transport était soulevée. Le fumier composté, moins volumineux que le fumier frais, était préféré pour l'épandage sur les champs éloignés, car le transport d'un volume de fumier mûr permettait de fertiliser une plus grande surface. Le fumier encore pailleux était destiné aux champs proches de la fumière (Meuvret, 1977, p. 131-132). Dans le cadre de l'agriculture non mécanisée, la quantité de travail nécessaire au transport des charges et les moyens à disposition des agriculteurs étaient un facteur limitant les capacités de fertilisation du domaine agricole.

Pour le transport, Caton recommande aux fermiers de s'équiper d'un panier à fumier et d'un âne avec ses bats[18] pour 100 jugères (environ 25 ha) d'exploitation d'oliveraie ou de vignoble (Caton, *De agr.*, XII, 3 ; XIII, 4 ; Varron, *De re rust.*, I, 19, 3). Lorsque le transport se fait à la main, le jardinier doit charger « lourdement » ses paniers (Columelle, *De re rust.*, X, 1, 83-84). Par ailleurs, sur certains sites, des chemins longeant les espaces agricoles ont pu être identifiés (Besnard-Vauterin, 2009, p. 158 ; Cony, 2017, p. 567). Ils permettent l'accès à des véhicules de transports pour exporter les récoltes et acheminer les fertilisants. Les charges maximales pouvant être déplacées selon le moyen employé sont données dans plusieurs études (Raepsaet, 2002, p. 67, 69 et 278 ; Salač, 2013, p. 504) :

- Transport en panier par un homme : charge de 30-50 kg ;
- Portage en bâts par un âne ou un cheval : 80-100 kg ;
- Portage en bâts par une mule : 150-180 kg ;
- Charriot léger, tracté par une paire d'équidés : 300-600 kg ;
- Charriot lourd, tracté par une paire de bœufs : 500-1000 kg.

La fertilisation d'un hectare de champ avec un taux de fumure de 10 t/ha pourrait se faire en une centaine de trajets avec des bâts, en une vingtaine avec un attelage léger ou en une dizaine avec un attelage lourd. En considérant que la taille et le gabarit des animaux étaient anciennement plus faibles qu'aujourd'hui, leur force devait aussi être inférieure. Les charges listées ci-dessus doivent probablement être revues à la baisse pour les périodes anciennes (Salač, 2013, p. 504), et le nombre de trajets nécessaire devait être d'autant plus grand. Selon les moyens d'équipement de l'exploitation, les possibilités de distances parcourues dans les limites imparties par le calendrier agricole sont plus ou moins grandes. Par exemple, il a été calculé que la quantité de fumier épandue diminuait de 15 %-20 % par kilomètre d'éloignement à la ferme, avec une rupture au-delà d'une heure de transport pour l'agriculture traditionnelle européenne dans les années 1950-1960 (Chisholm, 1962, p. 53).

D'après les cartographies du mobilier archéologique hors-site obtenues par la prospection de trois zones ateliers dans la moitié nord de la France, témoignant de l'épandage de fumiers et de déchets initialement stockés dans les cours de fermes, la proportion de surfaces fertilisées est estimée à 10 %-30 % des surfaces prospectées pour la Protohistoire. La proportion augmente au Haut-Empire (60 %-80 %) puis diminue à l'Antiquité tardive (10 %-60 %), se stabilise au Moyen

[18] La situation en Gaule du Nord est différente. Les ânes et mules sont plutôt absentes des contextes ruraux et participent surtout à l'économie urbaine (Lepetz *et al.*, 2021). Le transport devait sûrement passer par l'utilisation d'attelage de bœufs.

Âge (60 %) et finalement manifeste un usage systématique de la fumure à la période moderne (Poirier, 2014, p. 126). Les distances des zones d'épandage à l'habitat fluctuent chronologiquement dans l'étude du Berry : durant la Protohistoire, la distance maximale moyenne est de 600-800 m. Au Haut-Empire elle passe à 800-1200 m puis à 1200-1800 m durant l'Antiquité tardive, avant de diminuer au Moyen Âge (200-800 m) et de réaugmenter à l'époque moderne (1300 m) (Poirier, 2014, p. 131 et fig. 6). La même dynamique est observée en Touraine.

L'augmentation des surfaces fertilisées et des distances parcourues entre la Protohistoire et l'Antiquité traduirait le passage d'activités agricoles intenses à proximité de l'habitat à une extensification des pratiques culturales, avec une plus grande surface fertilisée (Georges-Leroy *et al.*, 2019, p. 25). Les variations chronologiques ne présument cependant pas des évolutions des taux de fertilisation, ni des surfaces réellement mises en cultures, sachant que les champs non fertilisés ne livrent pas de mobilier hors-site.

7.3.5. Conséquences attendues sur le $\delta^{15}N$ des céréales

Quelques conclusions peuvent être tirées de ces diverses sources. Les capacités de production de fumier du second âge du Fer et de la période romaine semblent limitées et les taux de fumure ne sont en moyenne probablement pas aussi élevés qu'actuellement. Les limitations dues à la somme de travail demandée par le transport montrent que tous les champs ne sont pas tous fertilisés au même niveau. Les champs les plus proches de la ferme ont une plus grande probabilité d'être fumés, ou de recevoir un plus haut taux de fumure.

La fertilisation ne concernait pas uniquement les cultures céréalières, mais aussi toutes les autres productions du domaine : cultures potagères, fourragères et fruitières. La part de fumure dévolue aux prairies et au fourrage est particulièrement conséquente (Caton, *De agr.*, XXXII). Le stock de fumier n'est donc pas uniquement destiné aux céréales et certaines d'entre elles devaient être moins fertilisées que d'autres.

Ainsi, même si l'effet de la fumure s'accumule durant les dizaines d'années de longévité des habitats archéologiques (Fraser *et al.*, 2011, p. 2802), les probables taux de fumure modérés impliquent que les lots de céréales devraient avoir majoritairement des valeurs de $\delta^{15}N$ moyennes, dans la plage 3 ‰-6 ‰. Tous les champs d'une exploitation ne recevaient pas la même quantité de fumier et des contrastes dans les valeurs de $\delta^{15}N$ des différents lots de céréales d'un même site sont attendus, avec des valeurs faibles traduisant l'absence de fertilisation et potentiellement quelques hautes valeurs évoquant un travail du sol plus intensif.

Les enquêtes du XVIIIe siècle montraient des disparités régionales et micro-régionales dans les capacités à produire du fumier, déterminées par des organisations différentes des systèmes de production (avec des régions plus ou moins tournées vers l'élevage par exemple). De même, le régionalisme des systèmes agricoles du second âge du Fer et de la période romaine mis en évidence par l'étude croisée des restes botaniques et zoologiques (Zech-Matterne *et al.*, 2013 ; Lepetz et Zech-Matterne, 2018, p. 334-349) laisse présager des variations géographiques dans l'utilisation de la fumure et dans les valeurs de $\delta^{15}N$.

7.4. Prémices à l'étude de la fertilisation aux algues

Les résultats du rapport C/N et des valeurs de $\delta^{15}N$ indiquent que la carbonisation a affecté les grains d'orge vêtue dans des proportions déjà connues (Nitsch *et al.*, 2015), assurant une certaine qualité pour l'étude de l'arsenic et sa répartition anatomique.

7.4.1. Répartition anatomique de l'arsenic

L'arsenic (mesuré par le rapport $^{75}As^-/^{13}C^-$) n'est pas localisé de manière homogène dans les cellules des grains d'orge (Figure 7-8 et Figure 7-9). Il est présent en très faible quantité dans la couche à aleurone du grain frais. Le signal normalisé est plus fort dans les cellules sous-aleurone et encore plus dans celles de l'endosperme. Cette différence de distribution entre les cellules sous-aleurone et la couche à aleurone a aussi été décrite dans un grain de riz frais (Moore *et al.*, 2010). Dans le grain carbonisé, la différence est moins marquée entre la couche à aleurone et les premières cellules de l'endosperme.

Les corrélations calculées entre les différentes cartes des rapports élémentaires montrent quelques difficultés d'interprétation (Figure 7-10). Moore *et al.* supposent que l'arsenic est associé aux protéines car il est très présent dans les cellules sous-aleurone où ces composants dominent (Moore *et al.*, 2010, p. 440). Cependant, dans nos analyses du grain frais, l'arsenic semble davantage corrélé avec l'oxygène (r=0,49) qu'avec l'azote (0,22) et le soufre (0,38). La corrélation est encore plus forte à l'intérieur de l'endosperme[19] (0,56), où l'arsenic est majoritairement localisé dans les grains d'amidon et très peu dans la matrice protéique (Figure 7-8 centre). La corrélation entre les taux d'oxygène et d'arsenic dans les cellules sous-aleurone du grain frais peut être expliqué par la présence de nombreuses amorces de grains d'amidon. À l'inverse, dans le grain carbonisé, l'arsenic

[19] Moore *et al.* n'ont pas analysé de manière comparable cette région anatomique.

est davantage corrélé avec les marqueurs des protéines dans les cellules sous-aleurones (0,56 et 0,53, pour l'azote et le soufre, respectivement). L'oxygène y est peu présent, car cette zone particulière contient moins de grains d'amidon en formation. Les protéines occupent donc l'essentiel de la surface et expliquent l'homogénéité de la distribution de l'arsenic, par rapport aux agrégats du grains frais. Dans la couche à aleurone, le signal de l'arsenic est trop faible pour observer une distribution particulière dans le grain frais. Pour le grain carbonisé, en dépit de quelques artefacts lié au relief au niveau des granules de phytates et des parois dégradées des cellules, l'arsenic semble associé aux protéines.

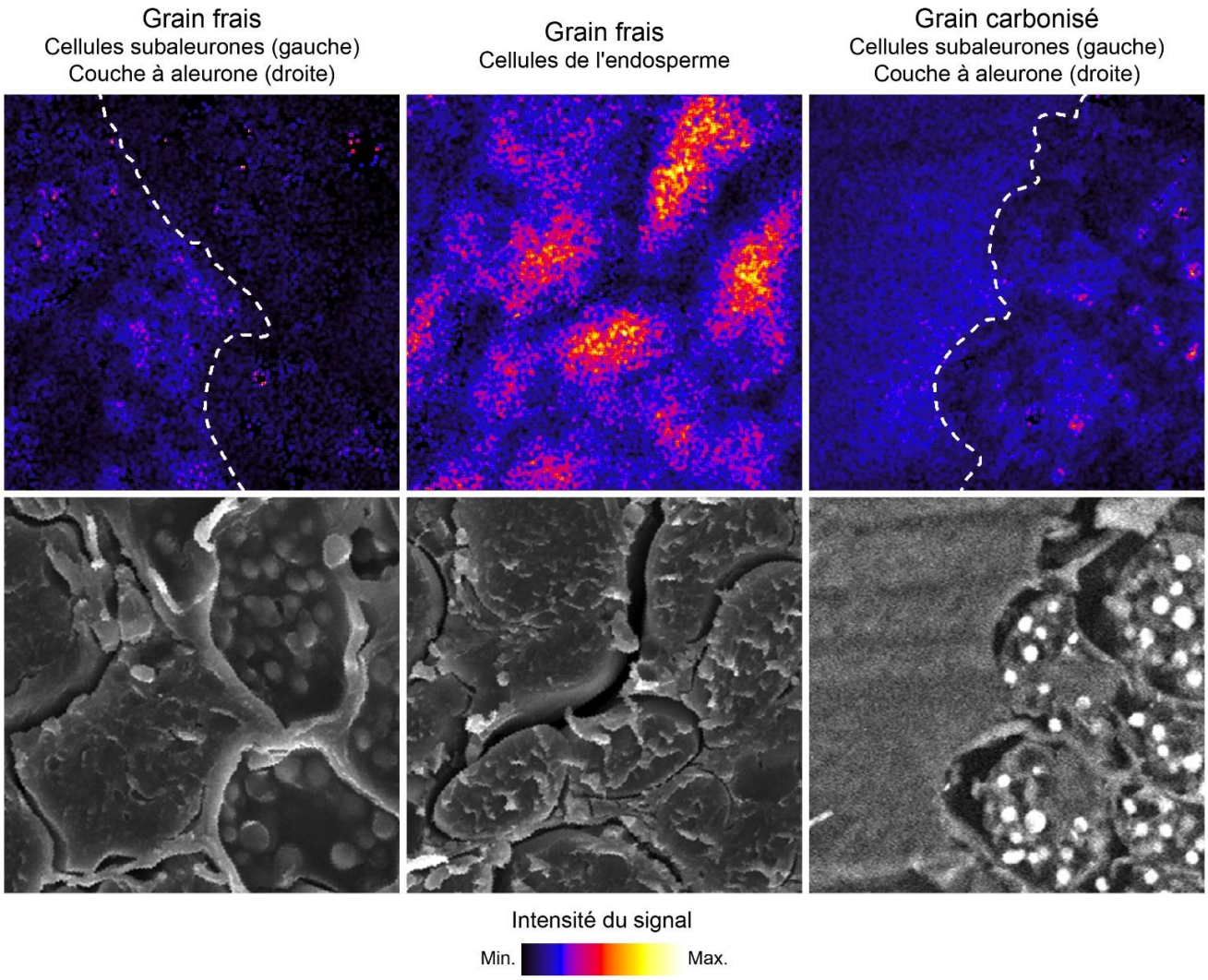

Figure 7-8 Cartes du rapport $^{75}As^{-}/^{13}C^{-}$ des deux grains d'orge vêtue.
Lissage : 5 pixels. Taille de raster : 45 µm.

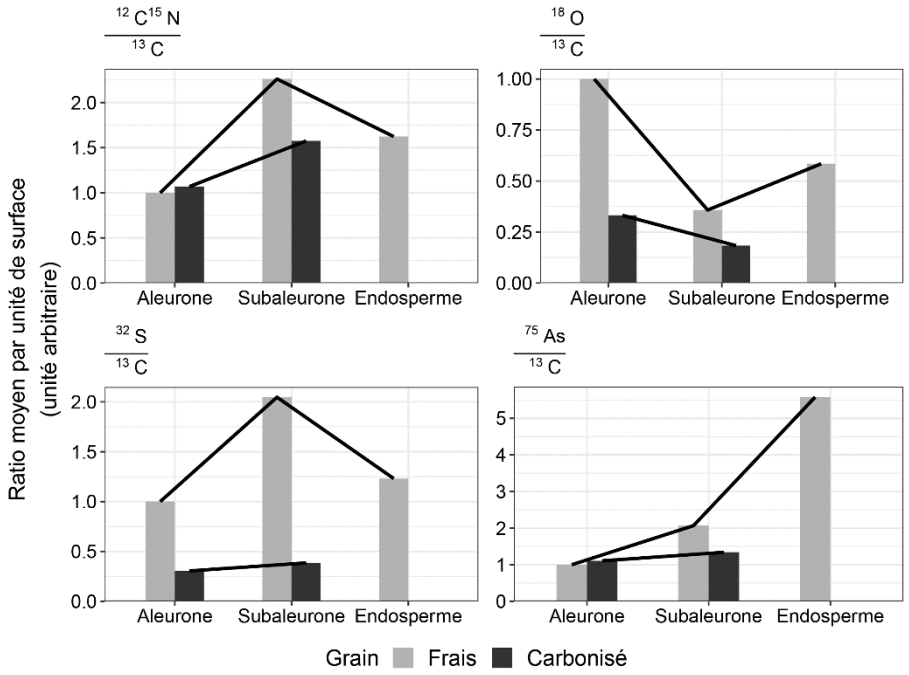

Figure 7-9 Répartition des rapports élémentaires par région d'intérêt pour les grains d'orge vêtue frais et carbonisés. Les rapports sont normalisés sur celui de la couche à aleurone du grain frais (base 1).

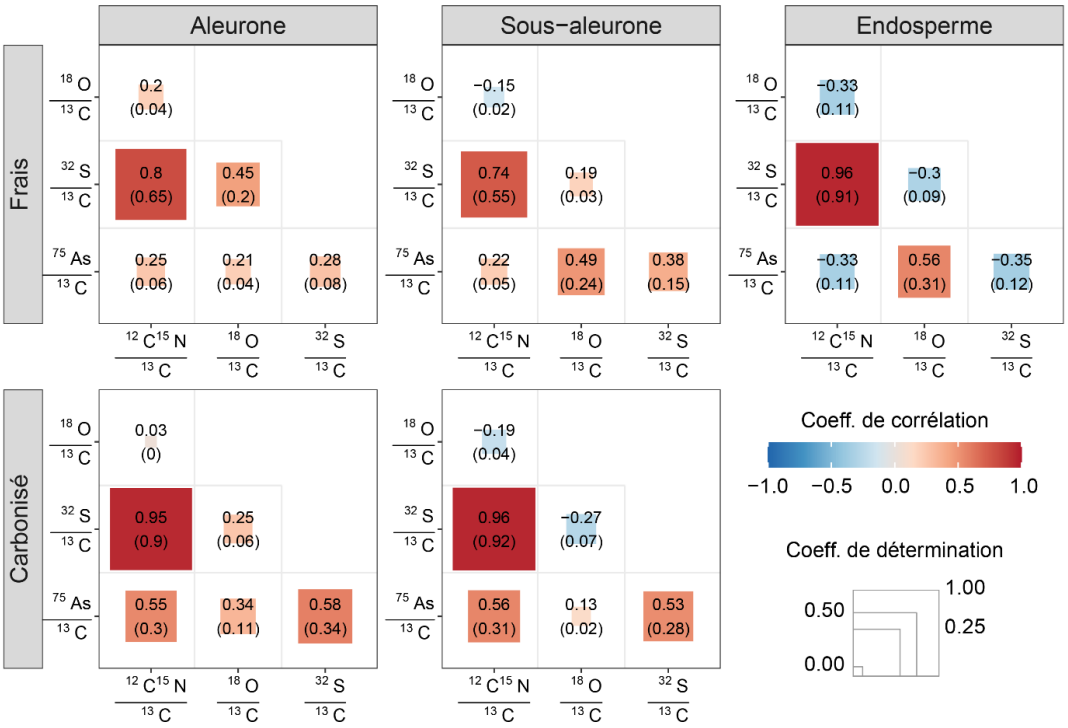

Figure 7-10 Matrices des corrélations entre les cartes de rapport élémentaire, pour chaque région d'intérêt et pour les grains d'orge vêtue frais (ligne du haut) et carbonisé (bas). Texte : coefficient de corrélation r (coefficient de détermination R^2)

7.4.2. Synthèse et perspectives pour l'étude de la fertilisation aux algues

La fertilisation aux algues brunes enrichit les sols et les céréales en arsenic et en ^{15}N (Blanz *et al.*, 2019). Les effets de la carbonisation sont désormais bien connus sur la composition isotopique en azote des grains, et nous avons essayé de comprendre leurs conséquences sur les teneurs en arsenic. Ces dernières augmentent avec la carbonisation, tandis que le rapport As/N reste globalement constant, indépendamment des conditions de durée et d'oxygénation. La combinaison des valeurs de $\delta^{15}N$, des teneurs en arsenic et du rapport As/N possède le potentiel requis pour identifier des pratiques de fertilisation aux algues à partir de céréales carbonisées issues de sites archéologiques littoraux. Des nouvelles cultures expérimentales sont à prévoir pour augmenter le nombre d'échantillons et confirmer ces premières observations.

La cartographie de l'arsenic par NanoSIMS a rencontré quelques limites, dont aucune n'est insurmontable. La teneur en arsenic des grains d'orge vêtue fertilisés étant relativement faible, ce choix instrumental n'était pas le plus adapté à cause des limites de détection. Le signal de l'arsenic enregistré est très faible et n'offre pas une garantie de qualité suffisante. L'étude de Moore *et al.* (2010) n'avait pas rencontré ce problème car des grains de riz artificiellement enrichis en arsenic avaient été utilisés (100 ppb, contre les 30-50 ppb des grains d'orge écossais). La configuration expérimentale pourrait être améliorée : en analysant une zone plus petite que les cartes acquises (48×48 µm), la puissance du faisceau d'ions incident aurait été plus importante et le signal de l'arsenic d'autant plus élevé. D'autres méthodes d'analyse pourraient être préférées, telles que la microfluorescence X (µXRF) qui, au détriment de la résolution spatiale, atteint une meilleure sensibilité de détection. L'imagerie par µXRF ne permet pas les analyses à l'échelle subcellulaire, mais offre la possibilité de distinguer les éléments traces localisés en périphérie du grain, de ceux situés dans l'endosperme (Figure 7-11 et Figure 7-12). Les grains de céréales, en tant que matériaux biologiques, présentent de nombreux reliefs qui gênent l'acquisition du signal. Sur les cartes ci-dessus, les zones sans matière (fissures, décollement des parois cellulaires) n'ont pas été masquées, ce qui affecte leur étude quantifiée (Figure 7-9 et Figure 7-10). À l'avenir, un traitement des images devra être réalisé en amont pour ignorer ces portions de surface.

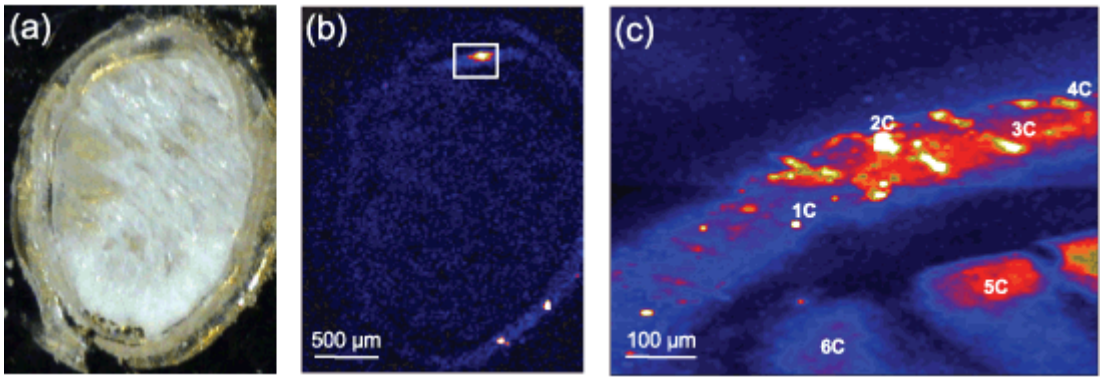

Figure 7-11 Carte élémentaire de l'arsenic par microfluorescence X d'une coupe transversale de caryopse de riz (Lombi *et al.*, 2009, fig. 3).

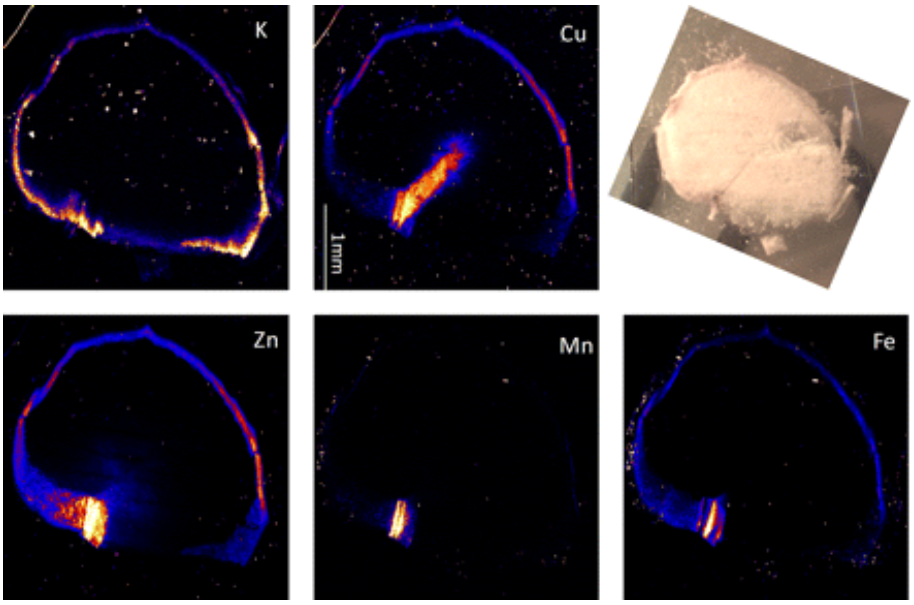

Figure 7-12 Cartes élémentaires de micronutriments (K, Cu, Zn, Mn et Fe) par microfluorescence X d'une coupe transversale de caryopse d'orge (Lombi *et al.*, 2011, fig. 5).

Quelques informations peuvent tout de même être tirées des analyses NanoSIMS. La répartition de l'arsenic n'est pas homogène dans les caryopses et semble suivre la structure anatomique. L'arsenic est présent en plus grande concentration dans l'endosperme que dans les cellules à aleurone, à l'instar de ce qui a été observé sur des grains de riz (Moore *et al.*, 2010). L'effet de la carbonisation sur la répartition de l'arsenic n'est pas encore clair et de nouvelles analyses en plusieurs endroits du caryopse (au niveau de sa périphérie et à l'intérieur de l'endosperme) devront être menées pour poursuivre sa caractérisation.

Une prochaine étape de l'étude sera l'exposition d'échantillons de grains carbonisés à des sols riches en arsenic (par enfouissement), comme cela a pu être testé pour l'étude du strontium (Styring

et al., 2018a). Les teneurs en arsenic et rapports As/N seront suivis par Q-ICP-MS et IRMS pour mesurer les potentielles contaminations post-enfouissement. Des cartographies de ces nouveaux grains devront aussi être réalisées pour évaluer les changements dans la répartition anatomique de l'arsenic, dans le but d'établir des critères de discrimination entre une répartition de l'arsenic fixé durant la croissance de la plante et qui puisse être différenciée d'éventuelles pollutions survenues après la mise en place des couches archéologiques.

CHAPITRE 8 : GESTION DE LA FERTILITÉ DES CHAMPS AU SECOND ÂGE DU FER ET À LA PÉRIODE ROMAINE EN GAULE

Après avoir vérifié la validité des analyses isotopiques que nous avons réalisés sur les céréales archéologiques et établit à partir du collagène osseux de cerf que les valeurs de $\delta^{15}N$ de la flore non fertilisée pouvaient s'évaluer sur une base commune sur l'ensemble du territoire de la thèse, nous abordons dans ce chapitre les pratiques agricoles des agriculteurs gaulois en débutant par une indication sur le niveau d'intensité de l'apport de matières fertilisantes qui répond aux questions soulevées dans la partie 7.3. Les variations de valeurs de $\delta^{15}N$ des céréales archéologiques sont ensuite explorées chronologiquement, géographiquement et en fonction des espèces, et ce, à différentes échelles d'analyse. Nous finissons cette thèse en présentant les problématiques de l'utilisation de la compositions isotopique en carbone dans notre région d'étude.

8.1. Intensité de la fertilisation

8.1.1. Discrimination des niveaux d'intensité de fumure à partir des valeurs de $\delta^{15}N$ des céréales expérimentales

Pour attribuer un niveau de fumure aux lots de céréales archéologiques, nous avons réalisé une régression logistique ordinale, calculée sur les mesures des grains issus des stations expérimentales de long terme d'Europe tempérée (Fraser *et al.*, 2011). Les données de ce référentiel sont relativement bien équilibrées, avec 25 échantillons de céréales issus de parcelles non fertilisées, 19 échantillons ayant reçu une fumure modérée (10-15 t/ha/an) ou ancienne (abandonnée depuis plusieurs dizaines d'années) et 18 relevant d'une fumure intense (35 t/ha/an). Les valeurs de $\delta^{15}N$ se recouvrent légèrement entre les niveaux d'intensité de fumure (Figure 8-1), mais le modèle a un

taux de succès de classement par validation croisée de 90,3 % (IC 95 % : 80,1 %-96,4 %) : en moyenne, 56 des 62 échantillons sont correctement classés. Même si elle est plus couramment utilisée en archéologie que la régression logistique, la méthode de l'analyse discriminante obtient des performances inférieures, avec un taux de succès de 83,9 % (IC 95 % : 72,3 %- 92,0 %) et n'est pas retenue pour la suite de l'analyse.

Une rupture apparait dans la distribution de la probabilité *a posteriori* du classement, au niveau de 0,75. Bien que cela soit arbitraire, nous choisissons cette valeur comme seuil pour accepter ou non le classement des valeurs de $\delta^{15}N$ (Figure 8-2). Un niveau de fumure attribué à un lot de céréale avec une probabilité supérieure ou égale à 0,75 sera accepté, tandis que, sous ce seuil, le classement sera incertain. Ainsi, 75,8 % des échantillons expérimentaux sont bien classables en niveaux de fumure et 24,2 % ne le sont pas, à cause du recouvrement des valeurs de $\delta^{15}N$.

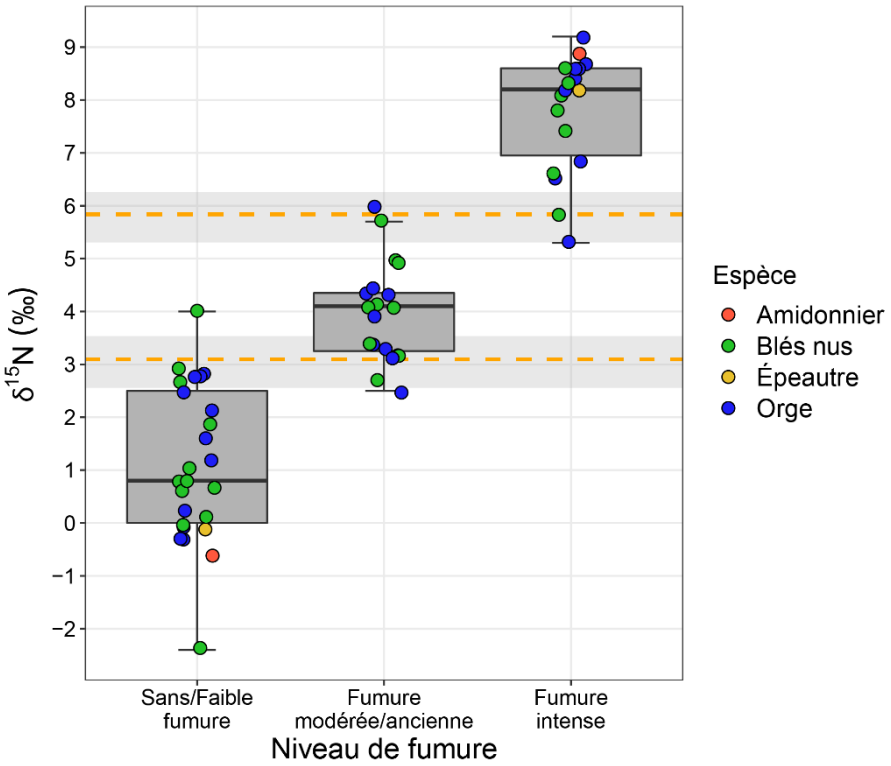

Figure 8-1 Composition isotopique en azote des céréales expérimentales groupées par niveau d'intensité de fumure. Les lignes pointillées oranges sont les seuils modélisés par la régression logistique ordinale et les bandes grises représentent les intervalles d'incertitude. Données issues de Fraser *et al.* (2011).

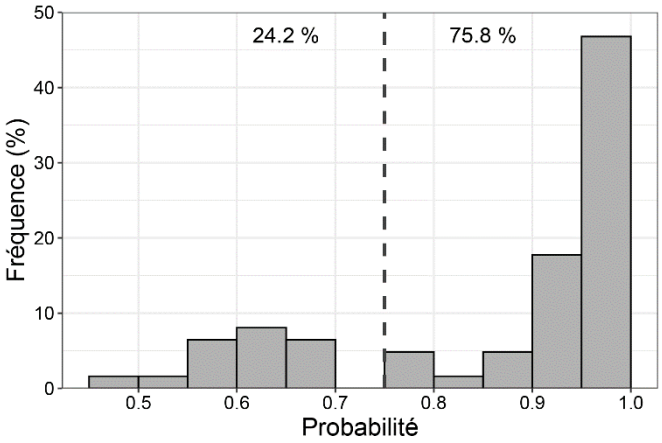

Figure 8-2 Histogramme des probabilités *a posteriori* du classement basé sur les valeurs de $\delta^{15}N$ des données expérimentales (N=62). Le pourcentage d'échantillons avec une probabilité *a posteriori* supérieure ou inférieure au seuil d'acceptabilité de 0,75 (ligne pointillée) est donné en haut de la figure. Ce pourcentage peut être compris comme la proportion d'échantillons classables et inclassables.

La régression logistique ordinale donne les valeurs seuils de $\delta^{15}N$ égales à 3,09 ‰ et 5,84 ‰ discriminant les niveaux d'intensité de fumure (Figure 8-1), très proches des valeurs référentielles de 3 ‰ et 6 ‰ (Fraser *et al.*, 2011 ; depuis Bogaard *et al.*, 2013). Le seuil de probabilité de 0,75 défini des plages de valeurs de $\delta^{15}N$ qui ne permettent pas de classer les échantillons dans l'un ou l'autre des niveaux de fumure. L'intervalle d'incertitude entre l'absence de fumure et la fumure modérée ou ancienne est compris entre 2,56 ‰ et 3,53 ‰. L'intervalle entre 5,31 ‰ et 6,26 ‰ ne permet pas de différencier une fumure modérée d'une fumure intense. La borne séparant le niveau « Fumure modérée » des valeurs inférieures (3,53 ‰) est proche de la valeur seuil définie par l'alimentation des cerfs archéologiques du nord de la France (3,35 ‰ ; voir partie 7.2). Ces deux méthodes sont donc concordantes. Ainsi, les lots de céréales livrant des valeurs de $\delta^{15}N$ supérieures à 3,53 ‰ ont très vraisemblablement été fertilisés (Tableau 8-1). Comme le recouvrement des valeurs de $\delta^{15}N$ des données expérimentales le montre, l'attribution d'un lot de céréales à un niveau de fumure reste indicative, même si l'introduction des bandes d'incertitude permet de relativiser en partie le classement.

Tableau 8-1 Valeurs de $\delta^{15}N$ des niveaux d'intensité de fumure, d'après les deux méthodes employées.

Niveau de fumure (d'après la régression logistique)	Plages de valeurs de $\delta^{15}N$ (‰)	Niveau de fumure (d'après l'alimentation des cerfs)	Plages de valeurs de $\delta^{15}N$ (‰)
Sans ou faible fumure	≤ 2,56	Sans fumure	≤ 3,35
Incertitude	]2,56 ; 3,53]		
Fumure modérée ou ancienne	]3,53 ; 5,31]	Fumure	> 3,35
Incertitude	]5,31 ; 6,26]		
Fumure intense	> 6,26		

8.1.2. Classement des lots de céréales archéologiques en niveaux de fumure

La régression logistique ordinale a ensuite servi comme modèle prédictif pour les lots de céréales archéologiques. La distribution des résultats est donnée dans le Tableau 8-2 et la Figure 8-3. La part de lots archéologiques non fertilisés s'élève à 19,4 % (N=24). Les lots témoignant d'un usage de fumier sont au nombre de 74 (59,6 %), la majorité se trouvant dans la classe « Fumure modérée » (43,5 %, N=54), et une moindre partie dans la classe « Fumure intense » (10,5 %, N=13), avec quelques lots à l'interface entre ces deux niveaux d'intensité (5,6 %, N=7). Une part importante des lots présentent des valeurs de $\delta^{15}N$ intermédiaires entre une absence de fumure et une fumure modérée (21,0 %, N=26), ce qui tendrait à indiquer que les taux de fumure devaient être de manière générale relativement faibles pour les périodes étudiées.

Tableau 8-2 Effectif des lots de céréales archéologiques (N=124), classés par niveaux d'intensité de fumure.

Niveau de fumure	N	Fréquence	
Sans ou faible fumure	24	19,4 %	
Incertitude absence/modérée	26	21,0 %	
Fumure modérée ou ancienne	54	43,5 %	59,6 %
Incertitude modérée/intense	7	5,6 %	
Fumure intense	13	10,5 %	

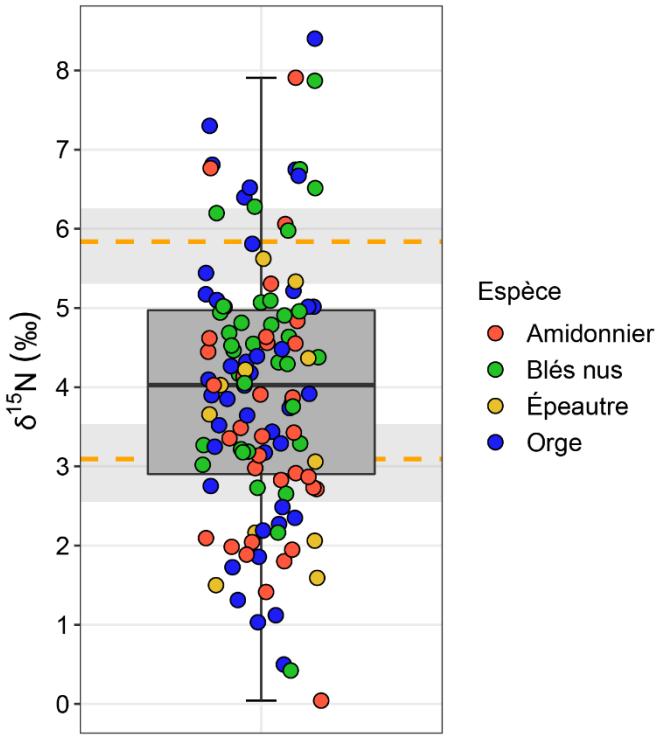

Figure 8-3 Composition isotopique en azote des lots de céréales archéologiques (N=124). Les lignes pointillées oranges sont les seuils modélisés par la régression logistique ordinale et les bandes grises représentent les intervalles d'incertitude.

L'enquête de Dreslerová *et al.* (2021) recense une dizaine d'études ayant publié des valeurs de $\delta^{15}N$ de céréales (orge vêtues et blés) du Néolithique au Moyen Âge en Europe[20]. De manière générale, les hautes valeurs de $\delta^{15}N$ sont plus courantes à partir du IIe millénaire avant notre ère, où plus de 25 % des valeurs relèvent de la fumure intense (Figure 8-4). Parmi les quelques études qui n'ont pas été utilisées par Dreslerová *et al.* (2021), certaines méritent d'être mentionnées. Sur un corpus de 51 grains issus de contextes des premiers siècles après l'arrivée des sociétés d'agriculteurs au Pays de Galles (4000-3400 avant notre ère), 90% de grains de céréales n'ont pas été fertilisés, contrastant fortement avec les autres études européennes de la période (Treasure *et al.*, 2019, p. 211-212). Sur l'ensemble du corpus consulté, toutes périodes confondues, l'étude de Treasure *et al.* est celle qui relate le plus de valeurs de $\delta^{15}N$ très basses (< 0‰). Par contraste, les premières sociétés agricoles du sud de la France semblent avoir largement utilisé la fumure (29 grains analysés), avec de très hautes valeurs de $\delta^{15}N$ (entre 8 ‰ et 12 ‰) atteintes dès le Néolithique ancien (contextes du Cardial), puis au Néolithique moyen (Chasséen récent) (Gavériaux *et al.*, 2021).

[20] Nous avons estimé qu'il s'agissait de la moitié des études publiées sur cette région du monde à ce jour. Toutes les publications ne mettant pas à disposition les tableaux de valeurs complets, elles n'ont pas été intégrées par Dreslerová *et al.*

Durant la Protohistoire et l'Antiquité à Stanwick en Angleterre (1400 avant notre ère–400 de notre ère, 41 échantillons), plus des deux tiers des céréales ont reçu une fumure modérée et plus de 20 % une fumure intense. Sur le site urbain de Lattes-*Lattara* (Hérault, 500–400 avant notre ère), toutes les céréales sont fertilisées (44 lots de céréales), avec 40 % de fumure intense (Alagich *et al.*, 2018). Sur l'habitat fortifié de hauteur daté du second âge du Fer de Danebury en Angleterre (470–50 avant notre ère), la moitié des 35 grains analysés relèvent de l'absence de fumure, et l'autre moitié de fumure modérée. Autour du site d'Uppåkra en Suède entre 500 av. notre ère et 1000 de notre ère (40 lots de céréales), la fumure est systématique et les deux tiers des céréales ont été fumées intensément (Larsson *et al.*, 2019). Il en est de même à Stafford en Angleterre (800–1200 de notre ère) où toutes les céréales sont fertilisées, dont les trois quarts de manière intensive (Hamerow *et al.*, 2020).

Ainsi, on voit, à partir des différentes études publiées couvrant les périodes du Néolithique ancien au second Moyen Âge en Europe, que la grande majorité des sociétés agricoles s'appuient sur la pratique de la fertilisation des champs. Il y a évidemment des variations locales, avec des habitats qui utilisent moins de fumure que d'autres, mais la tendance globale semble être à l'apport de fumier à des taux modérés à intenses. En comparaison, les lots de céréales que nous avons analysés (datés entre 500 avant notre ère et 500 de notre ère) ont des valeurs légèrement plus faibles et une moindre proportion de fumure intense que dans les autres études contemporaines (Figure 8-5). La diversité des situations environnementales, mais avant tout, d'organisation sociale et technique des systèmes agricoles à travers l'espace et le temps expliquent ses variations dans les valeurs de $\delta^{15}N$ à l'échelle globale. Dans la suite de notre exposé, nous tenterons d'éclairer les résultats que nous avons obtenus à l'échelle de la France du Nord, puis par contexte plus restreint, par région et, pour certains, par site.

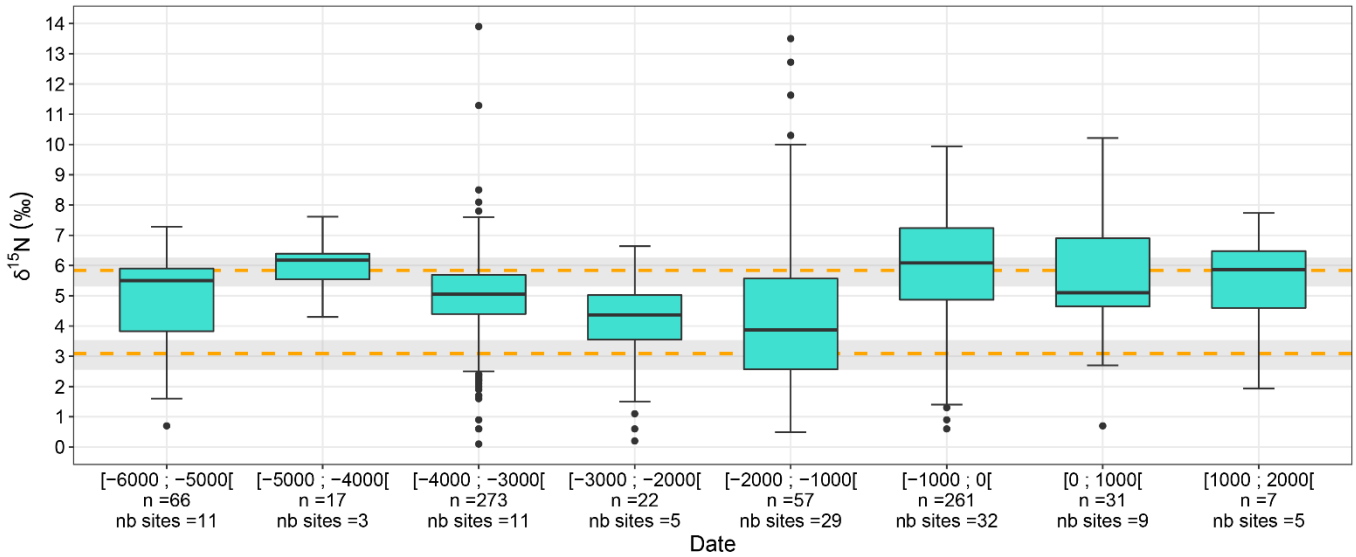

Figure 8-4 Distribution des valeurs de $\delta^{15}N$ de céréales par millénaire (n=731), issus de quelques études de sites archéologiques européens (d'après Dreslerová *et al.*, 2021, tab. ESM1). Les lignes pointillées oranges sont les seuils modélisés par la régression logistique ordinale et les bandes grises représentent les intervalles d'incertitude.

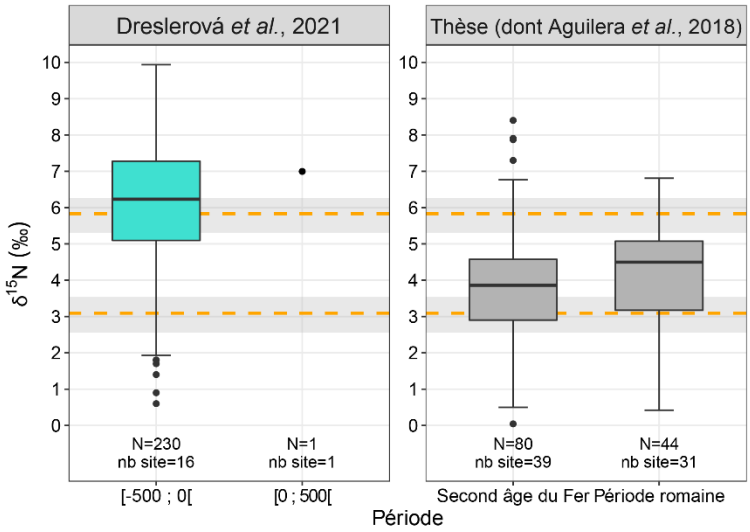

Figure 8-5 Distribution des valeurs de $\delta^{15}N$ de céréales contemporaines de la thèse, issus de quelques études de sites archéologiques d'Allemagne, d'Angleterre, du Danemark et de Tchéquie (d'après Dreslerová *et al.*, 2021, tab. ESM1).

8.1.3. Première interprétation des résultats

Pour la suite de la discussion, la Figure 3-2 rappelle la localisation des zones géologiques étudiées.

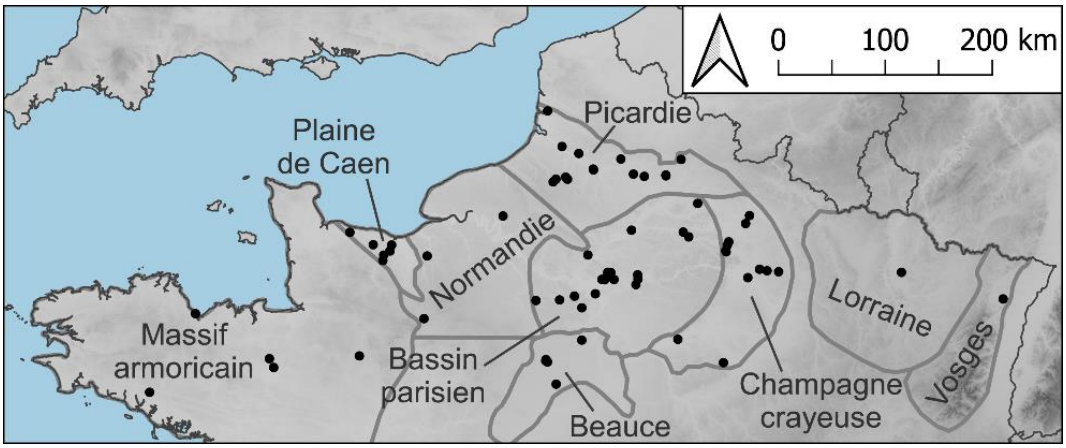

Figure 8-6 Carte des zones géographiques étudiées. Les points noirs localisent les 68 sites archéologiques mobilisés.

Trois analyses factorielles des correspondances (AFC) ont été réalisées pour voir les associations entre les niveaux d'intensité de fumure attribués grâce au classement par régression logistique ordinale des 124 lots de céréales archéologiques et les (i) zones d'origine (Figure 8-7), (ii) le siècle (Figure 8-8) et (iii) l'espèce (Figure 8-9). Sur ces figures, les points colorés représentent la position des niveaux de fumure et les points noirs, celle de la deuxième variable étudiée.

Pour la première AFC (Figure 8-7 Niveau de fumure et zone), les dimensions 1 et 2 expriment 86,8 % de la variance. L'axe 2 oppose les lots témoignant de faibles niveaux de fumure (valeurs négatives de l'axe) et les niveaux plus hauts (valeurs positives). La Champagne crayeuse est associée à l'absence de fumure. Le Massif armoricain et la Beauce sont caractérisés par une fumure modérée. En Normandie et dans l'Est, les taux de fumures tendent à être plus élevés. La Plaine de Caen, le centre du Bassin parisien et la Picardie se positionnent au centre du plan et leurs lots se répartissent entre plusieurs niveaux d'intensité de fumure. En Champagne, la moitié des lots n'ont pas été fumés (N=7/14). Dans la Beauce, 72 % des lots sont fumés (N=18/25, dont 16 en fumure modérée). Dans le centre du Bassin parisien, la fumure concerne 66 % de lots (N=27/41), dont 17 % sont classés en fumure intense (N=7/41), soit plus qu'ailleurs.

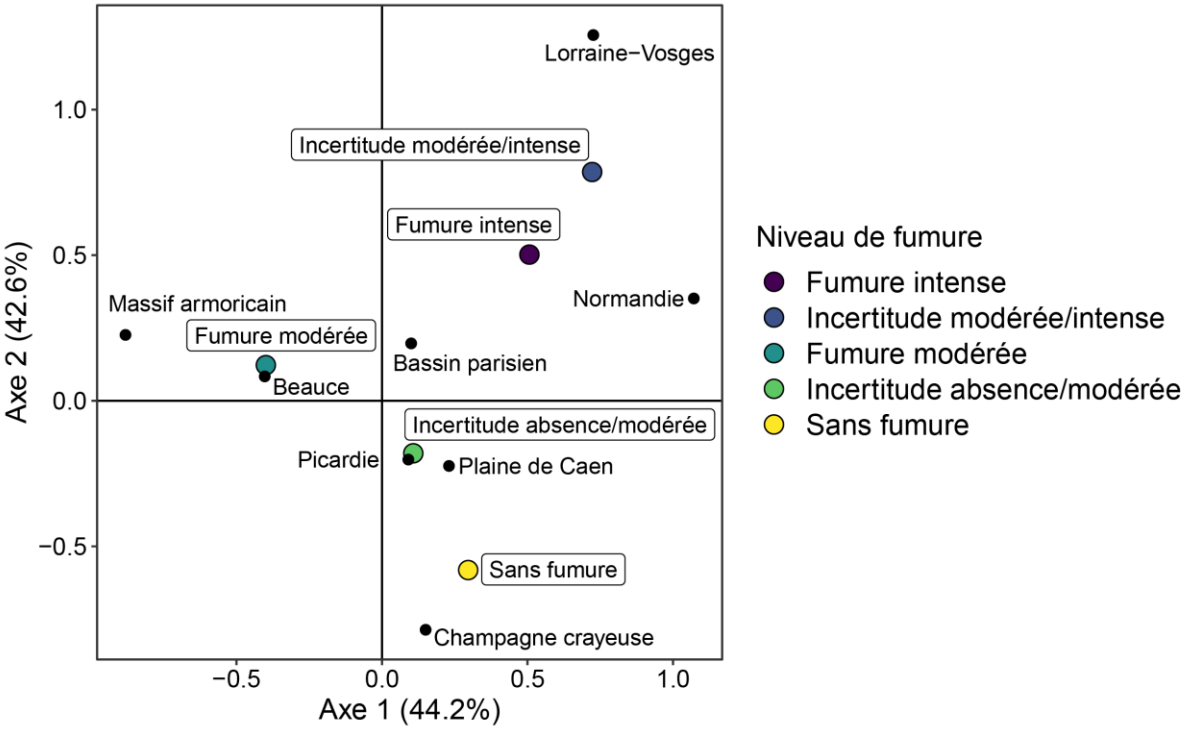

Figure 8-7 Analyse factorielle des correspondances des niveaux d'intensité de fumure et des zones géographiques (N=124).

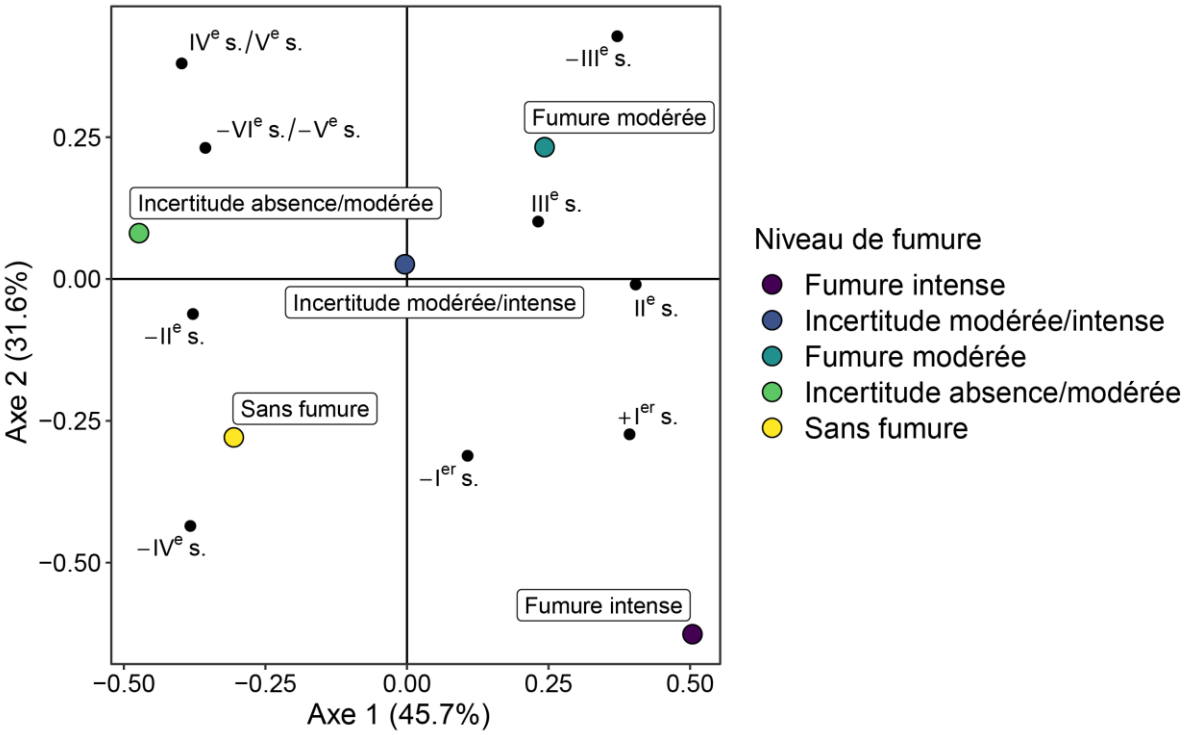

Figure 8-8 Analyse factorielle des correspondances des niveaux d'intensité de fumure et des siècles (N=124).

L'AFC des niveaux d'intensité de fumure par siècle (Figure 8-8) représente 77,3 % de la variance du jeu de données sur les dimensions 1 et 2. L'axe 1 oppose les faibles niveaux de fumure (valeurs négatives de l'axe) et les lots fumés (valeurs positives). Les premiers siècles du second âge du Fer et de la fin de l'Antiquité se retrouvent associés aux plus faibles niveaux de fumure. À partir du IIIe siècle avant notre ère, les taux de fumure augmentent jusqu'au début de l'Antiquité tardive. Cependant, les lots du IIe siècle avant notre ère sont associés aux faibles taux de fumure car les valeurs de $\delta^{15}N$ commencent à se disperser à partir de ce siècle (voir partie 8.3). La répartition des taux de fertilisation change légèrement entre le second âge du Fer et la période romaine, avec une part un peu plus importante laissée aux céréales fertilisées (55 % N=44/80 et 68 % N=30/44, respectivement).

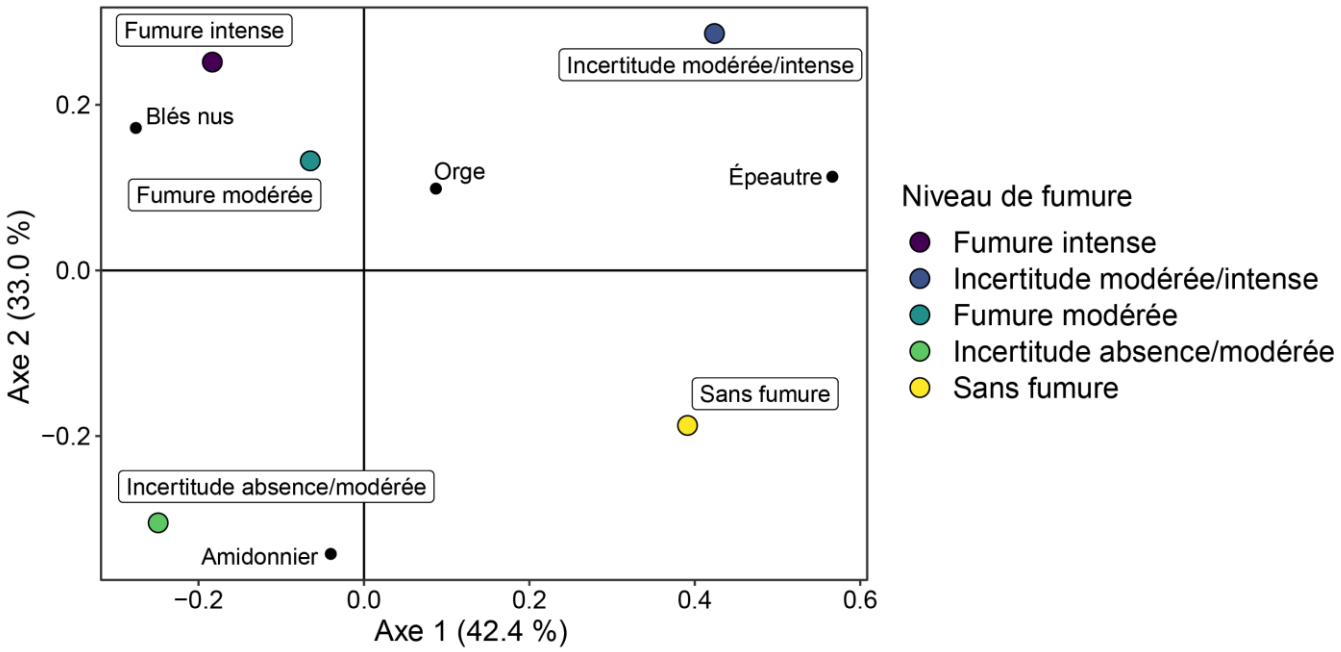

Figure 8-9 Analyse factorielle des correspondances des niveaux d'intensité de fumure et des espèces (N=124).

La dernière AFC projette les niveaux de fumure et les espèces sur les dimensions 1 et 2 (75,4 % de la variance) (Figure 8-9). L'axe 2 oppose les faibles niveaux de fumure (valeurs négatives de l'axe) et les niveaux plus hauts (valeurs positives). Par son association avec les faibles taux de fumure, l'amidonnier se démarque des autres espèces, qui sont plus souvent fumées. Les blés nus sont plus associés aux fumures intenses. Dans l'ensemble, les blés nus ont été un peu plus souvent fumés que les autres espèces (71,4 % des lots, N=25/35). L'orge vêtue et l'épeautre sont fertilisés dans 62 % des cas (N=26/42 et N=8/13, respectivement), tandis que seuls 44,1 % (N=15/34) des lots d'amidonnier reflètent un usage de fumure. Les lots d'amidonnier se répartissent de manière

équilibrée entre absence de fumure (N=8/34), fumure modérée (N=12/34) et valeurs intermédiaires entre ces deux classes (N=11/34). Les blés nus ont des valeurs de $\delta^{15}N$ un peu plus élevées, qui se classent majoritairement en fumure modérée (N=19/35). L'épeautre a plutôt été fumé modérément (N=6/13), ou n'a pas été fertilisé (N=4/13). L'orge vêtue se retrouve dans tous les niveaux de fumure, et majoritairement en fumure modérée (N=17/42).

Ces analyses nous indiquent que les différences de niveaux d'intensité de fumure des lots de céréales sont structurées par des variations régionales, chronologiques et spécifiques. Ces tendances globales sont à prendre avec précaution à cause de biais dans la composition du corpus. Comme présenté dans la partie 3.2.1, les lots d'amidonnier et d'orge vêtue sont proportionnellement plus nombreux pour le second âge du Fer, tandis que les blés nus ont plus été échantillonnés que l'amidonnier à la période romaine. Ainsi, les taux de fumure plus faibles de l'âge du Fer sont dus à la part importante de l'amidonnier pour cette période, et inversement à celle des blés nus pour la période romaine. Les différences de pratiques entre régions sont aussi un facteur difficile à prendre en compte, car la plupart des zones ne sont représentées que par des lots datés en majorité d'une seule période. Il est ainsi difficile de séparer différences régionales et différences chronologiques.

Les Figure 8-11 et Figure 8-10 montrent la distribution des lots par espèces, séparés par période, afin de se départir en partie du biais d'échantillonnage. Elles confirment dans une certaine mesure des observations plus globales. Le nombre de lots fumés augmentent entre l'âge du Fer et la période romaine pour l'amidonnier (de 40 % N=10/25 à 56 % N=5/9) et les blés nus (de 59 % N=10/17 à 83 % N=15/18). Durant le second âge du Fer, les lots d'amidonnier reçoivent plus souvent de fumure dans la Beauce et le Massif armoricain. Les lots d'orge vêtue se répartissent entre les trois niveaux d'intensité de fumure. Des déséquilibres régionaux sont notés pour cette espèce, qui est moins fertilisées en Champagne crayeuse au second âge du Fer, et où les hautes intensités de fumure sont localisées dans le Bassin parisien durant la période romaine. Le nombre de lots d'épeautre est trop réduit pour percevoir des différences.

La description globale que nous venons de faire montre que la fertilisation des champs était utilisée sur tout le territoire étudié, majoritairement à des taux relativement modérés, voire faibles. La large étendue des valeurs de $\delta^{15}N$ des lots (de 0,04 ‰ à 8,40 ‰) manifeste une diversité des apports de fumure et d'histoire des champs. Des différences de pratiques semblent avoir existé entre régions et périodes, où les différentes espèces de céréales ont pu être cultivées sur des sols plus ou moins enrichis. Ci-après, nous analysons ces résultats en changeant d'échelle spatiale et chronologique pour saisir la complexité des systèmes de fertilisation.

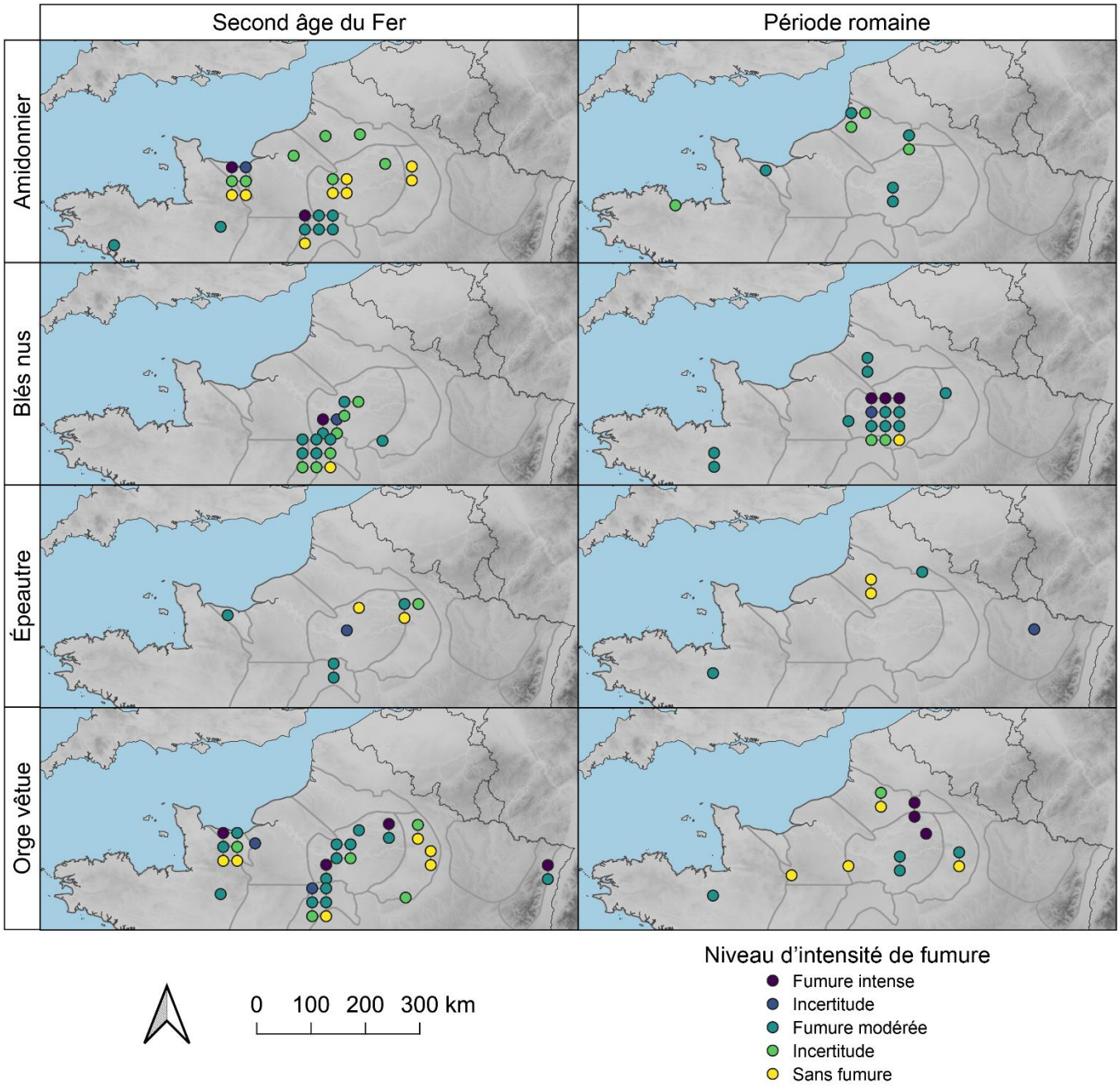

Figure 8-10 Distribution géographique des lots de céréales archéologiques par espèce et par période.

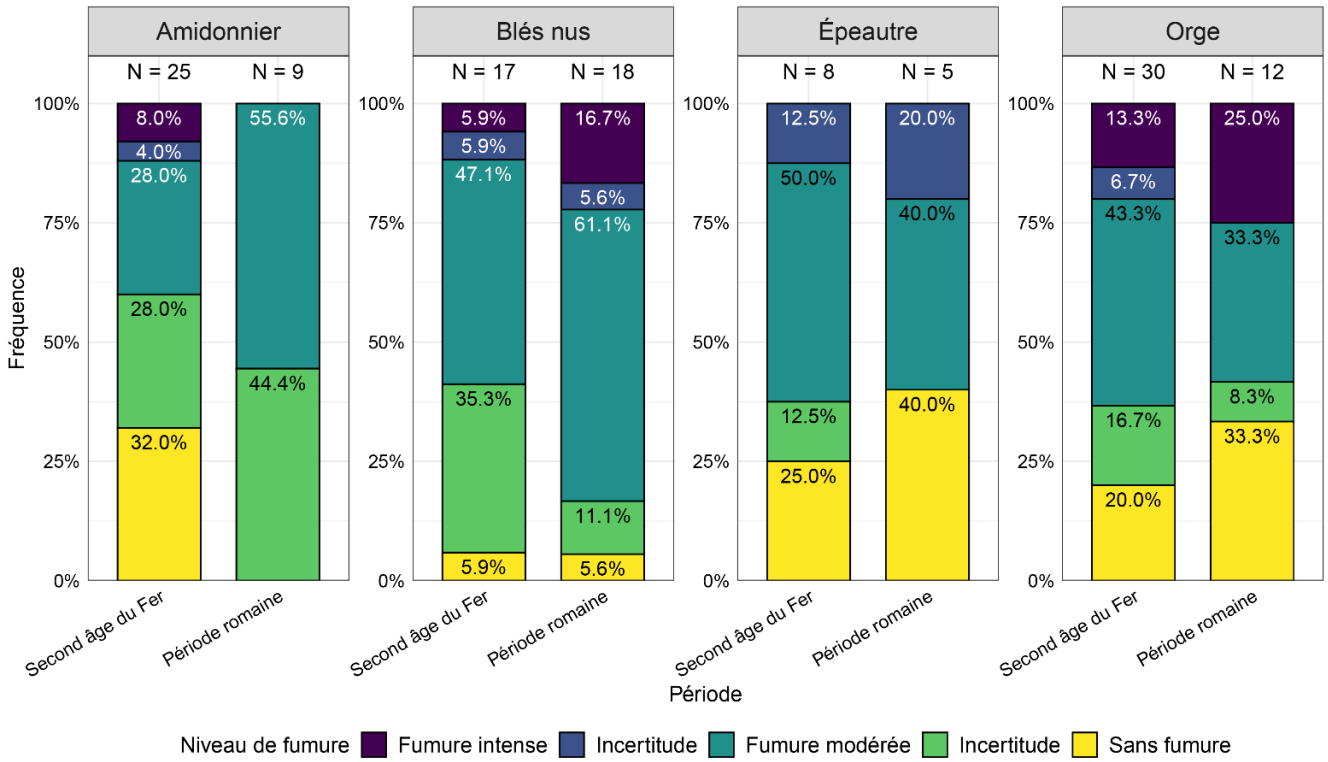

Figure 8-11 Fréquence des niveaux de fumure par espèce et par période. Les fréquences se lisent ainsi : 32 % (N=8/25) des lots d'amidonnier datés du second âge du Fer sont dans la classe « Sans fumure ».

8.2. Différences entre les céréales d'un même contexte

L'analyse des différences de traitement entre les espèces identifiées ci-dessus est basée sur l'agrégation de tous les résultats à l'échelle de l'ensemble de la zone d'étude. Nous regardons ici les différences entre les espèces qui ont été conservées dans un même assemblage carpologique, afin d'identifier des traitements particuliers pour des céréales contemporaines issues d'un même terroir. Les lots de céréales étudiés sont majoritairement issus de structures de stockage en position secondaire et sont qualifiables de résidus de stocks remaniés. Les récoltes de céréales ont été nettoyées à des degrés divers, puis stockées durant un certain temps (de une à quelques années) (Multon et Sigaut, 1982, p. 1160-1161 ; Gransar, 2002, p. 48) avant d'être détruites par carbonisation lors de leur utilisation ou par accident, avant de finir rejetées dans des structures transformées en dépotoir (Gransar, 2002, p. 276). Mêlés au sein d'une même unité stratigraphique, les lots ont certainement été déposés à un même instant, cependant rien ne garantit que les céréales aient été récoltées de manière simultanée. Elles ont cependant été probablement cultivées par le même groupe d'agriculteurs, qui devait reproduire des pratiques similaires d'un cycle de fertilisation

au suivant, et l'interprétation des comparaisons entre céréales d'une même structure ne devrait pas être brouillée par des pratiques agricoles trop éloignées.

D'après les expérimentations actuelles, une même intensité de fumure conduit à des valeurs de $\delta^{15}N$ similaires chez différentes espèces cultivées sur un même sol, mais des variations interannuelles peuvent survenir, sans masquer les différences entre les niveaux de fumure (Fraser *et al.*, 2011, p. 2795). D'autres facteurs environnementaux, tels que les différences de texture de sols, de topographie ou d'humidité entre les champs peuvent être sources de variations (voir partie 2.1). Ainsi, des céréales ayant poussé sur des champs avec le même taux de fumure, mais situés à des endroits différents du territoire de la ferme ou récoltés à quelques années d'intervalle pourraient avoir des valeurs de $\delta^{15}N$ différentes. Comme ces variations sont aléatoires, des valeurs de $\delta^{15}N$ différentes d'un lot d'un à l'autre n'impliquent pas forcement des apports de fumure différents si l'écart est faible. Si l'écart est systématiquement dans le même sens, il se peut que les variations ne soient pas dues à des phénomènes naturels, mais que des traitements différenciés aient pu être volontairement appliqués aux différentes espèces.

Vingt-quatre structures ont livré au moins deux lots de céréales d'espèces différentes et permettent de comparer deux à deux 35 paires d'espèces, dont les différences de valeurs de $\delta^{15}N$ entre les lots sont données dans le Tableau 8-3 et la Figure 8-12. Plus de la moitié des paires de céréales ont des valeurs de $\delta^{15}N$ statistiquement différentes. De manière générale, les différences ne vont pas systématiquement dans le même sens : pour chaque paire de céréales, la moyenne des différences n'est pas différente de zéro d'après le test de Wilcoxon (Tableau 8-4). Sur l'ensemble de la zone d'étude, les différences entre les lots ne témoignent pas stratégie de fertilisation systématiquement dévolue à une espèce particulière.

Les différences supérieures à 1 ‰ sont considérées comme relativement importantes. Cette valeur correspond à l'écart obtenu entre les trois traitements des parcelles de Coriobona (voir partie 7.1). Près d'un tiers des paires de céréales (10/35) relèvent d'un écart au moins aussi élevé, ce qui pourrait refléter des traitements différents entre les champs ayant porté ces céréales. Parmi ces 10 paires, 5 montrent que les deux lots sont classés dans des niveaux d'intensité de fumure différents (lignes grisées du Tableau 8-3), confirmant les contrastes possibles entre les champs d'un même moment de la vie de la ferme. La composition de l'assemblage du silo 103 de Bailly « Le Merisier ouest » montre que les céréales n'ont que partiellement été nettoyées et ont probablement été stockées dans le silo peu après la moisson. Les trois espèces comparées sont donc, dans ce cas, plus assurément contemporaines à l'année près. Les grands écarts entre les lots d'amidonnier, de blés nus et d'orge vêtue ne relèvent pas des variations interannuelles, mais démontrent là encore que

des disparités dans les taux de fumure existent entre les différents champs exploités par un établissement.

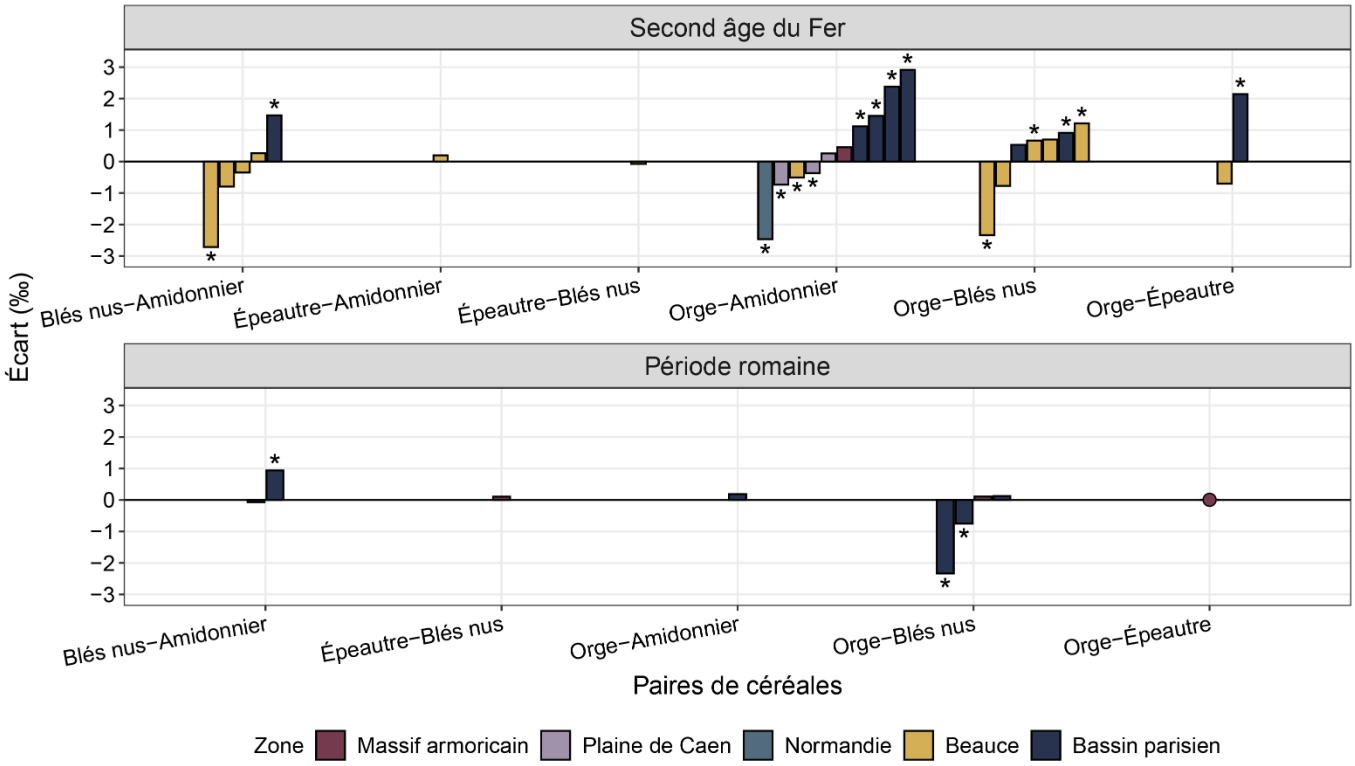

Figure 8-12 Différences entre les valeurs de $\delta^{15}N$ des lots de céréales issus d'une même structure archéologique, par zone et par période. L'écart est calculé par la soustraction $\delta^{15}N_{Espèce\ 1}$–$\delta^{15}N_{Espèce\ 2}$. Les étoiles marquent les paires de lots dont les échantillons ont des valeurs différentes, d'après le test de Wilcoxon (Tableau 8 3).

Tableau 8-3 Comparaison des lots de céréales issus du même contexte archéologique. Les ligne en gras soulignent les différences significatives selon le test de Wilcoxon mené sur les échantillons des lots. Les lignes grisées montrent les niveaux d'intensité de fumure distincts.

Paire	Site	Lot	Niveau de fumure	$\delta^{15}N$ (‰)	Différence (‰)	p du test de Wilcoxon
Blés nus-Amidonnier	**Bailly « Liaison A86/A12 : Le Merisier ouest, Le Crapaud », Silo 103 (Bassin parisien, -Ve s.)**	**Blés nus**	**Incertitude absence/modérée**	**3,27±0,5 (n=8)**	**1,47**	**0,002**
		Amidonnier	**Sans fumure**	**1,8±0,35 (n=5)**		
	Épiais-Lès-Louvres « La Grande Fosse », ST 5119 (Bassin parisien, IVe s.)	Blés nus	Fumure modérée	4,38±0,52 (n=5)	-0,07	0,841
		Amidonnier	Fumure modérée	4,45±0,41 (n=5)		
	Mareuil-Lès-Meaux « La Grange des Monts », ST 41069 (Bassin parisien, +Ier s.)	**Blés nus**	**Fumure modérée**	**5,07±0,19 (n=25)**	**0,94**	**0,000**
		Amidonnier	**Fumure modérée**	**4,13±0,4 (n=25)**		
	Morigny-Champigny « Saint-Phallier », ST 1041 (Beauce, -IIIe s.)	Blés nus	Fumure modérée	4,29±0,38 (n=5)	0,27	0,151
		Amidonnier	Fumure modérée	4,03±0,09 (n=5)		

Paire	Site	Lot	Niveau de fumure	$\delta^{15}N$ (‰)	Différence (‰)	p du test de Wilcoxon
	Prasville « Vers Chesnay », F 1121 (Beauce, -IIIe s.)	Blés nus	Fumure modérée	3,76±0,42 (n=5)	-0,80	0,095
		Amidonnier	Fumure modérée	4,55±0,68 (n=5)		
	Prasville « Vers Chesnay », F 4096 (Beauce, -IIe s.)	Blés nus	Fumure modérée	4,96±0,4 (n=5)	-0,35	0,151
		Amidonnier	Fumure modérée	5,31±0,13 (n=5)		
	Prasville « Vers Chesnay », F 1251 (Beauce, -IIIe s.)	**Blés nus**	**Fumure modérée**	**4,05±0,37 (n=5)**	**-2,71**	**0,008**
		Amidonnier	**Fumure intense**	**6,77±0,54 (n=5)**		
Épeau.-Amid	Morigny-Champigny « Saint-Phallier », ST 1041 (Beauce, -IIIe s.)	Épeautre	Fumure modérée	4,22±0,27 (n=5)	0,20	0,463
		Amidonnier	Fumure modérée	4,03±0,09 (n=5)		
Épeautre-Blés nus	La Mézière « Lignes de la Gonzée », SD 5260 (Massif armoricain, IIe s.)	Épeautre	Fumure modérée	5,01±0,33 (n=5)	0,11	0,841
		Blés nus	Fumure modérée	4,91±0,6 (n=5)		
	Morigny-Champigny « Saint-Phallier », ST 1041 (Beauce, -IIIe s.)	Épeautre	Fumure modérée	4,22±0,27 (n=5)	-0,07	0,690
		Blés nus	Fumure modérée	4,29±0,38 (n=5)		
Orge-Amidonnier	**Bailly « Liaison A86/A12 : Le Merisier ouest, Le Crapaud », Silo 103 (Bassin parisien, -Ve s.)**	**Orge**	**Fumure modérée**	**4,18±0,36 (n=10)**	**2,38**	**0,001**
		Amidonnier	**Sans fumure**	**1,80±0,35 (n=5)**		
	Chambly « La Marnière », ST 2 (Bassin parisien, Second âge du Fer)	**Orge**	**Fumure modérée**	**4,10±0,16 (n=5)**	**1,12**	**0,012**
		Amidonnier	**Incertitude absence/modérée**	**2,98±0,44 (n=5)**		
	Ciry-Salsogne « Le Bruy », Grenier 62 (Bassin parisien, -Ier s.)	**Orge**	**Fumure intense**	**6,4±0,58 (n=5)**	**2,91**	**0,008**
		Amidonnier	**Incertitude absence/modérée**	**3,49±0,51 (n=5)**		
	Clinchamps-Sur-Orne « Liaison D. 562A à D. 41 », ST 37 (Plaine de Caen, -Ve s.)	Orge	Incert. absence/modérée	3,17±0,3 (n=5)	0,26	0,344
		Amidonnier	Incert. absence/modérée	2,91±0,2 (n=5)		
	Louvres « Le Vieux Moulin », ST 34 (Bassin parisien, -Ier s.)	**Orge**	**Incertitude absence/modérée**	**3,44±0,18 (n=5)**	**1,45**	**0,008**
		Amidonnier	**Sans fumure**	**1,98±0,35 (n=5)**		
	Mareuil-Lès-Meaux « La grange des Monts », ST 41069 (Bassin parisien, +Ier s.)	Orge	Fumure modérée	4,32±0,47 (n=3)	0,19	0,503
		Amidonnier	Fumure modérée	4,13±0,4 (n=25)		
	Mondeville « L'étoile I », ST 113 (Plaine de Caen, -Ier s.)	**Orge**	**Sans fumure**	**1,73±0,2 (n=5)**	**-0,37**	**0,032**
		Amidonnier	**Sans fumure**	**2,09±0,14 (n=5)**		
	Mondeville « L'étoile I », ST 118 (Plaine de Caen, -IIe s.)	**Orge**	**Sans fumure**	**1,31±0,23 (n=5)**	**-0,73**	**0,032**
		Amidonnier	**Sans fumure**	**2,04±0,47 (n=5)**		
	Morigny-Champigny « Saint-Phallier », ST 1041 (Beauce, -IIIe s.)	**Orge**	**Incertitude absence/modérée**	**3,52±0,32 (n=3)**	**-0,51**	**0,036**
		Amidonnier	**Fumure modérée**	**4,03±0,09 (n=5)**		
	Moulay « Oppidum du Mesnil », F 2211 (Massif armoricain, -IIe s.)	Orge	Fumure modérée	5,02±0,67 (n=5)	0,46	0,571
		Amidonnier	Fumure modérée	4,56±0,61 (n=3)		
	Saint-Désir « Oppidum du Castellier », ST 5 (Normandie, -Ier s.)	**Orge**	**Incertitude modérée/intense**	**5,44±0,65 (n=5)**	**-2,47**	**0,008**
		Amidonnier	**Fumure intense**	**7,91±1,01 (n=5)**		
Orge-Blés nus	**Bailly « Liaison A86/A12 : Le Merisier ouest, Le Crapaud », Silo 103 (Bassin parisien, -Ve s.)**	**Orge**	**Fumure modérée**	**4,18±0,36 (n=10)**	**0,91**	**0,001**
		Blés nus	**Incertitude absence/modérée**	**3,27±0,50 (n=8)**		
	Houdan « Les Brosses », Bât 2 (Bassin parisien, IIIe s.)	**Orge**	**Sans fumure**	**2,35±0,16 (n=2)**	**-2,34**	**0,030**
		Blés nus	**Fumure modérée**	**4,69±1,07 (n=10)**		
	Jouars-Pontchartrain « Ferme d'Ithe », ST 21015 (Bassin parisien, +Ier s.)	Orge	Fumure intense	8,40±0,70 (n=5)	0,53	0,845
		Blés nus	Fumure intense	7,87±0,00 (n=2)		

Paire	Site	Lot	Niveau de fumure	$\delta^{15}N$ (‰)	Différence (‰)	p du test de Wilcoxon
	La Mézière « Lignes de la Gonzée », SD 5260 (Massif armoricain, IIe s.)	Orge	Fumure modérée	5,02±1,08 (n=5)	0,11	1,000
		Blés nus	Fumure modérée	4,91±0,60 (n=5)		
	Mareuil-Lès-Meaux « La Grange des Monts », ST 41069 (Bassin parisien, +Ier s.)	**Orge**	**Fumure modérée**	**4,32±0,47 (n=3)**	**-0,75**	**0,009**
		Blés nus	**Fumure modérée**	**5,07±0,19 (n=25)**		
	Meaux « Rue St Faron », US 2518 (Bassin parisien, +Ier s.)	Orge	Fumure modérée	5,22±0,55 (n=5)	0,12	1,000
		Blés nus	Fumure modérée	5,09±0,59 (n=5)		
	Morigny-Champigny « Saint-Phallier », ST 1041 (Beauce, -IIIe s.)	**Orge**	**Incertitude absence/modérée**	**3,52±0,32 (n=3)**	**-0,77**	**0,071**
		Blés nus	**Fumure modérée**	**4,29±0,38 (n=5)**		
	Ymonville « Les Hyèbles », F 2057 (Beauce, -IIIe s.)	**Orge**	**Fumure modérée**	**3,85±0,27 (n=5)**	**0,67**	**0,008**
		Blés nus	**Incertitude absence/modérée**	**3,19±0,14 (n=5)**		
	Ymonville « Les Hyèbles », F 1221 (Beauce, -IVe s.)	Orge	Fumure modérée	3,92±0,38 (n=5)	0,70	0,222
		Blés nus	Incert. absence/modérée	3,22±0,82 (n=5)		
	Ymonville « Les Hyèbles », F 1006 (Beauce, -IIe s.)	**Orge**	**Fumure modérée**	**4,39±0,3 (n=5)**	**1,21**	**0,012**
		Blés nus	**Incertitude absence/modérée**	**3,18±0,15 (n=5)**		
	Ymonville « Les Hyèbles », F 1001, US 19 (Beauce, -IVe s.)	Orge	Sans fumure	2,19±0,54 (n=5)	0,03	0,675
		Blés nus	Sans fumure	2,16±0,62 (n=5)		
Orge-Épeautre	**Compiègne « Le Fond Pernant » (Bassin parisien, -Ve s.)**	**Orge**	**Fumure modérée**	**3,74±0,13 (n=5)**	**2,14**	**0,012**
		Épeautre	**Sans fumure**	**1,59±0,21 (n=5)**		
	La Mézière « Lignes de la Gonzée », SD 5260 (Massif armoricain, IIe s.)	Orge vêtue	Fumure modérée	5,02±1,08 (n=5)	0,00	1,000
		Épeautre	Fumure modérée	5,01±0,33 (n=5)		
	Morigny-Champigny « Saint-Phallier », ST 1041 (Beauce, -IIIe s.)	**Orge**	**Incertitude absence/modérée**	**3,52±0,32 (n=3)**	**-0,70**	**0,071**
		Épeautre	**Fumure modérée**	**4,22±0,27 (n=5)**		

Tableau 8-4 Résumé des comparaisons des paires de lots de céréales issus d'une même structure archéologique. L'écart est calculé par la soustraction $\delta^{15}N_{Espèce\ 1}-\delta^{15}N_{Espèce\ 2}$.

Paire de céréales	N	Moyenne des différences (‰)	p du test de Wilcoxon
Blés nus-Amidonnier	7	-0,18±1,35	0,938
Épeautre-Amidonnier	1	0,20	-
Épeautre-Blés nus	2	0,02±0,13	1
Orge-Amidonnier	11	0,43±1,51	0,465
Orge-Blés nus	11	-0,18±1,24	0,965
Orge-Épeautre	3	0,48±1,48	0,750

Même si les différences ne vont pas systématiquement dans le même sens, quelques motifs sont identifiables (Figure 8-12). Dans le centre du Bassin parisien, les cinq structures ayant livré de l'orge vêtue et de l'amidonnier montrent que ce dernier a des valeurs plus faibles que l'orge. Les quatre paires datées du second âge du Fer présentent une différence supérieure à 1 ‰, accentuant l'idée de traitements spécifiques. Dans cette région, l'orge vêtue a pu être mise plus en avant que

l'amidonnier, en poussant sur des parcelles plus souvent fertilisées. Cela a aussi été le cas dans les sites princiers du Hallstatt en Allemagne (Styring *et al.*, 2017b, p. 18) et durant les VIe-Ve siècles avant notre ère dans la cité de Lattes-*Lattara* en France méditerranéenne (Alagich *et al.*, 2018, p. 142). *A contrario*, sur le site fortifié du second âge du Fer de Danebury (Lightfoot et Stevens, 2012, p. 659) et dans l'établissement rural protohistorique et romain de Stanwick (Lodwick *et al.*, 2020, p. 9) (Angleterre), l'orge vêtue a des valeurs de $\delta^{15}N$ équivalentes aux blés.

Dans la Beauce, même si les différences ne sont pas toujours significatives, l'amidonnier a des valeurs de $\delta^{15}N$ plus hautes que les blés nus dans trois cas sur quatre, tandis que les différences entre orge vêtue et blés nus sont tantôt positives, tantôt négatives (Ben Makhad *et al.*, accepté et partie 8.5).

À la période romaine, les différences sont plus faibles qu'à la période précédente, avec une seule paire ayant un écart supérieur à 1 ‰. Le nombre d'échantillons de cette période est réduit, ce qui ne permet pas de cerner l'ensemble des variations possibles, mais ces plus faibles écarts pourraient tout de même s'expliquer par une certaine uniformisation des traitements entre les champs.

Dans une autre configuration, la comparaison de lots d'espèces différentes ayant été échantillonnés dans plusieurs structures d'une même phase d'un site donne une vision complémentaire, à une résolution temporelle plus faible. Les structures étudiées ne sont pas strictement contemporaines, elles appartiennent à des phases d'occupations qui ont duré plusieurs dizaines d'années, mais elles donnent aussi des indications sur les pratiques agricoles d'un même groupe social. La Figure 8-13 et le Tableau 8-5 montrent les 26 paires de céréales issues de 25 structures distinctes. Comme les lots sont plus éloignés dans le temps et que plusieurs cycles de rotation doivent les séparer, il n'est pas étonnant d'observer des écarts importants plus nombreux et plus élevées que lors des comparaisons dans un même assemblage carpologique. Dans 8 comparaisons sur 26, les niveaux de d'intensité de fumure des lots se distinguent, soit plus que ci-dessus. On y retrouve un des motifs cités précédemment, où l'orge vêtue a des valeurs de $\delta^{15}N$ systématiquement plus élevées que celles de l'amidonnier. Les autres paires ne montrent pas de traitement préférentiel sur une autre espèce particulière (Tableau 8-6).

En comparaison, les lots de céréales d'une même espèce conservés dans des assemblages carpologiques différents d'une même phase d'occupation et qui relèvent donc de récoltes distinctes témoignent aussi de grands écarts de valeurs de $\delta^{15}N$ et de niveaux de fumure différents (Figure 8-14 et Tableau 8-7). Cela révèle que chaque espèce ne bénéficie pas d'un seul régime de fertilisation, mais qu'elles sont cultivées sur des sols divers.

Les quelques grands écarts dans les valeurs de $\delta^{15}N$ des différents lots d'un même assemblage carpologique ou d'une même phase d'occupation témoignent des différences d'histoire de fertilisation entre les champs cultivés. À un même moment de la vie de la ferme, certains champs étaient fertilisés, tandis que d'autres ne l'étaient pas. Cela donne l'image d'un paysage en mosaïque, avec des rythmes culturaux variants de parcelles en parcelles.

Localement, certaines espèces ont pu être plus souvent cultivées sur des sols fertilisés que d'autres, mais ce n'est généralement pas le cas. L'analyse des lots par contexte ne donne pas le même résultat que l'étude globale, qui montre que les lots de blés nus étaient plus souvent fumés que les autres céréales tandis que les lots d'amidonnier l'étaient plus rarement (Figure 8-11). Ces tendances générales indiquent des préférences dans la fertilisation de certains champs destinés à certaines espèces, mais la diversité des situations locales suggère que les traitements différenciés par espèces n'étaient pas systématiques.

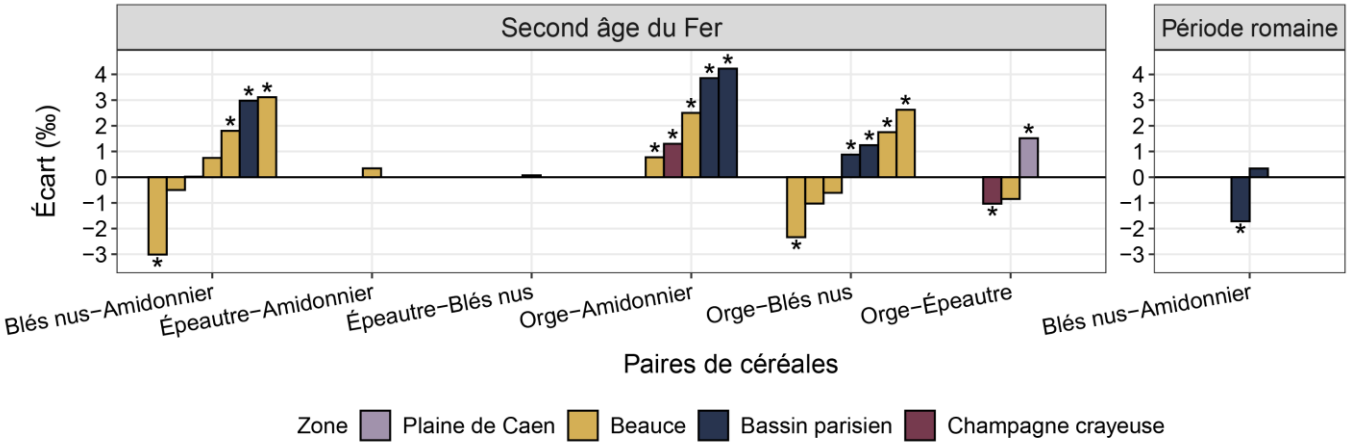

Figure 8-13 Différences entre les valeurs de $\delta^{15}N$ des lots de céréales de différentes espèces, issus de différentes structures archéologiques d'une même phase.
L'écart est calculé par la soustraction $\delta^{15}N_{Espèce\ 1} - \delta^{15}N_{Espèce\ 2}$. Les étoiles marquent les paires de lots dont les échantillons sont différents, d'après le test de Wilcoxon (Tableau 8 3).

Tableau 8-5 Comparaison des lots de céréales de différentes espèces, issus de différentes structures archéologiques d'une même phase. Les ligne en gras soulignent les différences significatives selon le test de Wilcoxon mené sur les échantillons des lots. Les lignes grisées montrent les niveaux d'intensité de fumure distincts.

Paire	Site	Structure	Lot	Niveau de fumure	$\delta^{15}N$ (‰)	Différence (‰)	p du test de Wilcoxon
Blés nus-Amidonnier	**Épiais-Lès-Louvres « La Grande Fosse » (Bassin parisien, IVe s.)**	**ST 5119**	**Amidonnier**	**Fumure modérée**	**4,45±0,41 (n=5)**	**-1,72**	**0,008**
		250 - 350 AD	**Blés nus**	**Incertitude absence/modérée**	**2,73±0,51 (n=5)**		
	Épiais-Lès-Louvres « La Grande Fosse » (Bassin parisien, IVe s.)	ST 5119	Amidonnier	Fumure modérée	4,45±0,41 (n=5)	0,34	0,151
		300 - 350 AD	Blés nus	Fumure modérée	4,79±0,27 (n=5)		
	Gonesse « ZAC des Tulipes Nord » (Bassin parisien, -Ier s.)	**ST 281**	**Amidonnier**	**Sans fumure**	**0,04±0,50 (n=5)**	**2,98**	**0,008**
		ST 288	**Blés nus**	**Incertitude absence/modérée**	**3,02±0,29 (n=5)**		
	Poupry « Vers Artenay 1 » (Beauce, -IIIe s.)	ST 801	Amidonnier	Fumure modérée	4,62±0,54 (n=5)	0,02	0,690
		ST 800	Blés nus	Fumure modérée	4,64±0,09 (n=5)		
	Prasville « Vers Chesnay » (Beauce, -IIIe s.)	F 1121	Amidonnier	Fumure modérée	4,55±0,68 (n=5)	-0,5	0,310
		F 1251	Blés nus	Fumure modérée	4,05±0,37 (n=5)		
	Prasville « Vers Chesnay » (Beauce, -IIIe s.)	**F 1251**	**Amidonnier**	**Fumure intense**	**6,77±0,54 (n=5)**	**-3,01**	**0,008**
		F 1121	**Blés nus**	**Fumure modérée**	**3,76±0,42 (n=5)**		
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IVe s.)	**F 3149**	**Amidonnier**	**Sans fumure**	**1,41±0,34 (n=5)**	**1,80**	**0,008**
		F 1221	**Blés nus**	**Incertitude absence/modérée**	**3,22±0,82 (n=5)**		
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IVe s.)	F 3149	Amidonnier	Sans fumure	1,41±0,34 (n=5)	0,75	0,095
		F 1001, US 19	Blés nus	Sans fumure	2,16±0,62 (n=5)		
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IVe s.)	**F 3149**	**Amidonnier**	**Sans fumure**	**1,41±0,34 (n=5)**	**3,11**	**0,008**
		F 1001, US 18	**Blés nus**	**Fumure modérée**	**4,53±0,31 (n=5)**		
Épeau-Amid.	Morigny-Champigny « Saint-Phallier » (Beauce, -IIIe s.)	ST 1041	Amidonnier	Fumure modérée	4,03±0,09 (n=5)	0,34	0,463
		ST 1042	Épeautre	Fumure modérée	4,37±0,06 (n=3)		
Épeau-B. n.	Morigny-Champigny « Saint-Phallier » (Beauce, -IIIe s.)	ST 1041	Blés nus	Fumure modérée	4,29±0,38 (n=5)	0,07	0,690
		ST 1042	Épeautre	Fumure modérée	4,37±0,06 (n=3)		
Orge-Amidonnier	**Gonesse « ZAC des Tulipes Nord » (Bassin parisien, -Ier s.)**	**ST 281**	**Amidonnier**	**Sans fumure**	**0,04±0,50 (n=5)**	**3,86**	**0,008**
		ST 239	**Orge**	**Fumure modérée**	**3,9±0,18 (n=5)**		
	Gonesse « ZAC des Tulipes Nord » (Bassin parisien, -Ier s.)	**ST 281**	**Amidonnier**	**Sans fumure**	**0,04±0,50 (n=5)**	**4,22**	**0,008**
		ST 555	**Orge**	**Fumure modérée**	**4,27±0,64 (n=5)**		
	Tagnon « La Fricassée » (Champagne crayeuse, -Ve s.)	**ST 19**	**Amidonnier**	**Sans fumure**	**1,95±0,22 (n=5)**	**1,3**	**0,008**
		ST 23	**Orge**	**Incertitude absence/modérée**	**3,25±0,49 (n=5)**		
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IVe s.)	**F 3149**	**Amidonnier**	**Sans fumure**	**1,41±0,34 (n=5)**	**2,5**	**0,008**
		F 1221	**Orge**	**Fumure modérée**	**3,92±0,38 (n=5)**		
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IVe s.)	**F 3149**	**Amidonnier**	**Sans fumure**	**1,41±0,34 (n=5)**	**0,78**	**0,036**
		F 1001, US 19	**Orge**	**Sans fumure**	**2,19±0,54 (n=5)**		
Orge-Blés nus	**Gonesse « ZAC des Tulipes Nord » (Bassin parisien, -Ier s.)**	**ST 288**	**Blés nus**	**Incertitude absence/modérée**	**3,02±0,29 (n=5)**	**0,88**	**0,008**
		ST 239	**Orge**	**Fumure modérée**	**3,90±0,18 (n=5)**		
	Gonesse « ZAC des Tulipes Nord » (Bassin parisien, -Ier s.)	**ST 288**	**Blés nus**	**Incertitude absence/modérée**	**3,02±0,29 (n=5)**	**1,25**	**0,016**
		ST 555	**Orge**	**Fumure modérée**	**4,27±0,64 (n=5)**		

Paire	Site	Structure	Lot	Niveau de fumure	$\delta^{15}N$ (‰)	Différence (‰)	p du test de Wilcoxon
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IVe s.)	**F 1221**	**Blés nus**	**Incertitude absence/modérée**	**3,22±0,82 (n=5)**	**-1,03**	**0,142**
		F 1001, US 19	**Orge**	**Sans fumure**	**2,19±0,54 (n=5)**		
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IVe s.)	**F 1001, US 19**	**Blés nus**	**Sans fumure**	**2,16±0,62 (n=5)**	**1,75**	**0,008**
		F 1221	**Orge**	**Fumure modérée**	**3,92±0,38 (n=5)**		
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IVe s.)	F 1001, US 18	Blés nus	Fumure modérée	4,53±0,31 (n=5)	-0,61	0,056
		F 1221	Orge	Fumure modérée	3,92±0,38 (n=5)		
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IVe s.)	**F 1001, US 18**	**Blés nus**	**Fumure modérée**	**4,53±0,31 (n=5)**	**-2,34**	**0,012**
		F 1001, US 19	**Orge**	**Sans fumure**	**2,19±0,54 (n=5)**		
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IIIe s.)	**F 2057**	**Blés nus**	**Incertitude absence/modérée**	**3,19±0,14 (n=5)**	**2,62**	**0,008**
		F 1071	**Orge**	**Incertitude modérée/intense**	**5,81±0,67 (n=5)**		
Orge-Épeautre	**Acy-Romance « La Warde » (Champagne crayeuse, -IIe s.)**	**Silo 4524**	**Épeautre**	**Sans fumure**	**2,06±0,96 (n=8)**	**-1,03**	**0,021**
		Silo 3396	**Orge**	**Sans fumure**	**1,03±0,27 (n=8)**		
	Bretteville-L'Orgueilleuse « Le Bas des Prés » (Plaine de Caen, -Ve s.)	**ST 795**	**Épeautre**	**Fumure modérée**	**3,66±0,41 (n=3)**	**1,52**	**0,036**
		ST 939	**Orge**	**Fumure modérée**	**5,17±0,18 (n=5)**		
	Morigny-Champigny « Saint-Phallier » (Beauce, -IIIe s.)	ST 1042	Épeautre	Fumure modérée	4,37±0,06 (n=3)	-0,85	0,071
		ST 1041	Orge	Incert. absence/modérée	3,52±0,32 (n=3)		

Tableau 8-6 Résumé des comparaisons des paires de lots de céréales issus de différentes espèces, issus de différentes structures archéologiques d'une même phase. L'écart est calculé par la soustraction $\delta^{15}N_{Espèce\ 1} - \delta^{15}N_{Espèce\ 2}$.

Paire de céréales	N	Moyenne des différences (‰)	p du test de Wilcoxon
Blés nus-Amidonnier	9	0.42±2.04	0.496
Épeautre-Amidonnier	1	0.34	
Épeautre-Blés nus	1	0.07	
Orge-Amidonnier	5	2.53±1.52	0.063
Orge-Blés nus	7	0.36±1.74	0.578
Orge-Épeautre	3	-0.12±1.42	1

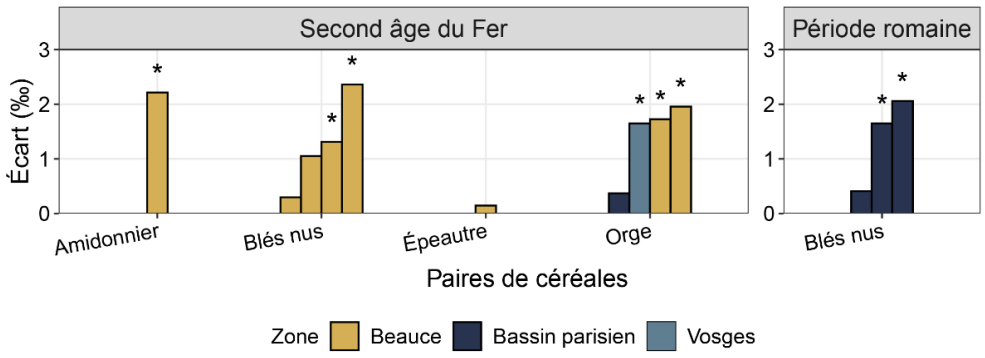

Figure 8-14 Différences entre les valeurs de $\delta^{15}N$ des lots de céréales d'une même espèce issus de différentes structures archéologiques d'une même phase.

Tableau 8-7 Comparaison des lots de céréales de même espèce, issus de différentes structures archéologiques d'une même phase. Les ligne en gras soulignent les différences significatives selon le test de Wilcoxon mené sur les échantillons des lots. Les lignes grisées montrent les niveaux d'intensité de fumure distincts.

Paire	Site	Structure	Niveau de fumure	$\delta^{15}N$ (‰)	Différence (‰)	p du test de Wilcoxon
Amid.	**Prasville « Vers Chesnay » (Beauce, -IIIe s.)**	**F 1121** **F 1251**	**Fumure modérée** **Fumure intense**	**4,55±0,68 (n=5)** **6,77±0,54 (n=5)**	**2,21**	**0,008**
Blés nus	**Épiais-Lès-Louvres « La Grande Fosse » (Bassin parisien, IVe s.)**	**250 - 350 AD** **300 - 350 AD**	**Incertitude absence/modérée** **Fumure modérée**	**2,73±0,51 (n=5)** **4,79±0,27 (n=5)**	**2,06**	**0,008**
	Épiais-Lès-Louvres « La Grande Fosse » (Bassin parisien, IVe s.)	**250 - 350 AD** **ST 5119**	**Incertitude absence/modérée** **Fumure modérée**	**2,73±0,51 (n=5)** **4,38±0,52 (n=5)**	**1,65**	**0,008**
	Épiais-Lès-Louvres « La Grande Fosse » (Bassin parisien, IVe s.)	300 - 350 AD ST 5119	Fumure modérée Fumure modérée	4,79±0,27 (n=5) 4,38±0,52 (n=5)	0,41	0,222
	Prasville « Vers Chesnay » (Beauce, -IIIe s.)	F 1121 F 1251	Fumure modérée Fumure modérée	3,76±0,42 (n=5) 4,05±0,37 (n=5)	0,30	0,548
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IVe s.)	F 1221 F 1001, US 19	Incert. absence/modérée Sans fumure	3,22±0,82 (n=5) 2,16±0,62 (n=5)	1,05	0,095
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IVe s.)	**F 1221** **F 1001, US 18**	**Incertitude absence/modérée** **Fumure modérée**	**3,22±0,82 (n=5)** **4,53±0,31 (n=5)**	**1,31**	**0,008**
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IVe s.)	**F 1001, US 19** **F 1001, US 18**	**Sans fumure** **Fumure modérée**	**2,16±0,62 (n=5)** **4,53±0,31 (n=5)**	**2,36**	**0,008**
Épea.	Morigny-Champigny « Saint-Phallier » (Beauce, -IIIe s.)	ST 1041 ST 1042	Fumure modérée Fumure modérée	4,22±0,27 (n=5) 4,37±0,06 (n=3)	0,14	0,786
Orge	**Duntzenheim « Sonnenrain » (Vosges, -Ier s.)**	**ST 1317** **ST 1440**	**Fumure intense** **Fumure modérée**	**6,75±0,13 (n=5)** **5,10±0,28 (n=5)**	**1,65**	**0,008**
	Gonesse « ZAC des Tulipes Nord » (Bassin parisien, -Ier s.)	ST 239 ST 555	Fumure modérée Fumure modérée	3,90±0,18 (n=5) 4,27±0,64 (n=5)	0,37	0,222
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IVe s.)	F 1221 F 1001, US 19	Fumure modérée Sans fumure	3,92±0,38 (n=5) 2,19±0,54 (n=5)	1,73	0,012
	Ymonville « Les Hyèbles » (Beauce, -IIIe s.)	**F 2057** **F 1071**	**Fumure modérée** **Incertitude modérée/intense**	**3,85±0,27 (n=5)** **5,81±0,67 (n=5)**	**1,96**	**0,008**

8.3. Légères variations chronologiques

La projection des valeurs de $\delta^{15}N$ des lots en fonction de leur date (Figure 8-15) ne montre pas d'évolution chronologique extrêmement remarquable. La courbe de régression locale *(LOESS)*, qui donne les tendances de variation du jeu de données, semble montrer une légère augmentation des valeurs des lots d'amidonnier et de blés nus tout au long du second âge du Fer. Les valeurs les plus hautes sont atteintes durant les Ier siècle avant notre ère et Ier siècle de notre ère, pour l'amidonnier, les blés nus et l'orge vêtue. Pour les deux premières espèces, c'est aussi à ce moment-là que l'on rencontre les valeurs les plus basses. Les boites à moustache de la Figure 8-16 montrent que les valeurs de $\delta^{15}N$ sont plus dispersées pour les IIe siècle, Ier siècle avant notre ère et Ier siècle de notre ère. Cela illustre la diversité de sols exploités, avec des champs qui ne sont pas enrichis en ^{15}N et d'autres qui sont plus fortement enrichis. Les valeurs sont ensuite moins dispersées, en particulier pour l'amidonnier et les blés nus, et restent stables durant la période romaine, avec peut-être une légère diminution au IVe siècle de notre ère. Cela pourrait témoigner d'une baisse de contraste entre les champs et d'une uniformisation de la fertilisation sur le territoire exploité par les fermes. En comparaison, la dispersion des valeurs de l'orge vêtue est en moyenne plus importantes (Figure 8-17) et reste très constante au cours des siècles. Pour l'épeautre, le nombre réduit de lots ne montre pas d'évolutions entre le IVe siècle avant notre ère et le IIIe siècle de notre ère. Par ailleurs, la médiane des valeurs augmente entre le second âge du Fer et la période romaine pour l'amidonnier et les blés nus, bien que cette augmentation ne soit statistiquement significative que pour ces derniers (Figure 8-18).

Ces légères variations sont à mettre en regard avec les analyses de la flore adventice conservée avec les récoltes de céréales, qui ont été menée pour les régions du Massif armoricain, de la Plaine de Caen, du centre du Bassin parisien/Picardie/Champagne et une grande région Est (Zech-Matterne et Brun, 2016, p. 631 ; Zech-Matterne *et al.*, 2017b, p. 69 ; Neveu *et al.*, 2021, p. 5). À la transition du premier au second âge du Fer, la flore adventice est inféodée aux sols riches en nutriments. Durant le second âge du Fer, la flore témoigne d'une plus grande tolérance aux sols moins riches en nutriments. La situation durant la période romaine révèle l'exploitation de sols diversifiés, dont les qualités sont inégales au sein de chaque région. Les plus faibles valeurs de $\delta^{15}N$ au début de la séquence semblent contradictoires avec la bonne fertilité des sols cultivés mise en lumière par les cortèges d'adventices. Cette méthode, basée sur l'écologie des restes carpologiques, ne peut cependant pas distinguer une fertilité « naturelle », d'une fertilité entretenue par des amendements et des engrais. Les établissements ruraux de cette époque sont majoritairement localisés dans les fonds de vallées et cultivaient les sols alluviaux riches. Le besoin de fumure n'était

pas forcément indispensable, ce qui expliquerait les valeurs relativement plus faibles des lots d'amidonnier et de blés nus des premiers siècles du second âge du Fer. Par la suite, la dispersion de valeurs de $\delta^{15}N$ de ces deux espèces reflète la diversification de qualités de sols exploités. Avec la mise en culture des sols de plateaux, l'extensification des pratiques agricoles et l'augmentation probable des surfaces cultivées, les situations pédologiques sont plus diversifiées et les apports de fumier sont plus inégalement répartis sur le territoire des fermes. Dans le Bassin parisien, la flore adventice témoignait d'une baisse de la fertilité des sols à partir du IIIe siècle de notre ère et durant l'Antiquité tardive (Zech-Matterne *et al.*, 2017b, p. 69), ce qui est cohérent avec la légère baisse des valeurs de $\delta^{15}N$ du IVe siècle de notre ère (par la disparition des niveaux de fumure intenses). Les lots restent tout de même dans la classe « Fumure modérée » ou en intermédiaire avec l'absence de fumure. Même si les cultures d'amidonnier sont délaissées durant l'Antiquité, la fertilisation reste de mise.

Par contraste, tout au long de la séquence, la dispersion des valeurs de $\delta^{15}N$ de l'orge vêtue (et potentiellement de l'épeautre), ainsi que sa répartition équilibrée dans les trois niveaux d'intensité de fumure rejoint sa position ubiquiste dans les productions agricoles du second âge du Fer et de la période romaine. L'orge vêtue dispose d'une certaine souplesse culturale et peut s'adapter à un large panel de conditions de croissance (résistance au froid, à l'humidité, à la sécheresse, peu exigeante en nutriments). L'épeautre est aussi très adaptable, mais exige une fumure faible à cause du risque de verse des plants si le sol est trop riche (Toulemonde, 2013, p. 381-382). Ces deux espèces ont, durant toute la période étudiée, une part importante des lots avec des valeurs de $\delta^{15}N$ faibles, ce qui va dans le sens de leur tolérance aux sols peu fertilisés. Dans le même temps, des valeurs hautes ont aussi été mesurée, particulièrement pour l'orge vêtue. Elles ont possiblement été cultivées de manière plus extensives que les blés nus et l'amidonnier sur des sols très divers, mais en incluant aussi les cycles de rotation en bénéficiant de la fumure des certains champs. En revanche, l'amidonnier et les blés nus, par leur plus faible dispersion des valeurs de $\delta^{15}N$, ont plutôt été cultivés sur des sols mieux entretenus et de manière assez similaire sur l'ensemble du territoire, au moins durant les premiers siècles du second âge du Fer et les derniers de la période romaine. L'extensification de leur culture aux IIe siècle avant notre ère-Ier siècle de notre ère accompagne certainement le développement économique des Gaules, identifié dans de nombreux pans de la société (Olmer, 2018, p. 469).

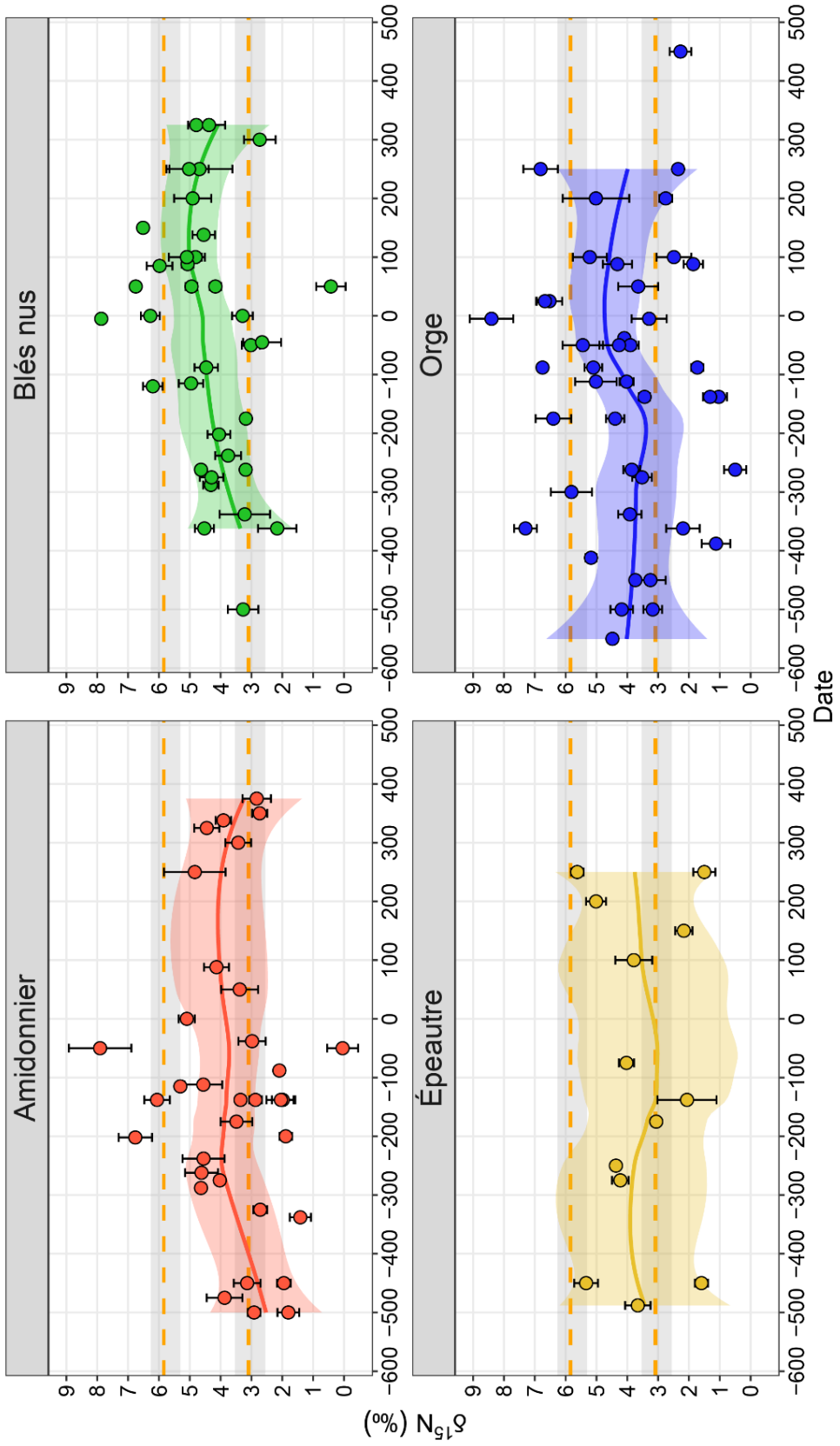

Figure 8-15 Composition isotopique en azote des lots de céréales, par espèce et par date. Les lignes pointillées oranges sont les seuils modélisés par la régression logistique ordinale et les bandes grises représentent les intervalles d'incertitude.

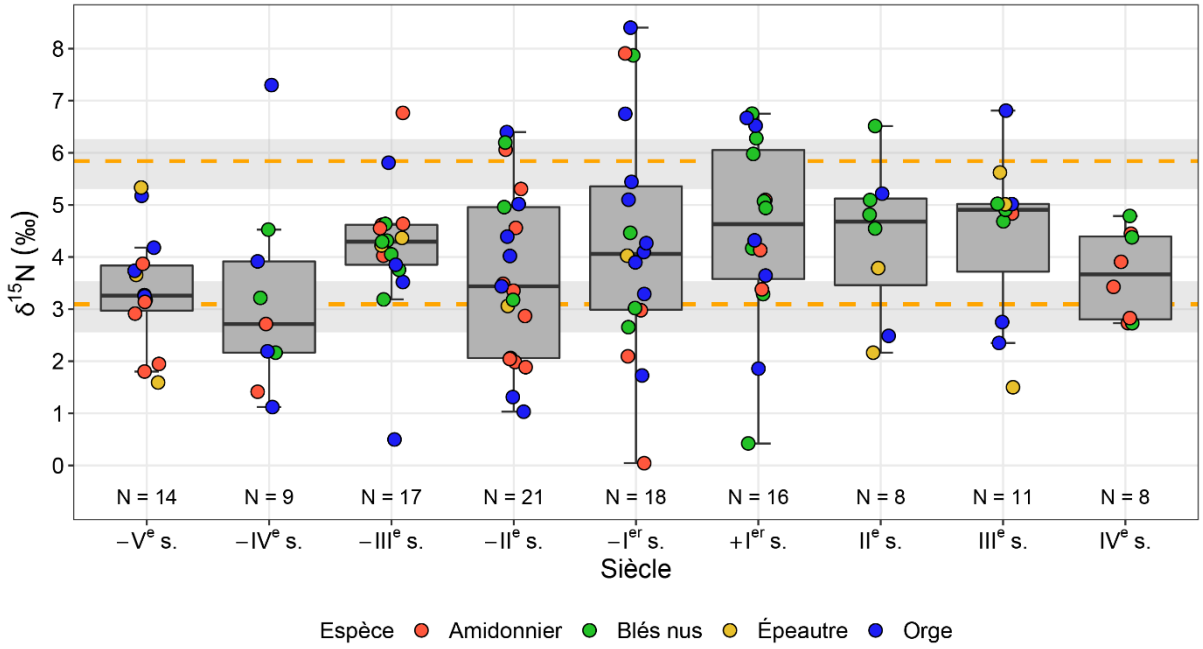

Figure 8-16 Composition isotopique en azote des lots de céréales, par siècle. Les lignes pointillées oranges sont les seuils modélisés par la régression logistique ordinale et les bandes grises représentent les intervalles d'incertitude.

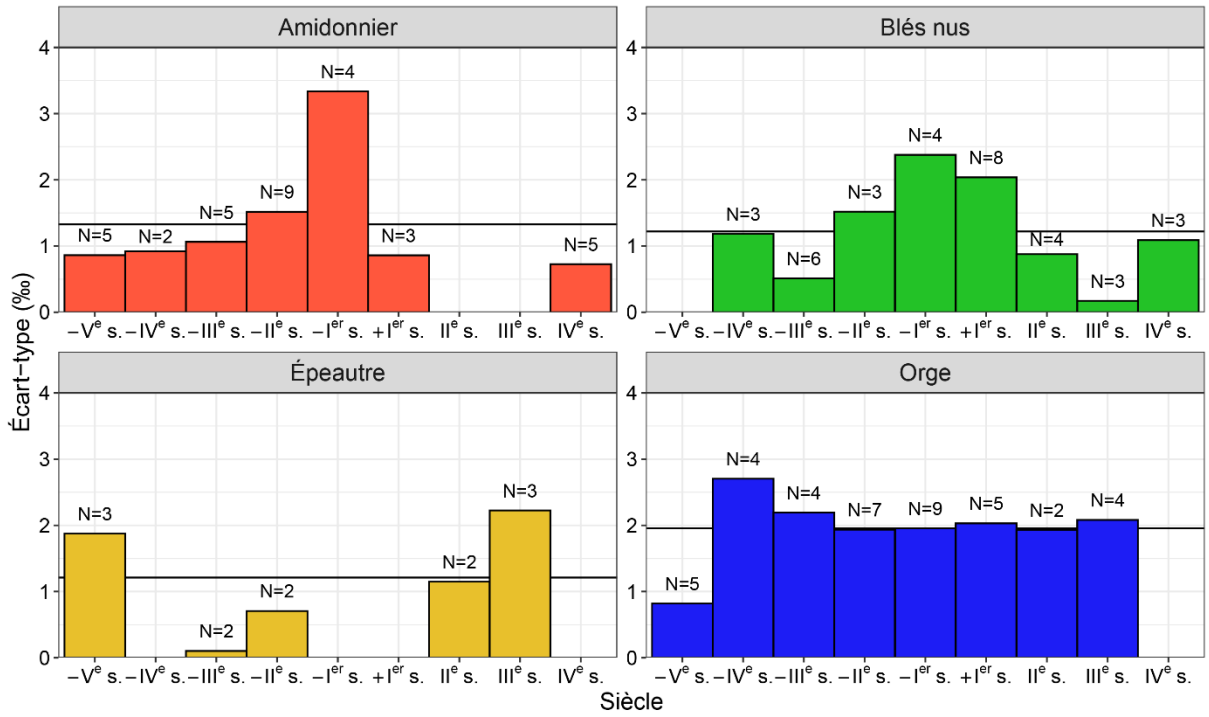

Figure 8-17 Dispersion des valeurs de $\delta^{15}N$ des lots de céréales, par siècle et par espèce. La ligne noire donne l'écart-type moyen.

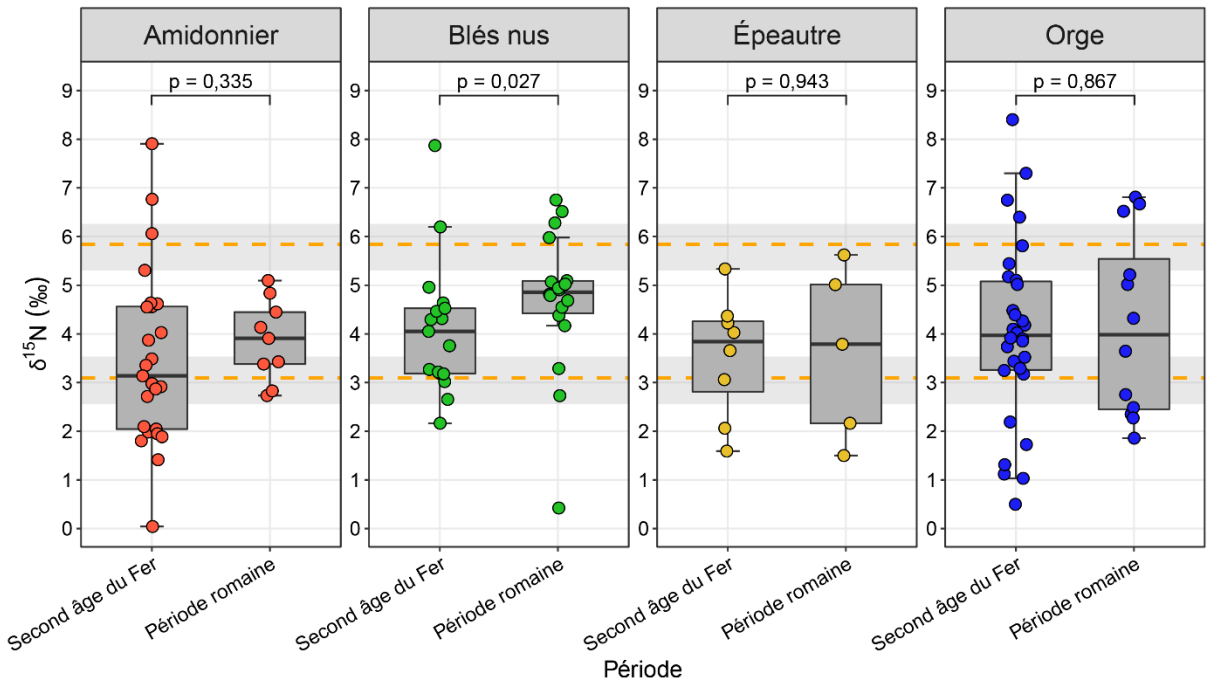

Figure 8-18 Composition isotopique en azote des lots de céréales, par espèce et par période. Les lignes pointillées oranges sont les seuils modélisés par la régression logistique ordinale et les bandes grises représentent les intervalles d'incertitude. La valeur p du test de Wilcoxon est donné en haut du graphique.

8.3.1. Évolution des blés nus

L'histoire des blés nus est bien connue dans le Bassin parisien au sens large. Au début du second âge du Fer, ils sont attestés sporadiquement dans les espaces les plus fertiles de l'Ile-de-France et de la Beauce. Les cultures de blés nus se développent ensuite à la fin du second âge du Fer et explosent durant les premiers siècles de la période romaine en s'étendant jusqu'aux vallées de la Somme au nord et de la Marne à l'est, leur expansion en Champagne étant datée de l'Antiquité tardive (Toulemonde *et al.*, 2017a, p. 95). Dans les Hauts-de-France, l'expansion s'arrête au IIe siècle de notre ère puis l'aire de culture des blés nus se rétracte durant l'Antiquité tardive (Zech-Matterne *et al.*, 2014b, p. 29, 2017a, p. 46). La composition isotopique en azote reflète ces évolutions culturales (Figure 8-19). Jusqu'à la moitié du IIe siècle avant notre ère, les valeurs de $\delta^{15}N$ sont moyennes (fumure modérée). L'enrichissement en ^{15}N entre la fin du second âge du Fer et le IIe siècle de notre ère témoigne d'un usage plus prononcé de la fertilisation pour accompagner l'augmentation de la production. De plus, comme nous l'avons vu ci-dessus, l'augmentation de la dispersion des valeurs de $\delta^{15}N$ traduit l'extension des surfaces cultivées. Les champs se retrouvent dans des situations de fertilisation variées, ce qui explique que certains sols ne soient pas fumés, comme l'illustre un des lots du Ier siècle de notre ère à la valeur de $\delta^{15}N$ très faible. Le nombre de

lots étudiés pour les IIIe-IVe siècles de notre ère est réduit, mais leur valeur de $\delta^{15}N$ semble plus faible que précédemment. Dans ce moment où la culture des blés nus régresse, la fumure n'est plus aussi soutenue. Cependant, ce recul de la fumure n'est pas spécifique aux blés nus et se voit aussi dans les lots d'amidonnier (voir ci-dessus).

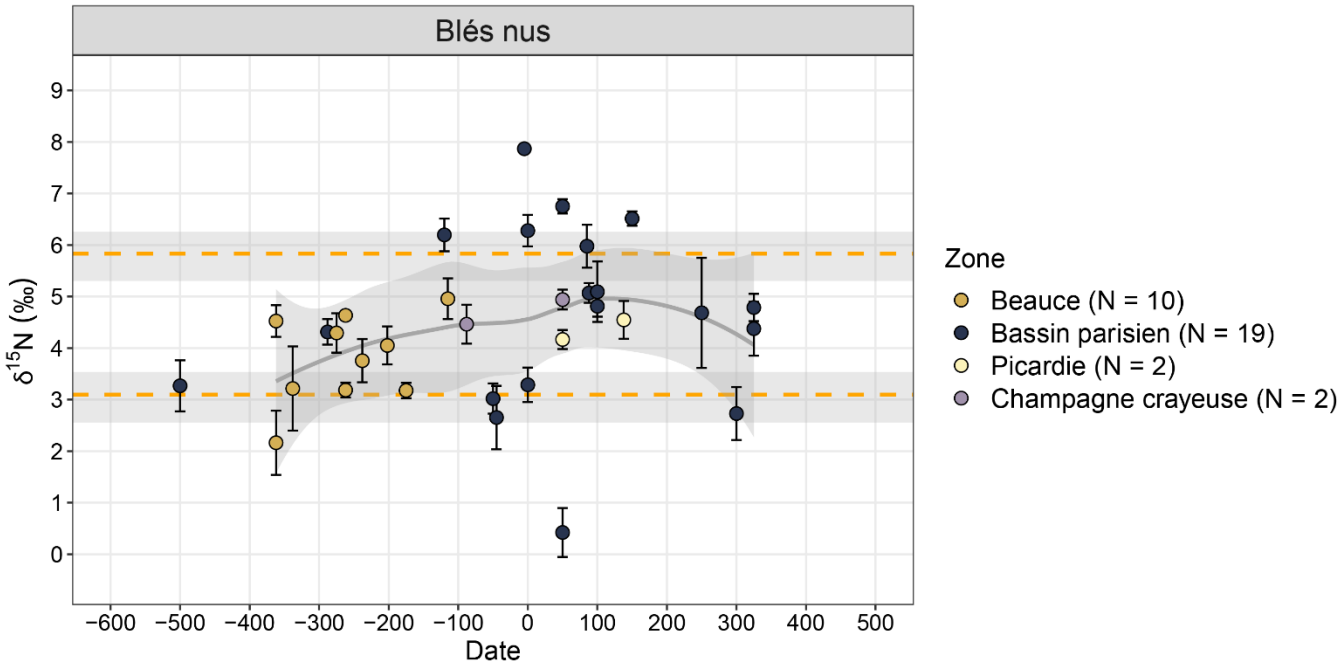

Figure 8-19 Composition isotopique en azote des lots de blés nus du Bassin parisien au sens large, par date (N=33).

8.4. Disparités régionales

Les sites archéologiques ont été regroupés dans des zones homogènes d'un point de vue géologique et pédologique pour isoler certains facteurs de variation non anthropiques de la composition isotopique en azote. Les Figure 8-20 et Figure 8-21 représentent les valeurs de $\delta^{15}N$ des céréales pour les zones avec au moins cinq lots. La Figure 8-22 montre la fréquence des niveaux d'intensité de fumure pour les zones avec plus de dix lots de céréales. La plupart des zones ne sont représentatives que d'une seule période et seul le centre du Bassin parisien possède suffisamment de lots à la fois pour le second âge du Fer et pour la période romaine pour percevoir une évolution. Les évolutions chronologiques sur le temps long sont donc difficiles à appréhender à cette échelle d'analyse, mais des tendances sur le plus court terme sont quand même décelables.

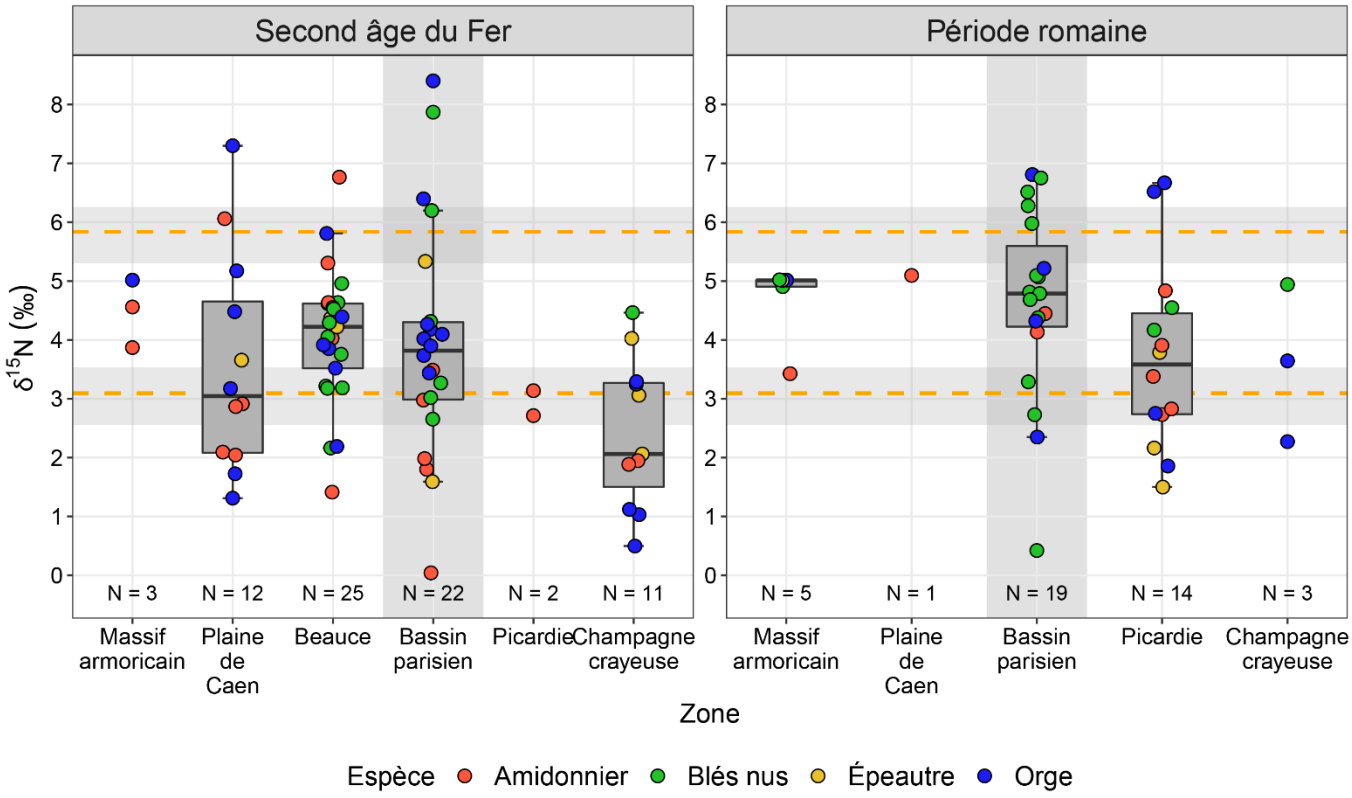

Figure 8-20 Composition isotopique en azote des lots de céréales, par zone et par période. Seules les zones qui ont livré plus de cinq lots sont représentées ici. Les lignes pointillées oranges sont les seuils modélisés par la régression logistique ordinale et les bandes grises horizontales représentent les intervalles d'incertitude. Les bandes verticales mettent en valeur la zone centre du Bassin parisien.

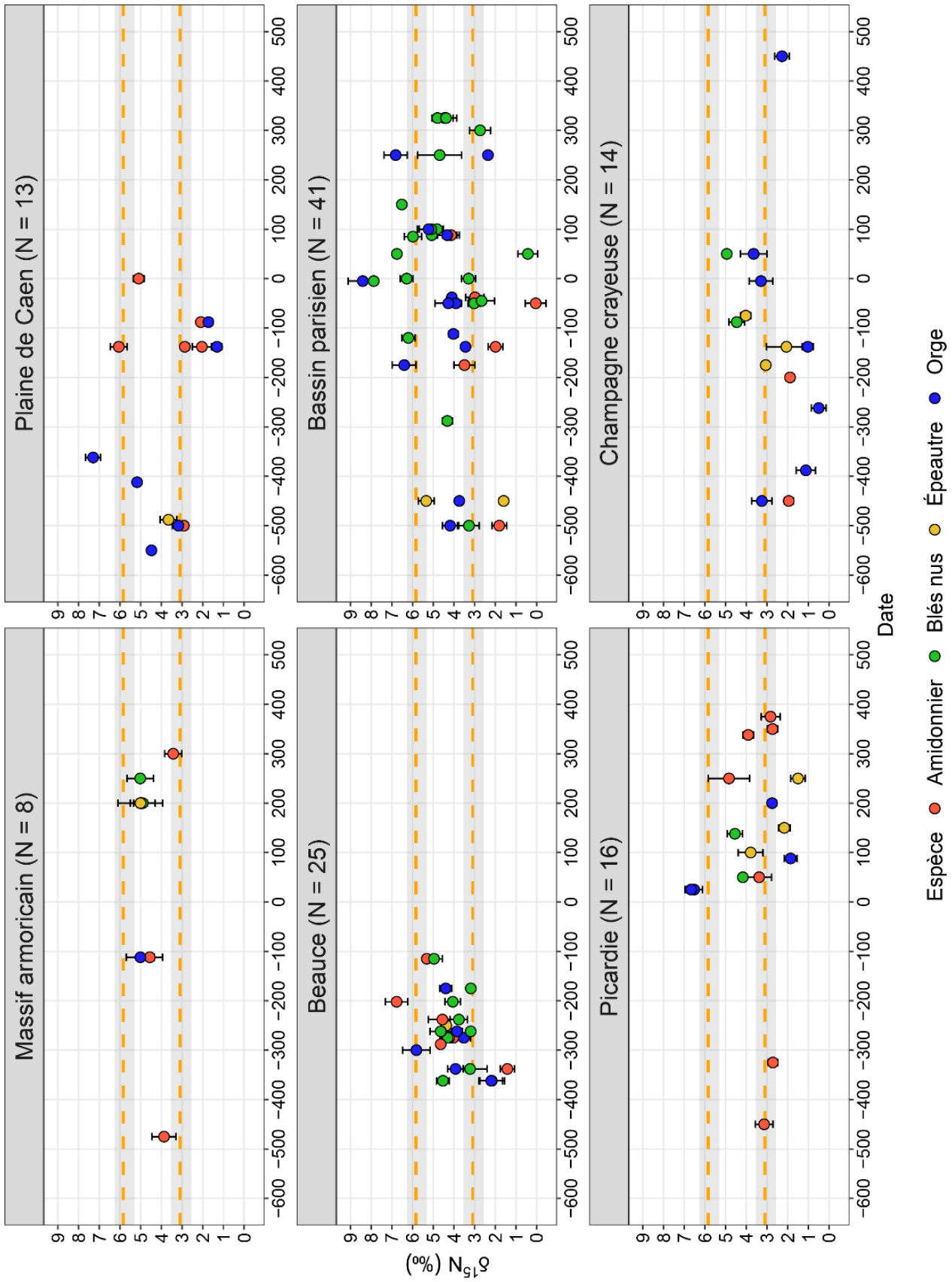

Figure 8-21 Composition isotopique en azote des lots de céréales, par zone et par date. Les lignes pointillées oranges sont les seuils modélisés par la régression logistique ordinale et les bandes grises représentent les intervalles d'incertitude.

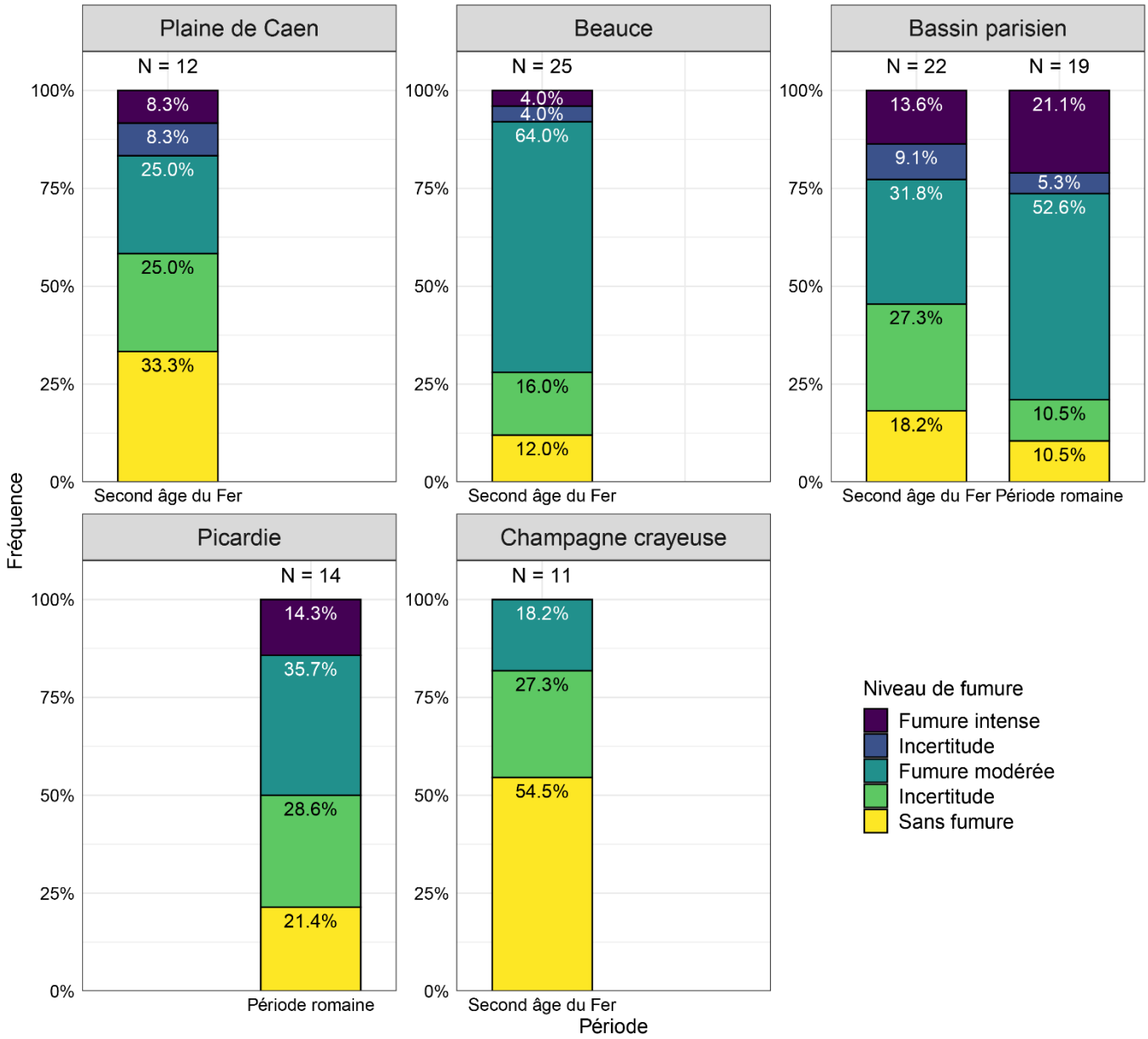

Figure 8-22 Fréquence des niveaux de fumure des lots de céréales, par zone et par période.

Dans le Massif armoricain, le nombre de lots est faibles en considération de la période de temps étudiée et ne permet pas une analyse poussée. Les valeurs de $\delta^{15}N$ restent stables entre le Ve siècle avant notre ère et le IVe siècle de notre ère et relèvent d'une fumure modérée. L'absence de fumure ne peut être exclue pour un lot d'amidonnier (IIIe-IVe siècle de notre ère).

Dans les autres zones, l'échantillonnage est un peu plus conséquent et différentes pratiques peuvent être décrites.

8.4.1. Une fertilisation hétérogène en Plaine de Caen ?

En Plaine de Caen, la médiane des valeurs de $\delta^{15}N$ est plutôt basse et les valeurs sont assez dispersées (Figure 8-20), montrant que la fumure était utilisée, mais généralement avec une faible intensité, même si des marqueurs de fumure intense sont présents (Figure 8-22). Les valeurs de $\delta^{15}N$ chutent entre les VIe-IVe siècles et les IIe-Ier siècles avant notre ère, en particulier pour les orges vêtues (Figure 8-21). Cette évolution pose question, car les autres régions montrent une tendance inverse. Le faible échantillonnage (N=12) pourrait expliquer qu'on ne saisit pas toute l'étendue des variations identifiées pour l'ensemble des zones à la fin du second âge du Fer (voir partie 8.3). La répartition des niveaux d'intensité de fumure est similaire à celle du reste du Bassin parisien (centre du Bassin parisien, avant l'essors des blés nus, et Picardie), dont la Plaine de Caen est l'extension occidentale.

Cette zone se caractérise par un système agropastoral original pour la France du Nord, Durant le second âge du Fer, les légumineuses et l'avoine sont largement cultivées et le brome a pu l'être ponctuellement, alors que ce sont des espèces marginales par ailleurs (Ruas et Zech-Matterne, 2012, p. 350 ; Zech-Matterne *et al.*, 2013, p. 384 ; Neveu, 2017, p. 353-359, 360 et 367-368). L'élevage est spécialisé sur les bovins, même si les caprinés occupent une place non négligeable (Baudry, 2018, p. 144 et 146). Le développement de l'avoine et des légumineuses, qui semblent avoir été cultivées en plein champs comme les céréales, est signe de changement dans les rotations culturales en introduisant des cultures de printemps aux côtés des cultures d'hiver (Ruas et Zech-Matterne, 2012, p. 352 ; Zech-Matterne *et al.*, 2013, p. 384 ; Neveu, 2017, p. 382). Les éleveurs tendent à abattre les bovins de plus en plus vieux, ce qui est permis par l'accès à un fourrage plus abondant (Van den Bosche *et al.*, 2009, p. 67 ; Zech-Matterne *et al.*, 2013, p. 385 ; Baudry, 2018, p. 158). Appuyé par plusieurs arguments carpologiques et archéozoologiques, ce système agropastoral est qualifié d'intensif (Zech-Matterne *et al.*, 2013, p. 384 ; Neveu, 2017, p. 385-387 ; Baudry, 2018, p. 144) alors qu'il tendrait à devenir de plus en plus extensif dans les autres zones étudiées (Zech-Matterne et Brun, 2016 ; Zech-Matterne *et al.*, 2017b). Ces transformations agraires interviennent dans un contexte de densification du réseau d'habitat et semblent répondre aux besoins alimentaires d'une population croissante dans un espace restreint (Besnard-Vauterin *et al.*, 2016, p. 68-69).

L'étude de la flore adventice en Plaine de Caen indique que les champs étaient localisés sur des terres moyennement riches en nutriment (Neveu, 2017, p. 376). Le développement de l'avoine et des légumineuses a pu intégrer les rotations avec les céréales d'hiver pour limiter l'épuisement des sols (Neveu, 2017, p. 379). Le pic de culture de l'avoine intervient au IIe siècle avant notre ère

(Ruas et Zech-Matterne, 2012, p. 348), au moment où les valeurs de $\delta^{15}N$ de l'amidonnier et de l'orge vêtue diminuent et ne montrent plus de signes de fertilisation, confirmant que la fertilité d'une partie des champs n'était pas entretenue. Pourtant, de traces probables de récolte de fumier dans les parcs à bétail ont pu être relevées (Van den Bosche *et al.*, 2009, p. 67-68) et son épandage est manifeste dans les hautes valeurs de $\delta^{15}N$ de plusieurs lots de céréales.

Les deux os de cerf du site d'Ifs « ZAC Object'Ifs Sud » ont livré des valeurs de $\delta^{15}N$ de leur collagène notablement plus faibles que les autres échantillons du nord de la France (voir partie 7.2). Ces mesures sont insuffisantes pour s'assurer d'une singularité locale dans la composition isotopique en azote des sols, qui pourrait être due à une situation géographique et environnementale particulière. L'analyse d'autres échantillons de cerf devra être réalisée pour évaluer cette hypothèse. Si la Plaine de Caen s'avère avoir une composition isotopique en azote de sa faune et de sa flore des milieux peu anthropisés moins riche en ^{15}N qu'ailleurs, les valeurs de $\delta^{15}N$ des lots de céréales pourraient relever de taux de fumure plus intenses que ce qui vient d'être décrit.

La situation originale de la Plaine de Caen, tant dans la structuration du système agropastoral que dans l'organisation sociale rend difficile l'interprétation des valeurs de $\delta^{15}N$, et de nouvelles analyses, par exemple sur les caryopses d'avoine, seraient les bienvenues pour aider à comprendre l'évolution des pratiques de fertilisation.

8.4.2. Une fertilisation soutenue en Beauce

Dans la Beauce, les lots de céréales sont concentrés durant les IVe-IIe siècles avant notre ère. Les valeurs de $\delta^{15}N$ sont en moyenne légèrement plus élevées que les lots du second âge du Fer des autres régions, en grande partie à cause des lots d'amidonnier (Figure 8-23), établissant que près des trois quarts des lots (toutes espèces confondues) ont été fumés (N=18/25). Les valeurs de $\delta^{15}N$ augmentent au cours des trois siècles étudiés, témoignant de l'enrichissement progressif de l'environnement des fermes en ^{15}N par l'apport progressif de fumure. L'étude plus approfondie de trois établissements de cette région a fait l'objet d'un article (Ben Makhad *et al.*, accepté et partie 8.5).

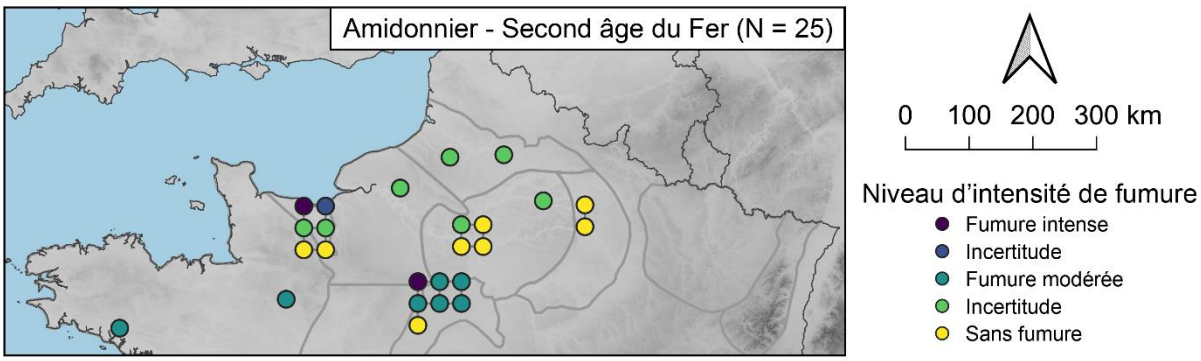

Figure 8-23 Distribution géographique des lots d'amidonnier du second âge du Fer.

8.4.3. Un manque de fumure en Champagne crayeuse

La situation en Champagne crayeuse se distingue radicalement des autres zones, car les valeurs de $\delta^{15}N$ des lots y sont beaucoup plus basses qu'ailleurs (Figure 8-20). C'est particulièrement le cas pour l'orge vêtue, céréale centrale du système agropastoral champenois (Boulen *et al.*, 2012, p. 71 ; Toulemonde *et al.*, 2017a, p. 92), qui reçoit moins de fumure (Figure 8-24). Les valeurs de $\delta^{15}N$ des céréales augmentent entre le milieu du second âge du Fer et le début de la période romaine (Figure 8-21) et reflètent le passage d'une agriculture qui n'utilise pas ou peu de fumier à un usage de fumure plus assuré, notamment pour les blés nus.

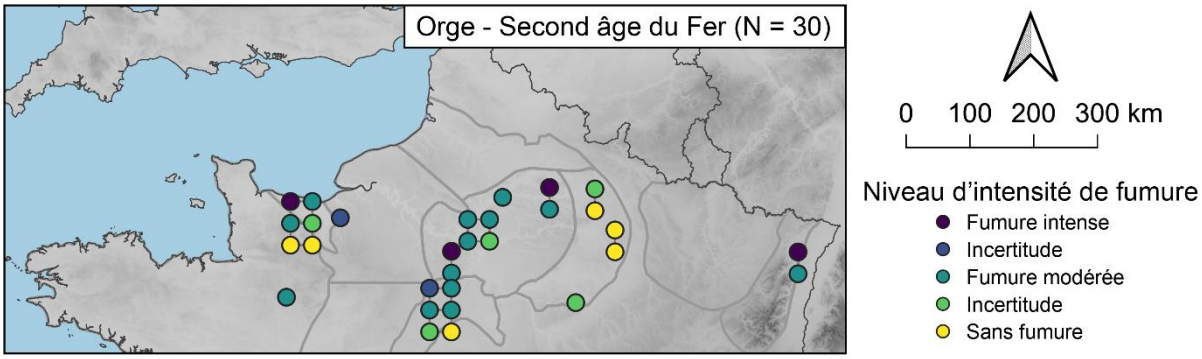

Figure 8-24 Distribution géographique des lots d'orge vêtue du second âge du Fer.

Dans cette région aux contraintes édaphiques importantes, la forte concentration en calcium, la minceur et la relative sècheresse des sols limitent les potentiels culturaux (Boulen *et al.*, 2012, p. 62 et 71). Les céréales majoritairement cultivées sont des espèces résistantes, facilement adaptables et peu exigeantes en nutriments (orge vêtue et épeautre). L'absence de fumure durant la majeure partie du second âge du Fer pourrait indiquer que les contraintes étaient telles, que l'entretien du bétail devait aussi être limité et les capacités de production de fumier réduites. Les

difficultés de l'agriculture ont longtemps été pesantes pour les sociétés préindustrielles. Au XVIIIe siècle, les limites de production rencontrées par les établissements ruraux faisaient que les capacités de fumure en Champagne étaient presque cinq fois moindres qu'ailleurs en France septentrionale (Meuvret, 1977, p. 124).

Toulemonde *et al.* (2017a, p. 95) émettent l'hypothèse que l'arrivée tardive des blés nus en Champagne crayeuse s'appuie sur le phénomène urbain et l'exploitation des boues urbaines et du curage des latrines de la capitale Reims/*Durocortorum* comme source de fertilisant pour les campagnes proches de la ville. L'essor des blés nus champenois au Moyen Âge est permis grâce au nouveau maillage territorial des habitats groupés qui permettent de mieux répartir les déchets domestiques et de latrines (Lepetz et Zech-Matterne, 2018, p. 357). Comme toutes les matières organiques, les déchets domestiques ont la capacité d'enrichir les sols en ^{15}N. Cependant, les établissements ruraux entourant Reims à la période romaine n'ont pas été échantillonnés et nous n'avons pas la possibilité de vérifier l'hypothèse par les analyses isotopiques. Les lots de céréales étudiés pour la région rémoise sont un peu trop précoces pour entrer complétement dans le cadre de cette hypothèse.

8.4.4. Un essor de la fumure dans le centre du Bassin parisien

Le centre du Bassin parisien est la zone avec le plus de lots étudiés (N=41), répartis équitablement entre le second âge du Fer et la période romaine. Le nombre important de lots révèle la grande variabilité des valeurs de δ^{15}N, notamment au cours des Ier siècle avant–Ier siècle de notre ère, de la même façon que ce qui avait été identifié pour l'ensemble de la moitié nord de la France (voir partie 8.3). Le nombre de lots témoignant d'un usage de fumure augmente entre le second âge du Fer (55 %, N=12/22) et la période romaine (79 %, N=15/19) (Figure 8-22). Cela est dû aux faibles valeurs de δ^{15}N des lots d'amidonnier du second âge du Fer et de l'augmentation des valeurs de δ^{15}N des lots de blés nus et des quelques lots d'amidonnier à la période romaine, tandis que l'orge vêtue ne suit pas cette évolution (Figure 8-25). Les blés nus actuels sont exigeants en nutriments, et même si l'on ne connait pas les caractéristiques biologiques des céréales anciennes (Toulemonde, 2013, p. 381-382), on peut supposer que les besoins en fertilisant de cette culture aient été importants durant l'Antiquité pour son développement optimal. Le passage de 50 % (N=3/6) de blés nus assurément fertilisés au second âge du Fer à 77 % (N=10/13) durant la période romaine montre que la fumure participe à l'essor de cette culture en accroissant les rendements (Zech-Matterne *et al.*, 2014b, p. 29, 2017a, p. 46).

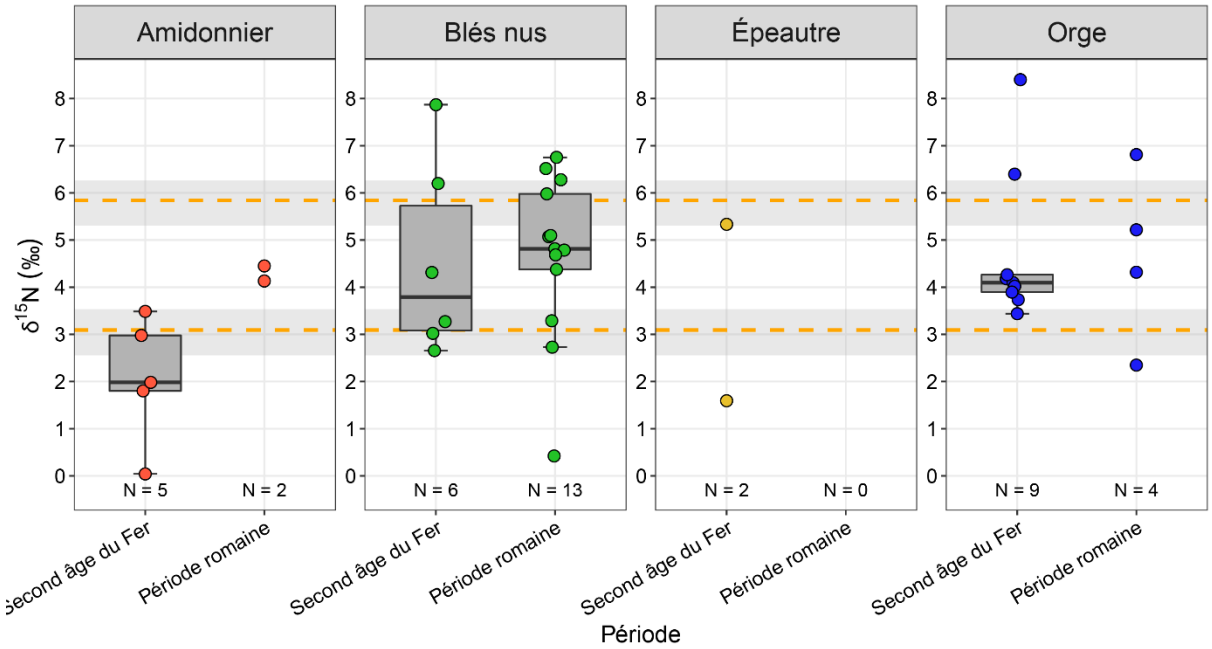

Figure 8-25 Composition isotopique en azote des lots de céréales du centre du Bassin parisien, par espèce et par période.

8.4.5. Une fertilisation modérée en Picardie

En Picardie, les valeurs de $\delta^{15}N$ des lots de la période romaine sont légèrement plus basses que dans le centre du Bassin parisien (Figure 8-20) et relèvent de taux de fumure plus faibles, où 50 % des lots (N = 7/14) sont fumés (Figure 8-22). Dans cette zone, comme d'après les tendances globales, les valeurs de $\delta^{15}N$ diminuent au cours de la période romaine. Le nombre de lots de blés nus échantillonnés en Picardie est faible (N=2) et on ne peut pas vérifier si dans cette ère d'extension maximale de la culture, les pratiques agricoles de fertilisation sont identiques à ceux du centre du Bassin parisien.

8.4.6. Synthèse de l'approche régionale

La pratique de la fertilisation n'est pas uniforme sur tout le territoire étudié. L'intensité de la fumure varie entre les zones et peut suivre des évolutions chronologiques divergentes.

En Champagne crayeuse, les taux de fumure sont particulièrement faibles, traduisant les difficultés de développement du système agropastoral. En parallèle, en tant que région où l'élevage est très développé et où le fumier est théoriquement disponible en plus grande quantité, la Plaine de Caen présente aussi des valeurs de $\delta^{15}N$ en majorité relativement faibles. Ces deux zones semblent avoir une évolution contraire, avec l'utilisation de fumier qui se met en place à la toute

fin de l'âge du Fer en Champagne, et le recul de la fertilisation au IIe-Ier siècle avant notre ère en Plaine de Caen.

Dans les autres zones, la fumure est utilisée à des taux globalement modérés. Dans le Massif armoricain, les valeurs sont stables durant tout le second âge du Fer et la période romaine. Dans la Beauce, les valeurs de $\delta^{15}N$ sont très cohérentes pour l'ensemble des lots et connaissent une augmentation claire en quelques siècles. Dans le centre du Bassin parisien, les valeurs de $\delta^{15}N$ augmentent sensiblement au cours du second âge du Fer. Au tournant de la période romaine, la dispersion des valeurs montre la diversité des sols exploités et les différences dans les quantités de fumier apportées dans les différents champs des établissements ruraux. Durant l'Antiquité, les taux de fumure sont modérés à intenses et pourraient se réduire vers la fin de la période. En Picardie, les taux de fumure de la période romaine sont modérés à faibles, et comme dans le centre du Bassin parisien, décroissent au cours des derniers siècles.

8.5. Capture des pratiques agricoles sur les sites multiphasés

Après l'analyse régionale des pratiques de fertilisation, nous pouvons proposer une étude à l'échelle locale. Les établissements ruraux de Prasville « Les Grandes Canettes », Prasville « Vers Chesnay » et Ymonville « Les Hyèbles », localisés dans la Beauce, sont situés à moins de 2 km les uns des autres et exploitent le même environnement. Ils offrent une séquence d'occupation de quelques siècles dont les lots de céréales ont été échantillonnés entre 400 et 80 avant notre ère. Ils ont été étudiés dans le cadre d'un article « Crop manuring on the Beauce plateau (France) during the Second Iron Age », publié dans la revue *Journal of Archaeological Sciences: reports* (Ben Makhad *et al.*, accepté) et reproduit ci-dessous.

Les 18 lots de céréales ont livré des valeurs de $\delta^{15}N$ qui varient entre 1,41 ‰ et 6,77 ‰, avec une augmentation au cours du temps, passant de 2,90 ‰ à 5,27 ‰ (moyenne par phase d'occupation). Cette hausse reflète une utilisation continue de la fumure, enrichissant graduellement en ^{15}N les champs alentours. Au IVe siècle avant notre ère, la moitié des lots ne sont pas fumés (N=3/6), puis presque tous les lots des siècles suivants ont reçu une fumure (N=10/12), dont certains à de niveaux plus intenses. En comparaison, les quelques lots des établissements de Palaiseau « Les Trois Mares » et d'Épiais-lès-Louvres « La Grande Fosse », étudiés par Aguilera *et al.*, et de Bretteville-l'Orgueilleuse « Le Bas des Prés » ont des valeurs de $\delta^{15}N$ moins dispersées et qui restent relativement stables durant toute la période étudiée (Figure 8-26) (Aguilera *et al.*, 2018,

p. 8). Le nombre d'échantillons et leur résolution temporelle n'est pas vraiment comparable aux sites de la Beauce, mais ces exemples pourraient indiquer que l'enrichissement en ^{15}N de l'environnement n'est pas forcement visibles, même pour des établissements dont l'activité agricole est continue sur plusieurs siècles.

Les trois fermes beauceronnes semblent avoir appliqué les mêmes stratégies de fumure entre les espèces. L'orge vêtue et l'amidonnier ont pu être fumés plus souvent que les blés nus, même lorsque ceux-ci sont la culture dominante de l'établissement. L'analyse des différents lots de céréales provenant d'une même structure montre des valeurs de $\delta^{15}N$ diversifiées entre les cultures, reflétant des taux de fumure variés : certains champs étaient fertilisés alors que d'autres l'étaient moins (voir partie 8.2).

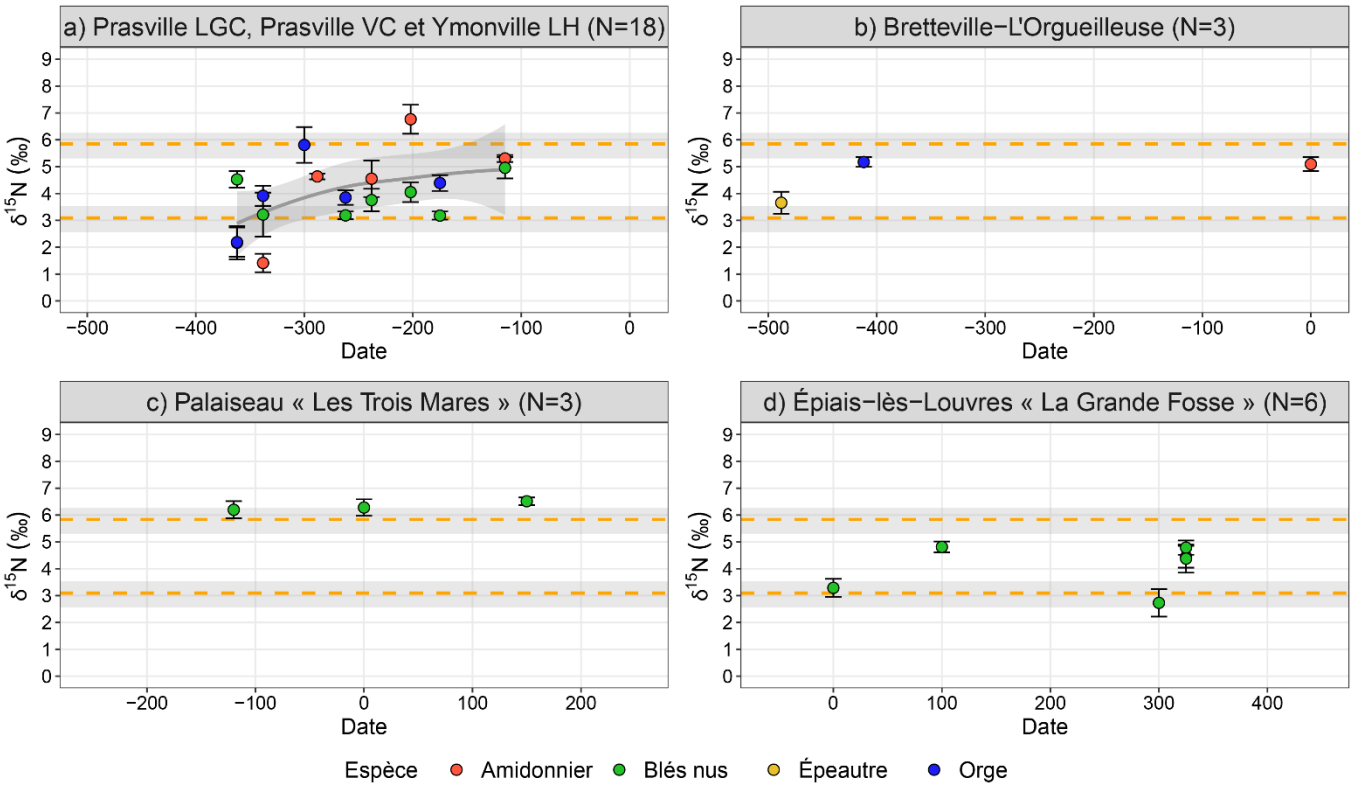

Figure 8-26 Composition isotopique en azote des lots de céréales de Prasville « Les Grandes Canettes », Prasville « Vers Chesnay », Ymonville « Les Hyèbles » (a), de Bretteville-l'Orgueilleuse « Le Bas des Prés » (b), de Palaiseau « Les Trois Mares » (c) et de Épiais-lès-Louvres « La Grande Fosse » (d), par date.

Manuscrit accepté le 21 avril 2022 pour publication dans

Journal of Archaeological Sciences: reports.

CROP MANURING ON THE BEAUCE PLATEAU (FRANCE) DURING THE SECOND IRON AGE

Sammy Ben Makhad[1], Bénédicte Pradat[2], Mònica Aguilera[3], François Malrain[4], Denis Fiorillo[1], Marie Balasse[1], Véronique Matterne[1]

[1] CNRS-Muséum national d'Histoire naturelle,
Archéozoologie, Archéobotanique, Sociétés, Pratiques et Environnement

[2] Inrap Centre-Ile-de-France,
Archéozoologie, Archéobotanique, Sociétés, Pratiques et Environnement

[3] Universitat de Lleida,
Department of Crop and Forest Sciences

[4] Inrap Hauts-de-France,
Trajectoire, de la sédentarisation à l'État

ABSTRACT

The studied area on the Beauce plateau (France) was densely inhabited during the Iron Age and several archaeological excavations have enriched our knowledge of agrarian systems during this period. This study investigates fertilisation management between 400 and 80 BCE focusing on numerous crop storage remains from three neighbouring farms. We sampled 18 cereal groups with 50 grains to conduct stable carbon and nitrogen isotope analyses commonly used for reconstructing past agricultural practices, in particular $\delta^{15}N$ as a proxy for manuring.

The $\delta^{15}N$ values range between 1.3‰ and 7.6‰, with an increase over time from 3.2‰ to 5.6‰ (mean by occupation phase), reflecting a continuous use of manure, consistent with the dynamism of agricultural activities during the Second Iron Age. All three farms seem to have applied the same manuring strategies. Barley and emmer may have been manured more often than free-threshing wheats, even when free-threshing wheats are the dominant crop. This contrasts with the neighbouring Ile-de-France region and indicates diversity in agropastoral systems between regions. The analysis of several grain groups from the same silo shows diversified $\delta^{15}N$ values between crops, reflecting various manuring rates: some fields were fertilised while others were less so. This is consistent with the description of a large-scale farming system, with a large cultivated area and a mosaic landscape.

Keywords: *Manuring, Crop stable isotopes, Rural settlements, Iron Age*

1. INTRODUCTION

1.1. Research context

Agricultural productions during the Second Iron Age are relatively well known in the northern half of France (Zech-Matterne *et al.*, 2013, Malrain *et al.*, 2018). In earlier periods, crops were diversified and appear to have been cultivated at the household level. Changes occurred during the Second Iron Age with a reorganisation of agricultural practices to increase production. Through the study of archaeological weed ecology, an extensification of cropping systems can be claimed in some regions (Normandie, Picardie, Ile-de-France and Champagne) (Zech-Matterne and Brun, 2016). The occurrence of nitrophilous weeds (75 out of 211 taxa) combined with crops suggests the maintenance of soil fertility for several centuries, possibly through crop rotation, grass or tilled

fallow, farmyard manure, penning livestock on the fallows or in fields during intercrop periods (Zech-Matterne *et al.*, 2018). In north-western France, the increase in pulses may indicate a cereal-legume rotation (Neveu *et al.*, 2021). This technique slows down soil depletion and reduces amendment rates. In north-eastern France, farm production was less diversified and specialized in the culture of one or two cereals (Zech-Matterne *et al.*, 2013, 2014). Fertility maintenance must thus have involved other solutions than legume rotations. However, the weed ecology approach cannot identify the (natural or anthropic) origin of soil fertility.

Characterising fertilisation practices enhances our understanding of (more or less intensive or extensive) cereal production modes, impacting crop yields, labour force, labour productivity and land use. In intensive cropping systems, a large amount of labour is invested per unit area to ensure good crop growth, which allows high yields (Morrison 1994). The choice of an extensive cropping system affects the use of manure: manure is supposed to be spread more heterogeneously across the numerous farmland fields than in intensive agriculture. Manure inputs involves livestock management and collection, storage and transport of dung. Moreover, fertility management was not necessarily homogeneous from one territory to another, depending on environmental constraints and farmers' or owners' choices. We therefore consider the interest of detecting these practices on a finer scale than the weed ecology studies described above. In this study, fertilisation practices were investigated in three neighbouring farms from the Second Iron Age in the Centre region of France, using biogeochemical analysis of crop remains, a methodology proven to be suitable for exploring past soil fertility (Bogaard *et al.*, 2007, 2013; Fraser *et al.*, 2011).

1.2. Description of the sites

The farms are located on the Beauce plateau within 2 km of each other, halfway between Chartres and Orléans (Figure 1). Aerial surveys and trial trenching have shown that the surrounding land was densely inhabited during the Iron Age, with a predominance of enclosed rural settlements during the Second Iron Age. The Roman Chartres-Orléans Road, probably of protohistoric origin, runs between the studied sites and highlights their inclusion in a wider network of agricultural settlements, with likely interdependent relationships between farms (Malrain, 2020).

The Beauce plateau, in the Paris Basin, is an area of limestone outcrops, covered with fertile silts. The topography is not very contrasted. Valley bottoms are currently dry, but they were probably formerly wet and wooded. The dry and deforested plateaus hosted grasslands and crops. The farms are located on plateaus, close to slopes, at the interface between these two environments (Coussot, 2010; Martin, 2010; Pradat, 2010).

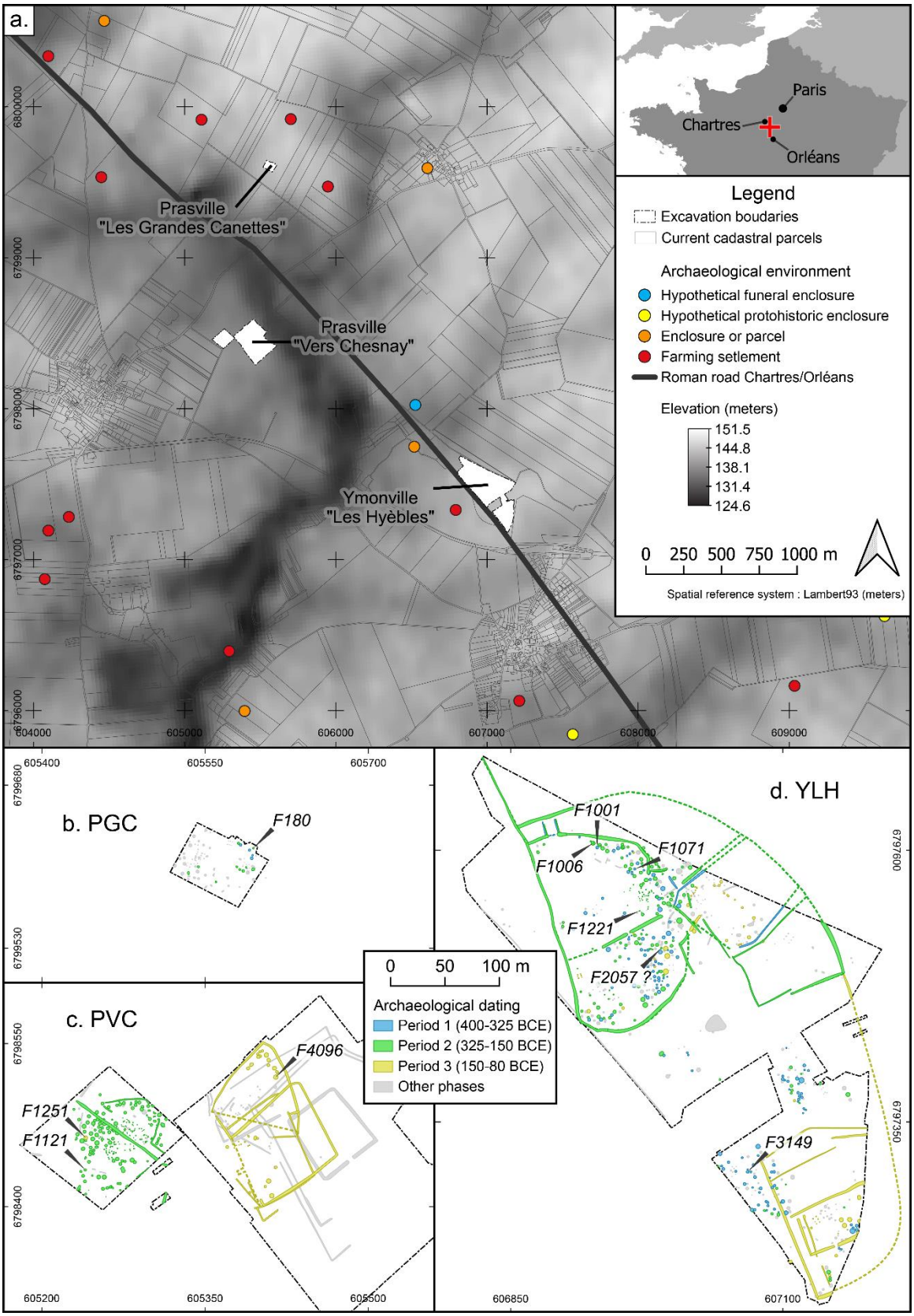

Figure 1. Location of the sites in their archaeological environment (a) and phased plans of Prasville "Les Grandes Canettes" (b), Prasville "Vers Chesnay" (c) and Ymonville "Les Hyèbles" (d). The sampled structures are shown on the plans. Data: Yvernaut, 2010; Bailleux, 2010; Lusson, 2011; Josset, 2012; IGN BD Parcellaire 2020; EAA EU-DEM 2020.

At the intermediate-sized farm of Prasville "Vers Chesnay" (Bailleux, 2010), five building phases between 325 BCE and 300 CE have been identified. During phases 1 and 2 (325/150 BCE), a silo cluster organised around small post-mounted buildings provided good storage capacity. Some small ditches mark the early stages of structuring the habitat. From 200 BCE onwards, the settlement extended over a larger area while building size also increased, and large ditches were established, forming an open enclosure. The settlement comprised agricultural and craft activities: inhabitants bred Caprinae and cultivated mainly free-threshing wheats (45% of food plant remains) and emmer (45%). The other food plant species are rare. In the third phase (150/80 BCE), the habitat moved 150 m to the east, with no chronological hiatus, and three successive ditched enclosures were constructed. Emmer became the main cultivated crop (74%). Cattle and horses were raised. From the following phases onwards, the architecture became monumental and during the Roman Empire, production focused on cattle breeding.

The excavation of Prasville "Les Grandes Canettes" (Lusson, 2011) was carried out over a small surface, on the edge of a smaller farm. Little is known of spatial organisation, as the habitat continues northwards, outside the excavation limits. The site is mainly characterised by the presence of silos and pits and no ditches structuring the space were observed. Two phases were identified (400/300 BCE and 325/250 BCE) with agricultural activities focusing on emmer cultivation (73% of food plant remains) and pig and caprine husbandry. Millet cultivation was secondary (11%) and some cattle were also raised.

Ymonville "Les Hyèbles" (Josset, 2012) was intensively settled between its foundation in the sixth/fifth centuries and its abandonment in the first century BCE. The settlement was an aristocratic farm. Phases 2 (500/325 BCE) and 3 (325/150 BCE) correspond to the establishment of the occupation centred around two founding graves. A large D-shaped enclosure was installed, encompassed by a wider one. The main D-shaped enclosure comprised a building facing an empty area (potentially a public place), surrounded by trophies exhibition posts and numerous silos. Multiple activities were carried out: crafting (metallurgy, leather working, weaving and milling), husbandry, cereal cropping (mainly free-threshing wheats – 61% – and secondarily barley – 26%) and social events (trophies exhibition and assemblies). This was thus a dual-purpose settlement (agriculture and sanctuary). During phase 4 (150/50 BCE), the initial settlement was still occupied, but a new centre was built 100 m to the south. A new residential building was enclosed by a large quadrangular ditch. The last settlement phase dates from the end of the first century BCE and corresponds to the abandonment of enclosures and the digging of a Roman limestone quarry.

1.3. The use of stable nitrogen isotope values in highlighting soil fertility management

Cereals take up nitrogen from the soil, largely derived from the decomposition of organic matter by microorganisms. These processes of transformation of organic nitrogen into bioavailable mineral forms lead to different isotopic compositions, subject to many environmental factors, such as rainfall, temperature, soil depth, topographic position, and the overall nature of the parent material (Amundson *et al.*, 2003; Högberg, 1997). The anthropogenic history of the soil and agricultural activities are also important factors in stable nitrogen isotope ratio variation ($\delta^{15}N$).

From the 1970s onwards, ecologists and agronomists noticed that $\delta^{15}N$ values in soil increase with the application of farmyard manure (Riga *et al.*, 1971; Choi *et al.*, 2003; Bol *et al.*, 2005). During storage and composting, animal manure loses part of its nitrogen, preferentially the lighter ^{14}N isotope, through ammonia volatilization, leading to significant relative enrichment in the heavier ^{15}N isotope (Högberg, 1997; Szpak, 2014). The application of manure thus causes relative ^{15}N-enrichment in soil and plants. When charred under temperatures between ~215-260°C (i.e. the charring window for preservation of grain morphology; Charles et al., 2015), charred plant remains are likely to preserve their in vivo $\delta^{13}C$ and $\delta^{15}N$ values (DeNiro and Hastorf, 1985; Nitsch *et al.*, 2015) and is currently used to investigate manuring in archaeological contexts (Bogaard *et al.*, 2007, 2013; Aguilera *et al.*, 2008; Fraser *et al.*, 2011; Kanstrup *et al.*, 2011).

Long-term experiments conducted in temperate Europe have shown that plants growing in a poorly anthropized environment, or in plots that have not been manured for a long time, generally have $\delta^{15}N$ values below 3‰. Values above this threshold refer to plants grown on soils enriched in ^{15}N by a high concentration of organic matter, deriving from natural conditions or human activities. Above 6‰, $\delta^{15}N$ values would reflect high manuring rates (*e.g.*, 25-35 t/ha) in the long term (Fraser *et al.*, 2011; Bogaard *et al.*, 2013). For other regions, further experiments were conducted to define locally adapted thresholds (Larsson *et al.*, 2019). The manuring effect can be detected as early as the first year after manure application (Fraser *et al.*, 2011). Manuring rates and application frequency affect the manuring effect on $\delta^{15}N$ values: ^{15}N-enrichment is greater the more a plot is fertilised in quantity and over time. After the cessation of fertilisation, $\delta^{15}N$ values gradually decrease. Measurements of intermediate $\delta^{15}N$ values could indicate either abundant recent fertilisation, medium fertilisation over the long term or the residues of long-term fertilisation abandoned some time ago. Very high $\delta^{15}N$ values (over 7-9‰) indicate intensive management practices, with high manuring rates comparable to those applied in garden agriculture.

Other agricultural practices may affect the $\delta^{15}N$ values of the soil and plant (Szpak, 2014). Clearing lands by burning them alters the nitrogen cycle and leads to an increase in $\delta^{15}N$ values, through various complex processes with impacts that can last for several years or even decades. Tillage brings formerly mineralised nutrients to the soil surface, but its influence on crop $\delta^{15}N$ values is unlikely (Selles *et al.*, 2011). Other fertilisation techniques, such as cereal-legume rotation combined with green manure (a legume crop voluntarily cut and buried in the ground), decrease $\delta^{15}N$ values in soil (Riga *et al.*, 1971) and probably those of the following crops. For this reason, it may be difficult to differentiate cereals cultivated after legumes from cereals grown without manuring. Further experiments are needed to understand the impact of legumes cultivation on soil $\delta^{15}N$ values.

In order to measure a baseline for $\delta^{15}N$ values of unfertilised flora, we use the deer bone collagen proxy (Bogaard *et al.*, 2013). Wild fauna is very rare in Second Iron Age sites and only $\delta^{15}N$ values from 20 deer bone were published for the early Roman sites of Jouars-Pontchartrain "La Ferme d'Ithe" (n=10, range: 3.1–6.1‰) and Palaiseau "Les Trois Mares" (n=10, range: 4.9–6.5‰), localised 60km north-east of the three Beauce farms, also in the south-western Paris Basin (Aguilera *et al.*, 2018). The mean of the $\delta^{15}N$ values is 5.0±1.0‰ (Supplementary Material 1). After subtracting a 3‰ value for the trophic level shift (Caut *et al.*, 2009), the $\delta^{15}N$ values of the deer diet can be estimated to 2.0±1.0‰. As discussed in Styring *et al.* (2017), $\delta^{15}N$ values above mean+1 standard deviation of deer diet could be interpreted as ^{15}N-enriched with respect to non-anthropic flora. According to these local deer samples, the local baseline for $\delta^{15}N$ values of unfertilised flora is 3.0‰, similar to the 3‰-threshold established by long-term manuring experiments in others parts of temperate Europe (Fraser *et al.*, 2011).

1.4. Objectives and hypothesis

Dense land use in the area and high storage capacity (numerous silos) during the whole Second Iron Age illustrate the dynamism of agricultural production, alongside other activities, reflecting the transformation of protohistoric society (Malrain et al., 2018). The development and enrichment of rural settlements during the Second Iron Age relied heavily on agricultural profits, which in turn depended on fertilisation techniques for increasing yields. Here, we investigate manure fertilisation and variations in manuring, depending on the cereals, production units and time periods. The sampling protocol was adapted in a way to approach these different spatiotemporal scales. Production modes are compared across three neighbouring farms, over several centuries of occupation, but also within the same storage structure, in order to detect fine variations between fields.

We assume that if Second Iron Age farmers used manure to increase yields, then this practice should be reflected in the nitrogen isotopic composition of cereals. In an extensive farming system, the cultivated area is large and manure spreading cannot reasonably be uniform across all fields. Variations in cereal $\delta^{15}N$ values are expected. Some species may have been favoured over others, and would have received more manure.

2. MATERIAL AND METHODS

2.1. Sample selection and preparation

Samples were obtained from detrital deposits with a high density of charred grains. These concentrations consist of aggregate cereal grains, dominated by one or two taxa, and weed seeds, charred and eliminated at the same time, and most probably harvested in the same year or at most a few years apart. We selected the three dominant taxa of the sites: hulled barley *(Hordeum vulgare)*, free-threshing wheats *(Triticum aestivum* ssp. *aestivum*/*T. turgidum* ssp. *durum*/*T. turgidum* ssp. *turgidum* group*)* and emmer wheat *(Triticum turgidum* ssp. *dicoccum)*. Fifty grains of the same taxon (herein "one grain group") were collected from each archaeobotanical deposit to accurately reflect crop values at the field scale. The grain group is subdivided into five samples composed of 10 grains each to reflect part of intra-field variability, which can be significant within a single plot (Bogaard *et al.*, 2007; Larsson *et al.*, 2019). A total of 18 grain groups were studied (90 samples with a total of 900 grains).

Archaeological events at the sites have been relatively dated on the basis of artefacts. The sampled structures can be grouped into three consistent periods between the three farms (Figure 2 and Table 1):

- Period 1 (400/325 BCE): silos F1001, F1221 and F3149 are from phase 2 of Ymonville "Les Hyèbles". This is the period during which Second Iron Age farms were installed in this area. We sampled six grain groups for this period.
- Period 2 (325/150 BCE): silos F180 (phase 2 of Prasville "Les Grandes Canettes"), F1121 (phase 1-2 of Prasville "Vers Chesnay"), F1006, F1071 and F2057 (phase 3 of Ymonville "Les Hyèbles") correspond to a period of continuity or even increasing storage capacity with the creation of the Prasville "Vers Chesnay" farm. Eight grain groups were obtained from these silos.
- Period 3 (150/80 BCE): silos F1251 and F4096 (four grain group) belong to phase 3 of Prasville "Vers Chesnay". This phase corresponds to the relocation and

creation of an establishment in Prasville "Vers Chesnay" and Ymonville "Les Hyèbles", reflecting new dynamics in rural habitat management.

The grains were cleaned of sedimentary concretions and roots by gently scraping under a stereomicroscope. In order to remove soil contaminants (mainly carbonates in this calcareous region), samples were treated with a gentle acid treatment (adapted from Vaiglova *et al.*, 2014; Aguilera *et al.*, 2018): 10 whole grains were treated in 10 mL of a solution of 0.5 M HCl for 1 h at 70° C, soaked in distilled water at room temperature with water changed after 24h, 8h and 16h, freeze-dried and milled to a fine powder with an agate pestle and mortar.

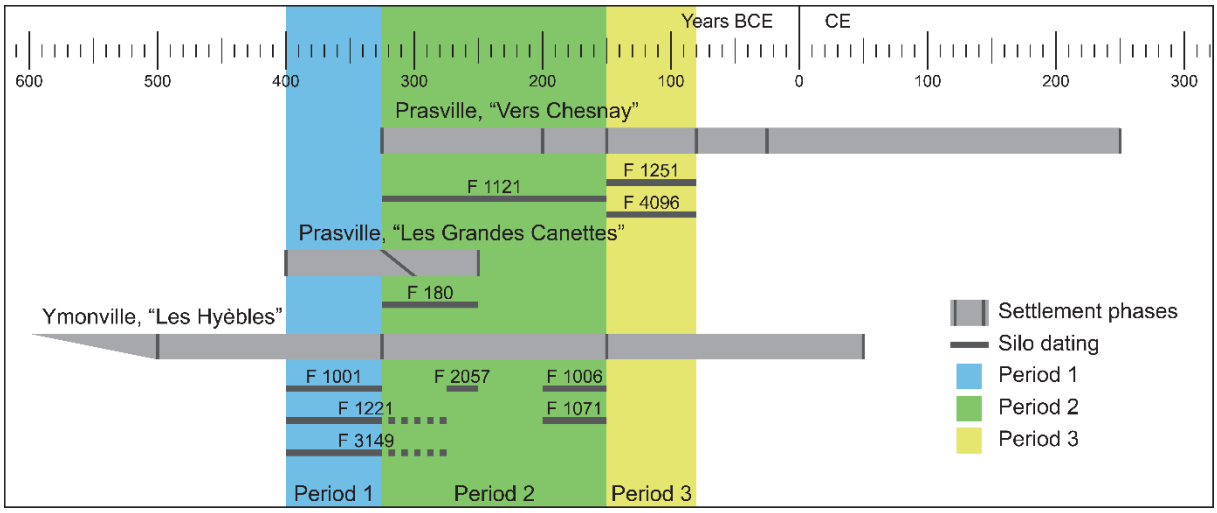

Figure 2. Silo dating and site periodisation.

2.2. Isotopic analyses

Measurements were performed on 1 mg of grain powder in an elemental analyser (Thermo Flash 2000), interfaced with an isotope mass spectrometer (Thermo DeltaV Advantage), at the Muséum national d'Histoire naturelle (Paris, France). Stable isotope ratios measurement results are expressed using $\delta^{15}N$ and $\delta^{13}C$ values (‰), relative to atmospheric N_2 and the VPDB standard, respectively. The precision and accuracy of analyses are determined using a laboratory standard (alanine) normalized to the IAEA-600 caffeine international standard, and a peach leaf standard (NIST SRM 1547). Over the course of all analyses, the alanine standard (n = 24) gave mean values of 0.72 ± 0.13‰ for $\delta^{15}N$ (expected value = 0.60‰), -21.82 ± 0.13‰ for $\delta^{13}C$ (expected value = -22.17‰), and 40.50 ± 0.29 % for C content (expected value = 40.44 %) and the peach leaf standard (n = 21) gave mean values of 2.87 ± 0.05 % for N content (expected value = 2.97 %). Analytical precision, determined within each run from eight alanine analyses, varied between ± 0.06‰ and ± 0.16‰ for $\delta^{13}C$; ± 0.09‰ and ± 0.17‰ for $\delta^{15}N$; ± 0.15 % and ± 0.30 % for C

content. For the N content, analytical precision, determined from seven peach leaf analyses, ranges from ± 0.02 % to ± 0.04 %.

Following the arguments of Nitsch *et al.* (2015), who recommend considering an offset of 0.31‰ for $\delta^{15}N$ and 0.11‰ for $\delta^{13}C$ for the charring effect, the measured values were corrected. Other studies also show a charring effect (Fraser *et al.*, 2013; Styring *et al.*, 2013), and although some did not (Aguilera *et al.*, 2008; Kanstrup *et al.*, 2012; Szpak and Chiou, 2019), the correction is necessary when comparing cereal $\delta^{15}N$ values to deer diet $\delta^{15}N$ baseline (Nitsch *et al.*, 2015).

The results for $\delta^{13}C$ values are given and discussed in Supplementary Material 2, since we do not interpret them in terms of agricultural practices.

2.3. Statistical analyses

In order to understand variations in $\delta^{15}N$ measurements, a linear mixed-effects model was calculated, with the taxon and period as fixed effects (independent variables) and cereal grain group as a random effect. We use a mixed model because samples from the same grain group are correlated, and considered to be repeated measurements from the same deposit. Grain groups are compared two by two with the non-parametric Wilcoxon rank-sum test. All statistical tests and models are evaluated at an alpha level of 10%.

Statistical analyses were carried out using the statistical programming language R 4.0.2 (R Core Team, 2020). Models and their pseudo-R^2 were calculated with the nlme and the piecewiseSEM packages (Pinheiro *et al.*, 2021; Lefcheck, 2016). Graphics were produced with the ggplot2 package (Wickham, 2016).

3. RESULTS

Results from stable isotope analyses are shown in the Supplementary Material 3. Figure 3 shows $\delta^{15}N$ and $\delta^{13}C$ values for each sample (10 grains each), grouped by archaeological features. All grain groups are clearly distinguished from each other on the basis of combined $\delta^{15}N$ and $\delta^{13}C$ values, even when they were retrieved from the same silo. Moreover, variability within each grain group is low (standard deviation within a grain group is on average 0.4‰ for $\delta^{15}N$ and 0.2‰ for $\delta^{13}C$). This suggests limited alteration of the grains' original stable isotope ratios by diagenesis. Summarized data for each grain group are shown in Table 1 and in Figure 4. Overall, $\delta^{15}N$ values range between 1.0‰ (emmer wheat in silo F3149) and 7.5‰ (emmer wheat in silo F1251).

Overall, $\delta^{15}N$ values of the three taxa overlap, due to their wide range of variation. $\delta^{15}N$ values increase from one period to the next, on average +1.2‰ at each step, visible in Figure 4 (mean [90% CI] for Period 1: 2.9‰ [2.5; 3.3]; Period 2: 4.2‰ [3.9; 4.4]; Period 3: 5.3‰ [4.9; 5.7]). Linear mixed-effects models have been calculated to verify these observations (Table 2).

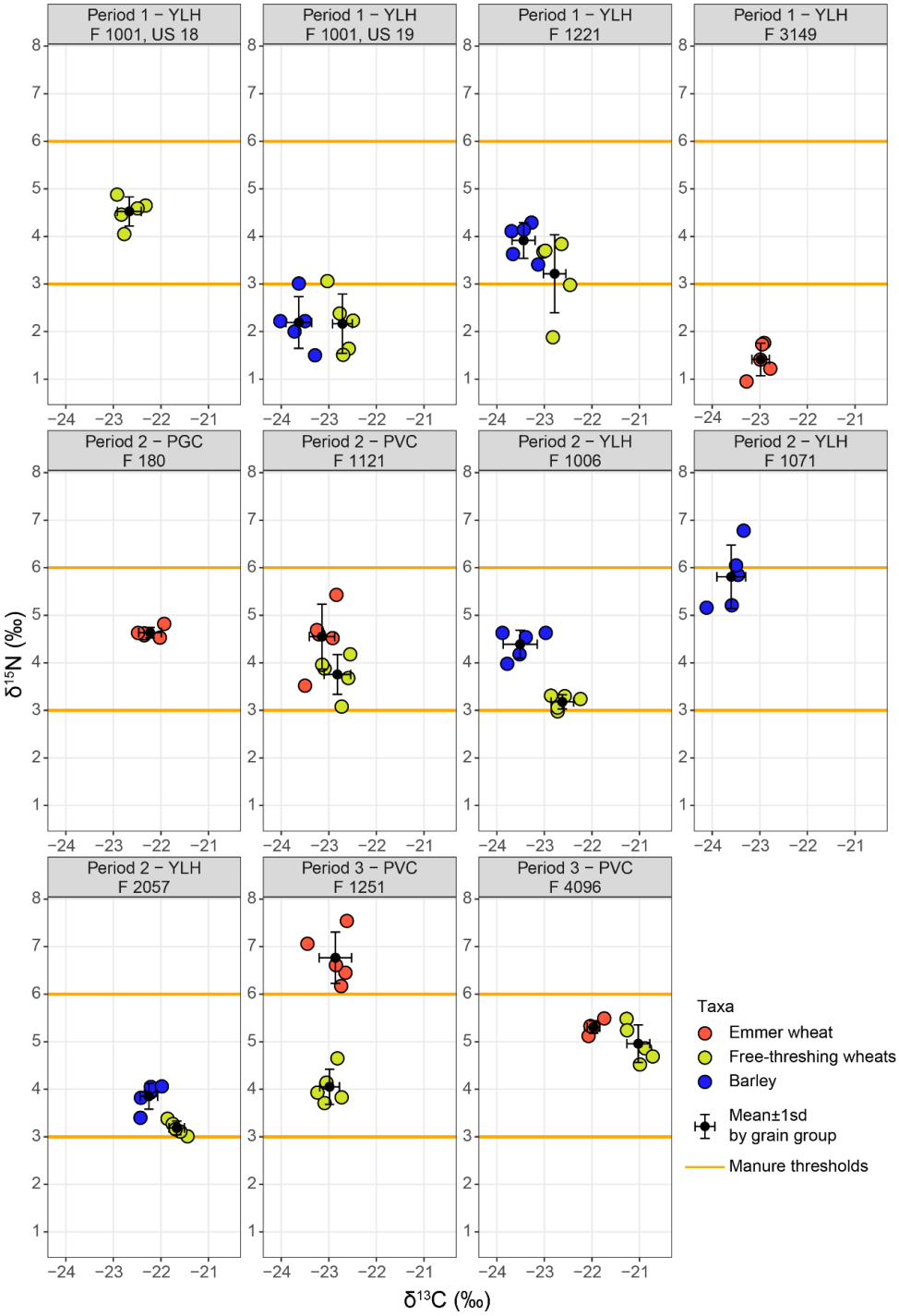

Figure 3. Plot of $\delta^{15}N$ and $\delta^{13}C$ of archaeological grains, grouped by archaeobotanical deposit. Each point is one sample of 10 grains. The black dots and crosses show the mean and 1 standard deviation for each grain group. Orange lines ($\delta^{15}N$): thresholds for manuring rates after Fraser et al. 2011 and Bogaard et al. 2013 (below 3‰, no manuring; 3-6‰, moderate or ancient manuring; above 6‰, high manuring rates).

Table 1. Stable nitrogen and carbon isotope values of cereal grains analysed for each grain group. n: number of analysed samples. Each sample includes 10 grains.

Id Site	Silo	Date	Period	Taxon	n	$\delta^{15}N$ (mean ± 1sd)	$\delta^{13}C$ (mean ± 1sd)
YLH	F 1001, SU 18	400-325 BCE	Period 1	Free-threshing wheats	5	4.5 ± 0.3	-22.7 ± 0.3
YLH	F 1001, SU 19	400-325 BCE	Period 1	Barley	5	2.2 ± 0.5	-23.6 ± 0.3
YLH	F 1001, SU 19	400-325 BCE	Period 1	Free-threshing wheats	5	2.2 ± 0.6	-22.7 ± 0.2
YLH	F 1221	400-275 BCE	Period 1	Barley	5	3.9 ± 0.4	-23.4 ± 0.2
YLH	F 1221	400-275 BCE	Period 1	Free-threshing wheats	5	3.2 ± 0.8	-22.8 ± 0.2
YLH	F 3149	400-275 BCE	Period 1	Emmer	5	1.4 ± 0.3	-23.0 ± 0.2
PGC	F 180	325-250 BCE	Period 2	Emmer	5	4.6 ± 0.1	-22.2 ± 0.2
PVC	F 1121	325-150 BCE	Period 2	Emmer	5	4.6 ± 0.7	-23.1 ± 0.3
PVC	F 1121	325-150 BCE	Period 2	Free-threshing wheats	5	3.8 ± 0.4	-22.8 ± 0.3
YLH	F 1006	200-150 BCE	Period 2	Barley	5	4.4 ± 0.3	-23.5 ± 0.4
YLH	F 1006	200-150 BCE	Period 2	Free-threshing wheats	5	3.2 ± 0.2	-22.6 ± 0.2
YLH	F 1071	200-150 BCE	Period 2	Barley	5	5.8 ± 0.7	-23.6 ± 0.3
YLH	F 2057	275-250 BCE	Period 2	Barley	5	3.9 ± 0.3	-22.3 ± 0.2
YLH	F 2057	275-250 BCE	Period 2	Free-threshing wheats	5	3.2 ± 0.1	-21.7 ± 0.2
PVC	F 1251	150-80 BCE	Period 3	Emmer	5	6.8 ± 0.5	-22.9 ± 0.3
PVC	F 1251	150-80 BCE	Period 3	Free-threshing wheats	5	4.1 ± 0.4	-23.0 ± 0.2
PVC	F 4096	150-80 BCE	Period 3	Emmer	5	5.3 ± 0.1	-22.0 ± 0.1
PVC	F 4096	150-80 BCE	Period 3	Free-threshing wheats	5	5.0 ± 0.4	-21.0 ± 0.2

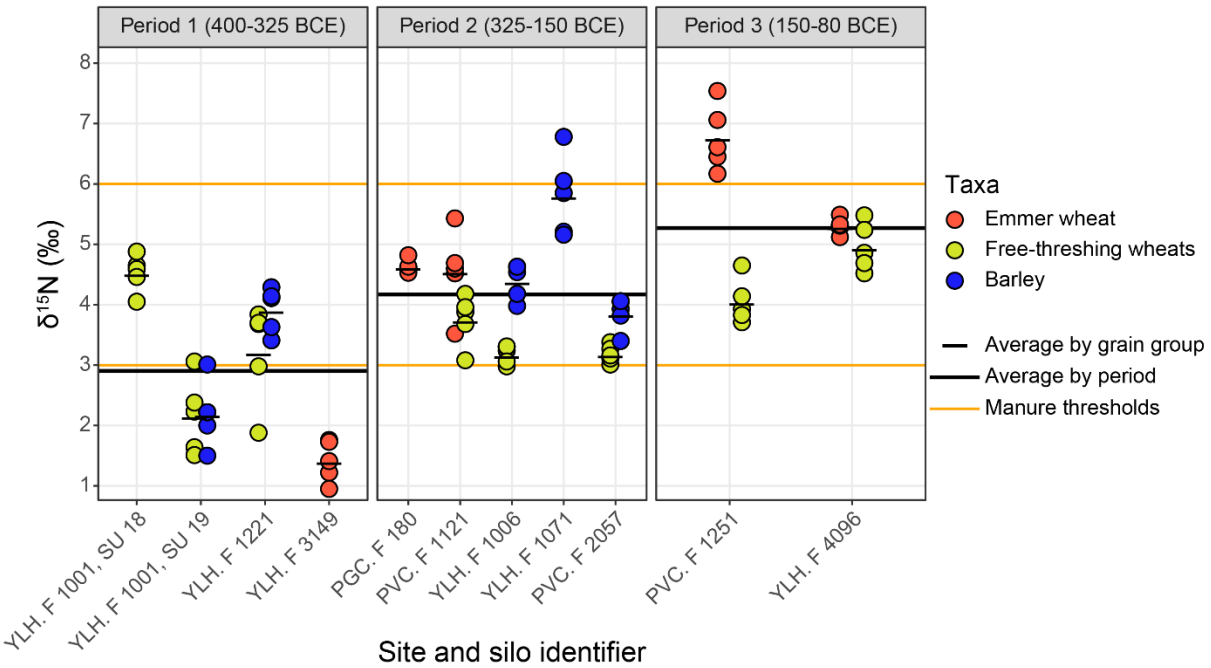

Figure 4. $\delta^{15}N$ of archaeological grains, grouped by grain group. Each point is one sample of 10 grains. Orange lines: thresholds for manuring rates after Fraser et al. 2011 and Bogaard et al. 2013 (below 3‰, no manuring; 3-6‰, moderate or ancient manuring; above 6‰, high manuring rates).

Table 2. Results of the linear mixed-effects models ($\delta^{15}N$), with taxon and period as fixed effects and grain group as a random effect. p values <0.1 are shown in bold. Modelled difference: $\delta^{15}N_{group\ 2}$-$\delta^{15}N_{group\ 1}$

	Group 1	Group 2	Difference $\delta^{15}N$ (‰) [90% CI]	DF	t	p
$\delta^{15}N$ depending on taxon and period pseudo-R^2=0.91 Taxon: p=0.348 – Period: p=0.015	Barley	Emmer	-0.2 [-1.5; 1.0]	13	-0.332	0.745
	Barley	Free-threshing wheats	-0.7 [-1.8; 0.4]	13	-1.199	0.252
	Period 1	Period 2	1.2 [0.2; 2.2]	13	2.088	0.057
	Period 1	Period 3	2. 4 [1.2; 3.7]	13	3.403	0.005
Model bis: $\delta^{15}N$ depending on taxon and period (extract)	Emmer	Free-threshing wheats	-0.5 [-1.6; 0.6]	13	-0.834	0.419
	Period 2	Period 3	1.3 [0.0; 2.5]	13	1.831	0.090

As the studied deposits are not necessarily synchronous within each period (each dating phase covers several decades), it is essential to analyse at a finer scale, *i.e.,* to compare the different cereal species from a same concentration, in order to compare agricultural treatments between cereals. Comparisons are made between barley and free-threshing wheats and between emmer and free-threshing wheats (Table 3). Sampling does not allow for direct comparisons between emmer and barley, because they were not found together.

In a given deposit, inter-cereal differences in $\delta^{15}N$ values can be high (1.3‰ and 2.7‰ for silos F1006 and F1251 respectively). In the four silos where both barley and free-threshing wheats are present, barley always yielded higher $\delta^{15}N$ values on average, even though this difference is only relatively high in two cases (+0.7‰ in silo F2057, +1.3‰ in silo F1006), low in silo F1221 (+0,5‰) and null in F1001. Emmer always yielded similar or higher $\delta^{15}N$ values compared to free-threshing wheats (+2.7‰ in silo F1251, +0.7‰ in silo F1121, not significant difference in F4096).

Table 3. Results of the Wilcoxon rank-sum test, comparing the taxa by archaeobotanical deposit. p values <0.1 are shown in bold. Difference = $\delta^{15}N_{group\ 2}$-$\delta^{15}N_{group\ 1}$

Id Site	Silo	Group 1	Group 2	Difference $\delta^{15}N$ (‰) [90% CI]	p
YLH	F 1001, SU 19	Barley	Free-threshing wheats	0,0 [-0.8; 0.7]	0.675
YLH	F 1006	Barley	Free-threshing wheats	-1.3 [-1.6; -0.9]	0.012
PVC	F 1121	Emmer	Free-threshing wheats	-0.7 [-1.5; -0.3]	0.076
YLH	F 1221	Barley	Free-threshing wheats	-0, 5 [-1.5; 0.1]	0.222
PVC	F 1251	Emmer	Free-threshing wheats	-2.7 [-3.4; -2.2]	0.008
YLH	F 2057	Barley	Free-threshing wheats	-0.7 [-0.9; -0.4]	0.008
PVC	F 4096	Emmer	Free-threshing wheats	-0.4 [-0.8; 0.1]	0.151

Table 4. Results of the Wilcoxon rank-sum test, comparing the grain groups from different stratigraphic units of the same silo F 1001. SU 18 is earlier than SU 19. p values <0.1 are shown in bold. Difference = $\delta^{15}N_{group\ 2}$-$\delta^{15}N_{group\ 1}$

Id Site	Silo	Group 1 (SU 18)	Group 2 (SU 19)	Difference $\delta^{15}N$ (‰) [90% CI]	p
YLH	F 1001	Free-threshing wheats	Free-threshing wheats	-2.4 [-3.0; -1.7]	0.008
PVC	F 1001	Free-threshing wheats	Barley	-2.4 [-2.9; -1.8]	0.012

4. Discussion

4.1. Manuring as a cause of increased $\delta^{15}N$ values

The great majority of cereal $\delta^{15}N$ values are above 3‰, reflecting ^{15}N-enrichment of cultivated soils by human activities in most cases. Nitrogen cycles are complex (Szpak, 2014) and several agricultural practices can influence the nitrogen isotopic composition of the environment (manuring, slash-and-burn cultivation, green manure). As shown by paleoenvironmental studies in the study area (Coussot, 2010; Martin, 2010; Pradat, 2010) and palynological analyses at a regional scale (Blancquaert *et al.*, 2012), deforestation intensified during the Iron Age. The area was densely inhabited for a long time, with long-term shifting habitats. Even if the whole area was not cultivated at the same time (*e.g.,* with fallow spaces), the land must have been cleared a long time ago and potential clearing or burning effects are unlikely. At the three farms, evidence for legume cultivation is scarce (less than 3% of food plant remains), as observed on a very large corpus of sites in the Paris Basin (Zech-Matterne *et al.*, 2014, 2020), so their impact on soil quality must have been minimal. Hence, one of the main causes of $\delta^{15}N$ evolution is, in this case, the spreading of animal and human excrement either in the form of manure collected from stalls or by the mobile penning of livestock on land.

Stables and dung-yards are rare on Iron Age sites. Very few of them are known in France (Bosche *et al.*, 2009, pp. 68–71; Gaudefroy, 2016, p. 107; Hinguant *et al.*, 1998, pp. 74–83; Mathiot, 2012) and none was positively identified at the sites studied here. This rarity can be explained by cultural as well as taphonomic factors (these features are identified in Roman farms). Indeed, it has been argued that livestock (Caprinae, pigs, and a few cattle; Bayle, 2011, 2010) were not stalled, but herded outdoors, with light shelters (Zimmermann, 1999). Penning livestock on cultivated plots during intercrop periods after daily grazing fertilises the land without having to store and transport

manure. Ditch cleaning, farm waste, as well as human or pig excrement may have been another source of fertiliser, especially for fields closer to the farm, due to transport limitations.

During Period 1 (400/325 BCE), the $\delta^{15}N$ values of half the grain groups are below 3‰. Thereafter, $\delta^{15}N$ values increase continuously, with all measurements exceeding the 3‰-threshold and one of more than 6‰ at the Period 3 (emmer from silo F1251). This increase can be explained by continuous fertilisation over three centuries, gradually enriching the soil and plants in ^{15}N.

4.2. Relationship between agricultural practices and land use

The increase in $\delta^{15}N$ values from Period 1 (400/325 BCE) to Period 3 (150/80 BCE) suggests the repeated use of manure. This result is consistent with studies of other areas in northern France for Second Iron Age and Roman period (Aguilera *et al.*, 2018). This increase can be related to the evolution of habitats. Period 1 (400/325 BCE) corresponds to the installation of the major site of Ymonville "Les Hyèbles", adding a new large centre of production on the plateau, with agricultural activities contributing to the ^{15}N-enrichment of cereals. During Period 2 (325/150 BCE), the occupation of the area was dynamic, with the rise of Prasville "Vers Chesnay". Sheep grazing between crops and the use of pig and human manure may have increased soil and plant $\delta^{15}N$ values. The third period was one of habitat restructuration (farm displacement and expansion). Another source of manure may have been used, with cattle and horse rearing alongside sheep and pigs.

The three sites correspond to different social statuses. Ymonville "Les Hyèbles" was a major aristocratic farm, Prasville "Vers Chesnay" an intermediate farm and Prasville "Les Grandes Canettes" a smaller settlement. Despite these hierarchical differences, cereals show similar isotopic composition, reflecting the sharing of agricultural practices and the same manure production capacity between farmers from the same area. The variability of $\delta^{15}N$ values (over 5‰ amplitude) suggests a wide range of soil fertility conditions, most probably linked to different manuring rates and the history of plots.

4.3. Interspecific differences in nitrogen isotopic composition

Different cereal species growing under the same environmental conditions have comparable nitrogen isotopic composition (Fraser *et al.*, 2011). Crops with similar $\delta^{15}N$ values (*e.g.* barley and free-threshing wheats from the F 1001, SU 19) do not necessarily indicate that they were grown in the same field, but rather that they were grown on soils with the same fertility. The majority of the grain groups could have been fertilised, but differences are visible within the same archaeobotanical

deposit (Table 3). $\delta^{15}N$ values are greater for barley than for free-threshing wheats in two out of four silos (F1006, F2057). The average difference is slight (around 1‰) but could nonetheless show that barley was sometimes more carefully cultivated (more often manured), as observed during the Hallstatt period in Germany (Styring *et al.*, 2017) and during the fifth century BCE in the city of Lattara in southern France (Alagich *et al.*, 2018). The same observation applies to emmer, which is more fertilised than free-threshing wheats (F1121, F1251). This contrasts with agronomic knowledge of current varieties, where free-threshing wheats are more nutrient-demanding than barley and emmer to ensure good yields. Farmers in Beauce chose to focus on fertilising certain crops, and not necessarily the dominant crop (around 70% of cereal grains are free-threshing wheats during Period 1 in Ymonville "Les Hyèbles" and Period 2 in Prasville "Vers Chesnay"; Pradat, 2010, unpublished). By contrast, Aguilera *et al.* (2018) observed preferential manuring of free-threshing wheats in the neighbouring Ile-de-France region. This reflects regional differences already observed in agricultural production at that time (Lepetz and Zech-Matterne, 2018).

4.4. Seizing agricultural practices in the very short term

Silo F1001 at Ymonville "Les Hyèbles" yielded grain groups from two successive stratigraphic units (belonging to the same occupation phase). We can consider that these two infillings are closely related in time, on account of the rapid obliteration of the holes by inhabitants, and the related harvest dates separated by a few years at most. $\delta^{15}N$ values are very different between grain groups (Table 4 and Figure 4), with cereals from the later stratigraphic unit yielding $\delta^{15}N$ values lowered by 2.4‰ compared to the earlier ones. Such a decrease in the soil nitrogen isotope composition is unlikely over a few years, at most. Alternatively, the difference between the two successive harvests could be explained by a wide variety of management strategies for different cultivated plots around the farm. Some were manured while others were not. This assumption may explain diversity of $\delta^{15}N$ values through silos from a same period.

Methodologically, the case of silo F1001 (Ymonville "Les Hyèbles") is interesting for sampling strategies. Sampling archaeobotanical remains from several successive stratigraphic units from a same structure records the short-term diversity of agricultural practices.

5. CONCLUSION

Results from the stable isotope analysis of charred cereal grains show that manuring was a solution adopted by the Second Iron Age inhabitants of these three neighbouring farms to fertilise cultivated soils. The main argument for this is high $\delta^{15}N$ values and their continuous increase over time, reflecting the dynamism of agricultural activities in this area, causing ^{15}N-enrichment in the environment as a result of manure application. The lack of stalling features raises the question of livestock management and the possible mobile penning of livestock. These results suggest a mosaic landscape around the farm, with cereal fields fertilised or not from one year to the next. Different manuring rates may have been applied over time, space and cereal species, reflecting variability in farmers' choices. Manuring is not correlated with the dominant crop. The use of manure provided the conditions for improving the agricultural economy.

ACKNOWLEDGMENTS

This research is a part of a PhD funded by the DIM Région - Ile-de-France "Matériaux Anciens et Patrimoniaux" ("AGROFER" project, dir. V. Matterne, M. Balasse and F. Malrain). All analytical costs were supported by the MNHN ATM ("AgroFertil" project 2020; dir V. Matterne and M. Balasse) and by the Sorbonne Université OPUS programm ("AGALITT" project 2019, dir. M. Balasse and V. Matterne). Stable isotope analyses were conducted at the SSMIM (MNHN Paris). We thank Louise Byrne for English editing.

BIBLIOGRAPHY

Aguilera, M., Araus, J.L., Voltas, J., Rodríguez-Ariza, M.O., Molina, F., Rovira, N., Buxó, R., Ferrio, J.P., 2008. Stable carbon and nitrogen isotopes and quality traits of fossil cereal grains provide clues on sustainability at the beginnings of Mediterranean agriculture. Rapid Commun. Mass Spectrom. 22, 1653–1663. https://doi.org/10.1002/rcm.3501

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. Environ. Archaeol. 23, 323–337. https://doi.org/10.1080/14614103.2017.1291563

Alagich, R., Gardeisen, A., Alonso, N., Rovira, N., Bogaard, A., 2018. Using stable isotopes and functional weed ecology to explore social differences in early urban contexts: The case of Lattara in mediterranean France. J. Archaeol. Sci. 93, 135–149. https://doi.org/10.1016/j.jas.2018.03.006

Amundson, R., Austin, A.T., Schuur, E.A.G., Yoo, K., Matzek, V., Kendall, C., Uebersax, A., Brenner, D.L., Baisden, W.T., 2003. Global patterns of the isotopic composition of soil and plant nitrogen. Glob. Biogeochem. Cycles 17, 1–11. https://doi.org/10.1029/2002GB001903

Bailleux, G., 2010. Prasville, « Vers Chesnay », « Les Fontenelles » : Un établissement rural de La Tène B2 au début du IIIe s. Inrap, SRA Centre, Rapport final d'opération, Fouille archéologique.
Bayle, G., 2011. Etude archéozoologique, in: Eure-et-Loir, Prasville, « Les Grandes Canettes (Site 35) ». Occupations du IVe s. et du début du IIIe s. av. n.-è. Inrap, SRA Centre, Rapport final d'opération, Fouille archéologique, pp. 131–152.

Bayle, G., 2010. La faune des occupations gauloises et gallo-romaines du site de Prasville, « Vers Chesnay » (Eure-et- Loir), in: Prasville, «Vers Chesnay», «Les Fontenelles» : un établissement rural de La Tène B2 au début du IIIe s. Volume 2 Etudes spécialistes. Inrap, SRA Centre, Rapport final d'opération, Fouille archéologique, pp. 31–140.

Blancquaert, G., Leroyer, C., Lohro, T., Malrain, F., Zech-Matterne, V., 2012. Rythmes de créations et d'abandons des établissements ruraux du second âge du Fer et interactions environnementales, in: Bertoncello, F., Braemer, F. (Eds.), Variabilités environnementales, mutations sociales : nature, intensités, échelles et temporalités des changements. Actes des XXXIIe rencontres internationales d'archéologie et d'histoire d'Antibes, Association pour la Promotion et la Diffusion des Connaissances archéologiques, Antibes, pp. 233–245.

Bogaard, A., Fraser, R., Heaton, T.H.E., Wallace, M., Vaiglova, P., Charles, M., Jones, G., Evershed, R.P., Styring, A.K., Andersen, N.H., Arbogast, R.-M., Bartosiewicz, L., Gardeisen, A., Kanstrup, M., Maier, U., Marinova, E., Ninov, L., Schäfer, M., Stephan, E., 2013. Crop manuring and intensive land management by Europe's first farmers. Proc. Natl. Acad. Sci. 110, 12589–12594. https://doi.org/10.1073/pnas.1305918110

Bogaard, A., Heaton, T.H.E., Poulton, P., Merbach, I., 2007. The impact of manuring on nitrogen isotope ratios in cereals: archaeological implications for reconstruction of diet and crop management practices. J. Archaeol. Sci. 34, 335–343. https://doi.org/10.1016/j.jas.2006.04.009

Bogaard, A., Hodgson, J., Nitsch, E., Jones, G., Styring, A., Diffey, C., Pouncett, J., Herbig, C., Charles, M., Ertuğ, F., Tugay, O., Filipovic, D., Fraser, R., 2016. Combining functional weed ecology and crop stable isotope ratios to identify cultivation intensity: a comparison of cereal production regimes in Haute Provence, France and Asturias, Spain. Veget Hist Archaeobot 25, 57–73. https://doi.org/10.1007/s00334-015-0524-0

Bol, R., Eriksen, J., Smith, P., Garnett, M.H., Coleman, K., Christensen, B.T., 2005. The natural abundance of ^{13}C, ^{15}N, ^{34}S and ^{14}C in archived (1923–2000) plant and soil samples from the Askov long-term experiments on animal manure and mineral fertilizer. Rapid Commun. Mass Spectrom. 19, 3216–3226. https://doi.org/10.1002/rcm.2156

Bosche, B. van den, Carpentier, V., Marcigny, C., 2009. Évolution des formes de l'exploitation agricole dans la campagne normande (2500-30 avant J.-C.). L'exemple des fouilles préventives de la périphérie sud de Caen. Rev. Archéologique Ouest 57–83. https://doi.org/10.4000/rao.813

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

Caut, S., Angulo, E., Courchamp, F., 2009. Variation in discrimination factors (Δ15N and Δ13C): 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

Charles, M., Forster, E., Wallace, M., Jones, G., 2015. "Nor ever lightning char thy grain": establishing archaeologically relevant charring conditions and their effect on glume wheat grain morphology. STAR: Science & Technology of Archaeological Research 1, 1–6. https://doi.org/10.1179/2054892315Y.0000000008

Choi, W.-J., Ro, H.-M., Hobbie, E.A., 2003. Patterns of natural ^{15}N in soils and plants from chemically and organically fertilized uplands. Soil Biol. Biochem. 35, 1493–1500. https://doi.org/10.1016/S0038-0717(03)00246-3

Coussot, C., 2010. Rapport géomorphologique du site de Prasville, in: Prasville, «Vers Chesnay», «Les Fontenelles» : Un Établissement rural de La Tène B2 au début du IIIe s. Volume 2 Etudes Spécialistes. Inrap, SRA Centre, Rapport final d'opération, Fouille archéologique, pp. 7–8.

DeNiro, M.J., Hastorf, C.A., 1985. Alteration of ^{15}N /^{14}N and ^{13}C /^{12}C ratios of plant matter during the initial stages of diagenesis: Studies utilizing archaeological specimens from Peru. Geochim. Cosmochim. Acta 49, 97–115. https://doi.org/10.1016/0016-7037(85)90194-2

Ferrio, J.P., Voltas, J., Alonso, N., Araus, J.L., 2007. Reconstruction of climate and crop conditions in the paST based on the carbon isotope signature of archaeobotanical remains, in: Terrestrial ecology, stable isotopes as indicators of ecological change. Elsevier, pp. 319–332. https://doi.org/10.1016/S1936-7961(07)01020-2

Fiorentino, G., Ferrio, J.P., Bogaard, A., Araus, J.L., Riehl, S., 2015. Stable isotopes in archaeobotanical research. Veg. Hist. Archaeobotany 24, 215–227. https://doi.org/10.1007/s00334-014-0492-9

Fraser, R.A., Bogaard, A., Charles, M., Styring, A.K., Wallace, M., Jones, G., Ditchfield, P., Heaton, T.H.E., 2013. Assessing natural variation and the effects of charring, burial and pre-treatment on the stable carbon and nitrogen isotope values of archaeobotanical cereals and pulses. J. Archaeol. Sci. 40, 4754–4766. https://doi.org/10.1016/j.jas.2013.01.032

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. J. Archaeol. Sci. 38, 2790–2804. https://doi.org/10.1016/j.jas.2011.06.024

Gaudefroy, S., 2016. Contraintes, transformations et héritages. Cinq siècles d'évolution d'un paysage rural aux portes de Samarobriva : la ZAC de "La Croix de Fer", près d'Amiens (Somme), in: Évolution des sociétés gauloises du Second âge du Fer, entre mutations internes et influences externes, Actes du 38e colloque de l'AFEAF. Revue Archéologique de Picardie, France, pp. 95–112.

Hinguant, S., Le Goff, E., Gebhardt, A., Grall, B., Maguer, P., Marguerie, D., 1998. Un site de l'Age du Fer stratifié en milieu rural : l'établissement de Keralio à Pont-L'Abbé (Finistère). Rev. Archéologique Ouest 15, 59–114. https://doi.org/10.3406/rao.1998.1072

Högberg, P., 1997. Tansley Review No. 95 ^{15}N natural abundance in soil-plant systems. New Phytol. 137, 179–203. https://doi.org/10.1046/j.1469-8137.1997.00808.x

Josset, D., 2012. Ymonville, Eure-et-Loir, « Les Hyèbles ». Secteur 2 nord, secteur 2 sud. Les occupations celtiques du VIe au Ier siècles avant J.-C. Inrap, SRA Centre, Rapport final d'opération, Fouille archéologique.

Kanstrup, M., Thomsen, I.K., Andersen, A.J., Bogaard, A., Christensen, B.T., 2011. Abundance of ^{13}C and ^{15}N in emmer, spelt and naked barley grown on differently manured soils: towards a method for identifying past manuring practice: Method for identifying past manuring practice. Rapid Commun. Mass Spectrom. 25, 2879–2887. https://doi.org/10.1002/rcm.5176

Kanstrup, M., Thomsen, I.K., Mikkelsen, P.H., Christensen, B.T., 2012. Impact of charring on cereal grain characteristics: linking prehistoric manuring practice to δ^{15}N signatures in archaeobotanical material. J. Archaeol. Sci. 39, 2533–2540. https://doi.org/10.1016/j.jas.2012.03.007

Larsson, M., Bergman, J., Lagerås, P., 2019. Manuring practices in the first millennium AD in southern Sweden inferred from isotopic analysis of crop remains. PLOS ONE 14, 24. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0215578

Lepetz, S., Zech-Matterne, V., 2018. Agro-pastoral systems during the Late Iron Age and Roman period in northern Gaul (English version) - Systèmes agro-pastoraux à l'âge du Fer et à la période romaine, in: Gallia Rustica II, Les Campagnes Du Nord-Est de La Gaule de La Fin de l'âge Du Fer à l'Antiquité Tardive, Coll. Mémoires 50. Ausonius, pp. 327–400.

Lefcheck, J.S., 2016. piecewiseSEM: Piecewise structural equation modeling in R for ecology, evolution, and systematics. Methods Ecol. Evol. 7, 573–579. https://doi.org/10.1111/2041-210X.12512

Lusson, D., 2011. Eure-et-Loir, Prasville, « Les Grandes Canettes (site 35) ». Occupations du IVe s. et du début du IIIe s. av. n.-è. Inrap, SRA Centre, Rapport final d'opération, Fouille archéologique.
Malrain, F., Zech-Matterne, V., Bouby, L., Méniel, P., 2018. L'économie agro-pastorale au second âge du Fer en Gaule, in: La Protohistoire de la France, Actes du XVIIIe Congrès UISPP Tenu à Paris, 4-9 Juin 2017. Hermann, Paris, pp. 441–454.

Malrain, F., 2020. Les trajectoires contrariées des domaines ruraux du second âge du Fer en Gaule du Nord (Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches). Université Paris 1 Panthéon-Sorbone.

Martin, S., 2010. Résultats du diagnostic malacologique, in: Prasville, «Vers Chesnay», «Les Fontenelles» : un établissement rural de La Tène B2 au début du IIIe s. Volume 2 Etudes Spécialistes. Inrap, SRA Centre, Rapport final d'opération, Fouille archéologique, pp. 461–463.

Mathiot, D., 2012. Les habitats ruraux des cinq derniers siècles avant notre ère entre le cours de la Somme et le delta Meuse-Rhin : formes et organisations. Rev. Nord n° 398, 7–26.

Morrison, K.D., 1994. The intensification of production: Archaeological approaches. J Archaeol Method Theory 1, 111–159. https://doi.org/10.1007/BF02231414

Neveu, E., Zech-Matterne, V., Brun, C., Dietsch-Sellami, M.-F., Durand, F., Toulemonde, F., 2021. New insights into agriculture in northwestern France from the Bronze Age to the Late Iron Age: a weed ecological approach. Veg. Hist. Archaeobotany 30, 47–61. https://doi.org/10.1007/s00334-020-00817-8

Nitsch, E.K., Charles, M., Bogaard, A., 2015. Calculating a statistically robust $\delta^{13}C$ and $\delta^{15}N$ offset for charred cereal and pulse seeds. STAR Sci. Technol. Archaeol. Res. 1, 1–8. https://doi.org/10.1179/2054892315Y.0000000001

Pinheiro, J., Bates, D., DebRoy, S., Sarkar, D., R Core Team, 2021. nlme: Linear and Nonlinear Mixed Effects Models.

Pradat, B., 2010. Analyse carpologique, in: Prasville, «Vers Chesnay», «Les Fontenelles» : Un Établissement rural de La Tène B2 au début du IIIe s. Volume 2 Etudes Spécialistes. Inrap, SRA Centre, Rapport final d'opération, Fouille archéologique, pp. 9–30.

Pradat, B., 2011. Analyse carpologique, in: Eure-et-Loir, Prasville, « Les Grandes Canettes (Site 35) ». Occupations du IVe s. et du début du IIIe s. av. n.-è. Inrap, SRA Centre, Rapport final d'opération, Fouille archéologique, pp. 153–168.

Pradat, B., Unpublished. Etude carpologie, Ymonville « Les Hyèbles ».
R Core Team, 2020. R: A Language and Environment for Statistical Computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienne.

Riga, A., Van Praag, H.J., Brigode, N., 1971. Rapport isotopique naturel de l'azote dans quelques sols forestiers et agricoles de Belgique soumis à divers traitements culturaux. Geoderma 6, 213–222. https://doi.org/10.1016/0016-7061(71)90064-4

Selles, F., Karamanos, R.E., Bowren, K.E., 2011. Changes in natural 15N abundance of soils associated with tillage practices. Can. J. Soil Sci. https://doi.org/10.4141/cjss84-036

Styring, A.K., Manning, H., Fraser, R.A., Wallace, M., Jones, G., Charles, M., Heaton, T.H.E., Bogaard, A., Evershed, R.P., 2013. The effect of charring and burial on the biochemical composition of cereal grains: investigating the integrity of archaeological plant material. J. Archaeol. Sci. 40, 4767–4779. https://doi.org/10.1016/j.jas.2013.03.024

Styring, A., Rösch, M., Stephan, E., Stika, H.-P., Fischer, E., Sillmann, M., Bogaard, A., 2017. Centralisation and long-term change in farming regimes: Comparing agricultural practices in Neolithic and Iron Age south-west Germany. Proc. Prehist. Soc. 83, 357–381. https://doi.org/10.1017/ppr.2017.3

Szpak, P., 2014. Complexities of nitrogen isotope biogeochemistry in plant-soil systems: implications for the study of ancient agricultural and animal management practices. Front. Plant Sci. 5, 19. https://doi.org/10.3389/fpls.2014.00288

Szpak, P., Chiou, K.L., 2019. A comparison of nitrogen isotope compositions of charred and desiccated botanical remains from northern Peru. Veg. Hist. Archaeobotany. https://doi.org/10.1007/s00334-019-00761-2

Vaiglova, P., Snoeck, C., Nitsch, E., Bogaard, A., Lee-Thorp, J., 2014. Impact of contamination and pre-treatment on stable carbon and nitrogen isotopic composition of charred plant remains. Rapid Commun. Mass Spectrom. 28, 2497–2510. https://doi.org/10.1002/rcm.7044

Wickham, H., 2016. ggplot2: Elegant Graphics for Data Analysis, 2nd ed. 2016. ed, Use R! Springer International Publishing, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-319-24277-4

Zech-Matterne, V., Auxiette, G., Malrain, F., 2013. Essai d'approche des systèmes agricoles laténiens en France septentrionale. Données carpologiques, archéozoologiques et archéologiques, in: L'Âge du Fer en Europe, Mélanges offerts à Olivier Buchsenschutz. Éd. Ausonius, Bordeaux, pp. 397–404.

Zech-Matterne, V., Brasseur, B., Brun, C., Neveu, E., 2018. Inferring changes in agricultural soil inputs, from Late Bronze Age until Late Antiquity, in northern France, by investigating the weed flora composition, in: Marguerie, D. (Ed.), International Conference on Ecological Sciences, October 22-25-2018. Oral communication, Paleoecology session: How todays ecosystems became what they are?, Rennes.

Zech-Matterne, V., Brun, C., 2016. Vers une agriculture extensive ? Etude diachronique des productions végétales et des flores adventices associées, au cours de la période laténienne, en France septentrionale, in: Évolution Des Sociétés Gauloises Du Second Âge Du Fer, Entre Mutations Internes et Influences Externes, Actes du 38e Colloque International de l'AFEAF, Amiens, 29 Mai - 1er Juin 2014. Revue Archéologique de Picardie, Amiens, pp. 623–638.

Zech-Matterne, V., Malrain, F., Bossard, S., Lorho, T., Derreumaux, M., Neveu, E., Toulemonde, F., 2020. Crop productions, forms and sustainability of the Iron Age farmsteads in northern France: differences and convergences. Beiträge zur Ur- und Frühgeschichte Mitteleuropas 93, pp. 9–22.

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, in: Consommer dans les campagnes de la Gaule romaine, Actes du Xe Congrès de l'Association AGER. Revue du Nord, Lille, pp. 23–49.

Zimmermann, W.H., 1999. Why was cattle-stalling introduced in prehistory? The significance of byre and stable and of outwintering, in: Settlement and Landscape: Proceedings of a Conference in Århus, Denmark, May 4-7 1998. Jutland Archaeological Society, Moesgård, Højbjerg, Danemark, pp. 301–318.

CROP MANURING ON THE BEAUCE PLATEAU (FRANCE) DURING THE SECOND IRON AGE

Sammy Ben Makhad, Bénédicte Pradat, Mònica Aguilera, François Malrain, Denis Fiorillo, Marie Balasse, Véronique Matterne

SUPPLEMENTARY MATERIAL 1

Table S1.1 Stable nitrogen isotope ratios of deer bone collagen from Palaiseau and Jouars-Pontchartrain

Site	Anatomical piece	$\delta^{15}N$ (‰)
Palaiseau "Les Trois Mares"	Tibia	6.3
	Mandible	5.9
	Metatarsal	6.3
	Mandible	4.9
	Metacarpal	4.9
	Metatarsal	5.7
	Mandible	5.1
	Metatarsal	6.3
	Metapodial	5
	Metatarsal	6.5
Jouars-Pontchartrain "La Ferme d'Ithe"	Calcaneum	4.5
	Metacarpal	6.1
	Phalanx 1	3.6
	Calcaneum	3.4
	Phalanx 1	4.5
	Talus	4.8
	Metatarsal	4.2
	Radius	3.1
	Metacarpal	4
	Phalanx	4.5
Mean±1sd	n=20	5.0±1.0

Reference: 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. Environ. Archaeol. 23, 323–337. https://doi.org/10.1080/14614103.2017.1291563

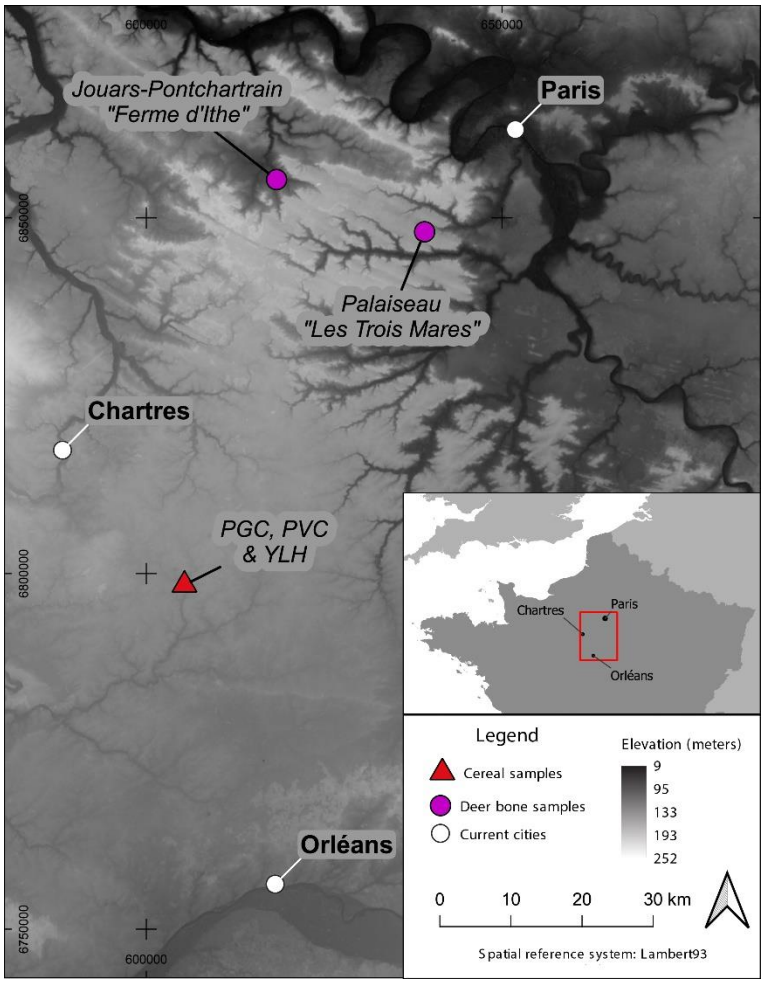

Figure S1.1 Location of the sites providing deer bone collagen samples.

CROP MANURING ON THE BEAUCE PLATEAU (FRANCE) DURING THE SECOND IRON AGE

Sammy Ben Makhad, Bénédicte Pradat, Mònica Aguilera, François Malrain, Denis Fiorillo, Marie Balasse, Véronique Matterne

SUPPLEMENTARY MATERIAL 2

1. INTRODUCTION

Plant carbon isotopic composition is frequently used to discuss past climatic conditions (Araus *et al.*, 1997). This approach is generally applied to arid and semi-arid regions and can involve anthropic interventions (Ferrio *et al.*, 2005). However, in the context of this study in temperate Europe, the carbon discrimination of archaeological cereals is difficult to interpret in terms of agricultural practices. We present the results of $\Delta^{13}C$ values and discuss their interest in agrarian archaeology studies.

2. CARBON DISCRIMINATION AND ENVIRONMENTAL GROWING CONDITIONS

Atmospheric carbon is the plant's source of carbon for photosynthesis, a process that causes isotopic fractionation and is influenced by various environmental factors including irradiance, water stress, nutrient-depleted soils and temperature (Tieszen, 1991). Under water stress, plants react by closing stomata, resulting in a lower discrimination against ^{13}C and higher $\delta^{13}C$ values (Farquhar *et al.*, 1989). In arid and semi-arid environments, a reversal of this process has been interpreted as a marker of irrigation (Araus and Buxó, 1993; Araus *et al.*, 1997). However, this does not apply to temperate regions such as Beauce. According to Thornton *et al.* (2015), in Scotland, $\delta^{13}C$ in topsoil organic matter, largely dictated by plant matter, varies spatially but is weakly correlated with mean

annual precipitation (around 10% of the variance). $\delta^{13}C$ values in plants are driven by a complex interaction of multiple environmental factors, and water conditions may therefore not be the main factor in temperate Europe.

Changes in carbon isotope composition can occur during the growing season as a result of seasonal variations in environmental conditions (Heaton, 1999; Knohl *et al.*, 2005; Wang and Schloerring, 2012): increases in $\delta^{13}C$ values of up to +3‰ were measured between late winter and early summer in plants. Such phenological phenomena can explain the differences in discrimination in barley grain compared to wheats, related to the different lengths of growth cycles ($\delta^{13}C$ values of wheats are 1-1.5‰ greater than barley) (Wallace *et al.*, 2013). Furthermore, most of the grain composition is produced by photosynthesis during grain filling, but a certain amount derives from the remobilisation of plant reserves (5-30% of grain weight), even under good growing conditions (Gebbing *et al.*, 1999; Merah and Monneveux, 2015; Rivera-Amado *et al.*, 2020). The carbon isotopic composition of grains would therefore reflect the growth conditions of the plant from its early stages of development and the sowing date would be expected to have a significant effect. Currently, no experimental studies support this assumption on the agricultural calendar and further investigations must be conducted. Moreover, interpretations can be difficult because of inter-annual variations of up to 2‰ (Heaton, 1999).

On account of the interaction of interspecific, interannual and inter-seasonal variability, it is difficult to distinguish between these three factors in describing agricultural practices.

6. METHODS

The materiel and methods are presented in the article (2.). In order to compare $\delta^{13}C$ values from different periods, the carbon isotope discrimination of archaeological grains ($\Delta^{13}C$) was calculated following the equation of Farquhar, Ehleringer, and Hubick (1989), to take account of changes in the $\delta^{13}C$ of atmospheric CO_2 during the Holocene (Ferrio *et al.*, 2005, 2007).

7. RESULTS

Results from stable isotope analyses are shown in the Supplementary material 3 and in Figure S2.1. The $\Delta^{13}C$ values range from 14.5‰ to 18.0‰. The three species (emmer wheat, free-threshing wheats and barley) have different $\Delta^{13}C$ values, with barley grains showing modelled $\Delta^{13}C$ values 0.8‰ greater than wheats. The slight decrease in $\Delta^{13}C$ values over time (Figure S2.1) is not significant (Table S2.2).

The carbon discrimination of barley systematically differs from free-threshing wheats recovered in the same silo, with an average difference of 0.8‰ (Table S2.3). The difference between $\Delta^{13}C$ values of emmer and free-threshing wheats from silo F4096 is 1.0‰. In silo F1121, the difference between $\Delta^{13}C$ values of emmer and free-threshing wheats is slight (0.3‰). There is no significant difference in silo F1251 between emmer and free-threshing wheats. In the two successive stratigraphic units SU 18 and 19 from silo F1001, $\Delta^{13}C$ values are similar between grain groups (Table S2.4).

8. DISCUSSION

The measured $\Delta^{13}C$ values range from 14.5‰ to 17.4‰ for wheats and from 15.8‰ and 18.0‰ for barley. These values exceed water stress thresholds, defined at 14‰ for wheats and 15‰ for barley (Wallace *et al.*, 2013; Flohr *et al.*, 2019). Therefore, cereals did not face aridity during growth.

Cereals with differences in carbon discrimination greater than 0.5‰ may have been grown under different growing conditions (Flohr *et al.* 2019). Significant differences are sometimes observed for a given taxon retrieved from different silos even within the same period. During Period 2, emmer from silo F180 contains almost 1‰ less carbon than in F1121, free-threshing wheats and barley from F2057 both have lower $\Delta^{13}C$ values than grain groups from silos F1006, F1071 and F1121. For Period 3, emmer and free-threshing wheats from F1251 show greater values than in silo F4096. These silos are probably from different harvest years, spread over the decades of each period and variations between species from different silos could reflect inter-annual changes in climatic conditions (Heaton, 1999).

The systematic difference between $\Delta^{13}C$ values of free-threshing wheats and barley at the mass find scale (0.8‰ on average, Table S3) is similar to observations recorded for the Second

Iron Age and Roman periods in north-eastern France (Aguilera *et al.* 2018), protohistoric and Roman England (Lodwick *et al.,* 2020) and the Neolithic and Hallstatt periods in Germany (Styring *et al.*, 2017). This difference is consistent with the earlier maturity of barley coupled with seasonal variations in the carbon isotopic composition of plants and these two species were probably cultivated under the same climatic conditions.

In two out of three mass finds, $\Delta^{13}C$ values are greater for emmer than for free-threshing wheats (Table S3). These two cereals have the same life cycle (Mascher *et al.*, 2017) and it would be unlikely that only physiological differences explain the variation in carbon discrimination. According to the seasonal changes in $\delta^{13}C$ values of plants and reserve molecule remobilisation during grain filling (see above 1.), $\Delta^{13}C$ variations may reflect some agricultural practices (*e.g.,* date of sowing). However, this suggestion should be treated with caution, pending further studies.

9. Conclusion

Variations in $\Delta^{13}C$ values between grain groups within each period is consistent with crops grown in different years, given that the silos belonging to a same occupation phase were not necessarily used as a dumping ground in the same year.

Interspecific differences are known between barley and free-threshing wheats, due to biological reasons. But they remain unexplained for emmer and free-threshing wheats. Different growing conditions may have played a role, and hence specific agricultural management.

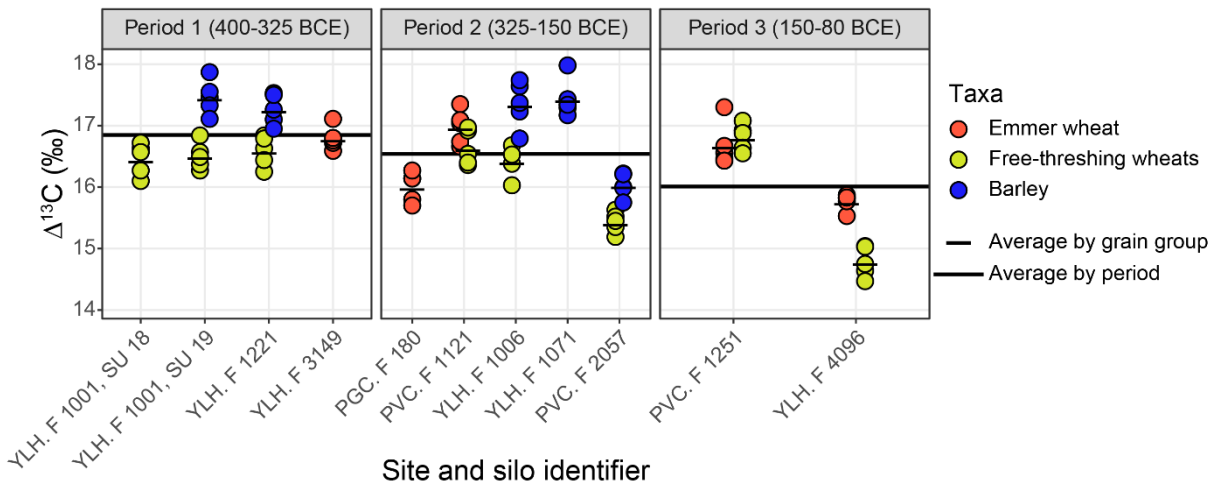

Figure S2.1. $\delta^{13}C$ of archaeological grains, grouped by grain group. Each point is one sample of 10 grains.

Table S2.1. Stable nitrogen and carbon isotope values of cereal grains analysed for each grain group. n: number of analysed samples (each sample includes 10 grains). $\delta^{13}C_{air}$ values are interpolated from the spreadsheet http://web.udl.es/usuaris/x3845331/AIRCO2_LOESS.xls (Ferrio *et al.*, 2005).

Id Site	Silo	Date	Period	Taxon	n	δ13C (mean ± 1sd)	δ13Cair	Δ13C (mean ± 1sd)
YLH	F 1001, SU 18	400-325 BCE	Period 1	Free-threshing wheats	5	-22.7 ± 0.3	-6.47	16.5 ± 0.3
YLH	F 1001, SU 19	400-325 BCE	Period 1	Barley	5	-23.6 ± 0.3	-6.47	17.5 ± 0.3
YLH	F 1001, SU 19	400-325 BCE	Period 1	Free-threshing wheats	5	-22.7 ± 0.2	-6.47	16.5 ± 0.2
YLH	F 1221	400-275 BCE	Period 1	Barley	5	-23.4 ± 0.2	-6.46	17.3 ± 0.3
YLH	F 1221	400-275 BCE	Period 1	Free-threshing wheats	5	-22.8 ± 0.2	-6.46	16.6 ± 0.3
YLH	F 3149	400-275 BCE	Period 1	Emmer	5	-23.0 ± 0.2	-6.46	16.8 ± 0.2
PGC	F 180	325-250 BCE	Period 2	Emmer	5	-22.2 ± 0.2	-6.46	16.0 ± 0.3
PVC	F 1121	325-150 BCE	Period 2	Emmer	5	-23.1 ± 0.3	-6.45	17.0 ± 0.3
PVC	F 1121	325-150 BCE	Period 2	Free-threshing wheats	5	-22.8 ± 0.3	-6.45	16.6 ± 0.3
YLH	F 1006	200-150 BCE	Period 2	Barley	5	-23.5 ± 0.4	-6.45	17.4 ± 0.4
YLH	F 1006	200-150 BCE	Period 2	Free-threshing wheats	5	-22.6 ± 0.2	-6.45	16.4 ± 0.3
YLH	F 1071	200-150 BCE	Period 2	Barley	5	-23.6 ± 0.3	-6.46	17.4 ± 0.3
YLH	F 2057	275-250 BCE	Period 2	Barley	5	-22.3 ± 0.2	-6.46	16.0 ± 0.2
YLH	F 2057	275-250 BCE	Period 2	Free-threshing wheats	5	-21.7 ± 0.2	-6.46	15.4 ± 0.2
PVC	F 1251	150-80 BCE	Period 3	Emmer	5	-22.9 ± 0.3	-6.44	16.7 ± 0.4
PVC	F 1251	150-80 BCE	Period 3	Free-threshing wheats	5	-23.0 ± 0.2	-6.44	16.8 ± 0.2
PVC	F 4096	150-80 BCE	Period 3	Emmer	5	-22.0 ± 0.1	-6.43	15.8 ± 0.1
PVC	F 4096	150-80 BCE	Period 3	Free-threshing wheats	5	-21.0 ± 0.2	-6.43	14.8 ± 0.3

Table S2.2. Results of the linear mixed-effects model ($\Delta^{13}C$), with taxon and period as fixed effects and grain group as a random effect. p values <0.1 are shown in bold. Parameter b: modelled difference$_{group2-group1}$

	Group 1	Group 2	Difference Δ13C (‰) [90% CI]	DF	t	p
Δ13C depending on taxon and period pseudo-R^2= 0.90 Taxon: p=0.070 – Period: p= 0.293	Barley	Emmer	-0.5 [-1.2; 0.3]	13	-1.108	0.288
	Barley	Free-threshing wheats	-0.8 [-1.5; -0.2]	13	-2.218	0.045
	Period 1	Period 2	-0.4 [-1.0; 0.2]	13	-1.085	0.293
	Period 1	Period 3	-0.7 [-1.4; 0.1]	13	-1.590	0.136
Model bis: Δ13C depending on taxon and period (extract)	Emmer	Free-threshing wheats	-0.4 [-1.0; 0.3]	13	-0.967	0.351
	Period 2	Period 3	-0.3 [-1.0; 0.4]	13	-0.756	0.463

Table S2.3. Results of the Wilcoxon rank-sum test, comparing the taxa by archaeobotanical deposit. p values <0.1 are shown in bold. Difference = mean$_{group\ 2}$-mean$_{group\ 1}$.

Id Site	Silo	Group 1	Group 2	Difference $\Delta^{13}C$ (‰) [90% CI]	p
YLH	F 1001, SU 19	Barley	Free-threshing wheats	-1.0 [-1.3; -0.6]	0.008
YLH	F 1006	Barley	Free-threshing wheats	-1.0 [-1.3; -0.5]	0.012
PVC	F 1121	Emmer	Free-threshing wheats	-0.3 [-0.7; -0.1]	0.076
YLH	F 1221	Barley	Free-threshing wheats	-0.7 [-1.0; -0.3]	0.008
PVC	F 1251	Emmer	Free-threshing wheats	0.2 [-0.2; 0.5]	0.421
YLH	F 2057	Barley	Free-threshing wheats	-0.6 [-0.8; -0.4]	0.008
PVC	F 4096	Emmer	Free-threshing wheats	-1.0 [-1.2; -0.8]	0.008

Table S2.4. Results of the Wilcoxon rank-sum test, comparing the grain groups from different stratigraphic units of the same silo F 1001. SU 18 is earlier than SU 19. p values <0.1 are shown in bold. Difference = mean$_{group\ 2}$-mean$_{group\ 1}$

Id Site	Silo	Group 1 (SU 18)	Group 2 (SU 19)	Difference $\Delta^{13}C$ (‰) [90% CI]	p
YLH	F 1001	Free-threshing wheats	Free-threshing wheats	0.0 [-0.3; 0.3]	0.984
PVC	F 1001	Free-threshing wheats	Barley	1.0 [0.7; 1.3]	0.008

BIBLIOGRAPHY

Araus, J.L., Buxó, R., 1993. Changes in carbon isotope discrimination in grain cereals from the north-western Mediterranean Basin during the past seven millenia. Funct. Plant Biol. 20, 117. https://doi.org/10.1071/PP9930117

Araus, J.L., Febrero, A., Buxo, R., Camalich, M.D., Martin, D., Molina, F., Rodriguez-Ariza, M.O., Romagosa, I., 1997. Changes in carbon isotope discrimination in grain cereals from different regions of the western Mediterranean Basin during the past seven millennia. Palaeoenvironmental evidence of a differential change in aridity during the late Holocene. Glob. Change Biol. 3, 107–118. https://doi.org/10.1046/j.1365-2486.1997.00056.x

Araus, J.L., Villegas, D., Aparicio, N., Moral, L.F.G. del, Hani, S.E., Rharrabti, Y., Ferrio, J.P., Royo, C., 2003. Environmental factors determining carbon isotope discrimination and yield in durum wheat under Mediterranean conditions. Crop Sci. 43, 170–180. https://doi.org/10.2135/cropsci2003.1700

Farquhar, G.D., Ehleringer, J.R., Hubick, K.T., 1989. Carbon isotope discrimination and photosynthesis. Annu. Rev. Plant Physiol. Plant Mol. Biol. 40, 503–537. https://doi.org/10.1146/annurev.pp.40.060189.002443

Ferrio, J.P., Araus, J.L., Buxó, R., Voltas, J., Bort, J., 2005. Water management practices and climate in ancient agriculture: inferences from the stable isotope composition of archaeobotanical remains. Veg. Hist. Archaeobotany 14, 510–517. https://doi.org/10.1007/s00334-005-0062-2

Flohr, P., Jenkins, E., Williams, H.R.S., Jamjoum, K., Nuimat, S., Müldner, G., 2019. What can crop stable isotopes ever do for us? An experimental perspective on using cereal carbon stable isotope values for reconstructing water availability in semi-arid and arid environments. Veg. Hist. Archaeobotany 28, 497–512. https://doi.org/10.1007/s00334-018-0708-5

Gebbing, T., Schnyder, H., Kühbauch, W., 1999. The utilization of pre-anthesis reserves in grain filling of wheat. Assessment by steady-state $^{13}CO_2/^{12}CO_2$ labelling. Plant, Cell & Environment 22, 851–858. https://doi.org/10.1046/j.1365-3040.1999.00436.x

Heaton, T.H.E., 1999. Spatial, Species, and Temporal Variations in the $^{13}C/^{12}C$ Ratios of C3 Plants: Implications for Palaeodiet Studies. Journal of Archaeological Science 26, 637–649. https://doi.org/10.1006/jasc.1998.0381

Knohl, A., Werner, R.A., Brand, W.A., Buchmann, N., 2005. Short-term variations in $\delta^{13}C$ of ecosystem respiration reveals link between assimilation and respiration in a deciduous forest. Oecologia 142, 70–82. https://doi.org/10.1007/s00442-004-1702-4

Mascher, F., Bertschi, C., Fesselet, M., Schori, A., SchierscherViret, B., Mayor, J., 2017. Aptitude de l'amidonnier et de l'engrain à la culture. Recherche agronomique suisse 8, 142–149.

Merah, O., Monneveux, P., 2015. Contribution of different organs to grain filling in durum wheat under Mediterranean conditions I. Contribution of post-anthesis photosynthesis and remobilization. Journal of Agronomy and Crop Science 201, 344–352. https://doi.org/10.1111/jac.12109

Lodwick, L., Campbell, G., Crosby, V., Müldner, G., 2020. Isotopic Evidence for Changes in Cereal Production Strategies in Iron Age and Roman Britain. Environ. Archaeol. 0, 1–16. https://doi.org/10.1080/14614103.2020.1718852

Rivera-Amado, C., Molero, G., Trujillo-Negrellos, E., Reynolds, M., Foulkes, J., 2020. Estimating Organ Contribution to Grain Filling and Potential for Source Upregulation in Wheat Cultivars with a Contrasting Source–Sink Balance. Agronomy 10, 1527. https://doi.org/10.3390/agronomy10101527

Styring, A., Rösch, M., Stephan, E., Stika, H.-P., Fischer, E., Sillmann, M., Bogaard, A., 2017. Centralisation and long-term change in farming regimes: Comparing agricultural practices in Neolithic and Iron Age south-west Germany. Proc. Prehist. Soc. 83, 357–381. https://doi.org/10.1017/ppr.2017.3

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

Thornton, B., Martin, G., Procee, M., Miller, D.R., Coull, M., Yao, H., Chapman, S.J., Hudson, G., Midwood, A.J., 2015. Distributions of carbon and nitrogen isotopes in Scotland's topsoil: a national-scale study. Eur. J. Soil Sci. 66, 1002–1011. https://doi.org/10.1111/ejss.12289

Wallace, M., Jones, G., Charles, M., Fraser, R., Halstead, P., Heaton, T.H.E., Bogaard, A., 2013. Stable carbon isotope analysis as a direct means of inferring crop water status and water management practices. World Archaeol. 45, 388–409. https://doi.org/10.1080/00438243.2013.821671

Wang, L., Schjoerring, J.K., 2012. Seasonal variation in nitrogen pools and $^{15}N/^{13}C$ natural abundances in different tissues of grassland plants. Biogeosciences 9, 1583–1595. https://doi.org/10.5194/bg-9-1583-2012

8.6. Variations du $\Delta^{13}C$

La discrimination des isotopes du carbone lors de la photosynthèse ($\Delta^{13}C$) est régulièrement utilisée comme indicateur du stress hydrique potentiellement subit par les plantes durant leur développement (Araus et Buxó, 1993 ; Araus *et al.*, 1997a). Ces études portent sur les régions climatiques arides ou semiarides et un débat existe sur leur applicabilité dans les zones tempérées où l'accès à l'eau n'est pas un facteur limitant de la croissance des plantes (voir partie 2.3). Dans ces régions, dont fait partie notre territoire d'étude, les autres facteurs environnementaux sont probablement prépondérants, mais difficiles à isoler.

8.6.1. Différences interspécifiques

La Figure 8-27 et le Tableau 6-3 montrent que les trois espèces de blés n'ont pas de valeurs de $\Delta^{13}C$ différentes, tandis que celles de l'orge vêtue sont supérieures à celle des autres céréales (en moyenne, +1,14 ‰). Le même constat est fait en étudiant les différences entre les lots issus d'un même assemblage carpologique et ceux de différents assemblages d'une même phase. La différence moyenne vaut +0,92 ‰ dans les deux cas. En retirant l'unique lot de blés nus qui a des valeurs de $\Delta^{13}C$ supérieures à celle de l'orge vêtue (voir partie 8.6.2), les différences moyennes remontent à 1,19 ‰ et 1,01 ‰, respectivement. Ces différences de discrimination entre genres botaniques sont connues chez les céréales méditerranéennes actuelles (Wallace *et al.*, 2013, p. 398) et chez les restes archéologiques des régions tempérées (Lightfoot et Stevens, 2012, p. 659 ; Styring *et al.*, 2017b, p. 11 ; Lodwick *et al.*, 2020, p. 7) et sont approximativement de même amplitude dans toutes ces études. Elles s'expliquent par de cycles de vie distincts : celui de l'orge est plus court et plus précoce de quelques semaines que celui des blés. De ce fait, cette espèce ne subit pas les mêmes contraintes environnementales en fin de croissance (Araus *et al.*, 1997b, p. 730). Si l'écart avait été beaucoup plus important, à l'inverse très faible ou si les blés avaient des valeurs supérieures à l'orge, les conditions de croissances et les traitements culturaux appliquées aux céréales auraient pu différer (par exemple, en les semant dans des sols plus ou moins drainés ou irrigués) (Ferrio *et al.*, 2020, p. 131).

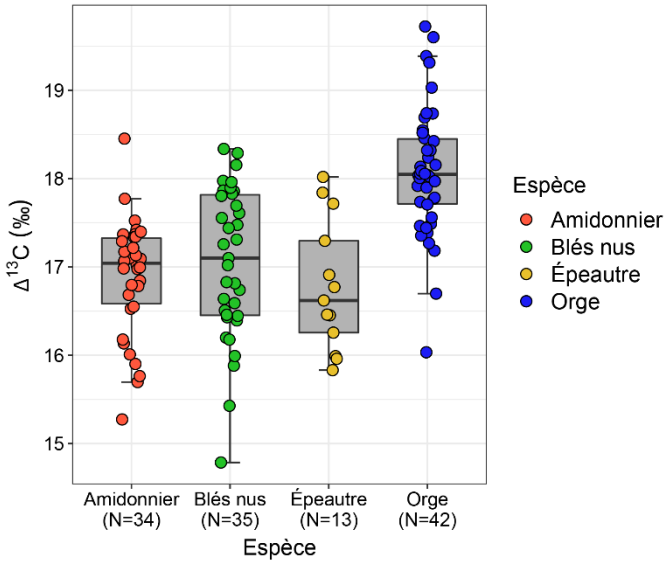

Figure 8-27 Discrimination isotopique du carbone des lots de céréales par espèce, toutes régions et époques confondues.

Tableau 8-8 Résultat (valeur p) du test t de Student par comparaison par paire du $\Delta^{13}C$ des espèces de céréales archéologiques (correction de Holm).
Les valeur p en gras sont inférieures au seuil de 0,05.

	Amidonnier (N=34)	Blés nus (N=35)	Épeautre (N=13)
Blés nus (N=35)	0,800		
Épeautre (N=13)	0,800	0,800	
Orge (N=42)	**0,000**	**0,00**	**0,000**

8.6.2. Une influence de la germination sur la discrimination du carbone ?

Seule la couche d'incendie 2518 du site urbain de Meaux « Rue St Faron » a livré des céréales où les blés nus ($\Delta^{13}C$=18,29±0,27, n=5) ont des valeurs supérieures à celle de l'orge vêtue (17,39±0,43, n=5). La fouille et les prélèvements en carrés montrent que les grains de ces deux espèces étaient entreposés dans ce bâtiment en tas séparés, indiquant qu'il s'agissait de deux récoltes distinctes. Ces dernières avaient dû être précédemment stockées ailleurs et séparément, car les grains montrent des conservations différentes. Les caryopses de blés nus portent les stigmates d'une germination non contrôlée (exemples présentés en Figure 8-28), qui témoigne de mauvaises conditions de conservation (exposition à l'humidité), tandis que ceux d'orge vêtue étaient en bon état.

Figure 8-28 Exemples de grains germés (vue dorsale). À gauche : épeautre de Saint-Quentin « Le Bois de Cambronne » (photo V. Matterne). À droite : épeautre de Amiens « ZAC Cathédrale » (photo S. Ben Makhad). On distingue les stigmates de la germination : le germe (coléoptile) se développe le long de la face dorsale du grain et les flancs de ce dernier sont racornis. Si le germe se détache, il laisse une trace concave sur le dos du grain.

Une hypothèse pour expliquer ces différences de $\Delta^{13}C$ peut être cet état de germination, plutôt que des conditions de croissance différentes. Quelques rares autres lots de céréales ont des marques de germination et leurs valeurs de $\Delta^{13}C$ sont parmi les plus hautes de leur espèce, comparé à l'ensemble du corpus (Figure 8-29)[21]. La germination des grains pourrait influencer la composition isotopique en carbone des grains, en suivant deux potentiels mécanismes. La respiration des cellules des grains en dormance est faible, puis augmente progressivement lors de la germination (Von Well et Fossey, 1998, p. 86) et un fractionnement isotopique peut avoir lieu lors des échanges gazeux, lors de la libération de CO_2. Par ailleurs, la remobilisation des réserves du caryopse pour la formation du germe peut aussi être l'occasion d'un fractionnement. Le germe étant une pièce végétale fragile, d'autant plus après la carbonisation, l'enfouissement lors de la mise en place des couches archéologiques, la fouille et le tamisage des prélèvements peuvent occasionner son détachement du grain. La perte de matière et la distribution hétérogène des isotopes dans les différentes parties du grain germé peuvent expliquer la discrimination isotopique différente entre les grains germés et les non germés. Des expérimentations sont nécessaires pour étayer ces hypothèses.

[21] Une telle situation n'est pas observée pour les valeurs de $\delta^{15}N$, qui ne semblent pas affectée par l'état de germination.

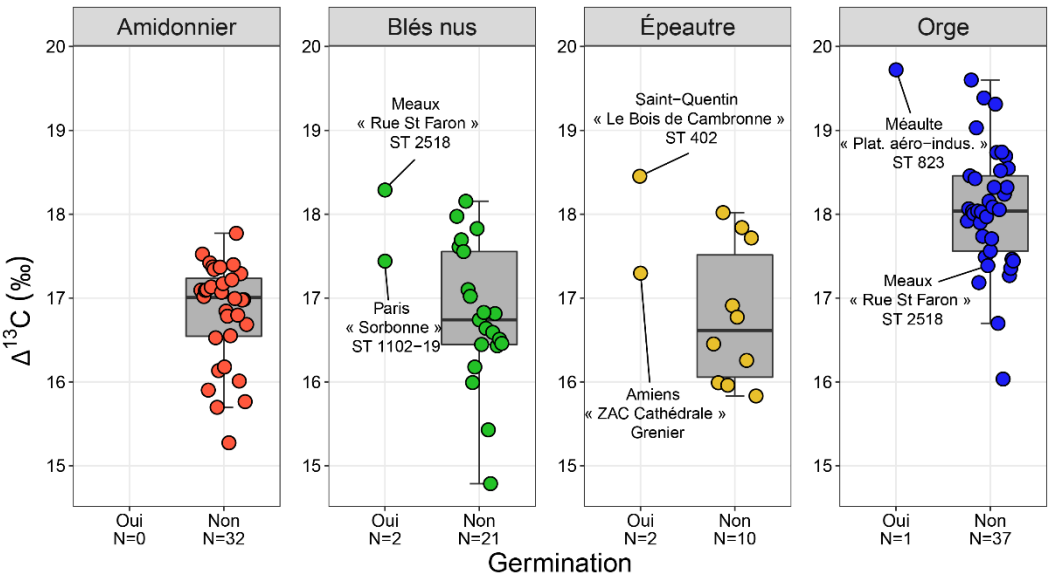

Figure 8-29 Discrimination isotopique du carbone des lots de céréales par espèce, selon leur état de germination (N=105).

8.6.3. Contraintes environnementales

La grande majorité des valeurs de $\Delta^{13}C$ des lots de céréales archéologiques dépassent les seuils indiquant un stress hydrique, établis pour la Méditerranée occidentale et le Proche-Orient à 14 ‰-16 ‰ pour les blés et à 15-17 ‰ pour l'orge (Wallace *et al.*, 2013, p. 403 ; Flohr *et al.*, 2019, p. 12). Ces seuils ne s'appliquent pas forcement pour l'Europe tempérée, même si les signes de sécheresses peuvent être enregistrés dans les cernes des arbres européens (Hartl-Meier *et al.*, 2015 ; Rybníček *et al.*, 2021). Il est ainsi très probable que les céréales du second âge du Fer et de la période romaine n'aient pas manqué d'eau durant leur croissance (Figure 8-32).

La Figure 8-30 montre les différences entre les zones. Deux groupes peuvent être isolés : les régions situées à l'ouest de notre terrain d'étude (Massif Armoricain, Plaine de Caen, Normandie et Beauce) et celles à l'Est (centre du Bassin parisien, Picardie, Champagne crayeuse, Lorraine et Vosges), dont les valeurs sont statistiquement différentes (Tableau 8-9). Lors des comparaisons entre écosystèmes, des différences inférieures à 0,5 ‰ sont difficilement interprétables, à cause des incertitudes sur la datation du $\delta^{13}C$ atmosphérique dans le calcul du discriminant $\Delta^{13}C$ (Ferrio *et al.*, 2020, p. 123). Ici, les écarts entre l'Est et l'Ouest sont plus importants (+0,87 ‰ pour les blés et +0,69 ‰ pour l'orge vêtue) et sont sûrement dus aux contextes environnementaux. Les études portant sur les végétaux actuels mentionnent aussi régulièrement de telles variations géographiques (Heaton, 1999, p. 642-643 ; Urban *et al.*, 2021, p. 6). Les caractéristiques générales des sols des zones au sein de ces deux groupes diffèrent largement (par exemple, le substrat granitique du Massif

armoricain s'oppose aux sous-sols calcaires des autres zones). Parallèlement, les sols de Plaine de Caen ou de Beauce (« Ouest ») sont plus proches de ceux du Bassin parisien et de Picardie (« Est »). Ce facteur géologique n'explique pas pourquoi les groupes ont des valeurs de $\Delta^{13}C$ distinctes. D'autres facteurs, à ce jour non identifiés, doivent alors entrer en jeu.

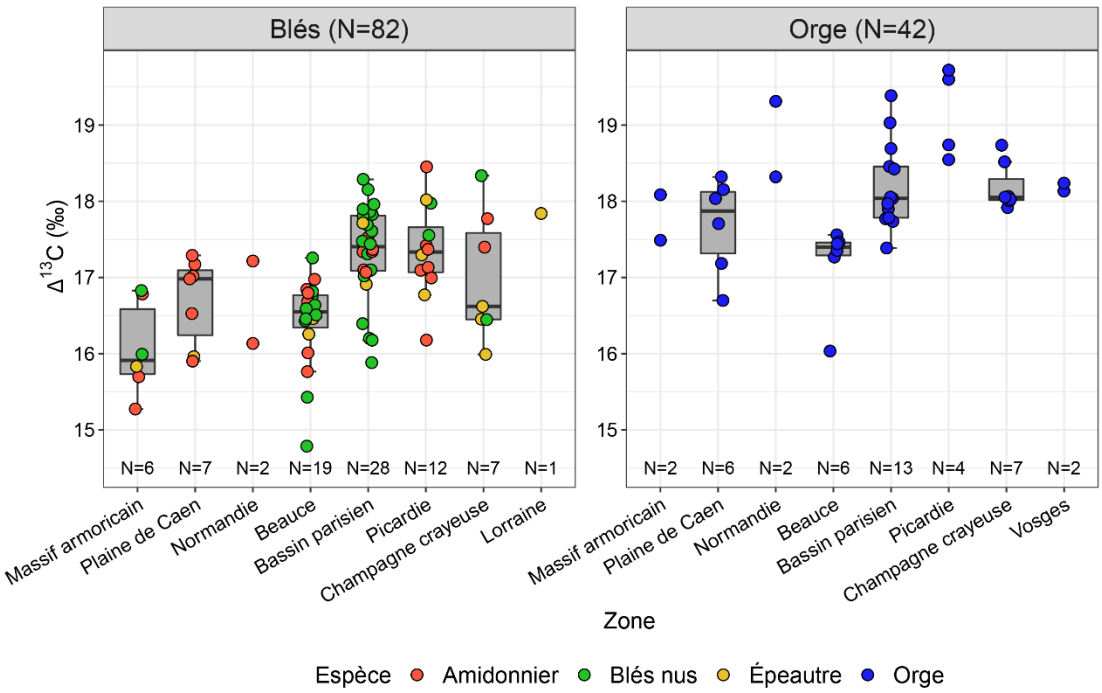

Figure 8-30 Discrimination isotopique du carbone des lots de céréales par zone et par genre.

Tableau 8-9 Comparaison des valeurs de $\Delta^{13}C$ des espèces de céréales archéologiques groupées en deux régions, par genre botanique. Les lots regroupés sous l'étiquette « Ouest » sont issus des zones Massif armoricain, Plaine de Caen, Normandie et Beauce. Les zones centre du Bassin parisien, Picardie, Champagne crayeuse, Lorraine et Vosges forment un groupe « Est ». Les valeur p en gras sont inférieures au seuil de 0,05.

	Ouest	Est	Différence (Est-Ouest)	p du test de Wilcoxon
Blés nus	**16,43±0,60 (N=34)**	**17,30±0,64 (N=48)**	**0,87**	**0,000**
Orge	**17,65±0,75 (N=16)**	**18,34±0,59 (N=26)**	**0,69**	**0,003**

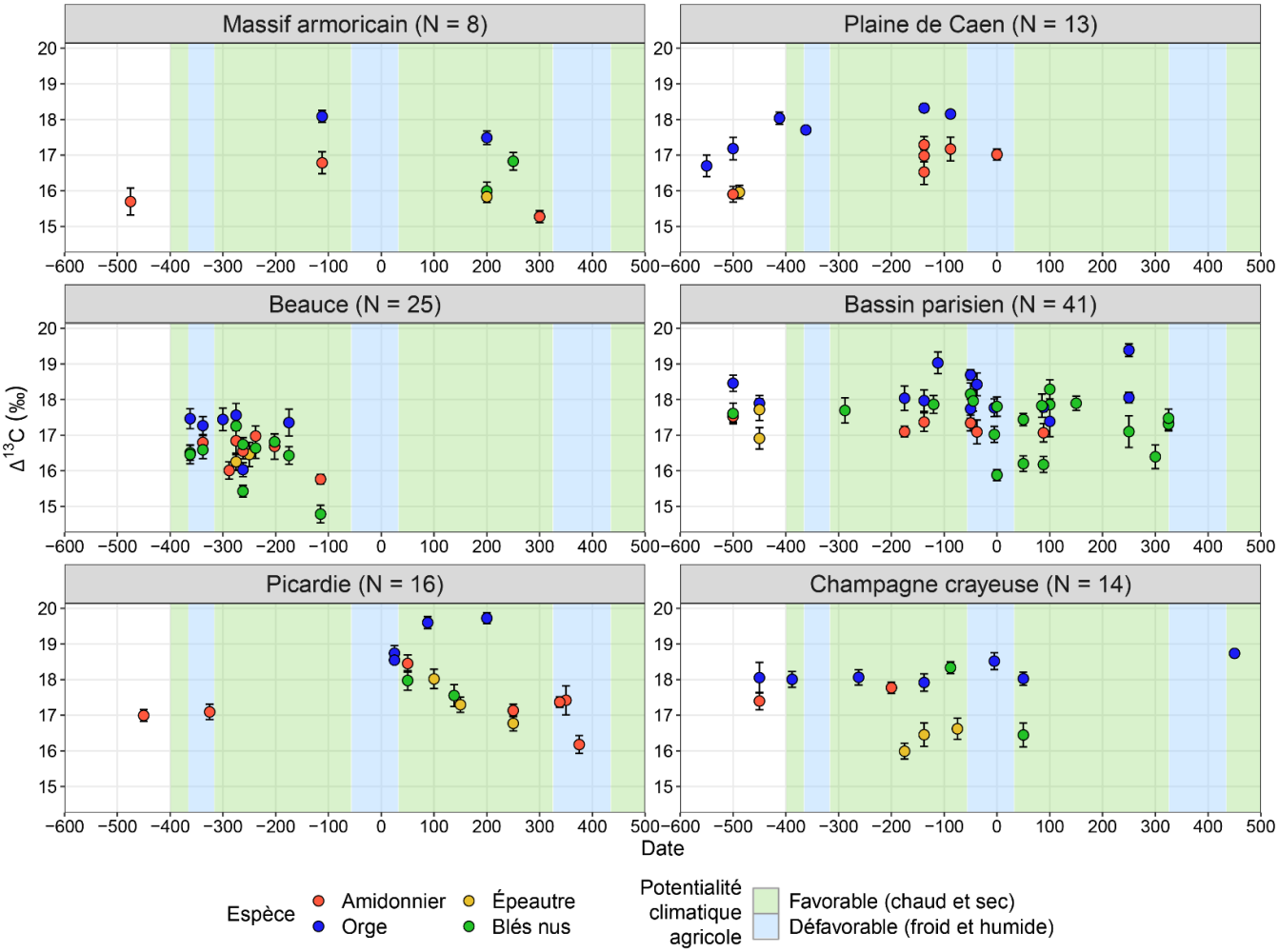

Figure 8-31 Discrimination isotopique du carbone des lots de céréales, par zone et par date. Les périodes colorées correspondent aux tendances climatiques dominantes pour la France de l'Est et l'Allemagne (Petit *et al.*, 2018, p. 79-80).

La projection des valeurs de $\Delta^{13}C$ en fonction de la date des lots archéologiques ne révèle aucune évolution chronologique au sein de chaque région (Figure 8-31), ce qui dénote des variations climatiques enregistrées pour l'Europe de l'Ouest (Petit *et al.*, 2018, p. 75-80). La datation relative des lots de céréales par le mobilier archéologique reste très large et recouvre plusieurs décennies. Des datations plus précises par radiocarbone permettrait de mieux les accorder avec les variations climatiques enregistrées à l'année près par les données dendrochronologiques.

Le paramètre le plus souvent évalué dans les études (paléo)écologiques est la corrélation entre les valeurs de $\Delta^{13}C$ et les précipitations, soit en fonction des précipitations annuelles, soit en fonction de pluies reçues durant la période de formation des grains (période post-anthèse, entre avril et juin). Durant le remplissage du grain, les valeurs de $\Delta^{13}C$ sont, pour ces quelques mois, plus

fortement corrélées aux précipitations que si l'on tient en compte de la pluviométrie annuelle (Wallace *et al.*, 2013, p. 394), qui recouvre les périodes du stade végétatif mais aussi celles qui outrepassent le cycle de vie des céréales (avant la germination et après la fructification). Ci-dessous, nous calculons la corrélation entre les valeurs de $\Delta^{13}C$ des céréales et les précipitations pour tester le potentiel de ce paramètre dans notre zone d'étude.

Bien que le climat ait varié durant les derniers millénaires (Büntgen *et al.*, 2011, 2016), que les précipitations reconstituées pour l'Est de la France pour le second âge du Fer et la période romaine sont généralement supérieures à celles du XXe siècle (Figure 8-32) et que leur répartition géographique ait aussi pu fluctuer et différer de l'actuel, nous utilisons dans cette première approche des données météorologiques contemporaines.

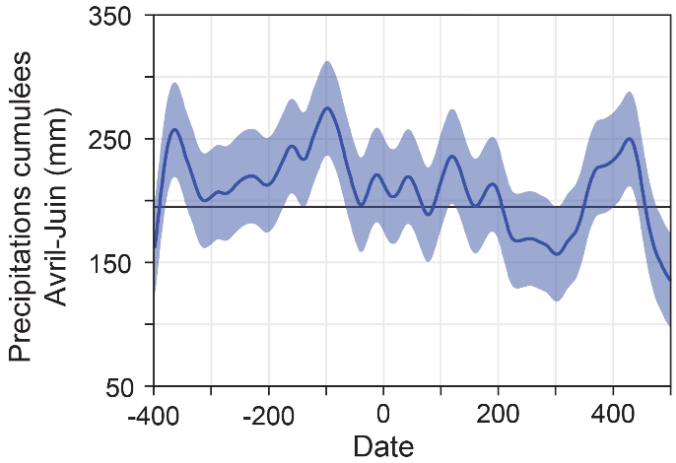

Figure 8-32 Reconstitution des précipitations d'avril à juin, à partir des données dendrochronologiques d'Allemagne et de l'Est de la France (Büntgen *et al.*, 2011, fig. 4). La ligne horizontale donne les précipitations pour la période 1901-2000.

Les Figure 8-33 et Figure 8-34 montrent les précipitations actuelles pour chaque site archéologique. Les précipitations annuelles les plus élevées sont atteintes sur les sites proches du littoral atlantique (Inzinzac-Lochrist « Kermat III », 1027 mm). Les précipitations printanières sont particulièrement localisées dans l'Est, sur le versant des Vosges (Duntzenheim « Sonnenrain », 239 mm), en Lorraine (Liéhon « Larry », 213 mm) et toujours à Inzinzac-Lochrist « Kermat III » (208 mm). Les sites de la Beauce et du centre du Bassin parisien reçoivent le moins de précipitations annuelles, en comparaison de ceux du Massif armoricain, de la Plaine de Caen, de la Normandie et de l'ouest de la Picardie. Les différences sont moins marquées quand on considère uniquement les pluies d'avril à juin. La distribution des précipitations ne recoupe pas vraiment celles des valeurs de $\Delta^{13}C$ par zone (Figure 8-30), ce qui laisse envisager que ces deux variables ne sont que faiblement corrélées.

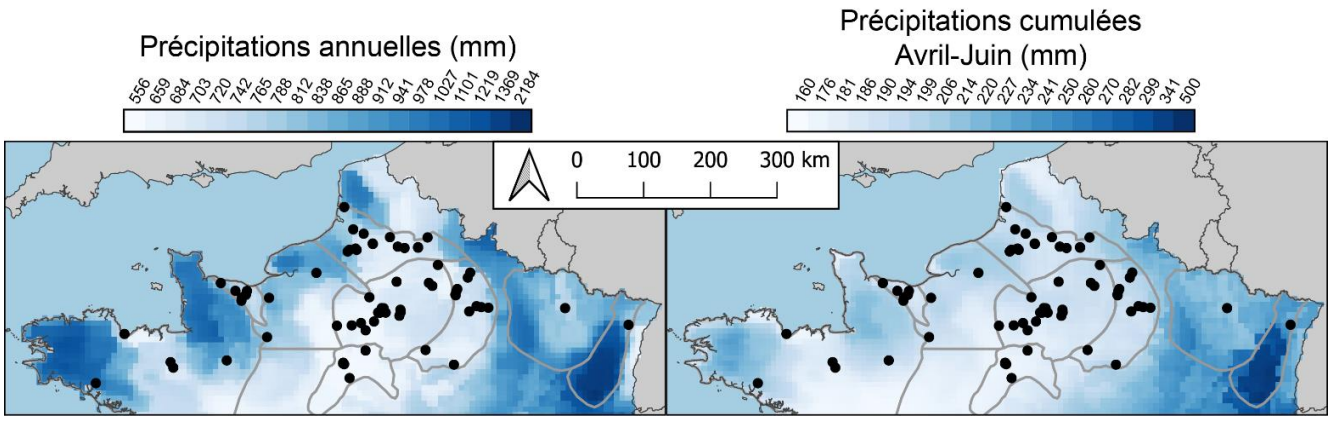

Figure 8-33 Carte des précipitations, d'après les données annuelles et mensuelles de référence (1976-2005) du modèle climatique ALADIN (Centre National de Recherches Météorologiques, 2015). Échelles de couleurs non linéaires.

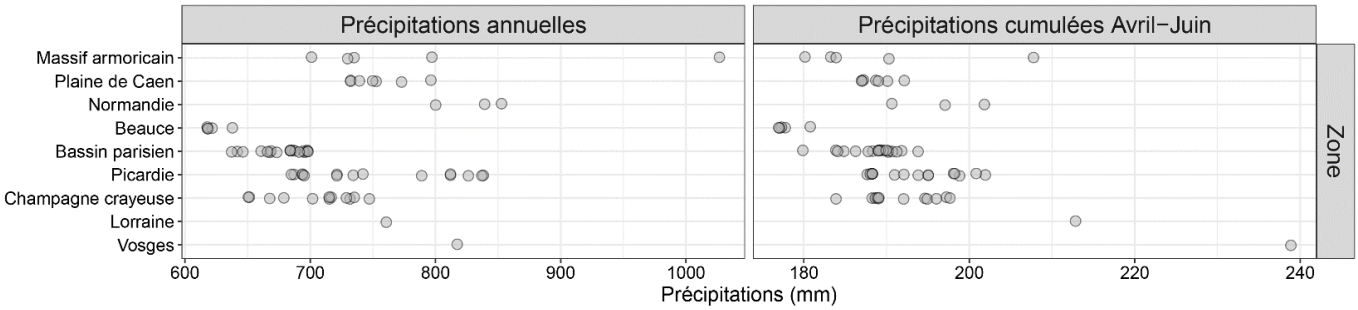

Figure 8-34 Précipitations actuelles par site archéologique, groupés par zone. Les précipitations sont calculées d'après les données annuelles et mensuelles de référence (1976-2005) du modèle climatique ALADIN (Centre National de Recherches Météorologiques, 2015).

La Figure 8-35 projette les valeurs de $\Delta^{13}C$ en fonction des précipitations et du genre botanique. Le Tableau 8-10 donne le résultat de l'analyse de corrélation de Pearson entre les deux variables, par genre (blés, ligne du haut ; orge, ligne du bas). Les précipitations annuelles actuelles ne sont pas corrélées à la discrimination isotopique du carbone, contrairement aux pluies reçues durant la période de développement du grain. La corrélation reste très faible, car les précipitations post-anthèse ne prennent en compte que 9 % et 22 % de la variabilité des valeurs de $\Delta^{13}C$ des blés et de l'orges, respectivement. Ces valeurs du coefficient de détermination (R^2) sont du même ordre de grandeur qui ce qui a pu être évalué pour les prairies actuelles d'Écosse, où le $\Delta^{13}C$ de la matière organique n'est que faiblement corrélée aux précipitations moyennes (Thornton *et al.*, 2015, p. 1006).

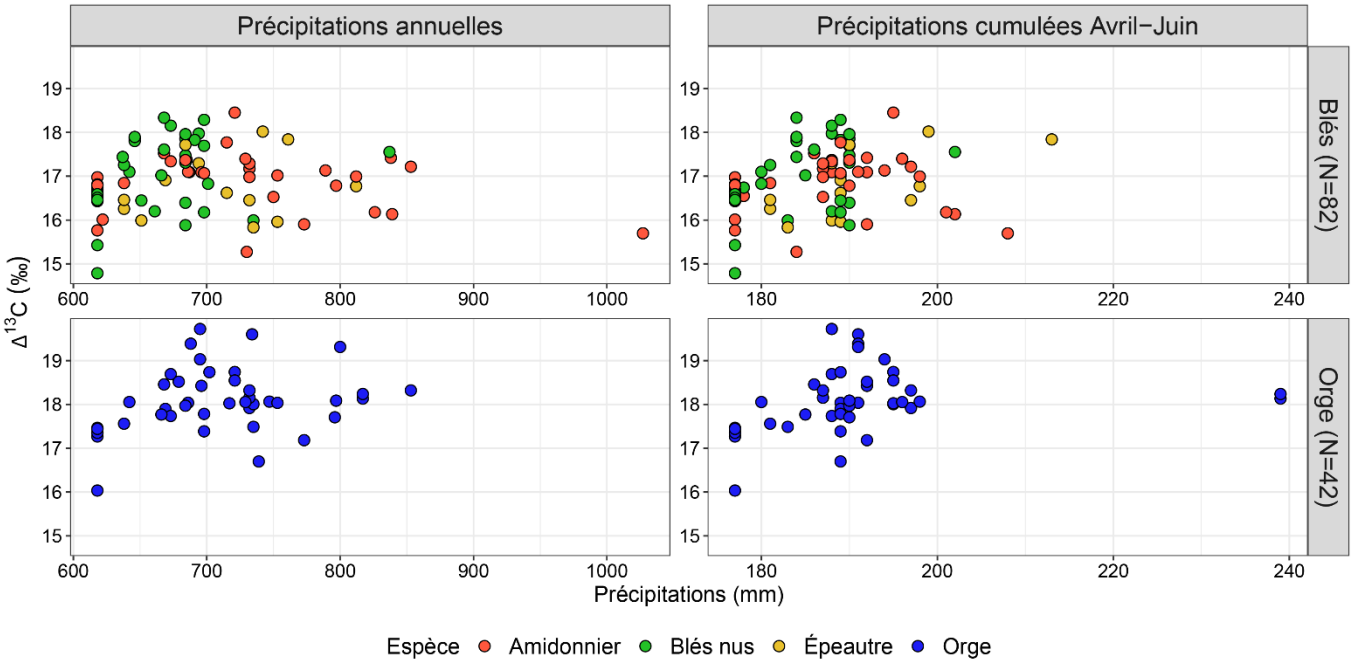

Figure 8-35 Discrimination isotopique du carbone des lots de céréales par quantité de précipitations. Les précipitations sont calculées d'après les données annuelles et mensuelles de référence (1976-2005) du modèle climatique ALADIN (Centre National de Recherches Météorologiques, 2015).

Tableau 8-10 Coefficient de corrélation (r) et de détermination (R^2) entre les valeurs de $\Delta^{13}C$ et les précipitations, par genre. Les sites avec des précipitations annuelles supérieures à 900 mm et des précipitations avril-juin supérieures à 205 mm ont été exclus. Les valeur p en gras sont inférieures au seuil de 0,05.

	Précipitations annuelles			**Précipitations cumulées avril-juin**		
	r [IC 95 %]	**R^2**	**p**	**r [IC 95 %]**	**R^2**	**p**
$\Delta^{13}C_{Blés\ nus}$	0,10 [-0,12 ; 0,31]	0,01	0,384	**0,30 [0,09 ; 0,49]**	**0,09**	**0,006**
$\Delta^{13}C_{Orge}$	0,27 [-0,04 ; 0,53]	0,07	0,082	**0,47 [0,18 ; 0,68]**	**0,22**	**0,002**

La flore des zones tempérée à le potentiel d'enregistrer les épisodes de sécheresse (Hartl-Meier *et al.*, 2015 ; Rybníček *et al.*, 2021). Des études sur la discrimination du carbone chez les céréales actuelles sont indispensables pour comprendre les variations géographiques et le poids des conditions de croissance en région tempérée afin de mieux exploiter le potentiel de marqueurs paléoenvironnementaux et paléoclimatiques des isotopes stables du carbone. D'autres devront être menées sur la germination des grains pour s'assurer qu'il s'agit d'un critère d'exclusion des analyses environnementales lors de l'échantillonnage.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Les objectifs de cette thèse étaient d'apporter une contribution à la caractérisation des systèmes agraires mis en place durant le second âge du Fer et la période romaine dans la moitié nord de la France. Nous nous sommes concentrés sur la question de la gestion de la fertilité des sols par les agriculteurs, en examinant les stratégies adoptées à l'échelle des récoltes grâce aux méthodes analytiques de la biogéochimie sur restes céréaliers. Pour explorer cette question, nous avons rassemblé et analysé un abondant corpus archéologique afin d'observer des variations chronologiques et régionales. Additionnellement, nous avons eu recours à du matériel expérimental comme référentiel comparatif, afin d'évaluer plusieurs hypothèses méthodologiques.

Principaux résultats méthodologiques

Préalablement à l'interprétation des résultats archéologiques, nous avons voulu vérifier la préservation de la qualité chimique des grains de céréales archéologiques. À l'instar des conclusions de précédentes publications sur le sujet, nous n'avons pas noté de changements majeurs induits par les différents protocoles de prétraitements chimiques supportés par les grains. Les grains archéologiques prétraités présentent des compositions élémentaires (%N et %C) dont l'étendue de variation entre dans celle des référentiels expérimentaux. Les différents états de préservation morphologique (niveaux d'abrasion de la surface) n'expliquent pas les variations de composition élémentaire et isotopique et seuls les grains présentant d'importantes concrétions minérales ont livré des teneurs en azote et en carbone différentes des échantillons mieux préservés, à cause de la présence résiduelle de sédiments siliceux lors de l'analyse, en dépit d'un nettoyage manuelle de la surface. Ces résidus minéraux n'influencent pas les compositions isotopiques en azote et en carbone des échantillons.

L'analyse isotopique du collagène osseux des cerfs archéologiques de l'ensemble de l'aire d'étude indique que les individus se sont nourris dans des milieux ouverts. La composition isotopique ($\delta^{15}N$ et $\delta^{13}C$) des échantillons n'a pas révélé de variations géographiques et

chronologiques dans celle de leur alimentation, ce qui nous permet de considérer une certaine homogénéité à l'échelle régionale des valeurs isotopiques de la flore « sauvage » pour l'ensemble du territoire considéré. La valeur de $\delta^{15}N$ estimée des cerfs de cette flore non fertilisée vaut 3,35 ‰, soit une valeur proche de celle définie par des cultures expérimentales actuelles dans d'autres régions d'Europe tempérée, présentées dans d'autres études. Cette similitude est valable pour notre zone d'étude et la démarche devra être renouvelée pour d'autres territoires.

Grâce à l'étude de cultures d'épeautre succédant au pâturage d'un troupeau de mouton (expérimentation de Coriobona), nous avons montré que les déjections dispersées (équivalentes à 5 tonnes de fumier par hectare par an) avaient un effet significatif sur la composition isotopique en azote des céréales, au même titre que l'épandage de fumier. Des cycles culturaux faisant intervenir des rotations cultures–jachères pâturées peuvent, par la minéralisation rapide de la matière organique digérée, rendre disponibles des nutriments et favoriser le développement des cultures suivantes. Cependant, une telle organisation du système agropastoral, sans affouragement du bétail ou sans apport de fertilisants extérieur, n'est pas à considérer à proprement parler comme un moyen de fertiliser les champs, car elle ne fait pas intervenir de transfert de fertilité et participe à l'épuisement des nutriments du sol sur le long terme.

Principaux résultats archéologiques

Les valeurs de $\delta^{15}N$ des 124 lots de céréales archéologiques varient de 0,04 ‰ à 8,40 ‰, qui, pour plus de la moitié des cas, correspondent à un enrichissement en ^{15}N par rapport à la flore non fertilisée. L'enrichissement est en majorité relativement modéré, indiquant une fertilité des sols globalement moyenne dans l'ensemble du corpus. La part des sols non fertilisés n'est pas négligeable et concerne 1/5e du corpus. Le dernier cinquième des lots a livré des valeurs intermédiaires entre absence de fertilisation et fertilisation modérée.

Les connaissances archéologiques attestent le développement de l'économie rurale au cours du second âge du Fer puis à la période romaine. Avec la restructuration politique et sociale autour des agglomérations et la concentration de la production dans un nombre réduit d'établissements ruraux, ainsi qu'avec la montée en puissance du commerce, l'augmentation des productions agricoles était indispensable. Cette amplification a pu être réalisée grâce à la maitrise de plusieurs mutations structurelles et techniques : par exemple, la spécialisation des productions par établissement, l'outillage en fer performant, le développement de l'élevage pour les travaux des champs et le transport. L'installation des établissements sur les plateaux à partir du IVe siècle avant

notre ère, en relation avec l'augmentation et la densification de l'habitat, témoigne de la volonté de mettre en culture de nouveaux espaces. Cela coïncide avec les signaux d'extensification des systèmes agricoles identifiés par les études carpologiques. Un système agricole extensif est une organisation de la production qui permet de dégager du temps de travail au profit d'autres activités (artisanales, par exemple). Parmi les techniques agricoles mobilisées pour le développement des productions, l'amélioration de la fertilité des sols est indispensable pour, *a minima*, compenser l'appauvrissement en nutriments des sols cultivés durant plusieurs siècles. Les valeurs de $\delta^{15}N$ des céréales relevant d'un bon niveau de fertilité, ne se limitent donc pas à indiquer la qualité naturelle des sols, mais témoignent aussi de la gestion active de la fertilisation par les agriculteurs, grâce à l'apport de matières organiques. Les divers équipements retrouvés dans certains établissements (espaces de stabulation, fosses de stockage du fumier, outils pour l'affouragement du bétail, curage régulier des fossés) attestent le recours aux déjections animales (et potentiellement humaines).

Les valeurs de $\delta^{15}N$ des céréales d'une même occupation montrent qu'à l'échelle locale, les champs présentent des conditions de fertilisation contrastées. Dans le cadre de systèmes culturaux extensifs, la taille importante des surfaces cultivées implique nécessairement une diversité des sols rencontrés. Les capacités de production de fumier relativement faibles des systèmes agropastoraux anciens, ainsi que l'éloignement de certains champs par rapport à l'habitat et les limites de transport, empêchent l'apport généralisé de matières fertilisantes. Les agriculteurs pouvaient fertiliser certains champs, tandis que d'autres ne l'étaient pas. Lorsque les premiers recevaient de la fumure, ce n'était que dans une minorité des cas de manière intensive.

La diversification des conditions de fertilité des sols, en tant que reflet de l'extensification des pratiques agricoles, intervient particulièrement durant les derniers siècles du second âge du Fer et au début de la période romaine. Les analyses révèlent, par ailleurs, des différences de traitement entre les espèces. L'orge vêtue et l'épeautre, grâce à leur adaptabilité aux conditions environnementales, sont cultivés sur des sols divers durant toute la séquence chronologique. Les blés nus croissent sur des sols souvent plus fertilisés, d'autant plus durant la période romaine, en accompagnement de leur essor.

Des différences régionales sont aussi observées dans les pratiques de fertilisation. Dans la Beauce durant le second âge du Fer, l'amidonnier est cultivé souvent sur des sols plus fertilisés que les blés nus. Ailleurs, il se retrouve sur des sols de moins bonne qualité. Durant la période romaine, les sites du Bassin parisien ont plus souvent recours à la fertilisation qu'en Picardie, en lien avec la culture dominante des blés nus. Le contraste le plus remarquable concerne la Champagne crayeuse,

où les agriculteurs exploitent des sols particulièrement peu fertiles et n'ont pas la capacité de recourir à la fertilisation avant la période romaine.

Les analyses isotopiques que nous avons réalisées ont participé à la définition des systèmes agropastoraux du second âge du Fer et de la période romaine. Elles confirment les conclusions des études écologiques de la flore adventice qui montraient une extensification des systèmes culturaux dans la majorité du territoire étudié. Le recours à la fertilisation reste modéré et est adapté aux différents sols et aux différentes cultures, certaines ne recevant pas de traitement particulier (épeautre et orge vêtue) et les blés nus bénéficiant plus couramment de la fumure. La situation du début du second âge du Fer est plus compliquée à comprendre. Les études carpologiques enregistrent une plus grande constance des champs fertiles ou fertilisés en regard des périodes postérieures, mais cela n'est pas traduit dans les valeurs de $\delta^{15}N$ de cette période. Une étude diachronique depuis le premier âge du Fer doit être envisagée pour mieux appréhender la transformation d'une agriculture plus intensive vers une plus extensive.

Perspectives pour la compréhension des stratégies de fertilisation

Le système agricole étudié dans le Massif armoricain, par la diversité de ses productions végétales, se démarque des céréalicultures extensives du Bassin parisien. Les contraintes pédologiques, notamment l'acidité des sols, pèsent sur l'agriculture. La gestion de la fertilité et les cycles culturaux y sont potentiellement différents. Toutefois, le faible nombre d'études carpologiques actuellement réalisées n'a pas permis de rassembler suffisamment d'échantillons pour mieux documenter les pratiques de fertilisation. Cette démarche serait à développer dans les années à venir dans cette région. En Plaine de Caen, les productions végétales contrastent aussi avec le reste du Bassin parisien. Cependant, les analyses isotopiques n'ont pas révélé une gestion de la fertilité des sols fondamentalement différentes de celle des autres régions. Dans l'est de la France, seuls trois prélèvements ont été réalisés. Cette région est caractérisée par la production d'orge et de blés vêtus. Alors que dans le Bassin parisien les cultures de blés nus se développent, c'est l'épeautre qui remplace l'amidonnier dans l'Est. Ces transformations distinctes des productions pourraient trouver un écho dans les valeurs de $\delta^{15}N$ et de nouveau échantillons devront être analysés pour établir si les pratiques agricoles diffèrent. En Champagne crayeuse, le manque de fertilisation est important et a dû limiter le développement de l'agriculture. L'étude de cette région devra se poursuivre en incluant des échantillons romains, pour voir si un changement

des pratiques est intervenu après le Ier siècle de notre ère. La naissance des villes, en tant qu'espace de productions de grandes quantités de déchets, y a potentiellement pu être déterminante pour l'agriculture de la période romaine.

Une des questions ayant participé à l'élaboration du projet de cette thèse a été d'explorer les liens entre pratiques agricoles et occupation du territoire. En particulier, il s'agissait de voir si la gestion de la fertilité des sols offrait les conditions requises à la stabilité et la longévité des occupations (à la suite de l'enquête de Malrain *et al.* [éd.], 2013). Puisque nous avons montré que la fertilisation est globalement pratiquée dans toute la zone d'étude, ce lien est difficile à faire. On peut le comprendre avec les évolutions de l'économie rurale protohistorique : la survie d'un établissement ne dépend plus uniquement de ses propres productions, mais est garantie par sa participation à un réseau dynamique d'interdépendances et d'échanges. La longévité d'un habitat ne nécessite pas une maitrise particulière des techniques de fertilisation, qui sont partagées dans l'ensemble du maillage des établissements producteurs.

Nous n'avons mené des analyses intra-sites complètes que dans le cas de la publication des fermes d'Ymonville et de Prasville dans la Beauce (Ben Makhad *et al.*, accepté et partie 8.5). Les autres établissements n'ont pas été échantillonnés aussi densément et n'ont pas permis une telle approche. De futures études devront bénéficier de l'échantillonnage de nombreux contextes pour décrire finement les dynamiques des pratiques agricoles de plusieurs habitats, afin de saisir la diversité des situations locales.

La prise en compte de la nature de l'occupation devra aussi être intégrée à la réinterprétation de notre jeu de données. Nous n'avons pas pu explorer cette question durant la thèse, mais nous pouvons citer trois exemples pour illustrer son intérêt : la ferme aristocratique du second âge du Fer de Ymonville « Les Hyèbles » présente des valeurs de $\delta^{15}N$ similaires à celles des fermes voisines de bien moindre envergure, alors qu'on aurait pu s'attendre à des capacités de production de fumier plus importantes. L'*oppidum* de Saint-Désir « Le Castellier » et le *vicus* de Jouars-Ponchartrain « La Ferme d'Ithe » ont livré les plus hautes valeurs de $\delta^{15}N$ du corpus. Les agriculteurs de ces agglomérations ont pu employer les excréments humains comme source complémentaire au fumier. Dans d'autres contextes urbains, comme Amiens « ZAC Cathédrale » qui ne sont pas des centres de production céréalière, les échantillons ne reflètent pas forcément l'usage de fertilisation. Ces exemples donnent une idée de la diversité des situations. Le statut et la place du site dans le réseau de production pourraient être des critères intéressants pour comprendre les ressources mobilisées pour gérer la fertilité des sols exploités.

Perspectives méthodologiques

Nous avons envisagé l'identification de la fertilisation aux algues à l'aide des analyses élémentaires de l'arsenic. Nous avons vérifié que la carbonisation des grains de céréales n'altérait pas la lecture du signal. Nous envisageons de poursuivre l'étude en évaluant l'effet des potentielles contaminations postdépositionnelles avant application aux céréales archéologiques.

L'étude de la composition isotopique en carbone des céréales archéologiques s'est confrontée aux difficultés d'interprétation de ce marqueur environnemental. Des différences régionales entre l'Ouest et l'Est de la France sont observées, mais ne sont actuellement pas expliquées. Des analyses portant sur la flore actuelle devront être menées pour évaluer le rôle de différents paramètres expérimentaux. Nous suspectons que le cycle de vie des plantes et les dates de semis puissent jouer un rôle, comme nous l'avons formulé dans l'article sur les fermes beauceronnes (Ben Makhad *et al.*, accepté et 8.5, Supplementary material 2).

Un autre facteur de variation des valeurs de $\Delta^{13}C$ semble émerger de cette étude. La germination des grains pourrait avoir un effet sur la composition isotopique en carbone. Des expérimentations peuvent facilement être mises en place pour vérifier ce phénomène et déterminer si l'analyse des grains germés doit être exclue pour les études paléoenvironnementales.

Deux sujets majeurs restent à explorer pour affiner les interprétations des données isotopiques en termes de pratiques agricoles. Les variations annuelles des valeurs de $\delta^{13}C$ sont bien connues, mais celles du $\delta^{15}N$ n'ont pas été autant étudiées. Il en est de même pour les différences interspécifiques. Actuellement, les expérimentations des stations agronomiques d'Angleterre, d'Allemagne, du Danemark et de Syrie ne permettent pas d'étudier ces facteurs de variation, car très peu de céréales ont pu être échantillonnées pour la même année (Fraser *et al.*, 2011). Les variations annuelles et interspécifiques se combinent et il n'existe actuellement pas de matériel de référence pour les étudier isolément. Il s'agit pourtant d'un paramètre indispensable pour comprendre les différences entre les céréales d'un même assemblage carpologique dont l'année exacte de récolte ne peut pas être connue (voir partie 8.2). La connaissance de l'ampleur des variation interannuelles permettrait d'estimer si les plus faibles différences observées entre les céréales sont dues à des facteurs aléatoires ou résultent de traitements culturaux spécifiques.

BIBLIOGRAPHIE

Sources latines

Collection des Université de France, Les Belles Lettres

Caton, *De agr.* :
CATON, *De agricultura* (texte établi, traduit et commenté par R. Goujard, 1975), Les Belles Lettres, Paris, (coll. CUF, série latine, n°220), 364 p.

Columelle, *De re rust.* :
COLUMELLE, *De re rustica*, III (texte établi, traduit et commenté par J.-C. Dumont, 1993), Les Belles Lettres, Paris, (coll. CUF, série latine, n°312), 187 p.
COLUMELLE, *De re rustica*, X (texte établi, traduit et commenté par E. De Saint-Denis, 1969), Les Belles Lettres, Paris, (coll. CUF, série latine, n°193), 84 p.

Palladius, *Op. agr.* :
PALLADIUS, *Opus agriculturae*, I (texte établi, traduit et commenté par F. Martin, 1976), Les Belles Lettres, Paris, (coll. CUF, série latine, n°226), 290 p.

Pline, *Nat. hist.* :
PLINE, *Naturalis Historiae*, XVII (texte établi, traduit et commenté par J. André, 1964), Les Belles Lettres, Paris, (coll. CUF, série latine, n°180), 300 p.
PLINE, *Naturalis Historiæ*, XVIII (texte établi, traduit et commenté par H. Le Bonniec, 1972), Les Belles Lettres, Paris, (coll. CUF, série latine, n°209), 462 p.
PLINE, *Naturalis Historiae*, XIX, (texte établi, traduit et commenté par J. André, 1964), Les Belles Lettres, Paris, (coll. CUF, série latine, n°177), 264 p.

Varron, *De re rust.* :
VARRON, *De re rustica*, I (texte établi, traduit et commenté par J. Heurgon, 1978), Les Belles Lettres, Paris, (coll. CUF, série latine, n°236), 277 p.
VARRON, *De re rustica*, II (texte établi, traduit et commenté par C. Guiraud, 1985), Les Belles Lettres, Paris, (coll. CUF, série latine, n°274), 172 p.

Virgile, *Georg.* :
VIRGILE, *Géorgiques*, I (texte établi, traduit et commenté par E. De Saint-Denis, 1926), Les Belles Lettres, Paris, (coll. CUF, série latine, n°34), 208 p.

Autres traductions

Columelle, *De re rust.* :
COLUMELLE, *De re rustica, I, II, IV, VI et XI* (texte traduit par L. Du Bois, 1875), C.L.F. Panckoucke, Paris.

Palladius, *Op. agr.* :
PALLADIUS, *Opus agriculturae*, X (texte établi, traduit et commenté par M. Cabaret-Dupaty, 1843), C.L.F. Panckoucke, Paris.

Articles, ouvrages

Adam, 2017 :
ADAM Stéphane, « Les structures fossoyées de Flamanville – Motteville. Contribution à la question du parcage des animaux d'élevage en Normandie au Haut Empire », Dans : TRÉMENT Frédéric, *Produire, transformer et stocker dans les campagnes des Gaules romaines*, supplément 38, Fédération Aquitania, Bordeaux, 2017, p. 549-566.

Aguilera *et al.*, 2008 :
AGUILERA Mònica, ARAUS José Luis, VOLTAS Jordi, RODRÍGUEZ-ARIZA Maria Oliva, MOLINA Fernando, ROVIRA Núria, BUXÓ Ramon et FERRIO Juan Pedro, « Stable carbon and nitrogen isotopes and quality traits of fossil cereal grains provide clues on sustainability at the beginnings of Mediterranean agriculture », *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, vol. 22, n°11, 2008, p. 1653-1663.

Aguilera *et al.*, 2015 :
AGUILERA Mònica, ZECH-MATTERNE Véronique, BALASSE Marie et LEPETZ Sébastien, « Fertilisation des sols de culture par les fumiers et rôle potentiel des céréales dans l'affouragement du bétail : l'éclairage des analyses isotopiques sur restes carpologiques et archéozoologiques », Dans : REDDÉ Michel, *Méthodes d'analyse des différents paysages ruraux dans le nord-est de la gaule romaine*, Paris, 2015, p. 41-46.

Aguilera *et al.*, 2017 :
AGUILERA Mònica, BALASSE Marie, LEPETZ Sébastien et ZECH-MATTERNE Véronique, « Amender les sols cultivés avec des fumiers et déchets domestiques : une origine multimillénaire pour un enjeu majeur du développement durable », Dans : BALASSE Marie et DILLMANN Philippe, *Regards croisés : quand les sciences archéologiques rencontrent l'innovation*, Éditions des Archives contemporaines, Paris, 2017, p. 51-71.

Aguilera *et al.*, 2018 :
AGUILERA Mònica, ZECH-MATTERNE Véronique, LEPETZ Sébastien et BALASSE Marie, « 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*, vol. 23, n°4, 2018, p. 323-337.

Alagich *et al.*, 2018 :
ALAGICH Rudolph, GARDEISEN Armelle, ALONSO Natàlia, ROVIRA Núria et BOGAARD Amy, « Using stable isotopes and functional weed ecology to explore social differences in early urban contexts: The case of Lattara in mediterranean France », *Journal of Archaeological Science*, vol. 93, 2018, p. 135-149.

Ambrose, 1990 :
AMBROSE Stanley H, « Preparation and characterization of bone and tooth collagen for isotopic analysis », *Journal of Archaeological Science*, vol. 17, n°4, 1990, p. 431-451.

Ambrose et Norr, 1993 :
AMBROSE Stanley H et NORR Lynette, « Experimental Evidence for the Relationship of the Carbon Isotope Ratios of Whole Diet and Dietary Protein to Those of Bone Collagen and Carbonate », Dans : LAMBERT Joseph B. et GRUPE Gisela, *Prehistoric Human Bone: Archaeology at the Molecular Level*, Springer, Berlin, 1993, p. 1-37.

Amundson *et al.*, 2003 :
AMUNDSON Ronald, AUSTIN Amy T, SCHUUR Edward AG, YOO Kyungsoo, MATZEK Virginia, KENDALL Carol, UEBERSAX Annelies, BRENNER Dana L et BAISDEN W Troy, « Global patterns of the isotopic composition of soil and plant nitrogen », *Global Biogeochemical Cycles*, vol. 17, n°1, 2003, p. 1-11.

Antoine *et al.*, 2000 :
ANTOINE Annie, BOEHLER Jean-Michel et BRUMONT Francis, *L'agriculture en Europe occidentale à l'époque moderne*, Belin, Paris, 2000, 446 p.

Araus *et al.*, 1997a :
ARAUS JL, FEBRERO A, BUXO R, CAMALICH MD, MARTIN D, MOLINA F, RODRIGUEZ-ARIZA MO et ROMAGOSA I, « Changes in carbon isotope discrimination in grain cereals from different regions of the western Mediterranean Basin during the past seven millennia. Palaeoenvironmental evidence of a differential change in aridity during the late Holocene", *Global Change Biology*, vol. 3, n°2, 1997, p. 107-118.

Araus *et al.*, 1997b :
ARAUS José Luis, FEBRERO Anna, BUXÓ Ramon, RODRÍGUEZ-ARIZA Maria Oliva, MOLINA Fernando, CAMALICH María Dolores, MARTÍN Dimas et VOLTAS Jordi, « Identification of Ancient Irrigation Practices based on the Carbon Isotope Discrimination of Plant Seeds: a Case Study from the South-East Iberian Peninsula », *Journal of Archaeological Science*, vol. 24, n°8, 1997, p. 729-740.

Araus *et al.*, 2014 :
ARAUS José L, FERRIO Juan P, VOLTAS Jordi, AGUILERA Mònica et BUXÓ Ramón, « Agronomic conditions and crop evolution in ancient Near East agriculture », *Nature Communications*, vol. 5, n°1, 2014, p. 3953.

Araus et Buxó, 1993 :
ARAUS José Luis et BUXÓ Ramon, « Changes in Carbon Isotope Discrimination in Grain Cereals From the North-Western Mediterranean Basin During the Past Seven Millenia », *Functional Plant Biology*, vol. 20, n°1, 1993, p. 117.

Balasse et Dillmann [éd.], 2017 :
BALASSE Marie et DILLMANN Philippe [éd.], *Regards croisés : quand les sciences archéologiques rencontrent l'innovation*, Éditions des Archives contemporaines, Paris, 2017, 165 p.

Ballet *et al.*, 2003 :
BALLET Pascale, CORDIER Pierre et DIEUDONNÉ-GLAD Nadine, *La ville et ses déchets dans le monde romain : rebuts et recyclages, Actes du colloque de Poitiers, 19-20 septembre 2002*, Édition M. Mergoil, Montagnac, 2003, 320 p.

Barral et Fichtl, 2012 :
BARRAL Philippe et FICHTL Stephan, *Regards sur la chronologie de la fin de l'âge du Fer, IIIe-Ier siècle avant J.-C., en Gaule non méditerranéenne : actes de la table ronde tenue à Bibracte, Glux-en-Glenne, 15-17 octobre 2007*, Bibracte, Glux-en-Glenne, 2012, 341 p.

Baudry, 2018 :
BAUDRY Anna, *Ressources animales et alimentation carnée à l'âge du Fer*, CNRS Éditions, 2018, 216 p.

Bellanger et Tomassone, 2014 :
BELLANGER Lise et TOMASSONE Richard, *Exploration de données et méthodes statistiques : data analysis & data mining avec le logiciel* R, Ellipses, Paris, 2014, 480 p.

Ben Makhad *et al.*, accepté :
BEN MAKHAD Sammy, PRADAT Bénédicte, AGUILERA Mònica, MALRAIN François, FIORILLO Denis, BALASSE Marie et MATTERNE Véronique, « Crop manuring on the Beauce plateau (France) during the Second Iron Age ». *Journal of Archaeological Science: Reports*. accepté.

Berranger *et al.*, 2017 :
BERRANGER Marion, ZAOUR Nolwenn, LEROY Marc, BAUVAIS Sylvain, CABBOI Sandra, DUNIKOWSKI Christophe et FLUZIN Philippe, « Organisation des productions sidérurgiques en Gaule (VIIe-Ier s. a.C.) : de la réduction du métal à l'élaboration des demi-produits », Dans : MARION Stéphane, DEFFRESSIGNE Sylvie, KAURIN Jenny et BATAILLE Gérard, *39e colloque international de l'Association française pour l'étude de l'Âge du Fer*, mémoires 4, Ausonius Éditions, Nancy, 2017, p. 301-334.

Bertrand *et al.* [éd.], 2009 :
BERTRAND Isabelle, DUVAL Alain, GOMEZ DE SOTO José et MAGUER Patrick [éd.], *Habitats et paysages ruraux en Gaule et regards sur d'autres régions du monde celtique : actes du XXXIe colloque international de l'Association française pour l'étude de l'âge du fer, 17-20 mai 2007, Chauvigny (Vienne F)*, Association des publications chauvinoises, Chauvigny, 2009, 540 p.

Besnard-Vauterin, 2009 :
BESNARD-VAUTERIN Chris-Cécile, *En plaine de Caen : une campagne gauloise et antique l'occupation du site de l'Étoile à Mondeville*, Presses universitaires de Rennes, Rennes, 2009, 314 p.

Besnard-Vauterin *et al.*, 2016 :
BESNARD-VAUTERIN Chris-Cécile, GIRAUD Pierre, LEPAUMIER Hubert et GIAZZON David, « Genèse d'un réseau de fermes du second âge du Fer en Plaine de Caen », Dans : BLANCQUAERT Geertrui et MALRAIN François, *Évolution des sociétés gauloises du Second âge du Fer, entre mutations internes et influences externes. Actes du 38e colloque international de l'AFEAF, Amiens, 29 mai - 1er juin 2014*, Revue archéologique de Picardie, 2016, p. 61-81.

Blancquaert *et al.*, 2012 :
BLANCQUAERT Geertrui, LEROYER Chantal, LOHRO Thierry, MALRAIN François et ZECH-MATTERNE Véronique, « Rythmes de créations et d'abandons des établissements ruraux du second âge du Fer et interactions environnementales ». Dans : BERTONCELLO Frédérique et BRAEMER Franck, *Variabilités environnementales, mutations sociales Nature, intensités, échelles et temporalités des changements, à Antibes*. 2012.

Blandenet, 2009 :
BLANDENET Maëlys, « Le savoir agronomique et sa transmission à Rome à la fin de la République », *Camenulae*, vol. 3, 2009, p. 19.

Blanz *et al.*, 2019 :
BLANZ Magdalena, ASCOUGH Philippa, MAINLAND Ingrid, MARTIN Peter, TAGGART Mark A, DIETERICH Burkart, WISHART John, SAYLE Kerry L, RAAB Andrea et FELDMANN Jörg, « Seaweed fertilisation impacts the chemical and isotopic composition of barley: Implications for analyses of archaeological skeletal remains », *Journal of Archaeological Science*, vol. 104, 2019, p. 34-44.

Blanz, 2021 :
BLANZ Magdalena, « Seaweed-eating sheep and crop fertilisation trials on the Orkney Islands, Scotland », 2021 : https://zooarchisotopes.com/tag/magdalena-blanz/, consulté le 02/02/2021.

Blin *et al.*, 1999 :
BLIN Olivier, BERNARD Vincent, DIETRICH Anne, GEBHARDT Anne, MARGUERIE Dominique, MORIN Jean Michel, LEROYER Chantal, ALLENET DE RIBEMONT Gisèle, MATTERNE Véronique et SEYRIESSOL Karen, « Impact anthropique et gestion du milieu durant l'Antiquité. L'approche paléo-environnementale pluridisciplinaire du site de "La Ferme d'Ithe" à Jouars-Pontchartrain (Yvelines) », *Les Nouvelles de l'archéologie*, vol. 78, 1999, p. 45-56.

Bocherens *et al.*, 1991 :
BOCHERENS Hervé, FIZET Marc, MARIOTTI André, LANGE-BADRE Brigitte, VANDERMEERSCH Bernard, BOREL Jacques Paul et BELLON Georges, « Isotopic biogeochemistry (^{13}C,^{15}N) of fossil vertebrate collagen: application to the study of a past food web including Neandertal man », *Journal of Human Evolution*, vol. 20, n°6, 1991, p. 481-492.

Bocherens et Drucker, 2003 :
BOCHERENS Hervé et DRUCKER Dorothée, « Trophic level isotopic enrichment of carbon and nitrogen in bone collagen: case studies from recent and ancient terrestrial ecosystems », *International Journal of Osteoarchaeology*, vol. 13, n°1-2, 2003, p. 46-53.

Bogaard, 2004 :
BOGAARD Amy, *Neolithic farming in Central Europe: an archaeobotanical study of crop husbandry practices*, Routledge, London, 2004, 209 p.

Bogaard *et al.*, 2007 :
BOGAARD Amy, HEATON Tim HE, POULTON Paul R et MERBACH Ines, "The impact of manuring on nitrogen isotope ratios in cereals: archaeological implications for reconstruction of diet and crop management practices", *Journal of Archaeological Science*, vol. 34, n°3, 2007, p. 335-343.

Bogaard, 2012 :
BOGAARD Amy, "Middening and Manuring in Neolithic Europe: Issues of Plausibility, Intensity and Archaeological Method", Dans : JONES Richard, *Manure Matters: Historical, Archaeological and Ethnographic Perspectives*, Ashgate Publishing, Ltd., 2012, p. 25-40.

Bogaard *et al.*, 2013 :
BOGAARD Amy, FRASER Rebecca, HEATON Tim HE, WALLACE Michael, VAIGLOVA Petra, CHARLES Michael, JONES Glynis, EVERSHED Richard P, STYRING Amy K, ANDERSEN Niels H, ARBOGAST Rose-Marie, BARTOSIEWICZ Laszlo, GARDEISEN Armelle, KANSTRUP Marie, MAIER Ursula, MARINOVA Elena, NINOV Lazar, SCHÄFER Marguerita et STEPHAN Elisabeth, "Crop manuring and intensive land management by Europe's first farmers", *Proceedings of the National Academy of Sciences*, vol. 110, n°31, 2013, p. 12589-12594.

Bogaard *et al.*, 2014 :
BOGAARD A, HENTON E, EVANS JA, TWISS KC, CHARLES MP, VAIGLOVA P et RUSSELL N, « Locating Land Use at Neolithic Çatalhöyük, Turkey: The Implications of $^{87}Sr/^{86}Sr$ Signatures in Plants and Sheep Tooth Sequences », *Archaeometry*, vol. 56, n°5, 2014, p. 860-877.

Bogaard *et al.*, 2016a :
BOGAARD Amy, HODGSON John, NITSCH Erika, JONES Glynis, STYRING Amy, DIFFEY Charlotte, POUNCETT John, HERBIG Christoph, CHARLES Michael, ERTUĞ Füsun, TUGAY Osman, FILIPOVIC Dragana et FRASER Rebecca, « Combining functional weed ecology and crop stable isotope ratios to identify cultivation intensity: a comparison of cereal production regimes in Haute Provence, France and Asturias, Spain », *Vegetation History and Archaeobotany*, vol. 25, n°1, 2016, p. 57-73.

Bogaard *et al.*, 2016b :
BOGAARD Amy, STYRING Amy, ATER Mohammed, HMIMSA Younes, GREEN Laura, STROUD Elizabeth, WHITLAM Jade, DIFFEY Charlotte, NITSCH Erika, CHARLES Michael, JONES Glynis et HODGSON John, "From Traditional Farming in Morocco to Early Urban Agroecology in Northern Mesopotamia: Combining Present-day Arable Weed Surveys and Crop Isotope Analysis to Reconstruct Past Agrosystems in (Semi-)arid Regions", *Environmental Archaeology*, vol. 23, n°4, 2016, p. 303-322.

Boissinot et Brochier, 1997 :
BOISSINOT Philippe et BROCHIER Jacques-Élie, « Pour une archéologie du champ », *Les formes du paysage*, vol. 3, 1997, p. 35-56.

Bol *et al.*, 2004 :
BOL Roland, OSTLE Nick, CHENU Claire, PETZKE Klaus-Jürgen, WERNER Roland et BALESDENT Jerome, « Long term changes in the distribution and $\delta^{15}N$ values of individual soil amino acids in the absence of plant and fertiliser inputs », *Isotopes in Environmental and Health Studies*, vol. 40, n°4, 2004, p. 243-256.

Bol *et al.*, 2005 :
BOL Roland, ERIKSEN Jorgen, SMITH Pete, GARNETT Mark H, COLEMAN Kevin et CHRISTENSEN Bent T, « The natural abundance of ^{13}C, ^{15}N, ^{34}S and ^{14}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*, vol. 19, n°22, 2005, p. 3216-3226.

Bonafini *et al.*, 2013 :
BONAFINI M, PELLEGRINI M, DITCHFIELD P et POLLARD AM, « Investigation of the 'canopy effect' in the isotope ecology of temperate woodlands », *Journal of Archaeological Science*, vol. 40, n°11, 2013, p. 3926-3935.

Boserup, 1965 :
BOSERUP Ester, *The Conditions of agricultural Growth*, Allen & Unwin, London, 1965, 124 p.

Bouby *et al.*, 2017 :
BOUBY Laurent, ZECH-MATTERNE Véronique, BOUCHETTE Anne, CABANIS Manon, DERREUMAUX Marie, DIETSCH-SELLAMI Marie-France, DURAND Frederique, FIGUEIRAL Isabel, MARINVAL Philippe et PRADAT Bénédicte, « Ressources et économie agricole en France à l'âge du Bronze et au premier âge du Fer. État des données carpologiques », Dans : CAROZZA Laurent, MARCIGNY Cyril et TALON Marc, *L'habitat et l'occupation des sols à l'âge du Bronze et au début du premier âge du Fer*, Inrap/CNRS Editions, 2017, p. 299-314.

Bouby et Ruas, 2005 :
BOUBY Laurent et RUAS Marie-Pierre, « Prairies et fourrages : réflexions autour de deux exemples carpologiques de l'Âge du Fer et des Temps Modernes en Languedoc », *Anthropozoologica*, vol. 40, n°1, 2005, p. 109-146.

Bouet, 2009 :
BOUET Alain, *Les latrines dans les provinces gauloises, germaniques et alpines*, CNRS Éditions, Paris, 2009, 494 p.

Boulen *et al.*, 2012 :
BOULEN Muriel, CRÉTEUR Yves, FECHNER Kai, LOICQ Sabine et ZECH-MATTERNE Véronique, « Environnement et exploitation des sols autour des sites protohistoriques champenois. Première confrontation des résultats archéobotaniques, malacologiques et pédologiques », Dans : SCHÖNFELDER Martin et SIEVERS Susanne, *L'Âge du fer entre la Champagne et la Vallée du Rhin : 34e colloque international de l'Association française pour l'étude de l'âge du fer du 13 au 16 mai 2010 à Aschaffenburg*, Verl. des Römisch-Germanisches Zentralmuseums, Mainz, 2012, p. 41-76.

Bouvier, 2002 :
BOUVIER Michel, « Une nouvelle interprétation d'un tableau du calendrier agricole de Saint-Romain-en-Gal », *Bulletin de la Société nationale des Antiquaires de France*, vol. 1998, n°1, 2002, p. 263-268.

Braadbaart et Poole, 2008 :
BRAADBAART F et POOLE I, « Morphological, chemical and physical changes during charcoalification of wood and its relevance to archaeological contexts », *Journal of Archaeological Science*, vol. 35, n°9, 2008, p. 2434-2445.

Brasseur, 2020 :
BRASSEUR Boris, « CALCISOTOP : Émergence des pratiques d'amendements calcaires dans les agricultures anciennes, approches croisées sur restes carpologiques », 2020 : https://www.u-picardie.fr/edysan/calcisotop/, consulté le 03/04/2022.

Brinkkemper *et al.*, 2018 :
BRINKKEMPER O, BRAADBAART F, OS B VAN, HOESEL A VAN, BRUSSEL AAN VAN et FERNANDES R, « Effectiveness of different pre-treatments in recovering pre-burial isotopic ratios of charred plants », *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, vol. 32, n°3, 2018, p. 251-261.

Broes *et al.*, 2012 :
BROES Frédéric, CLAVEL Viviane, DE CLERCQ Wim, FECHNER Kai, ROUPPERT Vanessa et VANMOERKERKE Jan, « À la recherche des espaces de stabulation. Étude pluridisciplinaire d'habitats du Néolithique au Moyen Âge dans le nord de la France », *Archéopages Archéologie et société*, n°35, 2012, p. 6-16.

Broes *et al.*, 2017 :
BROES Frédéric, FECHNER Kai et CLAVEL Viviane, « Unités architecturales interprétées à l'aide des sciences du sol dans le Nord de la France : résultats et tendances pour l'époque romaine », Dans : TRÉMENT Frédéric, *Produire, transformer et stocker dans les campagnes des Gaules romaines*, supplément 38, Fédération Aquitania, Bordeaux, 2017, p. 285-304.

Buchsenschutz, 2001 :
BUCHSENSCHUTZ Olivier, « Préface », Dans : MATTERNE Véronique, *Agriculture et alimentation végétale durant l'âge du Fer et l'époque gallo-romaine en France septentrionale*, Édition M. Mergoil, Montagnac, 2001, p. 5.

Buchsenschutz, 2018 :
BUCHSENSCHUTZ Olivier, « Les habitats de l'âge du Fer en France du IVe au Ier avant notre ère », Dans : GUILAINE Jean et GARCIA Dominique, *La Protohistoire de la France, Actes du XVIIIe Congrès UISPP tenu à Paris, 4-9 Juin 2017*, Hermann, Paris, 2018, p. 441-454.

Büntgen *et al.*, 2011 :
BÜNTGEN Ulf, TEGEL Willy, NICOLUSSI Kurt, MCCORMICK Michael, FRANK David, TROUET Valerie, KAPLAN Jed O, HERZIG Franz, HEUSSNER Karl-Uwe, WANNER Heinz, LUTERBACHER Jürg et ESPER Jan, « 2500 Years of European Climate Variability and Human Susceptibility », *Science*, vol. 331, n°6017, 2011, p. 578-582.

Büntgen *et al.*, 2016 :
BÜNTGEN Ulf, MYGLAN Vladimir S, LJUNGQVIST Fredrik Charpentier, MCCORMICK Michael, DI COSMO Nicola, SIGL Michael, JUNGCLAUS Johann, WAGNER Sebastian, KRUSIC Paul J, ESPER Jan, KAPLAN Jed O, VAAN Michiel AC DE, LUTERBACHER Jürg, WACKER Lukas, TEGEL Willy et KIRDYANOV Alexander V, « Cooling and societal change during the Late Antique Little Ice Age from 536 to around 660 AD », *Nature Geoscience*, vol. 9, n°3, 2016, p. 231-236.

Caillaud, 2013 :
CAILLAUD Aurélien, « Thèmes agro-bucoliques gravés sur les épitaphes romaines. Entre iconographie du réel et iconographie eschatologique », Dans : BISCONTI Fabrizio et BRACONI Matteo, *Incisioni figurate della tarda antichità: atti del convegno di studi, Roma, Palazzo Massimo, 22-23 marzo 2012*, Pontificio istituto di archeologia cristiana, Città del Vaticano, 2013, p. 81-97.

Camizuli *et al.*, 2016 :
CAMIZULI Estelle, PETIT Christophe, BERNIGAUD Nicolas et REDDÉ Michel, « Principes méthodologiques pour caractériser des agrosystèmes antiques. Exploitation des bases de données actuelles », *Les nouvelles de l'archéologie*, n°142, 2016, p. 20-26.

Castlehouse *et al.*, 2003 :
CASTLEHOUSE Hayley, SMITH Cassandra, RAAB Andrea, DEACON Claire, MEHARG Andrew A et FELDMANN Jörg, "Biotransformation and Accumulation of Arsenic in Soil Amended with Seaweed", *Environmental Science & Technology*, vol. 37, n°5, 2003, p. 951-957.

Caut *et al.*, 2009 :
CAUT Stéphane, ANGULO Elena et COURCHAMP Franck, « Variation in discrimination factors ($\Delta^{15}N$ and $\Delta^{13}C$): the effect of diet isotopic values and applications for diet reconstruction », *Journal of Applied Ecology*, vol. 46, n°2, 2009, p. 443-453.

Centre National de Recherches Météorologiques, 2015 :
CENTRE NATIONAL DE RECHERCHES MÉTÉOROLOGIQUES, « Indices mensuels de précipitations et nombre de jours de précipitations issus du modèle Aladin-Climat (période de référence 1976-2005) », 2015 : https://www.data.gouv.fr/fr/datasets/indices-mensuels-de-precipitations-et-nombre-de-jours-de-precipitations-issus-du-modele-aladin-climat/, consulté le 21/02/2021.

Charles *et al.*, 1997 :
CHARLES Michael, JONES Glynis et HODGSON John, « FIBS in Archaeobotany: Functional Interpretation of Weed Floras in Relation to Husbandry Practices », *Journal of Archaeological Science*, vol. 24, n°12, 1997, p. 1151-1161.

Charles *et al.*, 2015 :
CHARLES Michael, FORSTER Emily, WALLACE Michael et JONES Glynis, "'Nor ever lightning char thy grain': establishing archaeologically relevant charring conditions and their effect on glume wheat grain morphology", *STAR: Science & Technology of Archaeological Research*, vol. 1, n°1, 2015, p. 1-6.

Cheverry *et al.*, 1995 :
CHEVERRY Claude, CURMI Pierre, GRIMALDI Catherine et GRIMALDI Michel, « La pédologie : débat autour de différents regards sur le sol - À propos du livre d'Alain Ruellan et Mireille Dosso », *Natures Sciences Sociétés*, vol. 3, n°3, 1995, p. 246-251.

Chisholm, 1962 :
CHISHOLM Michael, *Rural settlement and land use: an essay in location*, Hutchinson, London, 1962, 214 p.

Choi *et al.*, 2002 :
CHOI Woo-Jung, LEE Sang-Mo, RO Hee-Myong, KIM Kyoung-Cheol et YOO Sun-Ho, "Natural ^{15}N abundances of maize and soil amended with urea and composted pig manure", *Plant and Soil*, vol. 245, n°2, 2002, p. 223-232.

Choi *et al.*, 2003 :
CHOI Woo-Jung, RO Hee-Myong et HOBBIE Erik A, « Patterns of natural ^{15}N in soils and plants from chemically and organically fertilized uplands », *Soil Biology and Biochemistry*, vol. 35, n°11, 2003, p. 1493-1500.

Choi *et al.*, 2006 :
CHOI WJ, ARSHAD MA, CHANG SX et KIM TH, « Grain ^{15}N of crops applied with organic and chemical fertilizers in a four-year rotation », *Plant and Soil*, vol. 284, n°1, 2006, p. 165-174.

Christensen *et al.*, 2022 :
CHRISTENSEN Bent T, JENSEN Johannes L, DONG Yu et BOGAARD Amy, "Manure for millet: Grain δ^{15}N values as indicators of prehistoric cropping intensity of *Panicum miliaceum* and *Setaria italica*", *Journal of Archaeological Science*, vol. 139, 2022, p. 105554.

Comet, 1992 :
COMET Georges, *Le paysan et son outil : essai d'histoire technique des céréales France, VIIIe-XVe siècle*, École française de Rome diff. De Boccard, Rome-Paris, 1992, 756 p.

Commisso et Nelson, 2007 :
COMMISSO RG et NELSON DE, « Patterns of plant δ^{15}N values on a Greenland Norse farm », *Journal of Archaeological Science*, vol. 34, n°3, 2007, p. 440-450.

Conesa et Poirier, 2019 :
CONESA Marc et POIRIER Nicolas, *Fumiers ! Ordures ! gestion et usage des déchets dans les campagnes de l'Occident médiéval et moderne. Actes des XXXVIIIes Journées internationales d'histoire de l'abbaye de Flaran, 14 et 15 octobre 2016*, Presses universitaires du Midi, Toulouse, 2019, 306 p.

Cony, 2017 :
CONY Alexandra, *Les terroirs en Gaule à la fin de l'âge du Fer*. Thèse en Archéologie, sous la direction de Stephan Fichtl, Université François-Rabelais de Tours, 2017.

Cordier, 2003a :
CORDIER Pierre, « Le destin urbain du *stercus* et de l'urine », Dans : BALLET Pascale, CORDIER Pierre et DIEUDONNÉ-GLAD Nadine, *La ville et ses déchets dans le monde romain : rebuts et recyclages*, Édition M. Mergoil, Montagnac, 2003, p. 51-60.

Cordier, 2003b :
CORDIER Pierre, « Les mots pour le dire : le vocabulaire des rebuts et leurs représentations », Dans : BALLET Pascale, CORDIER Pierre et DIEUDONNÉ-GLAD Nadine, *La ville et ses déchets dans le monde romain : rebuts et recyclages*, Bordeaux, Édition M. Mergoil, Montagnac, 2003, p. 19-26.

Corillion, 1971 :
CORILLION Robert, *Notice détaillée des feuilles armoricaines : phytogéographie et végétation du Massif armoricain*, CNRS Editions, Paris, France, 1971, 198 p.

Couvin, 2013 :
COUVIN Fabrice, « Mise en évidence de deux fosses à fumure sur le site antique de Mer "La Gueule II" (Loir-et-Cher) », 2013 : https://ager.hypotheses.org/636, consulté le 26/02/2022.

Craine *et al.*, 2015 :
CRAINE Joseph M, BROOKSHIRE ENJ, CRAMER Michael D, HASSELQUIST Niles J, KOBA Keisuke, MARIN-SPIOTTA Erika et WANG Lixin, "Ecological interpretations of nitrogen isotope ratios of terrestrial plants and soils", *Plant and Soil*, vol. 396, n°1, 2015, p. 1-26.

De Muylder *et al.*, 2017 :
DE MUYLDER Marjolaine, BROES Frédéric, FONT Caroline, HULIN Guillaume et JAGOU Benjamin, « La villa de "La Mare aux Canards" (Noyon, Oise). Apport des sciences de la Terre pour la caractérisation des bâtiments d'exploitation de la pars rustica », Dans : TRÉMENT Frédéric, *Produire, transformer et stocker dans les campagnes des Gaules romaines*, supplément 38, Fédération Aquitania, Bordeaux, 2017, p. 97-112.

DeNiro, 1985 :
DENIRO Michael J, « Postmortem preservation and alteration of in vivo bone collagen isotope ratios in relation to palaeodietary reconstruction », *Nature*, vol. 317, n°6040, 1985, p. 806-809.

DeNiro et Epstein, 1981 :
DENIRO Michael J et EPSTEIN Samuel, « Influence of diet on the distribution of nitrogen isotopes in animals », *Geochimica et Cosmochimica Acta*, vol. 45, n°3, 1981, p. 341-351.

Derreumaux, 2005 :
DERREUMAUX Marie, « How to detect fodder and litter? A case study from the Roman site "Le Marais de Dourges", France », *Vegetation History and Archaeobotany*, vol. 14, n°4, 2005, p. 373-385.

Derreumaux, 2012 :
DERREUMAUX Marie, *Du terrain au terroir : appréhender les systèmes agraires grâce aux grands décapages : trois études carpologiques en territoires ménapien et arébate, de La Tène ancienne au Haut Moyen Âge*. Thèse de doctorat en Archéologie de la Gaule romaine, sous la direction de Françoise Dumasy, Paris 1, 2012.

Dérue *et al.*, 2006 :
DÉRUE Cedric, GIBOUIN David, DEMARTY Maurice, VERDUS Marie-Claire, LEFEBVRE Fabrice, THELLIER Michel et RIPOLL Camille, « Dynamic-SIMS imaging and quantification of inorganic ions in frozen-hydrated plant samples », *Microscopy Research and Technique*, vol. 69, n°1, 2006, p. 53-63.

Derville, 1999 :
DERVILLE Alain, *L'agriculture du nord au Moyen Age : Artois, Cambresis, Flandre Wallonne*, Presses Universitaires du Septentrion, Villeneuve d'Ascq, 1999, 336 p.

Dreslerová *et al.*, 2021 :
DRESLEROVÁ Dagmar, HAJNALOVÁ Mária, TRUBAČ Jakub, CHUMAN Tomáš, KOČÁR Petr, KUNZOVÁ Eva et ŠEFRNA Luděk, « Maintaining soil productivity as the key factor in European prehistoric and Medieval farming », *Journal of Archaeological Science : Reports*, vol. 35, 2021, p. 102633.

Dufour, 1997 :
DUFOUR Jean-Yves, « Un enclos à bétail de La Tène à Persan, Val-d'Oise », *Bulletin archéologique du Vexin français*, vol. 30, 1997, p. 11-28.

Duval et Clavel, 2018 :
DUVAL Colin et CLAVEL Benoît, « Bœufs gaulois et bœufs français : morphologies animales et dynamiques économiques au cours de La Tène et des périodes historiques », *Gallia Archéologie des Gaules*, vol. 75, n°75, 2018, p. 141-171.

Eklund, 2019 :
EKLUND Markus, "Changing Agriculture : Stable isotope analysis of charred cereals from Iron Age Öland". Master en Science Archeologique, Stockholm University, 2019, 68 p.

Evin *et al.*, 2013 :
EVIN Allowen, CUCCHI Thomas, CARDINI Andrea, STRAND VIDARSDOTTIR Una, LARSON Greger et DOBNEY Keith, « The long and winding road: identifying pig domestication through molar size and shape », *Journal of Archaeological Science*, vol. 40, n°1, 2013, p. 735-743.

Farquhar *et al.*, 1989 :
FARQUHAR Graham D, EHLERINGER James R et HUBICK Kerry T, « Carbon Isotope Discrimination and Photosynthesis », *Annual Review of Plant Physiology and Plant Molecular Biology*, vol. 40, n°1, 1989, p. 503-537.

Favory et Nuninger, 2018 :
FAVORY François et NUNINGER Laure, « ArchaeDyn - Dynamique spatiale des territoires de la Préhistoire au Moyen Age », 2018 : https://mshe.univ-fcomte.fr/poles-de-recherche/dynamiques-territoriales/axe-1-construction-des-territoires-dans-la-longue-duree/30-archaedyn, consulté le 02/04/2022.

Fechner [éd.], 2011 :
FECHNER Kai [éd.], *Archaeology, soil- and life-sciences applied to enclosures and fields: proceedings of the session "From microprobe to spatial analysis -- Enclosed and buried surfaces as key sources in Archaeology and Pedology", European Association of Archaeologists 12th Annual Meeting, Krakow, Poland, 19th to 24th September 2006*, Archaeopress, Oxford, 2011, 165 p.

Ferdière, 2015a :
FERDIÈRE Alain, « Essai de typologie des greniers ruraux de Gaule du Nord », *Revue archéologique du Centre de la France*, n°54, 2015, p. 51.

Ferdière, 2015b :
FERDIÈRE Alain, « Voyage à travers la Gaule profonde - XVII-a », *Revue archéologique du Centre de la France*, n°54, 2015, p. 1-45.

Ferdière, 2017 :
FERDIÈRE Alain, « Interprétation fonctionnelle des bâtiments et structures dans les parties productives des établissements agro-pastoraux des Gaules : historiographie et questions méthodologiques », Dans : TRÉMENT Frédéric, *Produire, transformer et stocker dans les campagnes des Gaules romaines*, supplément 38, Fédération Aquitania, Bordeaux, 2017.

Ferrio *et al.*, 2003 :
FERRIO JP, FLORIT A, VEGA A, SERRANO L et VOLTAS J, « $\Delta^{13}C$ and tree-ring width reflect different drought responses in *Quercus ilex* and *Pinus halepensis* », *Oecologia*, vol. 137, n°4, 2003, p. 512-518.

Ferrio *et al.*, 2005 :
FERRIO Juan P, ARAUS José Luis, BUXÓ Ramon, VOLTAS Jordi et BORT Jordi, « Water management practices and climate in ancient agriculture: inferences from the stable isotope composition of archaeobotanical remains », *Vegetation History and Archaeobotany*, vol. 14, n°4, 2005, p. 510-517.

Ferrio *et al.*, 2007 :
FERRIO Juan Pedro, VOLTAS Jordi, ALONSO Natàlia et ARAUS José Luis, « Reconstruction of Climate and Crop Conditions in the Past Based on the Carbon Isotope Signature of Archaeobotanical Remains », Dans : *Terrestrial Ecology*, vol. 1, Terrestrial Ecology, 2007, p. 319-332.

Ferrio *et al.*, 2020 :
FERRIO Juan Pedro, AGUILERA Mònica, VOLTAS Jordi et ARAUS José Luis, « Stable carbon isotopes in archaeological plant remains », Dans : MONTENARI Michael, *Stratigraphy & Timescales*, vol. 5, Academic Press, 2020, p. 107-145.

Fichtl, 2009 :
FICHTL Stephan, "La villa gallo-romaine, un modèle gaulois ? Réflexions sur un plan canonique », Dans : GRUNWALD Susanne, KOCH Julia K., MÖLDERS Doreen, SOMMER Ulrike et WOLFRAM Sabine, *Artefact, Festschrift für S. Rickhoff zum 65. Geburstag*, 2009, p. 439-448.

Filipović *et al.*, 2019 :
FILIPOVIĆ Dragana, BROZIO Jan Piet, DITCHFIELD Peter, KLOOß Stefanie, MÜLLER Johannes et KIRLEIS Wiebke, « Middle-Neolithic agricultural practices in the Oldenburger Graben wetlands, northern Germany: First results of the analysis of arable weeds and stable isotopes », *The Holocene*, vol. 29, n°10, 2019, p. 1587-1595.

Fiorentino *et al.*, 2008 :
FIORENTINO G, CARACUTA V, CALCAGNILE L, D'ELIA M, MATTHIAE P, MAVELLI F et QUARTA G, « Third millennium B.C. climate change in Syria highlighted by Carbon stable isotope analysis of 14C-AMS dated plant remains from Ebla », *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, vol. 266, n°1, 2008, p. 51-58.

Fiorentino *et al.*, 2015 :
FIORENTINO Girolamo, FERRIO Juan Pedro, BOGAARD Amy, ARAUS José Luis et RIEHL Simone, « Stable isotopes in archaeobotanical research », *Vegetation History and Archaeobotany*, vol. 24, n°1, 2015, p. 215-227.

Flohr *et al.*, 2019 :
FLOHR Pascal, JENKINS Emma, WILLIAMS Helen RS, JAMJOUM Khalil, NUIMAT Sameeh et MÜLDNER Gundula, "What can crop stable isotopes ever do for us? An experimental perspective on using cereal carbon stable isotope values for reconstructing water availability in semi-arid and arid environments », *Vegetation History and Archaeobotany*, vol. 28, n°5, 2019, p. 497-512.

Follet-Gueye *et al.*, 1998 :
FOLLET-GUEYE Marie-Laure, VERDUS Marie-Claire, DEMARTY Maurice, THELLIER Michel et RIPOLL Camille, « Cambium pre-activation in beech correlates with a strong temporary increase of calcium in cambium and phloem but not in xylem cells », *Cell Calcium*, vol. 24, n°3, 1998, p. 205-211.

Forbes, 2013 :
FORBES Hamish, "Off-Site Scatters and the Manuring Hypothesis in Greek Survey Archaeology: An Ethnographic Approach", *Hesperia: The Journal of the American School of Classical Studies at Athens*, vol. 82, n°4, 2013, p. 551-594.

Foucher, 1957 :
FOUCHER Angèle, « La vie rurale à l'époque de Caton d'après le de Agricultura », *Bulletin de l'Association Guillaume Budé*, vol. 1, n°2, 1957, p. 41-53.

Francesconi et Edmonds, 1996 :
FRANCESCONI Kevin A et EDMONDS John S, « Arsenic and Marine Organisms », Dans : SYKES A. G., *Advances in Inorganic Chemistry*, vol. 44, Academic Press, 1996, p. 147-189.

Fraser *et al.*, 2011 :
FRASER Rebecca A, BOGAARD Amy, HEATON Tim, CHARLES Michael, JONES Glynis, CHRISTENSEN Bent T, HALSTEAD Paul, MERBACH Ines, POULTON Paul R, SPARKES Debbie et STYRING Amy K, « 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*, vol. 38, n°10, 2011, p. 2790-2804.

Fraser *et al.*, 2013a :
FRASER RA, BOGAARD A, CHARLES M, STYRING AK, WALLACE M, JONES G, DITCHFIELD P et HEATON THE, « Assessing natural variation and the effects of charring, burial and pre-treatment on the stable carbon and nitrogen isotope values of archaeobotanical cereals and pulses », *Journal of Archaeological Science*, vol. 40, n°12, 2013, p. 4754-4766.

Fraser *et al.*, 2013b :
FRASER RA, BOGAARD A, SCHÄFER M, ARBOGAST R et HEATON THE, "Integrating botanical, faunal and human stable carbon and nitrogen isotope values to reconstruct land use and palaeodiet at LBK Vaihingen an der Enz, Baden-Württemberg", *World Archaeology*, vol. 45, n°3, 2013, p. 492-517.

Fruyt, 2014 :
FRUYT Michèle, « Territoire, terrain, terre dans le vocabulaire des agronomes latins », *Collection de l'Institut des Sciences et Techniques de l'Antiquité*, vol. 1295, n°1, 2014, p. 17-50.

Gambier *et al.*, 2012 :
GAMBIER Perrine, ZECH-MATTERNE Véronique et AVINAIN Julien, « Interprétation d'un bâtiment par analyse des sols et étude carpologique », *Archéopages Archéologie et société*, n°35, 2012, p. 17.

Ganry et Thuriès, 2018 :
GANRY Francis et THURIÈS Laurent, « Intérêt des fumiers pour restaurer la fertilité des sols en zone semi-aride d'Afrique », Dans : ROOSE Éric, *Restauration de la productivité des sols tropicaux et méditerranéens : Contribution à l'agroécologie*, IRD Éditions, Marseille, 2018, p. 179-195.

Garnier, 2017 :
GARNIER Nicolas, « L'apport des analyses chimiques organiques à la caractérisation des structures agricoles : le cas des installations oléicoles ou vinicoles et des espaces de stabulation », Dans : TRÉMENT Frédéric, *Produire, transformer et stocker dans les campagnes des Gaules romaines*, supplément 38, Fédération Aquitania, Bordeaux, 2017, p. 97-112.

Gaudefroy, 2016 :
GAUDEFROY Stéphane, « Contraintes, transformations et héritages. Cinq siècles d'évolution d'un paysage rural aux portes de Samarobriva : la ZAC de "La Croix de Fer", près d'Amiens (Somme) », Dans : BLANCQUAERT Geertrui et MALRAIN François, *Évolution des sociétés gauloises du Second âge du Fer, entre mutations internes et influences externes, Actes du 38e colloque de l'AFEAF*, Revue Archéologique de Picardie, Senlis, 2016, p. 95-112.

Gautier *et al.*, 2018 :
GAUTIER Émilie, MARCIGNY Cyril et BARRAL Philippe, « Le paysage anthropisé et son évolution de la fin du IIIe millénaire au début de notre ère en France métropolitaine », Dans : GUILAINE Jean et GARCIA Dominique, *La Protohistoire de la France, Actes du XVIIIe Congrès UISPP tenu à Paris, 4-9 Juin 2017*, Hermann, Paris, 2018, p. 355-370.

Gautier, 2018 :
GAUTIER Noémie, *L'homme et l'animal domestique à Pompéi (IIe siècle av. J-C - 9 ap. J.-C.) : essai d'histoire culturelle.* Thèse de doctorat en Histoire, sous la direction de Christophe Vendries, Université Rennes 2, 2018, 571 p.

Gavériaux *et al.*, 2021 :
GAVÉRIAUX Fanny, BOUBY Laurent, MARINVAL Philippe, FIGUEIRAL Isabel, BINDER Didier, FOUÉRÉ Pierrick, GERNIGON Karim, LÉA Vanessa, HASLER Anne, VIGNAUD Alain et GOUDE Gwenaëlle, « L'alimentation des premières sociétés agropastorales du Sud de la France : premières données isotopiques sur des graines et fruits carbonisés néolithiques et essais de modélisation ». *Comptes Rendus Palevol.* 2021.

Gebbing *et al.*, 1999 :
GEBBING T, SCHNYDER H et KÜHBAUCH W, « The utilization of pre-anthesis reserves in grain filling of wheat. Assessment by steady-state 13CO2/12CO2 labelling », *Plant, Cell & Environment*, vol. 22, n°7, 1999, p. 851-858.

Gebert et Verheyden-Tixier, 2001 :
GEBERT Claudia et VERHEYDEN-TIXIER Hélène, « Variations of diet composition of Red Deer *(Cervus elaphus L.)* in Europe », *Mammal Review*, vol. 31, n°3-4, 2001, p. 189-201.

Georges-Leroy *et al.*, 2019 :
GEORGES-LEROY Murielle, POIRIER Nicolas, DAVID Sophie, MEYER Nicolas, FAVORY François, FOVET Elise, MACHUT Pierre et NOUVEL Pierre, « Archaedyn - Atelier 1 - La dynamique des finages dans la longue durée ». 2019.

Gerard *et al.*, 1991 :
GERARD JF, TEILLAUD P, SPITZ F, MAUGET R et CAMPAN R, « Le Sanglier », *Revue d'écologie*,1991, p. 11-66.

Gillis *et al.*, 2020 :
GILLIS Rosalind E, ECKELMANN Rebekka, FILIPOVIĆ Dragana, MÜLLER-SCHEEßEL Nils, CHEBEN Ivan, FURHOLT Martin et MAKAREWICZ Cheryl A, « Stable isotopic insights into crop cultivation, animal husbandry, and land use at the Linearbandkeramik site of Vráble-Veľké Lehemby (Slovakia) », *Archaeological and Anthropological Sciences*, vol. 12, n°11, 2020, p. 1-15.

Giorgi, 2016 :
GIORGI Cyril, *Ile-de-France, Essone (91), Palaiseau, Lieu-dit « Les Trois Mares », Avenue de la Vauve.*, Inrap, SRA Ile-de-France, Rapport final d'opération, Fouille archéologique, 2016, 512 p.

Gransar, 2002 :
GRANSAR Frédéric, *Le stockage alimentaire à l'âge du fer en Europe tempérée*. Thèse de doctorat en Archéologie, sous la direction de Buchsenschutz Olivier, Paris 1, 2002.

Gron *et al.*, 2017 :
GRON Kurt J, GRÖCKE Darren R, LARSSON Mikael, SØRENSEN Lasse, LARSSON Lars, ROWLEY-CONWY Peter et CHURCH Mike J, « Nitrogen isotope evidence for manuring of early Neolithic Funnel Beaker Culture cereals from Stensborg, Sweden », *Journal of Archaeological Science : Reports*, vol. 14, 2017, p. 575-579.

Guicheteau, 2017 :
GUICHETEAU Antoine, « Deux exemples de bâtiments dans la pars rustica d'une villa de la Champagne mancelle ("La Bourlerie", Vallon-sur-Gée, Sarthe) », Dans : TRÉMENT Frédéric, *Produire, transformer et stocker dans les campagnes des Gaules romaines*, supplément 38, Fédération Aquitania, Bordeaux, 2017, p. 657-674.

Guilaine [éd.], 1991 :
GUILAINE Jean [éd.], *Pour une archéologie agraire : à la croisée des sciences de l'homme et de la nature*, Armand Colin, Paris, 1991, 608 p.

Guiry et Szpak, 2021 :
GUIRY Eric J et SZPAK Paul, « Improved quality control criteria for stable carbon and nitrogen isotope measurements of ancient bone collagen », *Journal of Archaeological Science*, vol. 132, 2021, p. 105416.

Halstead, 1995 :
HALSTEAD Paul, « Plough and power: the economic and social significance of cultivation with the ox-drawn ard in the Mediterranean », *Bulletin on Sumerian Agriculture*, vol. 8, n°1995, 1995, p. 11-22.

Hamerow *et al.*, 2020 :
HAMEROW Helena, BOGAARD Amy, CHARLES Michael, FORSTER Emily, HOLMES Matilda, MCKERRACHER Mark, NEIL Samantha, RAMSEY Christopher Bronk, STROUD Elizabeth et THOMAS Richard, "An Integrated Bioarchaeological Approach to the Medieval 'Agricultural Revolution': A Case Study from Stafford, England, c. ad 800–1200", *European Journal of Archaeology*, vol. 23, n°4, 2020, p. 585-609.

Hart et Feranec, 2020 :
HART John P et FERANEC Robert S, « Using Maize $\delta^{15}N$ values to assess soil fertility in fifteenth- and sixteenth-century ad Iroquoian agricultural fields », *PLOS ONE*, vol. 15, n°4, 2020.

Hartl-Meier *et al.*, 2015 :
HARTL-MEIER Claudia, ZANG Christian, BÜNTGEN Ulf, ESPER Jan, ROTHE Andreas, GÖTTLEIN Axel, DIRNBÖCK Thomas et TREYDTE Kerstin, « Uniform climate sensitivity in tree-ring stable isotopes across species and sites in a mid-latitude temperate forest », *Tree Physiology*, vol. 35, n°1, 2015, p. 4-15.

Hayfield, 1987 :
HAYFIELD Colin, *An archaeological survey of the parish of Wharram Percy, East Yorkshire*, B.A.R 172, Oxford, 1987, 222 p.

Heard *et al.*, 2002 :
HEARD Peter J, FEENEY Kevin A, ALLEN Geoffrey C et SHEWRY Peter R, « Determination of the elemental composition of mature wheat grain using a modified secondary ion mass spectrometer (SIMS) », *The Plant Journal*, vol. 30, n°2, 2002, p. 237-245.

Heaton, 1999 :
HEATON Tim HE, "Spatial, Species, and Temporal Variations in the $^{13}C/^{12}C$ Ratios of C3 Plants: Implications for Palaeodiet Studies", *Journal of Archaeological Science*, vol. 26, n°6, 1999, p. 637-649.

Hedges *et al.*, 2007 :
HEDGES Robert EM, CLEMENT John G, THOMAS C David L et O'CONNELL Tamsin C, « Collagen turnover in the adult femoral mid-shaft: Modeled from anthropogenic radiocarbon tracer measurements », *American Journal of Physical Anthropology*, vol. 133, n°2, 2007, p. 808-816.

Hedges et Millard, 1995 :
HEDGES Robert EM et MILLARD Andrew R, "Bones and Groundwater: Towards the Modelling of Diagenetic Processes", *Journal of Archaeological Science*, vol. 22, n°2, 1995, p. 155-164.

Hedges et Reynard, 2007 :
HEDGES Robert EM et REYNARD Linda M, "Nitrogen isotopes and the trophic level of humans in archaeology", *Journal of Archaeological Science*, vol. 34, n°8, 2007, p. 1240-1251.

Heier *et al.*, 2009 :
HEIER A, EVANS JA et MONTGOMERY J, « The potential of carbonized grain to preserve biogenic $^{87}Sr/^{86}Sr$ signatures within the burial environment », *Archaeometry*, vol. 51, n°2, 2009, p. 277-291.

Hijmans *et al.*, 2015 :
HIJMANS Robert J, VAN ETTEN Jacob, CHENG Joe, MATTIUZZI Matteo, SUMNER Michael, GREENBERG Jonathan A, LAMIGUEIRO Oscar Perpinan, BEVAN Andrew, RACINE Etienne B et SHORTRIDGE Ashton, *Package "raster"*, 2015.

Hinguant *et al.*, 1998 :
HINGUANT Stéphan, LE GOFF Elven, GEBHARDT Anne, GRALL Bertrand, MAGUER Patrick et MARGUERIE Dominique, « Un site de l'Age du Fer stratifié en milieu rural : l'établissement de Keralio à Pont-L'Abbé (Finistère) », *Revue Archéologique de l'Ouest*, vol. 15, n°1, 1998, p. 59-114.

Hobbie et Högberg, 2012 :
HOBBIE Erik A et HÖGBERG Peter, « Nitrogen isotopes link mycorrhizal fungi and plants to nitrogen dynamics », *New Phytologist*, vol. 196, n°2, 2012, p. 367-382.

Hofmann, 1989 :
HOFMANN RR, « Evolutionary steps of ecophysiological adaptation and diversification of ruminants: a comparative view of their digestive system », *Oecologia*, vol. 78, n°4, 1989, p. 443-457.

Högberg, 1997 :
HÖGBERG Peter, « Tansley Review No. 95 ^{15}N natural abundance in soil-plant systems », *New Phytologist*, vol. 137, n°2, 1997, p. 179-203.

Hubbard et al Azm, 1990 :
HUBBARD RNLB et AZM A AL, « Quantifying preservation and distortion in carbonized seeds; and investigating the history of friké production », *Journal of Archaeological Science*, vol. 17, n°1, 1990, p. 103-106.

Huitorel, 2018 :
HUITOREL Guillaume, « Columelle, les équipements agricoles et les archéologues. Approche heuristique et critique », Dans : BLANDENET Maëlys, BRETIN-CHABROL Marine et LUCCIONI Pascal, *Columelle et les céréales (Lyon, 25-26 septembre 2018)*, vol. 54, De Boccard, Lyon, 2018, p. 189-198.

Huitorel, 2020 :
HUITOREL Guillaume, *Outils, bâtiments et structures d'exploitation des campagnes du nord de la Gaule*, Édition M. Mergoil, Drémil Lafage, vol. 66, 2020, 556 p. p.

Hwang *et al.*, 2007 :
HWANG YT, MILLAR JS et LONGSTAFFE FJ, « Do $\delta^{15}N$ and $\delta^{13}C$ values of feces reflect the isotopic composition of diets in small mammals? », *Canadian Journal of Zoology*, vol. 85, n°3, 2007, p. 388-396.

Ijzereef, 1981 :
IJZEREEF Gerard Frans, *Bronze age animal bones from Bovenkarspel: the excavation at Het Valkje*, ROB, Amersfoort, 1981, 228 p.

Jean-Brunhes Delamarre, 1987 :
JEAN-BRUNHES DELAMARRE Mariel, « En Normandie, avec bergers et troupeaux d'ovins ambulants : Un mode d'élevage, unique en France, en voie de disparition », Dans : BERNOT Lucien et KOECHLIN Bernard, *De la voûte céleste au terroir, du jardin au foyer : mosaïque sociographique. Textes offerts à Lucien Bernot*, Editions de l'Ecole des hautes études en sciences sociales, Paris, 1987, p. 325-335.

Jean-Brunhes Delamarre, 1999 :
JEAN-BRUNHES DELAMARRE Mariel, *La vie agricole et pastorale dans le monde : techniques et outils traditionnels*, Glénat, Grenoble, 1999, 216 p.

Jedrzejewski, 2002 :
JEDRZEJEWSKI Franck, *Histoire universelle de la mesure*, Ellipses, Paris, 2002, 416 p.

Jones [éd.], 2012 :
JONES Richard [éd.], *Manure Matters: Historical, Archaeological and Ethnographic Perspectives*, Ashgate Publishing, Ltd., 2012, 272 p.

Jones, 2019 :
JONES Richard, « Vers une compréhension du fumier et de la fumure médiévale : quelques enseignements d'Angleterre », Dans : CONESA Marc et POIRIER Nicolas, *Fumiers ! Ordures ! gestion et usage des déchets dans les campagnes de l'Occident médiéval et moderne actes des XXXVIIIes Journées internationales d'histoire de l'abbaye de Flaran, 14 et 15 octobre 2016*, Presses universitaires du Midi, Toulouse, 2019, p. 17-34.

Kanstrup *et al.*, 2011 :
KANSTRUP Marie, THOMSEN Ingrid K, ANDERSEN Astrid J, BOGAARD Amy et CHRISTENSEN Bent T, « Abundance of ^{13}C and ^{15}N in emmer, spelt and naked barley grown on differently manured soils: towards a method for identifying past manuring practice: Method for identifying past manuring practice », *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, vol. 25, n°19, 2011, p. 2879-2887.

Kanstrup *et al.*, 2012 :
KANSTRUP Marie, THOMSEN Ingrid K, MIKKELSEN Peter H et CHRISTENSEN Bent T, « Impact of charring on cereal grain characteristics: linking prehistoric manuring practice to $\delta^{15}N$ signatures in archaeobotanical material », *Journal of Archaeological Science*, vol. 39, n°7, 2012, p. 2533-2540.

Kennedy et Kelloway, 2020 :
KENNEDY Sarah A et KELLOWAY Sarah J, "Identifying metallurgical practices at a colonial silver refinery in Puno, Peru, using portable X-Ray fluorescence spectroscopy (pXRF)", *Journal of Archaeological Science: Reports*, vol. 33, 2020, p. 102568.

Kennedy et Kelloway, 2021 :
KENNEDY Sarah A et KELLOWAY Sarah J, « Heavy Metals in Archaeological Soils: The Application of Portable X-Ray Fluorescence (pXRF) Spectroscopy for Assessing Risk to Human Health at Industrial Sites », *Advances in Archaeological Practice*, vol. 9, n°2, 2021, p. 145-159.

Knipper *et al.*, 2017 :
KNIPPER Corina, PICHLER Sandra L, RISSANEN Hannele, STOPP Barbara, KÜHN Marlu, SPICHTIG Norbert, RÖDER Brigitte, SCHIBLER Jörg, LASSAU Guido et ALT Kurt W, « What is on the menu in a Celtic town? Iron Age diet reconstructed at Basel-Gasfabrik, Switzerland", *Archaeological and Anthropological Sciences*, vol. 9, n°7, 2017, p. 1307-1326.

Knohl *et al.*, 2005 :
KNOHL Alexander, WERNER Roland A, BRAND Willi A et BUCHMANN Nina, « Short-term variations in $\delta^{13}C$ of ecosystem respiration reveals link between assimilation and respiration in a deciduous forest », *Oecologia*, vol. 142, n°1, 2005, p. 70-82.

Kovarovic *et al.*, 2011 :
KOVAROVIC Kris, AIELLO Leslie C, CARDINI Andrea et LOCKWOOD Charles A, « Discriminant function analyses in archaeology: are classification rates too good to be true? », *Journal of Archaeological Science*, vol. 38, n°11, 2011, p. 3006-3018.

Krishnan et Dayanandan, 2003 :
KRISHNAN S et DAYANANDAN P, « Structural and histochemical studies on grain-filling in the caryopsis of rice *(Oryza sativa L.)* », *Journal of Biosciences*, vol. 28, n°4, 2003, p. 455-469.

Kuhn, 2009 :
KUHN Max, *The caret package*, Citeseer, 2009.

Lachiver, 1997 :
LACHIVER Marcel, *Dictionnaire du monde rural : les mots du passé*, Fayard, Paris, 1997, 1766 p.

Lande *et al.*, 2013 :
LANDE Unni Støbet, LOE Leif Egil, SKJÆRLI Ole Johan, MEISINGSET Erling L et MYSTERUD Atle, « The effect of agricultural land use practice on habitat selection of red deer », *European Journal of Wildlife Research*, vol. 60, n°1, 2013, p. 69-76.

Langohr, 1990 :
LANGOHR Roger, « L'homme et les processus d'érosion des sols limoneux de Belgique et du Nord-Ouest de la France », Dans : COLLECTIF, *Les Celtes en France du Nord et en Belgique : VIe-Ier siècle avant J.-C.*, Crédit Communal de Belgique, Brussels, 1990, p. 211-222.

Larsson *et al.*, 2019 :
LARSSON Mikael, BERGMAN Jakob et LAGERÅS Per, « Manuring practices in the first millennium AD in southern Sweden inferred from isotopic analysis of crop remains », *PLOS ONE*, vol. 14, n°4, 2019, p. 24.

Lautier, 2017 :
LAUTIER Laurent, « Les structures pastorales en milieu préalpin (Alpes Maritimes) de l'âge du Fer à la fin de l'Antiquité : bilan des connaissances archéologiques, apport des études paléoenvironnementales et de l'analyse spatiale », Dans : TRÉMENT Frédéric, *Produire, transformer et stocker dans les campagnes des Gaules romaines*, supplément 38, Fédération Aquitania, Bordeaux, 2017, p. 567-594.

Lê *et al.*, 2008 :
LÊ Sébastien, JOSSE Julie et HUSSON François, « FactoMineR: An R Package for Multivariate Analysis », *Journal of Statistical Software*, vol. 25, 2008, p. 1-18.

Lemaire, 2002 :
LEMAIRE Patrick, *Bohain-en-Vermandois, « Au-delà du Moulin Mayeux »*, Afan, SRA Picardie, Document Final de Synthèse, Fouille archéologique, 2002, 91 p.

Lepetz *et al.*, 2021 :
LEPETZ Sébastien, CLAVEL Benoît, ALIOĞLU Duha, CHAUVEY Lorelei, SCHIAVINATO Stéphanie, TONASSO-CALVIÈRE Laure, LIU Xuexue, FAGES Antoine, KHAN Naveed, SEGUIN-ORLANDO Andaine, DER SARKISSIAN Clio, CLAVEL Pierre, ESTRADA Oscar, GAUNITZ Charleen, AURY Jean-Marc, BARME Maude, BOULBES Nicolas, BOURGOIS Alice, DECANTER Franck, FOUCRAS Sylvain, FRÈRE Stéphane, GARDEISEN Armelle, JOUANIN Gaëtan, MÉLA Charlotte, MORAND Nicolas, NIETO ESPINET Ariadna, PERDEREAU Aude, PUTELAT Olivier, RIVIÈRE Julie, ROBIN Opale, SALIN Marilyne, VALENZUELA-LAMAS Silvia, VALLET Christian, YVINEC Jean-Hervé, WINCKER Patrick et ORLANDO Ludovic, « Historical management of equine resources in France from the Iron Age to the Modern Period », *Journal of Archaeological Science : Reports*, vol. 40, 2021, p. 103250.

Lepetz et Morand, 2017 :
LEPETZ Sébastien et MORAND Nicolas, « Archéozoologie des territoires du nord-est de la France, du second âge du Fer à l'Antiquité tardive : banque de données et éléments de synthèse », Dans : LEPETZ Sébastien et ZECH-MATTERNE Véronique, *Productions agro-pastorales, pratiques culturales et élevage dans le nord de la Gaule du deuxième siècle avant J.-C. à la fin de la période, Actes de la table ronde internationale des 8 et 9 mars 2016 à l'Institut national d'histoire de l'art (Paris)*, Édition M. Mergoil, Quint-Fonsegrives, 2017, p. 43-62.

Lepetz et Zech-Matterne, 2018 :
LEPETZ Sébastien et ZECH-MATTERNE Véronique, « Systèmes agro-pastoraux à l'âge du Fer et à la Période romaine en Gaule du Nord », Dans : REDDÉ Michel, *Gallia Rvstica 2, Les campagnes du nord-est de la Gaule de la fin de l'âge du Fer à l'Antiquité tardive*, vol. 2, Ausonius Éditions, Bordeaux, 2018, p. 327-400.

Leveau *et al.*, 2010 :
LEVEAU Philippe, RAYNAUD Claude, SABLAYROLLES Robert et TRÉMENT Frédéric, *Les formes de l'habitat rural gallo-romain. Terminologies et typologies à l'épreuve des réalités archéologiques*, Fédération Aquitania, Bordeaux, supplément 17, 2010, 396 p.

Leveau, 2017 :
LEVEAU Philippe, « Certitudes et incertitudes dans l'interprétation des structures archéologiques : une réponse à Alain Ferdière », Dans : TRÉMENT Frédéric, *Produire, transformer et stocker dans les campagnes des Gaules romaines*, supplément 38, Fédération Aquitania, Bordeaux, 2017.

Lightfoot et Stevens, 2012 :
LIGHTFOOT Emma et STEVENS Rhiannon E, « Stable isotope investigations of charred barley *(Hordeum vulgare)* and wheat *(Triticum spelta)* grains from Danebury Hillfort: implications for palaeodietary reconstructions », *Journal of Archaeological Science*, vol. 39, n°3, 2012, p. 656-662.

Lodwick *et al.*, 2020 :
LODWICK Lisa, CAMPBELL Gill, CROSBY Vicky et MÜLDNER Gundula, « Isotopic Evidence for Changes in Cereal Production Strategies in Iron Age and Roman Britain », *Environmental Archaeology*, vol. 26, 2020, p. 1-16.

Lombi *et al.*, 2009 :
LOMBI E, SCHECKEL KG, PALLON J, CAREY AM, ZHU YG et MEHARG AA, « Speciation and distribution of arsenic and localization of nutrients in rice grains », *New Phytologist*, vol. 184, n°1, 2009, p. 193-201.

Lombi *et al.*, 2011 :
LOMBI Enzo, SMITH Euan, HANSEN Thomas H, PATERSON David, JONGE Martin D DE, HOWARD Daryl L, PERSSON Daniel P, HUSTED Søren, RYAN Chris et SCHJOERRING Jan K, « Megapixel imaging of (micro)nutrients in mature barley grains », *Journal of Experimental Botany*, vol. 62, n°1, 2011, p. 273-282.

Malrain *et al.* [éd.], 2013 :
MALRAIN François, BLANCQUAERT Geertrui et LORHO Thierry [éd.], *L'habitat rural du second âge du Fer : rythmes de création et d'abandon au nord de la Loire*, CNRS Éditions, Inrap, Paris, 2013, 264 p.

Malrain *et al.*, 2015 :
MALRAIN François, ZECH-MATTERNE Véronique, BLANQUAERT Gertrude, AUXIETTE Ginette, LEROYER Chantal, LORHO Thierry et MÉNIEL Patrice, « Apprehending Continuity and Discontinuity in Iron Age Soil Occupation and Rural Landscape through a collective database », Dans : DANIELISOVA Alzbeta et FERNANDEZ-GÖTZ Manuel, *Persistant economic ways of living : production, distribution and consumption in Late Préhistory and Early History*, Archaeolingua Alapitvany, Budapest, 2015, p. 137-144.

Malrain *et al.*, 2018 :
MALRAIN François, ZECH-MATTERNE Véronique, BOUBY Laurent et MÉNIEL Patrice, « L'économie agro-pastorale au second âge du Fer en Gaule », Dans : GUILAINE Jean et GARCIA Dominique, *La Protohistoire de la France, Actes du XVIIIe Congrès UISPP tenu à Paris, 4-9 Juin 2017*, Hermann, Paris, 2018, p. 441-454.

Malrain, 2020 :
MALRAIN François, *Les trajectoires contrariées des domaines ruraux du second âge du Fer en Gaule du Nord*. Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches, sous la direction de François Giligny, Université Paris 1 Panthéon-Sorbone, 2020, 238 p.

Malrain et Lorho, 2018 :
MALRAIN François et LORHO Thierry, « L'organisation économique des campagnes du nord de la Gaule à La Tène finale », Dans : REDDÉ Michel, *Gallia rvstica 2 : les campagnes du nord-est de la Gaule, de la fin de l'âge du Fer à l'Antiquité tardive*, Ausonius Éditions, Bordeaux, 2018, p. 455-484.

Marron, 1989 :
MARRON Donna C, « Physical and chemical characteristics of a metal-contaminated overbank deposit, west-central South Dakota, U.S.A. », *Earth Surface Processes and Landforms*, vol. 14, n°5, 1989, p. 419-432.

Massendari, 2007 :
MASSENDARI Julie, « Les agronomes latins et l'archéologie agraire. Stabulation et parcage du bétail", *Pallas*, n°75, 2007, p. 59-76.

Mathiot, 2012 :
MATHIOT Dimitri, « Les habitats ruraux des cinq derniers siècles avant notre ère entre le cours de la Somme et le delta Meuse-Rhin : formes et organisations », *Revue du Nord*, vol. n° 398, n°5, 2012, p. 7-26.

Matterne, 2001 :
MATTERNE Véronique, *Agriculture et alimentation végétale durant l'âge du fer et l'époque gallo-romaine en France septentrionale*, Édition M. Mergoil, Montagnac, 2001, 310 p.

Mazoyer et Roudart, 1997 :
MAZOYER Marcel et ROUDART Laurence, *Histoire des agricultures du monde : du néolithique à la crise contemporaine*, Seuil, Paris, 1997, 736 p.

Meharg *et al.*, 2008 :
MEHARG Andrew A, LOMBI Enzo, WILLIAMS Paul N, SCHECKEL Kirk G, FELDMANN Joerg, RAAB Andrea, ZHU Yongguan et ISLAM Rafiql, « Speciation and Localization of Arsenic in White and Brown Rice Grains », *Environmental Science & Technology*, vol. 42, n°4, 2008, p. 1051-1057.

Menbrivès *et al.*, 2019 :
MENBRIVÈS Clément, PETIT Cristoph, ELLIOTT M, EDDARGACH W et FECHNER Kai, « Feux agricoles, des techniques méconnues des archéologues. L'apport de l'étude archéopédologique des résidus de combustion de Transinne (Belgique). », Dans : DEÁK Judith, AMPE Carole et HINSCH Jari, *Soils as records of past and Present. From soil surveys to archaeological sites: research strategies for interpreting soil characteristics. Proceedings of the Geoarchaeological Meeting Bruges (Belgium), 6 & 7 November, 2019. Raakvlak, Bruges*, Raakvlak Archaeology, Bruges, 2019, p. 121-140.

Merah et Monneveux, 2015 :
MERAH O et MONNEVEUX P, « Contribution of Different Organs to Grain Filling in Durum Wheat under Mediterranean Conditions I. Contribution of Post-Anthesis Photosynthesis and Remobilization », *Journal of Agronomy and Crop Science*, vol. 201, n°5, 2015, p. 344-352.

Meuvret, 1977 :
MEUVRET Jean, *Le problème des subsistances à l'époque Louis XIV : I La production des céréales dans la France du XVIIe et du XVIIIe siècle*, Mouton, Paris-La Haye, 1977, 250 p.

Mion *et al.*, 2016 :
MION Leïa, HERRSCHER Estelle, BLONDIAUX Joël, BINET Eric et ANDRE Guy, « Comportements alimentaires en Gaule du Nord : étude isotopique du site de l'Îlot de la Boucherie (IIIe–Ve siècles apr. J.-C.) à Amiens », *Bulletins et mémoires de la Société d'Anthropologie de Paris*, vol. 28, n°3, 2016, p. 155-175.

Moore *et al.*, 2010 :
MOORE Katie L, SCHRÖDER Markus, LOMBI Enzo, ZHAO Fang-Jie, MCGRATH Steve P, HAWKESFORD Malcolm J, SHEWRY Peter R et GROVENOR Chris RM, "NanoSIMS analysis of arsenic and selenium in cereal grain", *New Phytologist*, vol. 185, n°2, 2010, p. 434-445.

Morlon et Sigaut, 2008 :
MORLON Pierre et SIGAUT François, *La troublante histoire de la jachère : pratiques des cultivateurs, concepts de lettrés et enjeux sociaux*, Educagri-Éditions Quae, Dijon-Versailles, 2008, 328 p.

Morrison, 1994 :
MORRISON Kathleen D, « The intensification of production: Archaeological approaches », *Journal of Archaeological Method and Theory*, vol. 1, n°2, 1994, p. 111-159.

Mueller-Bieniek *et al.*, 2019 :
MUELLER-BIENIEK Aldona, NOWAK Marek, STYRING Amy, LITYŃSKA-ZAJĄC Maria, MOSKAL-DEL HOYO Magdalena, SOJKA Agnieszka, PASZKO Beata, TUNIA Krzysztof et BOGAARD Amy, « Spatial and temporal patterns in Neolithic and Bronze Age agriculture in Poland based on the stable carbon and nitrogen isotopic composition of cereal grains », *Journal of Archaeological Science : Reports*, vol. 27, 2019, p. 101993.

Multon et Sigaut, 1982 :
MULTON Jean-Louis et SIGAUT François, « Historique et prospective des technologies de stockage et de conservation des grains et graines », *Industries alimentaires et agricoles*, vol. 12, 1982, p. 1157-1171.

Napoléone *et al.*, 2015 :
NAPOLÉONE Martine, CHAZOULE Carole et FLEURY Philippe, « La ressource fourragère "qui convient" », *Techniques & Culture Revue semestrielle d'anthropologie des techniques*, n°63, 2015, p. 110-129.

Nayak *et al.*, 2022 :
NAYAK Ayushi, BASA Kishor K, BOIVIN Nicole L, FULLER Dorian Q, MOHANTY Rabindra K, KINGWELL-BANHAM Eleanor, MURPHY Charlene, ROBERTS Patrick J, LEE-THORP Julia et BOGAARD Amy, « A stable isotope perspective on archaeological agricultural variability and Neolithic experimentation in India », *Journal of Archaeological Science*, vol. 141, 2022, p. 105591.

Neveu, 2017 :
NEVEU Elsa, *Évolution des agricultures dans le nord-ouest de la France de l'âge de bronze à l'époque gallo-romaine*. Thèse en Archéologie, sous la direction de Serge Cassen, Université de Nantes, 2017, 565 p.

Neveu *et al.*, 2021 :
NEVEU Elsa, ZECH-MATTERNE Véronique, BRUN Cécile, DIETSCH-SELLAMI Marie-France, DURAND Frédérique et TOULEMONDE Françoise, « New insights into agriculture in northwestern France from the Bronze Age to the Late Iron Age: a weed ecological approach », *Vegetation History and Archaeobotany*, vol. 30, n°1, 2021, p. 47-61.

Nillesse, 2009 :
NILLESSE Olivier, « Activités, métiers, vie quotidienne dans les établissements ruraux de l'ouest de la France à travers l'instrumentum (Hallstatt D/début du Haut Empire) », Dans : BERTRAND Isabelle, DUVAL Alain, SOTO José Gomez de et MAGUER Patrick, *Habitats et paysage ruraux en Gaule et regards sur d'autres régions du monde celtique*, Association des Publications Chauvinoises, Chauvigny, 2009, p. 45-83.

Nillesse, 2017 :
NILLESSE Olivier, « Le paysan gaulois de l'Ouest et son outil », Dans : FICHTL Stephan, GOFF Elven Le, MATHIAUT-LEGROS Agathe et MENEZ Yves, *Les premières villes de l'Ouest. Agglomérations de Bretagne et des Pays-de-la-Loire*, Département de la Mayenne, Inrap, Jublains, 2017, p. 99-100.

Nillesse et Buchsenschutz, 2009 :
NILLESSE Olivier et BUCHSENSCHUTZ Olivier, « Les faux et la datation de l'outillage agricole des dépôts de l'âge du Fer », Dans : HONEGGER Matthieu, RAMSEYER Denis, KAENEL Gilbert, BÉAT Arnold et KAESER Marc-Antoine, *Le site de La Tène. Bilan des connaissances – état de question. Actes de la Table ronde internationale de Neuchâtel, 1–3 novembre 2007*, n°43, Archéologie neuchâteloise, Hauterive, 2009, p. 157-165.

Nitsch *et al.*, 2015 :
NITSCH Erika, CHARLES Michael et BOGAARD Amy, « Calculating a statistically robust $\delta^{13}C$ and $\delta^{15}N$ offset for charred cereal and pulse seeds », *STAR: Science & Technology of Archaeological Research*, vol. 1, n°1, 2015, p. 1-8.

Nitsch *et al.*, 2019 :
NITSCH Erika, LAMB Angela, HEATON Tim, VAIGLOVA Petra, FRASER Rebecca, HARTMAN G, MORENO-JIMÉNEZ E, LÓPEZ-PIÑEIRO A, PEÑA-ABADES D, FAIRBAIRN A, ERIKSEN Jorgen et BOGAARD Amy, « The Preservation and Interpretation of $\delta^{34}S$ Values in Charred Archaeobotanical Remains », *Archaeometry*, vol. 61, n°1, 2019, p. 161-178.

Olmer, 2018 :
OLMER Fabienne, « Le commerce et les importations en Gaule au second âge du Fer », Dans : GUILAINE Jean et GARCIA Dominique, *La Protohistoire de la France, Actes du XVIIIe Congrès UISPP tenu à Paris, 4-9 Juin 2017*, Hermann, Paris, 2018, p. 453-469.

Ouzoulias, 2006 :
OUZOULIAS Pierre, *L'économie agraire de la Gaule : aperçus historiographiques et perspectives archéologiques*. Thèse de doctorat en Archéologie, sous la direction de François Favory, Université de Franche-Comté, 2006, 250 p.

Ouzoulias et Van Ossel, 2009 :
OUZOULIAS Pierre et VAN OSSEL Paul, *Petites et grandes exploitations agricoles : le cas de la Plaine de France*, Fédération Aquitania, Bordeaux, supplément 17, 2009, 111-121 p.

Panato *et al.*, 2017 :
PANATO Anna, ANTONINI Elena, BORTOLOTTI Federica et NINFALI Paolino, « The histology of grain caryopses for nutrient location: a comparative study of six cereals », *International Journal of Food Science & Technology*, vol. 52, n°5, 2017, p. 1238-1245.

Parain, 1979 :
PARAIN Charles, *Outils, ethnies et développement historique*, Éditions Sociales, Paris, 1979, 502 p.

Pate, 1994 :
PATE Donald F, « Bone chemistry and paleodiet », *Journal of Archaeological Method and Theory*, vol. 1, n°2, 1994, p. 161-209.

Petit *et al.*, 2018 :
PETIT Christophe, BERNIGAUD Nicolas, BINOIS Annelise, CAMIZULI Estelle, FAJON Philippe, FECHNER Kai, GIOSA Alain, PARRONDO Bastien, ROSSIGNOL Benoît et SPIESSER Jérôme, « Conditions environnementales de l'exploitation des espaces ruraux en Gaule du Nord », Dans : REDDÉ Michel, *Gallia rvstica 2 : les campagnes du nord-est de la Gaule, de la fin de l'âge du Fer à l'Antiquité tardive*, Ausonius Éditions, Bordeaux, 2018, p. 31-82.

Pike et Richards, 2002 :
PIKE Alistair WG et RICHARDS Michael P, « Diagenetic Arsenic Uptake in Archaeological Bone. Can we Really Identify Copper Smelters? », *Journal of Archaeological Science*, vol. 29, n°6, 2002, p. 607-611.

Poirier, 2014 :
POIRIER Nicolas, « Indices archéologiques d'intensification agraire et dynamiques spatiales des terroirs », Dans : VIADER R. et RENDU C., *Cultures temporaires et féodalité. Les rotations culturales et l'appropriation du sol dans l'Europe médiévale et moderne*, vol. 34, Presses Universitaires du Mirail, 2014, p. 117-132.

Poirier et Nuninger, 2012 :
POIRIER Nicolas et NUNINGER Laure, « Techniques d'amendement agraire en témoins matériels. Pour une approche archéologique des espaces agraires anciens », *Histoire et sociétés rurales*, n°38, 2012, p. 11-50.

Poitevin *et al.*, 2017 :
POITEVIN Grégory, CARLIER Mathieu, HAMEL Aurélien, COUVIN Favrice, GARDÈRE Philippe, LIARD Morgane, MARTIN Sophie, VERDIN Pascal et VISSAC Carole, « La question des fumières antiques dans le secteur de la Loire moyenne : identification, caractérisation et interprétation des structures archéologiques », Dans : TRÉMENT Frédéric, *Produire, transformer et stocker dans les campagnes des Gaules romaines*, supplément 38, Fédération Aquitania, Bordeaux, 2017, p. 285-304.

Pradat, 2010 :
PRADAT Bénédicte, « L'économie agro-pastorale dans le Loiret à l'âge du Fer (du Hallstatt ancien à La Tène finale) : synthèse des données carpologiques ». *Revue archéologique du Centre de la France*. 2010.

Pradat, 2013 :
PRADAT Bénédicte, « Un premier bilan des données carpologiques à l'âge du Fer en Touraine », Dans : KRAUSZ Sophie, COLIN Anne, GRUEL Katherine, RALSTON Ian et DECHEZLEPRÊTRE Thierry, *L'Âge du fer en Europe. Mélanges offerts à O. Buchsenschutz*, mémoire 32, Ausonius Éditions, Bordeaux, 2013, p. 387-396.

QGIS Development Team, 2021 :
QGIS DEVELOPMENT TEAM, *QGIS Geographic Information System*, QGIS Association, 2021.

R Core Team, 2020 :
R CORE TEAM, *R: A Language and Environment for Statistical Computing*, R Foundation for Statistical Computing, Vienne, 2020.

Raepsaet, 2002 :
RAEPSAET Georges, *Attelages et techniques de transport dans le monde gréco-romain*, Laboratoire d'archéologie classique de l'Université libre de Bruxelles : Édition-diffusion, Livre Timperman, Bruxelles, 2002, 316 p.

Reddé, 2017 :
REDDÉ Michel, « Fermes et *villae* romaines en Gaule chevelue », *Annales Histoire, Sciences Sociales*, vol. 72, n°1, 2017, p. 45-74.

Reddé, 2018a :
REDDÉ Michel, « De La Tène finale à l'Empire, la dynamique d'occupation du sol », Dans : REDDÉ Michel, *Gallia rvstica 2 : les campagnes du nord-est de la Gaule, de la fin de l'âge du Fer à l'Antiquité tardive*, Ausonius Éditions, Bordeaux, 2018, p. 485-500.

Reddé, 2018b :
REDDÉ Michel, « Grands domaines et petites exploitations rurales. Ce que nous apprennent les textes latins », Dans : REDDÉ Michel, *Gallia rvstica 2 : les campagnes du nord-est de la Gaule, de la fin de l'âge du Fer à l'Antiquité tardive*, Ausonius Éditions, Bordeaux, 2018, p. 309-324.

Reddé, 2018c :
REDDÉ Michel, « Les conditions du développement économique. I. La démographie, la production, la fiscalité, la monnaie », Dans : REDDÉ Michel, *Gallia rvstica 2 : les campagnes du nord-est de la Gaule, de la fin de l'âge du Fer à l'Antiquité tardive*, Ausonius Éditions, Bordeaux, 2018, p. 501-518.

Reddé [éd.], 2018 :
REDDÉ Michel [éd.], *Gallia rvstica 2 : les campagnes du nord-est de la Gaule, de la fin de l'âge du Fer à l'Antiquité tardive*, Ausonius Éditions, Bordeaux, 2018, 717 p.

Reddé *et al.*, 2018 :
REDDÉ Michel, BERNIGAUD Nicolas, LEPETZ Sébastien et ZECH-MATTERNE Véronique, « Les conditions du développement économique. II. Les marchés », Dans : REDDÉ Michel, *Gallia rvstica 2 : les campagnes du nord-est de la Gaule, de la fin de l'âge du Fer à l'Antiquité tardive*, Ausonius Éditions, Bordeaux, 2018, p. 519-584.

Riga *et al.*, 1971 :
RIGA A, VAN PRAAG HJ et BRIGODE N, « Rapport isotopique naturel de l'azote dans quelques sols forestiers et agricoles de Belgique soumis à divers traitements culturaux », *Geoderma*, vol. 6, n°3, 1971, p. 213-222.

Ripley *et al.*, 2013 :
RIPLEY Brian, VENABLES Bill, BATES Douglas M, HORNIK Kurt, GEBHARDT Albrecht et FIRTH David, *Package "mass"*, 2013.

Rivera-Amado *et al.*, 2020 :
RIVERA-AMADO Carolina, MOLERO Gemma, TRUJILLO-NEGRELLOS Eliseo, REYNOLDS Matthew et FOULKES John, « Estimating Organ Contribution to Grain Filling and Potential for Source Upregulation in Wheat Cultivars with a Contrasting Source–Sink Balance », *Agronomy*, vol. 10, n°10, 2020, p. 1527.

Rouppert *et al.*, 2011 :
ROUPPERT Vanessa, DUFOUR Jean-Yves et FECHNER Kai, « An example of a fruitful discussion between a pedologist and an archaeologist. A 1st-4th century AD agricultural enclosure with a stable and a manure pit at 'Chapelle Saint-Nicolas' in Saint-Brice-sous-Forêt (Val-d'Oise, France) », Dans : FECHNER Kai, *Archaeology, soil- and life-sciences applied to enclosures and fields: proceedings of the session "From microprobe to spatial analysis -- Enclosed and buried surfaces as key sources in Archaeology and Pedology", European Association of Archaeologists 12th Annual Meeting, Krakow, Poland, 19th to 24th September 2006*, Archaeopress, Oxford, 2011, p. 133-142.

Rouppert, 2017 :
ROUPPERT Vanessa, « Identifier le logement des animaux de ferme à l'époque romaine : l'apport d'un référentiel architectural et agronomique », Dans : TRÉMENT Frédéric, *Produire, transformer et stocker dans les campagnes des Gaules romaines*, supplément 38, Fédération Aquitania, Bordeaux, 2017, p. 525-548.

Ruas, 2020 :
RUAS Marie-Pierre, « Prés, prairies, pâtures : éclairages archéobotaniques », Dans : BRUMONT Francis, *Prés et pâtures : En Europe occidentale*, Presses universitaires du Midi, Toulouse, 2020, p. 13-44.

Ruas et Zech-Matterne, 2012 :
RUAS Marie-Pierre et ZECH-MATTERNE Véronique, « Les avoines dans les productions agro-pastorales du Nord-Ouest de la France. Données carpologiques et indications textuelles », Dans : CARPENTIER Vincent et MARCIGNY Cyril, *Des hommes aux champs, pour une archéologie des espaces ruraux du Néolithique au Moyen Âge*, Presses Universitaires de Rennes, Rennes, 2012, p. 327-365.

Rybníček *et al.*, 2021 :
RYBNÍČEK Michal, KOLÁŘ Tomá, AČ Alexander, BALEK Jan, KOŇASOVÁ Eva, TRNKA Miroslav, URBAN Otmar et BÜNTGEN Ulf, « Non-pooled oak *(Quercus spp.)* stable isotopes reveal enhanced climate sensitivity compared to ring widths », *Climate Research*, vol. 83, 2021, p. 27-41.

Salač, 2013 :
SALAČ Vladimír, « De la vitesse des transports à l'âge du Fer », Dans : COLIN Anne et VERDIN Florence, *L'âge du fer en Aquitaine et sur ses marges : mobilité des hommes, diffusion des idées, circulation des biens dans l'espace européen à l'âge du fer. Actes du 35e colloque international de l'AFEAF, Bordeaux, 2-5 juin 2011*, Fédération Aquitania, Bordeaux, 2013, p. 489-512.

Salé, 2017 :
SALÉ Philippe, « Des établissements ruraux galloromains en Sologne : une économie basée sur l'élevage », Dans : TRÉMENT Frédéric, *Produire, transformer et stocker dans les campagnes des Gaules romaines*, supplément 38, Fédération Aquitania, Bordeaux, 2017, p. 595-609.

Schnitzler *et al.*, 2018 :
SCHNITZLER Annik, GRANADO José, PUTELAT Olivier, ARBOGAST Rose-Marie, DRUCKER Dorothée, EBERHARD Anna, SCHMUTZ Anja, KLAEFIGER Yuri, LANG Gérard, SALZBURGER Walter, SCHIBLER Joerg, SCHLUMBAUM Angela et BOCHERENS Hervé, « Genetic diversity, genetic structure and diet of ancient and contemporary red deer *(Cervus elaphus L.)* from north-eastern France », *PLOS ONE*, vol. 13, n°1, 2018, p. e0189278.

Schoeninger et DeNiro, 1984 :
SCHOENINGER Margaret J et DENIRO Michael J, "Nitrogen and carbon isotopic composition of bone collagen from marine and terrestrial animals", *Geochimica et Cosmochimica Acta*, vol. 48, n°4, 1984, p. 625-639.

Sebillotte, 1992 :
SEBILLOTTE Michel, « Pratiques agricoles et fertilité du milieu », *Économie rurale*, vol. 208, n°1, 1992, p. 117-124.

Sebillotte, 1993 :
SEBILLOTTE Michel, « L'agronome face à la notion de fertilité », *Natures Sciences Sociétés*, vol. 1, n°2, 1993, p. 128-141.

Selles *et al.*, 2011 :
SELLES F, KARAMANOS RE et BOWREN KE, « Changes in natural 15N abundance of soils associated with tillage practices ». *Canadian Journal of Soil Science*. 2011.

Shan *et al.*, 2022 :
SHAN LIU, YUE Gong, GUOWEN Zhang, XIN Wang, TAO Chen et LIANGLIANG HOU, « Grain in the Metropolis' Granary on the east end of the Silk Road: Carbon and nitrogen stable isotopic analysis of the charred millet *(Setaria italica)* in the Taiguan Granary site of Northern Wei Dynasty in Datong », *Quaternary Sciences*, vol. 42, n°1, 2022, p. 144-157.

Sigaut, 1992 :
SIGAUT François, « Rendements, semis et fertilité : signification analytique des rendements », Dans : ANDERSON Patricia C., *Préhistoire de l'agriculture : nouvelles approches expérimentales et éthnographiques*, CNRS Éditions, Paris, 1992, p. 395-403.

Sigaut, 2003 :
SIGAUT François, « La faux, un outil emblématique de l'agriculture européenne », Dans : COMET Georges, *L'outillage agricole médiéval et moderne et son histoire*, Presses universitaires du Midi, Toulouse, 2003, p. 281-295.

Sordello, 2012 :
SORDELLO Romain, *Synthèse bibliographique sur les traits de vie du Cerf élaphe (Cervus elaphus Linnaeus, 1758) relatifs à ses déplacements et à ses besoins de continuités écologiques*, Service du patrimoine naturel du Muséum national d'Histoire naturelle, Paris, 2012, 20 p.

Stern et Blanchard-Lemée [éd.], 1975 :
STERN Henri et BLANCHARD-LEMÉE Michèle [éd.], *Recueil général des mosaiques de la Gaule. 2 : 2, Province de Lyonnaise Partie sud-est*, CNRS Éditions, Paris, 1975, 244 p.

Storozum *et al.*, 2020 :
STOROZUM Michael J, QIN Zhen, WANG Yiming V et LIU Haiwang, « Buried soils as archives of paleo-pollution in the North China Plain », *Anthropocene*, vol. 31, 2020, p. 100251.

Stroud *et al.*, 2021 :
STROUD Elizabeth, BOGAARD Amy et CHARLES Michael, "A stable isotope and functional weed ecology investigation into Chalcolithic cultivation practices in Central Anatolia: Çatalhöyük, Çamlıbel Tarlası and Kuruçay", *Journal of Archaeological Science: Reports*, vol. 38, 2021, p. 103010.

Styring *et al.*, 2013 :
STYRING AK, MANNING H, FRASER RA, WALLACE M, JONES G, CHARLES M, HEATON THE, BOGAARD A et EVERSHED RP, "The effect of charring and burial on the biochemical composition of cereal grains: investigating the integrity of archaeological plant material", *Journal of Archaeological Science*, vol. 40, n°12, 2013, p. 4767-4779.

Styring *et al.*, 2016a :
STYRING Amy, MAIER Ursula, STEPHAN Elisabeth, SCHLICHTHERLE Helmut et BOGAARD Amy, "Cultivation of choice: new insights into farming practices at Neolithic lakeshore sites", *Antiquity*, vol. 90, n°349, 2016, p. 95-110.

Styring *et al.*, 2016b :
STYRING Amy K, ATER Mohammed, HMIMSA Younes, FRASER Rebecca, MILLER Holly, NEEF Reinder, PEARSON Jessica A et BOGAARD Amy, "Disentangling the effect of farming practice from aridity on crop stable isotope values: A present-day model from Morocco and its application to early farming sites in the eastern Mediterranean", *The Anthropocene Review*, vol. 3, n°1, 2016, p. 2-22.

Styring *et al.*, 2017a :
STYRING Amy K, CHARLES Michael, FANTONE Federica, HALD Mette Marie, MCMAHON Augusta, MEADOW Richard H, NICHOLLS Geoff K, PATEL Ajita K, PITRE Mindy C, SMITH Alexia, SOŁTYSIAK Arkadiusz, STEIN Gil, WEBER Jill A, WEISS Harvey et BOGAARD Amy, "Isotope evidence for agricultural extensification reveals how the world's first cities were fed", *Nature Plants*, vol. 3, n°6, 2017, p. 17076.

Styring *et al.*, 2017b :
STYRING Amy, RÖSCH Manfred, STEPHAN Elisabeth, STIKA Hans-Peter, FISCHER Elske, SILLMANN Marion et BOGAARD Amy, "Centralisation and long-term change in farming regimes: Comparing agricultural practices in Neolithic and Iron Age south-west Germany", *Proceedings of the Prehistoric Society*, vol. 83, 2017, p. 357-381.

Styring *et al.*, 2018a :
STYRING AK, EVANS JA, NITSCH EK, LEE-THORP JA et BOGAARD A, « Revisiting the potential of carbonized grain to preserve biogenic 87Sr/86Sr signatures within the burial environment », *Archaeometry*, vol. 61, n°1, 2018, p. 179-193.

Styring *et al.*, 2018b :
STYRING Amy K, KNIPPER Corina, MÜLLER-SCHEEßEL Nils, GRUPE Gisela et BOGAARD Amy, "The Proof is in the Pudding: Crop Isotope Analysis Provides Direct Insights into Agricultural Production and Consumption", *Environmental Archaeology*,2018, p. 1-12.

Sykut *et al.*, 2020 :
SYKUT Maciej, PAWEŁCZYK Sławomira, BOROWIK Tomasz, POKORNY Boštjan, FLAJŠMAN Katarina et NIEDZIAŁKOWSKA Magdalena, « Intraindividual and interpopulation variability in carbon and nitrogen stable isotope ratios of bone collagen in the modern red deer *(Cervus elaphus)* », *Journal of Archaeological Science : Reports*, vol. 34, 2020, p. 102669.

Szemethy *et al.*, 1998 :
SZEMETHY L, HELTAI M, MÁTRAI K et PETO Z, « Home ranges and habitat selection of red deer *(Cervus elaphus)* on a lowland area », *Gibier Faune Sauvage*, vol. 15, 1998, p. 607-616.

Szemethy *et al.*, 2003 :
SZEMETHY László, MÁTRAI Katalin, BÍRÓ Zsolt et KATONA Krisztián, « Seasonal home range shift of red deer in a forest-agriculture area in southern Hungary », *Acta Theriologica*, vol. 48, n°4, 2003, p. 547-556.

Szpak *et al.*, 2012 :
SZPAK Paul, MILLAIRE Jean-François, WHITE Christine D et LONGSTAFFE Fred J, « Influence of seabird guano and camelid dung fertilization on the nitrogen isotopic composition of field-grown maize *(Zea mays)* », *Journal of Archaeological Science*, vol. 39, n°12, 2012, p. 3721-3740.

Szpak *et al.*, 2013 :
SZPAK Paul, WHITE Christine D, LONGSTAFFE Fred J, MILLAIRE Jean-François et SÁNCHEZ Víctor F Vásquez, « Carbon and Nitrogen Isotopic Survey of Northern Peruvian Plants: Baselines for Paleodietary and Paleoecological Studies », *PLOS ONE*, vol. 8, n°1, 2013, p. e53763.

Szpak, 2014 :
SZPAK Paul, « Complexities of nitrogen isotope biogeochemistry in plant-soil systems: implications for the study of ancient agricultural and animal management practices », *Frontiers in Plant Science*, vol. 5, 2014, p. 19.

Szpak et Chiou, 2019 :
SZPAK Paul et CHIOU Katherine L, « A comparison of nitrogen isotope compositions of charred and desiccated botanical remains from northern Peru ». *Vegetation History and Archaeobotany*. 2019.

Thornton *et al.*, 2015 :
THORNTON B, MARTIN G, PROCEE M, MILLER DR, COULL M, YAO H, CHAPMAN SJ, HUDSON G et MIDWOOD AJ, « Distributions of carbon and nitrogen isotopes in Scotland's topsoil: a national-scale study », *European Journal of Soil Science*, vol. 66, n°6, 2015, p. 1002-1011.

Tieszen, 1991 :
TIESZEN Larry L, « Natural variations in the carbon isotope values of plants: Implications for archaeology, ecology, and paleoecology », *Journal of Archaeological Science*, vol. 18, n°3, 1991, p. 227-248.

Tosi *et al.*, 2009 :
TOSI Paola, PARKER Mary, GRITSCH Cristina S, CARZANIGA Raffaella, MARTIN Barry et SHEWRY Peter R, « Trafficking of storage proteins in developing grain of wheat », *Journal of Experimental Botany*, vol. 60, n°3, 2009, p. 979-991.

Toulemonde, 2013 :
TOULEMONDE Françoise, *Économie végétale et pratiques agricoles au Bronze final et au premier âge du Fer, de la côte de l'Ile-de-France à la côte de Champagne*. Thèse de doctorat en Archéologie et Environnement, sous la direction de Stéphanie Thiébault, Université Paris 1 Panthéon-Sorbone, 2013, 590 p.

Toulemonde *et al.*, 2017a :
TOULEMONDE Françoise, ZECH-MATTERNE Véronique et BANDELLI Alessio, « Diversité des productions végétales et animales dans les campagnes champenoises et leur capitale de cité : études archéobotaniques et archéozoologiques récentes à et autour de Reims/Durocortorum », Dans : LEPETZ Sébastien et ZECH-MATTERNE Véronique, *Productions agro-pastorales, pratiques culturales et élevage dans le nord de la Gaule du deuxième siècle avant J.-C. à la fin de la période, Actes de la table ronde internationale des 8 et 9 mars 2016 à l'Institut national d'histoire de l'art (Paris)*, Édition M. Mergoil, Quint-Fonsegrives, 2017, p. 91-102.

Toulemonde *et al.*, 2017b :
TOULEMONDE Françoise, ZECH-MATTERNE Véronique, WIETHOLD Julian, BRUN Cécile, MALRAIN François, RIQUIER Vincent et DURAND Frédérique, « Reconstitution des pratiques agricoles du Ier millénaire a.C. en France orientale, d'après le croisement des données carpologiques et archéologiques », Dans : MARION Stéphane, DEFFRESSIGNE-TIKONOFF Sylvie, KAURIN Jenny et BATAILLE Gérard, *Production et proto-industrialisation aux âges du Fer. Perspectives sociales et environnementales, Actes du 39e colloque international de l'Association Française pour l'Étude de l'Âge du Fer (Nancy 14-17 mai 2015)*, vol. 47, Ausonius Éditions, Bordeaux, 2017, p. 29-50.

Treasure *et al.*, 2016 :
TREASURE Edward R, CHURCH Mike J et GRÖCKE Darren R, "The influence of manuring on stable isotopes ($\delta^{13}C$ and $\delta^{15}N$) in Celtic bean *(Vicia faba L.)*: archaeobotanical and palaeodietary implications", *Archaeological and Anthropological Sciences*, vol. 8, n°3, 2016, p. 555-562.

Treasure *et al.*, 2019 :
TREASURE Edward R, GRÖCKE Darren R, CASELDINE Astrid E et CHURCH Mike J, "Neolithic Farming and Wild Plant Exploitation in Western Britain: Archaeobotanical and Crop Stable Isotope Evidence from Wales (c. 4000–2200 cal BC)", *Proceedings of the Prehistoric Society*, vol. 85, 2019, p. 193-222.

Trément [éd.], 2017 :
TRÉMENT Frédéric [éd.], *Produire, transformer et stocker dans les campagnes des Gaules romaines. Problèmes d'interprétation fonctionnelle et économique des bâtiments d'exploitation et des structures de production agro-pastorale*, Fédération Aquitania, Bordeaux, supplément 38, 2017, 824 p.

Urban *et al.*, 2021 :
URBAN Otmar, AČ Alexander, KOLÁŘ Tomáš, RYBNÍČEK Michal, PERNICOVÁ Natálie, KOŇASOVÁ Eva, TRNKA Mirek et BÜNTGEN Ulf, « The dendroclimatic value of oak stable isotopes », *Dendrochronologia*, vol. 65, 2021, p. 125804.

Vaganov *et al.*, 2009 :
VAGANOV Eugene A, SCHULZE Ernst-Detlef, SKOMARKOVA Marina V, KNOHL Alexander, BRAND Willi A et ROSCHER Christiane, « Intra-annual variability of anatomical structure and $\delta^{13}C$ values within tree rings of spruce and pine in alpine, temperate and boreal Europe », *Oecologia*, vol. 161, n°4, 2009, p. 729-745.

Vaiglova *et al.*, 2014a :
VAIGLOVA Petra, BOGAARD Amy, COLLINS Matthew, CAVANAGH William, MEE Christopher, RENARD Josette, LAMB Angela, GARDEISEN Armelle et FRASER Rebecca, « An integrated stable isotope study of plants and animals from Kouphovouno, southern Greece: a new look at Neolithic farming », *Journal of Archaeological Science*, vol. 42, 2014, p. 201-215.

Vaiglova *et al.*, 2014b :
VAIGLOVA Petra, SNOECK Christophe, NITSCH Erika, BOGAARD Amy et LEE-THORP Julia, « Impact of contamination and pre-treatment on stable carbon and nitrogen isotopic composition of charred plant remains », *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, vol. 28, n°23, 2014, p. 2497-2510.

Van Andringa, 2015 :
VAN ANDRINGA William, « Le cens, l'autel et la ville chef-lieu : Auguste et l'urbanisation des Trois Gaules », *Gallia Archéologie des Gaules*, vol. 72, n°1, 2015, p. 19-33.

Van Bommel *et al.*, 2021 :
VAN BOMMEL Danielle, BRUINS Hendrik J, LAZAROVITCH Naftali et VAN DER PLICHT Johannes, « Effect of dung, ash and runoff water on wheat and barley grain sizes and stable isotope ratios: Experimental studies in ancient desert agriculture (Negev, Israel) », *Journal of Archaeological Science : Reports*, vol. 39, 2021, p. 103172.

Van den Bosche *et al.*, 2009 :
VAN DEN BOSCHE Benjamin, CARPENTIER Vincent et MARCIGNY Cyril, « Évolution des formes de l'exploitation agricole dans la campagne normande (2500-30 avant J.-C.). L'exemple des fouilles préventives de la périphérie sud de Caen », *Revue archéologique de l'Ouest*, n°26, 2009, p. 57-83.

Van Klinken, 1999 :
VAN KLINKEN GJ, « Bone Collagen Quality Indicators for Palaeodietary and Radiocarbon Measurements », *Journal of Archaeological Science*, vol. 26, n°6, 1999, p. 687-695.

Van Ossel, 2014 :
VAN OSSEL Paul, « Des jardins à tout faire. Les espaces de jardin dans les parcelles du quartier Saint-Honoré de Paris aux XVe et XVIe siècles », Dans : GUIMIER-SORBETS Anne-Marie et VAN OSSEL Paul, *Archéologie des jardins : analyse des espaces et méthodes d'approche*, Édition M. Mergoil, Montagnac, 2014, p. 71-80.

Vanderklift et Ponsard, 2003 :
VANDERKLIFT Mathew A et PONSARD Sergine, « Sources of variation in consumer-diet $\delta^{15}N$ enrichment: a meta-analysis », *Oecologia*, vol. 136, n°2, 2003, p. 169-182.

Varalli *et al.*, 2021 :
VARALLI Alessandra, DESIDERI Jocelyne, DAVID-ELBIALI Mireille, GOUDE Gwenaëlle, HONEGGER Matthieu et BESSE Marie, « Bronze Age innovations and impact on human diet: A multi-isotopic and multi-proxy study of western Switzerland », *PLOS ONE*, vol. 16, n°1, 2021, p. 0245726.

Von Well et Fossey, 1998 :
VON WELL E et FOSSEY A, « A comparative investigation of seed germination, metabolism and seedling growth between two polyploid *Triticum* species », *Euphytica*, vol. 101, n°1, 1998, p. 83-89.

Wallace *et al.*, 2013 :
WALLACE M, JONES G, CHARLES M, FRASER R, HALSTEAD P, HEATON THE et BOGAARD A, "Stable carbon isotope analysis as a direct means of inferring crop water status and water management practices", *World Archaeology*, vol. 45, n°3, 2013, p. 388-409.

Wang *et al.*, 2018 :
WANG Xin, FULLER Benjamin T, ZHANG Pengcheng, HU Songmei, HU Yaowu et SHANG Xue, « Millet manuring as a driving force for the Late Neolithic agricultural expansion of north China », *Scientific Reports*, vol. 8, n°1, 2018, p. 5552.

Wang et Schjoerring, 2012 :
WANG L et SCHJOERRING JK, « Seasonal variation in nitrogen pools and $^{15}N/^{13}C$ natural abundances in different tissues of grassland plants », *Biogeosciences*, vol. 9, n°5, 2012, p. 1583-1595.

Wickham, 2016 :
WICKHAM Hadley, *ggplot2: Elegant Graphics for Data Analysis*, 2nd ed. 2016, Springer International Publishing : Imprint: Springer, Cham, 2016, 1 p.

Wilkinson, 1982 :
WILKINSON TJ, "The Definition of Ancient Manured Zones by Means of Extensive Sherd-Sampling Techniques", *Journal of Field Archaeology*, vol. 9, n°3, 1982, p. 323-333.

Williams *et al.*, 2007 :
WILLIAMS Paul N, VILLADA Antia, DEACON Claire, RAAB Andrea, FIGUEROLA Jordi, GREEN Andrew J, FELDMANN Jörg et MEHARG Andrew A, "Greatly enhanced arsenic shoot assimilation in rice leads to elevated grain levels compared to wheat and barley", *Environmental Science & Technology*, vol. 41, n°19, 2007, p. 6854-6859.

Wu *et al.*, 2013 :
WU Bei, ANDERSCH Franka, WESCHKE Winfriede, WEBER Hans et BECKER J Sabine, « Diverse accumulation and distribution of nutrient elements in developing wheat grain studied by laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry imaging† », *Metallomics*, vol. 5, n°9, 2013, p. 1276-1284.

Zannier, 2007 :
ZANNIER Marie-Pierre, *Paysages du grand domaine et normes agronomiques de Caton à Pline l'Ancien : représentations de l'espace et "bonne mesure"*. Thèse de doctorat en Histoire, sous la direction de Rita Compatangelo-Soussignan, Université du Maine, 2007, 1029 p.

Zech-Matterne *et al.*, 2009 :
ZECH-MATTERNE Véronique, BOUBY Laurent, BOUCHETTE Anne, CABANIS Manon, DERREUMAUX Marie, DURAND Frédérique, MARINVAL Philippe, PRADAT Bénédicte, DIETSCH-SELLAMI Marie-France et WIETHOLD Julian, « L'agriculture du VIe au Ier siècle avant J.-C. en France : état des recherches carpologiques sur les établissements ruraux », Dans : BERTRAND Isabelle, DUVAL Alain et GOMEZ DE SOTO José, *Habitats et paysages ruraux en Gaule et regards sur d'autres régions du monde celtique : actes du XXXIe colloque international de l'Association Française pour l'Etude de l'Âge du fer*, 2009, p. 383-416.

Zech-Matterne, 2010 :
ZECH-MATTERNE Véronique, « Le développement de la fructiculture en Gaule du Nord, à l'époque romaine », Dans : OUZOULIAS Pierre et TRANOY Laurence, *Comment les Gaules devinrent romaines*, La Découverte, 2010, p. 255-266.

Zech-Matterne, 2011 :
ZECH-MATTERNE Véronique, « Rejet domestique ou dépôt intentionnel ? Interprétations des récoltes carbonisées découvertes en contexte de stockage laténien, dans le nord de la Gaule », Dans : WIETHOLD Julian, *Carpologia : Articles réunis à la mémoire de Karen Lundström-Baudais. Actes des rencontres d'archéobotanique organisées par Bibracte, Centre archéologique européen et le Centre de Recherches Archéologiques de la Vallée de l'Oise, 9-12 juin 2005, Glux-en-Glenne*, Bibracte, Glux-en-Glenne, 2011, p. 63-74.

Zech-Matterne *et al.*, 2013 :
ZECH-MATTERNE Véronique, AUXIETTE Ginette et MALRAIN François, « Essai d'approche des systèmes agricoles laténiens en France septentrionale. Données carpologiques, archéozoologiques et archéologiques », Dans : KRAUSZ Sophie, COLIN Anne, GRUEL Katherine, RALSTON Ian et DECHEZLEPRÊTRE Thierry, *L'Âge du fer en Europe, Mélanges offerts à Olivier Buchsenschutz*, mémoire 32, Ausonius Éditions, Bordeaux, 2013, p. 397-404.

Zech-Matterne *et al.*, 2014a :
ZECH-MATTERNE Véronique, BALASSE Marie et LEPETZ Sébastien, « RurLand Atelier n°3 (15 mai 2014) Améliorer et maintenir la fertilité des espaces cultivés », 2014 : https://rurland.hypotheses.org/53, consulté le 02/04/2022.

Zech-Matterne *et al.*, 2014b :
ZECH-MATTERNE Véronique, WIETHOLD Julian et PRADAT Bénédicte, « 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 », Dans : DERU Xavier et GONZÁLEZ VILLAESCUSA Ricardo, *Consommer dans les campagnes de la Gaule romaine, Actes du Xe Congrès de l'Association AGER*, vol. Hors-série, 21, Revue du Nord, Lille, 2014, p. 23-49.

Zech-Matterne *et al.*, 2017a :
ZECH-MATTERNE Véronique, BONNAIRE Emmanuelle, DAOULAS Geneviève, DERREUMAUX Marie, DURAND Frédérique, ROUSSELET Oriane, SCHAAL Caroline, TOULEMONDE Françoise et WIETHOLD Julian, « Diversité et évolution des productions céréalières et fruitières dans le quart nord-est de la France, d'après les données carpologiques (IIe s. av. J.-C. - Ve s. ap. J.-C.) », Dans : LEPETZ Sébastien et ZECH-MATTERNE Véronique, *Productions agro-pastorales, pratiques culturales et élevage dans le nord de la Gaule du deuxième siècle avant J.-C. à la fin de la période, Actes de la table ronde internationale des 8 et 9 mars 2016 à l'Institut national d'histoire de l'art (Paris)*, Édition M. Mergoil, Quint-Fonsegrives, 2017, p. 43-62.

Zech-Matterne *et al.*, 2017b :
ZECH-MATTERNE Véronique, BRUN Cécile, TOULEMONDE Françoise et WIETHOLD Julian, « Essai d'approche du mode d'exploitation des terres et des pratiques agricoles dans le nord-est de la France, à partir de l'évolution des flores adventices (IIe s. av. J.-C. - Ve s. ap. J.-C.) », Dans : LEPETZ Sébastien et ZECH-MATTERNE Véronique, *Productions agro-pastorales, pratiques culturales et élevage dans le nord de la Gaule du deuxième siècle avant J.-C. à la fin de la période romaine, Actes de la table ronde internationale des 8 et 9 mars 2016 à l'Institut national d'histoire de l'art (Paris)*, Édition M. Mergoil, Quint-Fonsegrives, 2017, p. 63-74.

Zech-Matterne *et al.*, 2020 :
ZECH-MATTERNE Véronique, MALRAIN François, BOSSARD Stanislas, LORHO Thierry, DERREUMAUX Marie, NEVEU Elsa et TOULEMONDE Françoise, « Crop productions, forms and sustainability of the Iron Age farmsteads in northern France: differences and convergences », *Beiträge zur Ur- und Frühgeschichte Mitteleuropas*, vol. 93, 2020, p. 9-22.

Zech-Matterne et Brun, 2016 :
ZECH-MATTERNE Véronique et BRUN Cécile, « Vers une agriculture extensive ? Etude diachronique des productions végétales et des flores adventices associées, au cours de la période laténienne, en France septentrionale », Dans : BLANCQUAERT Geertrui et MALRAIN François, *Évolution des sociétés gauloises du second âge du fer, entre mutations internes et influences externes, Actes du 38e colloque international de l'AFEAF, Amiens, 29 mai - 1er juin 2014*, Revue Archéologique de Picardie, Amiens, 2016, p. 623-638.

Zhao *et al.*, 2010 :
ZHAO Fang-Jie, STROUD Jacqueline L, EAGLING Tristan, DUNHAM Sarah J, MCGRATH Steve P et SHEWRY Peter R, « Accumulation, Distribution, and Speciation of Arsenic in Wheat Grain », *Environmental Science & Technology*, vol. 44, n°14, 2010, p. 5464-5468.

Zimmermann, 1999 :
ZIMMERMANN Wolf Haio, « Why was cattle-stalling introduced in prehistory? The significance of byre and stable and of outwintering », Dans : FABECH Charlotte et RINGTVED Jytte, *Settlement and landscape: proceedings of a conference in Århus, Denmark, May 4-7 1998*, Jutland Archaeological Society, Moesgård, Højbjerg, Danemark, 1999, p. 301-318.

ANNEXES

ANNEXE 1 : RÉSULTATS DES STANDARDS DES ANALYSES IRMS

Tab. annexe 1-1 Résumé des analyses des standards pour l'étude des échantillons de céréales archéologiques.

	Nombre de runs : 10	**$\delta^{15}N$ (‰) Alanine**	**$\delta^{13}C$ (‰) Alanine**	**C (%) Alanine**	**N (%) Feuille de pêcher**
	Nombre d'échantillons total	78	80	80	59
	Nombre d'échantillons par run	7-9	7-9	7-9	3-7
Exactitude	Valeur théorique	0.60	-22.17	40.44	2.97
	Valeur moyenne	**0.73**	**-21.85**	**40.65**	**2.87**
	Écart-type (tous les échantillons)	0.10	0.11	0.45	0.07
Précision	Écart-type moyen par run	0.10	0.09	0.34	0.04
	Écart-type minimum	**0.07**	**0.03**	**0.15**	**0.01**
	Écart-type maximum	**0.17**	**0.16**	**0.57**	**0.13**

Tab. annexe 1-2 Résumé des analyses des standards pour l'étude des échantillons de collagène osseux.

	Nombre de runs : 2	$\delta^{15}N$ (‰) Alanine	$\delta^{13}C$ (‰) Alanine	N (%) Alanine	C (%) Alanine
	Nombre d'échantillons total	19	19	19	19
	Nombre d'échantillons par run	9-10	9-10	9-10	9-10
Exactitude	Valeur théorique	0.60	-22.17	15.72	40.44
	Valeur moyenne	**0.60**	**-21.63**	**15.75**	**40.51**
	Écart-type (tous les échantillons)	0.16	0.12	0.17	0.34
Précision	Écart-type moyen par run	0.14	0.10	0.09	0.33
	Écart-type minimum	**0.13**	**0.09**	**0.06**	**0.30**
	Écart-type maximum	**0.16**	**0.12**	**0.13**	**0.37**

Tab. annexe 1-3 Résumé des analyses des standards pour l'étude des échantillons d'épeautre de Coriobona.

	Nombre de runs : 1	$\delta^{15}N$ (‰) Alanine	$\delta^{13}C$ (‰) Alanine	C (%) Alanine	N (%) Feuille de pêcher
	Nombre d'échantillons	9	9	9	4
Exactitude	Valeur théorique	0.60	-22.17	40.44	2.97
	Valeur moyenne	**0.72**	**-21.70**	**40.41**	**2.83**
Précision	**Écart-type**	**0.13**	**0.12**	**0.37**	**0.05**

Tab. annexe 1-4 Résumé des analyses des standards pour l'étude des échantillons d'orge vêtue d'Écosse.

	Nombre de runs : 1	**$\delta^{15}N$ (‰) Alanine**	**$\delta^{13}C$ (‰) Alanine**	**N (%) Alanine**	**C (%) Alanine**
	Nombre d'échantillons	7	8	6	6
Exactitude	Valeur théorique	0.60	-22.17	15.72	40.44
	Valeur moyenne	**0.71**	**-21.65**	**15.57**	**40.11**
Précision	**Écart-type**	**0.11**	**0.15**	**0.14**	**0.22**

ANNEXE 2 : RÉSULTATS PAR SITES (FIGURES)

2.1. Massif armoricain

2.1.1. Inzinzac-Lochrist, « Kermat III » (Morbihan)

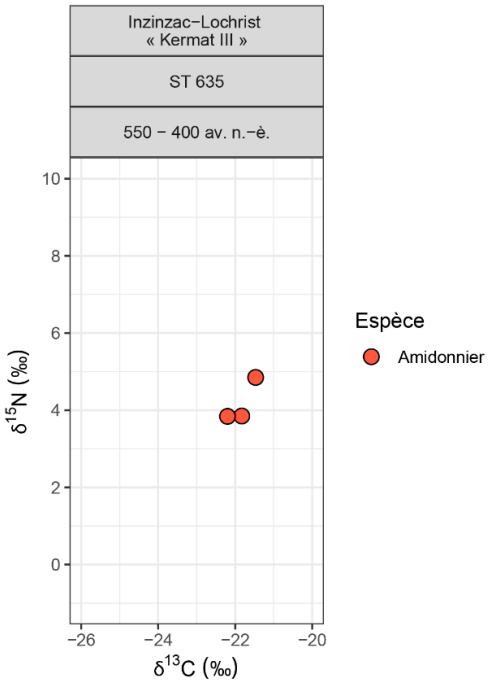

Fig. annexe 2-1 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier du silo 635 d'Inzinzac-Lochrist, « Kermat III ».

2.1.2. La Mézière, « Lignes de la Gonzée » (Ille-et-Vilaine)

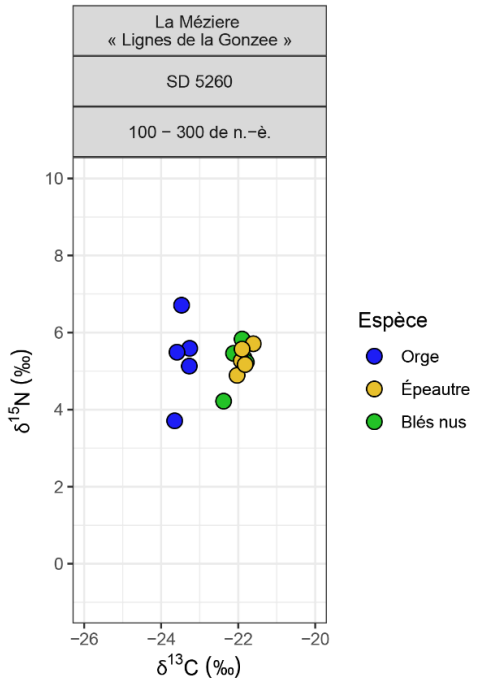

Fig. annexe 2-2 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge, de blés nus et d'épeautre du sondage 5260 de La Mézière, « Lignes de la Gonzée ».

2.1.3. Moulay, « Oppidum du Mesnil » (Mayenne)

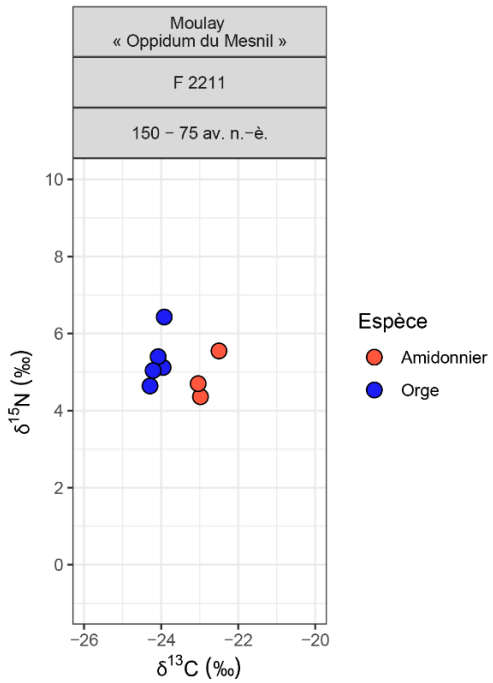

Fig. annexe 2-3 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge de la structure F 2211 de Moulay, « Oppidum du Mesnil ».

2.1.4. Plérin, « Centre Hélio-Marin » (Côtes-d'Armor)

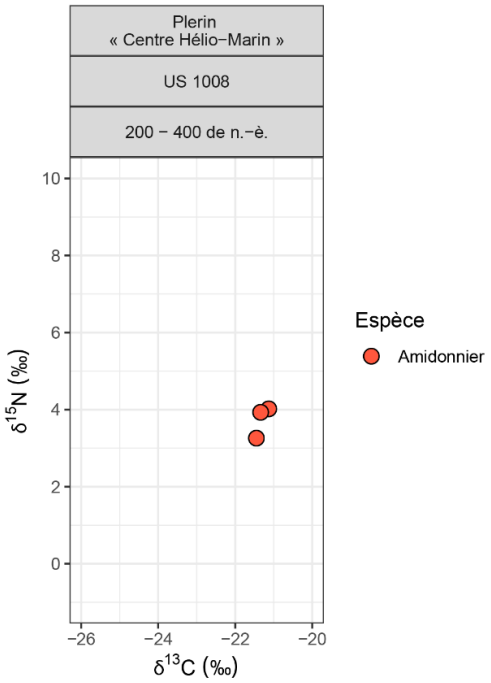

Fig. annexe 2-4 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de l'US 1008 de Plérin, « Centre Hélio-Marin ».

2.1.5. Rennes, « Beauregard-Quincé » (Ille-et-Vilaine)

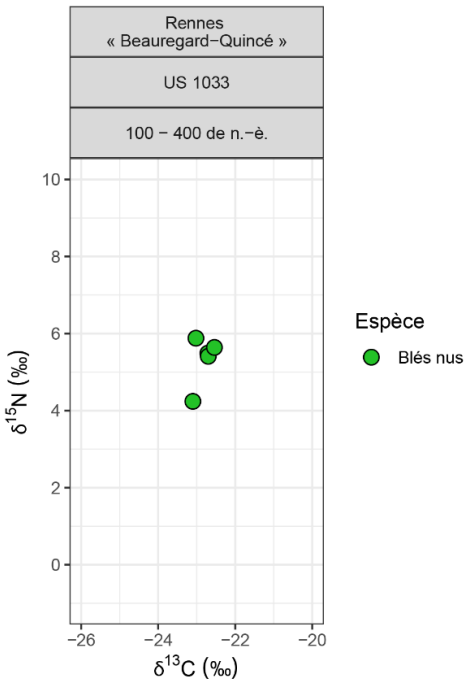

Fig. annexe 2-5 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus STRUCTURE de Rennes, « Beauregard-Quincé ».

2.2. Plaine de Caen

2.2.1. Bretteville-l'Orgueilleuse (Calvados)

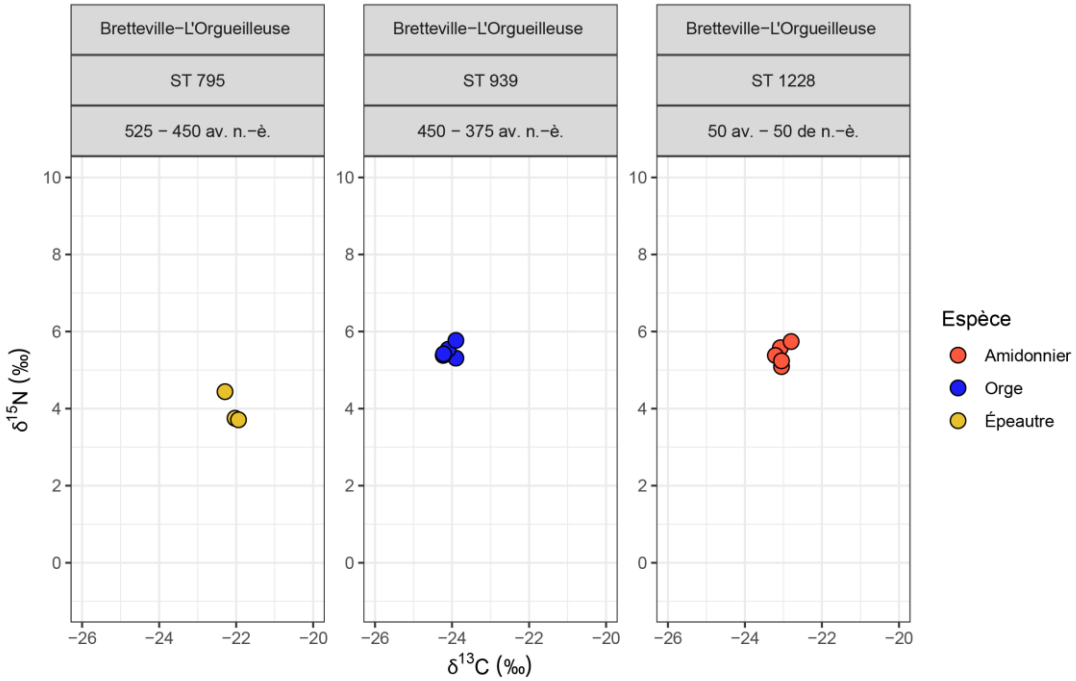

Fig. annexe 2-6 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre du silo 795, d'orge du silo 939 et d'amidonnier du silo 1228 de Bretteville-l'Orgueilleuse.

2.2.2. Clinchamps-Sur-Orne, « Liaison D. 562A à D. 41 » (Calvados)

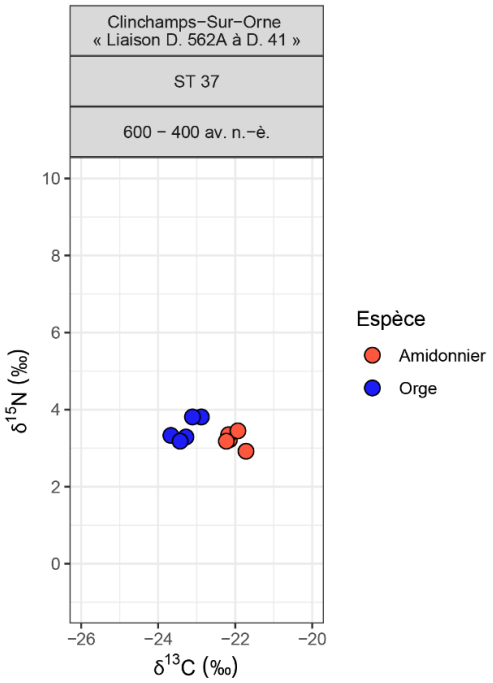

Fig. annexe 2-7 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge du silo 37 de Clinchamps-Sur-Orne, « Liaison D. 562A à D. 41 ».

2.2.3. Hérouvillette, « Déviation RD 513 (Rond-point Hérouvillette-Rainville) » (Calvados)

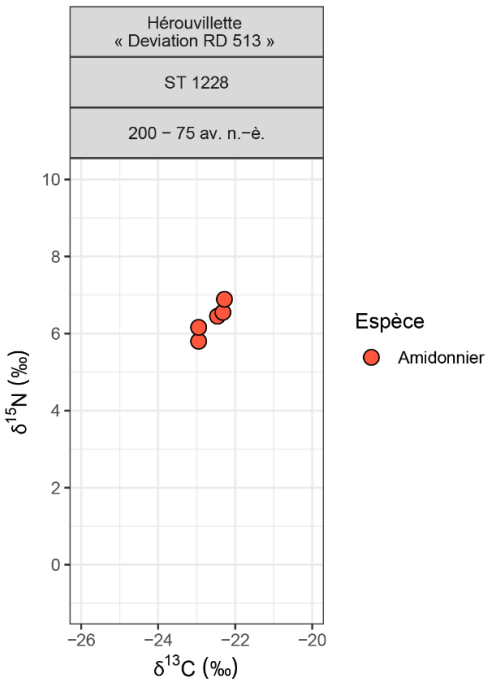

Fig. annexe 2-8 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la cave ST 1228 de Hérouvillette, « Déviation RD 513 ».

2.2.4. Mondeville, « L'étoile I » (Calvados)

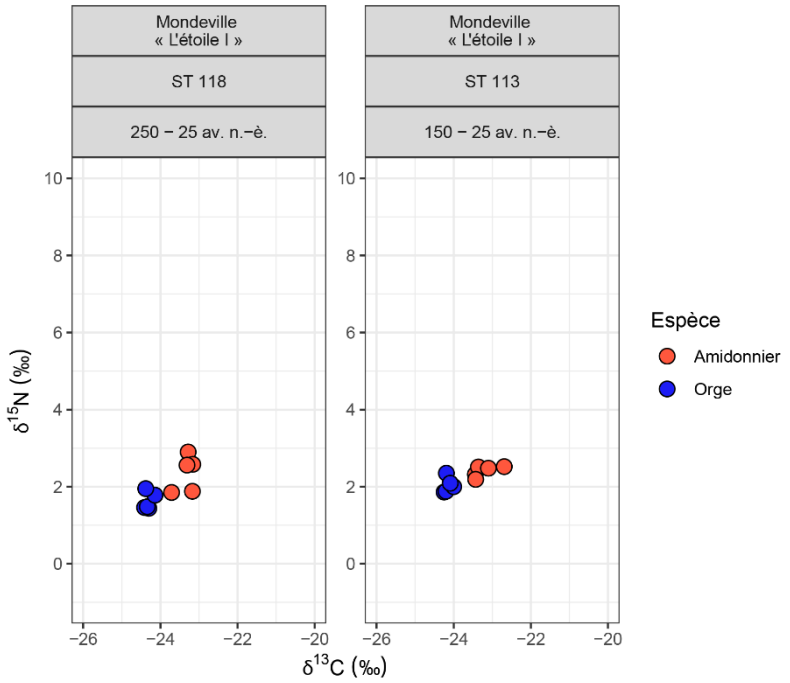

Fig. annexe 2-9 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge des silo 118 et 113 de Mondeville, « L'étoile I ».

2.2.5. Mondeville, « L'étoile II, Site III » (Calvados)

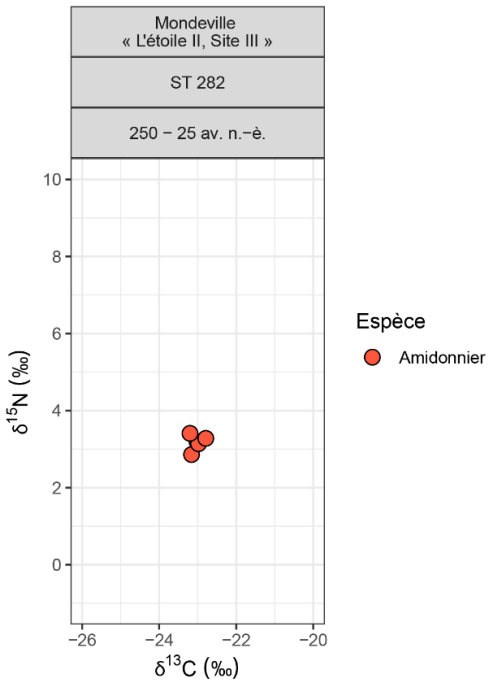

Fig. annexe 2-10 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier du silo 282 de Mondeville, « L'étoile II, Site III ».

2.2.6. Mosles, « La Pièce du Pressoir » (Calvados)

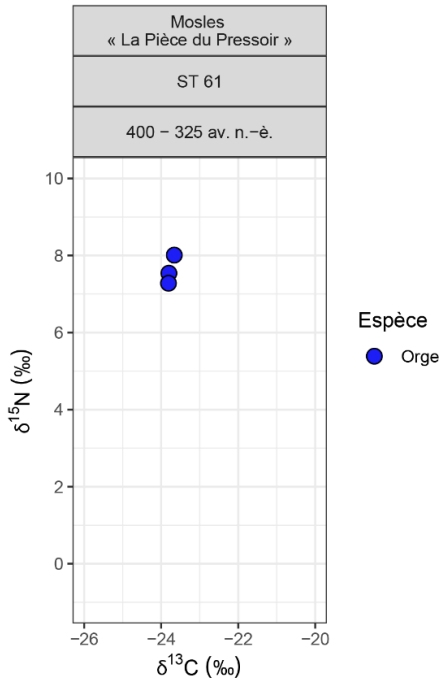

Fig. annexe 2-11 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de la structure ST 61 de Mosles, « La Pièce du Pressoir ».

2.2.7. Saint-Martin-De-Fontenay, « Le Grand Barberie » (Calvados)

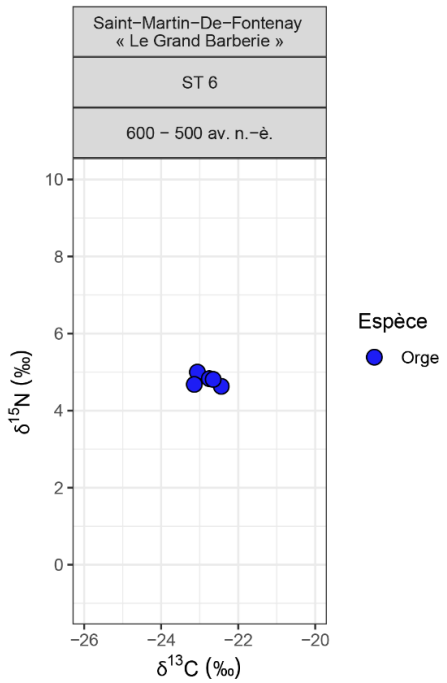

Fig. annexe 2-12 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge du fossé ST 6 de Saint-Martin-De-Fontenay, « Le Grand Barberie ».

2.3. Normandie

2.3.1. Isneauville, « La Plaine de la Ronce » (Seine-Maritime)

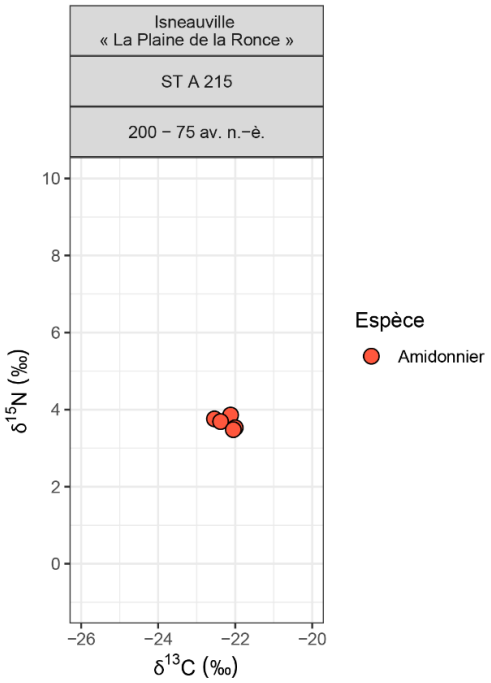

Fig. annexe 2-13 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge du fossé ST 6 de Saint-Martin-De-Fontenay, « Le Grand Barberie ».

2.3.2. Saint-Désir/Saint-Pierre-Des-Ifs, « Le Castelier » (Calvados)

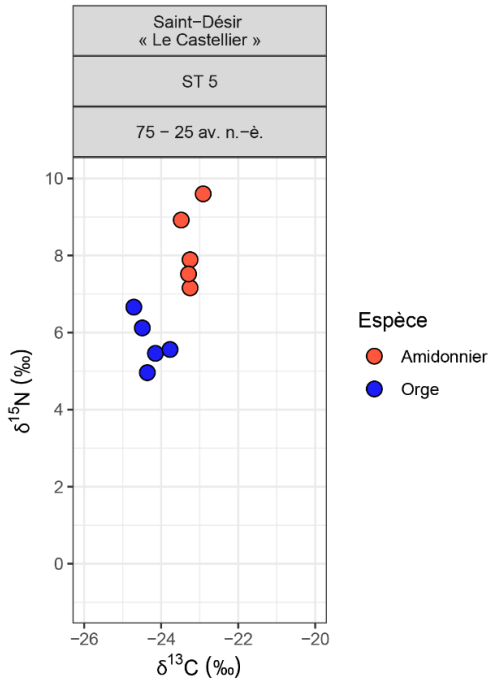

Fig. annexe 2-14 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge du fossé ST 5 de Saint-Désir, « Le Castelier ».

2.3.3. Sées, « Rues des Ardrillers » (Orne)

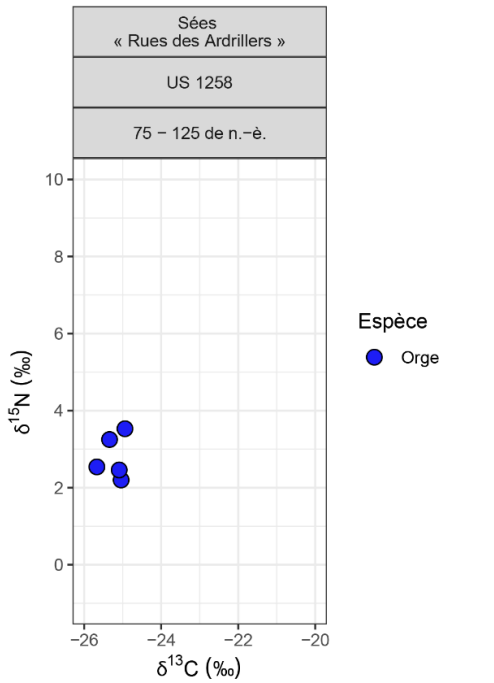

Fig. annexe 2-15 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge du four US 1258 de Sées, « Rues des Ardrillers ».

2.4. Beauce

2.4.1. Morigny-Champigny, « Saint-Phallier » (Essonne)

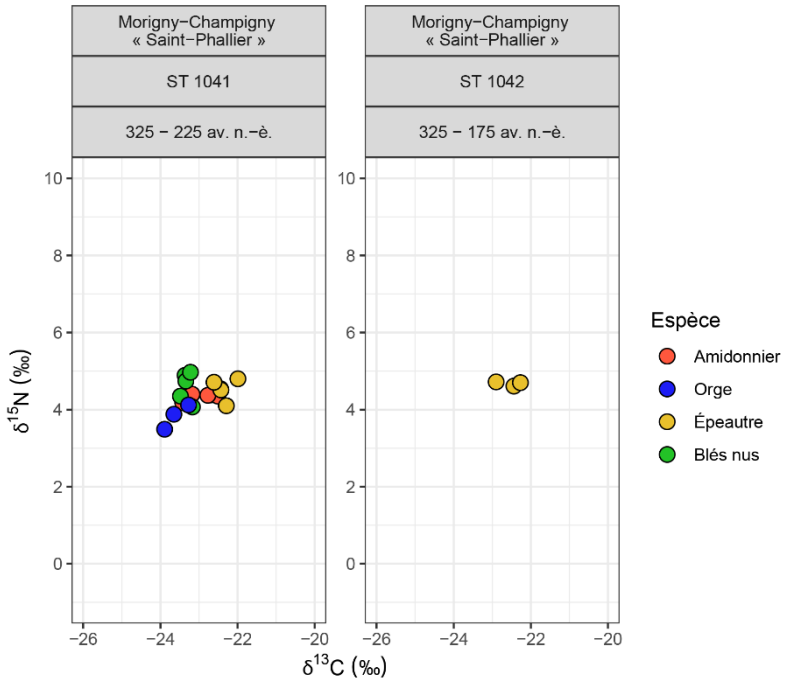

Fig. annexe 2-16 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier, de blés nus, d'épeautre er d'orge des structures ST 1041 et ST 1042 de Morigny-Champigny, « Saint-Phallier ».

2.4.2. Poupry, « Vers Artenay 1 » (Eure-et-Loir)

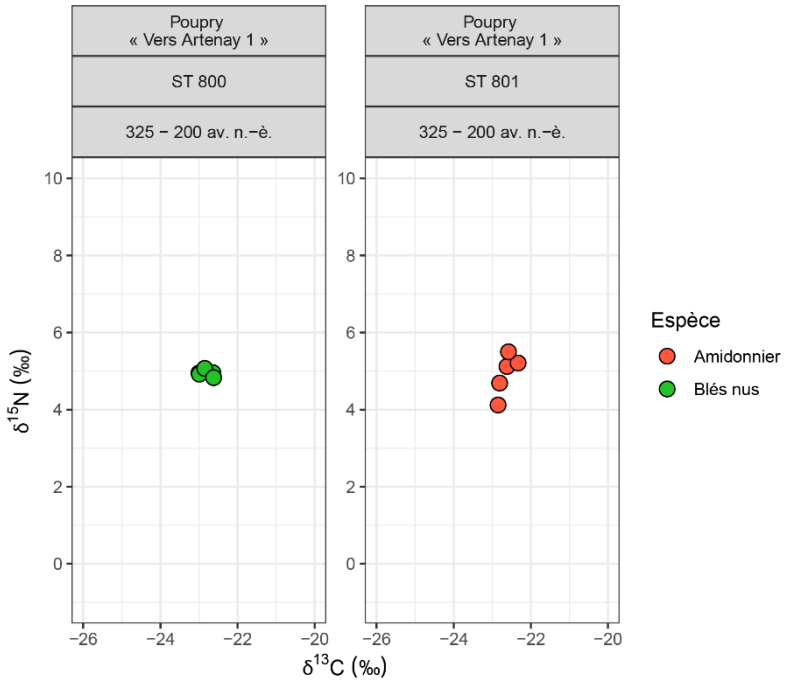

Fig. annexe 2-17 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et de blés nus des silos 800 et 801 de Poupry, « Vers Artenay 1 ».

2.4.3. Prasville, « Les Grandes Canettes » (Eure-et-Loir)

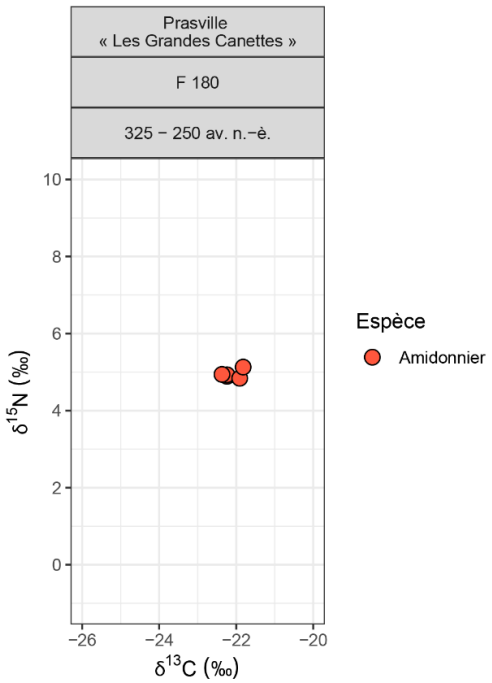

Fig. annexe 2-18 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier du silo F180 de Prasville, « Les Grandes Canettes ».

2.4.4. Prasville, « Vers Chesnay » (Eure-et-Loir)

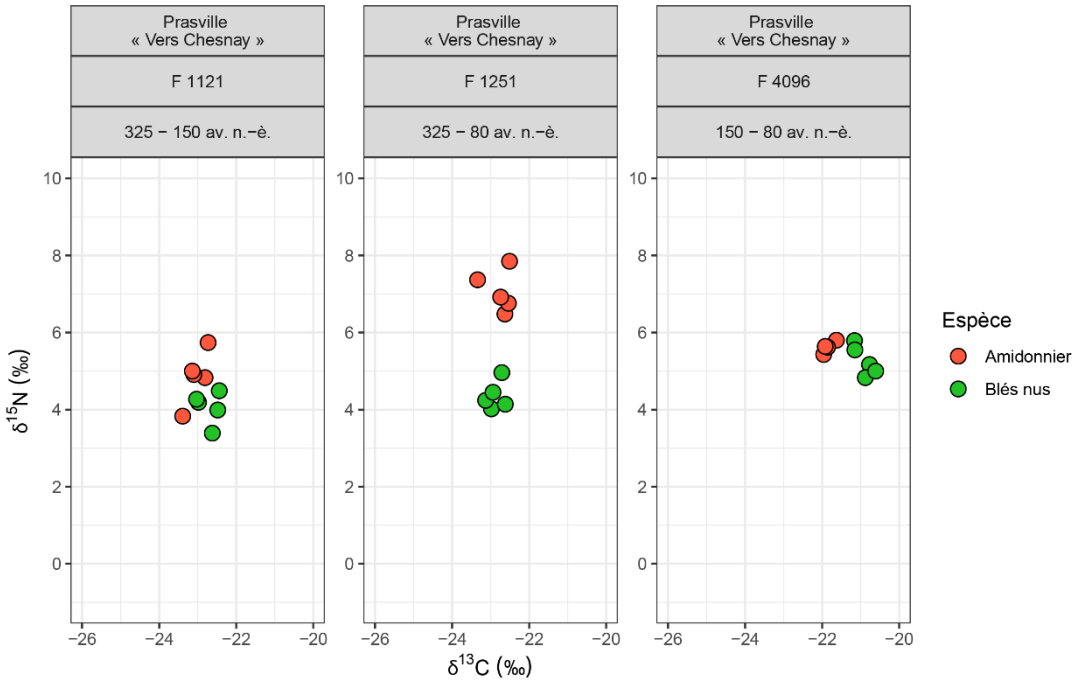

Fig. annexe 2-19 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et de blés nus des silo F1121, F1251 et F4096 de Prasville, « Vers Chesnay ».

2.4.5. Ymonville, « Les Hyèbles » (Eure-et-Loir)

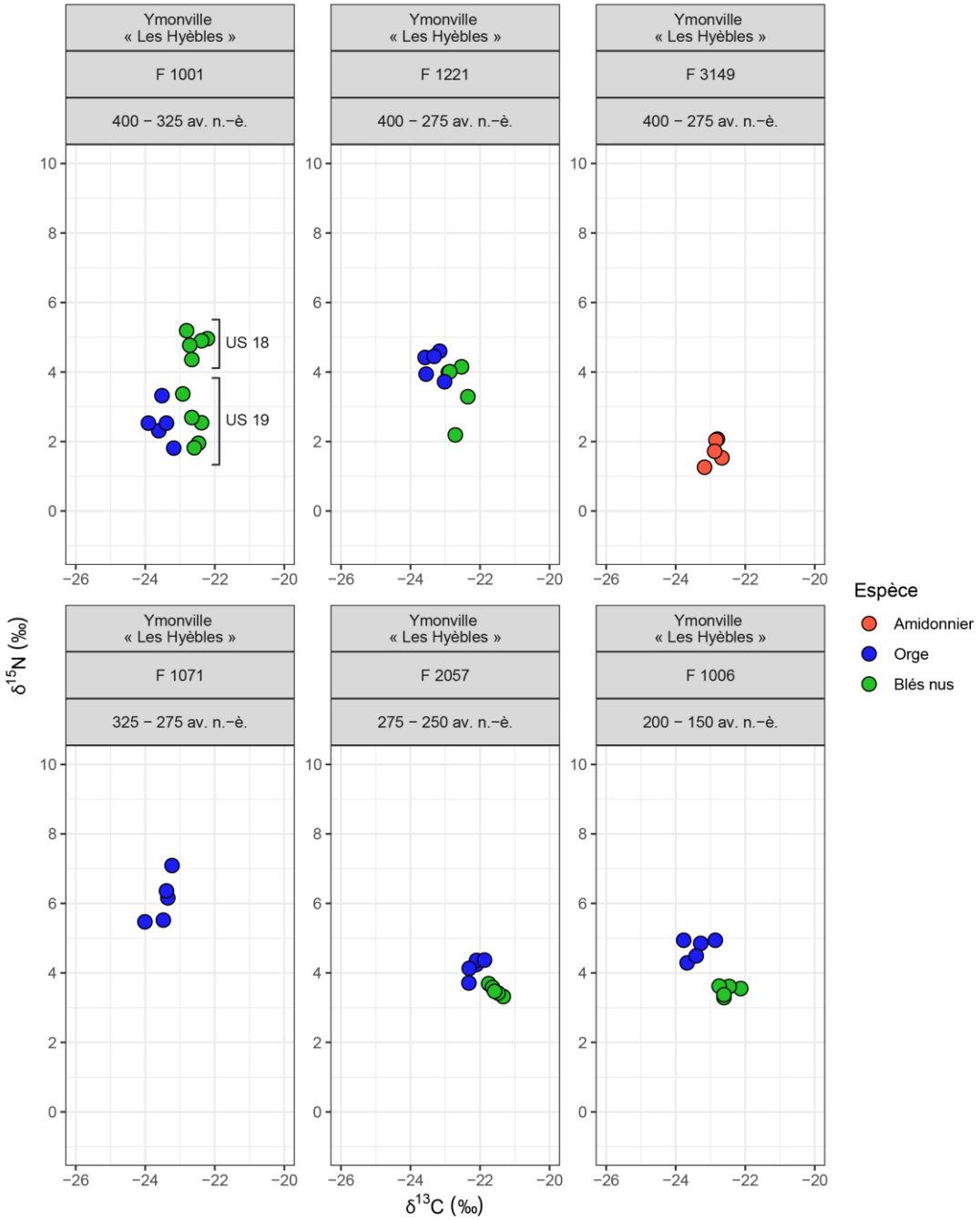

Fig. annexe 2-20 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier, de blés nus et d'orge des silo F1001, F1006 et F1071, F1221, F2057 et F3149 de Ymonville, « Les Hyèbles ».

2.5. Bassin parisien

2.5.1. Bailly, « Liaison A86/A12 : Le Merisier ouest, Le Crapaud » (Yvelines)

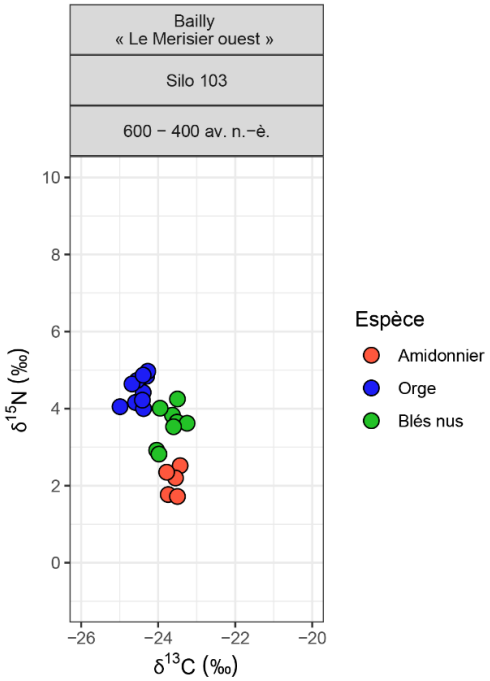

Fig. annexe 2-21 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier, de blés nus et d'orge du silo 103 de Bailly, « Le Merisier ouest ».

2.5.2. Barcy, « Marais de Narcy » (Seine-et-Marne)

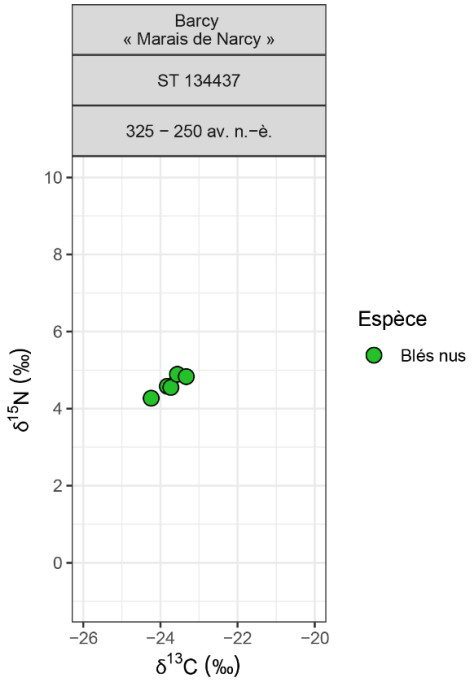

Fig. annexe 2-22 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure ST 134437 de Barcy, « Marais de Narcy ».

2.5.3. Bonneuil-En-France, « La Fontaine Plamond » (Val-d'Oise)

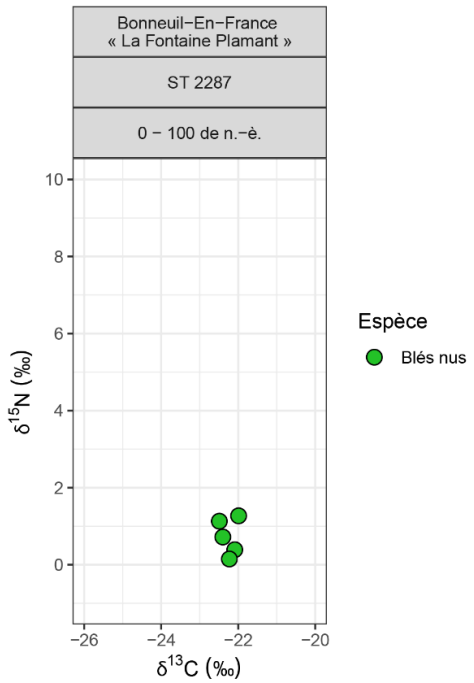

Fig. annexe 2-23 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure ST 2287 de Bonneuil-En-France, « La Fontaine Plamond ».

2.5.4. Chambly, « La Marnière » (Oise)

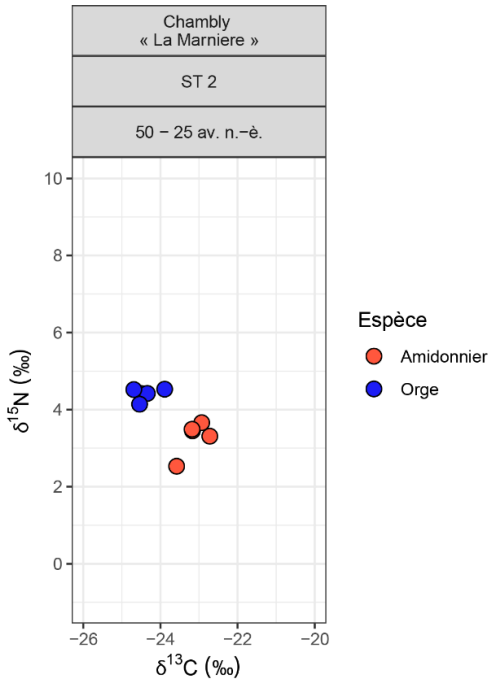

Fig. annexe 2-24 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge de la fosse ST 2 de Chambly, « La Marnière ».

2.5.5. Chambry, « ZAC Griffon » (Aisne)

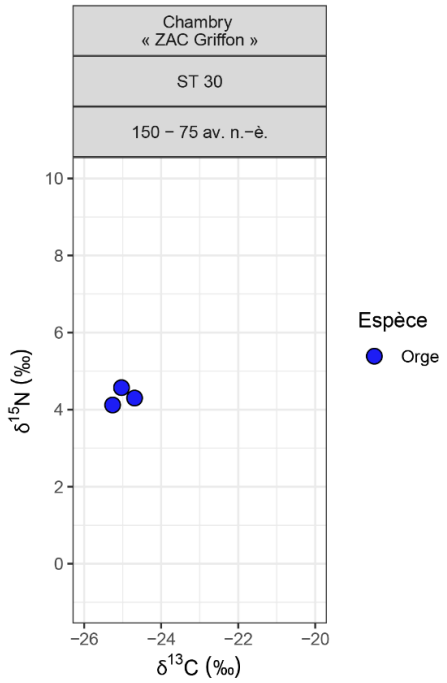

Fig. annexe 2-25 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge du silo ST 30 de Chambry, « ZAC Griffon ».

2.5.6. Ciry-Salsogne, « Le Bruy » (Aisne)

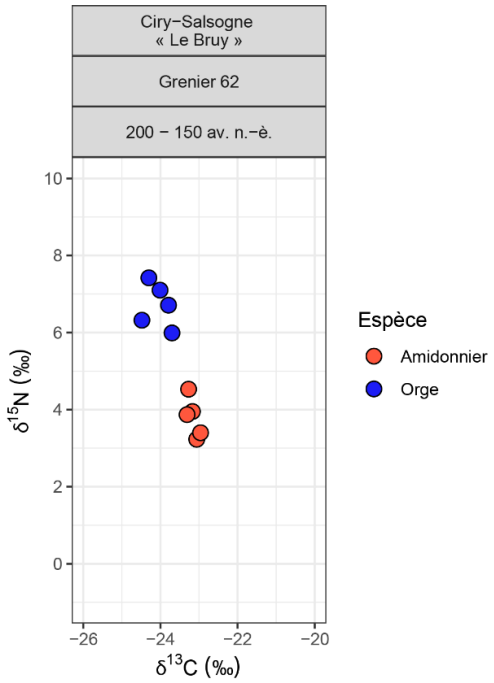

Fig. annexe 2-26 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge du grenier 62 de Ciry-Salsogne, « Le Bruy ».

2.5.7. Compiègne, « Le Fond Pernant » (Oise)

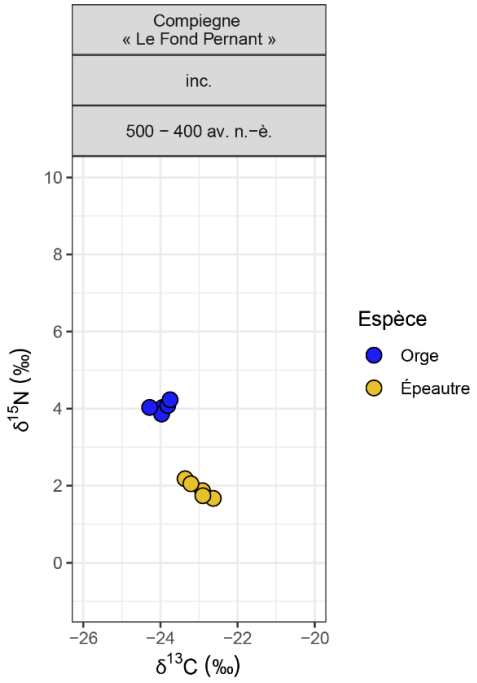

Fig. annexe 2-27 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre et d'orge de Compiègne, « Le Fond Pernant ».

2.5.8. Épiais-Lès-Louvres, « La Grande Fosse » (Val-d'Oise)

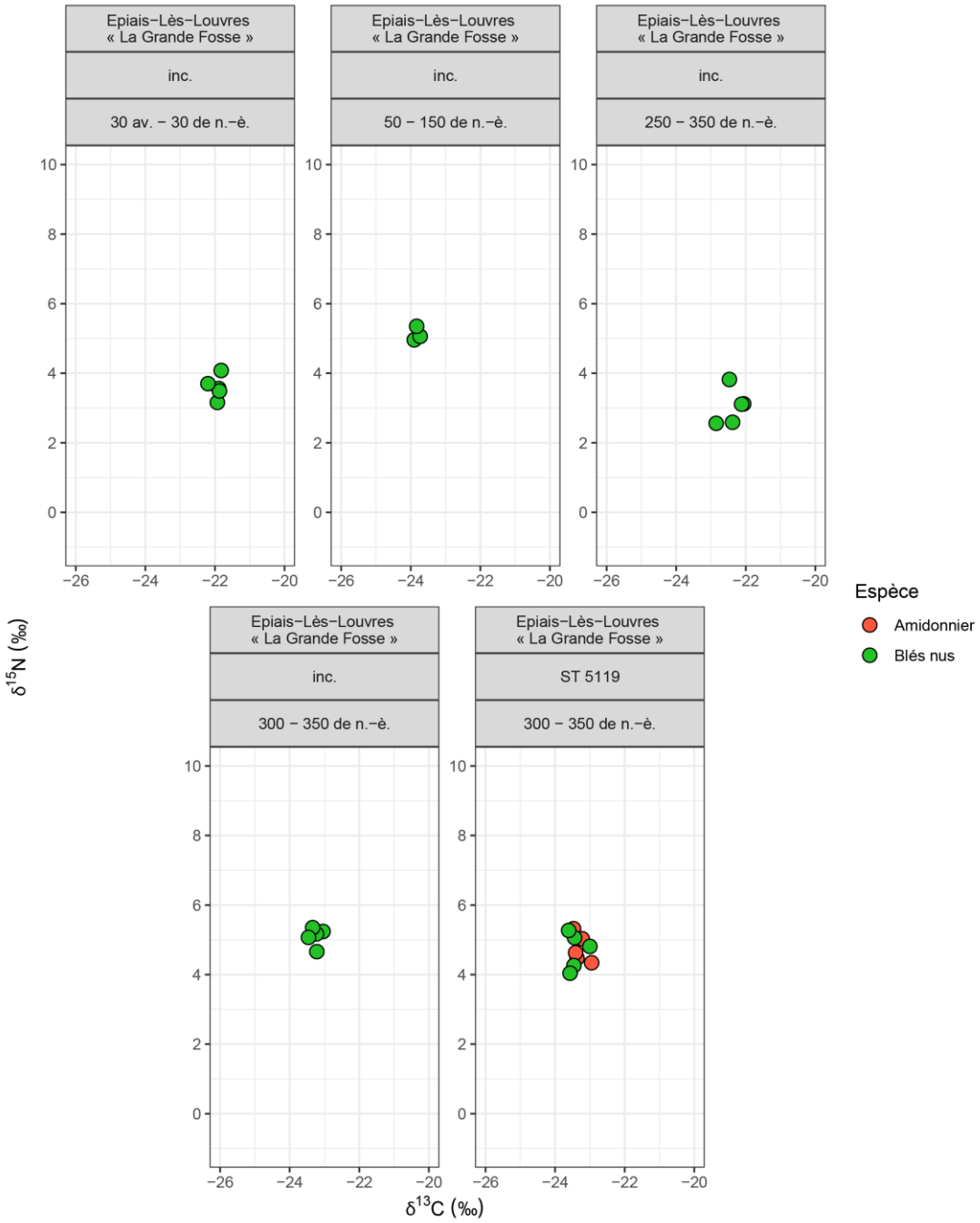

Fig. annexe 2-28 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et de blés nus de Épiais-Lès-Louvres, « La Grande Fosse ».

2.5.9. Gonesse, « ZAC des Tulipes Nord » (Val-d'Oise)

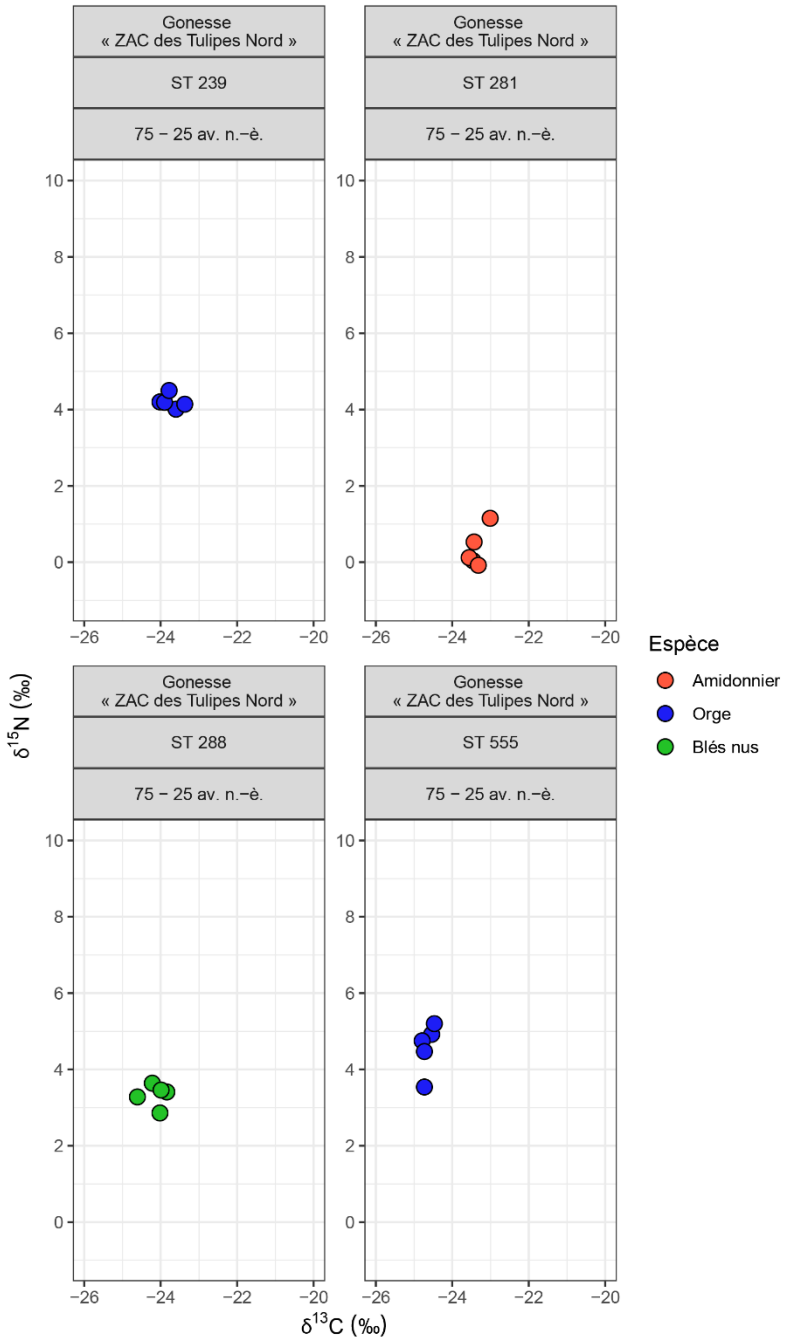

Fig. annexe 2-29 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier, de blés nus et d'orge de Gonesse, « ZAC des Tulipes Nord ».

2.5.10. Houdan, « Les Brosses » (Yvelines)

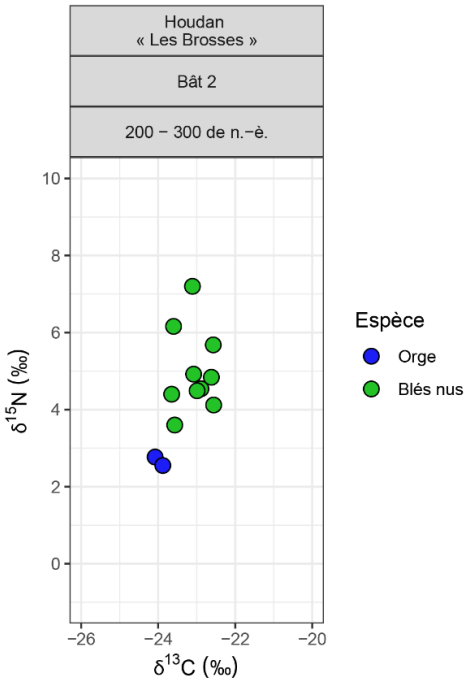

Fig. annexe 2-30 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus et d'orge du bâtiment 2 de Houdan, « Les Brosses ».

2.5.11. Jouars-Pontchartrain, « Ferme d'Ithe » (Yvelines)

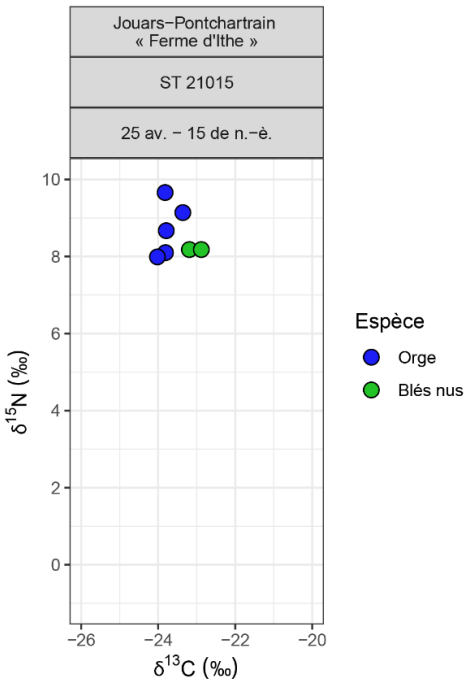

Fig. annexe 2-31 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus et d'orge de la structure ST 21015 de Jouars-Pontchartrain, « Ferme d'Ithe ».

2.5.12. Limé, « Les Fussis » (Aisne)

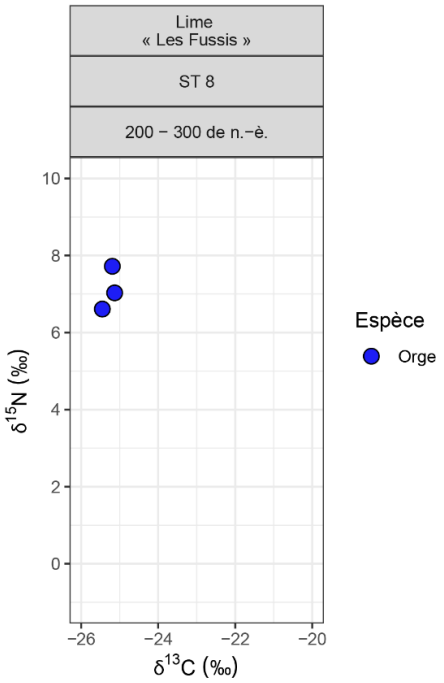

Fig. annexe 2-32 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus et d'orge de la structure ST 8 de Limé, « Les Fussis ».

2.5.13. Louvres, « Le Vieux Moulin » (Val-d'Oise)

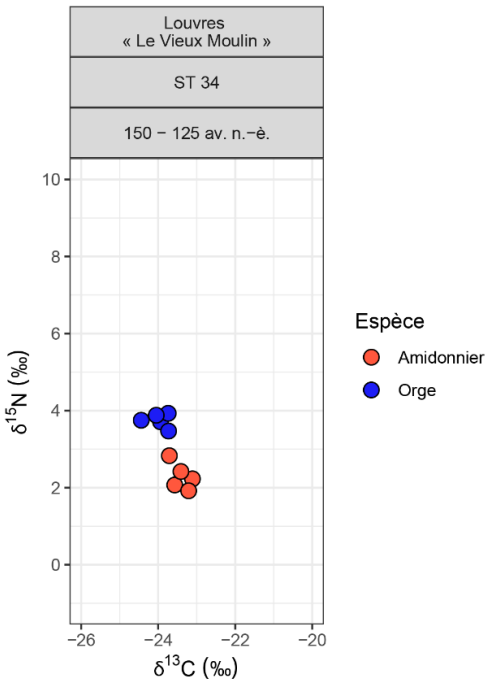

Fig. annexe 2-33 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus et d'orge de la structure ST 34 de Louvres, « Le Vieux Moulin ».

2.5.14. Mareuil-Lès-Meaux, « Rocade sud-ouest de Meaux » (Seine-Et-Marne)

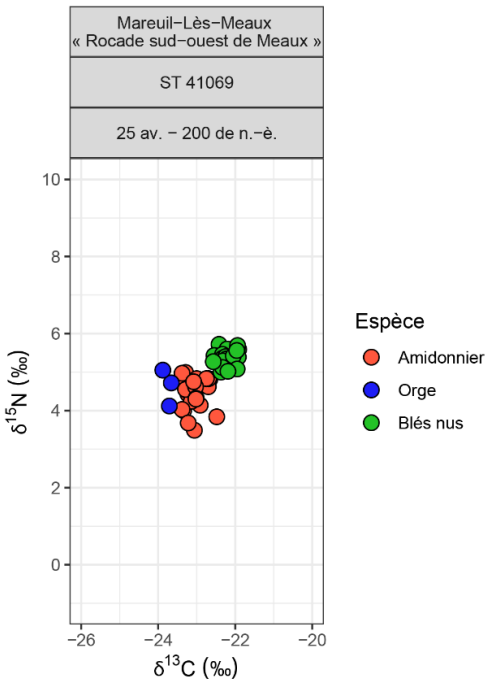

Fig. annexe 2-34 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier, de blés nus et d'orge de Mareuil-Lès-Meaux, « Rocade sud-ouest de Meaux ».

2.5.15. Meaux, « Rue St Faron » (Seine-Et-Marne)

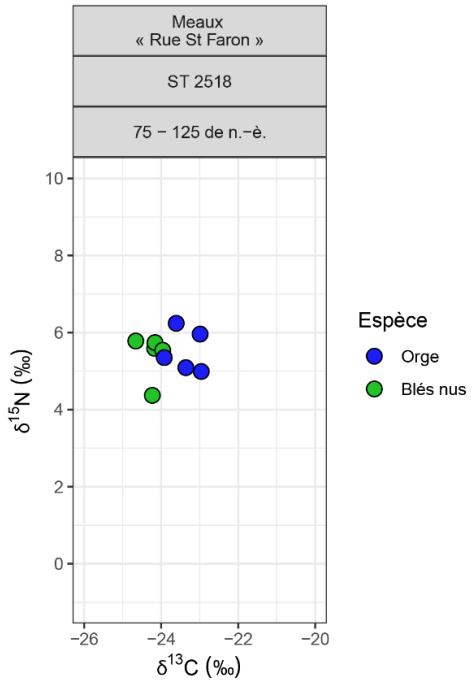

Fig. annexe 2-35 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus et d'orge de la structure ST 2518 de Meaux, « Rue St Faron ».

2.5.16. Mitry-Mory, « La Villette aux Aulnes Est » (Seine-Et-Marne)

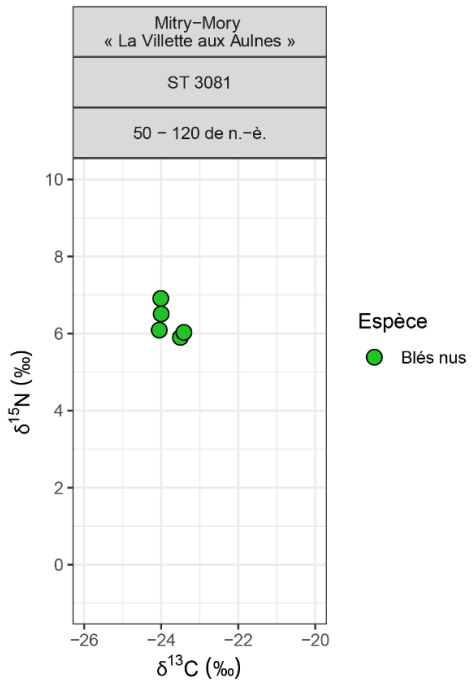

Fig. annexe 2-36 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure ST 3081 Mitry-Mory, « La Villette aux Aulnes Est ».

2.5.17. Palaiseau, « Les Trois Mares » (Essonne)

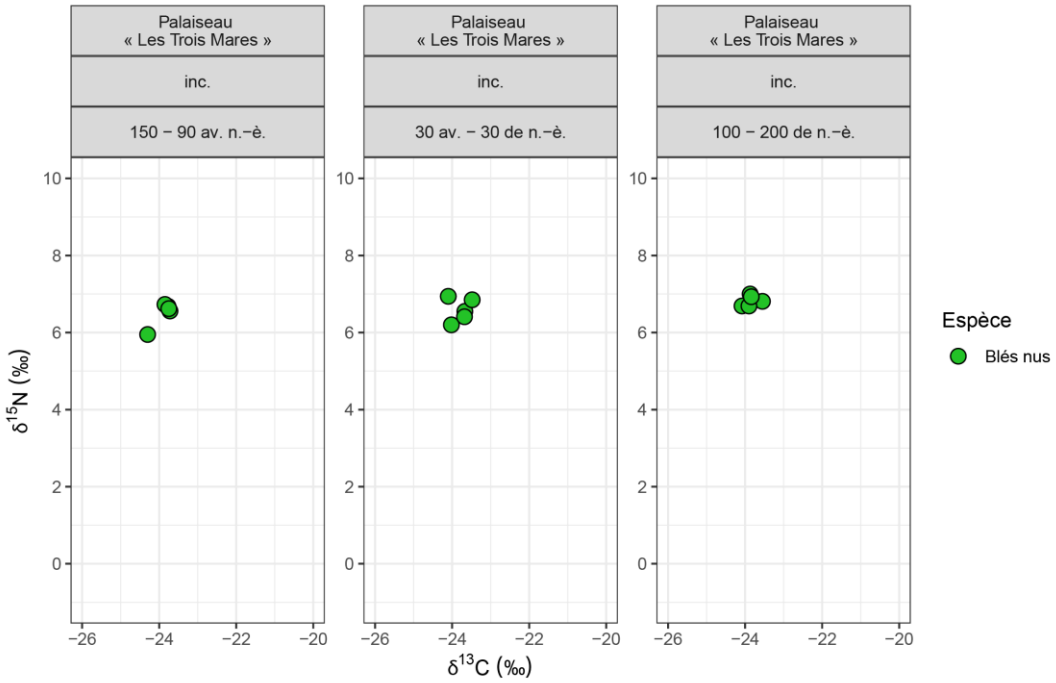

Fig. annexe 2-37 Composition isotopique des blés nus de Palaiseau, « Les Trois Mares ».

2.5.18. Paris, « Sorbonne » (Paris)

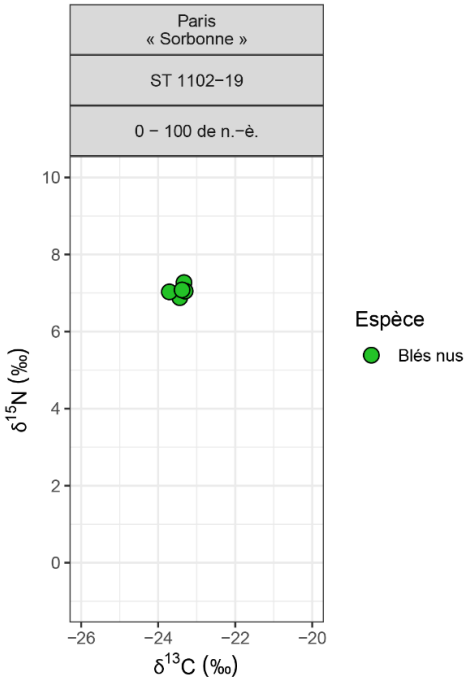

Fig. annexe 2-38 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure ST 1102-19 de Paris, « Sorbonne ».

2.5.19. Roissy-En-France, « Le Dessus de la Rayonnette » (Val-d'Oise)

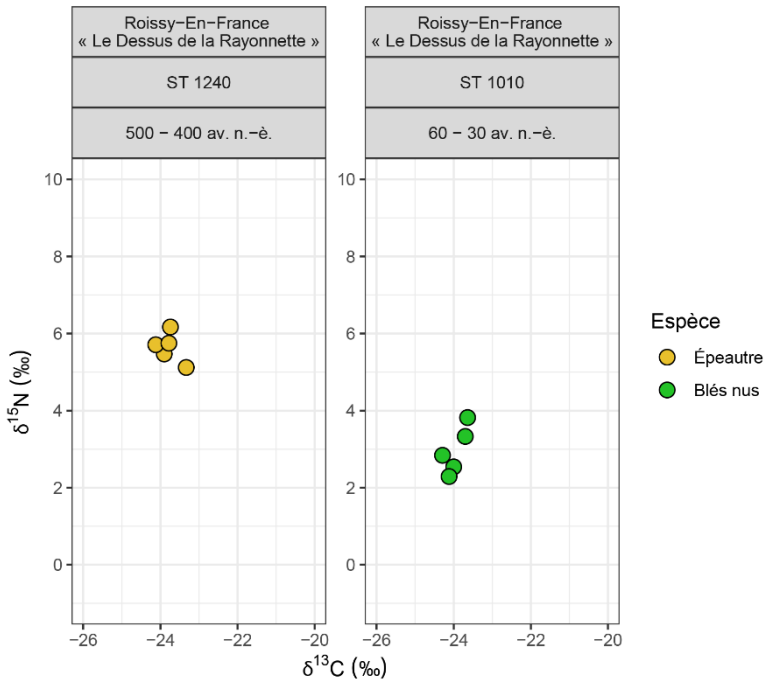

Fig. annexe 2-39 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'épeautre de Roissy-En-France, « Le Dessus de la Rayonnette ».

2.6. Picardie

2.6.1. Ablaincourt-Pressoir, « La Sole de Deniécourt » (Somme)

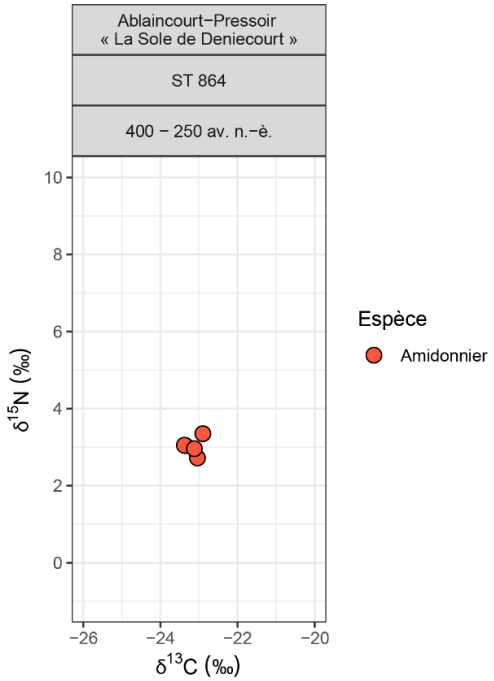

Fig. annexe 2-40 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier du silo ST 864 d'Ablaincourt-Pressoir, « La Sole de Deniécourt ».

2.6.2. Amiens, « Bd Belfort » (Somme)

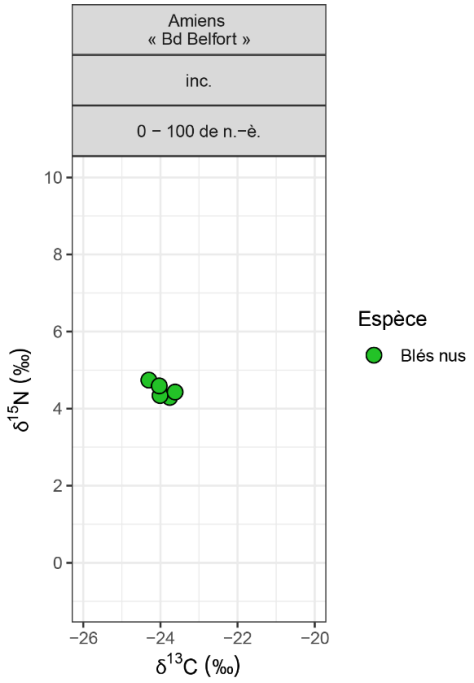

Fig. annexe 2-41 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus d'Amiens, « Bd Belfort ».

2.6.3. Amiens, « ZAC Cathédrale » (Somme)

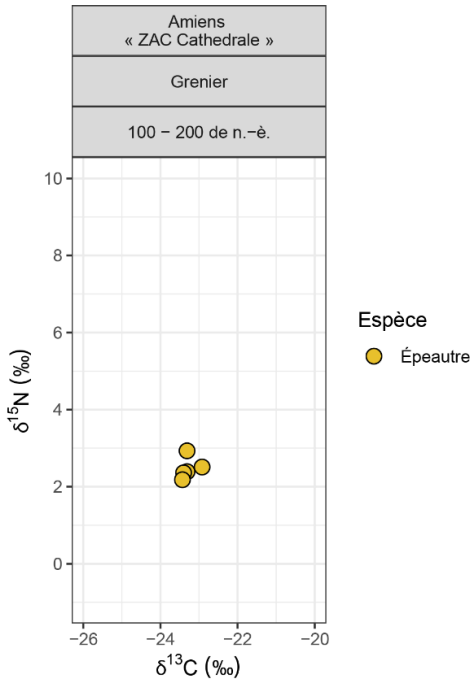

Fig. annexe 2-42 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre d'Amiens, « ZAC Cathédrale ».

2.6.4. Bettencourt-Saint-Ouen, « site 8,1 » (Somme)

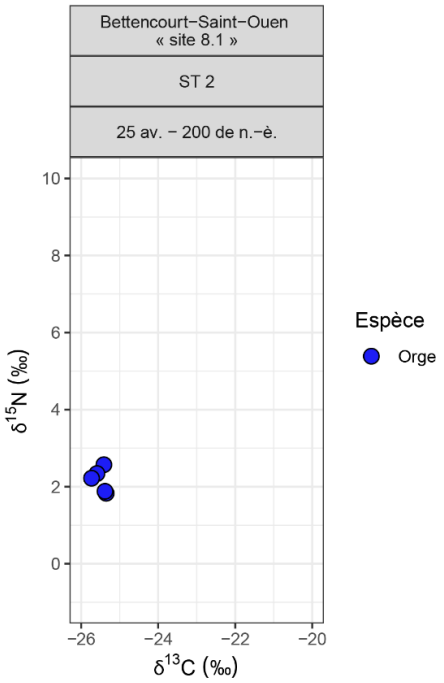

Fig. annexe 2-43 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de la structure ST 2 de Bettencourt-Saint-Ouen, « site 8.1 ».

2.6.5. Bohain-En-Vermandois, « Au-delà du Moulin Mayeux » (Aisne)

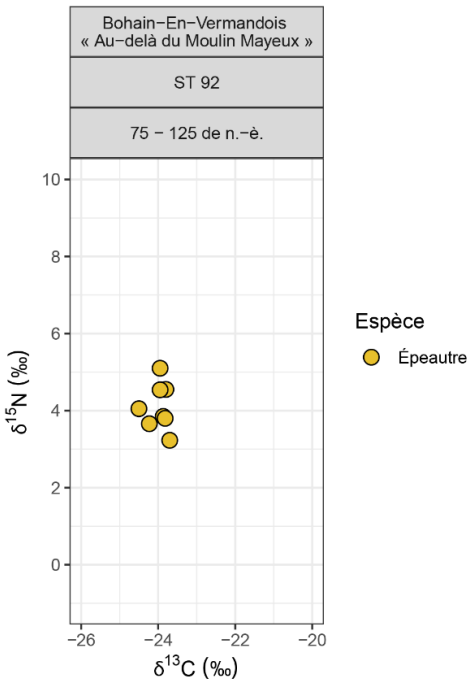

Fig. annexe 2-44 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre de la structure ST 92 de Bohain-En-Vermandois, « Au-delà du Moulin Mayeux ».

2.6.6. Conchil-Le-Temple, « Fond de la Commanderie » (Pas-de-Calais)

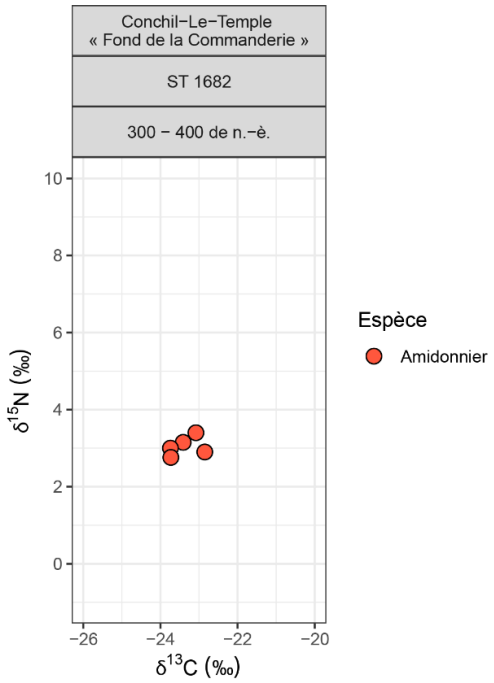

Fig. annexe 2-45 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la structure ST 1682 de Conchil-Le-Temple, « Fond de la Commanderie ».

2.6.7. Croixrault, « La Dériole » (Somme)

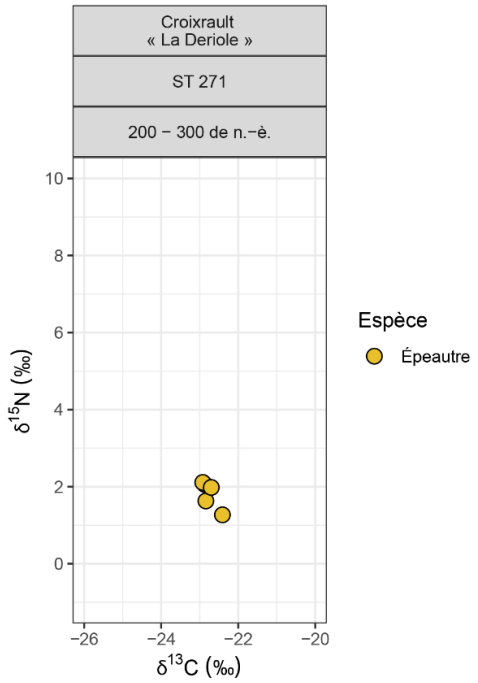

Fig. annexe 2-46 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre de la structure ST 271 de Croixrault, « La Dériole ».

2.6.8. Eaucourt-Sur-Somme, « Les Monts Bergeron » (Somme)

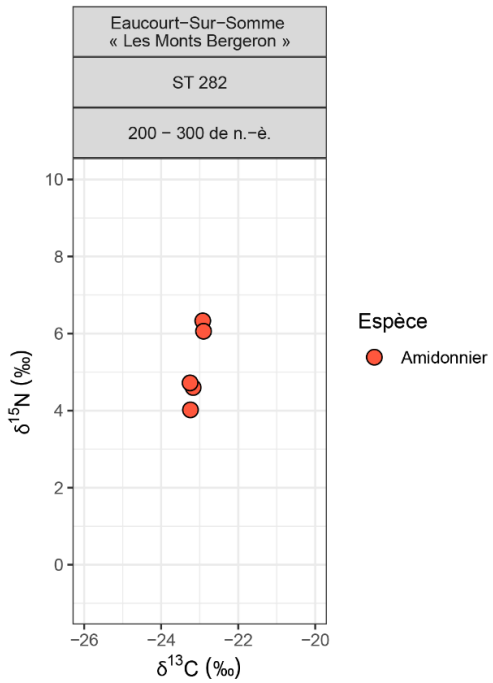

Fig. annexe 2-47 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la structure ST 282 de Eaucourt-Sur-Somme, « Les Monts Bergeron ».

2.6.9. Ennemain, « L'Orme » (Somme)

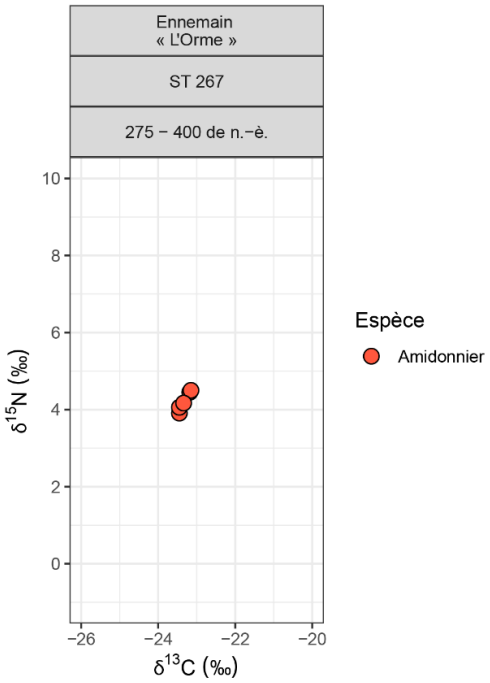

Fig. annexe 2-48 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la structure ST 282 de Eaucourt-Sur-Somme, « Les Monts Bergeron ».

2.6.10. Gauville, « Le Bout de la Rue du Bois » (Somme)

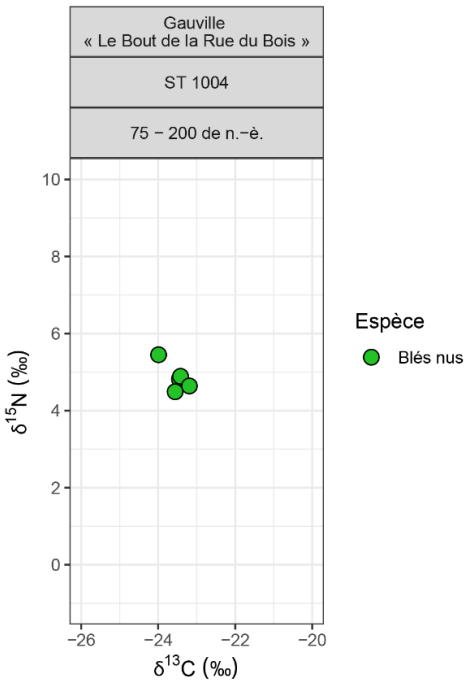

Fig. annexe 2-49 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure ST 1004 de Gauville, « Le Bout de la Rue du Bois ».

2.6.11. Méaulte, « Plateforme aéro-industrielle de Haute-Picardie – Site 3 » (Somme)

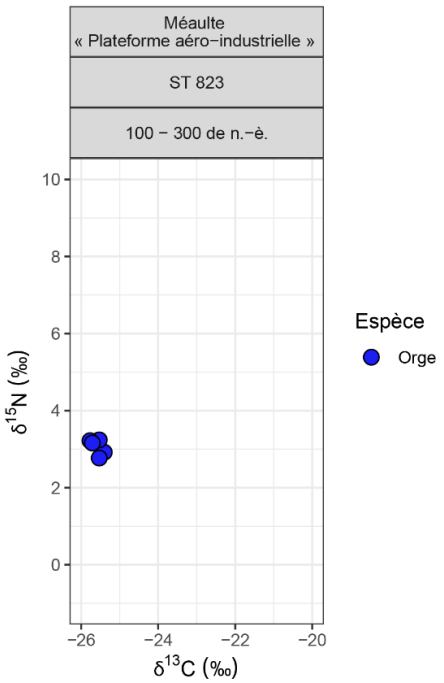

Fig. annexe 2-50 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de la structure ST 823 de Méaulte, « Plateforme aéro-industrielle ».

2.6.12. Morvillers-Saint-Saturnin, « La Chaude vallée » (Somme)

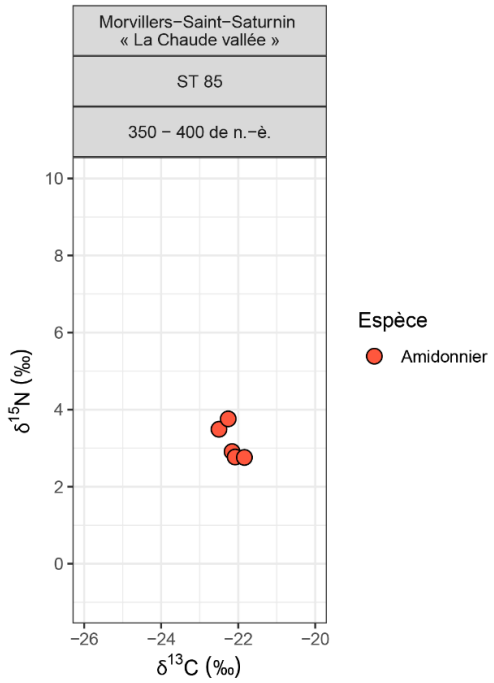

Fig. annexe 2-51 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la structure ST 85 de Morvillers-Saint-Saturnin, « La Chaude vallée ».

2.6.13. Saint-Quentin, « Le Bois de Cambronne » (Aisne)

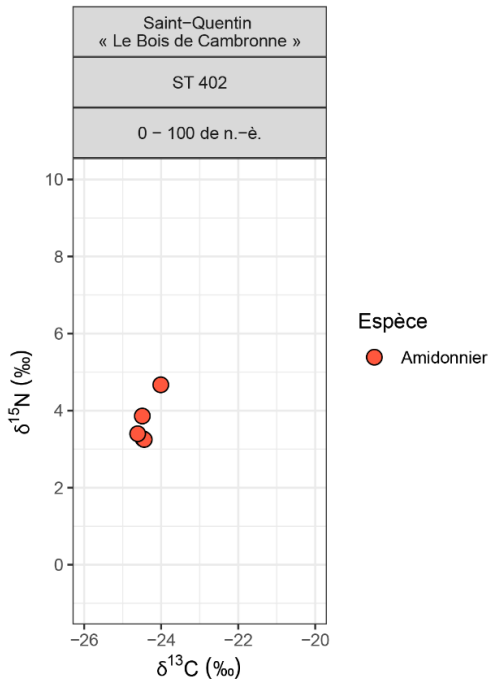

Fig. annexe 2-52 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la structure ST 402 de Saint-Quentin, « Le Bois de Cambronne ».

2.6.14. Saint-Quentin, « La Potence I - Parc des Autoroutes (tranche 8) » (Aisne)

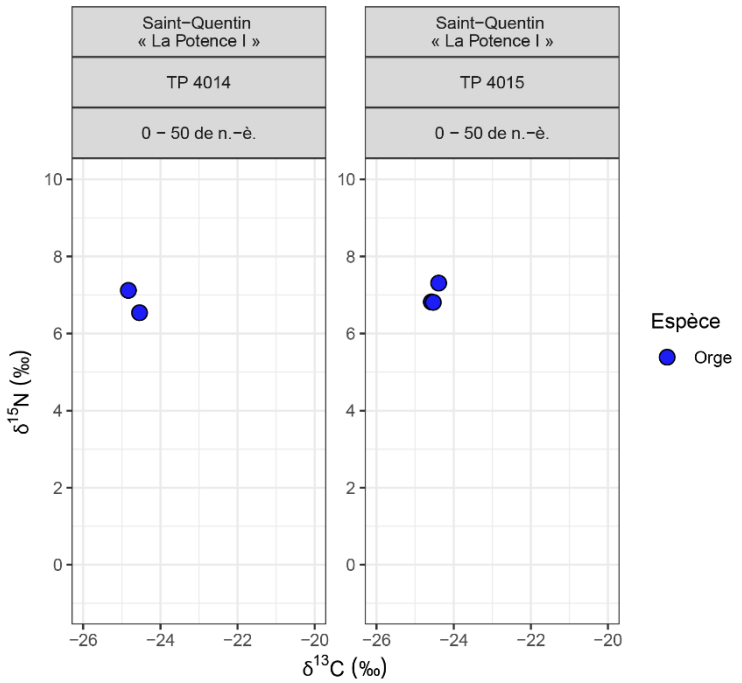

Fig. annexe 2-53 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge des trous de poteau 4014 et4015 de Saint-Quentin, « La Potence I ».

2.6.15. Thieulloy-L'Abbaye (Somme)

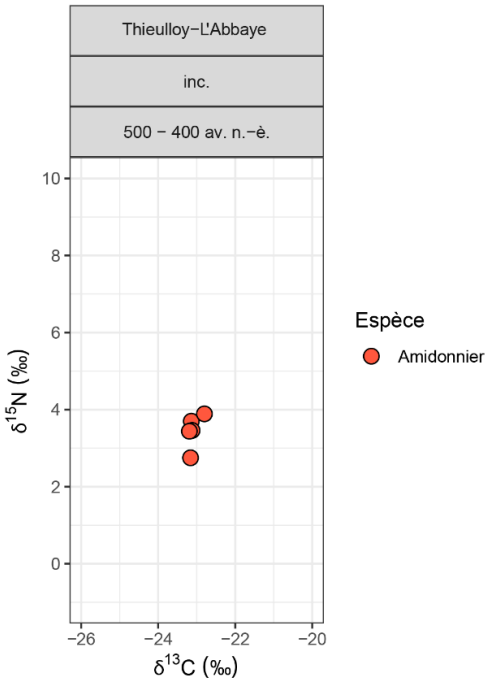

Fig. annexe 2-54 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de Thieulloy-L'Abbaye.

2.7. Champagne crayeuse

2.7.1. Acy-Romance, « La Warde » (Ardennes)

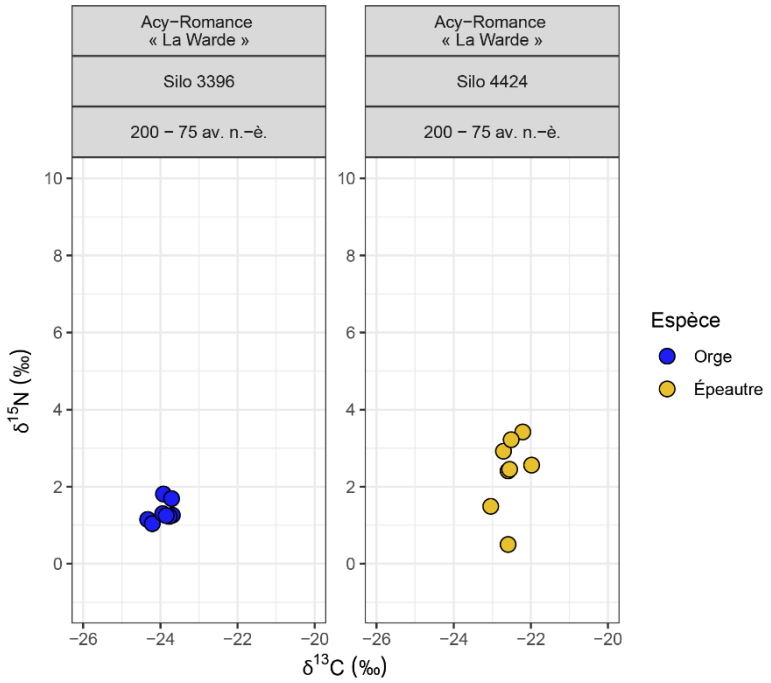

Fig. annexe 2-55 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre et d'orge des silos 3396 et 4424 de Acy-Romance, « La Warde ».

2.7.2. Auve, « La Vigne (Fouille 10) » (Marne)

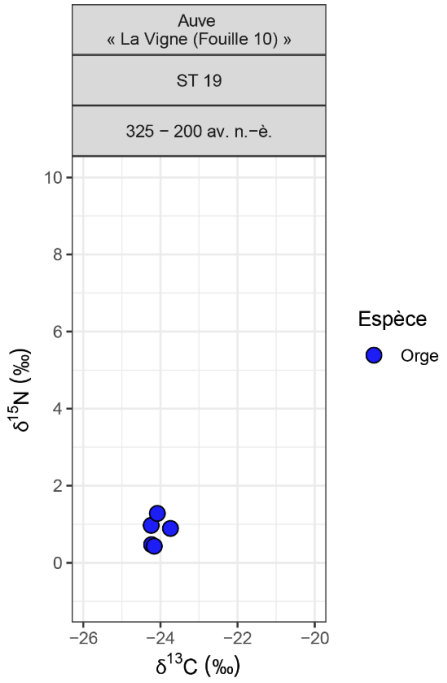

Fig. annexe 2-56 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de Thieulloy-L'Abbaye.

2.7.3. Bétheny, « Les Équiernolles » (Marne)

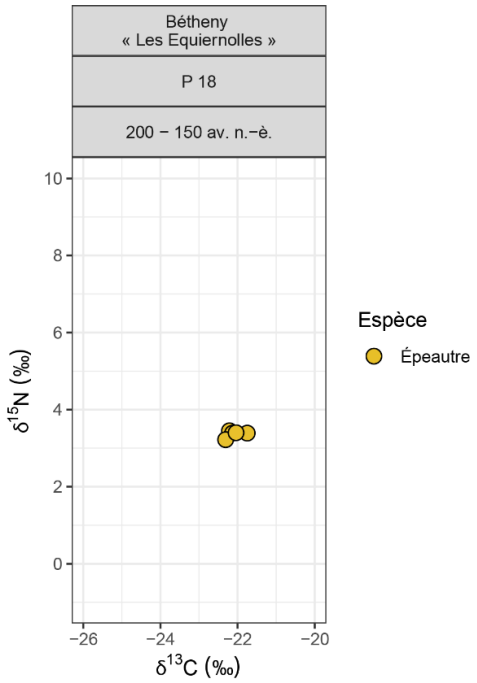

Fig. annexe 2-57 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre de la structure P 18 de Bétheny, « Les Équiernolles ».

2.7.4. Bussy-Le-Château, « Le Bout des Forces » (Marne)

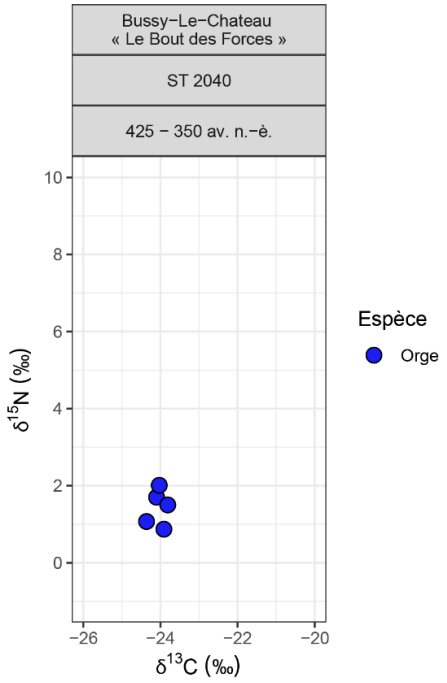

Fig. annexe 2-58 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de la structure de ST 2040 de Bussy-Le-Château, « Le Bout des Forces ».

2.7.5. Cuperly, « La Perte » (Marne)

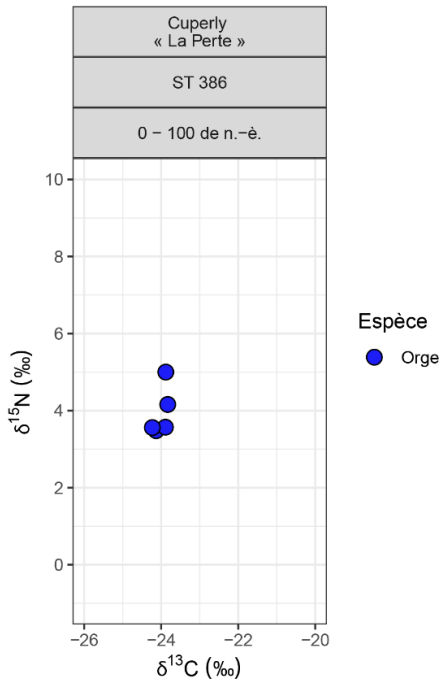

Fig. annexe 2-59 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de la structure de ST 386 de Cuperly, « La Perte ».

2.7.6. Reims, « La Fosse aux Fromages » (Marne)

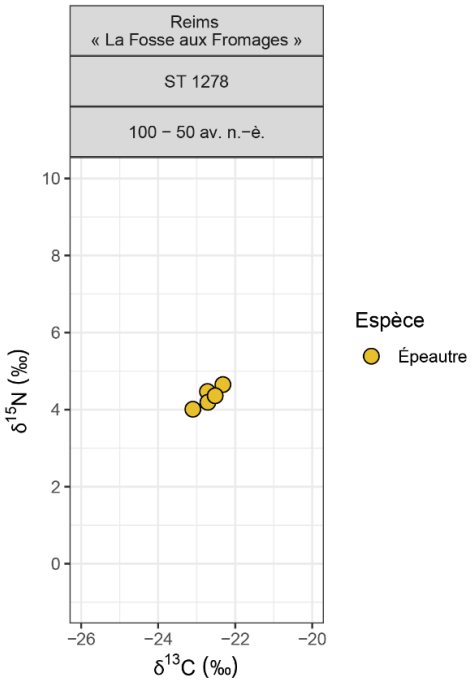

Fig. annexe 2-60 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre de la structure ST 1278 de Reims, « La Fosse aux Fromages ».

2.7.7. Reims, « Rue Rockefeller » (Marne)

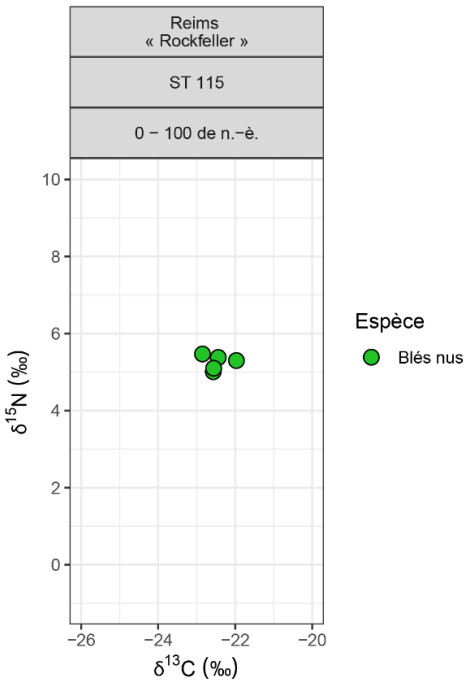

Fig. annexe 2-61 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure ST 115 de Reims, « rue Rockefeller ».

2.7.8. Saint-Gibrien, « Le Dessus du Vieux Pont » (Marne)

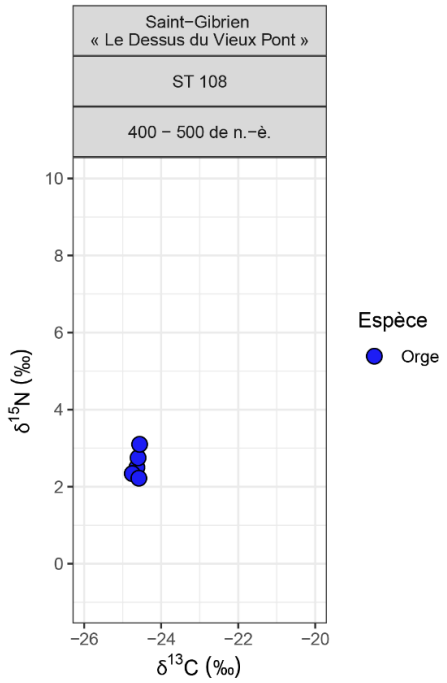

Fig. annexe 2-62 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge la structure ST 108 de Saint-Gibrien, « Le Dessus du Vieux Pont »

2.7.9. Tagnon, « La Fricassée » (Ardennes)

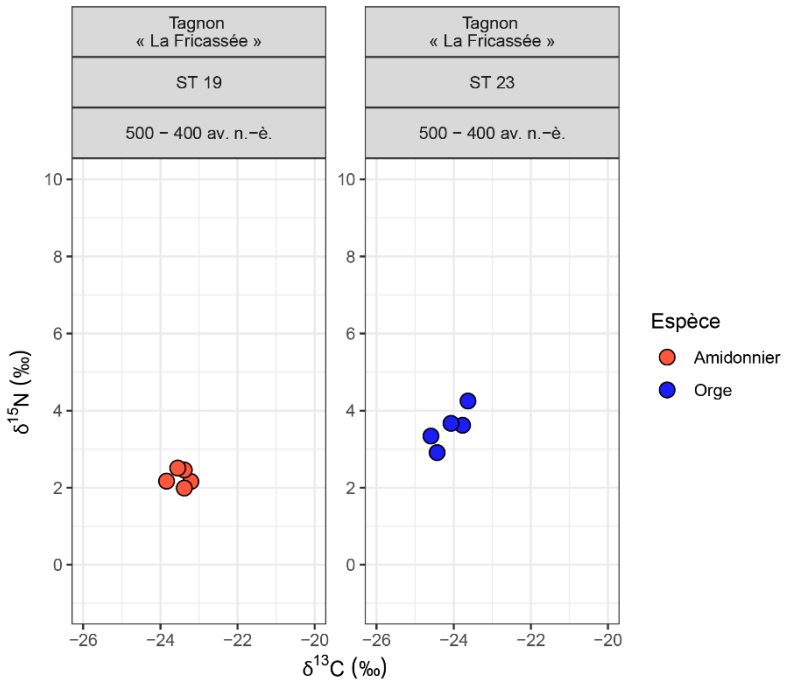

Fig. annexe 2-63 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge de Tagnon, « La Fricassée ».

2.7.10. Torvilliers, « Le Petit Désert » (Aube)

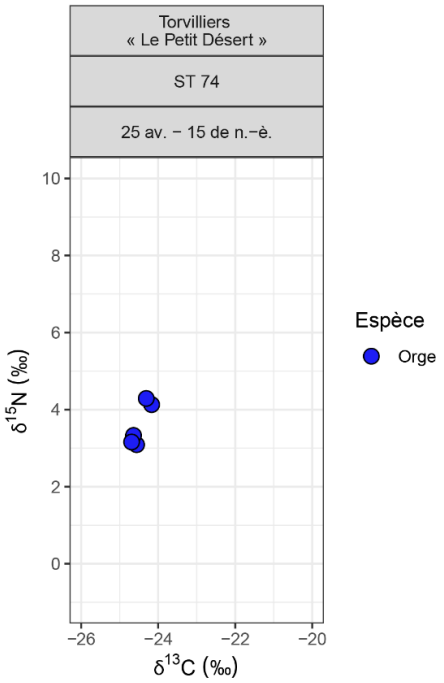

Fig. annexe 2-64 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de la structure ST 74 de Torvilliers, « Le Petit Désert ».

2.7.11. Varennes-Sur-Seine, « La Justice » (Seine-et-Marne)

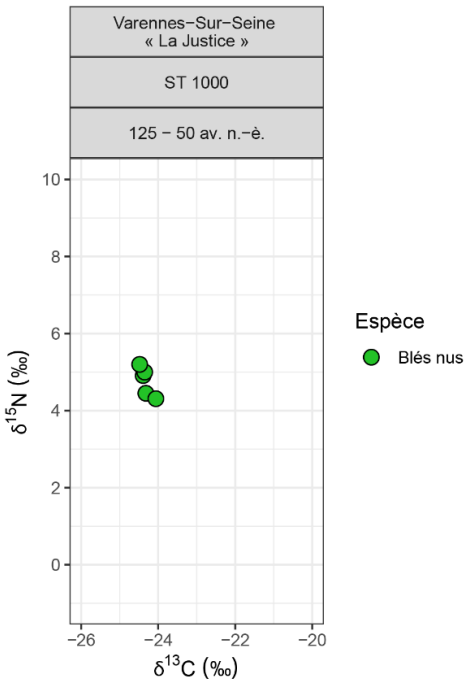

Fig. annexe 2-65 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure de ST 1000 de Varennes-Sur-Seine, « La Justice ».

2.7.12. Villers-Aux-Nœuds, « La Pâture Nord » (Marne)

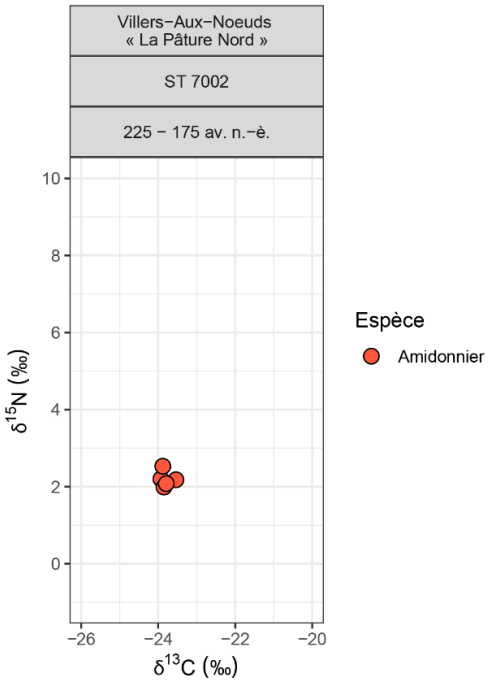

Fig. annexe 2-66 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la structure de ST 7002 de Villers-Aux-Nœuds, « La Pâture Nord ».

2.8. Loraine

2.8.1. Liéhon, « Larry » (Moselle)

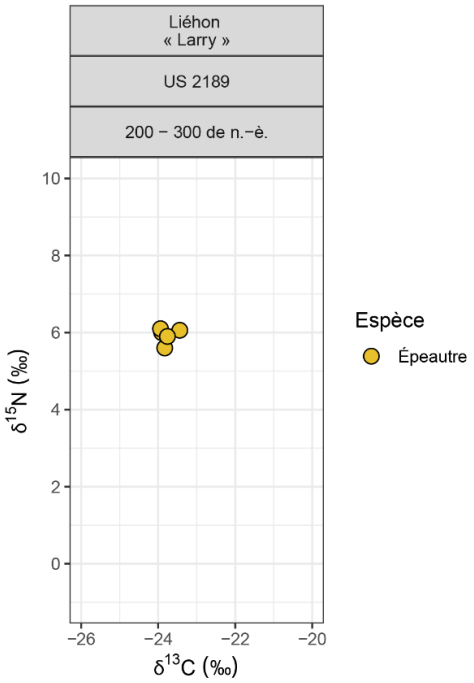

Fig. annexe 2-67 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre de la structure ST 2189 de Liéhon, « Larry ».

2.9. Vosges

2.9.1. Duntzenheim, « Sonnenrain » (Bas-Rhin)

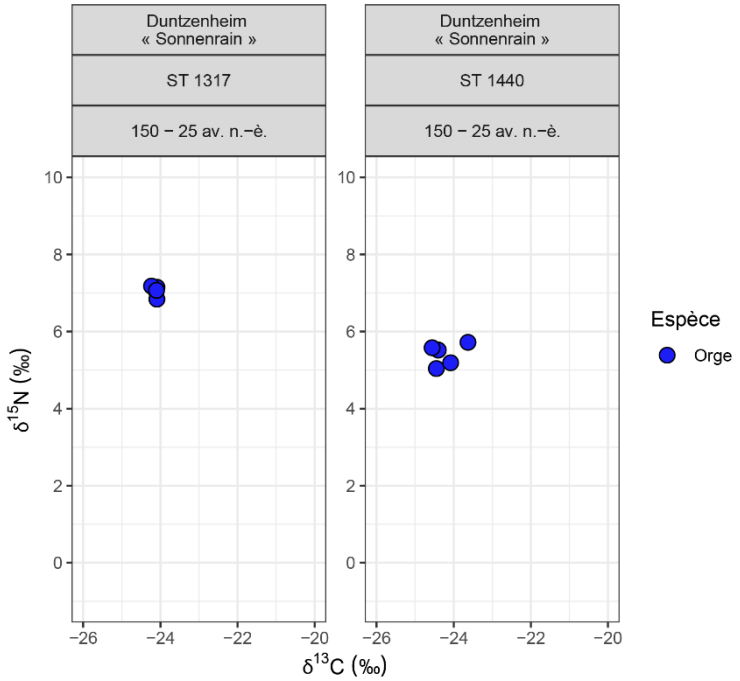

Fig. annexe 2-68 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de Duntzenheim, « Sonnenrain ».

ANNEXE 3 : TABLEAUX DE RÉSULTATS DES ANALYSES IRMS

Tab. annexe 3-1 Résultats des analyses IRMS des **lots de céréales archéologiques** (N=124). Valeur moyenne ± 1 écart-type.

Site	Zone	Structure	Siècle	Espèce	n	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	$\Delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Rapport C/N
Ablaincourt-Pressoir « La Sole de Deniécourt »	Picardie	ST 864	-IVe s.	Amidonnier	5	2,71±0,23	-23,27±0,2	17,09±0,21	3,2±0,19	62,48±0,48	22,82±1,26
Acy-Romance « La Warde »	Champagne crayeuse	Silo 4524	-IIe s.	Épeautre	8	2,06±0,96	-22,63±0,32	16,45±0,33	3,98±0,38	59,51±1,16	17,6±1,68
Acy-Romance « La Warde »	Champagne crayeuse	Silo 3396	-IIe s.	Orge	8	1,03±0,27	-24,04±0,23	17,92±0,24	3,26±0,53	60,74±8,02	21,92±2,07
Amiens « Bd Belfort »	Picardie		+Ier s.	Blés nus	5	4,17±0,19	-24,05±0,26	17,97±0,27	2,85±0,14	61,23±1,57	25,11±1,14
Amiens « ZAC Cathédrale »	Picardie	Grenier	IIe s.	Épeautre	5	2,16±0,28	-23,38±0,21	17,3±0,21	2,95±0,06	60,52±0,43	23,91±0,4
Auve « La Vigne »	Champagne crayeuse	ST 19	-IIIe s.	Orge	5	0,5±0,36	-24,2±0,21	18,06±0,21	3,61±0,3	64,34±1,53	20,93±1,79
Bailly « Le Merisier ouest »	Bassin parisien	Silo 103	-Ve s.	Amidonnier	5	1,8±0,35	-23,71±0,15	17,52±0,16	3,32±0,2	64,42±1,04	22,71±1,09
Bailly « Le Merisier ouest »	Bassin parisien	Silo 103	-Ve s.	Blés nus	8	3,27±0,5	-23,79±0,28	17,61±0,29	2,87±0,18	61,63±0,73	25,11±1,43
Bailly « Le Merisier ouest »	Bassin parisien	Silo 103	-Ve s.	Orge	10	4,18±0,36	-24,61±0,22	18,46±0,23	2,54±0,19	62,21±0,98	28,74±1,91
Barcy « Marais de Narcy »	Bassin parisien	ST 134437	-IIIe s.	Blés nus	5	4,31±0,25	-23,85±0,34	17,69±0,35	2,79±0,42	59,1±5,55	24,91±1,66
Bétheny « Les Équiernolles »	Champagne crayeuse	P 18	-IIe s.	Épeautre	5	3,06±0,09	-22,2±0,21	15,99±0,22	3,16±0,1	63,41±0,61	23,41±0,83
Bettencourt-Saint-Ouen « site 8,1 »	Picardie	ST 2	+Ier s.	Orge	5	1,86±0,31	-25,6±0,16	19,6±0,17	2,12±0,14	52,6±1,41	29,04±1,2

Site	Zone	Structure	Siècle	Espèce	n	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	$\Delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Rapport C/N
Bohain-En-Vermandois « Au-delà du Moulin Mayeux »	Picardie	ST 92	IIe s.	Épeautre	8	3,79±0,6	-24,09±0,26	18,02±0,27	1,88±0,17	40,22±2,34	25,06±1,94
Bonneuil-En-France « La Fontaine Plamond »	Bassin parisien	ST 2287	+Ier s.	Blés nus	5	0,42±0,48	-22,35±0,21	16,2±0,22	3,4±0,16	62,97±0,44	21,67±1,03
Bretteville-L'Orgueilleuse	Plaine de Caen	ST 1228	+Ier s.	Amidonnier	5	5,1±0,26	-23,15±0,15	17,02±0,16	3,9±0,19	62,17±0,84	18,65±0,75
Bretteville-L'Orgueilleuse	Plaine de Caen	ST 795	-Ve s.	Épeautre	3	3,66±0,41	-22,2±0,18	15,96±0,19	3,78±0,02	63,1±0,4	19,46±0,22
Bretteville-L'Orgueilleuse	Plaine de Caen	ST 939	-Ve s.	Orge	5	5,17±0,18	-24,18±0,16	18,04±0,17	3,1±0,16	62,39±0,61	23,5±1,16
Bussy-Le-Chateau « Le Bout des Forces »	Champagne crayeuse	ST 2040	-IVe s.	Orge	5	1,12±0,46	-24,15±0,21	18,01±0,22	3,9±0,26	59,34±1,31	17,78±0,84
Chambly « La Marnière »	Bassin parisien	ST 2	-Ier s.	Amidonnier	5	2,98±0,44	-23,23±0,32	17,09±0,33	3,32±0,8	58,03±11,29	20,7±1,63
Chambly « La Marnière »	Bassin parisien	ST 2	-Ier s.	Orge	5	4,1±0,16	-24,5±0,31	18,42±0,32	3,33±0,14	64,01±0,97	22,45±0,94
Chambry « ZAC Griffon »	Bassin parisien	ST 30	-IIe s.	Orge	3	4,02±0,23	-25,1±0,29	19,03±0,3	2,41±0,29	58,76±5,19	28,48±1,03
Ciry-Salsogne « Le Bruy »	Bassin parisien	Grenier 62	-IIe s.	Amidonnier	5	3,49±0,51	-23,26±0,15	17,1±0,15	2,76±0,28	46,1±3,01	19,53±1,09
Ciry-Salsogne « Le Bruy »	Bassin parisien	Grenier 62	-IIe s.	Orge	5	6,4±0,58	-24,17±0,33	18,04±0,34	2,13±0,19	52±3,62	28,52±1,24
Clinchamps-Sur-Orne « Liaison D. 562A à D. 41 »	Plaine de Caen	ST 37	-Ve s.	Amidonnier	5	2,91±0,2	-22,15±0,21	15,9±0,22	4,04±0,26	58,47±1,2	16,91±0,92
Clinchamps-Sur-Orne « Liaison D. 562A à D. 41 »	Plaine de Caen	ST 37	-Ve s.	Orge	5	3,17±0,3	-23,38±0,3	17,18±0,32	3,12±0,14	60,22±0,77	22,51±0,71

Site	Zone	Structure	Siècle	Espèce	n	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	$\Delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Rapport C/N
Compiègne « Le Fond Pernant »	Bassin parisien		-Ve s,	Épeautre	5	1,59±0,21	-23,11±0,29	16,91±0,3	3,03±0,07	63,39±0,86	24,41±0,42
Compiègne « Le Fond Pernant »	Bassin parisien		-Ve s,	Orge	5	3,74±0,13	-24,06±0,21	17,9±0,21	2,56±0,15	65,48±0,73	29,94±1,57
Conchil-Le-Temple « Fond de la Commanderie »	Picardie	ST 1682	IVe s.	Amidonnier	5	2,73±0,25	-23,47±0,39	17,42±0,41	2,32±0,22	55,42±1,49	28,05±2,52
Croixrault « La Dériole »	Picardie	ST 271	IIIe s.	Épeautre	5	1,5±0,36	-22,86±0,21	16,77±0,21	2,96±0,1	58,16±1,7	22,91±0,21
Cuperly « La Perte »	Champagne crayeuse	ST 386	+Ier s.	Orge	5	3,64±0,64	-24,1±0,18	18,03±0,18	2,77±0,34	63,77±1,14	27,15±3,39
Duntzenheim « Sonnenrain »	Vosges	ST 1317	-Ier s.	Orge	5	6,75±0,13	-24,23±0,06	18,13±0,06	2,27±0,18	48,85±3,36	25,13±0,76
Duntzenheim « Sonnenrain »	Vosges	ST 1440	-Ier s.	Orge	5	5,1±0,28	-24,33±0,38	18,24±0,39	2,43±0,14	50,46±2,67	24,28±0,8
Eaucourt-Sur-Somme « Les Monts Bergeron »	Picardie	ST 282	IIIe s.	Amidonnier	5	4,84±1	-23,21±0,17	17,13±0,18	3,2±0,14	61,89±1,08	22,57±0,94
Ennemain « L'Orme »	Picardie	ST 267	IVe s.	Amidonnier	5	3,91±0,25	-23,42±0,14	17,37±0,15	3,35±0,22	60,3±0,38	21,04±1,26
Épiais-Lès-Louvres « La Grande Fosse »	Bassin parisien	ST 5119	IVe s.	Amidonnier	5	4,45±0,41	-23,39±0,21	17,34±0,22	2,56±0,08	55,34±2,83	25,23±0,6
Épiais-Lès-Louvres « La Grande Fosse »	Bassin parisien	30 BC - 30 AD	+Ier s.	Blés nus	5	3,29±0,33	-22,05±0,15	15,88±0,16	3,02±0,17	56,55±8,19	21,83±2,89
Épiais-Lès-Louvres « La Grande Fosse »	Bassin parisien	50 - 150 AD	IIe s.	Blés nus	3	4,81±0,2	-23,93±0,09	17,86±0,09	2,63±0,11	61,98±1,18	27,48±0,71
Épiais-Lès-Louvres « La Grande Fosse »	Bassin parisien	250 - 350 AD	IVe s.	Blés nus	5	2,73±0,51	-22,49±0,32	16,39±0,33	3,82±0,39	62,49±0,52	19,21±1,82
Épiais-Lès-Louvres « La Grande Fosse »	Bassin parisien	300 - 350 AD	IVe s.	Blés nus	5	4,79±0,27	-23,37±0,16	17,31±0,16	2,41±0,12	52,07±2,63	25,28±1,79

Site	Zone	Structure	Siècle	Espèce	n	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	$\Delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Rapport C/N
Épiais-Lès-Louvres « La Grande Fosse »	Bassin parisien	ST 5119	IVe s.	Blés nus	5	4,38±0,52	-23,53±0,24	17,48±0,26	2,48±0,41	53,14±4,95	25,26±2,27
Gauville « Le Bout de la Rue du Bois »	Picardie	ST 1004	IIe s.	Blés nus	5	4,55±0,37	-23,63±0,29	17,55±0,31	2,16±0,16	40,32±3,4	21,73±0,19
Gonesse « ZAC des Tulipes Nord »	Bassin parisien	ST 281	-Ier s.	Amidonnier	5	0,04±0,5	-23,47±0,21	17,34±0,22	4,31±0,1	63,86±0,69	17,3±0,4
Gonesse « ZAC des Tulipes Nord »	Bassin parisien	ST 288	-Ier s.	Blés nus	5	3,02±0,29	-24,25±0,3	18,15±0,31	3±0,08	60,02±1,03	23,36±0,33
Gonesse « ZAC des Tulipes Nord »	Bassin parisien	ST 239	-Ier s.	Orge	5	3,9±0,18	-23,84±0,26	17,74±0,26	3,2±0,29	61,92±1,15	22,7±1,78
Gonesse « ZAC des Tulipes Nord »	Bassin parisien	ST 555	-Ier s.	Orge	5	4,27±0,64	-24,76±0,14	18,69±0,14	2,9±0,13	60,83±1,17	24,52±0,82
Hérouvillette « Déviation RD 513 »	Plaine de Caen	ST 1228	-IIe s.	Amidonnier	5	6,06±0,41	-22,7±0,33	16,53±0,35	4,92±0,28	64,77±1,08	15,39±0,96
Houdan « Les Brosses »	Bassin parisien	Bât 2	IIIe s.	Blés nus	10	4,69±1,07	-23,17±0,42	17,1±0,44	4,02±0,72	58,67±1,87	17,5±2,91
Houdan « Les Brosses »	Bassin parisien	Bât 2	IIIe s.	Orge	2	2,35±0,16	-24,09±0,14	18,06±0,15	3,79±0,88	59,96±2,19	19,08±5,13
Inzinzac-Lochrist « Kermat III »	Massif armoricain	ST 635	-Ve s.	Amidonnier	3	3,87±0,58	-21,94±0,37	15,7±0,38	3,87±0,19	58,91±1,51	17,78±0,8
Isneauville « La Plaine de la Ronce »	Normandie	ST A 215	-IIe s.	Amidonnier	5	3,35±0,16	-22,33±0,23	16,13±0,24	3,64±0,22	53,49±2,69	17,13±0,27
Jouars-Pontchartrain « Ferme d'Ithe »	Bassin parisien	ST 21015	-Ier s.	Blés nus	2	7,87±0	-23,15±0,22	17,02±0,23	3,07±0,15	60,47±0,42	23,05±0,95
Jouars-Pontchartrain « Ferme d'Ithe »	Bassin parisien	ST 21015	-Ier s.	Orge	5	8,4±0,7	-23,87±0,24	17,77±0,25	3,36±0,23	61,96±0,7	21,58±1,49
Liéhon « Larry »	Lorraine	US 2189	IIIe s.	Épeautre	5	5,62±0,2	-23,89±0,2	17,84±0,21	3,16±0,32	53,46±4,15	19,79±0,88

Site	Zone	Structure	Siècle	Espèce	n	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	$\Delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Rapport C/N
Lime « Les Fussis »	Bassin parisien	ST 8	IIIe s.	Orge	3	6,81±0,56	-25,37±0,17	19,39±0,18	2,29±0,13	61,44±1,37	31,3±1,14
La Mézière « Lignes de la Gonzée »	Massif armoricain	SD 5260	IIIe s.	Blés nus	5	4,91±0,6	-22,12±0,24	15,99±0,25	3,25±0,27	50,02±2,52	17,98±0,71
La Mézière « Lignes de la Gonzée »	Massif armoricain	SD 5260	IIIe s.	Orge	5	5,02±1,08	-23,56±0,18	17,49±0,19	3,28±0,2	58,25±1,23	20,76±1,04
La Mézière « Lignes de la Gonzée »	Massif armoricain	SD 5260	IIIe s.	Épeautre	5	5,01±0,33	-21,97±0,16	15,83±0,16	3,55±0,17	53,74±2,43	17,66±0,78
Louvres « Le Vieux Moulin »	Bassin parisien	ST 34	-IIe s.	Amidonnier	5	1,98±0,35	-23,51±0,25	17,37±0,26	3,85±0,24	61,05±0,78	18,55±0,98
Louvres « Le Vieux Moulin »	Bassin parisien	ST 34	-IIe s.	Orge	5	3,44±0,18	-24,09±0,29	17,97±0,3	2,4±0,09	57,52±1,43	27,99±1,13
Mareuil-Lès-Meaux « La Grange des Monts »	Bassin parisien	ST 41069	+Ier s.	Amidonnier	25	4,13±0,4	-23,17±0,25	17,07±0,26	3,2±0,19	61,92±1,68	22,62±1,06
Mareuil-Lès-Meaux « La Grange des Monts »	Bassin parisien	ST 41069	+Ier s.	Blés nus	25	5,07±0,19	-22,32±0,21	16,18±0,22	3,44±0,2	61,79±1,63	21,01±1,12
Mareuil-Lès-Meaux « La Grange des Monts »	Bassin parisien	ST 41069	+Ier s.	Orge	3	4,32±0,47	-23,86±0,12	17,78±0,12	3,05±0,11	64,47±0,36	24,68±0,72
Meaux « Rue St Faron »	Bassin parisien	ST 2518	IIe s.	Blés nus	5	5,09±0,59	-24,35±0,26	18,29±0,27	2,71±0,21	60,22±1,44	26,03±2,15
Meaux « Rue St Faron »	Bassin parisien	ST 2518	IIe s.	Orge	5	5,22±0,55	-23,48±0,41	17,39±0,43	2,9±0,25	63,17±0,29	25,57±2,04
Méaulte « Plateforme aéro-industrielle »	Picardie	ST 823	IIIe s.	Orge	5	2,75±0,21	-25,7±0,15	19,72±0,16	2,53±0,21	59,74±1,31	27,65±1,8
Mitry-Mory « La Villette aux Aulnes Est »	Bassin parisien	ST 3081	+Ier s.	Blés nus	5	5,98±0,42	-23,9±0,31	17,83±0,32	2,39±0,1	46,02±2,71	22,44±0,56
Mondeville « L'étoile I »	Plaine de Caen	ST 113	-Ier s.	Amidonnier	5	2,09±0,14	-23,31±0,32	17,17±0,33	3,68±0,13	60,21±0,68	19,1±0,6

Site	Zone	Structure	Siècle	Espèce	n	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	$\Delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Rapport C/N
Mondeville « L'étoile I »	Plaine de Caen	ST 118	-IIe s.	Amidonnier	5	2,04±0,47	-23,44±0,22	17,29±0,23	3,29±0,14	62,82±2,27	22,3±1,3
Mondeville « L'étoile I »	Plaine de Caen	ST 113	-Ier s.	Orge	5	1,73±0,2	-24,26±0,1	18,15±0,1	2,91±0,1	61,07±1,07	24,54±1,24
Mondeville « L'étoile I »	Plaine de Caen	ST 118	-IIe s.	Orge	5	1,31±0,23	-24,42±0,11	18,32±0,11	2,72±0,08	62,52±0,83	26,8±0,92
Mondeville « L'étoile II, Site III »	Plaine de Caen	ST 282	-IIe s.	Amidonnier	5	2,87±0,2	-23,14±0,16	16,98±0,17	7,9±0,7	58,3±0,62	8,66±0,79
Morvillers-Saint-Saturnin « La Chaude vallée »	Picardie	ST 85	IVe s.	Amidonnier	5	2,83±0,46	-22,28±0,24	16,18±0,25	3,51±0,22	55,65±2,09	18,56±0,96
Morigny-Champigny « Saint-Phallier »	Beauce	ST 1041	-IIIe s.	Amidonnier	5	4,03±0,09	-23,03±0,37	16,84±0,39	2,98±0,21	58,59±3,76	22,92±0,66
Morigny-Champigny « Saint-Phallier »	Beauce	ST 1041	-IIIe s.	Épeautre	5	4,22±0,27	-22,46±0,23	16,26±0,24	2,87±0,27	56,78±3,9	23,11±1,17
Morigny-Champigny « Saint-Phallier »	Beauce	ST 1042	-IIIe s.	Épeautre	3	4,37±0,06	-22,65±0,33	16,46±0,34	3,33±0,22	61,2±0,71	21,49±1,64
Morigny-Champigny « Saint-Phallier »	Beauce	ST 1041	-IIIe s.	Blés nus	5	4,29±0,38	-23,42±0,12	17,26±0,13	3,18±0,13	61,18±1,14	22,46±0,99
Morigny-Champigny « Saint-Phallier »	Beauce	ST 1041	-IIIe s.	Orge	3	3,52±0,32	-23,71±0,31	17,56±0,33	3,1±0,15	60,42±0,44	22,8±1,27
Mosles « La Pièce du Pressoir »	Plaine de Caen	ST 61	-IVe s.	Orge	3	7,3±0,37	-23,87±0,08	17,71±0,08	3,27±0,1	58,49±0,27	20,86±0,73
Moulay « Oppidum du Mesnil »	Massif armoricain	F 2211	-IIe s.	Amidonnier	3	4,56±0,61	-22,95±0,3	16,78±0,31	2,87±0,25	50,82±1,86	20,74±1,4
Moulay « Oppidum du Mesnil »	Massif armoricain	F 2211	-IIe s.	Orge	5	5,02±0,67	-24,2±0,16	18,09±0,17	2,24±0,15	52,72±0,75	27,59±1,61
Palaiseau « Les Trois Mares »	Bassin parisien	150 - 90 BC	-IIe s.	Blés nus	5	6,2±0,32	-23,99±0,24	17,86±0,25	3,13±0,13	62,08±0,21	23,14±0,95

Site	Zone	Structure	Siècle	Espèce	n	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	$\Delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Rapport C/N
Palaiseau « Les Trois Mares »	Bassin parisien	30 BC - 30 AD	+Ier s.	Blés nus	5	6,28±0,31	-23,9±0,26	17,8±0,27	2,99±0,17	61,68±0,37	24,1±1,36
Palaiseau « Les Trois Mares »	Bassin parisien	100 - 200 AD	IIe s.	Blés nus	5	6,51±0,14	-23,96±0,19	17,9±0,2	2,97±0,09	62,96±0,39	24,77±0,76
Paris « Sorbonne »	Bassin parisien	ST 1102-19	+Ier s.	Blés nus	5	6,75±0,14	-23,54±0,16	17,44±0,17	3,43±0,94	65,55±17,87	22,31±0,76
Plérin « Centre Hélio-Marin »	Massif armoricain	US 1008	IVe s.	Amidonnier	3	3,43±0,42	-21,42±0,16	15,27±0,17	4,05±0,36	57,6±2,24	16,68±1,39
Poupry « Vers Artenay 1 »	Beauce	ST 801	-IIIe s.	Amidonnier	5	4,62±0,54	-22,75±0,21	16,55±0,22	4,09±0,35	58,85±5,25	16,78±0,24
Poupry « Vers Artenay 1 »	Beauce	ST 800	-IIIe s.	Blés nus	5	4,64±0,09	-22,93±0,18	16,74±0,19	3,37±0,18	61,38±1,24	21,27±1,27
Prasville « Les Grandes Canettes »	Beauce	F 180	-IIIe s.	Amidonnier	5	4,64±0,11	-22,23±0,24	16,01±0,25	5,35±0,47	61,16±0,86	13,41±1,24
Prasville « Vers Chesnay »	Beauce	F 1121	-IIIe s.	Amidonnier	5	4,55±0,68	-23,14±0,27	16,98±0,28	3,21±0,37	59,94±1,04	22,03±2,65
Prasville « Vers Chesnay »	Beauce	F 4096	-IIe s.	Amidonnier	5	5,31±0,13	-21,97±0,13	15,76±0,14	4,17±0,1	61,42±0,35	17,21±0,39
Prasville « Vers Chesnay »	Beauce	F 1251	-IIIe s.	Amidonnier	5	6,77±0,54	-22,86±0,34	16,68±0,36	3,85±0,14	63,81±0,55	19,36±0,57
Prasville « Vers Chesnay »	Beauce	F 1121	-IIIe s.	Blés nus	5	3,76±0,42	-22,82±0,28	16,64±0,29	3,7±0,27	60,29±1,4	19,12±1,54
Prasville « Vers Chesnay »	Beauce	F 4096	-IIe s.	Blés nus	5	4,96±0,4	-21,02±0,24	14,79±0,25	3,64±0,19	61,55±0,92	19,8±1,2
Prasville « Vers Chesnay »	Beauce	F 1251	-IIIe s.	Blés nus	5	4,05±0,37	-22,99±0,21	16,81±0,22	2,87±0,11	62,31±0,9	25,33±0,86
Reims « La Fosse aux Fromages »	Champagne crayeuse	ST 1278	-Ier s.	Épeautre	5	4,03±0,25	-22,78±0,29	16,62±0,3	3,34±0,33	60,93±0,41	21,44±2,05

Site	Zone	Structure	Siècle	Espèce	n	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	$\Delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Rapport C/N
Reims « Rue Rockefeller »	Champagne crayeuse	ST 115	+Ier s.	Blés nus	5	4,94±0,19	-22,59±0,32	16,45±0,33	3,21±0,18	60,32±0,55	22±1,12
Rennes « Beauregard-Quincé »	Massif armoricain	US 1033	IIIe s.	Blés nus	5	5,02±0,64	-22,92±0,24	16,83±0,25	2,16±0,11	37,53±1,41	20,28±0,42
Roissy-En-France « Le Dessus de la Rayonnette »	Bassin parisien	ST 1240	-Ve s.	Épeautre	5	5,33±0,39	-23,88±0,29	17,72±0,3	3,07±0,22	61,06±0,97	23,28±1,57
Roissy-En-France « Le Dessus de la Rayonnette »	Bassin parisien	ST 1010	-Ier s.	Blés nus	5	2,65±0,62	-24,06±0,28	17,96±0,29	3,49±0,11	59,9±0,68	20,06±0,59
Saint-Désir « Oppidum du Castellier »	Normandie	ST 5	-Ier s.	Amidonnier	5	7,91±1,01	-23,35±0,21	17,22±0,21	3,22±0,27	53,34±0,27	19,42±1,52
Saint-Désir « Oppidum du Castellier »	Normandie	ST 5	-Ier s.	Orge	5	5,44±0,65	-24,41±0,36	18,32±0,37	2,37±0,25	50,52±2,23	25,1±2,85
Sées « Rues des Ardrillers »	Normandie	US 1258	IIe s.	Orge	5	2,49±0,57	-25,33±0,29	19,31±0,31	2,48±0,21	62,49±1,08	29,59±2,17
Saint-Gibrien « Le Dessus du Vieux Pont »	Champagne crayeuse	ST 108	Ve s.	Orge	5	2,27±0,35	-24,73±0,08	18,74±0,08	3,54±0,1	62,64±0,62	20,65±0,57
Saint-Martin-De-Fontenay « Le Grand Barberie »	Plaine de Caen	ST 6	-VIe s.	Orge	5	4,48±0,14	-22,92±0,29	16,7±0,3	2,59±0,18	52,9±1,79	23,88±1,51
Saint-Quentin « La Potence »	Picardie	TP 4014	+Ier s.	Orge	2	6,52±0,41	-24,8±0,21	18,74±0,21	1,99±0,18	42,08±0,88	24,81±1,69
Saint-Quentin « La Potence »	Picardie	TP 4015	+Ier s.	Orge	3	6,67±0,29	-24,61±0,1	18,55±0,1	3,27±0,11	58,27±1,14	20,8±0,45
Saint-Quentin « Le Bois de Cambronne »	Picardie	ST 402	+Ier s.	Amidonnier	5	3,38±0,6	-24,51±0,23	18,45±0,24	2,18±0,23	54,2±2,01	29,24±2,77
Tagnon « La Fricassée »	Champagne crayeuse	ST 19	-Ve s.	Amidonnier	5	1,95±0,22	-23,58±0,24	17,4±0,25	3,24±0,24	61,87±0,72	22,37±1,52

Site	Zone	Structure	Siècle	Espèce	n	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	$\Delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Rapport C/N
Tagnon « La Fricassée »	Champagne crayeuse	ST 23	-Ve s.	Orge	5	3,25±0,49	-24,21±0,41	18,05±0,43	3,01±0,5	59,54±3,02	23,44±2,99
Thieulloy-L'Abbaye	Picardie		-Ve s.	Amidonnier	5	3,14±0,43	-23,19±0,16	16,99±0,17	3,27±0,2	57,32±1,06	20,5±1,1
Torvilliers « Le Petit Désert »	Champagne crayeuse	ST 74	-Ier s.	Orge	5	3,29±0,57	-24,58±0,22	18,52±0,23	2,47±0,18	61,74±0,68	29,31±2,26
Varennes-Sur-Seine « La Justice »	Champagne crayeuse	ST 1000	-Ier s.	Blés nus	5	4,46±0,38	-24,43±0,16	18,34±0,17	2,45±0,09	54,78±1,76	26,05±0,61
Villers-Aux-Nœuds « La Pâture Nord »	Champagne crayeuse	ST 7002	-IIe s.	Amidonnier	5	1,89±0,2	-23,91±0,15	17,77±0,16	3,52±0,12	61,9±0,94	20,52±0,65
Ymonville « Les Hyèbles »	Beauce	F 3149	-IVe s.	Amidonnier	5	1,41±0,34	-22,98±0,18	16,8±0,19	3,95±0,17	60,91±1,11	18,03±0,57
Ymonville « Les Hyèbles »	Beauce	F 2057	-IIIe s.	Blés nus	5	3,19±0,14	-21,67±0,16	15,43±0,17	3,6±0,19	62,47±1	20,27±0,91
Ymonville « Les Hyèbles »	Beauce	F 1221	-IVe s.	Blés nus	5	3,22±0,82	-22,78±0,24	16,59±0,25	3,48±0,18	61,96±0,47	20,83±1,11
Ymonville « Les Hyèbles »	Beauce	F 1006	-IIe s.	Blés nus	5	3,18±0,15	-22,62±0,24	16,43±0,25	3,37±0,15	60,5±0,97	20,97±1,2
Ymonville « Les Hyèbles »	Beauce	F 1001, US 19	-IVe s.	Blés nus	5	2,16±0,62	-22,71±0,21	16,51±0,22	4,74±0,5	63,95±7,46	15,75±1,05
Ymonville « Les Hyèbles »	Beauce	F 1001, US 18	-IVe s.	Blés nus	5	4,53±0,31	-22,67±0,25	16,46±0,26	3,13±0,3	55,91±2,19	20,96±1,68
Ymonville « Les Hyèbles »	Beauce	F 2057	-IIIe s.	Orge	5	3,85±0,27	-22,25±0,18	16,03±0,19	3,03±0,04	62,54±0,92	24,07±0,56
Ymonville « Les Hyèbles »	Beauce	F 1221	-IVe s.	Orge	5	3,92±0,38	-23,44±0,24	17,27±0,25	3,46±0,38	61,22±0,75	20,81±2,23
Ymonville « Les Hyèbles »	Beauce	F 1006	-IIe s.	Orge	5	4,39±0,3	-23,51±0,36	17,35±0,38	2,88±0,17	61,86±1,04	25,19±1,93

Site	Zone	Structure	Siècle	Espèce	n	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	$\Delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Rapport C/N
Ymonville « Les Hyèbles »	Beauce	F 1001, US 19	-IVe s.	Orge	5	2,19±0,54	-23,63±0,27	17,46±0,28	3,8±0,37	59,59±2,78	18,37±1,11
Ymonville « Les Hyèbles »	Beauce	F 1071	-IIIe s.	Orge	5	5,81±0,67	-23,6±0,3	17,44±0,32	6,26±1,83	64,14±17,39	12,04±1,11

Tab. annexe 3-2 Résultats des analyses IRMS du **collagène osseux de cerf archéologique** (n=35).

Site	Siècle	Pièce anatomique	Rendement d'extraction (mg/g)	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Rapport C/N
Cernay-Lès-Reims « La Pelle au Four »	+Ier s.	Tibia	76	4,16	-22,51	14,18	39,24	3,23
Champfleury « La Bascule »	-IIe s.	Talus	133,5	5,74	-21,56	15,08	41,3	3,2
Champfleury « La Bascule »	-IIe s.	Radius	54,59	4,2	-22,32	13,54	37,4	3,22
Compiègne « Le Fond Pernant »	-IVe s.		15,6	4,43	-23,07	12,82	36,57	3,33
Compiègne « Le Fond Pernant »	-IVe s.	Tibia	101,3	5,33	-21,86	14,78	40,7	3,21
Compiègne « Le Fond Pernant »	-IVe s.	Tibia	127,7	5,51	-22,72	13,36	36,22	3,16
Ifs « ZAC Object'Ifs Sud »	-Ve s.	Métacarpe	41,87	4,22	-22,63	13,72	37,92	3,22
Ifs « ZAC Object'Ifs Sud »	-Ve s.	Métacarpe	73,71	3,61	-22,78	15,5	42,38	3,19
Langrolay-Sur-Rance « Sur Les Vaux »	+Ier s.	Radius D	150,62	6,16	-21,6	15,4	42,15	3,19
Langrolay-Sur-Rance « Sur Les Vaux »	IIIe s.	Humérus G	39,9	5,63	-22,18	14,85	40,6	3,19
Langrolay-Sur-Rance « Sur Les Vaux »	IIIe s.	Humérus G	37,22	5,88	-22,09	13,46	36,91	3,2
Langrolay-Sur-Rance « Sur Les Vaux »	IIe s.	Tibia G	25	5,53	-22,4	13,69	38,2	3,26
Langrolay-Sur-Rance « Sur Les Vaux »	IIIe s.	Métacarpe	34,65	5,66	-22,4	13,27	36,5	3,21
Langrolay-Sur-Rance « Sur Les Vaux »	Ve s.	Métatarse G	32,9	6,65	-22,49	15,15	41,2	3,17
Langrolay-Sur-Rance « Sur Les Vaux »	IIe s.	Métacarpe	46	6,51	-21,99	14,78	40,88	3,23
Langrolay-Sur-Rance « Sur Les Vaux »	IIe s.	Fémur D	22,3	6,42	-21,93	14,94	41,03	3,2
Langrolay-Sur-Rance « Sur Les Vaux »	IIe s.	Tibia D	28,7	6,75	-21,7	14,69	40,5	3,22
Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais »	IIIe s.	Métatarse	20,2	6,22	-21,81	14,07	38,78	3,22

Site	Siècle	Pièce anatomique	Rendement d'extraction (mg/g)	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Rapport C/N
Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais »	IIIe s.	Mandibule G	26,6	5,12	-21,89	14,48	40,22	3,24
Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais »	IIIe s.	Tibia G	13,6	4,7	-21,87	14,56	40,08	3,21
Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais »	IIIe s.	Fémur G	117,1	6,43	-22,41	12,94	36,12	3,26
Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais »	IIIe s.	Talus G	32,5	6,47	-21,57	15,17	41,69	3,21
Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais »	IIIe s.	Tibia G	9,5	5,74	-22,42	14,42	39,48	3,19
Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais »	IIIe s.	Métatarse G	32,9	5,39	-22,23	14,97	41,32	3,22
Noyal-Châtillon-Sur-Seiche « La Guyomerais »	IIIe s.	Métacarpe	74	3,96	-21,79	15,67	43,02	3,2
Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal »	-Ier s.	Tibia droit	29,8	6,23	-21,58	15,14	41,18	3,17
Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal »	-Ier s.	Ulna gauche	37,8	7,87	-21,04	14,82	41,13	3,24
Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal »	-IVe s.	Métatarse	38	5,82	-22,23	15,08	40,93	3,17
Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal »	-IVe s.	Tibia gauche	43,6	6,04	-21,33	14,99	41,35	3,22
Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal »	-IVe s.	Tibia droit	87,1	5,48	-22,18	15,08	41,6	3,22
Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal »	-Ier s.	Tibia droit	75,1	5,27	-21,78	15,08	41,41	3,2
Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal »	-IVe s.	Métapode	93	5,48	-21,48	15,69	42,89	3,19
Obernai « Parc d'activités économiques intercommunal »	-Ier s.	Métapode	102,6	5,26	-21,99	15,2	41,9	3,22
Venette « Le Bois de Plaisance »	-IIIe s.		31,5	4,62	-23	12,81	35,61	3,24
Villers-Aux-Nœuds « La Pâture Nord »	-IIe s.	Tibia	36,23	5,81	-22,43	13,52	37,28	3,22

Tab. annexe 3-3 Résultats des analyses IRMS des **échantillons d'épeautre de l'archéosite** « Coriobona, village gaulois) (n=18).

Parcelle	Année de récolte	Traitement	$\delta^{15}N$ (‰)	$\delta^{13}C$ (‰)	N (%)	C (%)	Rapport C/N
A	2019	Témoin	0.39	-30.26	3.44	43.98	14.92
A	2019	Témoin	1.11	-28.82	3.10	44.11	16.60
A	2019	Témoin	0.24	-29.64	3.29	44.05	15.62
A	2019	Témoin	0.20	-30.76	3.60	43.57	14.12
A	2019	Témoin	1.15	-28.87	3.46	44.02	14.84
A	2019	Témoin	0.75	-29.04	3.48	44.56	14.94
B1	2020	Parcage seul	1.91	-26.53	2.63	43.91	19.48
B1	2020	Parcage seul	2.01	-27.02	3.05	43.27	16.55
B1	2020	Parcage seul	1.85	-26.50	2.78	43.07	18.07
B1	2020	Parcage seul	1.56	-26.14	2.86	43.81	17.87
B1	2020	Parcage seul	1.80	-26.92	3.30	43.88	15.51
B1	2020	Parcage seul	1.63	-26.63	2.84	42.66	17.52
B2	2020	Fumier et parcage	3.22	-27.65	2.99	43.37	16.92
B2	2020	Fumier et parcage	2.84	-27.67	2.84	43.20	17.75
B2	2020	Fumier et parcage	2.86	-27.70	2.85	43.39	17.76
B2	2020	Fumier et parcage	3.05	-27.60	3.05	44.26	16.93
B2	2020	Fumier et parcage	3.10	-27.24	2.79	43.99	18.39
B2	2020	Fumier et parcage	2.96	-27.73	3.31	43.81	15.44

ANNEXE 4 : RÉSULTATS DES ANALYSES PAR NANOSIMS DES GRAINS D'ORGE VÊTUE

4.1. Cartes élémentaires

4.1.1. Grain frais, interface couche à aleurone/cellules sous–aleurones

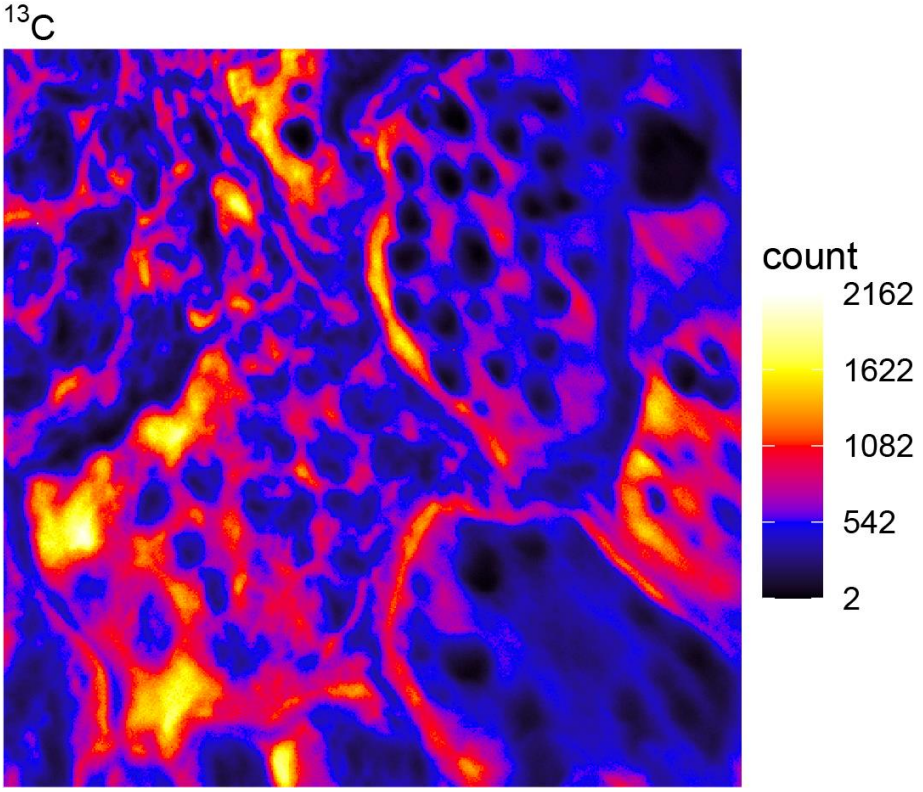

Fig. annexe 4-1 Carte de l'ion $^{13}C^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais.

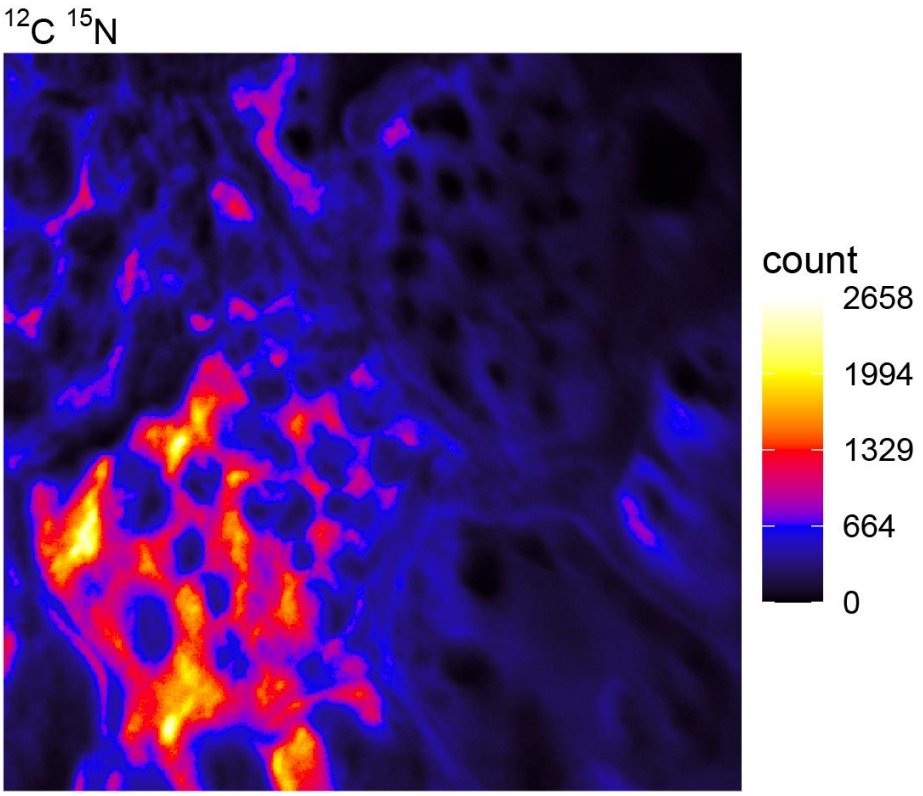

Fig. annexe 4-2 Carte de l'ion $^{12}C^{15}N^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais.

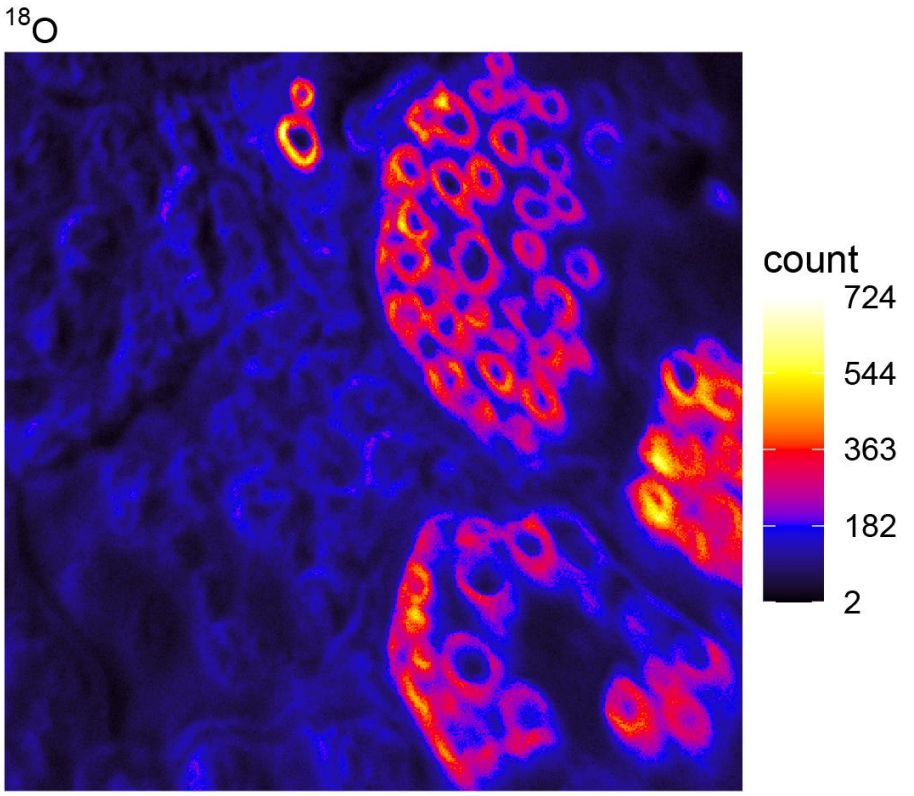

Fig. annexe 4-3 Carte de l'ion $^{18}O^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais.

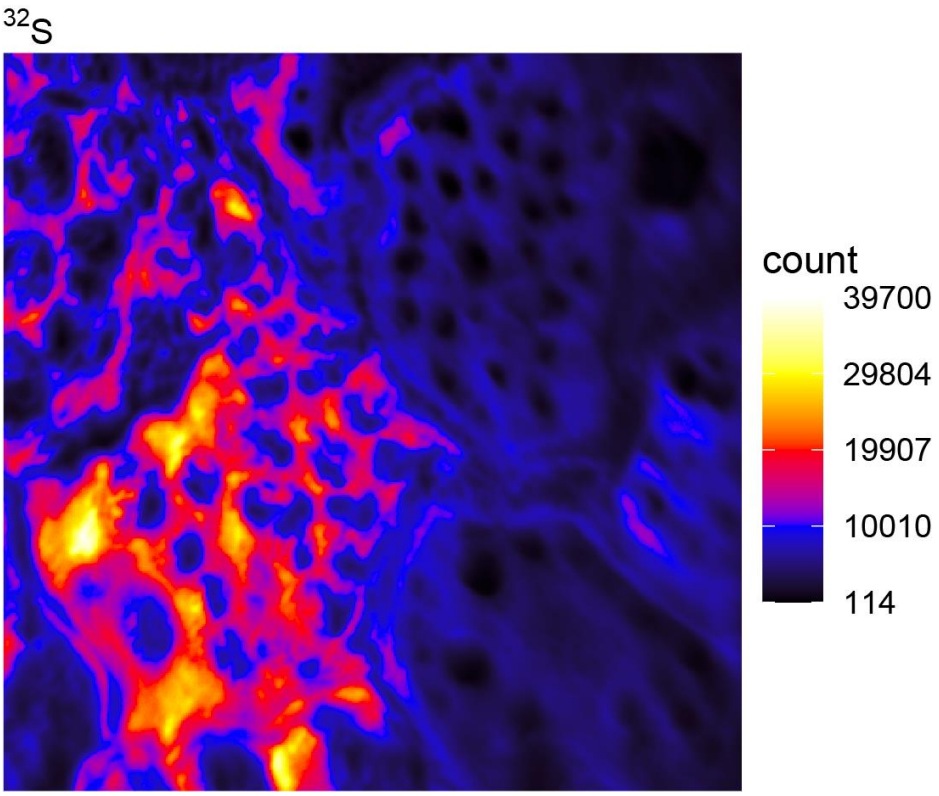

Fig. annexe 4-4 Carte de l'ion $^{32}S^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais.

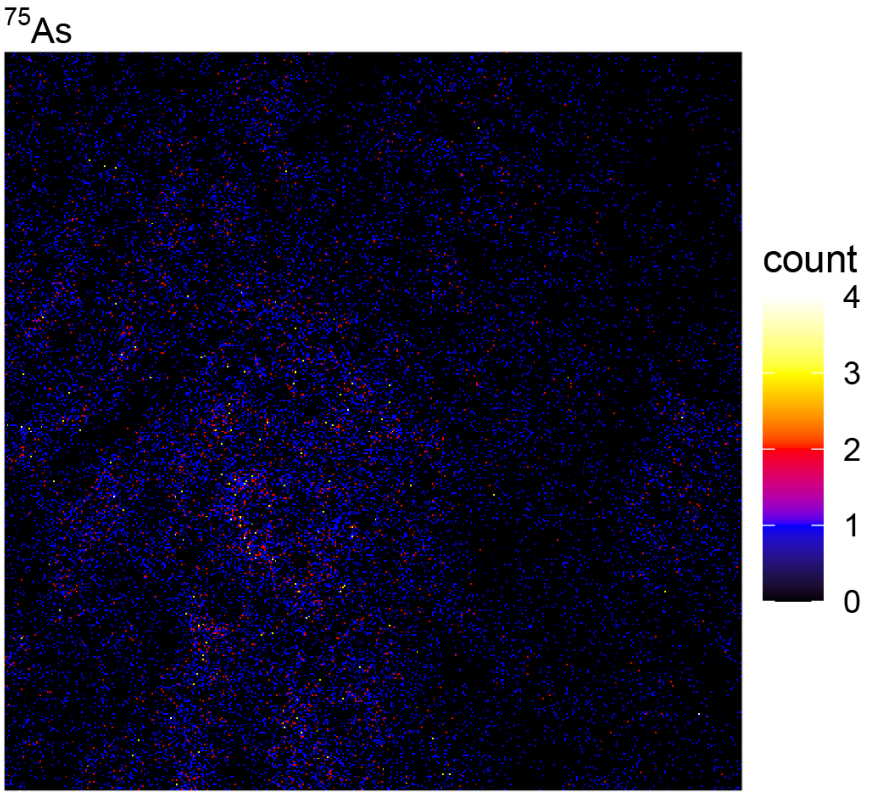

Fig. annexe 4-5 Carte de l'ion $^{75}As^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais.

4.1.2. Grain frais, cellules de l'endosperme

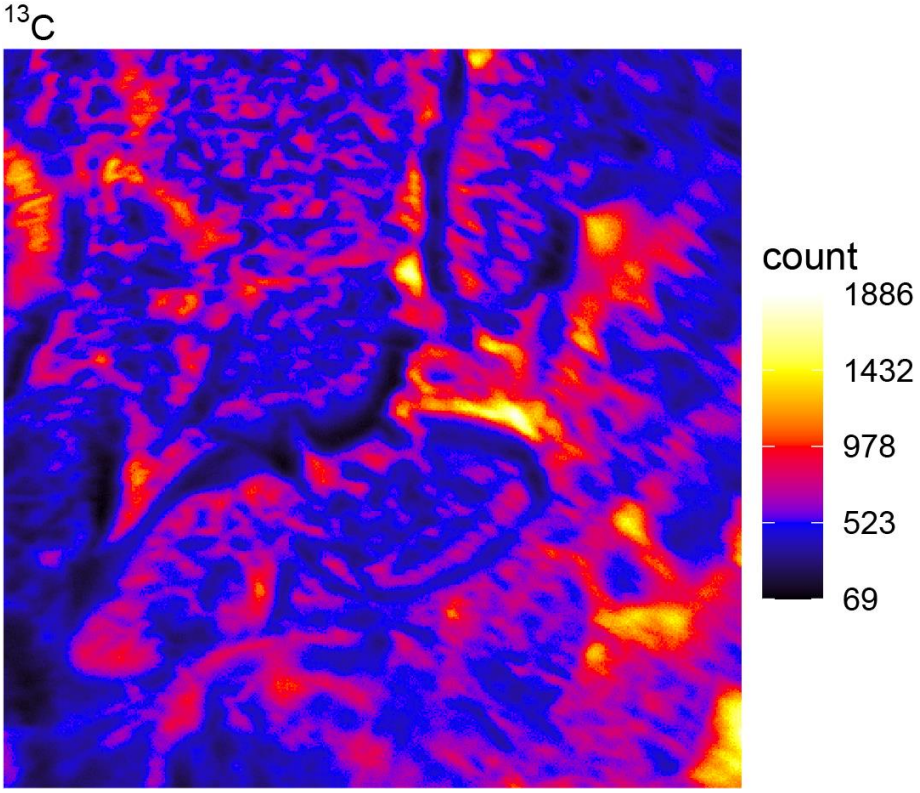

Fig. annexe 4-6 Carte de l'ion $^{13}C^-$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue frais.

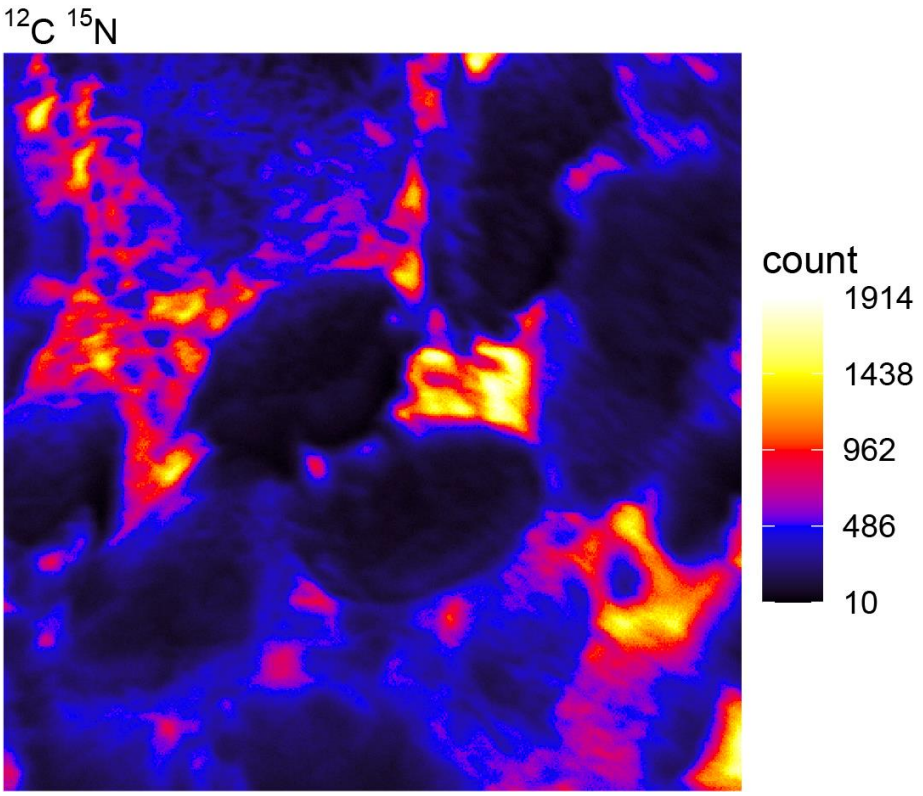

Fig. annexe 4-7 Carte de l'ion $^{12}C^{15}N^-$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue frais.

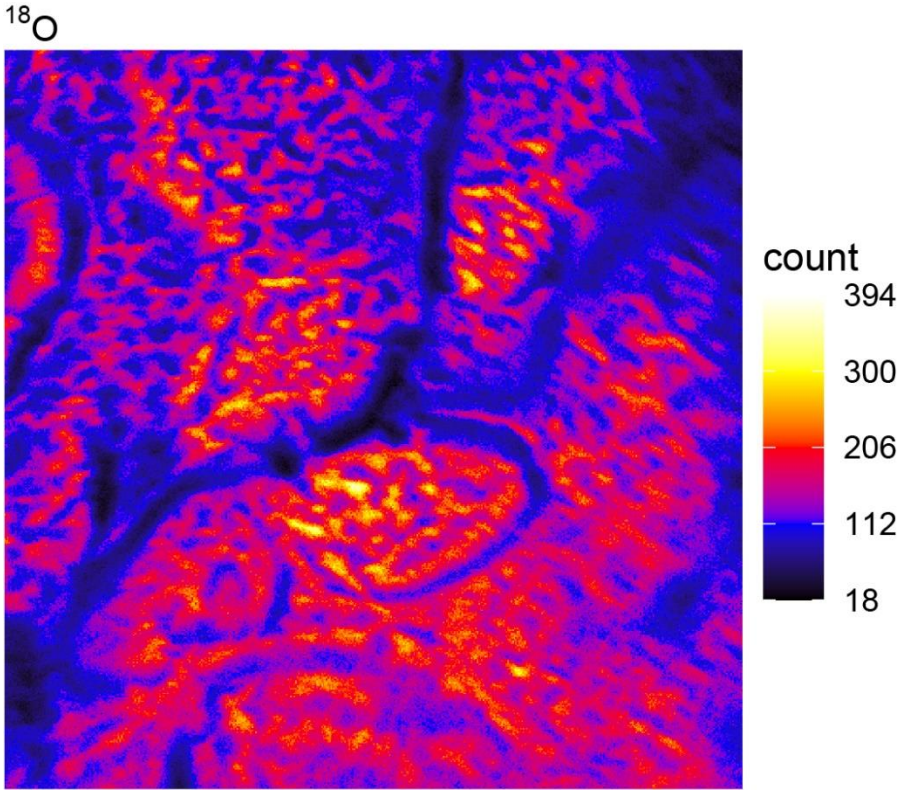

Fig. annexe 4-8 Carte de l'ion $^{18}O^-$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue frais.

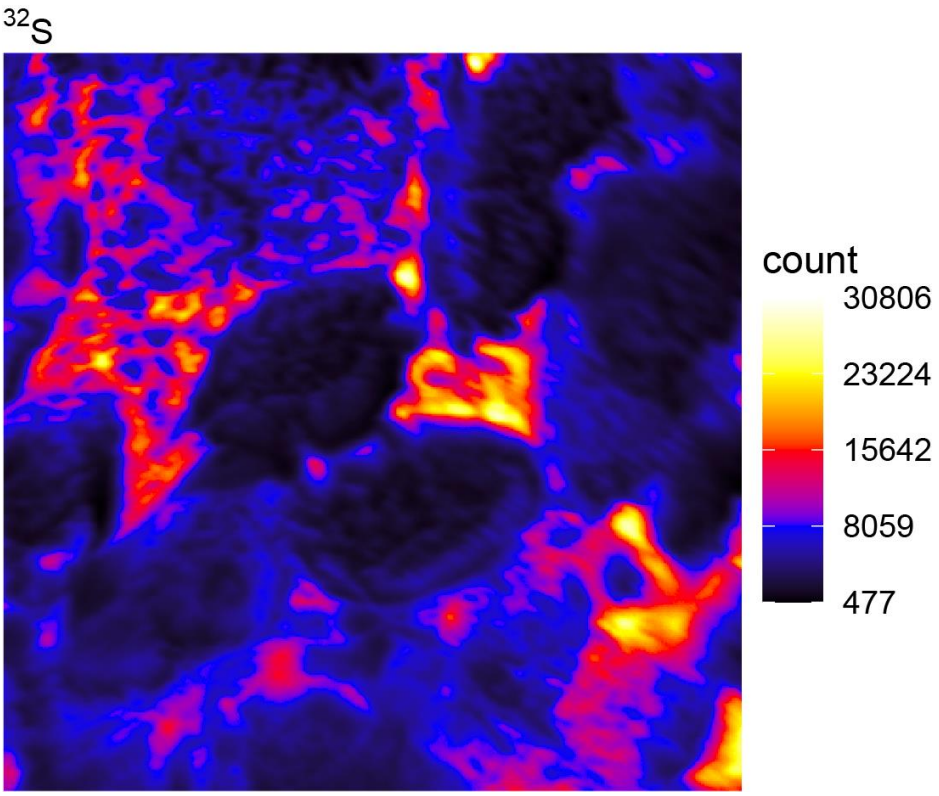

Fig. annexe 4-9 Carte de l'ion $^{32}S^-$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue frais.

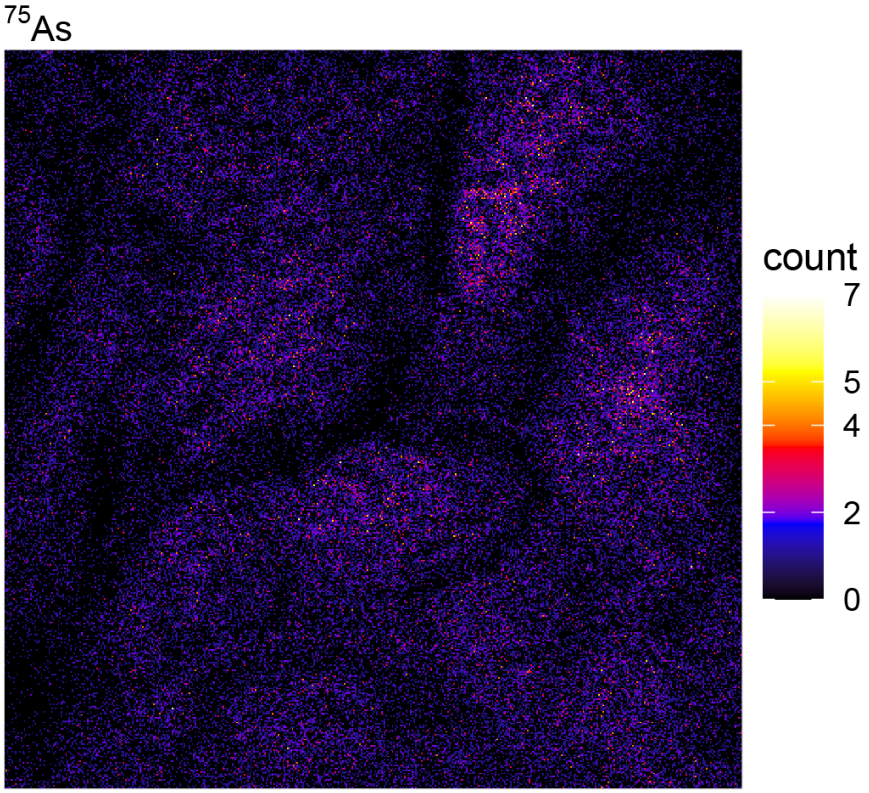

Fig. annexe 4-10 Carte de l'ion $^{75}As^-$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue frais.

4.1.3. Grain carbonisé, interface couche à aleurone/cellules sous–aleurones

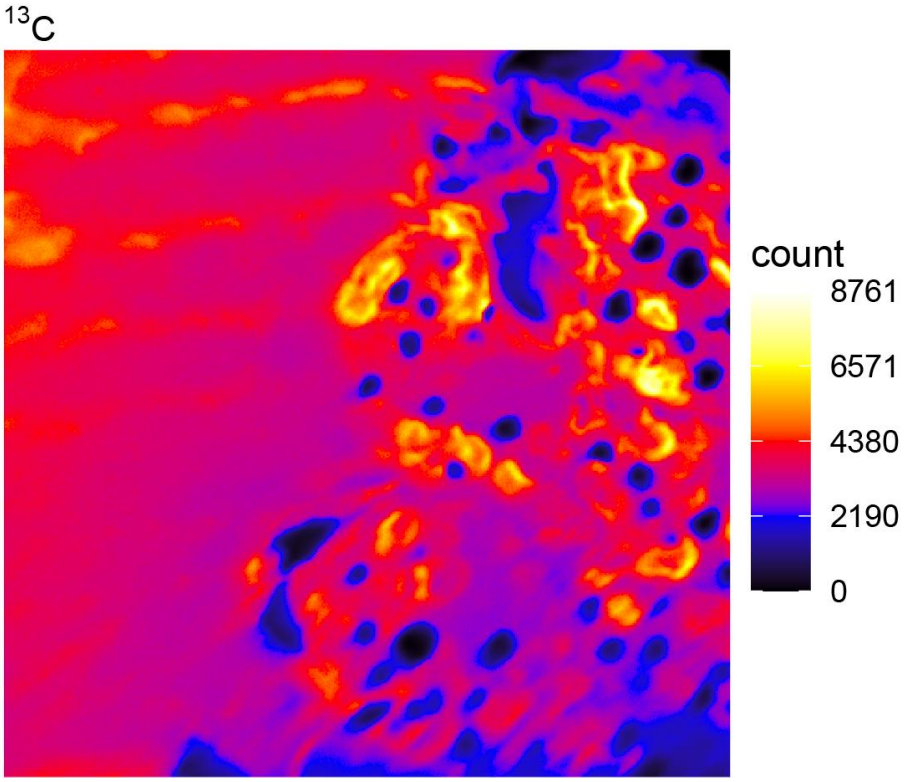

Fig. annexe 4-11 Carte de l'ion $^{13}C^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé.

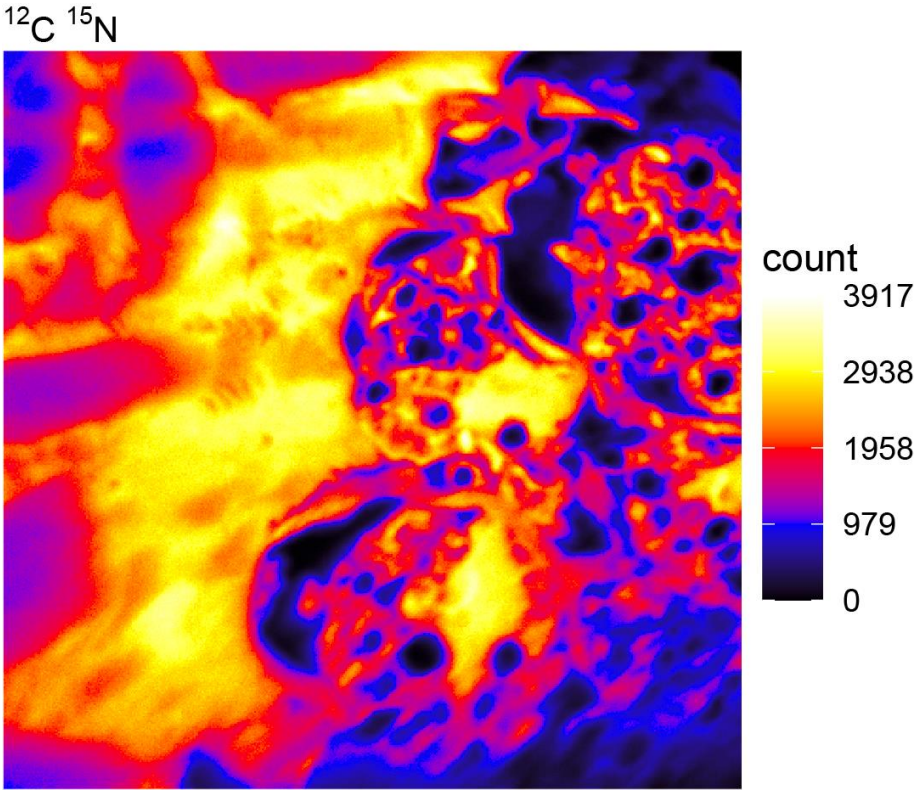

Fig. annexe 4-12 Carte de l'ion $^{12}C^{15}N^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé.

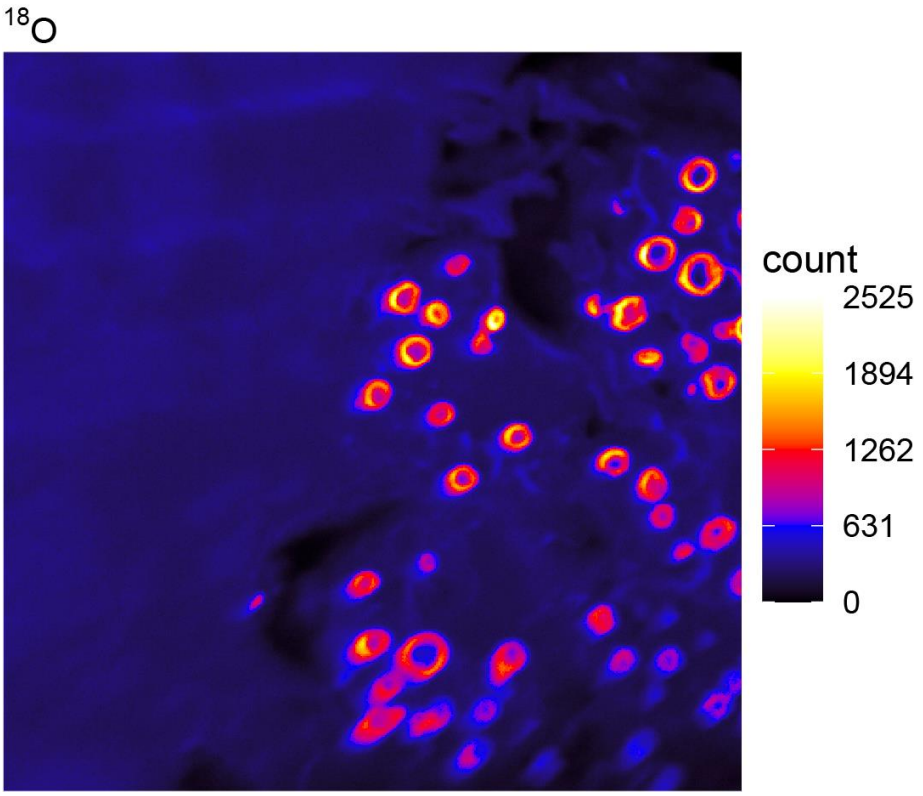

Fig. annexe 4-13 Carte de l'ion $^{18}O^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé.

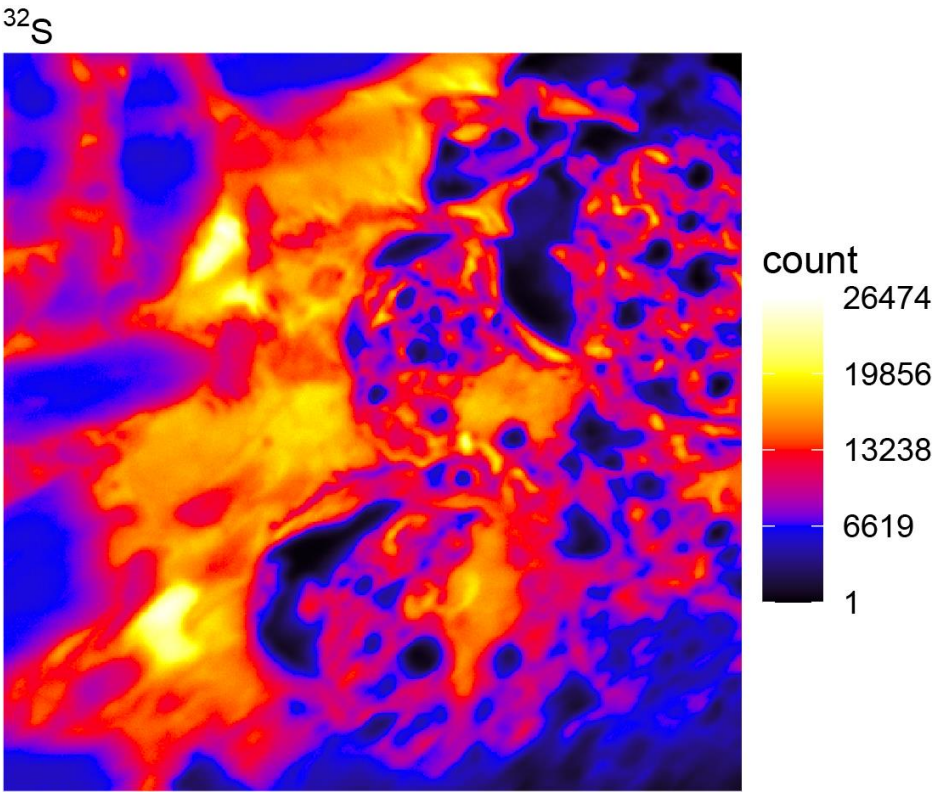

Fig. annexe 4-14 Carte de l'ion $^{32}S^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé.

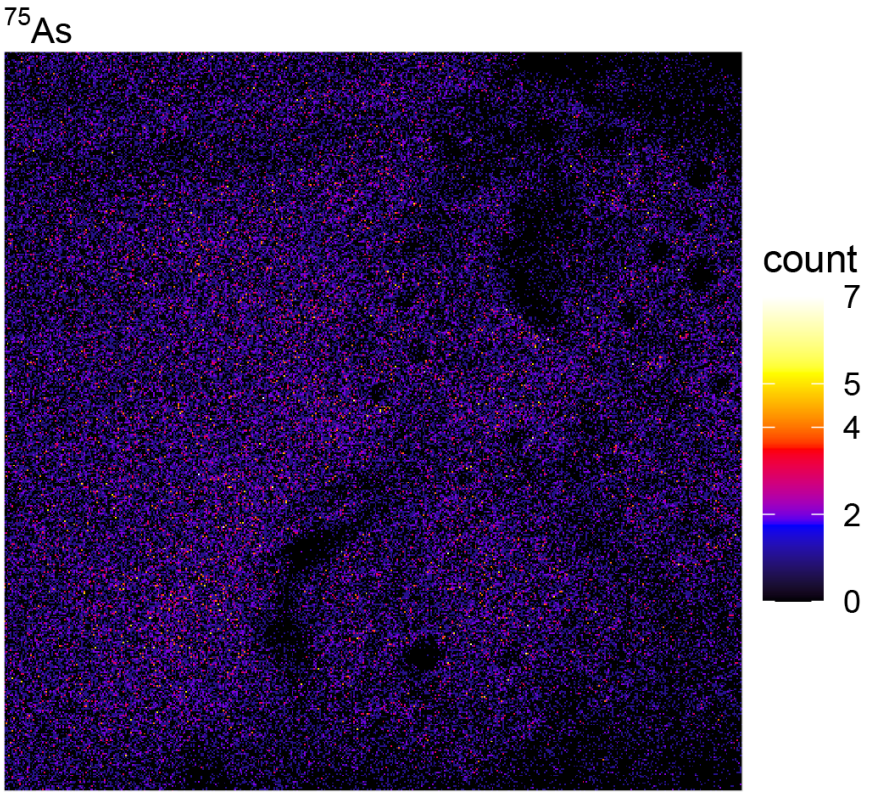

Fig. annexe 4-15 Carte de l'ion $^{75}As^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé.

4.2. Cartes des rapports élémentaires

4.2.1. Grain frais, interface couche à aleurone/cellules sous–aleurones

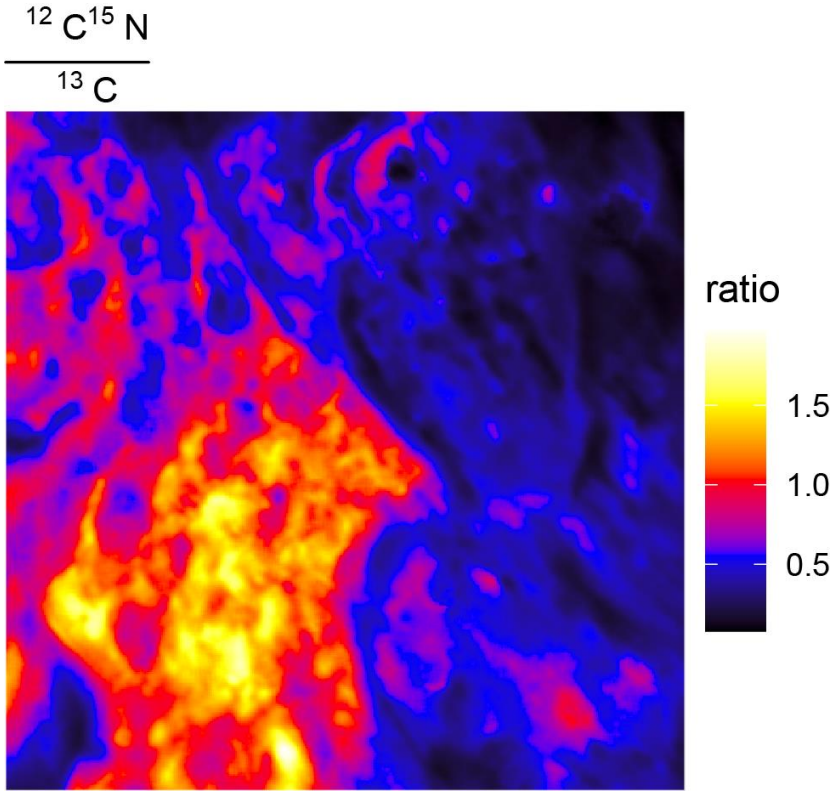

Fig. annexe 4-16 Carte du rapport $^{12}C^{15}N^{-}/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais.

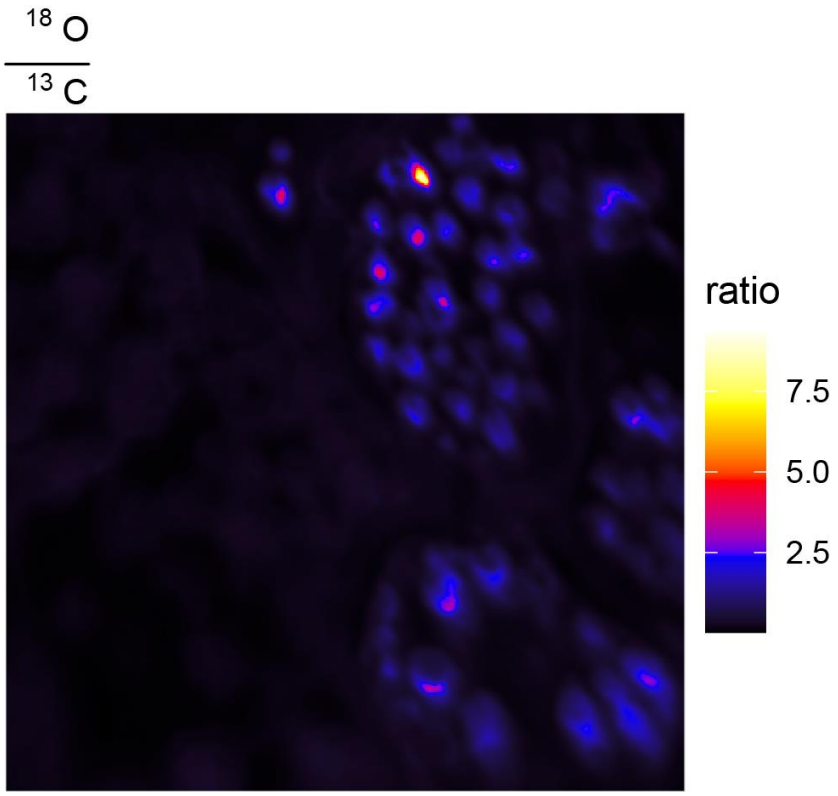

Fig. annexe 4-17 Carte du rapport $^{18}O^{-}/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais.

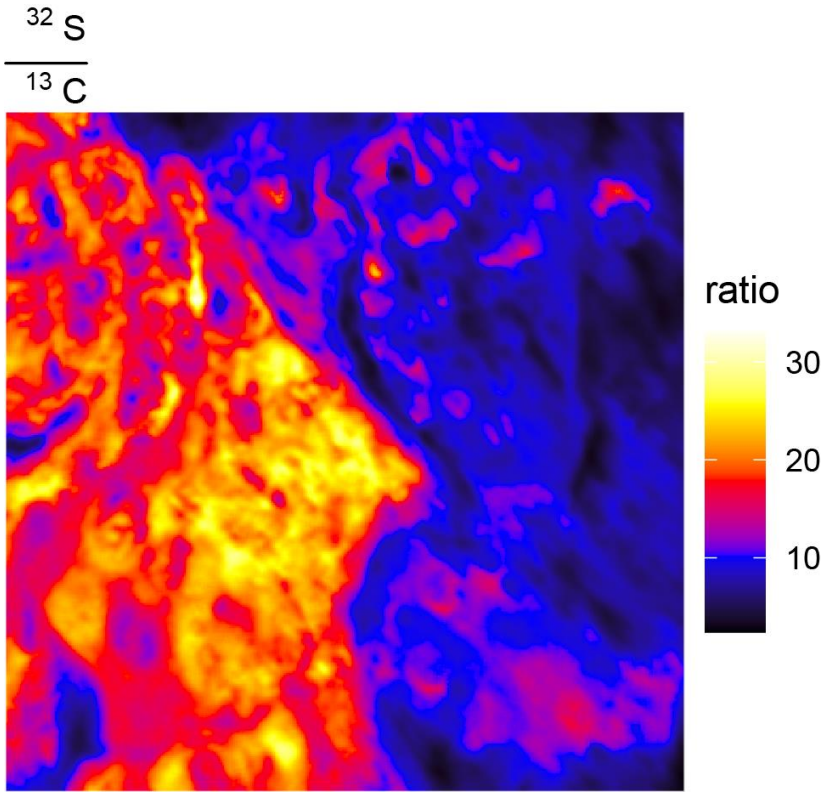

Fig. annexe 4-18 Carte du rapport $^{32}S^{-}/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais.

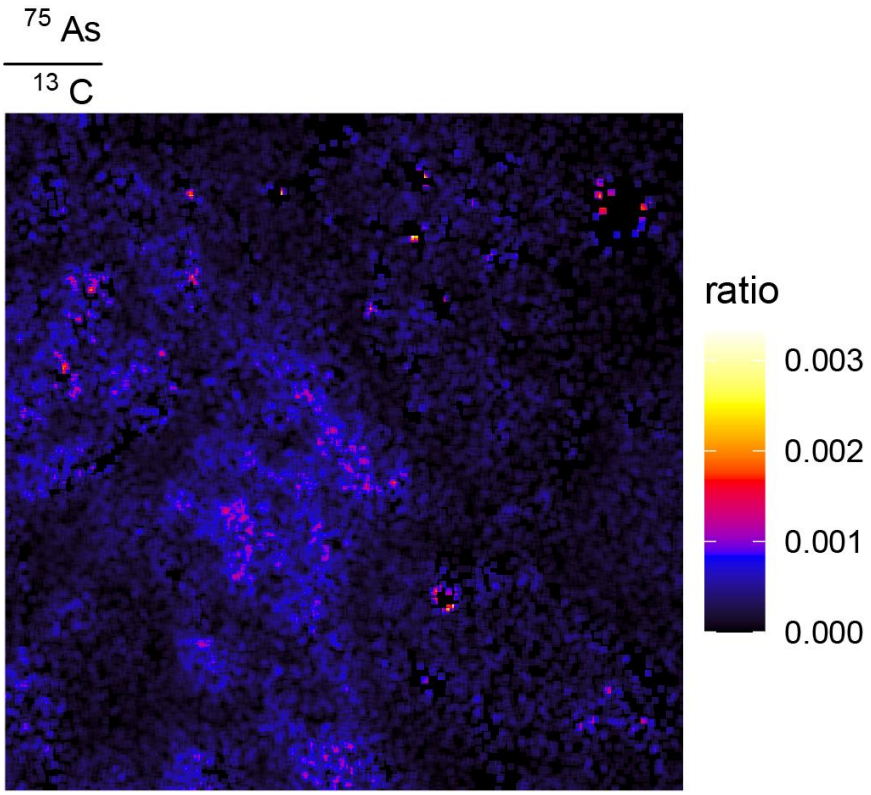

Fig. annexe 4-19 Carte du rapport $^{75}As^{-}/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais.

4.2.2. Grain frais, cellules de l'endosperme

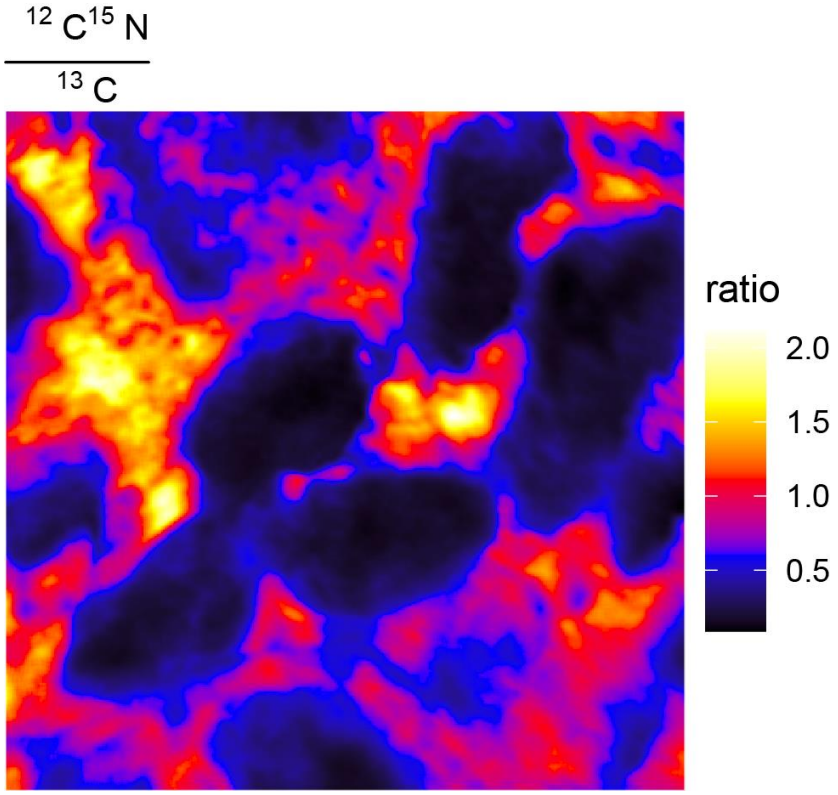

Fig. annexe 4-20 Carte du rapport $^{12}C^{15}N^{-}/^{13}C$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue carbonisé.

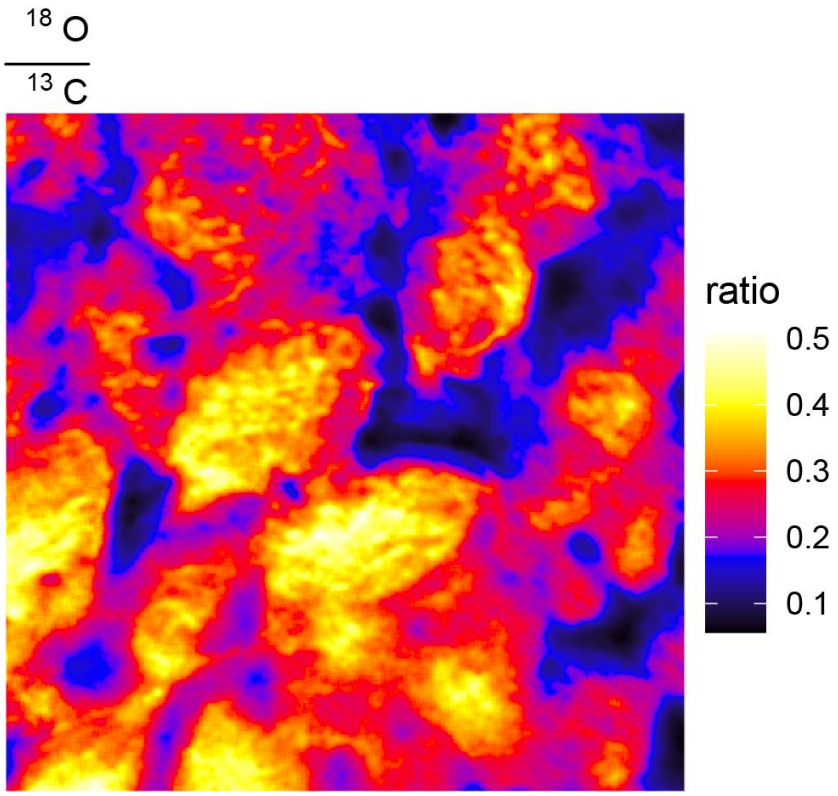

Fig. annexe 4-21 Carte du rapport $^{18}O^-/^{13}C$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue carbonisé.

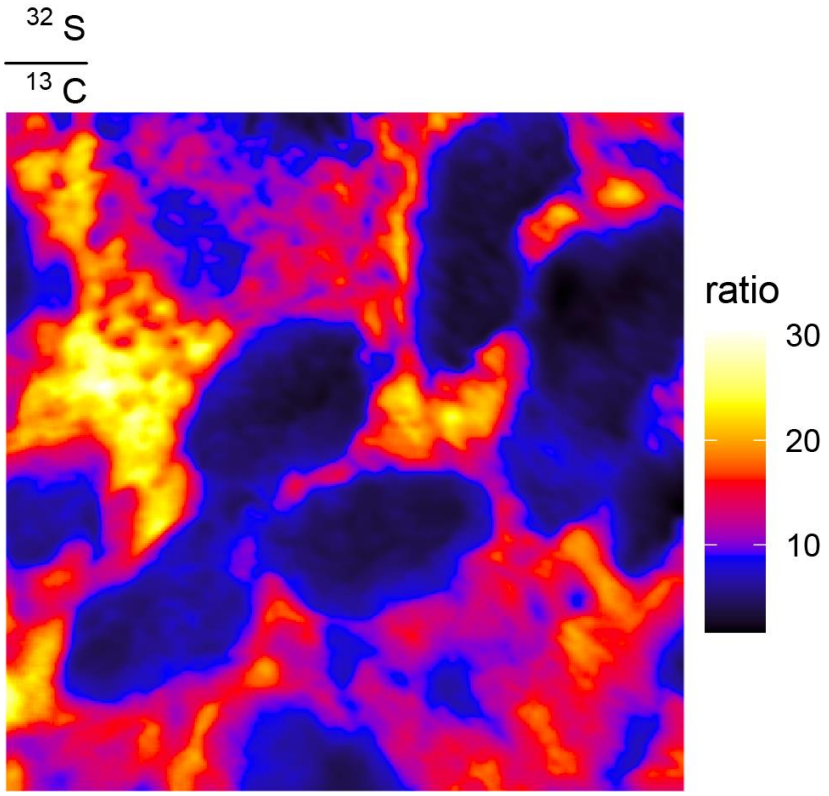

Fig. annexe 4-22 Carte du rapport $^{32}S^-/^{13}C$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue carbonisé.

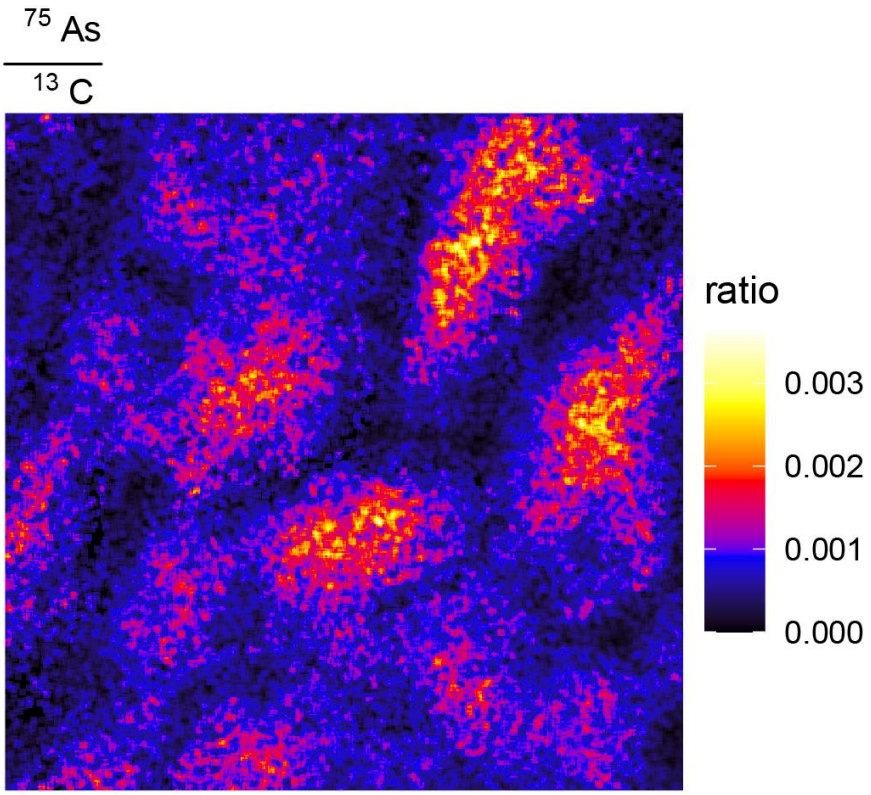

Fig. annexe 4-23 Carte du rapport $^{75}As^{-}/^{13}C$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue carbonisé.

4.2.3. Grain carbonisé, interface couche à aleurone/cellules sous–aleurones

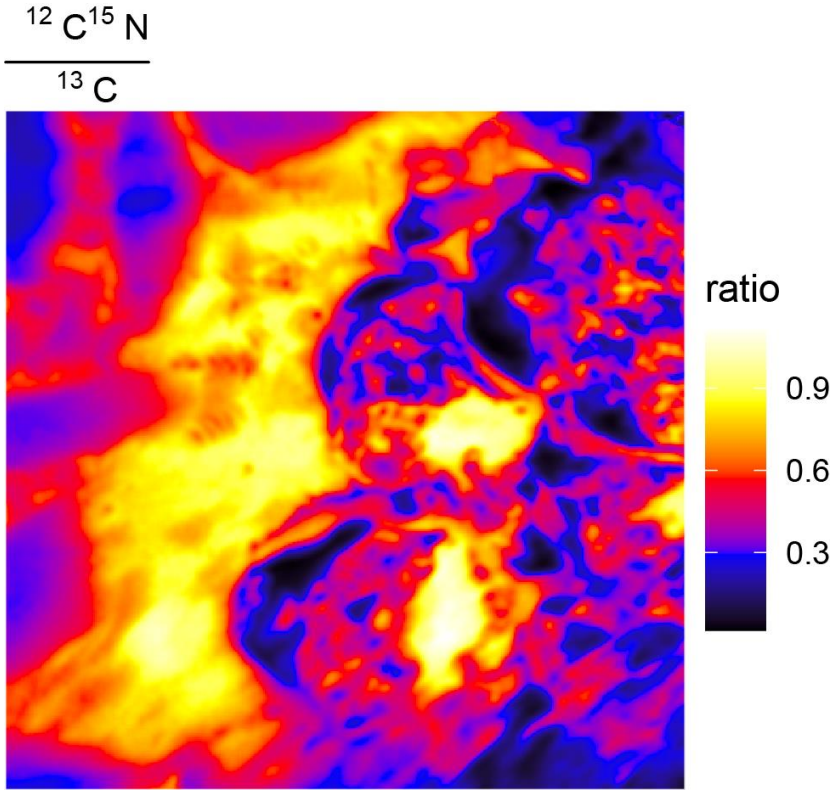

Fig. annexe 4-24 Carte du rapport $^{12}C^{15}N^{-}/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé.

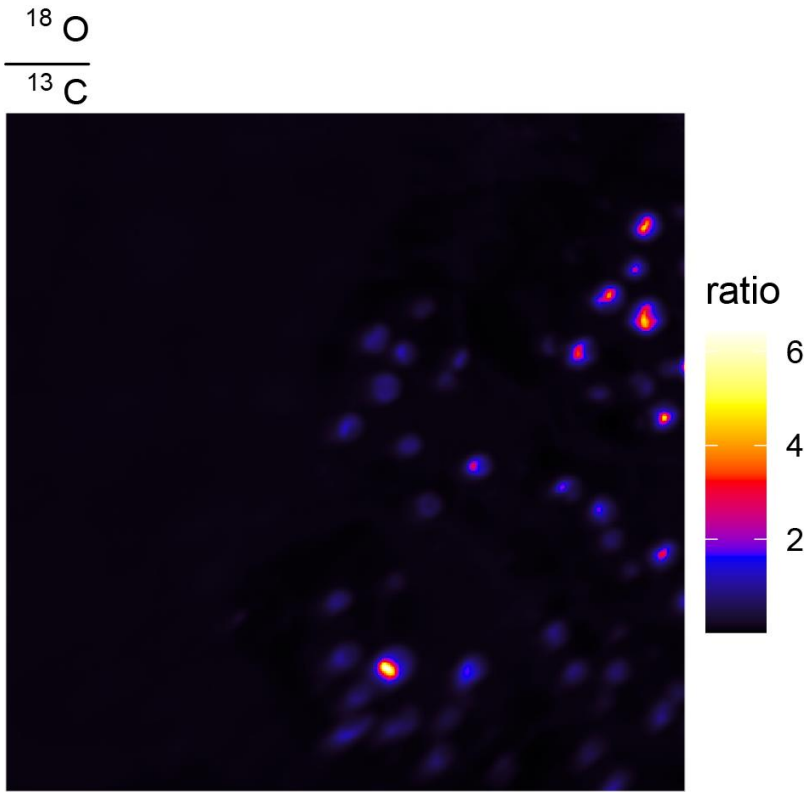

Fig. annexe 4-25 Carte du rapport $^{18}O^{-}/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé.

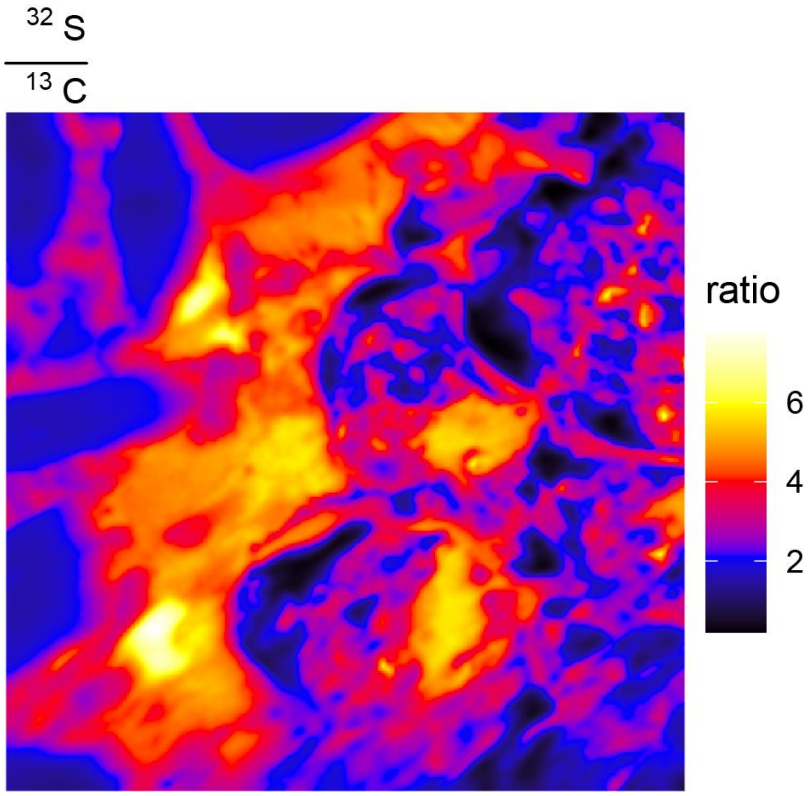

Fig. annexe 4-26 Carte du rapport $^{32}S^{-}/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé.

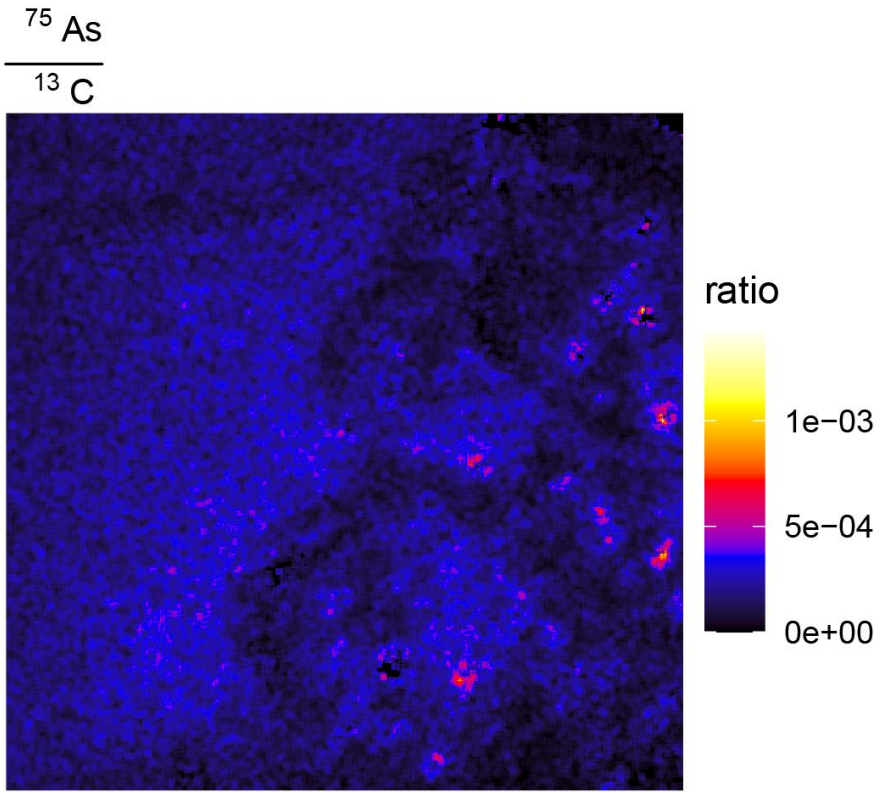

Fig. annexe 4-27 Carte du rapport $^{75}As^{-}/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé.

TABLE DES FIGURES

Chapitre 1 : État de l'art, la question historique de la fertilisation 33

Figure 1-1 Tableau III de la mosaïque de Saint-Romain-en-Gal. Photo RMN-Grand Palais (musée d'Archéologie nationale)/Michel Urtado.....38

Chapitre 2 : La fertilisation abordée par la biogéochimie 47

Figure 2-1 Estimation de l'amplitude de l'effet des facteurs environnementaux sur la valeur $\delta^{15}N$ du sol à l'échelle mondiale.....48

Figure 2-2 Valeurs de $\delta^{15}N$ dans des échantillons en vrac de céréales modernes de plusieurs années de récolte, cultivées sous différents taux de fumure dans des expérimentations agricoles de long terme.....53

Figure 2-3 Moyennes (points) et écarts-types (barres) des valeurs de $\delta^{15}N$ de plantes et du collagène osseux d'animaux.....56

Figure 2-4 Ruminants européens selon leur type d'alimentation (espèces domestiques en blanc).. 57

Figure 2-5 Schéma de la composition isotopique en azote de l'alimentation du cerf, servant de seuil de discrimination pour l'usage de fertilisation.. 59

Figure 2-6 Cartographie de l'arsenic par S-XRF (a) et par microtomographie aux rayons X (b) sur la coupe transversale de grains de riz (Meharg *et al.*, 2008, fig. 1 et S1). 68

Figure 2-7 Cartographie NanoSIMS en périphérie d'un grain de riz *(Oryza sativa)* montrant les signaux ioniques $^{16}O^-$, $^{12}C^{14}N^-$, $^{32}S^-$, $^{31}P^{16}O^-$, $^{75}As^-$ et le signal des électrons secondaires (SE). 68

Figure 2-8 Facteur de transfert de l'arsenic du sol aux plantes pour les racines et grains de riz, de blé et d'orge, issus de différentes exploitations agricoles ($[As]_{plante}/[As]_{sol}$) 69

Chapitre 3 : Corpus 71

Figure 3-1 Cartes lithologique (a), pédologique (b) et du pH des sols forestiers (c) à petite échelle et zonation du territoire d'étude (chiffres). 73

Figure 3-2 Carte des zones géographiques étudiées.....80

Figure 3-3 Datation des contextes archéologiques de chaque lot de céréales.....81

Figure 3-4 Localisation des lots de céréales par période. 82

Figure 3-5 Nombre de lots de céréales par zone géographique. 82

Figure 3-6 Nombre de lots de céréales par siècle. 83

Figure 3-7 Localisation des échantillons de cerf. Les identifiants correspondent aux sites listés ci-dessous, classés d'Ouest en Est. 84

Figure 3-8 Datation des contextes archéologiques de chaque échantillon de cerf (N=75). 84

Figure 3-9 Plan des cultures expérimentales d'épeautre. 88

Figure 3-10 Pâturage des moutons sur les futurs champs (24 aout 2019) (en haut), épandage du fumier sur la parcelle B2 à l'aide d'une houe à dents (20 nov. 2019) (en bas à gauche), parcelles B1 et B2 labourées (21 nov. 2019) (en bas au centre) et semis de l'épeautre à la volée (22 nov. 2019) (en bas à droite). 88

Figure 3-11 Fertilisation de parcelles de 3 m × 3 m avec des algues (en haut à gauche) et croissance et récolte de l'orge vêtue. Photos par P. Martin, J. Wishart et M. Blanz (Blanz, 2021). 90

Chapitre 4 : Méthodes 91

Figure 4-1 Disposition des grains d'orge vêtue pour la carbonisation. 94

Figure 4-2 Échantillon de grain d'orge carbonisé fixé à la résine dans la bague métallique portoir, installé sur le microtome manuel (à gauche) et échantillons préparés pour l'analyse MEB (à droite). 95

Figure 4-3 Règle des trois sigmas, pour le classement des céréales archéologiques par rapport à la distribution des valeurs de la flore sauvage. 99

Figure 4-4 Résultat d'une analyse discriminante ou d'une régression logistique ordinale : distribution des probabilités *a posteriori* pour chaque classe, selon le prédicteur $\delta^{15}N$. 101

Chapitre 5 : Résultats 103

Figure 5-1 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales 103

Figure 5-2 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone Massif armoricain, datés du second âge du Fer et de la période romaine 106

Figure 5-3 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone Plaine de Caen, datés du second âge du Fer et de la période romaine 106

Figure 5-4 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone Normandie, datés du second âge du Fer et de la période romaine 107

Figure 5-5 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales du second âge du Fer, issus de la zone Beauce. 107

Figure 5-6 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone centre du Bassin parisien, datés du second âge du Fer et de la période romaine 108

Figure 5-7 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone Picardie, datés du second âge du Fer et de la période romaine 108

Figure 5-8 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone Champagne crayeuse, datés du second âge du Fer et de la période romaine 109

Figure 5-9 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone du lot de céréales de la zone Lorraine, daté de la période romaine. 109

Figure 5-10 Composition isotopique en azote et discrimination isotopique du carbone des lots de céréales de la zone Vosges, datés du second âge du Fer 110

Figure 5-11 Teneurs en azote et carbone, rapport atomique C/N et composition isotopique en azote et carbone du collagène osseux de cerf pour chaque localité. 111

Figure 5-12 Teneurs en azote et carbone, rapport atomique C/N et composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre des cultures expérimentales d'Esse, « Coriobona, village gaulois ». 112

Figure 5-13 Mesures des réplicas (bleu) des échantillons analysés par Blanz *et al.* (2019) (rouge).....114

Figure 5-14 Composition isotopique en azote des échantillons de grains d'orge vêtue frais par taux de fertilisation au compost d'algues.. 116

Figure 5-15 Teneur en arsenic des échantillons de grains d'orge vêtue frais en fonction du taux de fertilisation au compost d'algues.....117

Figure 5-16 Composition isotopique en azote des échantillons de grains d'orge vêtue selon les conditions de carbonisation, par taux de fertilisation. 118

Figure 5-17 Rapport atomique C/N des échantillons de grains d'orge vêtue selon les conditions de carbonisation, par taux de fertilisation. 118

Figure 5-18 Teneur relative en arsenic des échantillons de grains d'orge vêtue selon les conditions de carbonisation, par taux de fertilisation. 119

Figure 5-19 Rapport atomique As/N des échantillons de grains d'orge vêtue selon les conditions de carbonisation, par taux de fertilisation. 120

Figure 5-20 Coupe histologique d'un caryopse d'orge vêtue *(Hordeum vulgare)*, préparées par coloration ATH, observée par microscopie optique.. 121

Figure 5-21 Images MEB des coupes transversales des grains d'orge vêtue frais (a-b) et carbonisé (c-d) fixés dans la résine et localisation des analyses NanoSIMS (cadres jaunes). 122

Figure 5-22 Cartes des ions dans deux grains d'orge vêtue. 123

Figure 5-23 Carte des rapports élémentaires des deux grains d'orge vêtue.....125

Chapitre 6 : Validations méthodologiques 127

Figure 6-1 Teneur relative en carbone et en azote des échantillons communs à la thèse et à RurLand, groupés par lots. 129

Figure 6-2 Rapport atomique C/N des échantillons communs à la thèse et à RurLand, groupés par lots. 130

Figure 6-3 Composition isotopique en carbone et en azote des échantillons communs à la thèse et à RurLand, groupés par lots.....131

Figure 6-4 Teneur en carbone et azote des grains archéologiques (ronds gris, n=649) et des grains actuels frais et carbonisés (symboles colorés, n=101) (haut) et rapport atomique C/N des grains archéologiques (gauche, n=649) et des grains actuels carbonisés (centre, n=91) et frais (droite, n=44) (bas).. 135

Figure 6-5 Rapport atomique C/N des grains archéologiques (Amidonnier, n=184 ; Blés nus, n=198 ; Épeautre, n=67 ; Orge, n=200) et des grains actuels carbonisés expérimentalement (Amidonnier, n=29 ; Blés nus, n=23 ; Engrain, n=36 ; Orge, n=28), groupés par espèce. Les données expérimentales sont issues de Fraser *et al.* (2013a), Nitsch *et al.* (2015) et de Styring *et al.* (2013). 136

Figure 6-6 Exemples de grains de céréales échantillonnés, par état visuel de préservation. Les états non illustrés n'ont pas été rencontré dans le corpus. 138

Figure 6-7 Teneurs et composition isotopiques des échantillons archéologiques selon l'état de préservation de la surface des grains.....140

Figure 6-8 Teneurs et composition isotopiques des échantillons archéologiques selon la présence de résidus sédimentaires sur les grains. 141

Figure 6-9 Teneurs et composition isotopiques des échantillons archéologiques selon la zone.....142

Figure 6-10 Teneur en azote et carbone des échantillons archéologiques (n=649). Les points noirs (n=14) ont un rapport atomique C/N inférieur à 14 (zone grise). 143

Figure 6-11 Dispersion des teneurs en azote et en carbone, du rapport atomique C/N, de valeurs de $\delta^{15}N$ et de $\delta^{13}C$, mesurée par l'écart-type des lots de céréales archéologiques (à gauche, N=113) et expérimentales (au centre et à droite, N=68). 146

Chapitre 7 : Pratiques de fertilisation anciennes : signal biogéochimique et gradient d'intensité 149

Figure 7-1 Composition isotopique en azote et en carbone par fertilisation par position topographique des grains d'épeautre des cultures expérimentales d'Esse, « Coriobona, village gaulois ».. 150

Figure 7-2 Composition isotopique en azote par site (haut) et par date (bas) du collagène osseux de cerf.. 154

Figure 7-3 Valeurs moyennes de $\delta^{15}N$ du collagène osseux de cerf du second âge du Fer et de la période romaine pour chaque localité. Les identifiants correspondent aux sites listés ci-dessous, classés d'ouest en est 154

Figure 7-4 Dispersion des valeurs de $\delta^{15}N$ du collagène de cerf archéologique et actuels (a) et valeurs de $\delta^{15}N$ des cerfs actuels de Pologne (b). 155

Figure 7-5 Composition isotopique en azote estimée de la flore consommée par les cerfs archéologiques. 156

Figure 7-6 Évolution de la taille de porcs, équidés, bovins et caprinés entre le second âge du Fer et le XVIIIe s. dans le quart nord-est de la France.. 158

Figure 7-7 Essai de reconstitution, à partir des équipements, de systèmes agraires associant l'élevage et la culture des végétaux par le stockage du fumier (traits continus) ou le déplacement du cheptel vers les emblavures (traits pontillés).....164

Figure 7-8 Cartes du rapport $^{75}As^{-}/^{13}C^{-}$ des deux grains d'orge vêtue. 171

Figure 7-9 Répartition des rapports élémentaires par région d'intérêt pour les grains d'orge vêtue frais et carbonisés. 172

Figure 7-10 Matrices des corrélations entre les cartes de rapport élémentaire, pour chaque région d'intérêt et pour les grains d'orge vêtue frais (ligne du haut) et carbonisé (bas). 172

Figure 7-11 Carte élémentaire de l'arsenic par microfluorescence X d'une coupe transversale de caryopse de riz (Lombi *et al.*, 2009, fig. 3). 174

Figure 7-12 Cartes élémentaires de micronutriments (K, Cu, Zn, Mn et Fe) par microfluorescence X d'une coupe transversale de caryopse d'orge (Lombi *et al.*, 2011, fig. 5). 174

Chapitre 8 : Gestion de la fertilité des champs au second âge du Fer et à la période romaine en Gaule.....177

Figure 8-1 Composition isotopique en azote des céréales expérimentales groupées par niveau d'intensité de fumure.. 178

Figure 8-2 Histogramme des probabilités *a posteriori* du classement basé sur les valeurs de $\delta^{15}N$ des données expérimentales (N=62).. 179

Figure 8-3 Composition isotopique en azote des lots de céréales archéologiques (N=124).. 181

Figure 8-4 Distribution des valeurs de $\delta^{15}N$ de céréales par millénaire (n=731), issus de quelques études de sites archéologiques européens. 183

Figure 8-5 Distribution des valeurs de $\delta^{15}N$ de céréales contemporaines de la thèse, issus de quelques études de sites archéologiques d'Allemagne, d'Angleterre, du Danemark et de Tchéquie. 183

Figure 8-6 Carte des zones géographiques étudiées. Les points noirs localisent les 68 sites archéologiques mobilisés. 184

Figure 8-7 Analyse factorielle des correspondances des niveaux d'intensité de fumure et des zones géographiques (N=124). 185

Figure 8-8 Analyse factorielle des correspondances des niveaux d'intensité de fumure et des siècles (N=124). 185

Figure 8-9 Analyse factorielle des correspondances des niveaux d'intensité de fumure et des espèces (N=124). 186

Figure 8-10 Distribution géographique des lots de céréales archéologiques par espèce et par période. 188

Figure 8-11 Fréquence des niveaux de fumure par espèce et par période. 189

Figure 8-12 Différences entre les valeurs de $\delta^{15}N$ des lots de céréales issus d'une même structure archéologique, par zone et par période. 191

Figure 8-13 Différences entre les valeurs de $\delta^{15}N$ des lots de céréales de différentes espèces, issus de différentes structures archéologiques d'une même phase. 195

Figure 8-14 Différences entre les valeurs de $\delta^{15}N$ des lots de céréales d'une même espèce issus de différentes structures archéologiques d'une même phase. 197

Figure 8-15 Composition isotopique en azote des lots de céréales, par espèce et par date. 201

Figure 8-16 Composition isotopique en azote des lots de céréales, par siècle. 202

Figure 8-17 Dispersion des valeurs de $\delta^{15}N$ des lots de céréales, par siècle et par espèce. 202

Figure 8-18 Composition isotopique en azote des lots de céréales, par espèce et par période. 203

Figure 8-19 Composition isotopique en azote des lots de blés nus du Bassin parisien au sens large, par date (N=33). 204

Figure 8-20 Composition isotopique en azote des lots de céréales, par zone et par période. 205

Figure 8-21 Composition isotopique en azote des lots de céréales, par zone et par date. 206

Figure 8-22 Fréquence des niveaux de fumure des lots de céréales, par zone et par période. 207

Figure 8-23 Distribution géographique des lots d'amidonnier du second âge du Fer. 210

Figure 8-24 Distribution géographique des lots d'orge vêtue du second âge du Fer. 210

Figure 8-25 Composition isotopique en azote des lots de céréales du centre du Bassin parisien, par espèce et par période. 212

Figure 8-26 Composition isotopique en azote des lots de céréales de Prasville « Les Grandes Canettes », Prasville « Vers Chesnay », Ymonville « Les Hyèbles » (a), de Bretteville-l'Orgueilleuse « Le Bas des Prés » (b), de Palaiseau « Les Trois Mares » (c) et de Épiais-lès-Louvres « La Grande Fosse » (d), par date. 214

Figure 1. Location of the sites in their archaeological environment (a) and phased plans of Prasville "Les Grandes Canettes" (b), Prasville "Vers Chesnay" (c) and Ymonville "Les Hyèbles" (d). 218

Figure 2. Silo dating and site periodisation. 223

Figure 3. Plot of $\delta^{15}N$ and $\delta^{13}C$ of archaeological grains, grouped by archaeobotanical deposit. 225

Figure 4. $\delta^{15}N$ of archaeological grains, grouped by grain group. Each point is one sample of 10 grains.. 226

Figure S1.1 Location of the sites providing deer bone collagen samples. 238

Figure S2.1. $\delta^{13}C$ of archaeological grains, grouped by grain group. Each point is one sample of 10 grains. 242

Figure 8-27 Discrimination isotopique du carbone des lots de céréales par espèce, toutes régions et époques confondues. 248

Figure 8-28 Exemples de grains germés (vue dorsale). À gauche : épeautre de Saint-Quentin « Le Bois de Cambronne » (photo V. Matterne). À droite : épeautre de Amiens « ZAC Cathédrale » (photo S. Ben Makhad). 249

Figure 8-29 Discrimination isotopique du carbone des lots de céréales par espèce, selon leur état de germination. 250

Figure 8-30 Discrimination isotopique du carbone des lots de céréales par zone et par genre. 251

Figure 8-31 Discrimination isotopique du carbone des lots de céréales, par zone et par date. 252

Figure 8-32 Reconstitution des précipitations d'avril à juin. 253

Figure 8-33 Carte des précipitations, d'après les données annuelles et mensuelles de référence (1976-2005) du modèle climatique ALADIN (Centre National de Recherches Météorologiques, 2015). 254

Figure 8-34 Précipitations actuelles par site archéologique, groupés par zone. 254

Figure 8-35 Discrimination isotopique du carbone des lots de céréales par quantité de précipitations. 255

TABLE DES TABLEAUX

Chapitre 1 : État de l'art, la question historique de la fertilisation 33

Tableau 1-1 Nombre d'études utilisant les isotopes stables de l'azote sur matériel carpologique, par période et région.....45

Chapitre 3 : Corpus 71

Tableau 3-1 Liste des sites étudiés.....76

Tableau 3-2 Listes des sites ayant fourni des restes de cerf.....85

Tableau 3-3 Cultures d'épeautre sur les parcelles de « Coriobona, village gaulois ».....87

Chapitre 4 : Méthodes.....91

Tableau 4-1 Paramètres de l'ICP-MS.....97

Chapitre 5 : Résultats 103

Tableau 5-1 Résumé des compositions isotopiques en azote ($\delta^{15}N$), en carbone ($\delta^{13}C$) et de discrimination isotopique du carbone ($\Delta^{13}C$) de céréales archéologiques datées du second âge du Fer, groupées par zone d'étude et par espèce.....104

Tableau 5-2 Résumé des compositions isotopiques en azote ($\delta^{15}N$), en carbone ($\delta^{13}C$) et de discrimination isotopique du carbone ($\Delta^{13}C$) de céréales archéologiques datées de la période romaine, groupées par zone d'étude et par espèce.. 105

Tableau 5-3 Résumé des compositions isotopiques et des teneurs en azote et carbone des grains d'épeautre des cultures expérimentales d'Esse, « Coriobona, village gaulois » : 113

Tableau 5-4 Teneurs relatives en arsenic des échantillons de grains d'orge vêtue des cultures expérimentales d'Écosse publiés par Blanz *et al.* (2019) et de leurs réplicas. 114

Tableau 5-5 Résumé des teneurs relatives en arsenic, azote et carbone et des rapports atomiques As/C, As/N et C/N des grains d'orge vêtue carbonisés des cultures expérimentales d'Écosse.).....115

Chapitre 6 : Validations méthodologiques 127

Tableau 6-1 Comparaison des échantillons communs à la thèse et à RurLand.....132

Tableau 6-2 Résumé des teneurs en azote et carbone et du rapport C/N des céréales archéologiques et expérimentales 136

Tableau 6-3 Résultat (valeur p) du test t de Student par comparaison par paire du rapport atomique C/N des espèces de céréales archéologiques. 137

Tableau 6-4 Liste des lots de céréales archéologiques ayant des valeurs d'écart-type extrêmes d'après la Figure 6-11. 147

Chapitre 7 : Pratiques de fertilisation anciennes : signal biogéochimique et gradient d'intensité 149

Tableau 7-1 Résumé des mesures de composition isotopique du collagène osseux de cerf du second âge du Fer et de la période romaine 153

Chapitre 8 : Gestion de la fertilité des champs au second âge du Fer et à la période romaine en Gaule.....177

Tableau 8-1 Valeurs de $\delta^{15}N$ des niveaux d'intensité de fumure, d'après les deux méthodes employées.....180

Tableau 8-2 Effectif des lots de céréales archéologiques (N=124), classés par niveaux d'intensité de fumure.....180

Tableau 8-3 Comparaison des lots de céréales issus du même contexte archéologique. Les ligne en gras soulignent les différences significatives selon le test de Wilcoxon mené sur les échantillons des lots.. 191

Tableau 8-4 Résumé des comparaisons des paires de lots de céréales issus d'une même structure archéologique.....193

Tableau 8-5 Comparaison des lots de céréales de différentes espèces, issus de différentes structures archéologiques d'une même phase.....196

Tableau 8-6 Résumé des comparaisons des paires de lots de céréales issus de différentes espèces, issus de différentes structures archéologiques d'une même phase.....197

Tableau 8-7 Comparaison des lots de céréales de même espèce, issus de différentes structures archéologiques d'une même phase.....198

Table 1. Stable nitrogen and carbon isotope values of cereal grains analysed for each grain group.....226

Table 2. Results of the linear mixed-effects models ($\delta^{15}N$), with taxon and period as fixed effects and grain group as a random effect. 227

Table 3. Results of the Wilcoxon rank-sum test, comparing the taxa by archaeobotanical deposit. 227

Table 4. Results of the Wilcoxon rank-sum test, comparing the grain groups from different stratigraphic units of the same silo F 1001 228

Table S1.1 Stable nitrogen isotope ratios of deer bone collagen from Palaiseau and Jouars-Pontchartrain 237

Table S2.1. Stable nitrogen and carbon isotope values of cereal grains analysed for each grain group. 243

Table S2.2. Results of the linear mixed-effects model ($\Delta^{13}C$), with taxon and period as fixed effects and grain group as a random effect. 244

Table S2.3. Results of the Wilcoxon rank-sum test, comparing the taxa by archaeobotanical deposit. 244

Table S2.4. Results of the Wilcoxon rank-sum test, comparing the grain groups from different stratigraphic units of the same silo F 1001. 244

Tableau 8-8 Résultat (valeur p) du test t de Student par comparaison par paire du $\Delta^{13}C$ des espèces de céréales archéologiques (correction de Holm). 248

Tableau 8-9 Comparaison des valeurs de $\Delta^{13}C$ des espèces de céréales archéologiques groupées en deux régions, par genre botanique. 251

Tableau 8-10 Coefficient de corrélation (r) et de détermination (R^2) entre les valeurs de $\Delta^{13}C$ et les précipitations, par genre. 255

TABLE DES FIGURES (ANNEXES)

Annexe 2 : Résultats par sites (figures) 305

Fig. annexe 2-2 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge, de blés nus et d'épeautre du sondage 5260 de La Mézière, « Lignes de la Gonzée ». 306

Fig. annexe 2-3 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge de la structure F 2211 de Moulay, « Oppidum du Mesnil ».....306

Fig. annexe 2-4 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de l'US 1008 de Plérin, « Centre Hélio-Marin ».....307

Fig. annexe 2-5 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus STRUCTURE de Rennes, « Beauregard-Quincé ».....307

Fig. annexe 2-6 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre du silo 795, d'orge du silo 939 et d'amidonnier du silo 1228 de Bretteville-l'Orgueilleuse. .308

Fig. annexe 2-7 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge du silo 37 de Clinchamps-Sur-Orne, « Liaison D. 562A à D. 41 ».....309

Fig. annexe 2-8 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la cave ST 1228 de Hérouvillette, « Déviation RD 513 ».....310

Fig. annexe 2-9 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge des silo 118 et 113 de Mondeville, « L'étoile I ».....311

Fig. annexe 2-10 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier du silo 282 de Mondeville, « L'étoile II, Site III ».....311

Fig. annexe 2-11 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de la structure ST 61 de Mosles, « La Pièce du Pressoir ».....312

Fig. annexe 2-12 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge du fossé ST 6 de Saint-Martin-De-Fontenay, « Le Grand Barberie ».....312

Fig. annexe 2-13 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge du fossé ST 6 de Saint-Martin-De-Fontenay, « Le Grand Barberie ».....313

Fig. annexe 2-14 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge du fossé ST 5 de Saint-Désir, « Le Castelier ».....314

Fig. annexe 2-15 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge du four US 1258 de Sées, « Rues des Ardrillers »....314

Fig. annexe 2-16 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier, de blés nus, d'épeautre er d'orge des structures ST 1041 et ST 1042 de Morigny-Champigny, « Saint-Phallier ».....315

Fig. annexe 2-17 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et de blés nus des silos 800 et 801 de Poupry, « Vers Artenay 1 ».....316

Fig. annexe 2-18 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier du silo F180 de Prasville, « Les Grandes Canettes »....316

Fig. annexe 2-19 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et de blés nus des silo F1121, F1251 et F4096 de Prasville, « Vers Chesnay »....317

Fig. annexe 2-20 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier, de blés nus et d'orge des silo F1001, F1006 et F1071, F1221, F2057 et F3149 de Ymonville, « Les Hyèbles ».....318

Fig. annexe 2-21 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier, de blés nus et d'orge du silo 103 de Bailly, « Le Merisier ouest ».....319

Fig. annexe 2-22 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure ST 134437 de Barcy, « Marais de Narcy ».....320

Fig. annexe 2-23 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure ST 2287 de Bonneuil-En-France, « La Fontaine Plamond ». 320

Fig. annexe 2-24 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge de la fosse ST 2 de Chambly, « La Marnière ».....321

Fig. annexe 2-25 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge du silo ST 30 de Chambry, « ZAC Griffon »....322

Fig. annexe 2-26 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge du grenier 62 de Ciry-Salsogne, « Le Bruy »....322

Fig. annexe 2-27 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre et d'orge de Compiègne, « Le Fond Pernant ».....323

Fig. annexe 2-28 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et de blés nus de Épiais-Lès-Louvres, « La Grande Fosse ». 324

Fig. annexe 2-29 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier, de blés nus et d'orge de Gonesse, « ZAC des Tulipes Nord ». 325

Fig. annexe 2-30 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus et d'orge du bâtiment 2 de Houdan, « Les Brosses ». 326

Fig. annexe 2-31 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus et d'orge de la structure ST 21015 de Jouars-Pontchartrain, « Ferme d'Ithe ».....326

Fig. annexe 2-32 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus et d'orge de la structure ST 8 de Limé, « Les Fussis ». 327

Fig. annexe 2-33 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus et d'orge de la structure ST 34 de Louvres, « Le Vieux Moulin ». 327

Fig. annexe 2-34 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier, de blés nus et d'orge de Mareuil-Lès-Meaux, « Rocade sud-ouest de Meaux ».....328

Fig. annexe 2-35 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus et d'orge de la structure ST 2518 de Meaux, « Rue St-Faron ».....329

Fig. annexe 2-36 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure ST 3081 Mitry-Mory, « La Villette aux Aulnes Est ».....329

Fig. annexe 2-37 Composition isotopique des blés nus de Palaiseau, « Les Trois Mares ». 330

Fig. annexe 2-38 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure ST 1102-19 de Paris, « Sorbonne ». 330

Fig. annexe 2-39 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'épeautre de Roissy-En-France, « Le Dessus de la Rayonnette ».....331

Fig. annexe 2-40 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier du silo ST 864 d'Ablaincourt-Pressoir, « La Sole de Deniécourt ». 332

Fig. annexe 2-41 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus d'Amiens, « Bd Belfort ». 333

Fig. annexe 2-42 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre d'Amiens, « ZAC Cathédrale ».....333

Fig. annexe 2-43 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de la structure ST 2 de Bettencourt-Saint-Ouen, « site 8.1 ». 334

Fig. annexe 2-44 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre de la structure ST 92 de Bohain-En-Vermandois, « Au-delà du Moulin Mayeux ».....335

Fig. annexe 2-45 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la structure ST 1682 de Conchil-Le-Temple, « Fond de la Commanderie ». 336

Fig. annexe 2-46 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre de la structure ST 271 de Croixrault, « La Dériole ». 337

Fig. annexe 2-47 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la structure ST 282 de Eaucourt-Sur-Somme, « Les Monts Bergeron ». 337

Fig. annexe 2-48 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la structure ST 282 de Eaucourt-Sur-Somme, « Les Monts Bergeron ». 338

Fig. annexe 2-49 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure ST 1004 de Gauville, « Le Bout de la Rue du Bois ».....338

Fig. annexe 2-50 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de la structure ST 823 de Méaulte, « Plateforme aéro-industrielle ». 339

Fig. annexe 2-51 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la structure ST 85 de Morvillers-Saint-Saturnin, « La Chaude vallée ».....340

Fig. annexe 2-52 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la structure ST 402 de Saint-Quentin, « Le Bois de Cambronne ». 340

Fig. annexe 2-53 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge des trous de poteau 4014 et4015 de Saint-Quentin, « La Potence I ». 341

Fig. annexe 2-54 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de Thieulloy-L'Abbaye. 342

Fig. annexe 2-55 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre et d'orge des silos 3396 et 4424 de Acy-Romance, « La Warde ». 343

Fig. annexe 2-56 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de Thieulloy-L'Abbaye. 344

Fig. annexe 2-57 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre de la structure P 18 de Bétheny, « Les Équiernolles ». 344

Fig. annexe 2-58 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de la structure de ST 2040 de Bussy-Le-Château, « Le Bout des Forces ». 345

Fig. annexe 2-59 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de la structure de ST 386 de Cuperly, « La Perte ». 345

Fig. annexe 2-60 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre de la structure ST 1278 de Reims, « La Fosse aux Fromages ». 346

Fig. annexe 2-61 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure ST 115 de Reims, « rue Rockefeller ». 346

Fig. annexe 2-62 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge la structure ST 108 de Saint-Gibrien, « Le Dessus du Vieux Pont ».....347

Fig. annexe 2-63 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier et d'orge de Tagnon, « La Fricassée ».....347

Fig. annexe 2-64 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de la structure ST 74 de Torvilliers, « Le Petit Désert ». 348

Fig. annexe 2-65 Composition isotopique en azote et carbone des grains de blés nus de la structure de ST 1000 de Varennes-Sur-Seine, « La Justice ».....348

Fig. annexe 2-66 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'amidonnier de la structure de ST 7002 de Villers-Aux-Nœuds, « La Pâture Nord ». 349

Fig. annexe 2-67 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'épeautre de la structure ST 2189 de Liéhon, « Larry ».....350

Fig. annexe 2-68 Composition isotopique en azote et carbone des grains d'orge de Duntzenheim, « Sonnenrain ». 351

Annexe 4 : Résultats des analyses par NanoSIMS des grains d'orge vêtue 367

Fig. annexe 4-1 Carte de l'ion $^{13}C^{-}$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais. 367

Fig. annexe 4-2 Carte de l'ion $^{12}C^{15}N^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais. 368

Fig. annexe 4-3 Carte de l'ion $^{18}O^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais. 368

Fig. annexe 4-4 Carte de l'ion $^{32}S^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais. 369

Fig. annexe 4-5 Carte de l'ion $^{75}As^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais. 369

Fig. annexe 4-6 Carte de l'ion $^{13}C^-$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue frais. 370

Fig. annexe 4-7 Carte de l'ion $^{12}C^{15}N^-$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue frais. 371

Fig. annexe 4-8 Carte de l'ion $^{18}O^-$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue frais.....371

Fig. annexe 4-9 Carte de l'ion $^{32}S^-$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue frais. 372

Fig. annexe 4-10 Carte de l'ion $^{75}As^-$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue frais. ..372

Fig. annexe 4-11 Carte de l'ion $^{13}C^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé. 373

Fig. annexe 4-12 Carte de l'ion $^{12}C^{15}N^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé. 374

Fig. annexe 4-13 Carte de l'ion $^{18}O^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé. 374

Fig. annexe 4-14 Carte de l'ion $^{32}S^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé. 375

Fig. annexe 4-15 Carte de l'ion $^{75}As^-$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé. 375

Fig. annexe 4-16 Carte du rapport $^{12}C^{15}N^-/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais. 376

Fig. annexe 4-17 Carte du rapport $^{18}O^-/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais. 377

Fig. annexe 4-18 Carte du rapport $^{32}S^-/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais. 377

Fig. annexe 4-19 Carte du rapport $^{75}As^-/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue frais. 378

Fig. annexe 4-20 Carte du rapport $^{12}C^{15}N^-/^{13}C$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue carbonisé. 379

Fig. annexe 4-21 Carte du rapport $^{18}O^-/^{13}C$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue carbonisé. 380

Fig. annexe 4-22 Carte du rapport $^{32}S^-/^{13}C$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue carbonisé. 380

Fig. annexe 4-23 Carte du rapport $^{75}As^{-}/^{13}C$ dans l'endosperme d'un grain d'orge vêtue carbonisé. 381

Fig. annexe 4-24 Carte du rapport $^{12}C^{15}N^{-}/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé. 382

Fig. annexe 4-25 Carte du rapport $^{18}O^{-}/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé.....383

Fig. annexe 4-26 Carte du rapport $^{32}S^{-}/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé.....383

Fig. annexe 4-27 Carte du rapport $^{75}As^{-}/^{13}C$ au niveau de l'interface de la couche à aleurone et des cellules sous–aleurones d'un grain d'orge vêtue carbonisé.....384

TABLE DES TABLEAUX (ANNEXES)

Annexe 1 : Résultats des standards des analyses IRMS.....301

Tab. annexe 1-1 Résumé des analyses des standards pour l'étude des échantillons de céréales archéologiques.....301

Tab. annexe 1-2 Résumé des analyses des standards pour l'étude des échantillons de collagène osseux.....302

Tab. annexe 1-3 Résumé des analyses des standards pour l'étude des échantillons d'épeautre de Coriobona.....302

Tab. annexe 1-4 Résumé des analyses des standards pour l'étude des échantillons d'orge vêtue d'Écosse.....303

Annexe 3 : Tableaux de résultats des analyses IRMS 353

Tab. annexe 3-1 Résultats des analyses IRMS des lots de céréales archéologiques (N=124). Valeur moyenne ± 1 écart-type. 354

Tab. annexe 3-2 Résultats des analyses IRMS du collagène osseux de cerf archéologique (n=35).....364

Tab. annexe 3-3 Résultats des analyses IRMS des échantillons d'épeautre de l'archéosite « Coriobona, village gaulois) (n=18). 366

RÉSUMÉS

RÉSUMÉ

Stratégies de fertilisation des champs durant le second âge du Fer et la période romaine (VIe siècle avant notre ère – Ve siècle de notre ère) dans la moitié nord de la France, témoignage direct des restes céréaliers par l'approche biogéochimique.

Le développement économique des sociétés du second âge du Fer et de la période romaine en Gaule s'est appuyé sur la transformation des systèmes agricoles. Grâce aux centaines d'études carpologiques accumulées depuis une quarantaine d'années, l'évolution des productions végétales et les pratiques culturales de ces périodes sont globalement bien documentées pour la moitié nord de la France. L'augmentation des productions agricoles, nécessaire à l'accompagnement du phénomène urbain et à l'essor du commerce, est passé par la diversification des régimes de culture, avec le développement de systèmes extensifs et qui se traduit par une évolution dans la gestion des modes de fertilisation des sols exploités et par la mise en valeur de sols de toutes catégories.

Cette thèse explore les techniques de fertilisation organique à l'échelle des récoltes, à l'aide des méthodes de la biogéochimie. Les analyses isotopiques de l'azote ($\delta^{15}N$) renseignent le taux de matière organique du sol et l'emploi de fumier. Les analyses ont été réalisées sur un corpus de 124 prélèvements, correspondant à 6490 grains de céréales archéologiques (blé amidonnier, blé épeautre, blés nus et orge vêtue), issus de 68 sites archéologiques, de toute la moitié nord de la France et datés du VIe siècle avant notre ère au Ve siècle de notre ère. Elles montrent une pratique généralisée de la fertilisation des champs. La fertilisation a pu être effectuée à l'aide de fumier récolté dans les étables ou dans les enclos à bétail, par le parcage mobile des troupeaux sur les champs ou par l'apport de diverses matières compostées, employés en quantités modérées. Au sein des établissements, les champs ont été soumis à des pratiques contrastées : certains étaient fertilisés intensément, tandis que d'autres l'étaient moins voire pas du tout. Des différences régionales sont notées, en particulier pour la Champagne crayeuse, où les agriculteurs ont eu bien moins recours à la fumure qu'ailleurs. Les évolutions chronologiques ne sont pas encore claires. Les valeurs de $\delta^{15}N$ de l'orge vêtue et de l'épeautre sont assez dispersées, reflétant une grande diversité dans la fertilité des sols cultivés accueillant ces céréales. La diversification des régimes de fertilisation des blés nus et de l'amidonnier n'intervient qu'à partir des IIe–Ier siècle avant notre ère. Ces observations sont en accord avec la mise en place de l'extensification des cultures perçue par les études carpologiques, en particulier celles fondées sur les flores adventices. Les différences interspécifiques se manifestent aussi au travers des traitements appliqués aux blés nus, beaucoup plus fréquemment fertilisés, en comparaison des trois autres céréales, et ce, à partir du tournant de notre ère, au moment où ces cultures connaissent leur plein essor.

En parallèle de la fertilisation à l'aide de fumier, les agriculteurs du littoral ont potentiellement recours au compost d'algues. L'arsenic est le marqueur biogéochimique pressenti pour attester une fertilisation aux algues à partir des grains de céréales archéologiques. Les premiers jalons d'un protocole d'analyse ont été posés dans cette thèse dans le but de tester la fiabilité du marqueur. Cette approche exploratoire requérait une validation de la méthode sur grains carbonisés, avant une application aux grains archéologiques.

Mots clés : Fertilisation, Carpologie, Biogéochimie, Archéologie agraire, Âge du Fer, Antiquité

ABSTRACT

Field fertilisation strategies during the Second Iron Age and the Roman period (6th century BCE - 5th century CE) in the northern half of France, direct evidence from cereal remains using the biogeochemical approach.

The economic development of the societies of the Second Iron Age and the Roman period in Gaul was based on the transformation of the agricultural system. Thanks to hundreds of archaeobotanical studies carried out over the last forty years, the evolution of crop productions and cultivation practices is generally well documented for the northern half of France. The increase in crop production, necessary to accompany the urban phenomenon and the development of trade, was achieved through the diversification of cropping regimes, with the development of extensive systems, which is reflected in the evolution of soil fertility management and the exploitation of various soil types.

This doctoral thesis explores organic fertilisation technics at the harvest scale, through biogeochemical methods. Stable nitrogen isotope analyses ($\delta^{15}N$) inform on the level of soil organic matter and the use of manure. The analyses were conducted on a corpus of 124 cereal groups (6490 grains) (emmer, spelt, free-threshing wheats and hulled barley), from 68 archaeological sites in the northern half of France and dated from the 6th century BCE to the 5th century CE. The results show a widespread practice of field fertilisation. Fertilisation may have been carried out using manure from stables or dungyards, through mobile penning of livestock in the fields or with various other waste organic matter, used in moderate quantities. Within each settlement, the fields were subjected to contrasting practices: some were fertilised, other less or not at all. Regional differences are noted, particularly for the chalky Champagne region, where farmers used far less manure than elsewhere. Chronological evolutions are not yet clear. The $\delta^{15}N$ values of barley and spelt are rather scattered, reflecting a great diversity in soil fertility. The diversification of the fertilisation regimes of free-threshing wheats and emmer only occurred from the 2nd–1st centuries BCE. These observations are consistent with the extensification of cultivation suggested by the archaeobotanical studies (weed ecology). Interspecific differences can also be seen in the treatments applied to free-threshing wheats, which were more commonly fertilised than the other three cereals, from the 1st century CE, when these crops were in full expansion.

In parallel to fertilisation with manure, coastal farmers potentially use seaweed compost. It is proposed to use arsenic in archaeological cereal grain as a biogeochemical marker of kelp fertilisation. The first steps of an analysis protocol were implemented in this doctoral thesis, in order to test the reliability of the marker. This exploratory approach required validation of the method on charred grains, before application to archaeological grains.

Keywords: Fertilisation, Archaeobotany, Biogeochemistry, Agrarian archaeology, Iron Age, Antiquity

Automne, Tableau XXV de la mosaïque de Saint-Romain-en-Gal. Photo RMN-Grand Palais (musée d'Archéologie nationale)/
Michel Urtado, modifiée par Sammy Ben Makhad
(Quatrième de couverture)