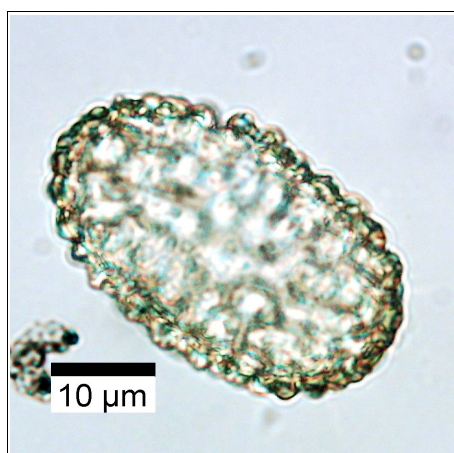




ANALYSES SCIENTIFIQUES DES DÉCOUVERTES ARCHÉOLOGIQUES : TESTS PALYNOLOGIQUES



**TESTS PALYNOLOGIQUES DE 6 PRÉLÈVEMENTS ARCHÉOLOGIQUES
RÉALISÉS LORS DE L'OPÉRATION DU SITE « LES TONNELLES »
SUR LA COMMUNE DE BELLEVIGNY (VENDÉE).**

OCCUPATIONS PROTOHISTORIQUES (SECOND ÂGE DU FER).

OPÉRATION : 2023

ARCHEODUNUM SAS

Rapport sur les tests palynologiques

Avril 2025

Archeodunum SAS - Agence de Lyon
500, rue Juliette Récamier - 69970 Chaponnay

Rapport de test palynologique de six prélèvements

Références des échantillons étudiés :

Prélèvements provenant des comblements de deux fossés :

- quatre prélèvements réalisés au niveau de l'entrée du fossé de l'enclos « B » (F1542)
- deux prélèvements réalisés au niveau de la branche « est » du fossé d'enclos « A » (F1010)

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

Avril 2025

Illustration de la page de couverture : Spore de fougère de type polypode (Polypodium sp.) observé dans le prélèvement n°2044 (F1542) . 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 « Les Tonnelles » sur la commune de Bellevigny (85).

Le site est décrit comme plusieurs occupations du Second âge du Fer. Deux enclos ont été mis au jour.

Les prélèvements ont été réalisés dans les comblements de deux fossés d'enclos :

- un fossé d'enclos « A » en arc de cercle probablement daté aux alentours du IV^e siècle av. J-C (Fossé 1010 – sondage 1036),
- à l'extrémité d'un fossé d'enclos « B », au niveau de l'accès principal, daté de La Tène finale (Fossé F1542 – sondage 2039).

Six prélèvements ont fait l'objet d'extractions polliniques (Fig. 1).

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 Rémy Rollet, responsable de l'opération au sein d'Archeodunum.

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

INVENTAIRE PALYNOLOGIQUE					
Commune :		Bellevigny (85)			
Nom de l'opération / Lieu-Dit :		Les Tonnelles			
Année :		2023			
N° OA :					
Resp. d'Op. ; commanditaire		Rémy Rollet			
Type d'opération :		Préventif			
Période d'analyse pressentie		Avril 2025			

Faits	Sondages	Identifiants	Faits et US	Masses envoyées (g)	Description du sédiment
Fossé F1010 : Enclos A (Env. IV e. s. av. J-C)	SD1036	PR1048	US 1010.54	41	Argile grise clair, peu oxydé orangé, très peu sableuse, homogène et meuble.
		PR1049	US 1010.55	36	Argile hydromorphe grise clair homogène et très meuble.
Fossé F1542 : Enclos B (La Tène finale). Prélèvement à l'extrémité du fossé au niveau de l'accès principal	SD2039	PR2044	US 1542.7	40	Argile plastique gris et bleu meuble homogène, céramique, très rares oxydations.
		PR2046	US 1542.10	45	Argile et limon gris orangé et de nombreux blocs de granite rouge sûrement chauffés, un peu compact et homogène.
		PR2042	US 1542.14	48	Argile peu plastique gris bleu, meuble, homogène, rares charbons microscopiques.
		PR2040	US 1542.15	53	Argile plastique gris légèrement orange, rares oxydations, meuble, homogène.

Figure 1. Inventaire et descriptif des prélèvements étudiés.

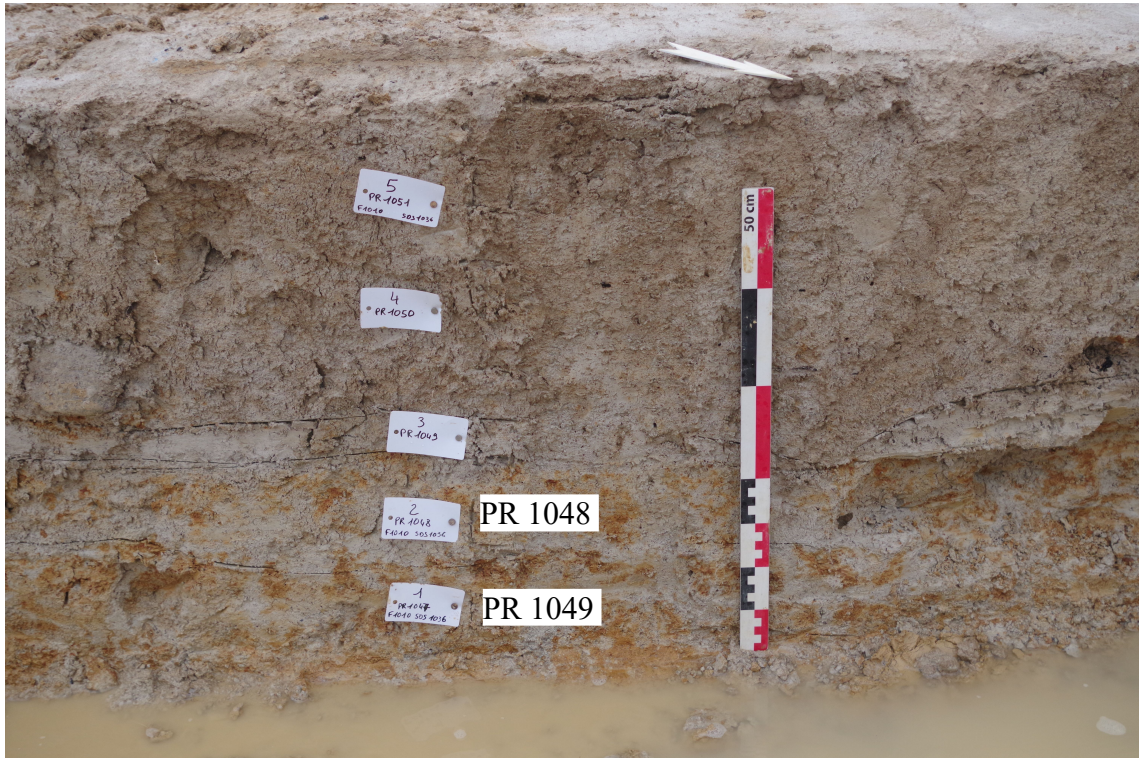


Figure 2. Photographie de la stratigraphie du comblement du fossé F1010. Contexte et positions des prélèvements (PR1048 et PR 1049) .

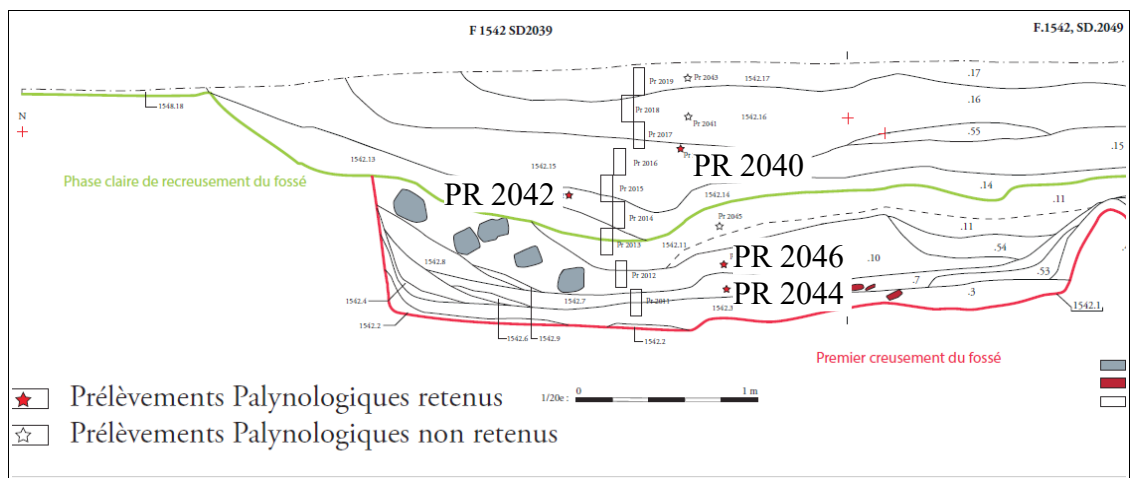


Figure 3. Extrait du relevé stratigraphique et photographie du comblement du fossé F1542. Contexte et positions des prélèvements (PR2044, PR2046, PR 2042, PR2040) .

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).

Taxons \ Code Prélèvements		PR1048 ; US 1010.54	PR1049 ; US 1010.55	PR2044 ; US 1542.7	PR2046 ; US 1542.10	PR2042 ; US 1542.14	PR2040 ; US 1542.15
Pollens	Pinus	1	1	0	0	0	0
	Pinus sylvestris	2	0	0	0	2	0
	Quercus	2	0	0	0	0	0
	Corylus	0	0	1	0	0	0
	Lonicera	1	0	0	0	0	0
	Proportion Pollens d'Arbres	16,66	100	25	0	16,66	0
	POACEAE	23	0	1	0	7	0
	CICHORIOIDEAE	3	0	0	0	2	0
	ASTERACEAE	0	0	1	0	0	0
	BRASSICACEAE	2	0	0	0	0	0
	Calluna	0	0	0	0	1	0
	Cerealia type	0	0	1	0	0	0
	Centaurea type nigra	1	0	0	0	0	0
	CYPERACEAE	1	0	0	0	0	0
	Spore monolète	11	3	2	4	12	0
Spores	Polypodium	17	104	55	49	41	55
	Spore trilète	0	0	1	0	0	0
Non pollinique	Concentricyste	0	0	1	0	0	0
	Phytolithes	0	0	0	4	3	0
	Ascospores gp coprophiles – HdV-55 – Sordariales	1	0	0	0	3	0
	Amérospores – HdV-207	1	0	0	0	0	0
	Spores algales et supposées – TM-4021	1	1	0	0	0	0
	Spores algales et supposées – HdV-181	1	0	0	0	0	0
	Micro-charbons	0	0	4	25	54	0
	Indéterminés	3	0	0	0	0	0
	SOM. pollen (somme de base)	36	1	4	0	12	0
	SOM. Sporo-pollinique	64	108	62	53	65	55
CONC. ABS Pollen (nb / cm3)		17197	294	336	0	1239	0
CONC. ABS Pollen et Spores (nb / cm3)		30572	31748	5201	8102	6714	6102

Figure 5. Opération archéologique du site « Les Tonnelles » sur la commune de Bellevigny (85). Comptages correspondant aux pollens et spores déterminés dans chacun des 6 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 pollens comptés	Nombre de pollens spores comptés	de et Lycopodes introduits comptés	Concentration absolue pollen spores	Concentration absolue pollen uniquement	Etat conservation de	Diversité taxonomique	Indice potentiel d'étude	Remarque
PR1048 ; US 1010.54	36	64	8	30572	17197	Bon	12	2	
PR1049 ; US 1010.55	1	108	13	31748	294	Très mauvais	4	5	
PR2044 ; US 1542.7	4	62	41	5201	336	Mauvais	8	3 à 4	P. Céréale
PR2046 ; US 1542.10	0	53	25	8102	0	Très mauvais	2	5	
PR2042 ; US 1542.14	12	65	37	6714	1239	Mauvais	7	4	
PR2040 ; US 1542.15	0	55	31	6102	0	Très mauvais	1	5	

Figure 6. Opération archéologique du site « Les Tonnelles » sur la commune de Bellevigny (85). 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).

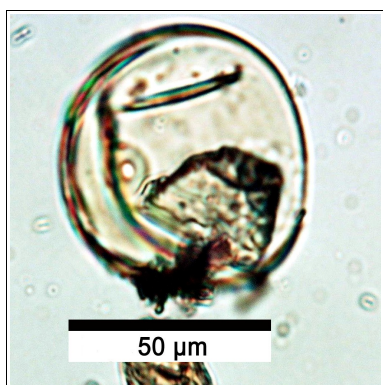


Figure 7. Opération archéologique du site « Les Tonnelles » sur la commune de Bellevigny (85). Photographie d'un pollen de Céréale type, grossissement x500, prélèvement PR2044.

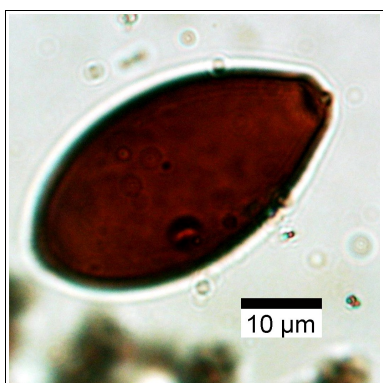


Figure 8. Opération archéologique du site « Les Tonnelles » sur la commune de Bellevigny (85). Photographie d'un ascospore du groupe coprophile Sordaria HdV-55, grossissement x1000, prélèvement PR2044.

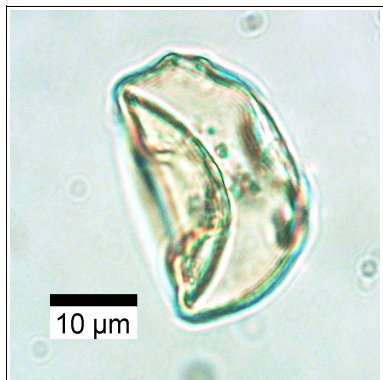


Figure 9. Opération archéologique du site « Les Tonnelles » sur la commune de Bellevigny (85). Photographie d'un pollen de chanvre - houblon (*Cannabis - Humulus*), grossissement x1000, prélèvement PR2044.

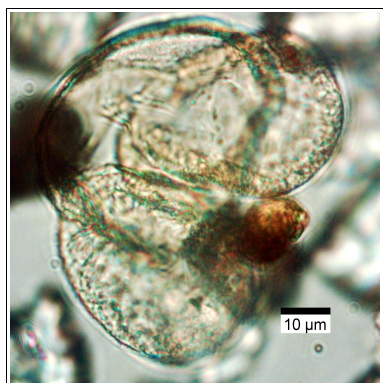


Figure 10. Opération archéologique du site « Les Tonnelles » sur la commune de Bellevigny (85). Photographie d'un pollen de pin type sylvestre (*Pinus type sylvestris*), grossissement x1000, prélèvement PR1048.

4. PRECONISATIONS ET RESULTATS

L'observation des échantillons a livré des résultats hétérogènes (Figures 5 et 6). Pour trois des six échantillons, les résultats obtenus sont mauvais. Les concentrations polliniques sont très faibles voire nulle (prélèvements n° PR1049, PR 2046, PR2040). Deux prélèvements (n° PR2044 et n°PR2042) montrent des conservations « faibles » (de l'ordre 1000 grains / mL, mais avec un peu de diversité ou parfois des microfossiles remarquables, un pollen de céréale pour le prélèvement PR2044 ou des ascospores coprophiles pour le prélèvement PR2042). Enfin un prélèvement (n° PR1048) montre un potentiel intéressant (environ 17000 pollens / mL) avec une douzaine de taxons. Excepté le prélèvement le mieux conservé (PR1048), 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 douzaine de types polliniques a été observée pour l'ensemble des prélèvements. Le prélèvement le mieux conservé (PR 1048) porte à lui seul la plupart des taxons observés. Quelques spores (deux types) et microfossiles non polliniques (sept types) ont aussi été détectés.

La détection systématique et relativement importante des spores de Lycopodes exotiques introduits dans les volumes extraits (de 8 à 41 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 qu'à certains moments, les fossés se soient comblés rapidement, ce qui expliquerait l'état de conservation « moyen à bon » des pollens mais des concentrations assez faibles pour certains prélèvements (ex. PR2044).

L'autre facteur important est le contexte de conservation pollinique. Dans certains échantillons (prélèvements n° PR2040, PR2046, PR1049), aucun pollen n'a pu être observé, en revanche les spores de fougères de type polypode (*Polypodium sp.*) étaient très nombreux. Ces spores correspondent à des taxons particulièrement résistants à la corrosion. Ce constat est caractéristique d'importantes conservations différentielles. En effet, la nature de ces restes laisse penser que les pollens, constitués d'enveloppes moins résistantes, se sont trouvés à un moment donné dans des contextes aérobies (ou dans une zone de battement de nappe) propices à l'oxydation biologique ou physico-chimique.

Le mode de dépôt et la nature des structures de « piégeage » des pollens ont pu jouer sur les images paysagères perçues. En effet, en contextes de fossés, les comblements intègrent, en plus de la pluie pollinique aérienne, des apports liés aux ruissellements et infiltrations depuis les environs immédiats (ex. apports polliniques locaux associés par exemple aux ruissellements d'eaux usées ou de rejets des occupations). Ce sont donc plutôt des ensembles polliniques locaux ou liés aux activités humaines autour des enclos qui sont pressentis.

– Interprétation des premiers résultats :

Les résultats exploitables sont principalement portés par la composition pollinique du prélèvement PR 1048.

Pour ce prélèvement, les pollens et spores identifiés proviennent à la fois de végétations herbacées et arborescentes. De façon générale, les végétations herbacées apparaissent mieux représentées que les végétations arborescentes (environ 83% des pollens dont beaucoup de pollens graminées). Ce serait donc un paysage ouvert qui est pressenti pour cet échantillon. (Fig. 11).

Pour les végétations arborescentes, des pollens de résineux ont 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. Quelques pollens de chêne (*Quercus sp.*) ont aussi été observés attestant la présence possible d'une **chênaie**.

Pour les végétations herbacées, ce sont les pollens de Poacées (ou graminées) qui sont surtout détectés. Quelques pollens de Cichorioïdées, Brassicacées pourraient correspondre à des végétations de type « **friches et jachères** ». D'autres pollens (Cypéracées, *Centaurea type nigra*) seraient plutôt caractéristiques des végétations de type « **prairies méso- à hygrophiles** ».

De nombreux spores de fougères ont été identifiés dans tous les prélèvements. Les spores monolètes, les spores trilètes, spores de polypode (*Polypodium*) sont systématiquement observés. Il est probable que ces fougères devaient couvrir les abords voire l'intérieur des fossés.

Quelques microfossiles non-polliniques ont aussi été observés :

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, mais aussi des Concentricystes identifiés dans plusieurs prélèvements seraient synonymes d'eaux stagnantes peu profondes et eutrophes (Cugny, 2011).

Enfin, quelques microfossiles d'ascomycètes du groupe coprophile (« type HdV-55 ») Sordariales (Fig. 8) sont significatifs d'excréments en décomposition. Ces ascomycètes ont été identifiés à l'intérieur des prélèvements PR1048 et PR2042. Ils pourraient être un indicateur de matières fécales, voire indirectement d'élevage.

Les compositions polliniques des deux autres prélèvements présentant des pollens (PR2044 et PR2042) sont beaucoup plus lacunaires. Notons qu'un pollen de céréale a été identifié dans le prélèvement (PR2044), indice potentiel de **cultures**.

Identifiants prélèvements		PR1048 ; US 1010.54	PR1049 ; US 1010.55	PR2044 ; US 1542.7	PR2046 ; US 1542.10	PR2042 ; US 1542.14	PR2040 ; US 1542.15
Type de structure		F1010 : Fossé d'enclos A		F1542 : Fossé d'enclos B			
Périodes		IV e s. av. J-C		La Tène finale			
Taux de pollen d'arbres (AP)		17,00%	100,00%	25,00%		17,00%	
Boisement	Chênaie mixte	+		+			
	Boisements clairs, haies						
	Boisements hygrophiles						
	Résineux	+	+			+	
Végétations herbacées	Prairies hygro- à mésophiles pâturées	++					
	Communautés rudérales, chemins, pacages, habitats...	++		+		+	
	Friches et jachères						
	Cultures (types)			+			
Zones humides	Zones humides en voie d'atterrissement	+					
	Zones inondées peu profondes						
	Zones inondées profondes						
MNP	Ascospores gp coprophiles – HdV 55 – Sordariales	+				+	
Indice de potentiel d'analyse complémentaire		2	5	3 à 4	5	4	5

Figure 11. Opération archéologique du site « Les Tonnelles » sur la commune de Bellevigny (85). Tableau synthétique représentant le taux de pollens d'arbres et les principales formations végétales identifiées pour chacun des 6 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, seul le prélèvement PR1048 serait potentiellement intéressant pour des analyses plus approfondies.

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
PR1048 ; US 1010.54	2
PR1049 ; US 1010.55	5
PR2044 ; US 1542.7	3 à 4
PR2046 ; US 1542.10	5
PR2042 ; US 1542.14	4
PR2040 ; US 1542.15	5

Figure 12. Opération archéologique du site « Les Tonnelles » sur la commune de Bellevigny (85). 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. Éliminer 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	Sol Exotique (lycopodes...)	Nombre grains	Num (1-8)	NOM DE LA CAROTTE	TRONCON	VOL	Poids sec
2897	13/01/2024	lycopodes	17197	H	BELLEVIGNY F1010	SD 1036 PR 1048	4,5	9,859
2898	13/01/2024	lycopodes	17197	A	BELLEVIGNY F1010	SD 1036 PR 1049	4,5	9,9
2898	13/01/2024	lycopodes	17197	B	BELLEVIGNY F1542	SD 2039 PR 2044	5	9,904
2898	13/01/2024	lycopodes	17197	C	BELLEVIGNY F1542	SD 2039 PR2046	4,5	9,873
2898	13/01/2024	lycopodes	17197	D	BELLEVIGNY F1542	SD 2039 PR2042	4,5	9,673
2898	13/01/2024	lycopodes	17197	E	BELLEVIGNY F1542	SD 2039 PR2040	5	10,259

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