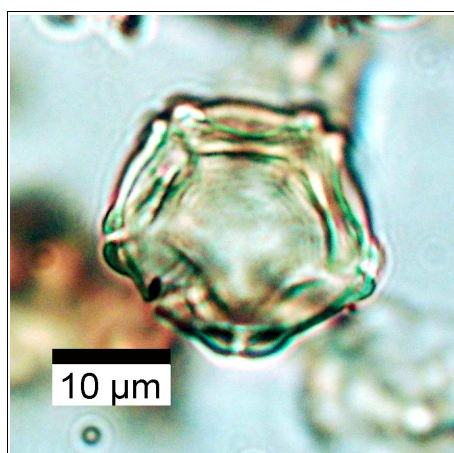




ANALYSES SCIENTIFIQUES DES DÉCOUVERTES ARCHÉOLOGIQUES : TESTS PALYNOLOGIQUES



**TESTS PALYNOLOGIQUES DE 9 PRÉLÈVEMENTS ARCHÉOLOGIQUES
RÉALISÉS LORS DE L'OPÉRATION DU SITE « GRANZEGBUR »
SUR LA COMMUNE DE GREVENMACHER (LUXEMBOURG).**

SITE PROTOHISTORIQUE.

OPÉRATION : 2022.067

**INRA
SERVICE D'ARCHÉOLOGIE PROTOHISTORIQUE**

Rapport sur les tests palynologiques

Mars 2025

Institut National de Recherches Archéologiques

Service d'archéologie protohistorique

**Tests palynologiques de 9 prélèvements archéologiques réalisés lors de l'opération
du site « Granzegebur » sur la commune de Grevenmacher (Luxembourg).
Opération : 2022.067**

Rapport des tests palynologiques de 9 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

Mars 2025

*Illustration de la page de couverture : Pollen d'aulne (Alnus sp.) observé dans le prélèvement
n°3 – Pal n°3. 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.....	7
3. RESULTATS DES TESTS.....	9
4. PRECONISATIONS ET RESULTATS.....	11
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

Ce document présente les résultats de tests palynologiques réalisés pour l'opération archéologique menée sur le site de Grazengebur sur la commune de Grevenmacher (Luxembourg) (Opération 2022.067).

Le site est décrit comme une occupation protohistorique comportant de nombreux silos. Les vestiges mis au jour correspondent à plusieurs périodes depuis la période Hallstatt D / La Tène A jusqu'à l'époque gallo-romaine.

Les prélèvements ont été réalisés dans le comblement d'une zone humide située à proximité du site archéologique (Fig. 1).

Neuf prélèvements ont fait l'objet d'extractions polliniques (Fig. 1 et 3).

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 étude a été commandée par l'Institut National de Recherches Archéologiques. La fouille ci-présente a été dirigée et par M. Hadzhipetkov.

1. PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS, STRATIGRAPHIE et OBJECTIFS

En contexte archéologique, mis à part peut-être les contextes de puits, de façon générale les couches sédimentaires ne présentent pas de conditions anaérobies permanentes (ex. nappe d'eau), ce qui rend généralement la conservation des pollens très aléatoire. Dans le cas ci-présent, la zone humide située à proximité du site donnait une opportunité d'avoir des informations paléoenvironnementales potentiellement intéressantes.

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

INVENTAIRE PALYNOLOGIQUE	
Commune :	Grevenmacher (Luxembourg)
Nom de l'opération / Lieu-Dit :	Granzegebur
Année :	
N° OA :	opération 2022 - 067
Resp. d'Op. ; commanditaire	Iliya Hadzhipetkov
Type d'opération :	Préventif
Période d'analyse pressentie	Mars 2025

N° de Colonne prélèvement	N° échantillon palynologique (PAL)	Faits et US	Masse envoyée (g)	Description sédimentaire
PR 1 (8540)	PR1 – Pal -8 (0.22 – 0.24m)	US3	7	Noir, organique
	PR1 – Pal -9 (0.44 – 0.46m)	US2	9	Couleur grise, argileux
PR 2 (8541)	PR2 – Pal 6 (0.12 – 0.14m)	US 4	11	Couleur grise, argileux
	PR2 – Pal 7 (0.42 – 0.44m)	US 4	8	Couleur grise, argileux
PR 3 (8542)	PR3 – Pal 5 (0.32 – 0.34m)	US 4	9	Couleur grise foncée, argileux
PR 4	PR4 – Pal 3 (0.14 – 0.16m)		10	Couleur grise foncée, argileux
	PR4 – Pal 4 (0.44 – 0.45m)		10	Couleur grise foncée, argileux
PR 5	PR5 – Pal 1 (0.06 – 0.08m)		8	Couleur grise foncée, argileux
	PR5 – Pal 2 (0.34 – 0.36m)		9	Couleur grise foncée, argileux

Figure 1. Inventaire et descriptif des prélèvements étudiés.

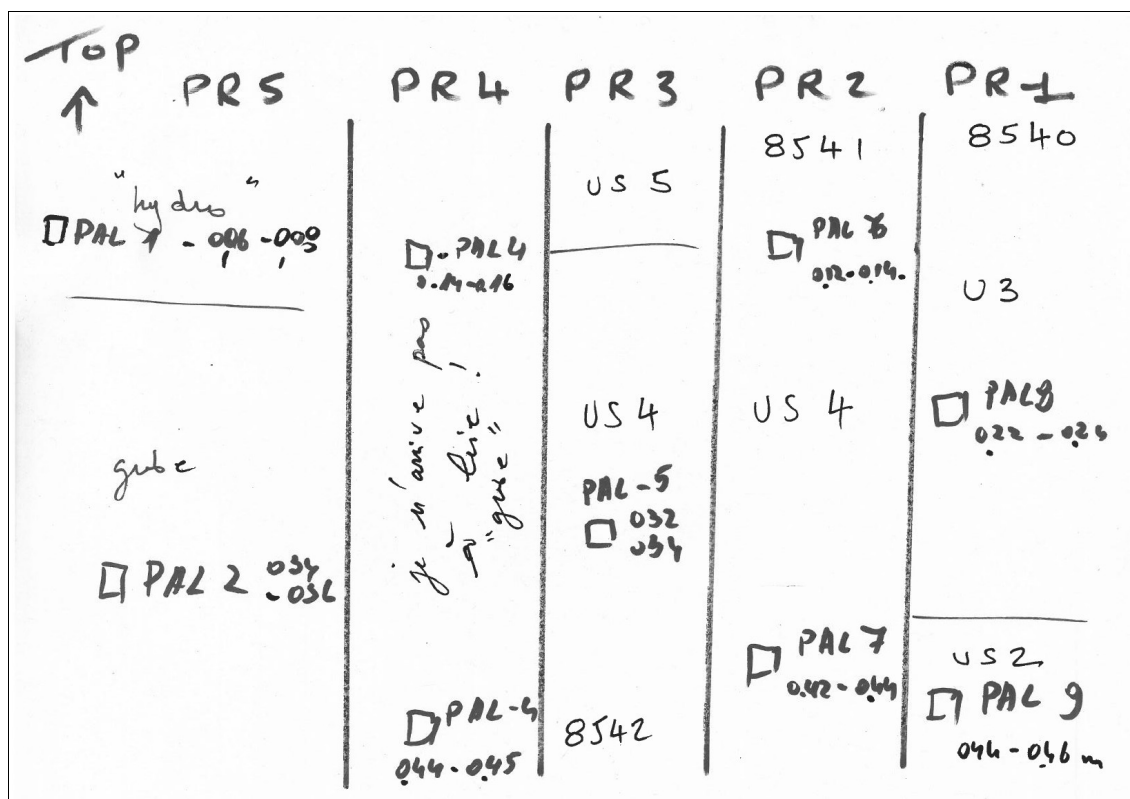


Figure 2. Représentation schématique des différentes colonnes de prélèvements (PR1 à PR5) ainsi que des différents échantillonnages palynologiques et US associées.



Figure 3. Photographie des 9 prélèvements envoyés pour extractions. La plupart des échantillons avait un aspect gris foncé, à dominance argileuse.

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 OLYMPUS CX21 et CX40).



Figure 4. 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 pour chaque prélèvement (Fig. 5).

	PR1 – Pal 8 (0.22 – 0.24m)	PR1 – Pal 9 (0.44 – 0.46m)	PR2 – Pal 6 (0.12 – 0.14m)	PR2 – Pal 7 (0.42 – 0.44m)	PR3 – Pal 5 (0.32 – 0.34m)	PR4 – Pal 3 (0.14 – 0.16m)	PR4 – Pal 4 (0.44 – 0.45m)	PR5 – Pal 1 (0.06 – 0.08m)	PR5 – Pal 2 (0.34 – 0.36m)
Taxons \ Code Prélèvements									
Frag. Pollen résineux	19	4	1	4	1	2	0	4	2
Pinus	5	1	0	1	0	0	1	1	4
Pinus sylvestris	3	1	0	0	1	0	0	2	0
Quercus	3	0	0	1	0	0	1	0	0
Tilia	0	0	0	1	0	0	0	0	0
Corylus	1	0	0	0	0	0	0	0	0
Betula	1	0	0	0	0	0	0	0	0
Alnus	0	0	0	2	7	4	2	0	0
Pourcentages pollens d'arbres (%)	76.19	54.54	12.5	60	52.94	66.66	80	29.16	31.57
POACEAE	1	0	0	0	1	1	1	1	4
CICHOIRIOIDEAE	1	4	5	3	1	1	0	6	3
ASTERACEAE	1	0	0	0	2	0	0	1	0
CHENOPODIACEAE	0	0	0	0	0	0	0	0	3
BRASSICACEAE	0	0	0	0	0	0	0	1	0
Cannabis / Humulus	0	0	0	0	0	1	0	0	0
Cerealies type	0	0	0	0	0	0	0	0	1
Centaurea type jacea	1	0	0	0	0	0	0	0	0
VALERIANACEAE	1	0	0	0	0	0	0	0	0
APIACEAE	0	0	0	1	0	0	0	0	0
CYPERACEAE	3	1	0	0	1	0	0	7	1
Juncaceae	0	0	0	0	1	0	0	1	0
Lemna	1	0	2	2	0	0	0	0	1
Nuphar	1	0	0	0	2	0	0	0	0
Spore monolète	15	8	24	33	23	27	39	55	18
Spore trilète	0	1	0	1	0	0	0	1	0
Concentricyste	0	0	5	0	0	0	2	0	0
Phragmospores – HdV-729	0	0	0	0	0	0	1	0	0
Phragmoconidies – TM-036	0	0	0	0	0	1	0	0	0
Ascospores gp coprophiles – HdV-55 – Sorc	0	0	0	0	0	0	1	0	0
Améropores – TM-505	0	0	0	0	0	1	0	0	0
Améropores – TM-357	0	0	0	0	0	0	0	1	0
Améropores – HdV-207	7	6	16	8	19	18	24	61	5
Dictyospories – TM-4093	0	0	0	0	0	0	1	0	0
Spores algales et supposées – TM-4021	1	0	0	0	0	0	0	0	0
Spores algales et supposées – HdV-181	2	0	2	0	2	1	1	2	2
Microrestes colorés – TM-318	0	0	3	0	0	1	5	2	0
Micro-charbons	0	0	0	0	0	0	0	55	0
Indéterminés	0	0	6	1	1	1	0	1	1
SOM. pollen (somme de base)	42	11	8	15	17	9	5	24	19
SOM. Sporo-pollinique	57	20	32	49	40	36	44	80	37
CONC. ABS Pollen (nb / cm3)	32831	2866	1223	6788	11694	8844	2646	8093	4805
CONC. ABS Pollen et Spores (nb / cm3)	44556	5211	4892	22175	27515	35377	23282	26976	9357

Figure 5. Opération archéologique de Granzegebur de la commune de Grevenmacher (Luxembourg). Opération 2022.067. Comptages correspondant aux pollens et spores déterminés dans chacun des 9 prélèvements testés. Les valeurs grisées correspondent à taux de pollens d'arbres, 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 et spores	Concentration absolue pollen uniquement	Etat de conservation	Diversité taxonomique	Indice de potentiel d'étude	Remarque
PR1 – Pal 8 (0.22 – 0.24m)	42	57	11	44556	32831	Bon	15	2	
PR1 – Pal 9 (0.44 – 0.46m)	11	20	22	5211	2866	Très mauvais	7	4 à 5	
PR2 – Pal 6 (0.12 – 0.14m)	8	32	45	4892	1223	Très mauvais	4	5	
PR2 – Pal 7 (0.42 – 0.44m)	15	49	19	22175	6788	Moyen	10	3	
PR3 – Pal 5 (0.32 – 0.34m)	17	40	10	27515	11694	Moyen	10	3	Bcp de débris organiques.
PR4 – Pal 3 (0.14 – 0.16m)	9	36	7	35377	8844	Moyen	6	3 – 4	Pollen chanvre / houblon
PR4 – Pal 4 (0.44 – 0.45m)	5	44	13	23282	2646	Très mauvais	5	4 à 5	
PR5 – Pal 1 (0.06 – 0.08m)	24	80	17	26976	8093	Moyen	11	3 – 4	Bcp de débris organiques.
PR5 – Pal 2 (0.34 – 0.36m)	19	37	34	9357	4805	Moyen	9	3 – 4	Pollen céréale, env. ouvert

Figure 6. Opération archéologique de Granzegebur de la commune de Grevenmacher (Luxembourg). Opération 2022.067. 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).

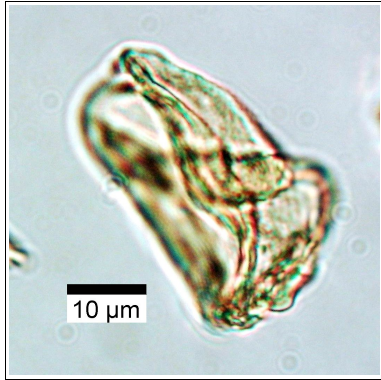


Figure 7. Opération archéologique de Granzegebur de la commune de Grevenmacher (Luxembourg). Opération 2022.067. Photographie d'un pollen de Céréale type, grossissement x1000, prélèvement PR5, Pal n°5.



Figure 8. Opération archéologique de Granzegebur de la commune de Grevenmacher (Luxembourg). Opération 2022.067. Photographie d'un pollen de bouleau (*Betula sp.*), grossissement x1000, prélèvement PR1, Pal n°8.

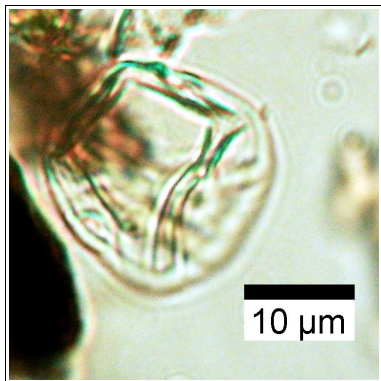


Figure 9. Opération archéologique de Granzegebur de la commune de Grevenmacher (Luxembourg). Opération 2022.067. Photographie d'un pollen de chanvre - houblon (*Cannabis - Humulus*), grossissement x1000, prélèvement PR4, Pal n°3.

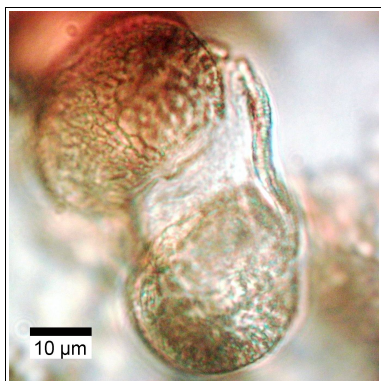


Figure 10. Opération archéologique de Granzegebur de la commune de Grevenmacher (Luxembourg). Opération 2022.067. Photographie d'un pollen de pin type sylvestre (*Pinus type sylvestris*), grossissement x1000, prélèvement PR5, Pal n°5.

4. PRECONISATIONS ET RESULTATS

L'observation des échantillons a livré des résultats hétérogènes (Figures 5 et 6). Pour trois des neuf échantillons, les résultats obtenus sont mauvais. Les concentrations polliniques sont inférieures à 3000 pollens / mL (prélèvements n° PR1 Pal 9, PR2 Pal 6, PR4 Pal 4). Cinq prélèvements (n° PR2 Pal 7, PR3 Pal 5, PR4 Pal 3, PR 5 Pal 1, PR5 Pal2) montrent des conservations « moyennes » (de l'ordre 5000 à 12000 grains / mL, mais avec parfois une légère sur-représentation de pollens « résistants » et de faibles diversités) en plus parfois de pollens remarquables (céréales, chanvre-houblon). Enfin un prélèvement (n° PR1 Pal8) montre un potentiel intéressant (environ 33000 pollens / mL). De façon générale, mis à part le prélèvement le mieux conservé, les concentrations polliniques sont faibles voire très faibles en comparaison avec les concentrations polliniques observées dans les tourbières (souvent supérieures à 50000 pollens / mL).

Au niveau de la diversité taxonomique, une vingtaine de types polliniques a été observée pour l'ensemble des prélèvements. Le prélèvement le mieux conservé (PR1 Pal 8) porte à lui seul la plupart des taxons observés. Quelques spores (deux types) et microfossiles non polliniques (onze types) ont aussi été détectés.

La détection systématique et relativement importante des spores de Lycopodes exotiques introduits dans les volumes extraits (de 7 à 45 Lycopodes comptés, Figure 6), 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. Il est très probable que la zone humide se soit comblé rapidement, ce qui expliquerait l'état de conservation plutôt bon des pollens mais des concentrations assez faibles (ex. PR2, PR5, PR4).

L'autre facteur important est le contexte de conservation pollinique. Dans certains échantillons (prélèvements n° PR1 Pal 9, PR2 Pal 6, PR4 Pal 4), de nombreux « débris organiques » (enveloppes polliniques) ont été constatés sans qu'il soit possible d'identifier des taxons. Certains de ces échantillons présentaient des conservations différentielles avec une surreprésentation des taxons résistants à la corrosion comme par exemple les pollens de Cichorioïdées, les spores monolètes (ex. PR1 Pal9, PR2 Pal6, PR5 Pal 1, Fig. 5). Toutefois, ces surreprésentations semblent assez légères pour les autres échantillons.

Le mode de dépôt et la nature des structures de « piégeage » des pollens ont pu jouer sur les images paysagères perçues. En effet, la zone humide se situe dans un léger contrebas à proximité du site. Le comblement intègre, en plus de la pluie pollinique aérienne, des apports liés aux ruissellements et infiltrations depuis les environs immédiats (ex. apports polliniques plutôt locaux, associés par exemple aux ruissellements d'eaux usées). Dans ce cas, ce sont donc plutôt des ensembles polliniques locaux ou liés aux activités humaines autour de la zone humide qui sont pressentis. Les pollens peuvent aussi provenir potentiellement de toutes les surfaces végétalisées du versant associé à cette zone humide...

- Interprétation des premiers résultats :

En ce qui concerne les prélèvements montrant des compositions polliniques potentiellement intéressantes (prélèvements n°PR2 Pal 7, PR3 Pal 5, PR4 Pal 3, PR 5 Pal 1, PR5 Pal2 et PR1 Pal8), les pollens et spores identifiés proviennent à la fois de végétations herbacées et arborescentes. De façon générale, les végétations arborescentes apparaissent mieux représentées que les végétations herbacées (environ 50% à 80% des pollens) mais compte tenu du fort pouvoir de production et dissémination des pollens de résineux, ce constat est à relativiser. Notons toutefois que ce sont des paysages plutôt ouverts qui sont perçus pour les deux échantillons du prélèvement n°5 (PR5 Pal1 et PR5 Pal 2) avec des taux de pollens d'arbres de l'ordre de 30% (Fig. 11).

Pour les végétations arborescentes, les fragments polliniques de résineux ont systématiquement été identifiés dont du pin (*Pinus sp.*) et pin type sylvestre (*Pinus type sylvestris*). Les formations de résineux sont difficiles à cerner à cause de modes de diffusion et de productions importantes.

Plus ponctuellement, des pollens de chêne (*Quercus sp.*) et de tilleul (*Tilia sp.*) (PR2 Pal7) ont été identifiés. Ils correspondent probablement à une **chênaie diversifiée**.

Les pollens de noisetier et de bouleau (Prélèvements n°PR1 Pal8) pourraient provenir de **boisements clairs, de lisières ou de haies, de secteurs en déprise agricole, voire de boisements hygrophiles** à l'intérieur de zones alluviales.

L'observation des pollens d'aulne (prélèvements n°PR2 Pal7, PR3 Pal 5, PR4 Pal3, PR4 Pal 4) attestent de l'existence de **boisements hygrophiles**.

Pour les végétations herbacées, ce sont les pollens de Cichorioïdées, Poacées qui sont les plus importants. Ils sont observés dans la plupart des prélèvements. Quelques pollens d'Asteracées, Chenopodiacees (PR 5 pal2), Apiacée (PR2 Pal 7), Centaurées, Cypéracées, pourraient correspondre à des végétations de type « **friches et jachères** » (Poacées, Cichorioïdeae, Asteraceae, Chenopodiaceae, Apiaceae, Cyperaceae). Des végétations de type « **prairies méso- à hygrophiles** » (Poacées, Cypéracées, Juncacées) sont aussi assez plausibles. Un pollen de céréale (PR5 Pal2) et un pollen de « chanvre-houblon » (PR4 Pal3) constituent de potentiels indices de **cultures**. Un pollen de *Centaurea type jacea*, (PR 1 Pal8) plante adventice, pourrait aussi attester l'existence de cultures.

Des pollens de lentilles d'eau (*Lemna sp.*) et de nénuphar (*Nuphar sp.*) ont régulièrement été identifiés (PR1 Pal8, PR2 Pal6, PR2 Pal7, PR3 Pal5, PR5 Pal2) . Ils caractérisent des **zones inondées profondes**.

Les spores monolètes, les spores trilètes, des amérospores type HdV-207, type TM-357, type TM-505, Dictyosporos TM-4093, Phragmoconidies - TM-036 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.

De plus, des spores algales et supposées de type HdV-181, type TM-4021 et un Phragmosporos HdV-729, identifiés dans plusieurs prélèvements seraient synonymes d'eaux stagnantes peu profondes et eutrophes (Cugny, 2011).

Enfin, Un microfossile non pollinique (MNP) d'ascomycète de groupe coprophile (« type HdV-55 ») Sordariales pourrait être un indicateur de matières fécales, voire d'élevage (PR4 Pal 4).

Identifiants prélèvements		PR1 – Pal 8 (0.22 – 0.24m)	PR1 – Pal 9 (0.44 – 0.46m)	PR2 – Pal 6 (0.12 – 0.14m)	PR2 – Pal 7 (0.42 – 0.44m)	PR3 – Pal 5 (0.32 – 0.34m)	PR4 – Pal 3 (0.14 – 0.16m)	PR4 – Pal 4 (0.44 – 0.45m)	PR5 – Pal 1 (0.06 – 0.08m)	PR5 – Pal 2 (0.34 – 0.36m)
Taux de pollen d'arbres (AP)		76,19	54,54	12,5	60	52,94	66,66	80	29,16	31,57
Boisements	Résineux	++	++	+	++	+	+	+	++	++
	Boisements clairs, haies	+			+	+	+			
	Boisements hygrophiles				+	+	+			
	Chênaie mixte	+			+			+		
Végétations herbacées	Prairies hygro- à mésophiles pâturées					+			++	++
	Communautés rudérales, chemins, pacages, habitats...									
	Friches et jachères	+	+	+	+	+	+		+	+
	Cultures (types)	+					+			+
Zone Humide		(adventice)					(Chanvre / houblon)			(Céréale)
MNP	Zones humides en voie d'atterrissement					+			+	
	Zones inondées profondes	+		+	+	+				+
Ascospores gp coprophiles – HdV 55 – Sordariales								+		
Indice de potentiel d'étude		2	4 à 5	5	3	3	3 – 4	4 à 5	3 – 4	3 – 4

Figure 11. Opération archéologique de Granzegebur de la commune de Grevenmacher (Luxembourg). Opération 2022.067. Tableau synthétique représentant le taux de pollens d'arbres et les principales formations végétales identifiées pour chacun des 9 prélèvements.

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, seulement un à six prélèvements ont été jugés potentiellement intéressants pour des analyses plus approfondies.

Le prélèvement n°PR1 Pal 8 montre le plus de potentiel. Les prélèvements n°PR2 Pal 7, PR3 Pal 5, PR4 Pal 3, PR 5 Pal 1, PR5 Pal2 montrent des concentrations plutôt « faibles à moyennes » et des diversités assez faibles. Mais compte tenu de l'observation d'une dizaine de taxons et parfois de taxons remarquables (pollen de céréale et houblon-chanvre), un temps d'observation complémentaire peut être suggéré. Ces cinq prélèvements 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. 12).

Code des prélèvements	Indice de potentiel d'étude
PR1 – Pal 8 (0.22 – 0.24m)	2
PR1 – Pal 9 (0.44 – 0.46m)	4 à 5
PR2 – Pal 6 (0.12 – 0.14m)	5
PR2 – Pal 7 (0.42 – 0.44m)	3
PR3 – Pal 5 (0.32 – 0.34m)	3
PR4 – Pal 3 (0.14 – 0.16m)	3 – 4
PR4 – Pal 4 (0.44 – 0.45m)	4 à 5
PR5 – Pal 1 (0.06 – 0.08m)	3 – 4
PR5 – Pal 2 (0.34 – 0.36m)	3 – 4

Figure 12. Opération archéologique de Granzegebur de la commune de Grevenmacher (Luxembourg). Opération 2022.067. Tableau récapitulant 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°	Date	Coul (N,B,R,V)	Sol Exotique (lycopodes,...)	Nombre grains	Num (1-8)	NOM DE LA CAROTTE	TRONCON	Prof top	Prof base	VOL	Poids sec
2885	05/11/2024		lycopodes	17197	A	GRANZGEBUR	Pr 1 Pal 8		US 3	2	3,756
2885	05/11/2024		lycopodes	17197	B		Pr 1 Pal 9		US 2	3	6,937
2885	05/11/2024		lycopodes	17197	C		Pr 2 Pal 6		US 4	2,5	5,464
2885	05/11/2024		lycopodes	17197	D		Pr 2 Pal 7		US 4	2	4,705
2885	05/11/2024		lycopodes	17197	E		Pr 3 Pal 5		US 4	2,5	5,149
2885	05/11/2024		lycopodes	17197	F		Pr 4 Pal 3			2,5	5,69
2885	05/11/2024		lycopodes	17197	G		Pr 4 Pal 4			2,5	5,732
2885	05/11/2024		lycopodes	17197	H		Pr 5 Pal 1			3	6,154
2888	19/11/2024	N	lycopodes	17197	C	GRANZGEBUR	Pr 5 Pal 2			2	3,836

Figure 13. Description des traitements réalisés pour l'extraction pollinique (UMR EPOC).