

Analyses isotopiques du carbone (^{13}C) du collagène des restes de faune de Reute-Schorrenried

DOROTHÉE DRUCKER et HERVÉ BOCHERENS

Contexte de l'étude

La présente étude a consisté à étudier l'habitat des grands herbivores sauvages et domestiques du site néolithique de Reute-Schorrenried à l'aide des teneurs en isotopes stables du carbone ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$) mesurées dans le collagène des ossements. Cette approche a déjà été utilisée avec succès pour d'autres sites d'Europe occidentale de la fin du Pléistocène et de l'Holocène et permet indirectement de lier l'activité humaine et les habitats disponibles dans le paysage.

Principes

Les teneurs en isotopes stables du carbone des tissus fossilisés des vertébrés sont utilisées depuis une trentaine d'années comme des marqueurs de l'alimentation et de l'environnement des individus analysés. En effet, les concentrations relatives en isotope stable des végétaux dépendent des conditions de leur développement. Les teneurs relatives en isotopes stables des plantes sont enregistrées lors de leur consommation dans les tissus des herbivores puis de leurs prédateurs. Le support de cet enregistrement le plus utilisé pour les ossements archéologiques est le collagène, protéine majoritaire de l'os.¹

Les teneurs en ^{13}C du collagène des herbivores permettent de distinguer les milieux de prélèvement (milieu terrestre ou aquatique, milieu tropical ou tempéré) et le type de plantes consommées (plantes à photosynthèse en C_3 comme les graminées de milieux tempérés et les feuilles d'arbres, plantes à photosynthèse en C_4 comme certaines plantes tropicales herbacées). Dans le contexte qui nous intéresse, la végétation est composée exclusivement de plantes à mode de photosynthèse dite en C_3 (la première molécule formée comprend 3 atomes de carbone) à la différence des plantes tropicales dont la photosynthèse est dite en C_4 (la première molécule formée comprend 4 atomes de carbone). Au sein des plantes en C_3 , les plantes de sous-bois dense sont soumises à l'effet conjoint d'un recyclage du carbone plus intense et d'un ensoleillement plus faible que les plantes de prairies ou que celles de la canopée. Cet effet de la canopée s'exprime par des teneurs en ^{13}C plus basses des végétaux présents en milieu dit fermé par rapport aux végétaux de milieu dit ouvert. Ainsi, les herbivores s'alimentant dans un habitat à couvert forestier dense présentent des teneurs en ^{13}C du collagène plus faibles que les herbivores s'alimentant en milieu plus ouvert de type steppe ou boisement clairsemé.²

1 par exemple AMBROSE 1991; BOCHERENS/DRUCKER 2005.

2 voir DRUCKER et al. 2003 et 2008.

Matériel et méthode

Des échantillons osseux d'espèces domestiques (*Bos taurus* et *Ovis aries*) et sauvages (*Equus* sp., *Cervus elaphus* et *Capreolus capreolus*) ont été prélevés en vue de l'extraction du collagène pour l'analyse isotopique.

Avant d'effectuer l'analyse isotopique du collagène, une estimation de la conservation quantitative de cette protéine majoritaire du squelette est réalisée afin de sélectionner les échantillons adéquats pour ce type d'étude.³ La conservation quantitative du collagène dans les restes échantillonnés est estimée à partir de la quantité d'élément azote présent dans l'os (N_{os}). En effet, l'azote contenu dans les ossements provient de la fraction organique constituée quasi exclusivement de collagène. Ainsi, par comparaison avec la quantité initiale d'azote de l'os ($4,4 \pm 0,5$ % du poids de l'os), il est possible d'évaluer la quantité de collagène conservé.

L'analyse élémentaire de la quantité d'azote est réalisée sur les échantillons réduits en poudre après nettoyage à l'eau distillée et à l'acétone. La mesure est réalisée sur quelques milligrammes de poudre d'os dans un analyseur élémentaire CHN.

L'extraction de collagène est effectuée sur 200 à 500 mg de poudre d'os selon la quantité de matière organique encore présente dans l'os. Après une première étape de déminéralisation dans de l'acide chlorhydrique, le résidu insoluble récupéré après filtration est soumis à un bain de soude pour éliminer les acides humiques et certains lipides. Enfin, le nouveau résidu récupéré après filtration est placé à haute température dans une solution légèrement acide afin de solubiliser le collagène récupéré sous forme de gélatine. Le collagène ainsi purifié est lyophilisé pour pouvoir être manipulé et analysé pour les isotopes stables.⁴

L'analyse isotopique nécessite moins d'un milligramme de collagène et est réalisée sur un analyseur élémentaire de type NC 2500 connecté à un spectromètre de masse isotopique en flux continu de type Thermo Quest Delta+XL au département de géochimie de l'université de Tübingen. Les signatures isotopiques du carbone sont exprimées relativement au standard international V-PDB sous la notation « δ », selon la formule suivante :

$$\delta^{13}\text{C} = \left(\frac{{}^{13}\text{C}/{}^{12}\text{C}_{\text{échantillon}}}{{}^{13}\text{C}/{}^{12}\text{C}_{\text{référence}}} - 1 \right) \times 1000 \text{ (‰)}, \text{ avec une précision de mesure de } \pm 0,1\text{‰}.$$

Résultats et discussion

Les quantités d'azote de l'os mesurées (N_{os}) varient de 3,6 à 5% (voir Tableau 1). Ces pourcentages sont très proches voire identiques à ceux trouvés pour des os actuels et indiquent donc une excellente conservation de la matière organique dans les ossements de ce site.

Les collagènes extraits présentent des teneurs en carbone et en azote comparables à celles trouvées dans un collagène standard non altéré. Par ailleurs, les rapports atomiques C/N sont tous compris entre 2,9 et 3,6, ce qui garantit la fiabilité géochimique des collagènes extraits et analysés.⁵

Les valeurs de $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ des restes de faune analysés sont comprises entre -22,9 et -20,5‰ (Fig. 1). Les espèces domestiques comme le bœuf (*Bos taurus*) et le mouton (*Ovis aries*) présentent des teneurs en ^{13}C significativement plus élevées que les espèces sauvages comme le cerf (*Cervus elaphus*) et le chevreuil (*Capreolus capreolus*). Sur les trois individus de cheval (*Equus* sp.) analysés, deux ont fourni des valeurs de $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ comparables aux cervidés sauvages, c'est-à-dire inférieures à -22‰. Le troisième individu présente une valeur de $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ supérieure à -22‰ comme celles trouvées pour les espèces domestiques.

3 voir BOCHERENS et al. 2005b.

4 voir BOCHERENS et al. 1997.

5 DENIRO 1985.

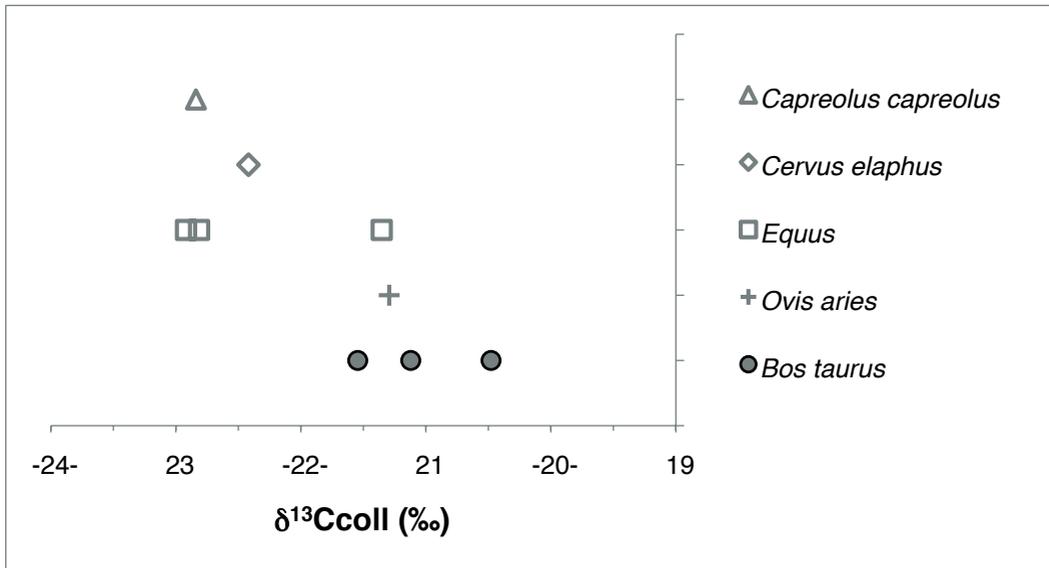


Fig. 1: Valeurs de $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ des restes de faune de Reute-Schorrenried.

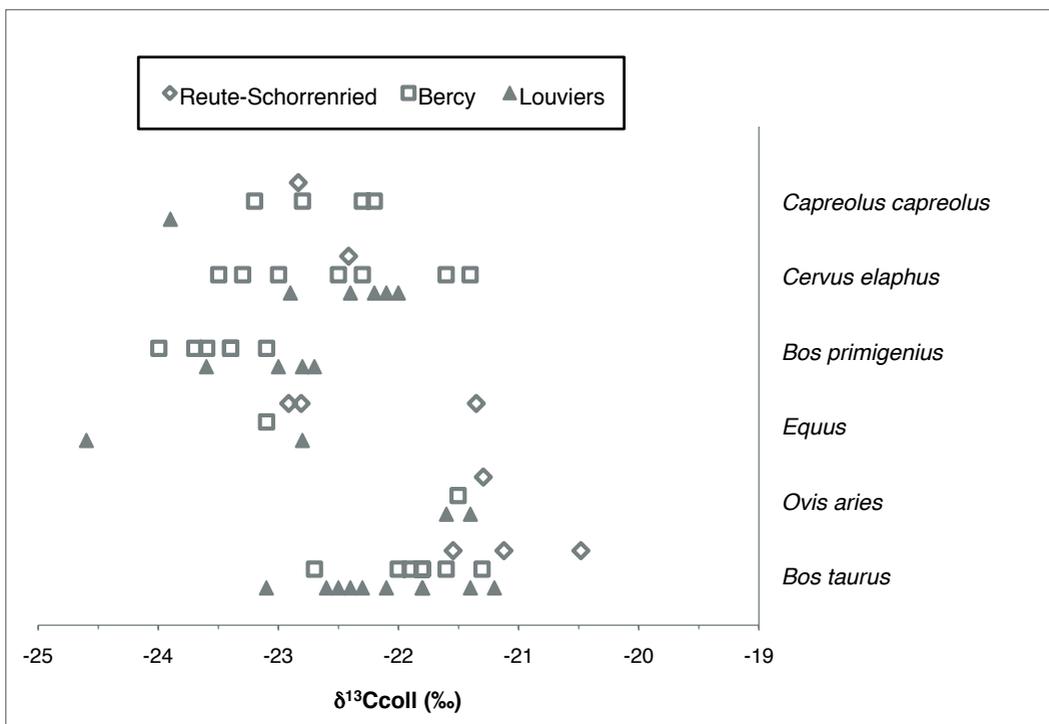


Fig. 2: Valeurs de $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ des restes de faune domestique et sauvage des sites de Reute-Schorrenried, Bercy et Louviers.

Les valeurs inférieures à -22‰ des cervidés de Reute-Schorrenried indiquent pour ces espèces un habitat marqué par la présence d'un couvert forestier dense.⁶ Le bœuf et le mouton évoluaient dans un milieu plus ouvert soumis à l'activité humaine.

6 DRUCKER et al. 2003 et 2008.

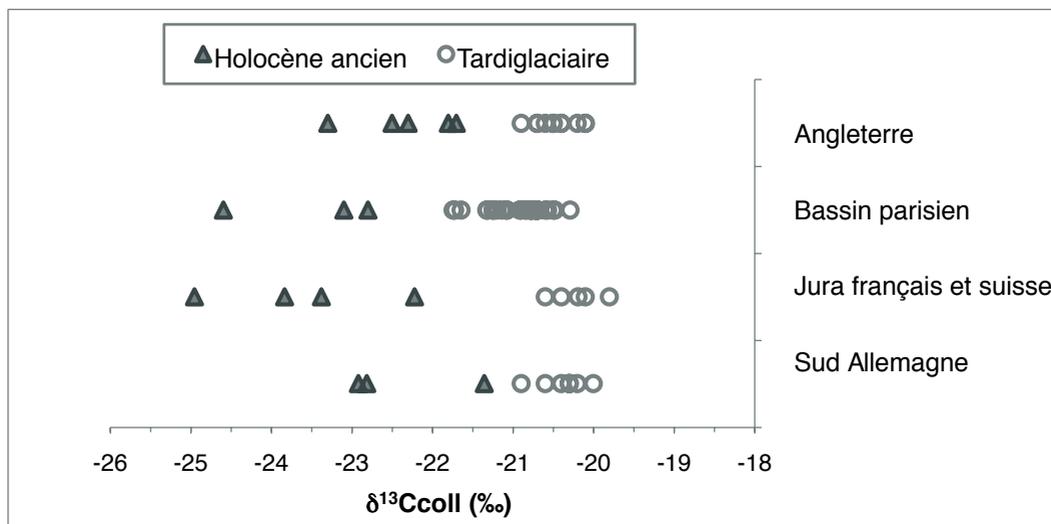


Fig. 3 : Valeurs de $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ des chevaux du Tardiglaciaire et de l'Holocène ancien de sites du sud de l'Allemagne, du Jura français et suisse, du Bassin parisien et d'Angleterre.

N° lab	Espèce	Pièce	N° fouille	Nos	rend	Ccoll	Ncoll	C/ Ncoll	δ^{13} Ccoll
				(%)	(mg/g)	(%)	(%)		(‰)
REU-1	<i>Bos taurus</i>	métacarpe III	Re83 Q265/406-42	4,4	105,1	43,5	16,1	3,1	-21,5
REU-2	<i>Bos taurus</i>	métacarpe		4,2	126,7	42,0	14,9	3,3	-21,1
REU-3	<i>Bos taurus</i>	métacarpe	Re84 Q269/400-8	3,6	142,9	39,0	12,7	3,6	-20,5
REU-4	<i>Equus sp.</i>	fémur		5,0	185,1	41,4	15,0	3,2	-21,4
REU-5	<i>Equus sp.</i>	fémur	Re83 Q268/404-34	4,2	144,7	43,1	14,7	3,4	-22,9
REU-6	<i>Equus sp.</i>	fémur	Re83 Q266/404-5	4,0	133,5	42,3	15,0	3,3	-22,8
REU-7	<i>Ovis aries</i>	tibia	Re83 Q267/405-51	4,2	108,6	42,4	13,7	3,6	-21,3
REU-8	<i>Cervus elaphus</i>	radius	Re83 Q256/403-80	3,9	107,7	43,2	15,3	3,3	-22,4
REU-9	<i>Capreolus capreolus</i>	humérus	Re83 Q255/407-36	3,8	79,1	43,6	16,1	3,2	-22,8

Tableau 1: Résultats des analyses élémentaires sur os et collagène et des analyses isotopiques du collagène des restes de faune de Reute-Schorrenried.

Nous pouvons comparer ces résultats à ceux obtenus pour d'autres sites néolithiques d'Europe de l'ouest. Dans le Bassin parisien (France), les sites chasséens de Bercy et Louviers ont également fait l'objet d'une étude isotopique.⁷ Les résultats obtenus pour Bercy et Louviers montrent la même séparation des habitats entre les espèces sauvages et domestiques que pour Reute-Schorrenried (Fig. 2). Ainsi, le bœuf domestique (*Bos taurus*) présente des valeurs de $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ généralement moins négatives que celles de l'aurochs (*Bos primigenius*), son homologue sauvage. Cette différence d'habitat a également été observée pour le Néolithique du Danemark.⁸ Le cerf et le chevreuil sont dans tous les cas en habitat forestier avec des incursions possibles en milieu plus ouvert pour les individus pré-

7 BOCHERENS et al., 2000 et 2005a.

8 Noe-Nygaard et al. 2005.

sentant les valeurs de $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ supérieures à -22‰. Les données isotopiques obtenues sur des sites du Mésolithique au Danemark et dans le Jura français⁹ indiquent une transition entre habitat ouvert et habitat forestier au début de l'Holocène pour l'aurochs comme pour le cerf. Cette transition se fait parallèlement au développement de la végétation forestière.

La comparaison des valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ pour le bœuf, le cheval et le cerf, entre le site de Reute-Schorrenried et les sites français situés plus à l'ouest suggère un boisement moins dense dans le sud de l'Allemagne. Cette différence pourrait être due à un effet de continentalité avec des précipitations moins importantes en Allemagne qu'en France.

Le cheval présente des teneurs en ^{13}C caractéristiques d'un habitat sous couvert forestier dense à Louviers et à Bercy. La présence de chevaux en milieu forestier peut paraître inattendue. Le cheval est aujourd'hui assimilé à une espèce de milieu ouvert. Pourtant, outre des exemples modernes et historiques de chevaux vivant en forêt,¹⁰ des valeurs de $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ d'habitat forestier ont été mises en évidence pendant la période tempérée du précédent Interglaciaire Eemien.¹¹

Le passage du cheval d'un milieu ouvert de steppe-toundra pendant le Pléniglaciaire et le Tardiglaciaire à un milieu boisé à l'Holocène ancien est documenté par la baisse des valeurs de $\delta^{13}\text{C}_{\text{coll}}$ aussi bien dans le sud de l'Allemagne,¹² que dans le Jura français et suisse,¹³ le Bassin parisien¹⁴ et l'Angleterre¹⁵ (Fig. 3). Des différences régionales sont visibles avec des valeurs plus négatives, et donc un milieu probablement plus boisé, pour les chevaux du Jura français et du Bassin parisien par rapport à ceux d'Angleterre et de Reute-Schorrenried.

Conclusions et perspectives

Ces premiers résultats isotopiques sur la grande faune néolithique du sud de l'Allemagne sont très prometteurs pour l'étude de l'utilisation du paysage par les populations néolithiques. Ces données apportent également des éléments importants sur l'évolution de l'habitat d'espèces sauvages européennes au cours de l'Holocène. Cette étude sera complétée par l'analyse des teneurs isotopiques naturelles en azote qui permettra de mieux percevoir d'éventuels changements dans la biogéochimie des sols.

Bibliographie

- AMBROSE 1991 S. H. AMBROSE, Isotopic analysis of paleodiets: Methodological and interpretive considerations. In: M.K. STANDFORD (ed.), *Investigations of ancient human tissue, chemical analyses in anthropology* (Langhorne 1991) 59–130.
- BOCHERENS/DRUCKER 2005 H. BOCHERENS/D. DRUCKER, Biogéochimie isotopique et reconstitution de l'alimentation des humains anciens et des hominidés fossiles. In: B. VANDERMEERSCH/O. DUTOUR (eds.), *Introduction à la Paléanthropologie. Orientations et Méthodes 7* (Paris 2005) 343–360.
- BOCHERENS et al. 1997 H. BOCHERENS/D. BILLIOU/M. PATOU-MATHIS/D. BONJEAN/M. OTTE/A. MARIOTTI, Paleobiological implications of the isotopic signatures (^{13}C , ^{15}N) of fossil mammal collagen in Scladina Cave (Sclayn, Belgium). *Quaternary Research* 48, 1997, 370–380.

9 DRUCKER et al. 2003 et 2008; NOE-NYGAARD et al. 2005.

10 e.g. JEZIEWSKI et al. 1999; STACHURSKA et al. 2004; JEZIEWSKI/JAWORSKI 2008.

11 BOCHERENS et al. 1999.

12 DRUCKER inédit.

13 DRUCKER et al. 2009.

14 BOCHERENS et al. 2000 et 2005a; DRUCKER 2007.

15 STEVENS/HEDGES 2004; JACOBI/HIGHAM 2009.

- BOCHERENS et al. 1999 H. BOCHERENS/D. BILLIOU/M. PATOU-MATHIS/M. OTTE/D. BONJEAN/M. TOUSSAINT/A. MARIOTTI, Palaeoenvironmental and palaeodietary implications of isotopic biogeochemistry of late interglacial Neandertal and mammal bones in Scladina Cave (Belgium). *Journal Arch. Scien.* 26, 1999, 599–607.
- BOCHERENS et al. 2000 H. BOCHERENS/A. TRESSET/A. BRIDAULT/J.-D. VIGNE/P. CHAMBON/F. GILIGNY, Modes d'exploitation des ressources animales par des populations mésolithiques et néolithiques du Bassin Parisien: implications de l'archéozoologie et de la biogéochimie des restes osseux. In: XXVe Congrès Préhistorique de France „Approches fonctionnelles en Préhistoire“, Programme et Résumé des Communications. Soc. Préhist. française (Paris 2000) 84–86.
- BOCHERENS et al. 2005a H. BOCHERENS/D. BILLIOU/A. TRESSET, Approche biogéochimique (^{13}C , ^{15}N) de l'exploitation de l'environnement par les humains. In: F. GILIGNY (ed.), Louviers „La Villette“ (Eure): Un site néolithique moyen en zone humide. *Doc. Arch. de l'Ouest* (Rennes 2005) 265–269.
- BOCHERENS et al. 2005b H. BOCHERENS/D. DRUCKER/D. BILLIOU/I. MOUSSA, Une nouvelle approche pour évaluer l'état de conservation de l'os et du collagène pour les mesures isotopiques (datation au radiocarbone, isotopes stables du carbone et de l'azote). *Anthropologie* (Paris) 109/3, 2005, 557–567.
- DENIRO 1985 M. J. DENIRO, Postmortem preservation and alteration of *in vivo* bone collagen isotope ratios in relation to palaeodietary reconstruction. *Nature* 317, 1985, 806–809.
- DRUCKER 2007 D. DRUCKER, Nouvelles analyses isotopiques de collagène de la faune du Tardiglaciaire du Bassin parisien et implications pour les reconstitutions paléoenvironnementales et paléoalimentaires. In: B. VALENTIN (dir.), Habitats et peuplements tardiglaciaires dans le Bassin parisien. *Projet Collectif de Recherche 2006–2008, Rapport d'activités pour 2007*, p. 15–26. <http://lara.inist.fr/bitstream/2332/1360/1/PCRTardi2007.pdf>.
- DRUCKER et al. 2003 D. DRUCKER/H. BOCHERENS/A. BRIDAULT/D. BILLIOU, Carbon and nitrogen isotopic composition of red deer (*Cervus elaphus*) collagen as a tool for tracking palaeoenvironmental change during Late-Glacial and Early Holocene in northern Jura (France). *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 195, 2003, 375–388.
- DRUCKER et al. 2008 D. G. DRUCKER/A. BRIDAULT/K. A. HOBSON/E. SZUMA/H. BOCHERENS, Can collagen carbon-13 abundance of large herbivores reflect the canopy effect in temperate and boreal ecosystems? Evidence from modern and ancient ungulates. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 266, 2008, 69–82.
- DRUCKER et al. 2009 D. G. DRUCKER/H. BOCHERENS/D. BILLIOU, Quelle valence écologique pour les rennes et autres cervidés au Tardiglaciaire dans les Alpes du nord et le Jura ? Résultats de l'analyse des isotopes stables (^{13}C , ^{15}N) du collagène. In: G. PRON (dir.), La fin du Paléolithique supérieur dans les Alpes du nord françaises et le Jura méridional. *Mém. Soc. Préhist. Française* 50, 2009, 73–86.
- JACOBI/HIGHAM 2009 R. M. JACOBI/T. F. G. HIGHAM, The early Lateglacial re-colonization of Britain: new radiocarbon evidence from Gough's Cave, southwest England. *Quaternary Science Reviews* 28, 2009, 1895–1913.
- JEZIERSKI et al. 1999 T. JEZIERSKI/Z. JAWORSKI/A. GÓRECKA, Effects of handling on behaviour and heart rate in Konik horses: comparison of stable and forest reared youngstock. *Applied Animal Behaviour Scien.* 62, 1999, 1–11.
- NOE-NYGAARD et al. 2005 N. NOE-NYGAARD/T. D. PRICE/S. U. HEDE, Diet of aurochs and early cattle in southern Scandinavia: evidence from ^{15}N and ^{13}C stable isotopes. *Journal Arch. Scien.* 32, 2005, 855–871.
- STACHURSKA et al. 2004 A. STACHURSKA/M. PIETA/Z. JAWORSKI/A. P. USSING/A. BRUSNIAKA/M. FLOREK, Colour variation in blue dun Polish Konik and Bilgoraj horses. *Live-stock Production Science* 90, 2004, 201–209.

- STEVENS/HEDGES 2004 R. E. STEVENS/R. E. M. HEDGES, Carbon and nitrogen stable isotope analysis of northwest European horse bone and tooth collagen, 40,000 BP-present: Palaeoclimatic interpretations. *Quaternary Science Reviews* 23, 2004, 977–991.
- JEZIERSKI/JAWORSKI 2008 T. JEZIERSKI/Z. JAWORSKI, Das Polnische Konik. Die Neue Brehm-Bücherei Bd. 658 (Hohenwarsleben 2008).

Anschriften der Verfasser

Dr. DOROTHÉE DRUCKER
Institut für Ur- und Frühgeschichte und Archäologie des Mittelalters
Naturwissenschaftliche Archäologie
Universität Tübingen, Rümelinstr. 23
D-72070 Tübingen

E-Mail: dorothee.drucker@ifu.uni-tuebingen.de

Prof. Dr. HERVÉ BOCHERENS
Institut für Geowissenschaften, Biogeologie
Universität Tübingen, Sigwartstr. 10
D-72076 Tübingen

E-Mail: herve.bocherens@uni-tuebingen.de