ArkéoMap

Analyses scientifiques des découvertes archéologiques : Tests palynologiques

Tests palynologiques de 6 prélèvements réalisés lors de l'opération du site « La Prée 4 » sur la commune de Beaurepaire (85).

habitat fortifié médiéval daté des XI eme XII eme siècle

Opération : 2023

Archeodunum SAS

Rapport sur les tests palynologiques

Avril 2025

ARCHEODUNUM - Agence Nord-Ouest

247 rue de la Bougrière

44980 Sainte-Luce-sur-loire

Tests palynologiques de 6 prélèvements réalisés lors de l'opération du site « La Prée 4 » sur la commune de Beaurepaire (85). Habitat fortifié médiéval daté des XI eme XII eme siècle

Opération 2023

Rapport des tests palynologiques de 6 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

Avril 2025

Illustration de la page de couverture : Pollen de céréale de type seigle (Secale type) observé dans le prélèvement n°1082 (US1580.4). 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.....9
2.1 Le protocole d'extraction utilisé.....9
2.2 Les comptages et déterminations.....10
3. RESULTATS DES TESTS.....12
4. PRECONISATIONS ET RESULTATS.....14
5. BIBLIOGRAPHIE.....18
6. ANNEXE.....19
6.1. Détail du protocole d'extraction utilisé :.....19
6.2. Description des échantillons et des traitements 22

INTRODUCTION

Ce document présente les résultats de tests palynologiques réalisés pour l'opération archéologique menée sur le site « La Prée 4 » sur la commune de Beaurepaire (85).

Le site est décrit comme un habitat fortifié médiéval daté des Xl eme XII eme siècle. Des trous de poteaux, fosses ainsi qu'un fossé ovalaire ont été identifiés. L'ensemble pourrait correspondre aux vestiges d'un enclos fortifié situé à proximité de l'actuel château moderne de Beaurepaire.

Les prélèvements ont été réalisés directement en stratigraphie dans les comblements d'une structure interprétée comme un ancien cellier (F.1580) et d'un fossé (F.1296) (Fig. 2, 3 et 4):

- Quatre prélèvements dans le fossé F.1296 : SD18 (PR 1073 et PR 1076) et SD 23 (PR 1092 et PR 1096),
- deux prélèvements dans le comblement de F.1580 : PR1083 et PR 1082.

Ces 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 Agathe Gaucher, responsable de l'opération au sein de la société Archeodunum.

1. PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS, STRATIGRAPHIE et OBJECTIFS

Les contextes archéologique sont généralement peu favorables à la conservation pollinique car sous nos latitudes ce sont généralement les conditions sédimentaires anaérobies, souvent des sols saturés d'eau, qui peuvent permettre de limiter la biodégradation des pollens.

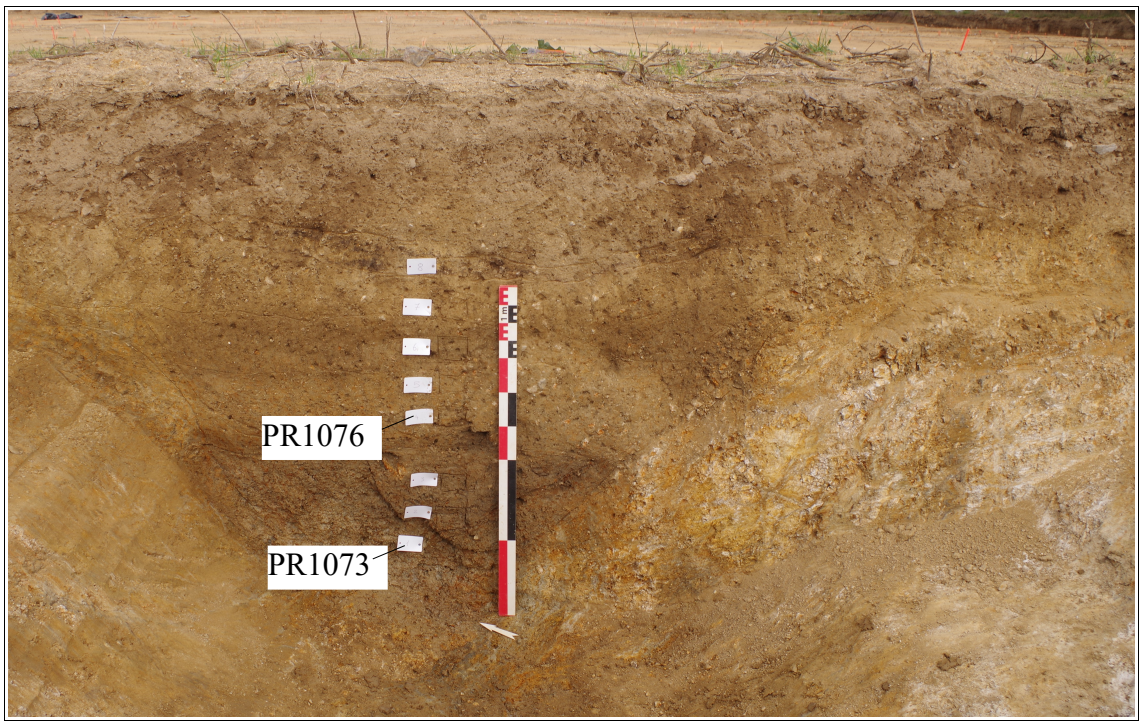
Toutefois, des contextes de fond de fossés, excavations, puits, ayant maintenu des conditions d'humidité permanente, sont susceptibles de réunir de telles conditions anaérobies favorables à la conservation pollinique.

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

INVENTAIRE PALYNOLOGIQUE	
Commune :	Beaurepaire (85)
Nom de l'opération / Lieu-Dit :	La Prée 4
Année :	2025
N° OA :	
Resp. d'Op. ; commanditaire	Mme Gaucher Agathe
Type d'opération :	
Période d'analyse pressentie	avril 2025

Fait	Sondage	Identifiant	Fait et US	Masse envoyée (g)	RQ
F1580 (cellier)	SD 23	PR1082	US1580.4	77	Limoneux – sableux. Gris
		PR1083	US1580.5	75	Argilo-limoneux. Couleur grise.
F1296 (fossé)	SD 18	PR1073	US1296.25	48	Argilo-limoneux. Couleur brun orangée.
		PR1076	US1296.33	61	Limoneux – sableux. Brun orangé.
	SD35	PR1092	US1296.209	52	Argilo-limoneux. Couleur brun orangée.
		PR1096	US1296.89	55	Limono-argileux, compacte. Couleur brun foncé

Figure 1. Inventaire et descriptif des prélèvements étudiés.



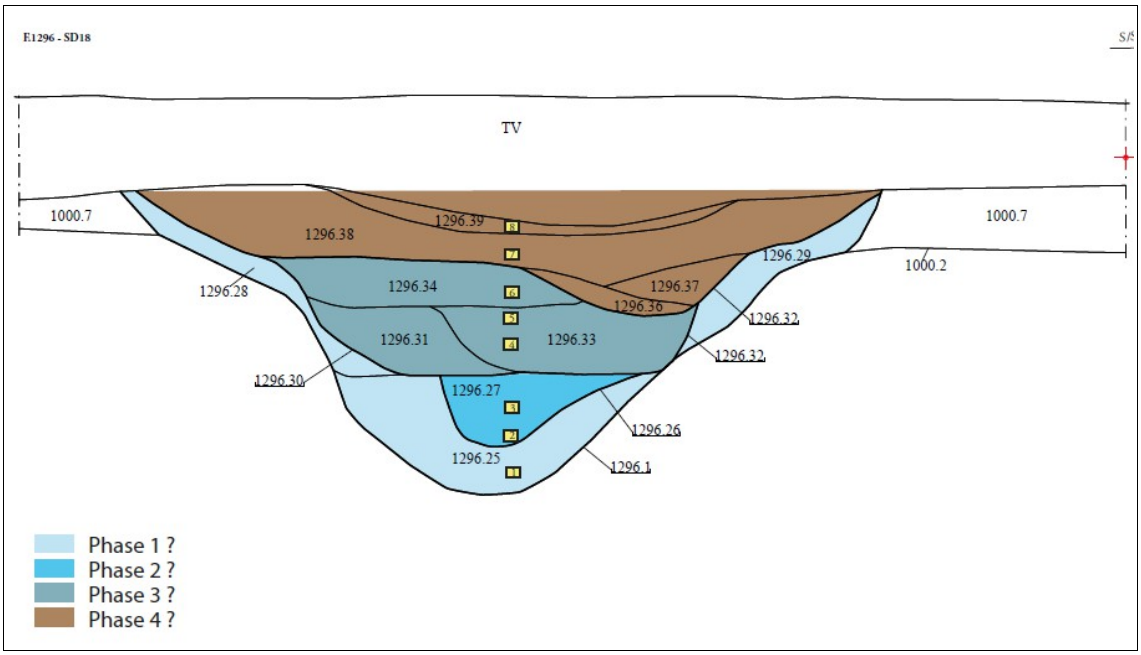
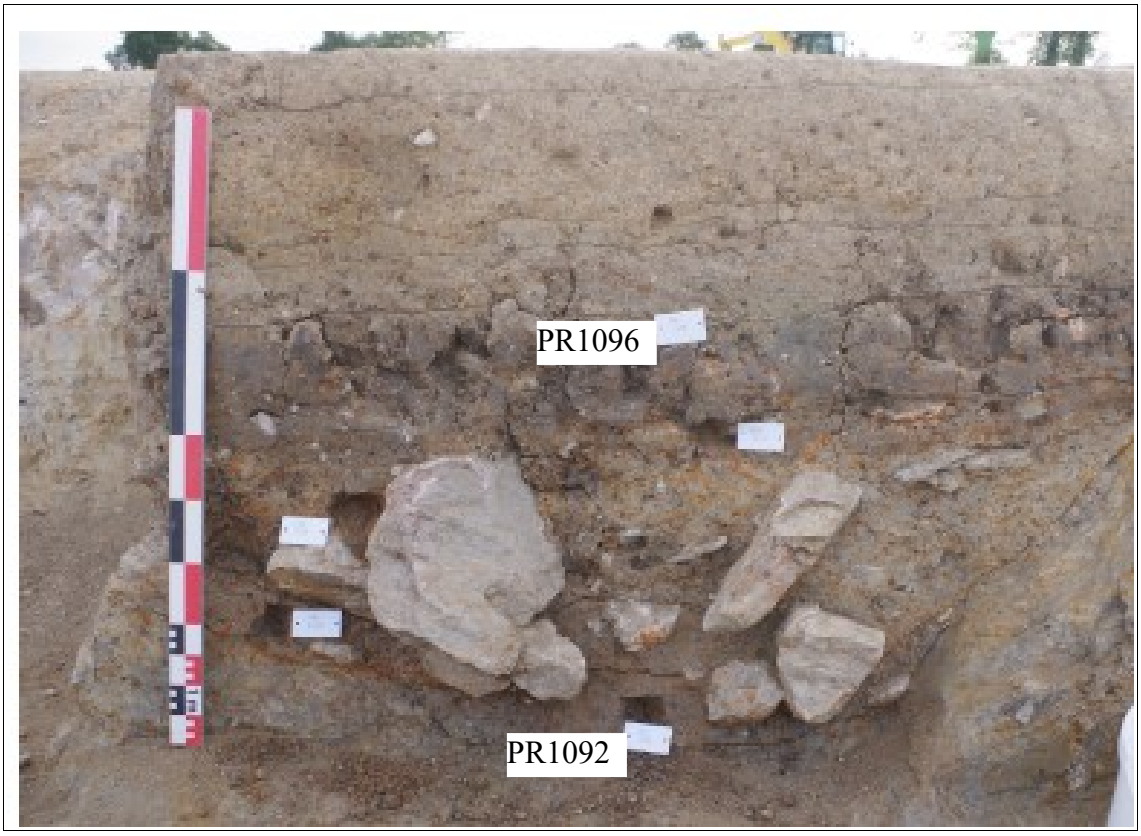


Figure 2. Photographie de la stratigraphie du comblement du fossé F1296 (SD.18). Contextes et positions des prélèvements (PR1076 et PR 1073) .



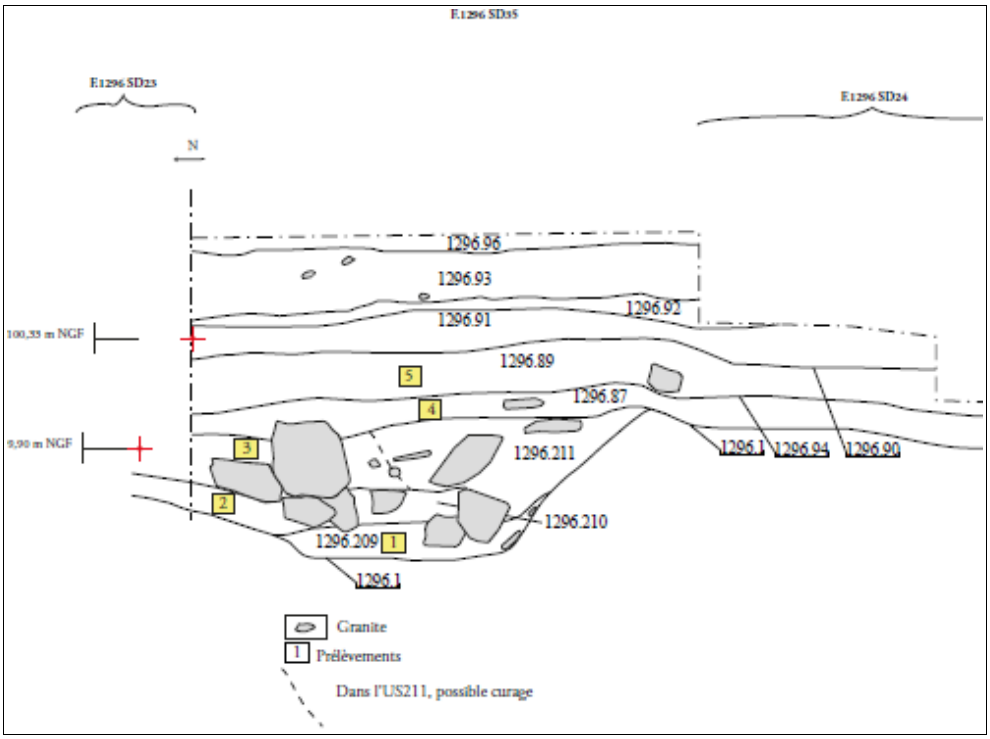


Figure 3. Photographie de la stratigraphie du comblement du fossé F1296 (SD.35). Contextes et positions des prélèvements (PR1092 et PR 1096) .

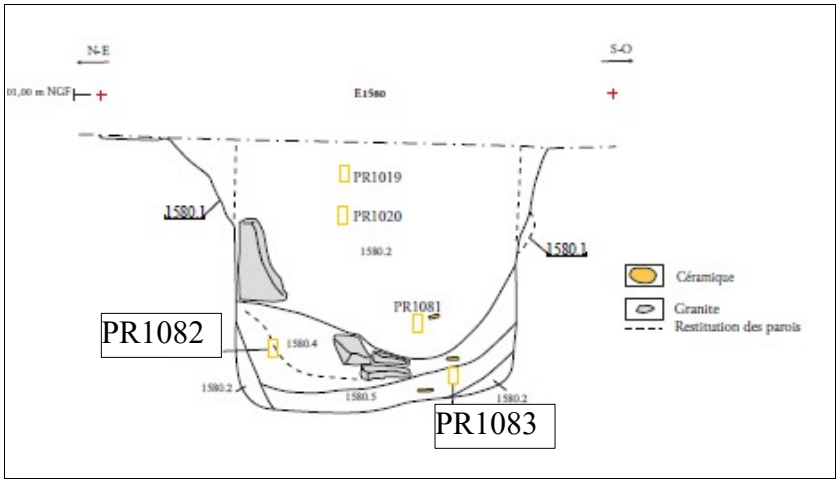


Figure 4. Photographie de la stratigraphie du comblement de la structure de « stockage » F 1580 (SD.23). Contextes et positions des prélèvements (PR1082 et PR 1083) .

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).

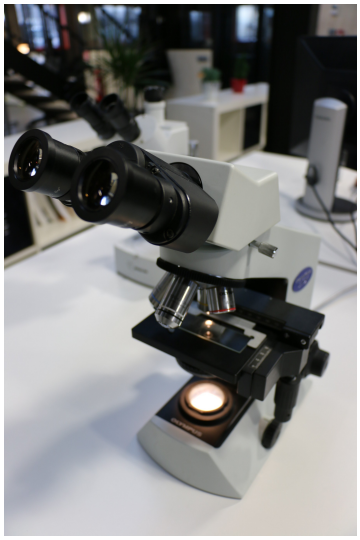


Figure 5. Microscope d'observation (Olympus CX 21, ArkéoMap)

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 fur 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 6).

	Taxons \ Code Prélèvements	PR1082 (US 1580.4)	PR1083 (US 1580.5)	PR1073 (US 1296.25)	PR1076 (US 1296.33)	PR1092 (US 1296.209)	PR1096 (US 1296.89)
Pollens	Frag. Pollen résineux	0	1	0	0	0	1
	Quercus	1	7	2	0	1	20
	Tilia	1	1	1	0	0	0
	Acer	0	1	0	0	0	0
	Fagus	0	3	0	0	0	0
	Carpinus	0	0	2	0	0	1
	Corylus	1	4	1	0	1	0
	Alnus	0	2	1	0	0	2
	Populus	0	0	1	0	0	0
	Hedera	0	0	2	0	0	0
	Juglans	0	0	2	0	0	0
	Pourcentage pollens d'arbres	27,00%	27,00%	28,00%	0	6,25%	50,00%
	POACEAE	4	19	21	1	7	14
	CICHORIOIDEAE	2	11	2	0	1	2
	ASTERACEAE	0	6	1	0	0	0
	Artemisia	0	5	0	0	0	0
	CARYOPHYLACEAE	0	0	1	0	0	1
	CHENOPODIACEAE	0	2	0	0	1	0
	BRASSICACEAE	0	1	0	0	0	2
	Plantago	0	0	0	0	0	1
	Plantago lanceolata	0	0	1	0	0	0
	Erica	0	0	0	0	0	1
	Calluna	0	1	0	0	0	0
	Cannabis/Humulus	0	0	0	0	15	1
	Cerealia type	1	5	4	0	2	2
	Secale type	1	0	0	0	2	0
	Centaurea type cyanus	0	0	0	0	1	0
	PLUMBAGINACEAE	0	0	1	0	0	0
	Solanum	0	0	0	0	1	0
Spores	Spore monolète	6	33	9	4	5	8
	Polypodium	19	0	0	5	2	0
	Spore trilète	1	4	0	0	1	0
Non polliniques	Phytolithes	0	16	0	0	0	3
	Amérospores – HdV-207	1	0	0	1	1	0
	Spores algales et supposées – HdV-181	1	0	0	0	0	0
	Micro-charbons	52	0	0	9	0	0
	Indéterminés	2	1	0	0	0	2
	SOM. pollen (somme de base)	11	75	43	1	32	48
	SOM. Sporo-pollinique	37	112	52	10	40	56
	CONC. ABS Pollen (nb / cm3)	844	9771	4551	74	61145	27515
	CONC. ABS Pollen et Spores (nb / cm3)	2841	14591	5503	744	76431	32101
	Indice de potentiel d'étude	3 à 4	1	2	5	1	2

Figure 6. Opération archéologique du site « La Prée 4 » sur la commune de Beaurepaire (85). Opération 2023. 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 pollens et spores comptés	Lycopodes introduits comptés	Concentration absolue pollen et spores	Concentration absolue pollen uniquement	Etat de conservation	Diversité taxonomique	Indice de potentiel d'étude	RQ.
PR1082 (US 1580.4)	11	37	64	2841	844	Moyen	10	3 à 4	Seigle et Céréale
PR1083 (US 1580.5)	75	112	44	14591	9771	Bon	18	1	
PR1073 (US 1296.25)	43	52	50	5503	4551	Bon	16	2	Céréales
PR1076 (US 1296.33)	1	10	77	744	74	Très mauvais	3	5	
PR1092 (US 1296.209)	32	40	3	76431	61145	Bon	13	1	Chanvre, Céréale
PR1096 (US1296.89)	48	56	10	32101	27515	Bon	13	2	Chanvre, Céréale

Figure 7. Opération archéologique du site « La Prée 4 » sur la commune de Beaurepaire (85). Opération 2023. 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).

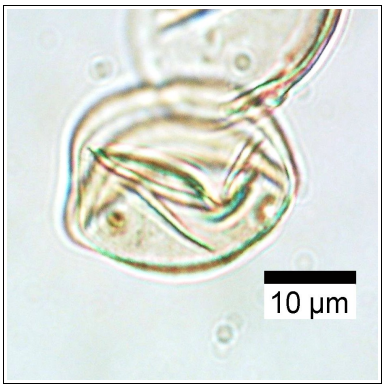


Figure 8.Opération archéologique du site « La Prée 4 » sur la commune de Beaurepaire (85). Opération 2023. Photographie d'un pollen de chanvre/houblon (*Cannabis sp. / Humulus sp.*), grossissement x1000, prélèvement n°1092.

Figure 9. Opération archéologique du site « La Prée 4 » sur la commune de Beaurepaire (85). Opération 2023. Photographie d'un pollen de charme (*Carpinus sp.*), grossissement x1000, prélèvement n°1096.

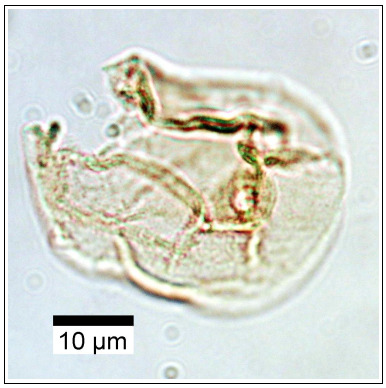


Figure 10. Opération archéologique du site « La Prée 4 » sur la commune de Beaurepaire (85). Opération 2023. Photographie d'un pollen de céréale (*Cerealia type*), grossissement x1000, prélèvement n°1096.

4. PRECONISATIONS ET RESULTATS

L'observation des échantillons a livré des résultats hétérogènes (Figures 6 et 7). Pour les prélèvements n°1082 (US 1580.4) et n°1076 (US 1296.33), les résultats obtenus sont mauvais. Les concentrations polliniques n'excèdent pas les 1000 pollens / mL. Les quatre autres prélèvements (n°1083, n°1073, n°1092 et n°1096) montrent des conservations plutôt bonnes à très bonnes (de l'ordre 5000 grains / mL pour le prélèvement n°1073 à près de 60000 pollens / mL pour le prélèvement n°1092).

Ces conservations polliniques restent tout à fait comparables à celles observées dans les milieux favorables tels que dans les tourbières où les concentrations sont le plus souvent de l'ordre de 50000 – 100000 pollens / mL.

Au niveau de la diversité taxonomique, une trentaine de taxons polliniques a été observée pour l'ensemble des prélèvements. Les quatre prélèvements les mieux conservées montrent des diversités intéressantes de l'ordre de 13 à 18 taxons. Quelques microfossiles non polliniques ont aussi été détectés (deux types).

La détection systématique des spores de Lycopodes exotiques introduits dans les volumes extraits (de 3 à 77 Lycopodes comptés, Figure 7) témoigne de la réussite du traitement physico-chimique d'extraction du matériel sporo-pollinique. Ce constat montre que la faiblesse du stock pollinique observé dans le prélèvement n° 1076 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. La pauvreté du prélèvement n°1076 pourrait s'expliquer par une sédimentation très rapide, ne laissant pas un temps de contact suffisant pour accumuler des pollens.

L'autre facteur important est le contexte de conservation pollinique. Dans certains échantillons, de nombreux « débris organiques » (microcharbons, enveloppes polliniques) ont été constatés sans qu'il soit possible d'identifier des taxons. Certains échantillons présentent une légère conservation différentielle 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 du « cellier » F.1580 : n°1082, n°1083) (Fig. 6). Pour ces échantillons, il est probable que les pollens se soient trouvés à un moment donné dans des conditions plus « aérobies » (ou dans une zone de battement de nappe) propices à l'oxydation biologique (respiration microbienne) ou physico-chimique.

Résultats constatés :

Compte tenu des rares pollens observés pour les prélèvements n°1082 (US 1580.4) et n°1076 (US1296.33), il n'est pas possible d'interpréter les résultats de ces deux prélèvements de façon crédible.

Pour l'ensemble des quatre autres prélèvements, les pollens et spores identifiés proviennent à la fois de végétations herbacées et arborescentes (Fig. 11).

- En ce qui concerne les trois prélèvements associés au comblement du fossé F1296 (prélèvements n°1073, n°1092 et n°1095), les végétations herbacées sont mieux représentées que les végétations arborescentes (paysages plutôt ouverts donc). Toutefois les boisements sont bien présents dans le paysage environnant. Notons que le taux de pollen d'arbres est de 50% pour le prélèvement n°1096.

En ce qui concerne plus précisément les boisements, c'est essentiellement la **chênaie mixte** qui est interprétée avec la détection à la fois de pollens de chêne (*Quercus sp.*), tilleul (*Tilia sp.*) et de charme (*Carpinus sp.*). Les pollens de chêne sont particulièrement important dans le prélèvement n°1096 (US 1296.89).

Quelques pollens de noisetier (*Corylus sp.*) pourraient provenir à la fois de boisements clairs, de lisières ou de haies, de boisements humides, voire de secteurs en déprise agricole ?

La détection de pollens d'aulne (*Alnus sp.*) et de peuplier (*Populus sp.*), peut-être associés aussi noisetier, montrent l'existence de **boisements hygrophiles** (humides).

Notons aussi la détection d'un fragment de pollen de résineux, dont les formations sont difficiles à cerner à cause de modes de diffusion et de productions importantes.

Deux pollens de noyer (*Juglans sp.*) ont aussi été détectés dans le prélèvement n°1073. Il pourrait s'agir de plantations.

En ce qui concerne les végétations herbacées, les associations polliniques typiques de végétations de type « **friches et jachères** » (Poacées, Asteracées, Cichorioïdées, Chenopodiacées, Brassicacées, Caryophyllacées) et des végétations rudérales type « **chemins, zones d'habitats, lieux de pacage** » (Plantaginacées, Chenopodiacées, Asteracées, Ericacées, Brassicacées) ont été reconnues.

Enfin, un certain nombre de pollens de céréales (*Cerealia type*) dont seigle (*Secale type*), mais aussi de chanvre / houblon (*Cannabis / humulus sp.*) (en nombre dans le prélèvement n°1092) ont été observés. Ces pollens montrent l'existence d'activités agricoles, notamment de **céréaliculture**. La détection de pollens de chanvre en nombre dans le prélèvement n°1092 (US 1296.209) pourrait s'expliquer par la proximité d'une **zone de rouissage ou de traitement du chanvre.**

Les spores monolètes, spores trilètes 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.

- En ce qui concerne le prélèvement du « cellier » (US de fond), seul le prélèvement du fond (PR 1083) était vraiment porteur d'information. Les nombreux phytolithes constatés laissent penser à une accumulation de type « paillage » à ce niveau.

La composition pollinique de ce prélèvement est dominée par les pollens d'herbacées (73%), dont notamment des pollens de Poacées, Cichorioïdées et Asteracées. Beaucoup de spores monolètes sont détectés. Notons que la sur-représentation des pollens de Cichorioïdées et de spores monolètes, grains particulièrement résistants à la corrosion, suggèrent l'existence de conservations différentielles. Il faut donc interprétée l'abondance de ces pollens et spores avec précaution.

L'analyse permet de reconnaître l'association pollinique caractéristique de végétations de type « **friches et jachères** » (Poacées, Asteracées, Cichorioïdées, armoise (*Artemisia sp.*), Chenopodiacées, Brassicacées, *Calluna*).

Quelques pollens de céréales permettent d'évoquer l'hypothèse **d'un stockage de grains ou bien d'activités de traitements des céréales** dans les environs immédiats.

L'association des pollens d'arbres permet de reconnaître plusieurs types de boisements : la chênaie mixte (chêne, tilleul, noisetier) déjà identifiée dans les prélèvements du fossé F1296, mais aussi la chênaie-hêtraie avec le chêne, hêtre (*Fagus sylvatica*) et l'érable (*Acer sp.*).

Des boisements clairs (haies, lisières forestières) peuvent aussi être suggérés avec le noisetier, l'érable.

La détection de pollens d'aulne montrent l'existence **des boisements hygrophiles.**

Enfin, là aussi, des spores monolètes et trilètes ont été identifiés en nombre. Ces spores proviennent probablement de végétations de mousses et de fougères qui devaient couvrir les environs immédiats de l'excavation.

Identifiants prélèvements		PR1083 (US 1580.5)	PR1073 (US 1296.25)	PR1092 (US 1296.209)	PR1096 (US 1296.89)
Type de structure		Fosse F1580, de stockage – type cellier	Fossé F1296 (sondage 18)	Fossé F1296 (sondage 23)	
Taux de pollen d'arbres (AP)		27,00%	28,00%	6,00%	50,00%
Boisements	Chênaie mixte	++	+	+	+++
	Chênaie-hêtraie	++			
	Boisements clairs, haies	+	+	+	
	Boisements hygrophiles	+	+		+
	Résineux	+			+
	Noyer (Juglans sp.)		+		
Végétations herbacées	Prairies hygro- à mésophiles pâturées				
	Communautés rudérales, chemins, pacages, habitats...		+		+
	Friches et jachères	+++	++	+	++
	Cultures (types)	++ (céréale)	++ (céréale)	++ (céréale dont seigle et chanvre /houblon)	+ (céréale et chanvre / houblon)
	Indice de potentiel d'étude	1	2	1	2

Figure 11. Opération archéologique du site « La Prée 4 » sur la commune de Beaurepaire (85). Tableau synthétique représentant le taux de pollens d'arbres et les principales formations végétales identifiées pour chacun des prélèvements positifs.

Compte tenu des faibles effectifs étudiés (ce sont des tests), il faut interpréter ces résultats avec précaution (Fig. 11).

Les indices de « potentialité » d'analyses ont été estimés de « bons » à « très mauvais » pour les divers prélèvements (Fig. 12).

Au regard de ces diverses constatations, quatre des six prélèvements ont été jugés intéressants pour des analyses plus approfondies : prélèvements n°1083 (US 1580.5), prélèvements n°1073 (US1296.25), n°1092 (US1296.209) et n°1096 (US1296.89).

Code des prélèvements	Indice de potentiel d'étude
PR1082 (US 1580.4)	3 à 4
PR1083 (US 1580.5)	1
PR1073 (US 1296.25)	2
PR1076 (US 1296.33)	5
PR1092 (US 1296.209)	1
PR1096 (US1296.89)	2

Figure 12. Opération archéologique du site « La Prée 4 » sur la commune de Beaurepaire (85). Opération 2023. 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 fur 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 glycérinée

  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	B	BEAUREPAIRE F1580	PR 1082	3,5	8,242
2897	13/01/2024	lycopodes	17197	C	BEAUREPAIRE F1580	PR 1083	3	6,867
2897	13/01/2024	lycopodes	17197	D	BEAUREPAIRE F1296	SD 18 PR 1073	3,25	7,121
2897	13/01/2024	lycopodes	17197	E	BEAUREPAIRE F1296	SD 18 PR 1076	3	7,082
2897	13/01/2024	lycopodes	17197	F	BEAUREPAIRE F1296	SD 35 PR 1092	3	7,432
2897	13/01/2024	lycopodes	17197	G	BEAUREPAIRE F1296	SD 35 PR 1096	3	6,049

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