

Chapitre II - MÉTHODOLOGIE

Les méthodologies utilisées au cours de ce travail, résumées sur la figure 4 (p.09), sont appliquées sur deux principaux matériaux : les dents de requins fossiles et les grains de sable.

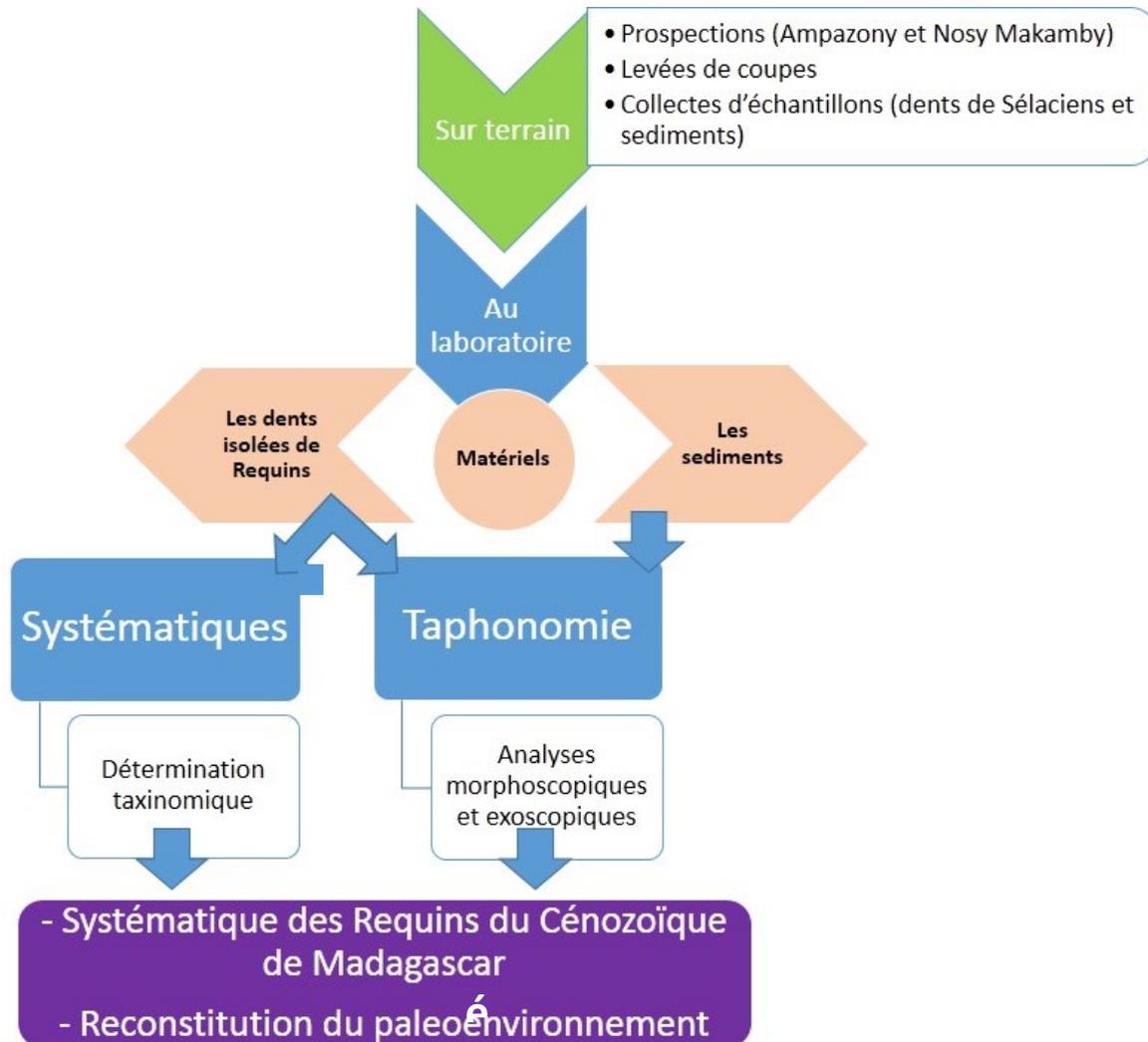


Fig. 4 - Démarches méthodologiques

1. METHODOLOGIE SUR TERRAIN

Les matériels utilisés afin de mener à bien cette étude sont de deux sortes : les dents de requins du Cénozoïque pour des études systématiques et exoscopiques, ainsi que du sable pour des études exoscopiques des grains.

Les requins du Cénozoïque ont été choisis car du point de vue systématique, les spécimens de cet âge n'ont fait l'objet que de peu d'études (Collignon & Cottreau, 1927 ; Andrianavalona et al. 2015). Pour ce faire, des spécimens provenant des Formations de l'Eocène d'Ampazony

(Fig.5, p16 et Fig.6, p18) et de Nosy Makamby (Fig.5,p16 et Fig.7, p20) ont été récoltés dans le bassin sédimentaire de Mahajanga.

Concernant l'échantillonnage de sables, la couche Mak 5a1 des Formations miocènes de Nosy Makamby a été choisie car elle a fourni la majorité des dents de requins fossiles récoltées sur l'ensemble des deux sites d'études.

a) Sites d'études

La carte de la figure 5 présente la localisation des sites d'échantillonnages : les Formations Eocènes d'Ampazony et Miocène de Nosy Makamby.

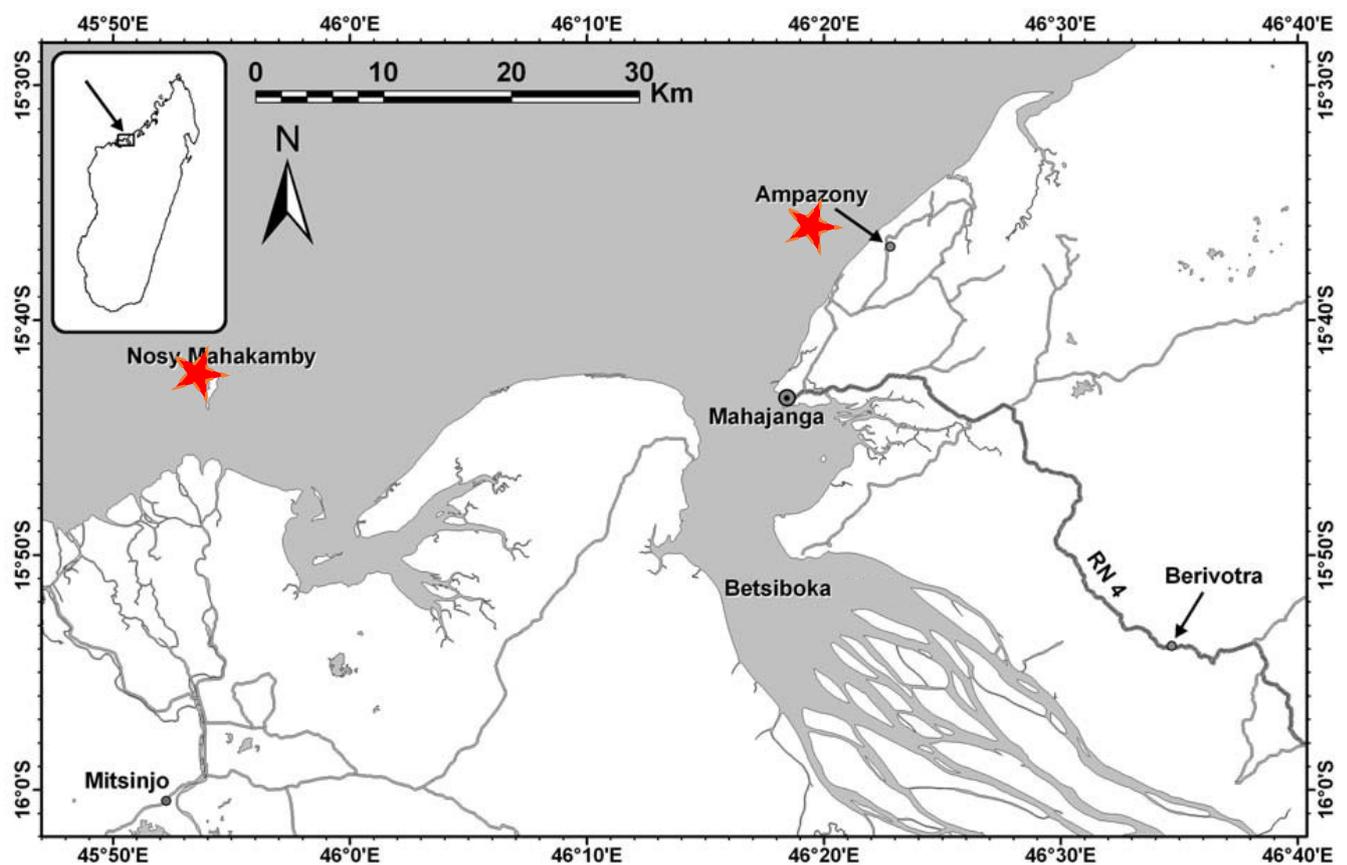


Fig. 5 - Carte de localisation des sites éocènes d'Ampazony et miocènes de Nosy Makamby (Mahajanga, Madagascar) (Samonds et al. 2009, modifié)

(1) L'Eocène d'Ampazony

A Madagascar, le passage du Crétacé à l'Eocène se fait d'une manière continue sauf dans la région de Toliary où l'Eocène inférieur est absent. L'Eocène inférieur et moyen forment une bande le long du littoral retrouvé du Sud de Madagascar jusqu'au Tsiribihina et à Maintirano. Dans le Nord-Ouest, Il est présent depuis Soalala jusqu'à Analalava et à Antsiranana (Basse, 1949). La stratigraphie de l'Eocène de Madagascar a été établie grâce aux travaux de M. Doncieux sur les Foraminifères (Besairie, 1946).

Sur la côte Nord-Ouest, les Formations Eocènes affleurent sur une bande côtière le long du littoral. Des travaux de terrain dans le bassin sédimentaire de Mahajanga depuis 2005 par l'équipe du Dr. Samonds ont permis d'explorer les affleurements de quelques sites dont ceux d'Ampazony.

Les Formations sédimentaires d'Ampazony sont cartographiées comme d'âge Pliocène par Besairie (Besairie, 1969) mais les travaux ultérieurs ont permis de lui attribuer un âge Eocène moyen (Samonds *et al.*, 2009). Ampazony est un petit village situé à environ 15 km au Nord-Est de la ville de Mahajanga, en prenant la route passant par l'Aéroport d'Amborovy.

Les Formations sédimentaires fossilifères d'Ampazony consistent en des grès argileux entrecroisés et des calcaires marneux. Parfois, ces Formations montrent des « mudcracks » qui témoignent d'une exposition à l'air libre des dépôts (Samonds *et al.*, 2009). La plupart des fossiles prélevés à Ampazony (Siréniens, Gastropodes, Bivalves, Raies,...), dont les dents de requins, proviennent de la couche de marne argileuse de couleur beige blanchâtre (**Fig. 6, p18**). La plus importante des collectes est celle d'un squelette céphalique de sirénien, le premier à être décrit pour cet âge à Madagascar : *Eotheroides lambondrano* (Samonds *et al.*, 2009)

La coupe géologique synthétique de la figure 6 (**p.12**) résume les lithologies des Formations Eocènes du secteur.

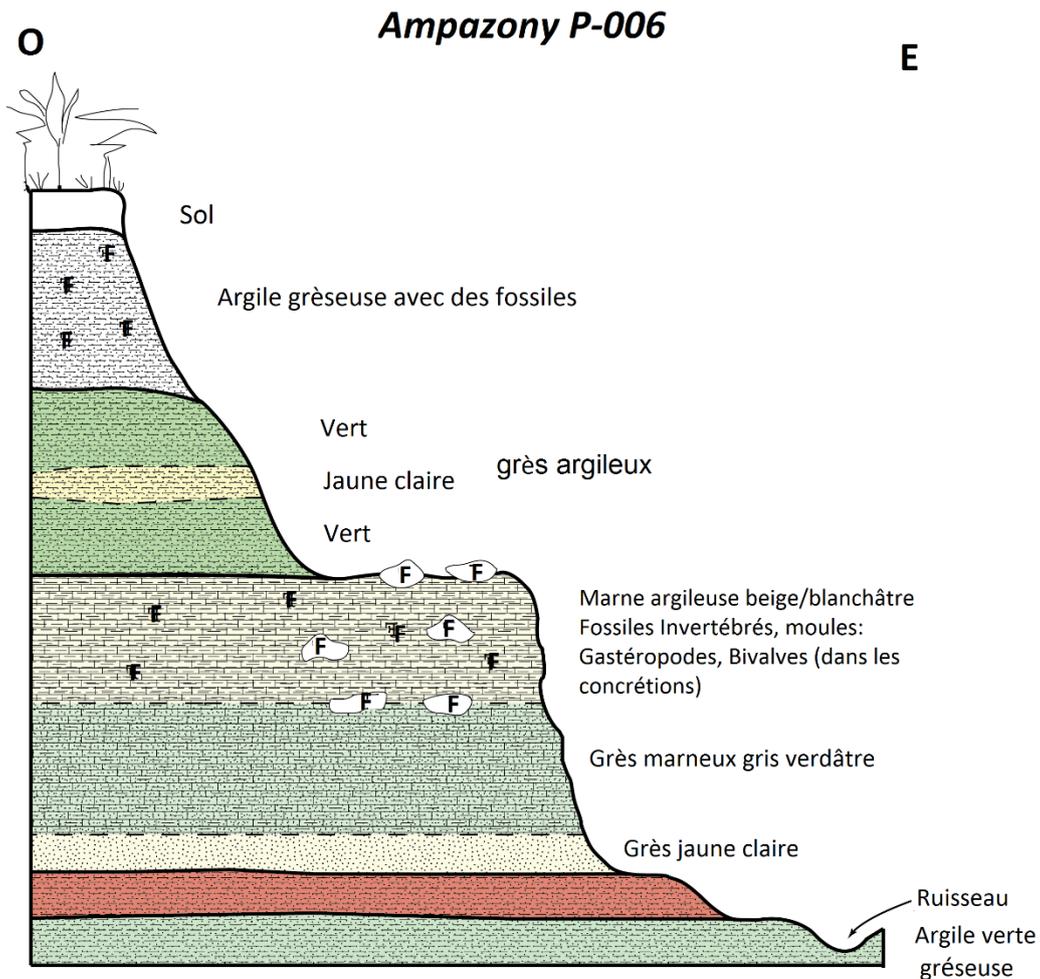


Fig. 6 - Coupe synthétique des Formations Eocènes moyens d'Ampazony (Ramihangihajason, pers. comm.)

(2) Le Miocène de Nosy Makamby

En général, les terrains miocènes forment une bande le long des côtes occidentales, tantôt visibles au-dessus des Formations Eocènes, tantôt recouvertes par les carapaces sableuses d'âge quaternaire. Dans l'Ouest et le Nord-Ouest, il existe une discontinuité de sédimentation entre les Formations Eocènes et Miocènes (Besairie, 1946). Selon Besairie, le Miocène est représenté par deux faciès classiques : le faciès calcaire gréseux de Besalampy et le faciès calcaire de Nosy Makamby. Selon les travaux de Collignon et Cottreau (Collignon & Cottreau 1927), les gisements miocènes affleurent d'Amparafaka au Cap Tanjona et Nosy Makamby (Voeltzkow, 1897 ; Samonds et *al.* 2007, Andrianavalona, 2011 ; Andrianavalona et *al.*, 2015 ; Ramihangihajason, 2011 ; Ramihangihajason et *al.* 2014).

Les autres affleurements du Miocène s'observent dans le Nord selon P. Lemoine (Besairie, 1946), et dans l'extrême Sud allant du plateau calcaire Mahafaly aux falaises du Cap Sainte-Marie.

Petite île de 1.5 km de long sur 0,5 km de large, au large de la côte Nord-Ouest de Madagascar, Nosy Makamby se situe entre 15°42'24.46'' et 15°43'16.33'' Sud et 45°53'47.04'' et 45°54'38.88'' Est. Cette petite île présente un intérêt particulier par ses importants dépôts miocènes, qui selon Besairie (1946) ainsi que Collignon et Cottreau (1927) seraient une des plus complètes successions connues de cet âge à Madagascar.

Mis à part les travaux de Voeltzkow en 1895, Waterlot et Perrier de la Bathie en 1921, Tornquist, Besairie en 1952, une description complète de la géologie de Nosy Makamby a été faite par Ramihangihajason (Ramihangihajason, 2011 ; Ramihangihajason et *al.* 2014) (**Fig.7, p.14**) et la figure 8 (**p.15**) montre une reproduction de la coupe géologique des Formations Miocènes de Nosy Makamby.

Les plus récents travaux sur Nosy Makamby ont été menés par Samonds en 2005, 2011, 2014 et 2015 et par Andrianavalona en 2013. Ces missions de reconnaissance ont révélé l'existence d'un riche assemblage faunique qui renferme des taxa datant du Miocène (Samonds et *al.* 2007, Ramihangihajason et *al.*, 2014, Andrianavalona et *al.*, 2015, Razafisambatra, 2015).

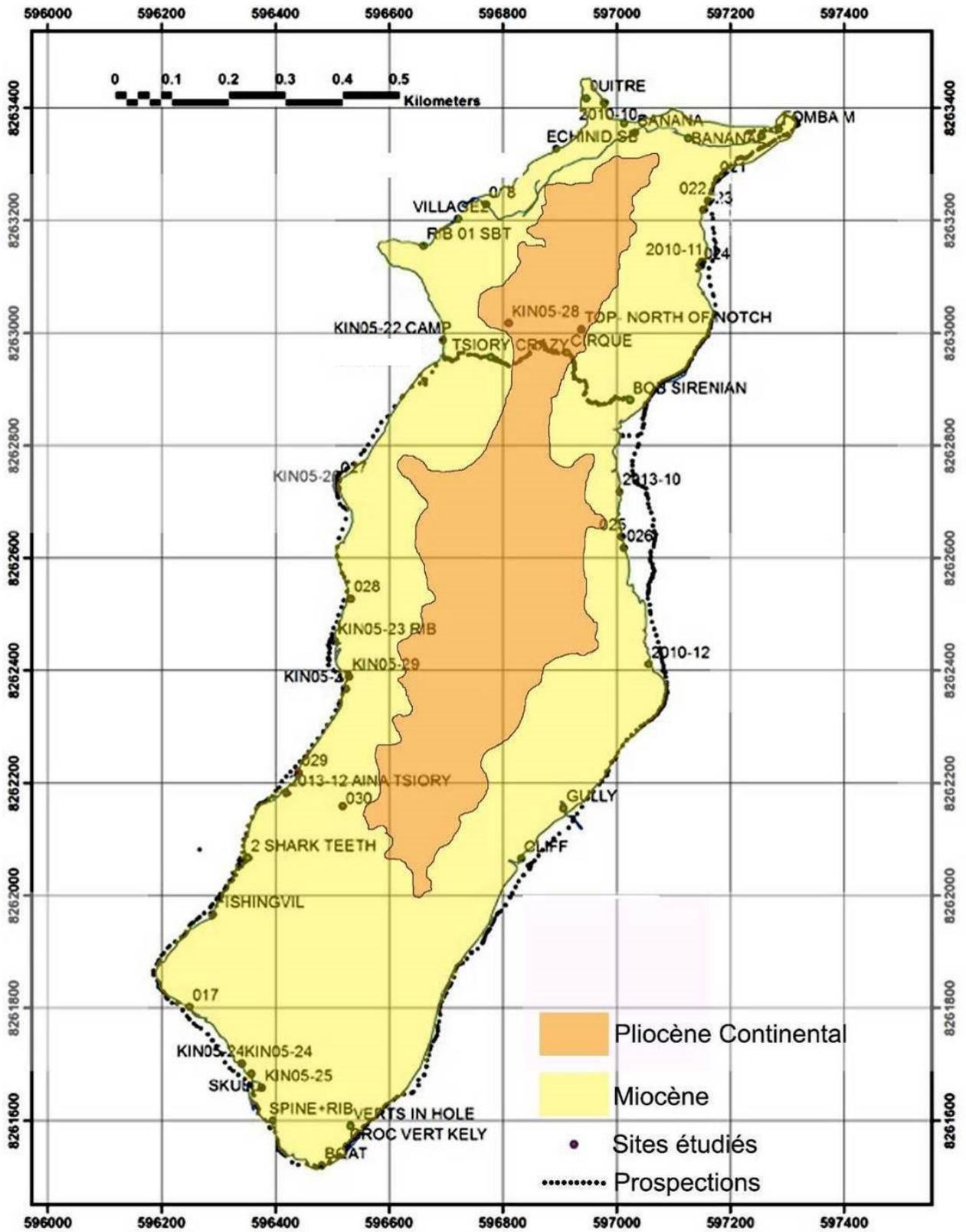


Fig. 7 - Carte géologique de Nosy Makamby

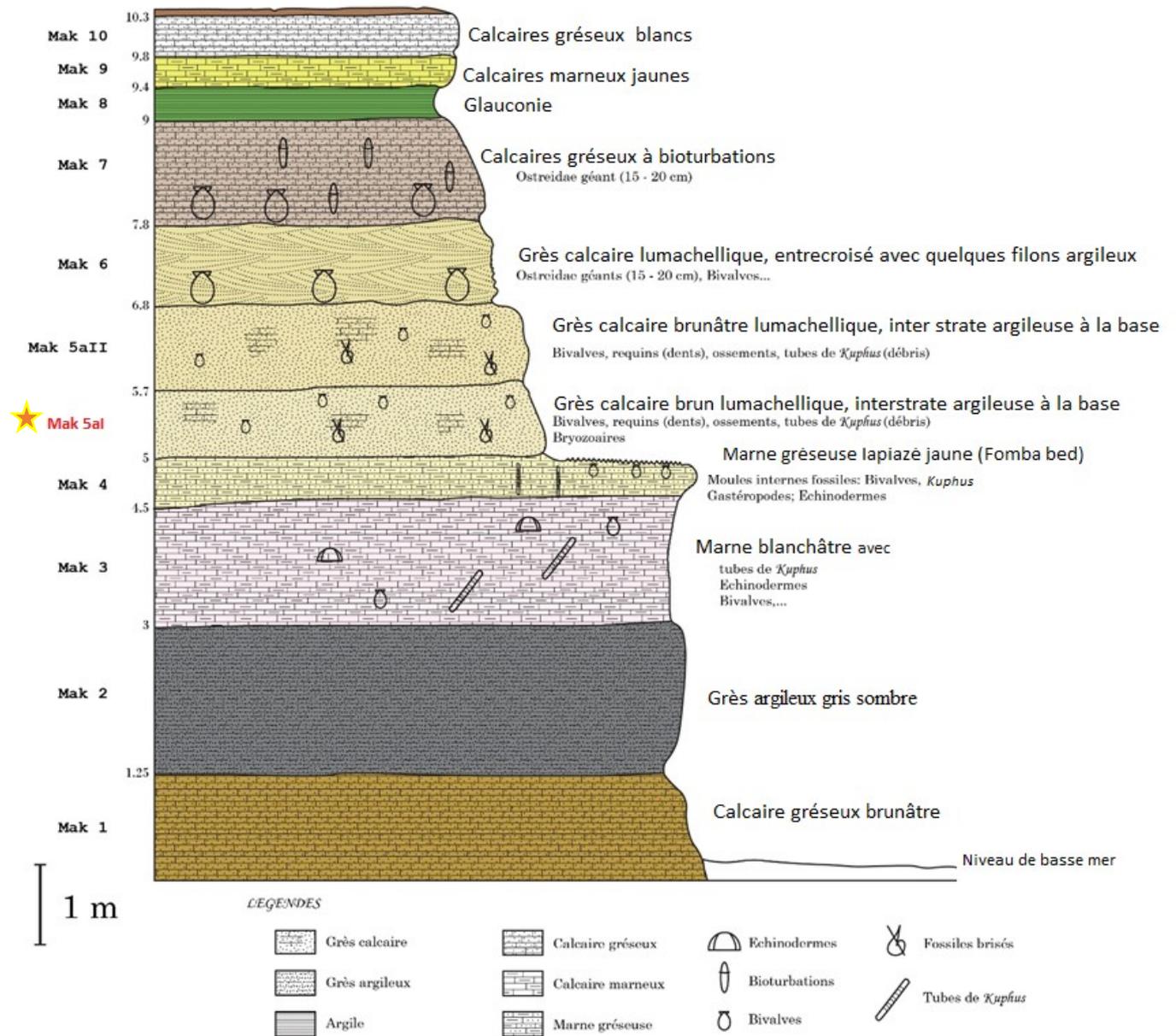


Fig. 8 - Coupe géologique de Nosy Makamby (Ramihangihajason, in prep.)

b) Echantillonnage

- La « collecte en surface » a été la principale méthode utilisée lors de la collecte des dents de requins. Celles de grande taille ont été prélevées, à même l’affleurement, à la main ou avec des piques métalliques. Il a été aussi nécessaire de faire des tamisages à sec ou sous eau courante en utilisant des tamis à maille métallique de 0,5mm d’ouverture pour retenir les dents contenues dans les sédiments.

A Ampazony, les dents ont été prélevées de la couche à marne argileuse qui a été altérée et transportée par les eaux de ruissellement. Il a été alors nécessaire de tamiser les sédiments pour en retirer les dents isolées.

Une fois prélevée, chaque dent a fait l'objet d'un catalogage au cours duquel un numéro lui est attribué. Le numéro de catalogage est composé du sigle UAP suivi de l'année de fouille et du rang de l'échantillon et son rang.

Exemple : UAP15 505 =

UA => Université d'Antananarivo

P : Paléontologie

15=> année 2015

505 => rang de l'échantillon.

- Les sédiments ont été prélevés dans la couche Mak 5a1 (**Fig.8, p21**) et mis dans des sacs d'échantillonnage en toile.

2. MÉTHODOLOGIE AU LABORATOIRE

Des définitions et applications de quelques termes sont rappelées pour la compréhension de la démarche méthodologique.

2-1 La taphonomie

La taphonomie, une discipline utilisée en Paléontologie, consiste à prêter attention aux détails qui peuvent fournir des indications sur les phénomènes post mortem jusqu'à l'affleurement du spécimen fossile.

Par définition, c'est l'étude du passage d'un organisme mort aux processus de conservation dans le monde minéral. Ces processus déterminent quelles parties ou traces de l'organisme seront conservées. L'essentiel de la taphonomie est d'étudier les facteurs de ce mécanisme.

Cette discipline a été introduite par Efremov en 1940. Les études taphonomiques analysent le transfert des matériels biologiques depuis leur mort à leur incorporation dans les dépôts sédimentaires. La « Biostratonomie » de Weigelt et la « Taphonomie » d'Efremov sont

deux termes souvent confondus car elles étudient toutes les deux les facteurs de préservation des populations jusqu'à leur état fossile ainsi que la genèse des dépôts fossilifères en général (Behrensmeyer & Phill, 1980 ; Boessenecker W. et *al.* 2014).

2-2 L'exoscopie

L'exoscopie ou micromorphologie de la surface d'un objet, se base sur l'observation et l'analyse des images à très hautes résolutions prises avec le MEB.

Le principe du MEB est à la base, un faisceau d'électrons focalisé et dévié à travers des lentilles. Ce faisceau balaie la surface de l'échantillon. L'interaction électrons -matière donne naissance, aux émissions d'électrons secondaires, d'électrons électro-diffus, d'électrons transmis, de photons lumineux et de rayons X. L'exploitation de ces émissions permet de restituer l'image morphologique de l'échantillon et d'en fournir l'analyse chimique élémentaire par l'EDS.

Grace aux détails offerts par le MEB, il est possible de scruter les microstructures qui sont enregistrées sur la surface des spécimens. Ces détails peuvent être d'une importance capitale car ils représentent l'enregistrement, à l'échelle microscopique, des événements subis par le spécimen.

L'exoscopie est surtout utilisée en sédimentologie et principalement sur les grains de quartz (Hossain et *al.*, 2014 ; Costa et *al.*, 2012 ; Mahaney 2002). Elle trouve aussi son application dans de nombreux domaines tels l'étude de la vitesse de l'air par comparaison avec des abrasions expérimentales avec du sable d'origine éolienne, la « *forensic geology* », la détermination des « micro-corrélations » avec des aires géographiques éloignées, en archéologie, etc... (Mahaney, 2002)

2-2-1 L'exoscopie des grains de sable

Observer l'aspect extérieur des grains de sable par la morphoscopie et l'exoscopie, ainsi que les inclusions conservées dans les grains par l'endoscopie, sont les principales méthodes utilisées pour retracer les événements enregistrés par ces grains. Elles ont permis de déterminer l'origine et le chemin parcouru par ces grains depuis la désagrégation de la roche mère jusqu'à leur dépôt et sédimentation.

Observer la morphologie, l'aspect et l'éclat de chaque grain provenant de sédiments d'origine détritique fait l'objet de la morphoscopie. Mais l'exoscopie consiste à examiner la

surface des grains grâce aux images de hautes précisions prises par le MEB. Elle offre l'avantage de retracer l'histoire de chaque grain en remontant étape par étape jusqu'à sa formation originelle. Elle permet aussi de déterminer le mode de transport (aqueux ou éolien) ainsi que le milieu de dépôt (éolien, fluviatile, intertidal...etc). L'examen au MEB des surfaces des grains de sable a permis l'identification de figures variées en rapport, soit avec le réseau cristallin primitif des grains, soit avec les actions corrosives propres au milieu d'altération. Les échantillons compétents et monominéraliques (ex : quartz, cherts, calcaires) sont les plus désignés pour observer les microstructures car elles y sont mieux préservées (Van Hoesen & Orndorff, 2004).

Parmi les grands noms qui se sont intéressés à cette méthode, citons Cayeux (1864) et Sorby (1880). Ils se sont intéressés à la classification des grains de quartz en fonction de leur milieu de dépôt. Cailleux en 1942 apporte plus de précisions sur les tris granulométriques en introduisant une détermination plus statistique de la morphoscopie des grains. Le Ribault a observé simultanément les usures mécaniques et chimiques présentes sur les grains de quartz sous MEB pour des résultats plus précis (Le Ribault, 1975).

Des photographies de grains de sable prises sous MEB ont été compilées en Atlas depuis 1973 par Krinsley & Doornkamp, en 1974 par Gillot, en 1977 par Le Ribault et par Mahaney en 2002. Ce dernier est l'ouvrage de référence pour les observations des textures sur la surface des grains de sable et les analyses exoscopiques faites au cours de ce travail (p.10).

Remarques :

- Le grain de quartz est le matériel idéal pour des analyses exoscopiques car il est ubiquiste (donc largement distribué dans presque tous les types d'environnement géologique) et il est relativement résistant face aux facteurs des conditions externes. De ce fait, sa surface offre un micro-archive à long terme (Mahaney, 2002). C'est pour cette raison qu'il a été choisi majoritairement lors de l'étape de sous-échantillonnage au cours de cette étude,
- La taille des grains n'influence pas le type d'impact trouvé à leur surface (Bruzzi & Prone, 2000),

- Des microstructures similaires peuvent résulter des agents géologiques différents : c'est le principe d' « *Equifinalité* » défini par Mahaney et Kalm en 2000. Néanmoins, Mahaney en 2002 propose de réviser ce principe et avance qu'il existe des microstructures qui sont exclusives pour un type d'agent (Mahaney, 2002).

2-2-2 L'exoscopie des dents de requins

La taphonomie – Biostratonomie des Formations marines sont axées surtout sur l'étude des dépôts lumachelliques (Kidwell & Bosence, 1991 ; Kidwell et *al.*, 1986) alors que peu d'attentions ont été consacrées aux informations inscrites à même les spécimens. C'est pour ceci qu'une étude exoscopique est proposée pour les dents de requins.

Les requins sont polyphiodontes et peuvent perdre leurs dents suivant différents facteurs qui ne sont pas essentiellement liés aux conditions biologiques ou physiologiques de l'animal (Welton&Farish, 1993). La plupart des dents sont perdues au cours de la capture des proies mais la majorité tombe à cause du mouvement continu de « tapis roulant » qui part de l'intérieur vers l'extérieur de la bouche des requins. Une fois arrivée à l'extrémité labiale de la bouche, la dent tombe automatiquement pour être remplacée par celle qui lui succède.

Les études taphonomiques sur les dents de requins ouvrent une nouvelle fenêtre dans la recherche d'informations et diffèrent quelques peu des anciennes méthodes purement descriptives. Les usures des dents ont intéressé plus d'un chercheur tel Argast (Argast et *al.*, 1987). Ely et Rigby se sont intéressés sur les effets du transport sur la forme des dents des Tyrannosauridés et des Crocodiles (Ely & Rigby, 1989 ; Ely, 1995). Mais c'est seulement en 2006 qu'Irmis et Elliot ont fait des expériences sur les dents de requins. Ils ont démontré que les spécimens se dégradent progressivement avec le temps et que les usures chez ces dents n'ont aucun lien avec les groupes taxonomiques auxquels elles appartiennent (Irmis & Elliot, 2006). C'est Tulu, en 2010, qui a défini une échelle de l'usure mécanique des dents en fonction du temps (Tulu, 2010).

Ainsi, la présente étude est la troisième à s'intéresser aux informations enregistrées par les dents en tant que bioblastes, et qui sont susceptibles de donner plus de précisions pour une reconstruction paléoenvironnementale.

Soulignons que la méthodologie d'approche adoptée ici consiste en une comparaison des microstructures observées sur les lithoclastes (grains de sables) et bioblastes (les dents de requins) dans le but de relever une similarité et d'avoir plus de précision dans la reconstitution de l'ancien milieu. Cette méthodologie s'inspire de celle de Mandolla & Brook (2010) qui ont comparé les microstructures observées sur les grains de quartz avec celles sur les minéraux de magnétite, et la méthodologie de Van Hoesen & Orndorff (2004) qui ont comparé les microstructures observées sur les grains de quartz avec la micromorphologie des clastes glaciaux et non glaciaux de taille plus grande.

L'étude en laboratoire est basée sur l'analyse de deux principaux matériels: les dents de sélaciens prélevées à Ampazony et dans la couche de grès lumachélique Mak 5a1 de Nosy Makamby ainsi que les grains de sable de cette même couche. Le traitement de ces échantillons diffère en fonction de la méthodologie adoptée.

2-3 Les échantillons de dents pour les études systématiques

Une fois au laboratoire, chaque dent est lavée à l'eau claire pour en extraire les particules de sédiment qui y sont encore collées. Si toutefois des restes de sédiments persistent, ils seront ramollis par immersion dans du pétrole suivie d'un brossage léger à l'aide d'une brosse à dent. Une fois propre, chaque dent est codée et répertoriée. Du vernis à ongle a été utilisé pour recouvrir les numéros inscrit afin de les protéger et pour pouvoir les enlever facilement à l'aide de dissolvant en cas de besoin.

Pour une étude systématique, toutes les caractéristiques morphologiques d'une dent devraient être facilement visibles. Ainsi, l'identification sera facile.

Afin d'enregistrer le plus d'informations possibles, chaque échantillon a été photographié sous toutes les vues (linguale, labiale, basale, apicale, profil gauche, profil droit ; cf. **Fig 9, p.21 et Fig.10 & 11, p.22**). Un appareil photo numérique de marque Nikon ayant une résolution de 14 mégapixels a été utilisé.

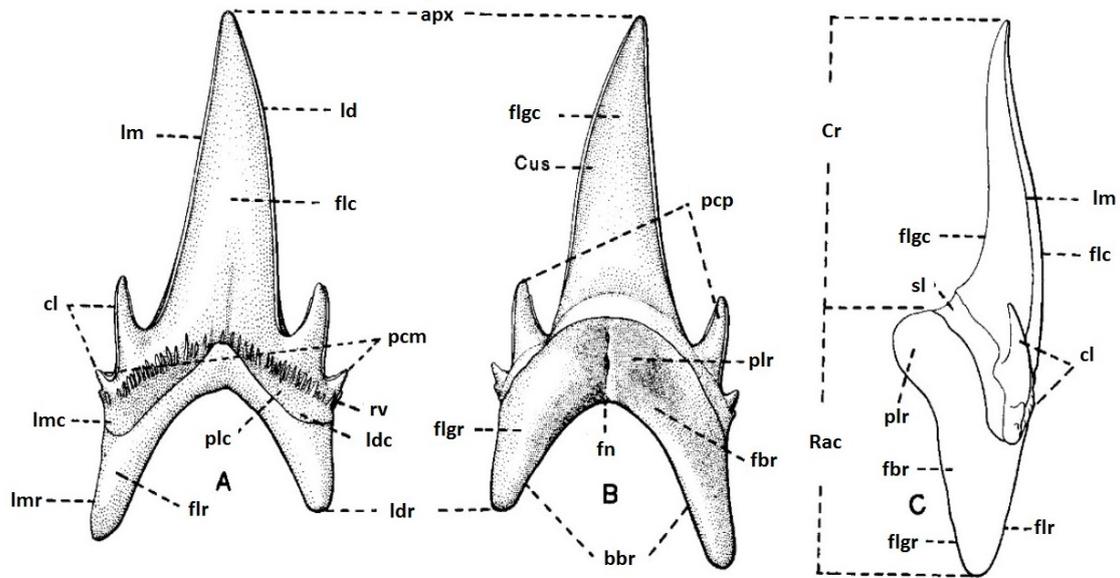


Fig. 9 - Terminologies utilisées pour la description des dents des Sélaciens: A=vue labiale, B=vue linguale, C=vue mésiale (d'après Cappetta, 2012)

apx : apex

bbr: bord basal de la racine

fbr: face basale de la racine

cr: couronne

cus: cuspid principale

ld: lame distale

ldc: langue distale de la couronne

ldr: lobe distal de la racine

plc: protubérance labiale de la couronne

flc : face labiale de la couronne

cl: cuspides latérales (denticules)

fbr: face labiale de la racine

flr: face labiale de la racine

flgc : face linguale de la couronne

flgr: face linguale de la racine

plr: protubérance linguale de la racine

lm : lame mésiale

lmc: langue mésiale de la couronne

pcm: paires de cuspides marginales

lmr: lobe mésial de la racine

sl: sillon lingual

fn: fente nourricière

pcp: paire de cuspides proximales

rac: racine

rv: rides verticales

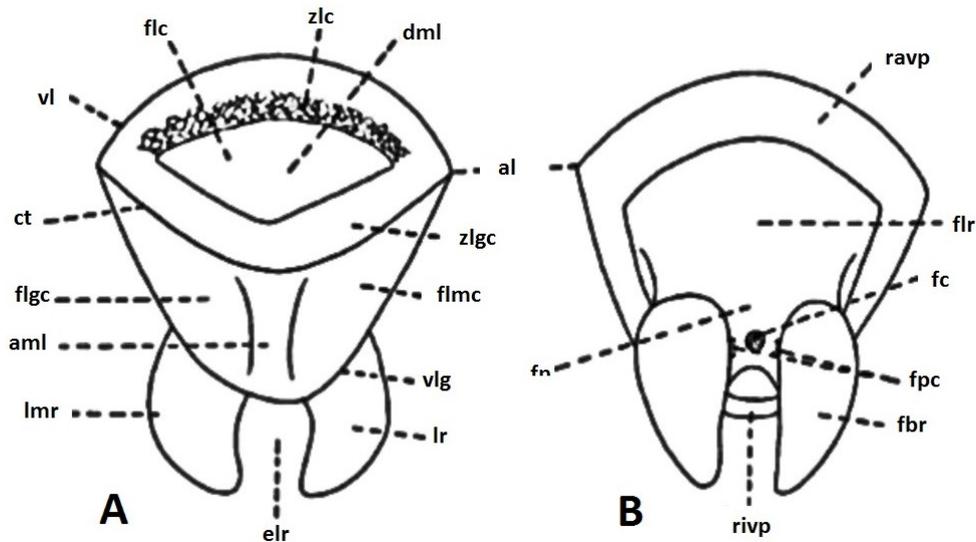
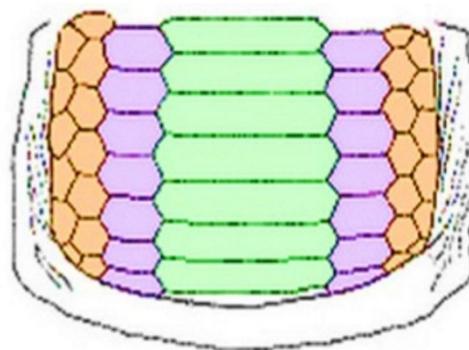


Fig. 10 - Terminologie pour les dents des batoides : A- dent en vue occlusale (linguale), B : dent en vue basale (labiale). (Cappetta, 2012, modifié)

- | | |
|--|--|
| flc : face labiale de la couronne | aml : arête medio-linguale |
| zlc : zone labiale de la couronne | flgc : face linguale de la couronne |
| dml : dépression medio-labiale | ct : crête transverse |
| al : angles latérales | vl : visière labiale |
| zlgc : zone linguale de la couronne | flr : face labial de la racine |
| flmc : face linguale marginale de la couronne | fc : foramen central |
| vlg : visière linguale | fpc : foramen paracentral |
| lr : lobes de la racine | fpr : face basale de la racine |
| elr : encoche linguale de la racine | rivp : rebord inférieur de la visière postérieure |
| lmr : lobe mésiale de la racine | fn : fente nourriçière |
| | ravp : rebord antérieur de la visière postérieure |



- Dents médianes
- Dents latérales
- Dents très latérales

Fig. 11 - Terminologie des dents des Myliobatidés (fossilfaluns2.over-blog.com, modifié)

2-4 Traitement des échantillons de grains de quartz pour exoscopie

Les manipulations faites pour l'étude exoscopique des grains de quartz suivent celles décrites par Mahaney (Mahaney, 2002).

❖ *Echantillonnage*

La couche Mak 5a1 du site 2010-10 de Nosy Makamby a été choisie pour prélever les échantillons de sédiment à analyser car c'est elle qui renferme les dents de requins qui vont servir pour les études exoscopiques.

La couche Mak 5a1 (cf. **Fig.8, p21**) épaisse de 1 m, est constituée de grès marneux contenant des débris coquillers. Elle est très fossilifère. Les restes fossiles retrouvés sont, mis à part les dents et vertèbres de requins, des débris d'ossements d'Ostéichthyens (vertèbres, épines, dents), de Crocodiles ainsi que de nombreux Invertébrés (gastéropodes, bivalves, coraux) (Ramihangihajason et al., 2014 ; Andrianaivalona et al., 2015).

Les échantillons de sédiments ont été prélevés puis trempés pendant une journée dans une solution diluée d'acide acétique à $\approx 5\%$ et additionnée de phosphate de calcium. Ils sont ensuite lavés à l'eau claire pendant au moins une heure afin d'éliminer toutes traces d'acide, puis passés sous tamis (Référence : « USA standard testing sieve ASTM 11 ») à mailles de 0,5 mm, et enfin séchés à l'air libre.

❖ *Sous-échantillonnage et prise d'image sous MEB*

Après ces traitements à l'acide, trente-deux (32) grains provenant de la couche Mak 5a1 sont prélevés sous loupe binoculaire. Selon Trewin en 1988, 30 à 40 grains sont nécessaires pour avoir des résultats fiables (Kemnitz & Lucke, 2015). Les grains sont prélevés au hasard afin d'exclure tout choix arbitraire qui pourrait influencer les résultats de l'exoscopie (Mahaney, 2002, Madhavaraju et al., 2009). Une fois prélevés, les 32 grains sont soigneusement collés sur de l'adhésif carbone-conducteur à double face et montés sur des plots (**Fig. 12, p26**). Ils sont ensuite recouverts d'un revêtement de carbone puis mis dans le MEB (Référence : JSM-5600) pour la prise d'images à haute résolution.

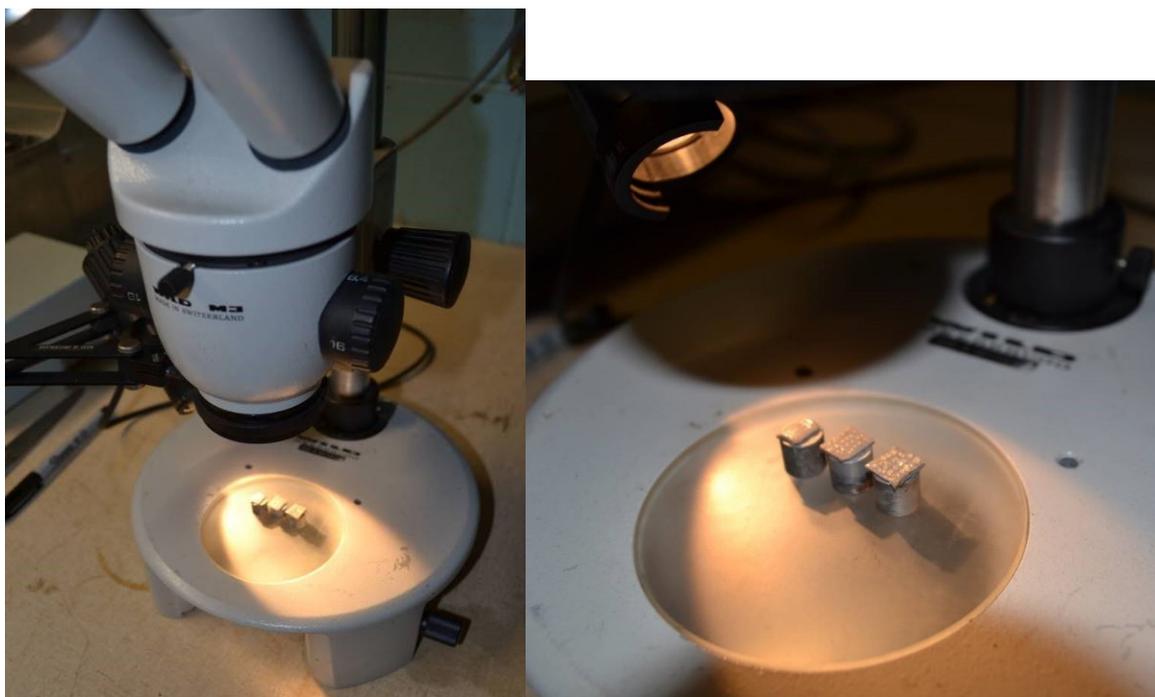


Fig. 12 - Préparation des grains de quartz avant observation sous MEB : tri sous loupe binoculaire et collage sur adhésif à double face

Chaque grain est photographié sous MEB pour voir les microstructures qui y sont imprimées. Les agrandissements utilisés vont de (x 70) à (x700).

❖ *Analyse des images*

L'étude des microstructures observées sur les grains de sable est considérée comme un moyen efficace pour l'identification de la provenance, du processus de transport et l'histoire diagénétique des sédiments d'origine détritique (Madhavaraju & al, 2009).

- La détermination des microstructures des grains de quartz de la couche Mak 5aI est faite par comparaison avec celles figurées dans plusieurs littératures et dans l'Atlas établi par Mahaney (Mahaney, 2002) ;
- Après identification, chaque microstructure de chaque grain analysé est comptée et les résultats sont résumés en histogrammes de fréquence. L'analyse de ces résultats permettra alors de retracer l'histoire de la provenance des grains ainsi que les évènements subis par chaque grain et l'ensemble de la population lors de la mise en place de la couche Mak5aI.

- Les microstructures sont alors rassemblées selon les successions logiques de leur apparition afin d'établir une chronologie des évènements et des conditions du milieu.

Exemple du processus d'identification

Pour le grain figuré ci-dessous (cf. **Fig. 13**), on peut constater que, outre le fait d'être un grain remanié, il a :

- une forme subangulaire,
- une topographie moyenne,
- des bords arrondis,
- de nombreuses dépressions polies et des cassures conchoïdales (cf. **Tab. 2, p50**) sur leur bord,
- plusieurs décollements de plaques,
- quelques particules adhérentes.

En analysant la chronologie de l'apparition des microstructures, il est prouvé que le grain a subi des chocs répétés d'où résultent les dépressions arquées et les cassures conchoïdales. Ensuite, il a été transporté d'où les arrondis sur les bords et enfin déposé d'où les particules adhérentes. Ces différents évènements marquent une évolution dans un environnement aqueux.

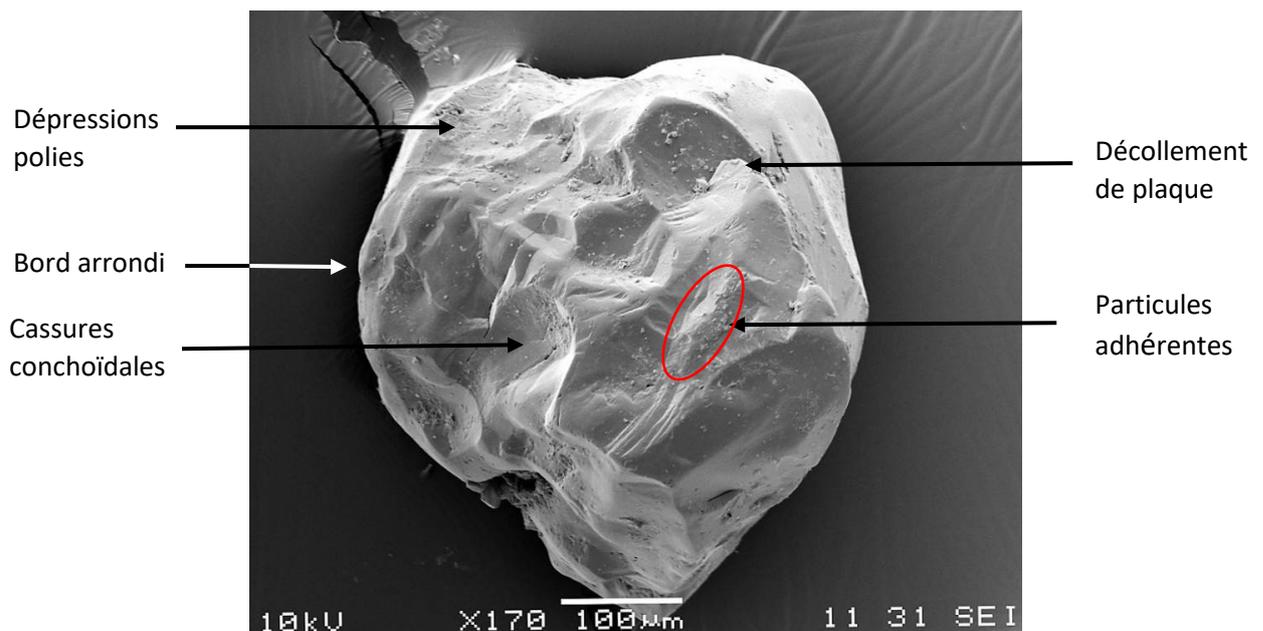


Fig. 13 - Un grain ayant subi un transport par l'eau avant dépôt et sédimentation