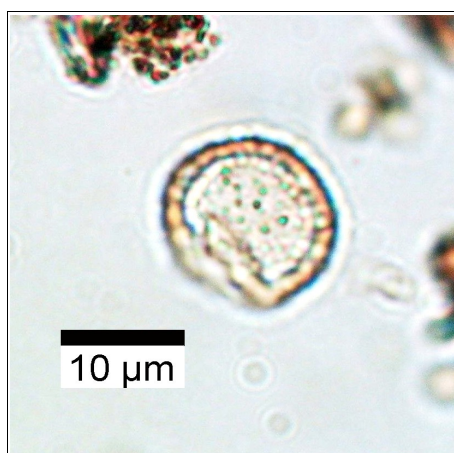




ANALYSES SCIENTIFIQUES DES DÉCOUVERTES ARCHÉOLOGIQUES : TESTS PALYNOLOGIQUES



TESTS PALYNOLOGIQUES DE 9 PRÉLÈVEMENTS RÉALISÉS LORS DE L'OPÉRATION D'UN SITE SUR LA COMMUNE DE DIEKIRCH (LUXEMBOURG).

Opération : 2022-014 .

**INRA
SERVICE D'ARCHÉOLOGIE GALLO-ROMAINE**

Rapport sur les tests palynologiques

Mai 2025

Institut National de Recherches Archéologiques

Service d'archéologie gallo-romaine

Tests palynologiques de 9 prélèvements archéologiques réalisés lors de l'opération d'un site sur la commune de Diekirch (Luxembourg).

**Opérations :
2022-014-1085,
2022-014-1086,
2022-014-1087.**

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

Mai 2025

*Illustration de la page de couverture : Pollen de lentille d'eau (Lemna sp.) observé dans le
prélèvement n°PAL6 (couche 2B : 24-26 cm). Grossissement x1000. L'échelle représente des
micromètres.*

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	4
1. PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS, STRATIGRAPHIE et OBJECTIFS.....	5
2. TRAITEMENT CHIMIQUE et OBSERVATION DES ECHANTILLONS.....	7
2.1 Le protocole d'extraction utilisé.....	7
2.2 Les comptages et déterminations.....	8
3. RESULTATS DES TESTS.....	10
4. PRECONISATIONS ET RESULTATS.....	12
5. BIBLIOGRAPHIE.....	15
6. ANNEXE.....	16
6.1. Détail du protocole d'extraction utilisé :.....	16
6.2. Description des échantillons et des traitements	19

INTRODUCTION

Ce document présente les résultats de tests palynologiques réalisés pour l'opération archéologique menée sur la commune de Diekirch (Luxembourg) (Opération 2022.014).

L'opération archéologique concerne un site urbain, couvert par une couche organique, de type « terre noire ». La couche est datée du haut moyen âge, mais comportant des éléments de destruction gallo-romaine.

Les prélèvements ont été réalisés directement en stratigraphie sur le site archéologique (Fig. 1 et 2).

Neuf prélèvements ont fait l'objet d'extractions polliniques.

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. Nicolas Meunier.

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

Concernant cette couche de type « terre noire », seuls des tests pouvaient permettre d'obtenir une information sur le potentiel palynologique des prélèvements.

INVENTAIRE PALYNOLOGIQUE			
Commune :		Diekirch (Luxembourg)	
Nom de l'opération / Lieu-Dit :		Opération de la rue Dominique	
Année :		2022	
N° Opération :		2022-014-1085 ; 2022-014-1086 ; 2022-014-1087	
Resp. d'Op. ; commanditaire		M. Nicolas Meunier	
Type d'opération :			
Période d'analyse pressentie		Mai 2025	

N° de prélèvement	Faits et US	Masse envoyée (g)	Description sédimentaire
PAL 1 / Couche 1 0-2 cm	Op. 2022-014-1085 ; Z1 - LOG 5 - PLV 15	15	Limono-argileux. Couleur brun - orangée
PAL 2 / Couche 1 7-9 cm		15	Limono-argileux. Couleur brun foncé
PAL 3 / Couche 2A 22-24 cm		20	Limono-argileux. Couleur brun foncé
PAL 4 / Couche 2A 4-6cm	Op. 2022-014-1086 ; Z1 - LOG 5 - PLV 16	15	Limono-argileux. Couleur brun foncé
PAL 5 / Couche 2B 16-18cm		18	Limono-argileux. Couleur brun foncé
PAL 6 / Couche 2B 24-26cm		16	Limono-argileux. Couleur brun
PAL 7 / Couche 2B 6-8cm	Op. 2022-014-1087 ; Z1 - LOG 5 - PLV 17	18	Limono-argileux. Couleur brun foncé
PAL 8 / ST61 14-16 cm		19	Limono-argileux. Couleur brun foncé
PAL 9 / ST61 24-26cm		15	Limono-argileux. Couleur brun orangé

Figure 1. Inventaire et descriptif des prélèvements étudiés.

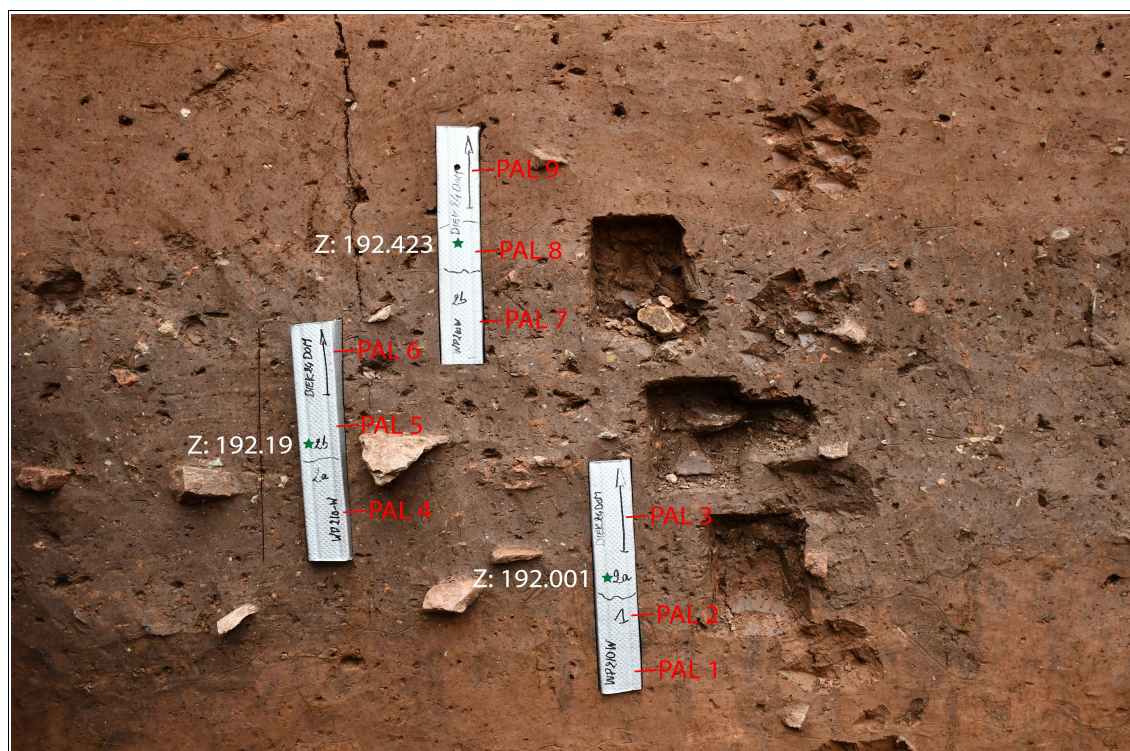


Figure 2. Photographie du prélèvement en stratigraphie. Contextes et positions des prélèvements (Prélèvements PAL1 à PAL 9) .

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

Les outils utilisés pour les déterminations sont de plusieurs sortes :

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

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

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

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

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

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

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

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

3. RESULTATS DES TESTS

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

	Taxons \ Code Prélèvements	PAL 1 / Couche 1 0-2 cm	PAL 2 / Couche 1 7-9 cm	PAL 3 / Couche 2A 22-24 cm	PAL 4 / Couche 2A 4-6cm	PAL 5 / Couche 2B 16-18cm	PAL 6 / Couche 2B 24-26cm	PAL 7 / Couche 2B 6-8cm	PAL 8 / ST61 14-16 cm	PAL 9 / ST61 24-26cm
Pollens	Frag. Pollen résineux	0	1	0	0	0	0	0	0	0
	Pinus sylvestris	0	0	0	1	0	0	0	0	0
	Quercus	0	0	1	0	0	0	0	1	0
	Fagus	0	0	0	0	0	0	0	1	0
	Alnus	0	0	0	0	0	0	0	0	1
	Pourcentage pollens d'arbres	0	12,5	12,5	20	0	0	0	25	20
	POACEAE	0	1	1	0	2	0	0	1	0
	CICHOIRIOIDEAE	5	3	2	4	5	6	2	3	4
	ASTERACEAE	0	0	1	0	0	0	0	0	0
	CARYOPHYLLACEAE	0	0	1	0	0	1	0	0	0
	CHENOPODIACEAE	0	1	0	0	1	0	0	0	0
	BRASSICACEAE	0	0	0	0	0	0	1	2	0
	Centaurea type nigra	0	0	1	0	0	0	0	0	0
	CYPERACEAE	1	1	1	0	2	0	1	0	0
	JUNCACEAE	0	0	0	0	1	0	0	0	0
	Lemna	0	1	0	0	0	1	0	0	0
Spores	Spore monolète	7	80	29	16	34	27	14	24	20
	Spore trilète	0	1	0	0	2	0	0	0	0
Non pollinique	Concentricyste	1	0	0	0	2	0	0	0	0
	Phytolithes	0	0	0	0	0	0	0	0	1
	Ascospores gp coprophiles – HdV-205 indiff. – S	0	0	0	0	0	0	0	0	1
	Amérospores – HdV-207	1	5	7	1	11	1	6	10	1
	Spores algales et supposées – HdV-181	1	2	0	0	4	0	0	1	2
	Micro-charbons	23	38	229	73	146	394	181	161	290
	Indéterminés	0	1	0	0	0	0	0	0	0
	SOM. pollen (somme de base)	6	8	8	5	11	8	4	8	5
	SOM. Sporo-pollinique	13	89	37	21	47	35	18	32	25
	CONC. ABS Pollen (nb / cm3)	614	936	1911	1686	1538	3057	1433	2293	1365
	CONC. ABS Pollen et Spores (nb / cm3)	1331	10412	8837	7081	6571	13375	6449	9172	6824
	Diversité taxonomique	3	8	8	3	7	4	4	6	3
	Indice de potentiel d'étude	5	4	3 à 4	5	3 à 4	5	5	3 à 4	5

Figure 4. Opération archéologique de la commune de Diekirch (Luxembourg). Opération 2022-014. Comptages correspondant aux pollens et spores déterminés dans chacun des 9 prélèvements testés. Les valeurs grisées correspondent à des sommes polliniques, sommes sporo-polliniques et pour les deux dernières lignes à des concentrations absolues de pollens et de spores + pollens. Les concentrations absolues sont exprimées en nombre de grains par volume (mL) de sédiment.

Code des prélèvements	Nombre de pollens comptés	Nombre de spores et Lycopodes introduits comptés	Concentration absolue pollen et spores	Concentration absolue pollen uniquement	Etat de conservation	Diversité taxonomique	Indice de potentiel d'étude	
PAL 1 / Couche 1 ; 0-2 cm	6	13	56	1331	614	Très mauvais	3	5
PAL 2 / Couche 1 ; 7-9 cm	8	89	42	10412	936	Mauvais	8	4
PAL 3 / Couche 2A ; 22-24 cm	8	37	24	8837	1911	Mauvais	8	3 à 4
PAL 4 / Couche 2A ; 4-6cm	5	21	17	7081	1686	Très mauvais	3	5
PAL 5 / Couche 2B ; 16-18cm	11	47	41	6571	1538	Mauvais	7	3 à 4
PAL 6 / Couche 2B ; 24-26cm	8	35	15	13375	3057	Très mauvais	4	5
PAL 7 / Couche 2B ; 6-8cm	4	18	12	6449	1433	Très mauvais	4	5
PAL 8 / ST61 ; 14-16 cm	8	32	20	9172	2293	Mauvais	6	3 à 4
PAL 9 / ST61 ; 24-26cm	5	25	18	6824	1365	Très mauvais	3	5

Figure 5. Opération archéologique de la commune de Diekirch (Luxembourg). Opération 2022-014. Tableau synthétisant les sommes, les concentrations absolues en spores et pollens (en nb/mL de sédiment) ainsi que la diversité taxonomique de chaque prélèvement. Quelques faits remarquables sont aussi indiqués. Un ordre de priorité d'analyses des échantillons est proposé en tenant compte des résultats des tests (l'indice de 1 correspondant à un test très favorable, l'indice 5 correspondant à un résultat très défavorable).



Figure 6. Opération archéologique de la commune de Diekirch (Luxembourg). Opération 2022-014. Photographie d'un pollen de Caryophyllacée (*Caryophyllaceae*), grossissement x1000, prélèvement n° PAL 6 / couche 2B.

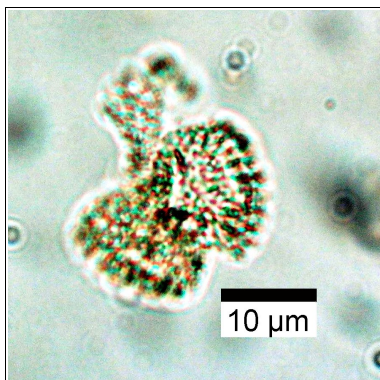


Figure 7. Opération archéologique de la commune de Diekirch (Luxembourg). Opération 2022-014. Photographie d'un pollen de Brassicacée (*Brassicaceae*), grossissement x1000, prélèvement n° PAL 8/ ST61 .

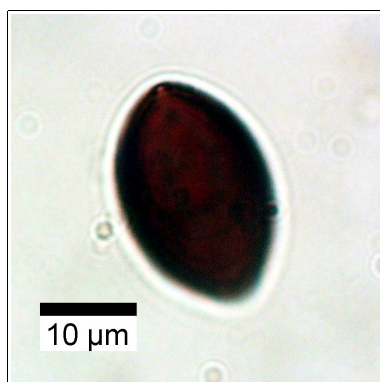


Figure 8. Opération archéologique de la commune de Diekirch (Luxembourg). Opération 2022-014. Photographie d'un Ascospores gp coprophiles – HdV-205 indiff. – Sordariales. grossissement x1000, prélèvement n° PAL 9 / ST61.

4. PRECONISATIONS ET RESULTATS

L'observation des échantillons a livré des résultats globalement pauvres en pollens (Figures 4 et 5).

Pour les prélèvements n° PAL 1, PAL 2, PAL 4, PAL 6, PAL 7 et PAL 9, les résultats obtenus sont mauvais. Pour ces prélèvements, les concentrations polliniques n'excèdent pas les 1500 pollens / mL (3000 pollens / mL pour PAL6 mais avec des pollens résistants de Cichorioïdées).

Les trois autres prélèvements (n°PAL 3, PAL 5 et PAL 8) montrent des conservations un peu meilleurs mais qui restent faibles (de l'ordre 2000 grains / mL pour les prélèvements n° PAL 3, n°PAL 8 et un peu supérieur à 1500 pollens / mL pour PAL 5).

Ces conservations polliniques restent très faibles par rapport 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 quinzaine de taxons polliniques a été observée pour l'ensemble des prélèvements. Les trois prélèvements les « mieux conservés » montrent des diversités de l'ordre de 6 à 8 taxons. Quelques microfossiles non polliniques ont aussi été détectés (trois types).

La détection systématique des spores de Lycopodes exotiques introduits dans les volumes extraits (de 12 à 56 Lycopodes comptés, Fig. 5) 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 les prélèvements 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 des prélèvements 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 la plupart des 9 échantillons, de nombreux « débris organiques » (microcharbons, enveloppes polliniques) ont été constatés sans qu'il soit possible d'identifier des taxons. Pour les 9 prélèvements, des pollens de Cichorioïdées et de spores monolètes ont été observés. Or, les enveloppes de ces grains de pollens et spores sont particulièrement résistants à la corrosion, ce qui pourrait expliquer leur détection systématique et, de fait, un phénomène de conservation différentiel, au détriment des grains plus fragiles.

Pour l'ensemble des 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. La couleur « orangée » du sédiment, tendrait d'ailleurs à appuyer l'hypothèse de phénomènes d'oxydation.

Résultats constatés :

Suite aux tests, même si certains résultats pourraient probablement être complétés, les observations livrent des images de paysages végétaux très lacunaires. De plus, la sur-représentation des pollens les plus résistants permettent difficilement d'interpréter les proportions des différents pollens.

Les taux de pollens d'arbres sont très faibles (de 0 à 20%), ce qui correspondrait à des paysages très ouverts. Mais compte tenu de la sur-représentation des pollens de Cichorioïdées (ex. types pissenlits), il faut interpréter ces valeurs avec précaution.

- Pour les prélèvements n° PAL1, PAL2, PAL4, PAL6, PAL7 et PAL9, les compositions polliniques obtenues sont particulièrement pauvres.

La détection systématique de pollens de Cichorioïdées et de quelques pollens de Cypéracées (Carex?) permettent d'évoquer l'existence de végétations de type « **friches et jachères** » ainsi que des « **prairies humides** » (Fig. 9).

Notons aussi la détection de quelques pollens de résineux (PAL 2 et PAL4), dont les formations sont difficiles à cerner à cause de modes de diffusion et de productions importantes.

Quelques occurrences polliniques de lentilles d'eau (*Lemna sp.*) laissent penser à l'existence de zones inondées (PAL 2 et PAL 6). Ce constat est corroboré par la détection de spores algales de type HdV-181, synonymes d'eaux stagnantes peu profondes et eutrophes (PAL1, PAL2, PAL9).

Un pollen d'aulne (PAL9) s'accorde aussi pour décrire l'existence de **boisements humides**.

Enfin, Un microfossile non pollinique (MNP) d'ascomycète de groupe coprophile (« type HdV-205 ») Sordariales pourrait être **un indicateur de matières fécales, voire d'élevage (PAL 9)** (Fig. 8).

- Pour ce qui concerne les trois prélèvements (PAL 3, PAL 5 et PAL 8) ayant permis d'obtenir une diversité minimale (6 à 8 taxons), les pollens et spores identifiés proviennent à la fois de végétations herbacées et arborescentes (Fig. 4).

Les végétations herbacées sont mieux représentées que les végétations arborescentes (paysages plutôt ouverts donc). Toutefois, des boisements de types « **chênaies mixtes** », « **chênaies-hêtraies** » peuvent être évoqués par l'intermédiaire de quelques pollens de chêne et de hêtre (PAL 3 et PAL 8).

Notons l'absence de boisements clairs (noisetier, bouleau), non détectés lors de ces tests.

En ce qui concerne les végétations herbacées, les associations polliniques caractéristiques de végétations de type « **friches et jachères** » (Cichorioïdées, Poacées, Asteracées, Chenopodiacees, Brassicacées, Caryophyllacées), de **prairies humides** (Poacées, Cyperacées, *Centaurea type nigra*, Joncacées) mais aussi des végétations rudérales de types « **chemins, zones d'habitats, lieux de pacage** » (Chenopodiacees, Asteracées, Poacées, Brassicacées) ont été reconnues.

En revanche, les formations de cultures n'ont pas été identifiées dans le cadre de ces tests (absence de pollens de céréales).

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.

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

Identifiants prélèvements		PAL 1 / Couche 1 0-2 cm	PAL 2 / Couche 1 7-9 cm	PAL 3 / Couche 2A 22-24 cm	PAL 4 / Couche 2A 4-6cm	PAL 5 / Couche 2B 16-18cm	PAL 6 / Couche 2B 24-26cm	PAL 7 / Couche 2B 6-8cm	PAL 8 / ST61 14-16 cm	PAL 9 / ST61 24-26cm
Taux de pollen d'arbres (AP/NAP)		0,00%	12,50%	12,50%	20,00%	0	0	0	25,00%	20,00%
Boisements	Chênaie mixte			+					+	
	Chênaie-hêtraie								+	
	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-205 indiff. – Sordariales									+
	Amérospores – HdV-207	+	+	+	+	++	+	++	++	+
	Spores algales et supposées – HdV-181	+	+			+			+	+
	Diversité taxonomique	3	8	8	3	7	4	4	6	3
	Indice de potentiel d'étude	5	4	3 à 4	5	3 à 4	5	5	3 à 4	5

Figure 9. Opération archéologique de la commune de Diekirch (Luxembourg). Opération 2022-014. 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 beaucoup de précaution.

Au regard de ces diverses constatations, seulement trois prélèvements ont été retenus pour d'éventuelles analyses complémentaires (PAL3, PAL5, PAL8).

Ces trois prélèvements montrent des concentrations polliniques et des diversités assez faibles. Mais compte tenu de l'observation d'une dizaine de taxons un temps d'observation complémentaire peut être suggéré. Ces trois 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 « moyen » à « très mauvais » pour les divers prélèvements (Fig. 10).

Code des prélèvements	Indice de potentiel d'étude
PAL 1 / Couche 1 ; 0-2 cm	5
PAL 2 / Couche 1 ; 7-9 cm	4
PAL 3 / Couche 2A ; 22-24 cm	3 à 4
PAL 4 / Couche 2A ; 4-6cm	5
PAL 5 / Couche 2B ; 16-18cm	3 à 4
PAL 6 / Couche 2B ; 24-26cm	5
PAL 7 / Couche 2B ; 6-8cm	5
PAL 8 / ST61 ; 14-16 cm	3 à 4
PAL 9 / ST61 ; 24-26cm	5

Figure 10. Opération archéologique de la commune de Diekirch (Luxembourg). Opération 2022-014. Tableau récapitulatif de l'ordre de priorité des analyses palynologiques. Un ordre de priorité d'analyses des échantillons est proposé en tenant compte des résultats des tests (l'indice de 1 correspondant à un test très favorable, l'indice 5 correspondant à un résultat très défavorable).

5. BIBLIOGRAPHIE

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

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

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

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

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

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

6. ANNEXE

6.1. Détail du protocole d'extraction utilisé :

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

Préparation du sédiment

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

Estimation du volume de sédiment

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

Lavage du sédiment

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

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

Attaque à l'acide chlorhydrique (HCl)

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

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

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

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

Attaque à l'acide fluorhydrique (HF)

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

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

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

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

Deuxième attaque à l'acide chlorhydrique (HCl)

Elimination des fluorosilicates.

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

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

Rinçage

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

Filtration

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

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

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

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

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

Montage

Montage à la glycérine bidistillée phénolée (lames mobiles)

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

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

Conservation

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

Annexes

- Fournisseur des pastilles de lycopodes

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

- Fournisseur des filtres de 10μm

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

- Préparation de la gélatine glycinée

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

- Préparation du glycérine bidistillée phénolée pour la conservation

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

6.2. Description des échantillons et des traitements

SERIE N°	Date	Sol Exotique (lycopodes...)	Nombre grains	Num (1-8)	NOM DE LA CAROTTE	TRONCON	VOL	Poids sec
2896	13/01/2025	lycopodes	17197	A	Luxembourg – Diekirch	PAL1 couche 1	3	7,246
2896	13/01/2025	lycopodes	17197	B	Luxembourg – Diekirch	PAL2 couche 1	3,5	7,581
2896	13/01/2025	lycopodes	17197	C	Luxembourg – Diekirch	PAL3 couche 2A	3	7,014
2896	13/01/2025	lycopodes	17197	D	Luxembourg – Diekirch	PAL4 couche 2A	3	6,541
2896	13/01/2025	lycopodes	17197	E	Luxembourg – Diekirch	PAL5 couche 2B	3	7,082
2896	13/01/2025	lycopodes	17197	F	Luxembourg – Diekirch	PAL6 couche 2B	3	7,996
2896	13/01/2025	lycopodes	17197	G	Luxembourg – Diekirch	PAL7 couche 2B	4	8,781
2896	13/01/2025	lycopodes	17197	H	Luxembourg – Diekirch	PAL8 coucheST61	3	6,963
2897	13/01/2024	lycopodes	17197	A	Luxembourg – Diekirch	PAL9 coucheST61	3,5	7,499

Figure 11. Description des traitements réalisés pour l'extraction pollinique (UMR EPOC).