Comment détecter les activités humaines dans les sols archéologiques intertropicaux ?

How to detect human activities in intertropical archaeological soils?

Oscar Pascal Malou¹, Geoffroy de Saulieu¹, Umberto Lombardo², Javier Ruiz-Perez³, Pascal Nlend ^{1,4}, David Sebag⁵, Thierry Adatte⁶, Tiphaine Chevallier⁷, Frédéric Delarue⁸, Doyle McKey⁹, Katell Quenea⁸, Eric Verrecchia¹⁰

- ¹ UMR 208 Patrimoines Locaux, Environnement et Globalisation, IRD/MNHN, Paris, France, opmalou@gmail.com
- ² Institut de géographie, Université de Berne, Suisse
- ³ Groupe de recherche sur la culture et les dynamiques socio-écologiques, Université Pompeu Fabra, Barcelone, Espagne.
- ⁴ Centre de Recherche et d'Expertise, Université de Yaoundé I, Cameroun
- ⁵ IFP Énergies nouvelles, Dépt Sciences de la Terre et Technologies de l'Environnement, Ruel-Malmaison, France
- ⁶ Institut des Sciences de la Terre, Géopolis, Université de Lausanne, Suisse
- ⁷ Eco&Sols, IRD, CIRAD, INRA, Univ Montpellier Montpellier SupAgro, F-34398 Montpellier, France
- ⁸ Sorbonne Université, CNRS, EPHE, PSL, UMR 7619 METIS, 4 place Jussieu, F-75005 Paris, France
- ⁹ CEFE, Université de Montpellier, CNRS, EPHE, IRD, 1919 route de Mende, Montpellier, France
- ¹⁰ Institut des dynamiques de la surface terrestre, Géopolis, Université de Lausanne, Suisse

RÉSUMÉ. Les caractéristiques de certains anthroposols suscitent un intérêt croissant en raison de leurs stocks élevés de carbone (C). C'est dans cette perspective que nous nous sommes intéressés à des anthroposols sudaméricains et d'Afrique centrale. Les échantillons d'Amérique du Sud proviennent de trois sites archéologiques de la région du Llanos de Moxos en Bolivie (Isla Manechi, San Pablo et Isla del Tesoro). Au Cameroun, une équipe franco-camerounaise de l'Institut français de Recherche pour le Développement a collecté des échantillons dans deux types d'anthroposols (des sols sombres que nous avons appelés Dark soils et des remplissages de fosses archéologiques que nous avons appelés Refuse pits et dans des sols de forêt (Forest soils). L'objectif de ce travail est de détecter l'impact des activités anthropiques passées sur ces sols par des mesures spécifiques du statut organique des sols (teneurs et qualité du C organique du sol – Corg). L'originalité de ce travail réside dans la démarche empirique et dans l'utilisation d'une méthode rarement appliquée en archéologie, l'analyse thermique Rock-Eval®, pour quantifier et caractériser le carbone organique du sol. Les analyses thermiques des échantillons de sols des sites archéologiques ont été comparées entre elles et avec un modèle de référence. Les résultats montrent que dans les sites du Cameroun, le carbone mesuré est de nature organique. En Bolivie, nous avons considéré uniquement les formes de Corg même s'il y a une présence des formes de C inorganique à San Pablo et à Isla del Tesoro qui sont des « Shell middens ». Les résultats sur l'étude de la stabilité thermique de la matière organique du sol (MOS) soulignent que les sols des sites naturels (Forest soils) ou de déprise (Dark soils) ont une signature comparable au cas général construit à partir d'un ensemble de sols naturels non perturbés, alors que les sols des sites d'occupation humaine présentent un écart par rapport à ce modèle. Notre hypothèse est que cet écart permet de détecter le signe d'une occupation humaine ancienne. La valeur de cet écart pourrait refléter le degré d'intensité ou le type des activités anthropiques pratiquées sur ces sols archéologiques intertropicaux. Nous proposons un paramètre intégrateur pour mesurer le degré de perturbation de la MOS en relation avec l'emprise humaine sur les sols. Cette étude préliminaire suggère donc que la méthode permet a priori de détecter l'emprise des activités anthropiques sur les sols des sites archéologiques.

ABSTRACT. The characteristics of certain anthrosols are attracting growing interest due to their high carbon (C) stocks. With this in mind, we focused on anthrosols from South America and Central Africa. The South American samples come from three archaeological sites in the Llanos de Moxos region of Bolivia (Isla Manechi, San Pablo, and Isla del Tesoro). In Cameroon, a French-Cameroonian team from the French National Research Institute for Sustainable Development collected samples from two types of anthrosols (dark soils, which we have called *Dark*

soils, and archaeological pit fillings, referred to as *Refuse pits*), as well as from forest soils (*Forest soils*). The objective of this study was to assess the impact of past human activities on these soils by conducting specific measurements of their organic status (soil organic carbon content and quality – Corg). The originality of this work lies in its empirical approach and the use of a method rarely applied in archaeology: Rock-Eval® thermal analysis, which allows for the quantification and characterization of soil organic carbon. Thermal analyses of soil samples from archaeological sites were compared with one another and against a reference model. The results indicate that in the Cameroonian sites, the measured carbon is of organic origin. In Bolivia, we focused solely on organic carbon forms, although inorganic carbon forms were also present at San Pablo and Isla del Tesoro, which are shell middens. Findings on the thermal stability of soil organic matter (*SOM*) highlight that soils from natural environments (*Forest soils*) or abandoned sites (*Dark soils*) have a signature comparable to a general model based on a set of undisturbed natural soils. In contrast, soils from human occupation sites deviate from this model. Our hypothesis is that this deviation serves as an indicator of ancient human occupation. The magnitude of this deviation could reflect the intensity or type of anthropogenic activities that took place on these intertropical archaeological soils. We propose an integrative parameter to measure the degree of SOM disturbance in relation to human impact on soils. This preliminary study suggests that the method could, in principle, detect the imprint of human activities on archaeological site soils.

MOTS-CLÉS. Anthroposols, Anthropisation des sols, Analyse thermique Rock-Eval®, Matière organique, Carbone du sol, Sites archéologiques, Sols intertropicaux.

KEYWORDS. Anthrosols, Anthropisation of soils, Rock-Eva[®] thermal analysis, Organic matter, Soil carbon, Archaeological sites, Intertropical soils.

Introduction

Si les sols sont depuis longtemps l'objet de l'attention de nombreuses communautés scientifiques (pédologues, agronomes, écologues, hydrologues, archéologues), ils suscitent aujourd'hui un regain d'intérêt de la part des pouvoirs publics et des acteurs économiques parce qu'ils contribuent, parfois indirectement, à de nombreux services écosystémiques (Adhikari & Hartemink, 2016). Ils sont à ce titre directement concernés par les principaux défis auxquels les sociétés actuelles sont confrontées et se retrouvent notamment au cœur de tous les agendas internationaux pour la sécurité alimentaire et la lutte contre les changements climatiques (Smith et al., 2019) et même la biodiversité (Keesstra et al., 2016). En effet, le carbone organique des sols (C_{org}) joue un rôle primordial dans la qualité structurelle et la valeur fertilisante des sols, mais intervient également dans le cycle du carbone (C). Assurer la sécurité alimentaire des populations et favoriser le stockage de C dans les sols nécessitent de trouver un compromis entre (1) maintenir des stocks de matière organique (MO) suffisamment labile pour libérer les nutriments nécessaires à la croissance végétale et (2) favoriser le stockage de formes de C suffisamment résistantes pour atténuer, à long terme, les émissions anthropogéniques de gaz à effet de serre. C'est cette voie que suivent les politiques publiques visant à promouvoir les pratiques favorisant le stockage du C_{org} dans les sols (agroforesterie, amendements organiques, semis direct sans labour, etc.) et ainsi répondre aux objectifs de conservation ou de restauration des services écosystémiques, comme l'Initiative « 4 pour 1000 » des sols pour la sécurité alimentaire et le climat (Chabbi et al., 2017; Soussana et al., 2017; Rumpel et al., 2019). Ces solutions, fondées sur des processus naturels, sont soutenues par de nombreuses études scientifiques, qui sont parvenues à démontrer une augmentation des stocks de C et une amélioration de la qualité des sols à des échelles pluri-décennales (Minasny et al., 2017; Chenu et al., 2019). Réduire les émissions de gaz à effet de serre nécessite une perspective à plus long terme en séquestrant du C sous des formes stables avec des temps de résidence importants dans le sol. Or la question du temps de résidence de ce C_{org} additionnel reste posée dans un contexte de changement climatique qui pourrait impacter les conditions édaphiques et les processus de respiration des sols.

Nous nous sommes intéressés à des anthroposols formés sur des sites archéologiques, où les stocks de C proviennent principalement de sédiments anthropogéniques et des apports anthropiques, âgés de plus de 2 500 ans. Est-ce le résultat d'une ancienne occupation humaine ? La technique de géochimie organique classiquement en l'occurrence l'analyse thermique Rock-Eval®, utilisée en science du sol,

permet-elle d'identifier des sols impactés par des activités humaines, voire d'apprécier l'impact de ces activités sur des anthroposols ?

L'analyse thermique Rock-Eval® fournit des informations à la fois quantitatives et qualitatives sur la MO des sols (Disnar *et al.*, 2003). De plus en plus employée en science du sol (Disnar *et al.*, 2003; Feller *et al.*, 2010; Poeplau *et al.*, 2019), cette méthode a récemment été utilisée pour analyser les effets des pratiques agraires (Malou *et al.*, 2020) et pour identifier des couches de paléosols dans des profils pédologiques (Masseroli *et al.*, 2021). Il nous a donc semblé pertinent d'utiliser la même approche pour étudier des anthroposols prélevés dans des contextes archéologiques documentés. Nous nous sommes intéressés à deux situations distinctes.

La première situation en Afrique centrale (Sud du Cameroun) vise à apprécier la variabilité spatiale des données géochimiques en comparant des contextes archéologiques différents : des sols forestiers correspondant à un impact anthropique faible ou nul, des sols sombres découverts en marge des sites archéologiques, mais assez différents des *African Dark Earths* documentés en Afrique de l'Ouest (Fairhead et Leach, 2009 ; Fraser *et al.*, 2014 ; Frausin *et al.*, 2014), et des remplissages de fosses anthropiques sur les sites archéologiques.

La seconde situation en Amérique du Sud (Bolivie) vise à apprécier la variabilité temporelle des données géochimiques en comparant des échantillons d'une même région correspondant à une évolution du contexte archéologique : une période d'implantation humaine associée à un fort impact anthropique sur les sols, suivie d'une phase de déprise puis d'une période associée à une exploitation agraire (Lombardo *et al.*, 2020).

Cette étude préliminaire repose sur une approche empirique qui consiste à comparer différentes situations à l'aide (i) de paramètres quantitatifs servant à caractériser les formes de C organiques et minérales présentes dans les sols, et (ii) d'indices qualitatifs permettant d'apprécier la dynamique de la MO dans ces sols.

Matériels

Sites et échantillonnage

Les sites d'Afrique centrale

Le premier cas de figure concerne des sites au sud du Cameroun, à environ 60 km au nord de Yaoundé dans un paysage de mosaïques forêt-savane fortement anthropisé (**figure 1**). La collecte des échantillons de sols (n = 57) a été effectuée dans le cadre d'un programme d'archéologie préventive sur le chantier du barrage de Nachtigal Amont (4° 23' 27,98"N; 11° 44' 05,63"E). La période d'activité humaine couvre la fin de l'Holocène à partir et sur 2700 ans avant notre ère. Les échantillons de sol ont été collectés dans trois contextes différents. Des échantillons ont ainsi été prélevés (i) dans des sites forestiers jusqu'à une profondeur de 100 cm (*Forest soils*; n = 26) ne présentant aucun indice de perturbation anthropique (pas de traces d'agriculture), (ii) dans des dépotoirs archéologiques en fosse jusqu'à une profondeur de 210 cm (*Refuse pits*; n = 19) alimentés par des déchets domestiques et enfin (iii) à partir de sols sombres plutôt superficiels, qualifiés de *Dark soils* (n = 12) sur lesquels des échantillons de sol ont été collectés jusqu'à une profondeur de 120 cm.

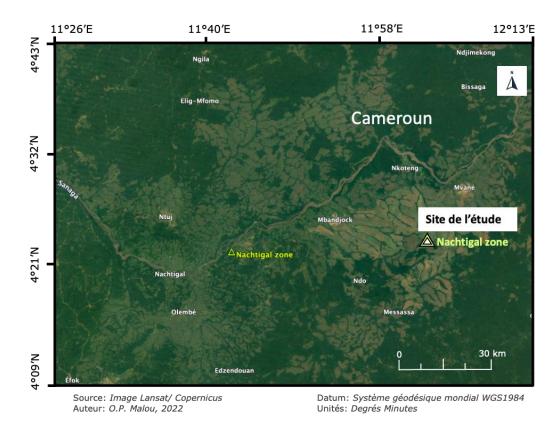


Figure 1. Carte de localisation de la zone étudiée à Nachtigal au Cameroun.

Les sites d'Amérique du Sud

Le second cas de figure correspond à trois sites de Bolivie. Les échantillons (n = 42) ont été collectés dans les îlots forestiers situés dans les basses terres d'une région appelée *Llanos de Moxos* (15°28'10''N; 65°40'25''O). Le paysage actuel est une savane inondable dans lequel on trouve environ 4 700 îlots forestiers anthropisés datés de l'époque de l'Holocène précoce et moyen. Ces sites ont été classés comme anthropiques sur la base de la présence de sédiments sombres et profonds, riches en matière organique, et d'une grande quantité d'échantillons de sédiments. Les profils couvrent (figure 2) une grande partie de l'Holocène (entre 10 850 et 2 300 ans avant notre ère) et sont décrits comme des séquences d'occupation humaine avec des variations d'intensité d'occupation et notamment des périodes de déprises (Lombardo et al., 2020). Les trois sites examinés ici ont été prélevés jusqu'à une profondeur de 180 cm à *Isla Manechi* (n = 18), jusqu'à une profondeur de 120 cm à San Pablo (n = 11), et jusqu'à une profondeur de 115 cm à Isla del Tesoro (n = 13). L'échantillonnage a été effectué en excavant un profil vertical dans chacun de ces sites. Ces sites contiennent les traces les plus anciennes d'agriculture en Amazonie (Capriles et al., 2019 ; Lombardo et al., 2020). La mise en évidence de l'occupation humaine a été réalisée sur la base de soixante-six datations AMS ¹⁴C provenant de 31 sites archéologiques. Ses datations ont permis de montrer une occupation humaine des îlots forestiers tout au long de l'Holocène, entre environ 10 850 et 2 300 ans avant notre ère à l'exception de trois sites du nord-est du LM datés d'environ 2 350, 2 350 et 4 100 ans cal. BP. Lombardo et al. (2020), sur la base d'analyse de phytolithes provenant des profils datés au radiocarbone de 30 îlots forestiers, ont montré la preuve la plus ancienne de la présence de Manihot sur le site d'Isla Manechi (daté d'environ 10 350 ans cal. BP) et sur le site d'Isla del Tesoro (daté d'environ 8 250 ans cal. BP). En outre, des phytolithes dérivés de l'écorce de Cucurbita sp. ont été identifiés dans des couches datées d'environ 10 250 cal. an BP à l'Isla Manechi. Les phases de déprise ont favorisé une augmentation de la mosaïque forestière faisant de ces sites des îlots forestiers.

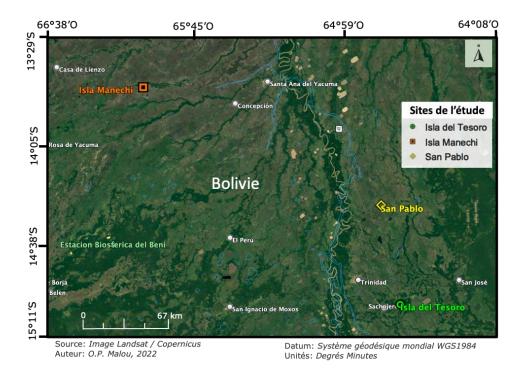


Figure 2. Carte de localisation des sites étudiés dans les Llanos de Moxos en Bolivie.

Méthodes

Analyse thermique Rock-Eval®

La MO des sols a été étudiée par analyse thermique Rock-Eval[®], une marque déposée par IFP Énergies nouvelles. Cette méthode développée pour l'industrie pétrolière (Espitalie et al., 1986) est recommandée pour la quantification et la caractérisation de la MO des sols (Disnar et al., 2003; Derenne et Quenea, 2015). Les 57 échantillons ont été analysés à l'Université de Lausanne à l'aide d'un Rock-Eval 6 fabriqué par Vinci Technologies. Le principe consiste à chauffer un échantillon sous une atmosphère inerte (N₂) correspondant à la phase de pyrolyse (entre 200 et 650 °C), puis à chauffer le résidu de pyrolyse sous une atmosphère oxydante (entre 200 et 850 °C). Les différents effluents, produits au cours du craquage thermique et de la combustion des formes organiques et minérales de carbone sont mesurés en continu. Ces mesures sont ensuite utilisées pour calculer des paramètres quantitatifs habituellement rapportés au carbone organique (Behar et al., 2001): Total Organic Carbon (TOC) et au C minéral (MINC) et des indices qualitatifs permettant d'apprécier la relation entre la stabilité thermique de la MO (R-index) et le degré de décomposition des fractions les plus labiles (I-index). Dans cette étude, nous utilisons le modèle de référence (appelé « Droite de décomposition ») proposé par Sebag et al. (2016) à partir d'un ensemble de sols naturels non perturbés. Les études antérieures ont en effet montré que ces deux paramètres répondaient à une relation particulière lorsque la stabilité thermique de la MO était directement liée à la décomposition graduelle des constituants les plus labiles (Albrecht et al., 2015; Sebag et al., 2016), mais qu'ils s'en détachaient lorsque cette dynamique était perturbée par des apports externes (amendements, sédimentation) ou par des changements d'usage et/ou d'occupation des sols (Malou et al., 2020; Masseroli et al., 2021). Dans cette étude, l'écart par rapport à la « Droite de décomposition » est associé à une emprise humaine et la distance de cet écart est associée au degré d'intensité des activités anthropiques sur ces sols.

Analyses statistiques

Nous avons utilisé le logiciel R (R Core Team, 2019) pour toutes les analyses statistiques. Les données de C_{org} ne suivant pas une distribution normale au Cameroun et en Bolivie, des analyses de variance non-paramétriques (test de Kruskal-Wallis) ont été employées, au seuil de significativité p = 0,05. Pour afficher les distributions des données, nous avons construit des boîtes à moustaches qui montrent les minima, les premiers quartiles, les valeurs médianes, les troisièmes quartiles et les valeurs maximales, ainsi que les valeurs aberrantes le cas échéant. Des régressions linéaires simples ont été également construites notamment entre TOC et MINC et entre l'indice I et l'indice R.

Résultats

Formes de carbone des sols

En Afrique centrale

L'examen de la **figure 3A** révèle que pour les échantillons de sols collectés à Nachtigal au Cameroun, TOC et MINC présentent une forte corrélation significative (r Spearman = 0,74; p < 0,0001) avec de très faibles valeurs de MINC (min : 0,5 g C kg ⁻¹; max : 13 g C kg ⁻¹ et moyenne : 1,6 g C kg ⁻¹). En comparant ces échantillons du Cameroun avec des sols non carbonatés (Malou *et al.*, 2020) et carbonatés (Données non publiées), on constate que cette corrélation entre TOC et MINC observée dans les sols du Cameroun correspond à celle observée dans les sols non carbonatés dénués de carbone inorganique. En retour, ce résultat permet donc de déduire une absence de carbone inorganique associé aux phases minérales. De ce fait, le C mesuré dans ces échantillons est donc de nature organique. Par conséquent, pour ces échantillons, le MINC ne prend en compte que la fraction thermostable du C organique (C_{org}) et la teneur en C_{org} est égale à TOC + MINC.

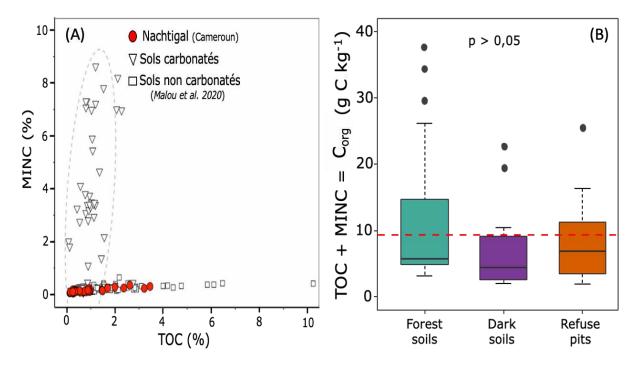


Figure 3. (A) Relation entre MINC et TOC et (B) et distribution des teneurs en carbone organique (C_{org} en g C kg⁻¹) dans les Forest soils, les Dark soils et les Refuse pits à Nachtigal au Cameroun. La ligne rouge en pointillé sur (B) correspond à la moyenne du C_{org} dans les trois sites.

Les teneurs de C_{org} présentent une variabilité spatiale et un gradient avec la profondeur. Elles varient entre 3,2 et 37,6 g C kg ⁻¹ dans les sols de forêts, entre 2,1 et 22,8 g C kg ⁻¹ dans les *Dark soils* et entre 1,9 et 25,5 g C kg ⁻¹ dans les *Refuse pits*. Les teneurs moyennes mesurées de C_{org} du sol dans les trois contextes au Cameroun, c'est-à-dire dans les *Forest soils*, les *Dark soils* et les *Refuse pits*, sont respectivement $11,2 \pm 2$; $7,5 \pm 2$ et $8,3 \pm 1,4$ g C kg⁻¹ sol. La distribution des teneurs de C_{org} est illustrée par la **figure 3B**. Dans les sols naturels (*Forest soils*) et les *Dark soils*, les teneurs en C_{org} diminuent logiquement de manière continue avec la profondeur (**figure 4**). En revanche, les teneurs en C_{org} des échantillons prélevés dans les *Refuse Pits* sont totalement indépendantes de la profondeur (15 g C kg ⁻¹ à 25 cm et 25 g C kg ⁻¹ à 65 cm).

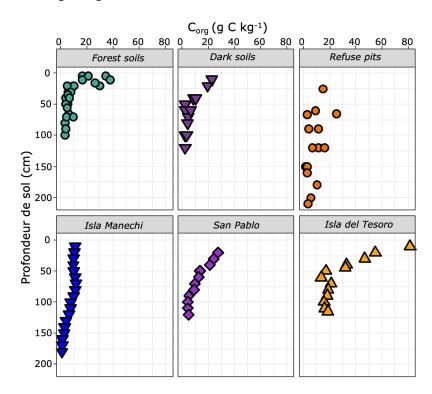


Figure 4. Carbone organique du sol (g C kg⁻¹) dans les sols des différents sites étudiés à Nachtigal au Cameroun et en Bolivie en fonction de la profondeur de prélèvement en centimètres.

En Amérique du Sud

L'examen de la **figure 5A** portant sur les trois sites de la Bolivie révèle deux configurations. La première concerne le site d'*Isla Manechi*, où il existe une forte corrélation (r Spearman = 0.86; p < 0.0001) entre TOC et MINC avec de faibles valeurs de MINC (min : 0.3 g C kg⁻¹; max : 1.1 g C kg⁻¹ et moyenne : 0.7 ± 0.05 g C kg⁻¹). La seconde concerne les sites de *San Pablo* et *Isla del Tesoro* où cette fois il y a une faible et non significative (r Spearman = 0.002; p = 0.82) corrélation entre TOC et MINC, avec des valeurs élevées de MINC.

La comparaison de ces résultats avec ceux issus de sols non carbonatés (Malou *et al.*, 2020) et des sols carbonatés de référence montre que les sols d'*Isla Manechi* se superposent parfaitement aux sols non carbonatés, alors que les sols de *San Pablo* et ceux d'*Isla de Tesoro* montrent une signature comparable à celle de sols carbonatés. Les sols d'*Isla Manechi* sont donc dépourvus de formes carbonatées alors que certains échantillons des deux autres sites sont riches en C inorganique. Nous avons donc procédé à la correction du TOC en y intégrant la fraction de MINC de nature organique et en excluant la fraction inorganique de MINC. Ainsi, la teneur en C_{org} est égale à TOC + MINC à

San Pablo et Isla del Tesoro. Les teneurs moyennes de C_{org} mesurées dans les trois sites en Bolivie i.e. à Isla Manechi, San Pablo et Isla del Tesoro sont respectivement de 7.1 ± 0.9 ; 12.5 ± 2.5 et 29.8 ± 5.6 g C kg⁻¹ sol. La distribution des teneurs en C_{org} dans ces trois sites est illustrée par la **figure 5B**. Pour les sites boliviens, les teneurs en C_{org} des sols sont globalement corrélées avec la profondeur de sol et diminuent de la surface vers la profondeur (**figure 4**).

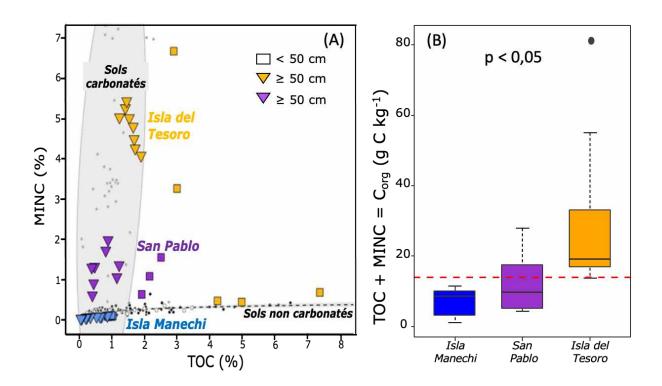


Figure 5. (A) Relation entre MINC et TOC et (B) et distribution des teneurs en carbone organique (C_{org} en g C kg⁻¹) dans les sols des sites d'Isla Manechi, San Pablo et Isla del Tesoro en Bolivie. La ligne rouge en pointillé sur (B) correspond à la moyenne du C_{org} dans les trois sites.

3.2. Stabilité thermique de la MOS

L'étude de la stabilité thermique de la MO des échantillons de sols collectés au Cameroun a permis de distinguer trois catégories lorsqu'on projette ces échantillons dans le diagramme I/R (**figure 6**). En effet, les *Forest soils* se situent à l'intérieur de l'intervalle de confiance de la droite de décomposition qui sert ici de modèle de référence (Sebag et al., 2016). Les *Dark soils*, considérés comme associés à une activité anthropique que nous pensons être une agriculture peu intensive et occasionnelle, sans que cela ne puisse être formellement démontré à ce stade, sont distribués sur une droite parallèle à celle de la droite de décomposition (**figure 6**). Cependant, cette droite est légèrement décalée en raison d'un I-index supérieur. Enfin, les sols de fosses (*Refuse pits*) sont totalement décalés de la droite de décomposition avec des R-index comparables et des I-index fortement plus élevés que les valeurs mesurées dans les *Forest soils* et les *Dark soils* (**figure 6**).

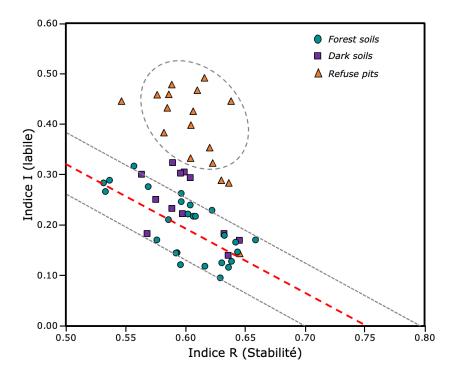


Figure 6. Indice R vs indice I, dérivés de la pyrolyse Rock-Eval[®] mesurés dans les Forest soils, les Dark soils et dans les Refuse pits à Nachtigal au Cameroun et comparés au modèle « droite de décomposition » (ligne rouge en pointillé) dérivé des Ferralsols du Gabon utilisés comme référence externe (Sebag et al., 2016).

L'étude de la stabilité thermique de la MO des échantillons de sols collectés dans les *Llanos de Moxos* en Bolivie met en évidence deux signatures distinctes lorsqu'on projette les échantillons de sols des trois sites boliviens dans le diagramme I/R. Un groupe d'échantillons A *Isla del Tesoro* (< 50 cm) comme à *Isla Manechi* (≤ 80 cm) se situent dans l'intervalle de confiance de la droite de décomposition ou à proximité, alors que d'autres (> 50 cm à *Isla del Tesoro*) et (> 80 cm à *Isla Manechi*) présentent un écart très important par rapport à cette droite (**figure 7**).

Enfin, lorsqu'on projette sur le même diagramme I/R les échantillons du Cameroun et ceux de la Bolivie, on observe deux grandes tendances. Les sols des sites naturels, comme les échantillons relevant de périodes de déprises, sont proches de la droite de décomposition, alors que les sols des sites d'occupation présentent un écart maximal par rapport à cette même droite (**figure 7**).

Ces résultats permettent ainsi de proposer un paramètre intégrateur Delta I (Δ I) correspondant à la différence entre l'indice I mesuré sur l'échantillon et l'indice I attendu par le modèle pour la valeur d'indice R mesurée. Cette différence évaluerait donc le degré de perturbation de la matière organique, en relation, dans les exemples étudiés, avec le degré d'emprise humaine sur les sols (**figure 8**).

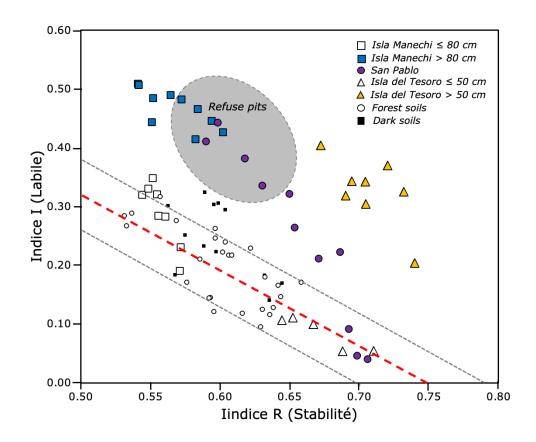


Figure 7. Projection sur le diagramme I/R des valeurs d'indices R et I dérivés de l'analyse Rock-Eval[®] mesurés dans les Forest soils, les Dark soils, les Refuse pits, à Isla Manechi, San Pablo et à Isla del Tesoro à Nachtigal au Cameroun et en Bolivie et comparés au modèle « droite de décomposition » (ligne rouge en pointillé) dérivé des Ferralsols du Gabon utilisés comme référence externe (Sebag et al., 2016).

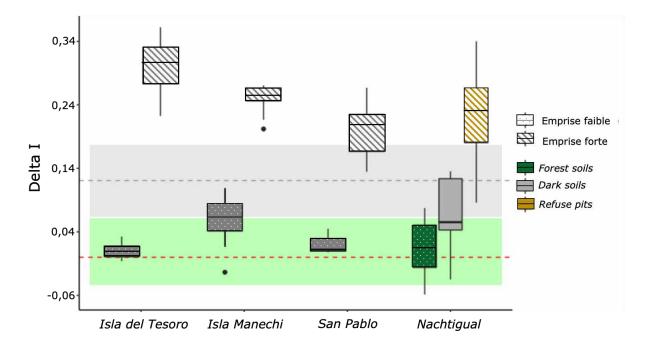


Figure 8. Valeur du paramètre ΔI en fonction des contextes archéologiques en Bolivie et au Cameroun. La bande verte correspond à l'intervalle de valeurs pour des sols forestiers de référence. La bande grise correspond à l'intervalle de valeurs pour des sols cultivés amendés avec des résidus domestiques (Malou et al., 2020).

Discussion

Effet de l'emprise humaine sur les stocks de carbone du sol

Au Cameroun, nos résultats montrent que dans les *Dark soils* comme dans les *Forest soils*, la profondeur du sol est un facteur de contrôle important des teneurs de C_{org} (Jobbágy & Jackson, 2000) qui diminuent de manière continue avec la profondeur. Pour les *Dark soils*, ce résultat signifie qu'ils sont des sols au sens propre du terme et qu'ils fonctionnent bien comme des profils pédologiques. À l'inverse des *Dark soils* et des *Forest soils*, la profondeur ne contrôle pas les teneurs de C_{org} dans *Refuse pits*, qui sont indépendantes de la profondeur du sol. Ce résultat signifie que ces fosses ne fonctionnent pas comme des profils pédologiques et que la dynamique y est différente de celle qui contrôle les *Forest soils* et les *Dark soils*.

En Bolivie, le C_{org} diminue de la surface vers la profondeur, mais les teneurs de C_{org} élevées à *San Pablo* (moyenne : 12,5 ± 2,5 g C kg ⁻¹) et *Isla del Tesoro* (moyenne : 29,8 ± 5,6 g C kg ⁻¹) résulteraient de la modification profonde des paysages du *Llanos de Moxos* par les populations précolombiennes (Lombardo *et al.*, 2020). Capriles *et al.* (2019) décrivent en effet ces sites comme d'importants foyers d'activités sociales et rituelles entre 10 600 et 4 000 ans. D'ailleurs, la présence de C inorganique dans les sites de *San Pablo* et d'*Isla del Tesoro* peut être rapprochée de couches de coquillages abondantes décrites dans ces profils et interprétées comme des vestiges alimentaires des populations précolombiennes (Capriles *et al.*, 2019). En effet, les sites de *San Pablo* et *Isla del Tesoro* sont des vestiges de coquillages, amas coquillers « *shell middens* » de l'Holocène précoce et moyen (Lombardo *et al.*, 2013 ; Capriles *et al.*, 2019) et sont différents du site d'*Isla Manechi* qui n'est pas un « *shell midden* ». Ainsi, les preuves d'une des plus anciennes agricultures amérindiennes avancées par Lombardo *et al.* (2020) conduisent à rapprocher ces profils boliviens des terres sombres associées à l'émergence de l'agriculture en Amazonie (Cunha *et al.*, 2009 ; Schmidt *et al.*, 2014 ; Souza *et al.*, 2016).

Effet de l'emprise humaine sur la qualité de la MOS

La qualité de la MO est un paramètre discriminant et permet de distinguer une signature proche du modèle de référence, correspondant à des sols actuels non perturbés et englobant les sols des sites naturels (*Forest soils*) et de faible emprise (*Dark soils*) au Cameroun ou de déprise en Bolivie, d'une signature présentant un écart par rapport au modèle de référence (**figures 6 et 7**).

Un tel décalage par rapport au modèle de référence (« Droite de décomposition ») a déjà été documenté, notamment dans les sols sableux (Romanens *et al.*, 2019 ; Malou *et al.*, 2020) où il avait été interprété comme une conséquence d'une minéralisation suffisamment intense pour provoquer la décomposition de certaines fractions thermiquement stables.

En outre, dans les sols sableux cultivés du Sénégal, Malou *et al.* (2020) ont montré que l'ajout d'amendements organiques conduisait à réintroduire une fraction thermiquement labile et, ainsi, à diminuer l'écart par rapport au modèle de référence. La situation semble toute différente dans les contextes archéologiques étudiés au Cameroun et en Bolivie. Dans ces deux régions, les sols les moins impactés par les activités humaines sont comparables au cas général décrit par le modèle, mais les sols associés à une emprise importante présentent eux les écarts les plus importants. Il apparaît donc raisonnable de penser que l'introduction de MO exogènes, notamment des charbons de bois, les activités humaines (domestiques ou agricoles) modifient la composition de la MO des sols initiaux et les contributions relatives des fractions thermiquement labiles et thermiquement stables, qui se répercutent sur les calculs des indices R et I (Sebag *et al.*, 2016).

Les valeurs de Δ I mesurées dans les couches anciennes (> 80 cm) à *Isla Manechi*, (> 50 cm) à *San Pablo* et à *Isla del Tesoro* et dans les *Refuse pits* sont supérieures à celles mesurées dans les sols naturels non perturbés et à celles mesurées dans les sols sableux fortement anthropisés (**figure 8**). Ce résultat confirme une plus grande perturbation de la matière organique dans les trois sites de la Bolivie et dans les *Refuse pits* et permet donc de mettre en évidence une emprise humaine sur ces sols archéologiques.

Conclusion

Les résultats de cette étude préliminaire montrent que l'analyse thermique Rock-Eval® est prometteuse pour caractériser et quantifier les formes de carbone dans les antthroposols des sites archéologiques. Les paramètres standards TOC et MINC permettent en effet d'attester la présence de formes minérales et de quantifier les teneurs en carbone aussi bien organique que minéral. Notre étude comparative a ainsi montré que dans les trois contextes étudiés au Cameroun, le carbone des sols est de nature organique et que sa teneur n'est pas un paramètre discriminant pour les trois sites étudiés. En revanche, dans les trois sites en Bolivie, nos résultats ont démontré la présence de formes de C inorganiques à *San Pablo* et à *Isla del Tesoro* qui sont des amas coquillers et une différence des quantités de C_{org} dans ces sites sans doute en lien avec une hétérogénéité spatiale liée aux activités agraires anciennes.

En outre, notre étude montre qu'un examen un peu plus approfondi des mesures Rock-Eval[®] permet d'étudier la qualité de la MO du sol à travers notamment l'analyse de sa stabilité thermique à l'aide du diagramme I/R. Nos résultats montrent que les échantillons prélevés dans des sites naturels (*Forest soils*) ou faiblement impactés par les activités humaines (*Dark soils*) présentent une signature comparable au modèle de référence (i.e., sols non perturbés). En revanche, les échantillons associés à des sites ou des périodes d'occupations (*Refuse pits, Isla Manechi, San Pablo, Isla del Tesoro*) présentent un écart par rapport au modèle.

Cette étude préliminaire souligne donc qu'il est possible d'identifier un impact anthropique à partir de la position des échantillons dans un diagramme de référence. Bien que ces premiers résultats ouvrent des perspectives d'application intéressantes, ils devront néanmoins être consolidés par une analyse plus précise de la nature et la dynamique de la MO pour pouvoir expliquer, par exemple, les raisons du décalage observé empiriquement. Au-delà de ces explications déterministes, il faudrait également pouvoir étudier des sols soumis à des gradients d'anthropisation pour valider l'approche proposée et vérifier si la valeur de l'écart peut être associée au type, à l'intensité et/ou à la durée des activités humaines à l'origine de la perturbation.

Remerciements

Ce travail a été financé par le fonds d'amorçage de l'Institut de Recherche pour le Développement (IRD), programme « Intertropical Anthrosols in archaeological studies: What soil organic carbon teach us about ancient practices and societies? ». Les auteurs sont profondément reconnaissants pour le soutien supplémentaire apporté par VULCAR-FATE project (Global change impact on vulnerable carbon reservoirs: carbon sequestration and emissions in soils and waters From the Arctic To the Equator) financé par Belmont Forum CRA « Towards Sustainability of Soils and Groundwater for Society (Soils 2020) » ainsi que le LMI DYCOFAC « Dynamique des écosystèmes continentaux d'Afrique Centrale ».

Conflit d'intérêts

Aucun conflit d'intérêts à déclarer.

Évaluation

Les rapporteurs de cet article sont Christophe Petit et Dominique Schwartz.

Responsabilité des évaluateurs et évaluatrices externes

Les évaluations des examinateur·rice·s externes sont prises en considération de façon sérieuse par les éditeur·rice·s et les auteur·rice·s dans la préparation des manuscrits pour publication. Toutefois, être nommé·e comme examinateur·rice n'indique pas nécessairement l'approbation de ce manuscrit. Les éditeur·rice·s d'Archéologie, Société, Environnement assument la responsabilité entière de l'acceptation finale et la publication d'un article.

Références bibliographiques

- Adhikari, K., Hartemink, A.E., 2016. Linking soils to ecosystem services. *A global review. Geoderma*. 262, 101–111, https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2015.08.009
- Albrecht, R., Sebag, D., Verrecchia, E., 2015. Organic matter decomposition: bridging the gap between Rock–Eval pyrolysis and chemical characterization (CPMAS 13C NMR). *Biogeochemistry*. 122, 101–111, https://doi.org/10.1007/s10533-014-0033-8
- Behar, F., Beaumont, V., Penteado, H.D.B., 2001. Rock-Eval 6 technology: performances and developments. *Oil Gas Sci. Technol.* 56, 111–134, https://doi.org/10.2516/ogst:2001013
- Capriles, J.M., Lombardo, U., Maley, B., Zuna, C., Veit, H., Kennett, D.J., 2019. Persistent Early to Middle Holocene tropical foraging in southwestern Amazonia. *Sci. Adv.* 5 (4), https://doi.org/10.1126/sciadv.aav5449
- Chabbi, A., Lehmann, J., Ciais, P., Loescher, H.W., Cotrufo, M.F., Don, A., SanClements, M., Schipper, L., Six, J., Smith, P., 2017. Aligning agriculture and climate policy. *Nat. Clim. Change*. 7, 307. https://doi.org/10.1038/nclimate3286
- Chenu, C., Angers, D.A., Barré, P., Derrien, D., Arrouays, D., Balesdent, J., 2019. Increasing organic stocks in agricultural soils: Knowledge gaps and potential innovations. *Soil Tillage Res.*, *Soil Carbon and Climate Change:* the 4 per Mille Initiative. 188, 41-52, https://doi.org/10.1016/j.still.2018.04.011
- Cunha, T.J.F., Madari, B.E., Canellas, L.P., Ribeiro, L.P., Benites, V. de M., Santos, G., 2009. Soil organic matter and fertility of anthropogenic dark earths (Terra Preta de Índio) in the Brazilian *Amazon basin. Rev. Bras. Ciênc. Solo.* 33, 85-93, https://doi.org/10.1590/S0100-06832009000100009
- Derenne, S., Quenea, K., 2015. Analytical pyrolysis as a tool to probe soil organic matter. *J. Anal. Appl. Pyrolysis*. 111, 108-120, https://doi.org/10.1016/j.jaap.2014.12.001
- Disnar, J.-R., Guillet, B., Kéravis, D., Di-Giovanni, C., Sebag, D., 2003. Soil organic matter (SOM) characterization by Rock-Eval pyrolysis: scope and limitations. *Org. Geochem.* 34, 327-343, https://doi.org/10.1016/S0146-6380(02)00239-5
- Espitalie, J., Deroo, G., Marquis, F., 1986. La pyrolyse Rock-Eval et ses applications. Troisième partie. *Rev. Inst. Fr. Pétrole*. 41, 73-89, https://doi.org/10.2516/ogst:1986003
- Fairhead, J., Leach, M., 2009. Amazonian Dark Earths in Africa?, *in*: Woods, W.I., Teixeira, W.G., Lehmann, J., Steiner, C., WinklerPrins, A., Rebellato, L. (éd.), *Amazonian Dark Earths: Wim Sombroek's Vision*, Springer Netherlands, Dordrecht, 265-278, https://doi.org/10.1007/978-1-4020-9031-8_13
- Feller, C., Brossard, M., Chen, Y., Landa, E.R., Trichet, J., 2010. Selected pioneering works on humus in soils and sediments during the 20th century: A retrospective look from the International Humic Substances Society view. *Phys. Chem. Earth Parts ABC, Studies from the History of Soil Science and Geology.* 35, 903-912, https://doi.org/10.1016/j.pce.2010.10.004
- Fraser, J.A., Leach, M., Fairhead, J., 2014. Anthropogenic Dark Earths in the Landscapes of Upper Guinea, West Africa: Intentional or Inevitable?, *Ann. Assoc. Am. Geogr.* 104, 1222-1238, https://doi.org/10.1080/00045608.2014.941735
- Frausin, V., Fraser, J.A., Narmah, W., Lahai, M.K., Winnebah, T.R.A., Fairhead, J., Leach, M., 2014. "God Made the Soil, but We Made It Fertile": Gender, Knowledge, and Practice in the Formation and Use of African Dark Earths in Liberia and Sierra Leone. *Hum. Ecol.* 42, 695-710, https://doi.org/10.1007/s10745-014-9686-0

- Jobbágy, E.G., Jackson, R.B., 2000. The vertical distribution of soil organic carbon and its relation to climate and vegetation. *Ecol. Appl.* 10, 423-436. https://doi.org/10.1890/1051-0761(2000)010[0423:TVDOSO]2.0.CO;2
- Keesstra, S.D., Bouma, J., Wallinga, J., Tittonell, P., Smith, P., Cerdà, A., Montanarella, L., Quinton, J.N., Pachepsky, Y., van der Putten, W.H., Bardgett, R.D., Moolenaar, S., Mol, G., Jansen, B., Fresco, L.O., 2016. The significance of soils and soil science towards realization of the United Nations Sustainable Development Goals. SOIL. 2, 111-128, https://doi.org/10.5194/soil-2-111-2016
- Lafargue, E., Marquis, F., Pillot, D., 1998. Rock-Eval 6 Applications in Hydrocarbon Exploration, Production, and Soil Contamination Studies. *Rev. Inst. Fr. Pétrole.* 53, 421-437, https://doi.org/10.2516/ogst:1998036
- Lombardo, U., Iriarte, J., Hilbert, L., Ruiz-Pérez, J., Capriles, J.M., Veit, H., 2020. Early Holocene crop cultivation and landscape modification in Amazonia. *Nature*. 581, 190-193, https://doi.org/10.1038/s41586-020-2162-7
- Lombardo, U., Szabo, K., Capriles, J.M., May, J.-H., Amelung, W., Hutterer, R., Lehndorff, E., Plotzki, A., Veit, H., 2013. Early and Middle Holocene Hunter-Gatherer Occupations in Western Amazonia: The Hidden Shell Middens. *PLoS ONE*. 8,e72746, https://doi.org/10.1371/journal.pone.0072746
- Malou, O.P., Sebag, D., Moulin, P., Chevallier, T., Badiane-Ndour, N.Y., Thiam, A., Chapuis-Lardy, L., 2020. The Rock-Eval® signature of soil organic carbon in arenosols of the Senegalese groundnut basin. How do agricultural practices matter?, *Agric. Ecosyst. Environ.* 301,107030, https://doi.org/10.1016/j.agee.2020.107030
- Masseroli, A., Leonelli, G., Morra di Cella, U., Verrecchia, E.P., Sebag, D., Pozzi, E.D., Maggi, V., Pelfini, M., Trombino, L., 2021. An integrated approach for tracking climate-driven changes in treeline environments on different time scales in the Valle d'Aosta, Italian Alps. *The Holocene*. 31, 1525-1538, https://doi.org/10.1177/09596836211025974
- Minasny, B., Malone, B.P., McBratney, A.B., Angers, D.A., Arrouays, D., Chambers, A., Chaplot, V., Chen, Z.-S., Cheng, K., Das, B.S., Field, D.J., Gimona, A., Hedley, C.B., Hong, S.Y., Mandal, B., Marchant, B.P., Martin, M., McConkey, B.G., Mulder, V.L., O'Rourke, S., Richer-de-Forges, A.C., Odeh, I., Padarian, J., Paustian, K., Pan, G., Poggio, L., Savin, I., Stolbovoy, V., Stockmann, U., Sulaeman, Y., Tsui, C.-C., Vågen, T.-G., van Wesemael, B., Winowiecki, L., 2017. Soil carbon 4 per mille. *Geoderma*. 292, 59-86, https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2017.01.002
- Poeplau, C., Barré, P., Cécillon, L., Baudin, F., Sigurdsson, B.D., 2019. Changes in the Rock-Eval signature of soil organic carbon upon extreme soil warming and chemical oxidation. A comparison. *Geoderma*. 337, 181-190, https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2018.09.025
- R Core Team, 2019. R: A Language and Environment for Statistical Computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria.
- Romanens, R., Pellacani, F., Mainga, A., Fynn, R., Vittoz, P., Verrecchia, E.P., 2019. Soil diversity and major soil processes in the Kalahari basin, Botswana. *Geoderma Reg.* 19,e00236, https://doi.org/10.1016/j.geodrs.2019.e00236
- Rumpel, C., Amiraslani, F., Chenu, C., Garcia Cardenas, M., Kaonga, M., Koutika, L.-S., Ladha, J., Madari, B., Shirato, Y., Smith, P., Soudi, B., Soussana, J.-F., Whitehead, D., Wollenberg, E., 2019. The 4p1000 initiative: Opportunities, limitations and challenges for implementing soil organic carbon sequestration as a sustainable development strategy. *Ambio*. 49, 350-360, https://doi.org/10.1007/s13280-019-01165-2
- Schmidt, M.J., Rapp Py-Daniel, A., de Paula Moraes, C., Valle, R.B.M., Caromano, C.F., Texeira, W.G., Barbosa, C.A., Fonseca, J.A., Magalhães, M.P., Silva do Carmo Santos, D., da Silva e Silva, R., Guapindaia, V.L., Moraes, B., Lima, H.P., Neves, E.G., Heckenberger, M.J., 2014. Dark earths and the human built landscape in Amazonia: a widespread pattern of anthrosol formation. *J. Archaeol. Sci.* 42, 152-165, https://doi.org/10.1016/j.jas.2013.11.002
- Sebag, D., Verrecchia, E.P., Cécillon, L., Adatte, T., Albrecht, R., Aubert, M., Bureau, F., Cailleau, G., Copard, Y., Decaens, T., Disnar, J.-R., Hetényi, M., Nyilas, T., Trombino, L., 2016. Dynamics of soil organic matter based on new Rock-Eval indices. *Geoderma*. 284, 185-203. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2016.08.025
- Smith, P., Adams, J., Beerling, D.J., Beringer, T., Calvin, K.V., Fuss, S., Griscom, B., Hagemann, N., Kammann, C., Kraxner, F., Minx, J.C., Popp, A., Renforth, P., Vicente Vicente, J.L., Keesstra, S., 2019. Land-Management Options for Greenhouse Gas Removal and Their Impacts on Ecosystem Services and the Sustainable Development Goals. *Annu. Rev. Environ. Resour.* 44, 255-286, https://doi.org/10.1146/annurev-environ-101718-033129

- Soussana, J.-F., Lutfalla, S., Ehrhardt, F., Rosenstock, T., Lamanna, C., Havlík, P., Richards, M., Wollenberg, E. (Lini), Chotte, J.-L., Torquebiau, E., Ciais, P., Smith, P., Lal, R., 2017. Matching policy and science: Rationale for the '4 per 1000 soils for food security and climate' initiative. *Soil Tillage Res.* 188, 3-15, https://doi.org/10.1016/j.still.2017.12.002
- Souza, L.C. de, Lima, H.V. de, Rodrigues, S., Kern, D.C., Silva, Á.P. da, Piccinin, J.L., 2016. Chemical and physical properties of an anthropogenic dark earth soil from Bragança, Para, Eastern Amazon. *Acta Amaz.* 46, 337-344, https://doi.org/10.1590/1809-4392201505663