



ArkéoMap

ANALYSES SCIENTIFIQUES DES DÉCOUVERTES ARCHÉOLOGIQUES : TESTS PALYNOLOGIQUES



**TESTS PALYNOLOGIQUES DE 13 PRÉLÈVEMENTS RÉALISÉS LORS
DE L'OPÉRATION DU SITE DE LA COMMUNE DE PAULX (44).
*SITE GAULOIS, ANTIQUE ET MÉDIÉVAL.***

Opération : OA 187078

**PÔLE ARCHÉOLOGIQUE DE
LOIRE-ATLANTIQUE**

Rapport sur les tests palynologiques

Janvier 2024

Conseil Départemental de Loire-Atlantique
Pôle archéologique

Tests palynologiques de 13 prélèvements réalisés lors de l'opération du site de la commune de Paulx (44). Site gaulois, antique et médiéval

OA 187078

Rapport des tests palynologiques de 13 prélèvements

Loïc GAUDIN

membre associé à l'UMR 6566 CReAAH et chargé de cours l'Université de Rennes 1

E-mail : loic.gaudin@arkeomap.com

Site web : arkeomap.com

Janvier 2024

Illustration de la page de couverture : Pollen de Chenopodiacée observé dans le prélèvement n°40. Grossissement x1000. L'échelle représente des micromètres.

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	4
1. PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS, STRATIGRAPHIE et OBJECTIFS.....	5
2. TRAITEMENT CHIMIQUE et OBSERVATION DES ECHANTILLONS.....	7
2.1 Le protocole d'extraction utilisé.....	7
2.2 Les comptages et déterminations.....	8
3. RESULTATS DES TESTS.....	10
4. PRECONISATIONS ET RESULTATS.....	12
5. BIBLIOGRAPHIE.....	14
6. ANNEXE.....	15
6.1. Détail du protocole d'extraction utilisé :.....	15
6.2. Description des échantillons et des traitements	18

INTRODUCTION

L'opération archéologique est située sur la commune de Paulx (44). La fouille concerne un site gaulois, antique et médiéval (près de Machecoul).

Les prélèvements ont été réalisés à l'intérieur des comblements de puits (a priori un pour chaque période), de fosses, fossés gaulois et médiévaux (Fig. 1).

Treize prélèvements ont fait l'objet d'extractions polliniques (Fig. 1 et 2).

Ce rapport vise à estimer le contenu palynologique des prélèvements dans l'optique de faire des analyses plus approfondies et ainsi de décrire la mosaïque paysagère qui environnait le site.

Cette opération a été menée par le Pôle Archéologique de Loire-Atlantique (44). La fouille ci-présente a été dirigée par M. Axel LEVILLAYER, responsable d'opération.

1. PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS, STRATIGRAPHIE et OBJECTIFS

Mis à part peut-être les contextes de puits, de façon générale les couches sédimentaires ne présentaient pas de conditions anaérobies permanentes (ex. nappe d'eau), ce qui rend généralement la conservation des pollens très aléatoire. Aucun macroreste « ligneux », indice favorable, n'a été relevé.

La couleur « grise » observée sur plusieurs échantillons (ex. n° prélèvements 157, 158, 123...) pourrait signifier des contextes réducteurs (anaérobie) plutôt favorables. En revanche, la couleur orangée observée sur certains prélèvements (ex. prélèvement n°140) signifie l'existence de phénomènes d'oxydations, plutôt défavorables à la conservation pollinique.

Seuls des tests pouvaient permettre d'obtenir une information sur le potentiel palynologique des prélèvements.

INVENTAIRE PALYNOLOGIQUE	
Commune :	Paulx (44)
Nom de l'opération / Lieu-Dit :	
Année :	2023
N° OA :	187078
Resp. d'Op. ; commanditaire	A. LEVILLAYER
Type d'opération :	Préventif
Période d'analyse pressentie	2023

N° de prélèvement	N° structure	Structure	US	Type	datation	Texture	masse envoyée
192	590	F 590, SD 315	US 03	fossé	âge du Fer	Limoneux, traces charbonneuses	53
123	649	F 649	US 04	fossé	âge du Fer	Argilo-limoneux, gris foncé	54
158		F 713, SD 292	US 03			Limoneux, gris	54
157	713	F 713, SD 290	US 04	fossé	âge du Fer	Limoneux, gris	54
140	801	F 801, SD 209	US 02	tranchée	âge du Fer	n°	54
1	448	F 448, SD 45	US 02	fossé	Antiquité	limoneux, brun	53
221	1127	F 1127	US 20	fosse/puisard	Moyen Âge	Limoneux, gris	48
205	1147	F 1147	US 02	fosse	Moyen Âge	Limono-argileux – couleur grise av	54
207	1187	F 1187	US 08	fosse	Moyen Âge	Limono-argileux – couleur grise av	53
57	60	F 060	US 20	puits	âge du Fer	Argileux – gris	52
40	413	F 413	US 15	puits	Antiquité ?	argileux, liquide, couleur grise	54
242			US 33			Organique	54
241	1397	F 1397	US 39	puits	Moyen Âge	Organique	51

Figure 1. Inventaire et descriptif des prélèvements étudiés.



Figure 2. Photographie des 13 prélèvements envoyés pour extractions.

2. TRAITEMENT CHIMIQUE et OBSERVATION DES ECHANTILLONS

2.1 Le protocole d'extraction utilisé

L'extraction pollinique a été réalisée au sein du laboratoire de l'UMR CNRS 5805 EPOC (Environnements et Paléoenvironnements Océaniques et Continentaux) à l'université de Bordeaux.

Le protocole utilisé est détaillé en annexe (chapitre 6.1.).

2.2 Les comptages et déterminations

Les pollens ont été observés au sein du laboratoire ARKEOMAP. L'observation des extractions a été réalisée sous microscope optique à immersion aux grossissements x500 et x1000 (microscopes OLYMPUX CX21 et CX40).



Figure 3. Microscope d'observation (Olympus CX 21, ArkéoMap)

Les outils utilisés pour les déterminations sont de plusieurs sortes :

- des lames de référence du Laboratoire de l'UMR 6566 « CReAAH », de pollens actuels portant principalement sur la flore hygrophile des marais,
- des clichés photographiques pris au microscope optique et électronique,
- des atlas photographiques « pollens et spores d'Europe et d'Afrique du Nord » (Reille 1992) et « Leitfaden der Pollenbestimmung für Mitteleuropa und angrenzende Gebiete » (Beug 2004).

Le nombre de grains de pollens et de spores comptés par échantillon peut être variable en fonction des conditions de conservation et de la nature des sédiments. L'objectif de cette pré-étude étant avant tout d'estimer le potentiel palynologique, nous n'avons pas cherché à atteindre le nombre de 300 pollens préconisé par M. Reille (1990).

Nous nous sommes néanmoins attachés à quelques règles et indices pour estimer le contenu palynologique :

- le balayage d'une dizaine « d'allers-retours » de la lamelle,
- un minimum d'une à deux heures a été consacré au balayage de chaque lamelle.

Nous avons aussi calculé des fréquences polliniques absolues afin d'estimer le nombre de grains par volume (mL) de sédiment. Nous nous sommes basés pour cela sur une méthode préconisant l'introduction de pastilles de Lycopodes au nombre connu dans les préparations (Stockmarr 1972).

Remarque par rapport à la détection des microfossiles non-polliniques (MNP) :

Le parcours des lames polliniques permet souvent d'observer des microfossiles non-polliniques. Ils peuvent être d'origines diverses : spores algales, ascospores fongiques, fructifications, restes de métazoaires, œufs ou kystes de parasites, ...

Il n'est pas toujours possible de déterminer ces microfossiles. Néanmoins, nous nous sommes basés sur les inventaires de Van Geel *et al.* (2006) et C. Cugny (2011) pour identifier certains microfossiles et ainsi compléter l'interprétation des résultats polliniques. La typologie adoptée est celle initiée par B. van Geel, réutilisée et complétée par C. Cugny (2011).

3. RESULTATS DES TESTS

Les résultats des tests sont donnés sous la forme d'un tableau de comptages représentant les effectifs des différents pollens, spores et quelques microfossiles non polliniques (MNP) identifiés (Figure 4).

	F 590, SD 315	F 649	F 713, SD 292	F 713, SD 290	F 801, SD 209	F 448, SD 45	F 1127	F 1147	F 1187	F 060	F 413	F 1397	
Taxons \ Code Prélèvements	PLV n° 192	PLV n° 123	PLV n° 158	PLV n° 157	PLV n° 140	PLV n° 1	PLV n° 221	PLV n° 205	PLV n° 207	PLV n° 57	PLV n° 40	PLV n° 242	PLV n° 241
Frag. Gymnosperme	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Pinus	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Pinus sylvestris	0	0	0	0	0	2	1	0	0	1	0	0	0
Quercus	7	0	0	1	0	0	0	0	11	0	7	3	2
Fagus	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0
Corylus	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	6	0	1
Populus	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0
POACEAE	38	0	0	2	0	0	1	0	9	1	23	13	14
CICHORIOIDEAE	13	0	0	0	1	0	4	0	4	1	3	10	9
ASTERACEAE	3	0	0	4	0	0	0	0	2	0	0	3	8
Artemisia	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0
CARYOPHYLLACEAE	2	0	1	1	0	0	0	0	1	1	0	1	1
CHENOPODIACEAE	4	0	0	2	1	0	1	0	2	0	2	1	2
BRASSICACEAE	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
Plantago	4	0	0	0	0	0	0	0	5	0	1	0	1
Plantago lanceolata	3	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0
URTICACEAE	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	0	0
Erica	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0
Cerealia type	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	2	1
Cannabis / Humulus	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
Rumex	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1
Centaurea type jacea	1	0	0	0	1	0	0	0	4	0	1	0	0
RANUNCULACEAE	2	0	0	0	0	0	1	0	1	1	0	2	0
Scabiosa	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0
LAMIACEAE	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0
VALERIANACEAE	0	0	2	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PLOMBAGINACEAE	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
SCROPHULARIACEAE	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0
Filipendula	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
CYPERACEAE	1	0	0	0	0	0	0	0	3	0	5	1	1
Lemna	9	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Sagittaria	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0
Nymphaea	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0
Pteridium	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0
Spore monolète	16	4	4	4	6	7	1	8	11	7	16	4	4
Polypodium	10	12	196	139	8	3	7	6	37	54	2	1	0
Spore trilète	6	0	0	0	4	0	0	0	3	0	7	0	3
Ascospores gp coprophiles – HdV-55 – Sordariales	0	3	0	0	0	0	0	0	0	0	2	1	1
Améropores – HdV-207	1	45	1	1	0	4	0	1	0	4	7	0	0
Améropores – HdV-27	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	0	0
Dictyospores – TM-329	0	3	2	0	0	0	0	0	0	2	1	0	0
Phragmospores – HdV-729	0	1	0	0	1	0	0	0	0	0	1	0	1
Spores algales et supposées – HdV-181, HdV-182	0	20	1	2	0	4	0	0	1	2	2	0	0
Micro-charbons	23	13	34	5	78	7	0	124	30	33	6	0	0
Phytolithes	0	0	0	0	0	0	0	0	13	0	0	0	0
Indéterminés	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	3	0	1
SOM. pollen (somme de base)	89	1	3	15	3	2	8	0	49	6	53	38	43
SOM. Sporo-pollinique	121	17	203	158	21	12	16	14	101	67	78	43	50
CONC. ABS Pollen (nb / cm3)	35353	403	16425	5293	1673	484	841	715	13279	13050	17092	10769	37565
CONC. ABS Pollen et Spores (nb / cm3)	26004	24	243	502	239	81	421	0	6442	1169	11614	9517	32306

Figure 4. Opération archéologique OA 187078 de la commune de Paulx (44). Comptages correspondant aux pollens et spores déterminés dans chacun des 6 prélèvements testés. Les valeurs grisées correspondent à des sommes polliniques, sommes sporo-polliniques et pour les deux dernières lignes à des concentrations absolues de pollens et de spores + pollens. Les concentrations absolues sont exprimées en nombre de grains par volume (mL) de sédiment.

Code des prélèvements	Nombre de pollens comptés	Nombre de spores comptés	de Lycopodes introduits comptés	Concentration absolue pollen spores	Concentration absolue pollen uniquement	Etat de conservation	Diversité taxonomique	Remarque	Indice de potentiel d'étude
192	89	121	18	35353	26004	Bon	17	Céréale	1
123	1	17	222	403	24	Très mauvais	3		5
158	3	203	65	16425	243	Très mauvais	4		5
157	15	158	157	5293	502	Mauvais	9		4 à 5
140	3	21	66	1673	239	Très mauvais	6		5
1	2	12	152	484	81	Très mauvais	3		5
221	8	16	100	841	421	Mauvais	7		4 à 5
205	0	14	103	715	0	Très mauvais	2		5
207	49	101	40	13279	6442	Bon	21		2
57	6	67	27	13050	1169	Moyen - mauvais	8		3 à 4
40	53	78	28	17092	11614	Bon	16	Céréale	2
242	38	43	21	10769	9517	Moyen	13	Céréale	3
241	43	50	7	37565	32306	Bon	15	Céréale ; chanvre/houblon	1

Figure 5. Opération archéologique OA 187078 de la commune de Paulx (44). Tableau synthétisant les sommes, les concentrations absolues en spores et pollens (en nb/mL de sédiment) ainsi que la diversité taxonomique de chaque prélèvement. Quelques faits remarquables sont aussi indiqués. Un ordre de priorité d'analyses des échantillons est proposé en tenant compte des résultats des tests (l'indice de 1 correspondant à un test très favorable, l'indice 5 correspondant à un résultat très défavorable).

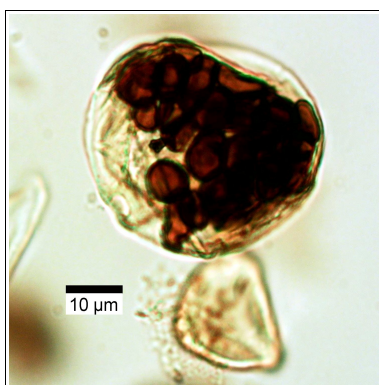


Figure 6. Opération archéologique OA 187078 de la commune de Paulx (44). Photographie à la fois d'un pollen de Céréale type (en haut de l'image) et d'un pollen de noisetier (en bas de l'image), grossissement x1000, prélèvement n°40.

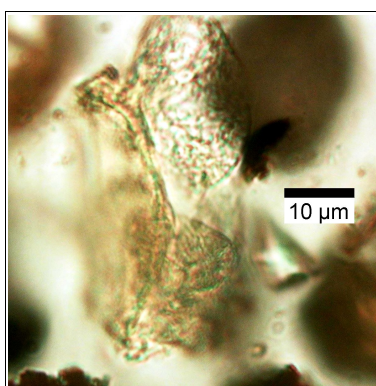


Figure 7. Opération archéologique OA 187078 de la commune de Paulx (44). Photographie d'un pollen de résineux (Gymnosperme), grossissement x1000, prélèvement n°1.

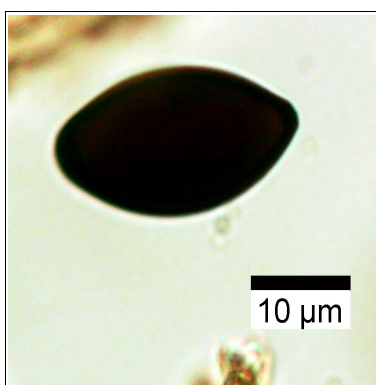


Figure 8. Opération archéologique OA 187078 de la commune de Paulx (44). Photographie d'un probable « Ascospore du groupe coprophile Sordariae (type HdV-55 ?) », grossissement x1000, prélèvement n°40.

4. PRECONISATIONS ET RESULTATS

L'observation des échantillons a livré des résultats hétérogènes (Figures 4 et 5). Pour sept échantillons, les résultats obtenus sont plutôt mauvais. Les concentrations polliniques n'excèdent pas les 1000 pollens / mL (prélèvements n° 123, 158, 157, 221, 140, 1, 205). Un prélèvement (n°57) montre une conservation moyenne (de l'ordre 1000 grains / mL) et cinq prélèvements (n°192, 207, 40, 242, 241) montrent des résultats plutôt correctes (de 6400 à 32000 pollens / mL).

Mis à part les prélèvements n°192, 241, voire n°40 les conservations polliniques restent faibles en comparaison avec les concentrations polliniques observées dans les tourbières, (souvent supérieurs à 50000 pollens / mL).

Au niveau de la diversité taxonomique, une trentaine de taxons polliniques a été observée pour l'ensemble des prélèvements. Les cinq prélèvements les mieux conservés (prélèvements n°192, 207, 241, 242 et 40) montrent des diversités intéressantes de l'ordre de 13 à 21 taxons. Quelques microfossiles non polliniques ont aussi été détectés (huit types).

La détection systématique et relativement importante des spores de Lycopodes exotiques introduits dans les volumes extraits (de 7 à 203 Lycopodes comptés, Figure 5), témoigne de la réussite du traitement physico-chimique d'extraction du matériel sporo-pollinique. Ce constat montre que la faiblesse du stock pollinique tient à la pauvreté des sédiments et non à la méthodologie employée pour l'extraction.

Le temps de contact entre la pluie pollinique et les couches archéologiques est un facteur qui a pu jouer pour expliquer ces résultats. Tout dépend de la durée de fonctionnement et de la dynamique (vitesse) de comblement sédimentaire des différentes structures.

L'autre facteur important est le contexte de conservation pollinique. Dans certains échantillons (prélèvements n° 40, 140), de nombreux « débris organiques » (microcharbons, enveloppes polliniques) ont été constatés sans qu'il soit possible d'identifier des taxons. D'autres échantillons présentaient d'importantes conservations différentielles avec une surreprésentation des taxons résistants à la corrosion comme par exemple les pollens de Cichorioïdées, les spores monolètes, les spores de Polypodium (ex. prélèvements n°158, 157, 207, 54, 242), les amérospores type HdV-207 (prélèvement n°45) (Fig. 4). Pour ces échantillons, les compositions polliniques observées semblent donc résulter de conservations différentielles. La nature des restes laisse penser que les pollens se sont trouvés à un moment donné dans des contextes aérobies (ou dans une zone de battement de nappe) propices à l'oxydation biologique (respiration microbienne) ou physico-chimique.

En ce qui concerne les trois prélèvements montrant des compositions polliniques intéressantes (prélèvements n°192, 207, 40, 242, 241), les pollens et spores identifiés proviennent à la fois de végétations herbacées et arborescentes.

De façon générale, les végétations herbacées semblent mieux représentées que les végétations arborescentes (paysages plutôt ouverts donc).

En ce qui concerne les végétations arborescentes, on constate quelques fragments polliniques de résineux, dont du pin (*Pinus sp.*), des pollens de chêne (*Quercus sp.*) et des pollens de noisetier (*Corylus avellana*, Prélèvements n°40, 241). La chênaie-hêtraies correspond à la végétation forestière environnante. (un pollen de hêtre a été identifié dans le prélèvement n°207).

Les formations de résineux sont difficiles à cerner à cause de modes de diffusion et de productions importantes.

Les pollens de noisetier (prélèvements n°40, 241) pourraient provenir de boisements clairs, de lisières ou de haies, de secteurs en déprise agricole ?

En ce qui concerne les végétations herbacées, des pollens de Poacées, Cichorioïdées, armoise (*Artemisia sp.*), Chenopodiacées, Caryophyllacées et Cypéracées pourraient correspondre à des végétations de type « friches et jachères » (Poacées, Cichorioïdées, *Artemisia sp.*, Chenopodiacées) et des végétations de type « prairies méso- à hygrophiles » (Poacées, Cypéracées, *Centaurea sp.*). Quelques pollens de céréales, potentiels indices de cultures, ont aussi été observés dans les prélèvements n°192, n°40, n° 242, n° 241. Un pollen de chanvre / houblon (prélèvement n° 241) est aussi à noter. Quelques pollens de plantes aquatiques (*Sagittaria sp.*, *Nymphaea sp.*) sont à signaler dans le prélèvement n°40.

Les spores monolètes, les spores du genre *Polypodium* et des amérospores type HdV-207 correspondent à des végétations de mousses, de fougères et de champignons difficilement interprétables. L'amérospore de « type HdV-207 » caractériserait le genre *Glomus* (Cugny, 2011), champignon parasite de plantes herbacées.

Quelques ascospores du groupe coprophile Sordariales (type HdV-55 ?) observés dans les prélèvements n°123 (F649), n°40 et n° 241, 242 (F1397) seraient significatifs d'excréments en décomposition (Fig. 8). De plus, des spores algales et supposées de type HdV-181 identifiés dans sept des treize prélèvements seraient synonymes d'eaux stagnantes peu profondes et eutrophes, en cohérence avec le contexte de fossé (Cugny, 2011).

Compte tenu des faibles effectifs étudiés (ce sont des tests), il faut interpréter ces résultats avec beaucoup de précaution.

Au regard de ces diverses constatations, cinq prélèvements ont été jugés intéressants pour des analyses plus approfondies (prélèvements n°192, 207, 40, 241, 242). Le prélèvement n°242 présente un potentiel un peu moindre, mais compte tenu de l'observation de quelques grains de céréales, un temps d'observation complémentaire peut être suggéré. Les prélèvements n°57 et 157 pourraient éventuellement faire l'objet d'analyses complémentaires, sans toutefois espérer obtenir des résultats interprétables de façon fiable.

Les indices de « potentialité » d'analyses ont été estimés de « bon » à « très mauvais » pour les divers prélèvements (Fig. 9).

Code des prélèvements	Indice de potentiel d'étude
192	1
123	5
158	5
157	4 à 5
140	5
1	5
221	4 à 5
205	5
207	2
57	3 à 4
40	2
242	3
241	1

Figure 9. Opération archéologique OA 187078 de la commune de Paulx (44). Tableau récapitulatif de l'ordre de priorité des analyses palynologiques. Un ordre de priorité d'analyses des échantillons est proposé en tenant compte des résultats des tests (l'indice de 1 correspondant à un test très favorable, l'indice 5 correspondant à un résultat très défavorable).

5. BIBLIOGRAPHIE

BEUG 2004 : BEUG H.-J., *Leitfaden der Pollenbestimmung für Mitteleuropa und angrenzende Gebiete*. Publisher Verlag Friedrich Pfeil, Munich, 542 p.

CUGNY 2011 : CUGNY C., Apport des microfossiles non-polliniques à l'histoire du pastoralisme sur le versant nord pyrénéen. Entre référentiels actuels et reconstitution du passé. Thèse de doctorat, Université Toulouse 2 Le Mirail, 2 vol., 373 p.

REILLE 1990 : REILLE M., *Leçon de palynologie et d'analyse pollinique*. CNRS, Paris, 206 pages.

REILLE 1992 : REILLE M., *Pollen et spores d'Europe et d'Afrique du Nord.*, Editions Louis-Jean, Gap, 520 p.

STOCKMARR 1972 : STOCKMARR J., Tablets with spores used in absolute pollen analysis. *Pollens et spores*, 13, p. 615-621.

VAN GEEL, APTROOT 2006 : VAN GEEL B., APTROOT A., Fossil Ascomycetes in Quaternary deposits. *Nov Hedw*, 82, p. 313-329.

6. ANNEXE

6.1. Détail du protocole d'extraction utilisé :

Afin d'isoler et de concentrer les grains de pollen, le protocole utilisé au sein de l'UMR EPOC comporte les étapes suivantes :

Préparation du sédiment

1- Le sédiment (environ 5g) est séché à l'étuve à 40°C pendant une nuit ou plus, suivant la teneur en eau.

Estimation du volume de sédiment

2- Dans une éprouvette de 25cc en polypropylène, mettre 15cc d'eau distillée. Poser celle-ci sur une balance, faire la tare, puis ajouter le sédiment. La colonne d'eau augmente, enregistrer le poids ainsi que le volume.

Lavage du sédiment

Ce lavage permet de travailler sur deux proxies. La fraction supérieure est récupérée pour, en particulier, l'étude des foraminifères, et la fraction inférieure pour l'étude des pollens et dinoflagellés.

3- Prendre un tamis de maille 150µm et de diamètre 10cm, le poser sur un bécher de 1000ml. Vider le contenu de l'éprouvette sur le tamis, et laver délicatement à l'eau du robinet. Lorsque le résidu > à 150µm est propre, bien le rincer à l'eau distillée et le récupérer dans une coupelle toujours avec de l'eau distillée. La fraction inférieure récupérée dans le bécher est mise à décanter pendant 48h minimum. Ne pas oublier de couvrir les bécher pour éviter toute pollution.

Attaque à l'acide chlorhydrique (HCl)

Cette attaque permet d'éliminer tous les organismes et particules calcaires.

4- Aspirer l'eau à l'aide d'une trompe à vide. Celle-ci est équipée, à l'extrémité du tuyau, d'un embout en plastique présentant un angle de 90° par rapport à la paroi du bécher. Cet embout permet d'éviter toute aspiration accidentelle du résidu décanté au fond du bécher. Récupérer le résidu dans un tube de 100ml à fond rond en polypropylène.

5- Centrifuger 7mn à 2500tr/mn. Eliminer l'eau, remettre en suspension avec l'agitateur. Mettre une ou deux pastilles de Lycopodes dans le tube, le nombre de pastilles étant défini en fonction de la concentration supposée en pollen ou en dinoflagellés. Elles permettent d'estimer les concentrations en palynomorphes.

6- L'attaque à l'HCl à **froid** se fait en trois étapes. Une première attaque à **10%**, remuer à l'aide d'une baguette d'agitation en verre, laisser agir quelques minutes, si le sédiment est riche en carbonates il est important de commencer par l'HCl à faible concentration afin d'éviter une importante effervescence et également un débordement des tubes. Continuer par de l'HCl à **25%** attendre quelques minutes et terminer par de l'HCl à **50%**. Cette dernière attaque est essentielle pour la suite de la manipulation. Bien s'assurer que la réaction est terminée en ajoutant de l'HCl à 50%. Lorsqu'il n'y a plus d'effervescence dans le tube, la réaction est terminée.

Attaque à l'acide fluorhydrique (HF)

Cette attaque permet d'éliminer la silice et les silicates.

7- Centrifuger les tubes de 100ml pendant 7mn à 2500tr/mn et éliminer le surnageant. Remettre le culot en suspension avec l'agitateur, puis mettre environ 40 à 50cc d'HF à **45% à froid**. Fermer les tubes avec le bouchon approprié et les poser sur le secoueur, laisser agiter pendant 4 à 5h. Bien respecter la concentration de l'HF, car une concentration supérieure peut entraîner une forte effervescence, avec risque de perte de sédiment.

8- Centrifuger à nouveau les tubes, 7mn à 2500tr/mn, éliminer le surnageant. Remettre en suspension avec l'agitateur, puis mettre environ 40 à 50cc d'HF à **70% à froid**. Poser les tubes sur le secoueur, laisser agiter pendant **28 à 30h**.

Note : Attention pour faire cette manipulation il est impératif de respecter les mesures de sécurité, mettre des longs gants, ainsi que des lunettes. Travailler toujours sous hotte aspirante bien fermée. Travailler également les tubes toujours fermés.

Deuxième attaque à l'acide chlorhydrique (HCl)

Elimination des fluorosilicates.

9- Centrifuger les tubes, 7mn à 2500tr/mn, éliminer le surnageant. Remettre en suspension avec l'agitateur, puis mettre environ 40 à 50cc d'HCL à **25% à froid**. Poser les tubes sur le secoueur, laisser agiter pendant 15mn.

Note : Il est très important de faire cette attaque à l'HCl avant de rincer à l'eau distillée. Des risques de formation de fluorures peuvent avoir lieu et donc gêner le reste de la manipulation.

Rinçage

10- Centrifuger les tubes, 7mn à 2500tr/mn, éliminer le surnageant. Remettre en suspension le culot avec l'agitateur, remplir les tubes d'eau distillée. Centrifuger les tubes, 7mn à 2500tr/mn. Eliminer l'eau, les résidus sont prêts pour la filtration.

Filtration

Cette opération nécessite la mise en œuvre d'un système de filtration. Ce matériel est posé sur une fiole à vide de 2l reliée à une trompe à vide.

11- Remettre en suspension le culot avec l'agitateur et verser une partie ou la totalité du résidu, suivant la concentration, sur le filtre en nylon de maille 10µm. Rincer à l'eau distillée avec une pissette de 50ml. La contenance de la pissette est essentielle car elle permet de l'avoir bien en main et donc de presser suffisamment fort pour avoir un jet assez puissant pour la filtration. Lorsque cela colmate, mettre 20 à 40s d'ultrasons et rincer abondamment, en même temps, avec la pissette. Le succès de cette opération est basé sur la coordination entre les ultrasons et la pissette. Il est important de bien gérer le temps des ultrasons, car l'abus peut casser les microorganismes.

12- Récupérer le résidu, une fois bien lavé, avec la pissette dans un tube à fond conique de 50ml en polypropylène. Bien froisser le filtre entre les doigts pour décoller éventuellement les micro-organismes qui pourraient rester sur le filtre.

13- Centrifuger les tubes, 7mn à 2500tr/mn, éliminer le surnageant à l'aide de la trompe à vide munie de l'embout à 90°. Transvaser le résidu avec de l'eau distillée dans un tube à fond conique de 8cc en plastique. Centrifuger les tubes, 7mn à 2500tr/mn, éliminer le surnageant toujours avec la trompe à vide. Le résidu est prêt pour le montage.

14 – En fonction du caractère organique du résidu il est parfois nécessaire d'effectuer un traitement supplémentaire au HNO₃ : Séparation du culot en 2 puis sur une moitié, attaque HNO₃ 2mn, filtration 10µ, 20s Ultra son, 2mn HNO₃, filtration 10µ

Montage

Montage à la glycérine bidistillée phénolée (lames mobiles)

Cette technique de montage est utilisée pour l'étude des grains de pollen.

14b- Poser une lame sur la plaque chauffante (T° 200°C-250°C), mettre sur celle-ci une goutte de glycérol (*voir annexes*), ajouter quelques gouttes de résidus, doser suivant la concentration voulue. Laisser évaporer l'eau. Pendant ce temps préparer la lamelle en posant sur les longueurs de la lamelle de l'histolaque. Une fois l'évaporation terminée poser la lamelle sur la lame. Retirer la lame de la plaque chauffante et luter les deux côtés restants.

Conservation

15- Pour la conservation remplir les tubes de 8cc d'eau distillée, puis ajouter quelques gouttes de glycérine bidistillée phénolée

Annexes

- Fournisseur des pastilles de lycopodes

Lund University
Department of Geology
Quaternary Sciences
Sölvegatan 12
SE-223 62 Lund
Sweden
Fax : 46-46-2224830

- Fournisseur des filtres de 10µm

Saulas et Cie
5, rue des epinettes
BP 20
10160 Paisy cosdon
fax : 03 25 40 74 87

- Préparation de la gélatine glycinée

Mettre dans un bécher 10g de gélatine plus 34,2cc d'eau distillée. Laisser reposer pendant 2h à froid sans agitation. Ensuite, ajouter 51cc de glycérol à 98% plus 1g de phénol. Chauffer jusqu'à complète dissolution. La solution se solidifie à froid. Lors du montage mettre le bécher sur la plaque chauffante.

- Préparation du glycérine bidistillée phénolée pour la conservation

Mettre dans 1l de glycérol à 98% 1% de phénol.

6.2. Description des échantillons et des traitements

SERIE N°	Nom du demandeur	TECH	Date	Sol Exotique (lycopodes...)	Nombre grains	Num (1-8)	NOM DE LA CAROTTE	TRONCON	Prof top	VOL	Poids sec	HCL	HF 48%	HF 70%	filtration 5/10/15 microns	filtration Ultrason(s)	Type de montage (G/L)
2703	GAUDIN	MG	12/09/2023	lycopodes	18407	A	Paulx	PLV	1	3	6,838	X	X	X	10	20	L
2703	GAUDIN	MG	12/09/2023	lycopodes	18407	D	Paulx	PLV	40	3	7,011	X	X	X	10	20	L
2703	GAUDIN	MG	12/09/2023	lycopodes	18407	E	Paulx	PLV	57	3,5	7,405	X	X	X	10	20	L
2703	GAUDIN	MG	12/09/2023	lycopodes	18407	F	Paulx	PLV	123	3,5	7,028	X	X	X	10	20	L
2703	GAUDIN	MG	12/09/2023	lycopodes	18407	G	Paulx	PLV	140	3,5	8,403	X	X	X	10	20	L
2704	GAUDIN	MG	12/09/2023	lycopodes	18407	A	Paulx	PLV	158	3,5	6,342	X	X	X	10	20	L
2704	GAUDIN	MG	12/09/2023	lycopodes	18407	B	Paulx	PLV	192	3,5	7,037	X	X	X	10	20	L
2704	GAUDIN	MG	12/09/2023	lycopodes	18407	C	Paulx	PLV	205	3,5	8,003	X	X	X	10	20	L
2704	GAUDIN	MG	12/09/2023	lycopodes	18407	D	Paulx	PLV	207	3,5	7,848	X	X	X	10	20	L
2703	GAUDIN	MG	12/09/2023	lycopodes	18407	H	Paulx	PLV	157	3,5	7,153	X	X	X	10	20	L

Figure 10. Description des traitements réalisés pour l'extraction pollinique (UMR EPOC).