



HAL
open science

Manuel de lithopréparation adapté au matériel archéologique

Brigitte Spiteri

► **To cite this version:**

| Brigitte Spiteri. Manuel de lithopréparation adapté au matériel archéologique. 2020. hal-02460997

HAL Id: hal-02460997

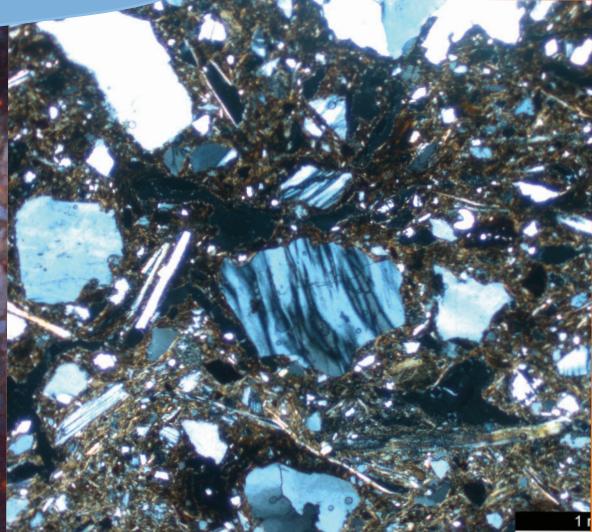
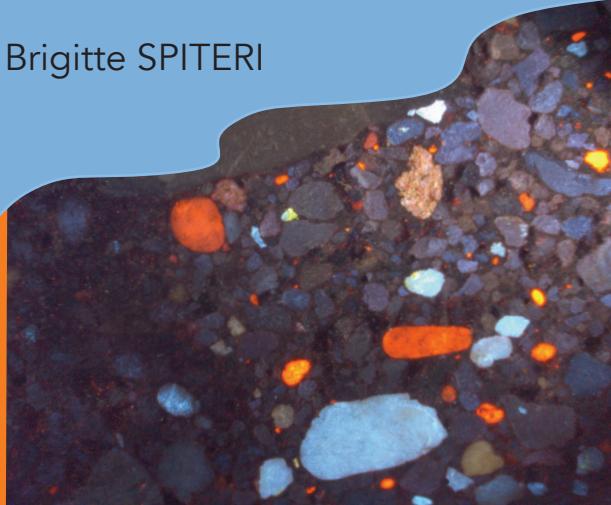
<https://hal.science/hal-02460997>

Preprint submitted on 30 Jan 2020

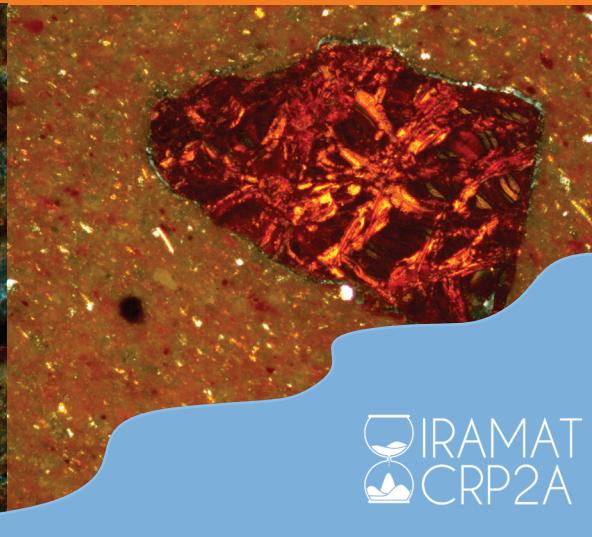
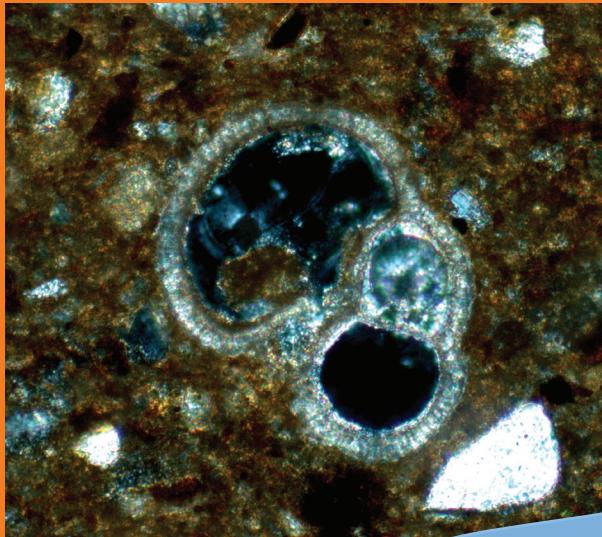
HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Brigitte SPITERI



Manuel de lithopréparation adapté au matériel archéologique



Photos de couverture :

en haut à gauche : lame épaisse de mortier, observée en cathodoluminescence

en haut à droite : lame mince de céramique, observée en microscopie optique à lumière polarisée

en bas à gauche : lame mince de céramique contenant des foraminifères planctoniques, observée en microscopie optique à lumière polarisée

en bas à droite : lame mince de céramique contenant de la serpentine, observée en microscopie optique à lumière polarisée

Avant toute analyse, un échantillon (quel qu'il soit) doit faire l'objet d'une observation minutieuse ; une description en est faite puis mise en perspective avec la problématique recherchée ; ces premières observations sont consignées. L'échantillon va ensuite subir différentes préparations étroitement dépendantes du type d'analyses à réaliser.

Dans la chaîne d'analyses d'un échantillon – qu'il soit archéologique ou non – cette étape, qui précède les analyses proprement dites, est donc essentielle. Elle conditionne en effet la qualité des observations et des analyses à venir. C'est la raison pour laquelle l'équipe de recherche de l'IRAMAT-CRP2A s'est dotée d'un espace dédié à cette phase de travail : un laboratoire-atelier de préparation d'échantillons.

Ce laboratoire ne saurait fonctionner sans un.e responsable. C'est l'occasion de saluer le travail effectué depuis de nombreuses années par Mme Brigitte Spiteri, technicienne en lithopréparation à l'université Bordeaux Montaigne et auteur de ce livret.

Ce livret, largement illustré, est conçu comme un manuel et rassemble ce qui paraît important de rappeler (ou apprendre) aux principaux utilisateurs, qu'ils soient anciens ou nouveaux. Il est plus particulièrement consacré à la préparation d'échantillons par sciage, polissage, rectification et rodage, techniques que seule un.e spécialiste en litho-lamellage maîtrise.

En 2018, le CNRS (INSU) a reconnu cette discipline pointue en attribuant un cristal collectif à un groupe de quatre lithopréparateurs français dont Mme Brigitte Spiteri. C'est dire toute l'importance de ce métier d'une part et la qualité des travaux rendus par ces collègues méritants d'autre part.

L'équipe de l'IRAMAT-CRP2A étant par ailleurs en évolution constante, le livret appelle déjà une version 2 qui présentera très certainement d'autres procédures sur de nouveaux types d'échantillons.

Que ce livret soit utile à tous, et évolutif.

Rémy Chapoulie
directeur de l'IRAMAT-CRP2A



Brigitte Spiteri - © F.-X. Le Bourdonnec

La lithopréparation est une activité très particulière. C'est un métier rare qui requiert une haute technicité qui s'acquiert par une pratique longue et régulière. Le travail de lithopréparation consiste à fabriquer des lames minces et surfaces polies de matériaux géologiques ou archéologiques pour leur étude pétrographique.

Il faut donc élaborer des lames minces couvertes ou non, polies, imprégnées sous vide ou par capillarité, afin de les examiner en microscopie optique et électronique à balayage. Pour cela, il faut scier un petit parallélépipède d'échantillon de la taille d'un sucre que l'on colle sur une lame de verre et que l'on amincit jusqu'à une épaisseur de trente microns afin d'identifier les différents composants (ciments, minéraux, fossiles...). Par observation en microscopie optique à lumière polarisée, on établit l'analyse des propriétés optiques des minéraux présents dans la lame.

Des lames épaisses polies (environ cinq millimètres d'épaisseur) sont également préparées à des fins d'observation en cathodoluminescence ainsi qu'en microscopie électronique à balayage pour l'étude chimique et l'orientation cristallographique des minéraux.

Tous ces travaux préparatoires sont indispensables avant toute observation et/ou analyse instrumentale. L'excellence des résultats dépend de l'état de surface du matériau qui doit être parfait et de l'expérience d'observation du lithopréparateur.

Brigitte Spiteri
IRAMAT-CRP2A

Brigitte Spiteri a reçu le 11 mars 2019 à Paris, le Cristal Collectif du CNRS octroyé par l'INSU dans le cadre de son implication au sein du réseau des lithopréparateurs de France.



Cristal collectif 2018

LES LAMES MINCES

1. Préparations préliminaires

Mortiers, marbres, céramiques



lames minces



lame mince de mortier

Les échantillons archéologiques sont des matériaux friables qui demandent à être consolidés par de la résine.

- Dans un premier temps, après échantillonnage sur le terrain, procéder au séchage des échantillons dans une étuve réglée à 50°C pendant 1 à 2 jours selon la taille des échantillons, afin d'en éliminer l'humidité.
- Ensuite, déposer chaque échantillon dans des moules (barquettes en aluminium à fond plat) (1) dans lesquels on aura préalablement déposé un agent de démoulage. On prendra soin de repérer chaque échantillon à l'aide de croquis et de références de classement (2).

- Le séchage des échantillons peut se faire à ce stade de la préparation.

a) l'enrobage

- Préparer de la résine epoxyde transparente en respectant les proportions indiquées sur la boîte - ex : Araldite 2020 : pour 100g de résine, ajouter 30 g de durcisseur. A préparer par pesée, puis sous la hotte aspirante - produit susceptible de contenir du biphénol A.
- Couvrir les échantillons de résine (3)



(1) mortiers dans barquettes aluminium



(2) croquis et mortiers référencés



(3) mortiers immergés dans la résine



lames minces polies



(4) mortiers dans une enceinte sous vide

- Placer les barquettes en aluminium contenant la résine dans une enceinte à vide (4) et faire le vide (0,8 bar). Le mélange va se mettre à mousser ; l'air contenu dans les pores est expulsé et est remplacé par la résine.
- Au bout de plusieurs minutes, rétablir la pression atmosphérique, puis recommencer 2 fois l'opération afin d'expulser le maximum d'air.
- Ensuite, remettre les barquettes sous hotte aspirante et replacer éventuellement les échantillons à l'aide d'un agitateur en verre s'ils ont bougé.
- Attendre au moins une nuit afin que la résine polymérise, peut-être davantage, la **polymérisation** dépendant de la température de la pièce et de l'humidité.

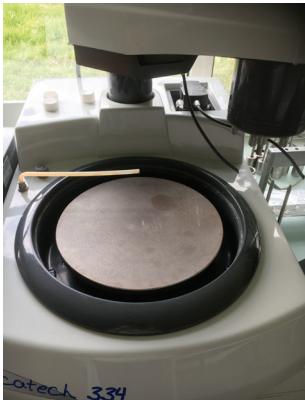
- Une fois que la résine est durcie, découper des **sucres** (blocs de résine contenant l'échantillon de la taille d'un sucre, soit 30x45 mm, voire légèrement inférieur) (5). Pour faire des lames épaisses, découper dans le sucre une plaquette de 0,5 mm d'épaisseur (6).



(5) découpe de sucres de mortiers



(6) découpes de plaques épaisses de mortiers



(7) grille diamantée



(8) papiers abrasifs

- Sur le **talon**, procéder au **dressage** qui consiste à éliminer les traces de sciage à l'aide d'une grille diamantée de 75 microns (7) dans un premier temps, puis à l'aide de papiers abrasifs de granulométrie 400 et 600 correspondant à 35 et 25 microns dans un deuxième temps (8) - le lubrifiant utilisé est l'eau.



(9) plaque chauffante, échantillons, et verres dépolis

- Faire sécher les sucres sur une plaque chauffante à 50 °C (9) ainsi que les lames de verre dépoli sur une face et dont on prendra soin d'émousser les arêtes afin de ne pas se couper lors de la manipulation des lames.

- Préparer la colle qui est également une résine époxy ; bien respecter les proportions de résine et de durcisseur car il s'agit d'une petite quantité (2g).
- Procéder au collage des sucres sur les lames de verre dépoli en appliquant une fine couche de colle sur le sucre ; recouvrir avec la lame de verre progressivement afin de chasser les bulles d'air en effectuant de petits cercles avec la lame de verre.
- Placer ensuite l'ensemble sucre+lames de verre sur un banc de collage (plaque chauffante à 50°C surmonté de poids) (10) et appliquer un poids sur chaque lame de verre afin de chasser les bulles d'air résiduelles pendant la polymérisation de la colle.
- Laisser en place toute une nuit.



(10) banc de collage



(11) arasement des sucres collés sur lame de verre

- Procéder à l'**arasement** de la lame en effectuant un sciage à l'aide d'une scie diamantée (11) en ne laissant sur la lame de verre qu'environ 600 microns d'épaisseur d'échantillon induré.
- Procéder à l'amincissement de la lame progressivement à l'aide d'une **rectifieuse** (12) ou d'une **rodeuse**.



(12) rectification à l'aide d'une meule diamantée

b) l'amincissement



(13) comparateur d'épaisseur

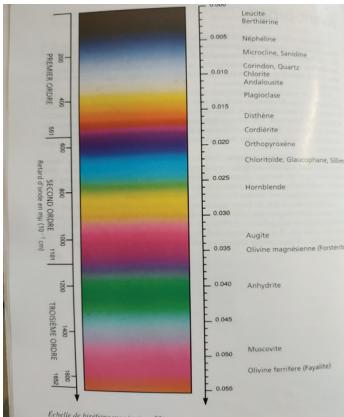


(14) microscope à lumière polarisée



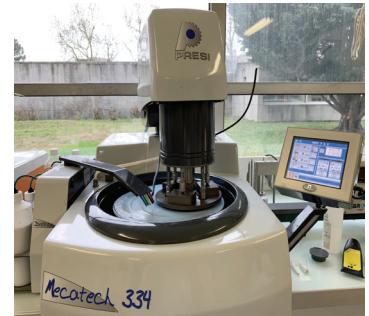
(15) finition sur une plaque de verre et carbure de silicium

- Avec une rectifieuse équipée d'une meule diamantée 64 microns, amincir jusqu'à 80 microns en contrôlant l'épaisseur à l'aide d'un comparateur (13), puis à l'aide d'un microscope optique à lumière polarisée (14) et une plaque de verre (15) sur laquelle on déposera du carbure de silicium en poudre (granulométrie 600, 9 μ m + eau).



(16) échelle de biréfringence

- L'épaisseur finale approche les 30 microns. Pour se faire, se baser sur certains minéraux contenus dans l'échantillon tel que le quartz qui atteint des teintes blanc gris à cette épaisseur, ou bien la calcite qui atteint quant à elle, des couleurs pastels (16).
- Ensuite, pour un confort d'observation et de précision, procéder au polissage des lames minces ; pour se faire, utiliser une polisseuse automatique (17).



(17) polisseuse automatique

- Placer les lames minces sur des supports de lames que l'on fixe avec un peu de vaseline puis placer ces supports dans les emplacements prévus à cet effet. Au préalable, poser sur le plateau de la polisseuse un **drap** préalablement lubrifié.
- Appliquer une pression individuelle ou centrale sur chaque échantillon suivant le type de polisseuse.
- Démarrer la polisseuse en ayant au préalable programmé le temps de polissage, les sens de rotation du plateau et de la tête de polissage, la vitesse, les quantités de lubrifiant et de solution diamantée ainsi que sa fréquence d'écoulement (voir paragraphe polissage, page 10)

LES LAMES EPAISSES

Mortiers, marbres, céramiques



lame épaisse de mortier



lame épaisse de mortier



lame épaisse de mortier incrustée de tesselles de marbre noir



mortier brut incrusté de tesselles de marbre noir

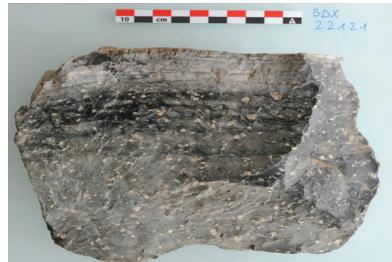
- Suite à l'**induration** lors de la fabrication de la lame mince, prélever une plaquette dans le talon du sucre, après arasement en vis-à-vis du prélèvement pour la lame mince, afin de pouvoir faire des comparaisons.
- Sur la plaquette, procéder au dressage qui consiste à éliminer les traces de sciage à l'aide d'une grille diamantée de 75 microns dans un premier temps, puis à l'aide de papiers abrasifs de granulométrie 400 et 600 correspondant à 35 et 25 microns dans un deuxième temps.

2. Mises en oeuvre particulières

Obsidiennes et rhyolithes



(18) échantillon d'obsidienne



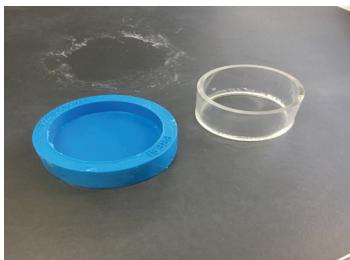
échantillon de rhyolithe

- Ce type de roche (18) peut s'observer sur échantillon massif après polissage (voir paragraphe polissage) allant jusqu'au 1/4 ou 1/10ème de microns pour réaliser des analyses PIXE et en LA-ICP-MS.



(19) petite scie diamantée

- Pour réaliser des analyses en XRF ou MEB-EDS, il faudra réaliser des indurations un peu particulières. Pour réaliser ces indurations, il est nécessaire dans un premier temps de prélever des petits éclats de roche à l'aide d'une petite scie diamantée (19) tournant lentement.

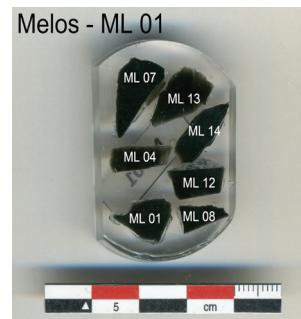


(20) moule rond

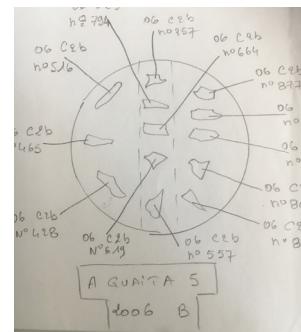


(21) moule graisse et silicone

- Se munir d'un moule rond à fond démontable (20)
- Déposer sur le fond une très fine couche de graisse silicone (21) qui servira à fixer les éclats et également servira au démoulage.
- Déposer plusieurs éclats sur le fond du moule et réaliser un petit schéma de chaque moule afin de repérer chaque échantillon à joindre à chaque bloc induré (22 a-b).
- Réaliser l'induration (22). Pour cela, préparer de la résine araldite en respectant les proportions indiquées sur la boîte - ex : Araldite 2020 : pour 100g de résine, ajouter 30g de durcisseur. A préparer par pesée puis sous la hotte aspirante - produit susceptible de contenir du biphenol A.
- Couvrir les échantillons de résine sur 1 cm d'épaisseur. Attendre une nuit avant démoulage, voire plus. Ensuite, procéder au polissage (voir paragraphe polissage page 10).



(22a) éclats d'obsidiennes dans résine époxyde



(22b) référentiel obsidienne

Marbres



(23) échantillon de marbre

- Ce type de roche (23) peut s'analyser sur échantillon massif après polissage (voir paragraphe polissage). On va jusqu'à 6 microns pour réaliser des mesures au PIXE et en LA-ICP-MS et jusqu'au 1/4 ou 1/10ème de microns pour réaliser des observations au MEB-EDS, RAMAN, DRX. Pour les lames minces, la grosse difficulté est d'éviter les bulles lors du collage de la lame de verre dépoli avec l'échantillon prépoli. Pour cela, utiliser une colle très fluide (type Epoxy EPOTECH 301 de chez FTPOLYMER : 6 gouttes de résine pour 2 gouttes de durcisseur) (24).



(24) colle EPOTECH 301

Céramiques



(25) échantillons de céramiques glaçurées

- Pour les céramiques (25), il est nécessaire de toujours réaliser une induration avant de réaliser une lame mince ou une lame épaisse même si l'échantillon semble solide. En effet, lorsque l'on s'approche des 30 microns d'épaisseur lors de la confection d'une lame mince, les grains sont si fins qu'ils ne tiennent pas sur la lame de verre.

- Lors de la confection de **plots indurés** et polis de fragments de céramiques glaçurées, il est conseillé de se focaliser sur les glaçures lors du polissage et de contrôler l'avancement du polissage avec un microscope métallographique



(26) contrôle du polissage avec un microscope métallographique

Silex



(27) échantillon de silex

- Pour réaliser une lame mince de silex (27), il faut y aller progressivement car c'est un matériau extrêmement dur.
- Commencer par un enrobage à la résine araldite (type 2020) ; on parlera ici d'**enrobage** plutôt que d'induration car c'est un matériau non poreux. Cela le consolidera et évitera qu'il n'éclate lors du sciage.

- Pour le dressage du sucre, n'utiliser ni grille diamantée, ni papier abrasif ; préférer la poudre de carbure de silicium 180 (33 μ m) et 600 (9 μ m) (28).
- Coller l'échantillon sur la lame de verre dépoli.
- Araser le talon puis rectifier le talon jusqu'à 100 μ m en avançant de 5 microns en 5 microns et finir la lame sur plaque de verre avec poudre de carbure silicium 600 (9 μ m) et 800 (7 μ m).
- **Raviver** souvent la lame de scie ainsi que la meule diamantée à l'aide d'un morceau de brique ou de pierre d'avivage (29).



(28) carbure de silicium



(29) pierre d'avivage



(31) scie à fil

Concrétions de grottes



(30) concrétion de grotte

- En raison de sa composition hétérogène, ce type d'échantillon (30) est souvent très fragile, friable. Procéder à son échantillonnage à l'aide d'une scie à fil (31) (beaucoup plus doux qu'un disque diamanté).

Carbure de silicium en poudre*
Abrasant de rofage.

Ref.	Descriptif	Granulométrie	FEPA	Prix €
Boite de 1 kilo				
12027	Carbure de silicium	7 μ	F800	62
12026	Carbure de silicium	9 μ	F600	57
12024	Carbure de silicium	17 μ	F400	36
12023	Carbure de silicium	23 μ	F360	35
12021	Carbure de silicium	37 μ	F280	34
12020	Carbure de silicium	45 μ	F240	33
Boite de 5 kg				
12127	Carbure de silicium	7 μ	F800	180
12126	Carbure de silicium	9 μ	F600	140
12125	Carbure de silicium	17 μ	F400	119
12124	Carbure de silicium	23 μ	F360	110
12123	Carbure de silicium	37 μ	F280	90
12122	Carbure de silicium	45 μ	F240	87

* Autres abrasifs et granulométries : nous consulter.

tableau de correspondance carbure silicium

LE POLISSAGE

Blocs d'échantillons massifs, fragments d'échantillons indurés, lames minces, lames épaisses

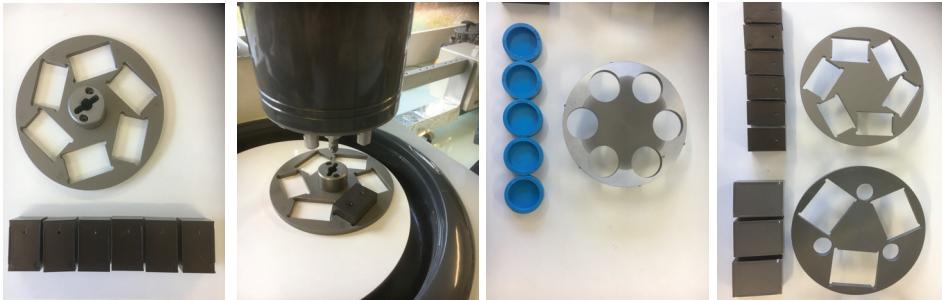
- Afin de réaliser le polissage de tous ces types d'échantillons, il faut dans un premier temps éliminer les éventuelles traces de sciage, la pellicule de résine résiduelle pour les échantillons indurés ou bien simplement obtenir une surface plane.
- Pour se faire, placer les échantillons dans les supports de la polisseuse (32) selon leur forme.
- Procéder au prépolissage à l'aide d'une grille diamantée de 75 microns dans un premier temps, puis à l'aide de papiers abrasifs de granulométrie 400 et 600 correspondant à 35 et 25 microns dans un deuxième temps (le lubrifiant étant l'eau).
- Procéder au polissage proprement dit à l'aide de drap de polissage (33) et de solutions diamantées (34) 6,3,1 et parfois $\frac{1}{4}$ de micron. Pour se faire, placer les échantillons comme précédemment sur le support à échantillons de la polisseuse (32).



(33) drap de polissage



(34) solutions diamantées



(32) support d'échantillons pour polissage



(35) programmation polisseuse

- Appliquer une pression programmée individuelle ou centrale sur chaque échantillon suivant le type de polisseuse. Démarrer la polisseuse en ayant au préalable programmé le temps de polissage, les sens de rotation du plateau et de la tête de polissage, la vitesse, les quantités de lubrifiant et de solution diamantée ainsi que sa fréquence d'écoulement (35)

- Il est conseillé d'appliquer 1DAN de pression. Effectuer des paliers de polissage de 15 minutes, à renouveler si nécessaire. Intervertir les sens de rotation du plateau et de la tête de la polisseuse, choisir 70 tr/min pour le plateau et également la tête de polissage, programmer 0,5 ml de lubrifiant et de solution diamantée toutes les 30 secondes.

- Une fois le polissage terminé, procéder au nettoyage à l'eau des échantillons, voire un passage dans une cuve à ultrasons (36) suivant le type d'analyse à réaliser.

- Si l'on doit réaliser des observations en cathodoluminescence sur les échantillons, arrêter le polissage après les 6 μ m et nettoyer avec soin les échantillons (cuve ultrasons) car les particules de diamants luminescent en jaune-vert et risquent de polluer les examens.



(36) cuve à ultrasons

GLOSSAIRE

- **Arasement** : action de découper une fine tranche d'échantillon préalablement collé sur une lame de verre.
- **Drap de polissage** : disque de tissus ou de feutre permettant de déposer des solutions diamantées et de réaliser le polissage des lames minces ou blocs.
- **Dressage** : préparation de la surface sucre pour le collage avant le polissage.
- **Enrobage** : couler de la résine autour de l'échantillon pour le maintenir ou le consolider.
- **Induration** : action de rendre solide un échantillon qui ne l'est pas naturellement à l'aide de résine additionnée de durcisseur.
- **Plots indurés** : échantillons enrobés ou imprégnés de résine sous la forme d'un cylindre de faible épaisseur (1cm).
- **Polymérisation** : réaction chimique qui se produit lors du mélange de la résine liquide au durcisseur liquide correspondant ; on obtient alors un bloc de résine solide.
- **Raviver** : action d'aiguiser les diamants incrustés dans un disque diamanté ou une lame de scie.
- **Rectifieuse** : machine permettant d'amincir une lame après arasement à l'aide d'une meule diamantée .
- **Rodeuse** : machine constituée d'un plateau en fonte rainuré sur lequel on vient déposer de l'abrasif sous forme liquide afin d'amincir l'échantillon que l'on use par rodage (polissage qui enlève beaucoup de matière).
- **Sucre** : après sciage, on obtient un parallélépipède de la taille d'un sucre.
- **Talon** : ce qui reste du sucre après arasement.



IRAMAT-CRP2A
 Centre de recherche de physique appliquée à
 l'archéologie
 Maison de l'archéologie
 université Bordeaux Montaigne
 8, esplanade des Antilles
 33607 Pessac

Contact : Brigitte Spiteri
 Tel : 05 57 12 66 88

textes : Brigitte SPITERI, IRAMAT-CRP2A
 conception : Catherine de NOTER, LabEx Sciences archéologiques de Borde
 crédits photos : Brigitte SPITERI, François-Xavier LE BOURDONNEC
 impression : Pôle production imprimée, université Bordeaux Montaigne



IRAMAT
 CRP2A



Université
 BORDEAUX
 MONTAIGNE