

Article original

# L'ambre campanien du Mas d'Azil (Ariège, France) : gisement, micro-inclusions, taphonomie

*The Campanian amber from the Mas d'Azil (Ariège, France):  
Deposit, micro-inclusions, taphonomy*

Gérard Breton <sup>a,\*</sup>, Michel Bilotte <sup>c</sup>, Gilles Eychenne <sup>d</sup>

<sup>a</sup> 6, rue des Réservoirs, 76600 Le Havre, France

<sup>b</sup> UMR CNRS 6118 géosciences, université de Rennes-I, 35042 Rennes cedex, France

<sup>c</sup> Géosciences environnement Toulouse (GET), 14, avenue E.-Belin, 31400 Toulouse, France

<sup>d</sup> Clôt del Moulinié, Hameau de Gouazé, 09290 Gabre, France

Disponible sur Internet le 23 août 2013

## Résumé

L'ambre du Mas d'Azil (Ariège, France), utilisé par les Magdaléniens de la grotte du Mas d'Azil, a été recueilli dans des niveaux argileux riches en *Cupressinoxylon* Göppert, de la formation campanienne des Grès de Labarre, vaste système deltaïque de comblement du sillon sous-pyrénéen. Les morceaux sont de petite taille et ont une morphologie comparable aux exsudat des troncs de résineux actuels. Les inclusions recensées sont les suivantes. Actinomycètes : *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp., superficiel et abondant, avec des chaînes de conidies et des aleuriospores isolées ; *Nocardioopsis* ? sp. D peu abondant ; actinomycète de type « Salignac », abondant, dont les filaments forment des vrilles, prélude à une fragmentation du mycélium généralisée. Autres bactéries : *Leptotrichites resinatus* Schmidt (Schmidt et Schäfer, 2005), peu fréquent, plus variable que dans le matériel déjà connu ; cf. *Sphaerotilus* sp. très abondant, mais distinct du matériel fossile céno-manien décrit comme *Sphaerotilus*. Eucaryotes : un filament mycélien, un groupe de spores, grains de pollen ou kystes. Inclusions inorganiques : bulles, pseudoprotistes de type B et C ?, petits cristaux transparents cubiques. Il semble que la majorité des procaryotes recensés soient des résinicoles, ayant colonisé l'exudat de résine, l'inoculation se faisant soit par contact avec le substrat, soit par dispersion anémophile de spores. Cette « voie taphonomique » semble ici plus généralisée que le piégeage.

© 2013 Elsevier Masson SAS. Tous droits réservés.

**Mots clés :** Ambre ; Micro-organismes ; Systématique ; Taphonomie ; Crétacé supérieur ; France

\* Auteur correspondant.

Adresse e-mail : [gerard-breton@orange.fr](mailto:gerard-breton@orange.fr) (G. Breton).

## Abstract

The amber of Le Mas d’Azil (Ariège, France), fashioned by the Magdalenian people of Le Mas d’Azil cave, was collected in clay levels rich in *Cupressinoxylon* Göppert, of the Campanian Labarre Sandstone Formation, which is a large deltaic set, infilling the sub-Pyrenean trough. The amber pieces are small and resemble modern resin exudates on coniferous trunks. We describe following micro-inclusions. Actinomycetes: *Cardonia stellata*, nov. gen., nov. sp., located close to the surface of amber pieces, is abundant and displays chains of conidia and isolated aleuriospore. *Nocardiopsis* ? sp. D is rare. Actinomycete “de type Salignac” is abundant. Its filaments often display a tendril shape, which seems to prelude to a mycelium fragmentation. Other bacteria: *Leptotrichites resinatus* Schmidt (Schmidt and Schäfer, 2005), poorly represented, is more variable than the already known material; cf. *Sphaerotilus* sp., very abundant, also displays differences with the Cenomanian “*Sphaerotilus* sp.”. Eukaryotes: one fungal filament, and a group of spores, pollens or cysts. Inorganic inclusions: gas bubbles, pseudo-protists of B and C? types, and tiny, transparent, cubic crystals. It seems that most of the quoted prokaryotes were resinicolous organisms, able to settle on the surface of the exudate, and grow in the resin, after inoculation either by a contact with the substrate, or by an anemophilic dispersion of spores. This “taphonomic way” seems here to be more general than trapping. © 2013 Elsevier Masson SAS. All rights reserved.

**Keywords:** Amber; Microorganisms; Systematics; Taphonomy; Upper Cretaceous; France

## 1. Introduction

Au cours de fouilles qu’ils effectuent dans la grotte préhistorique du Mas d’Azil, Péquart et Péquart (1960, 1961, 1962, 1963) mettent au jour dans des niveaux datés du Magdalénien, parmi un abondant matériel lithique et osseux, des « perles d’ambre, de lignite et de jayet » (Péquart & Péquart, 1962 : p. 220, 221, fig. 138:13, planche 16 : 36, 41, 47, 50, 53, 54, 57) aujourd’hui conservées au Musée de la Préhistoire du Mas d’Azil (Ariège). L’un de nous (G.E.), alors qu’il était assistant au Musée de la Préhistoire du Mas d’Azil, et qu’il prospectait activement les gisements paléontologiques régionaux dans le cadre des activités de la Société paléontologique du Plantaurel, rechercha l’origine possible de cet ambre et de ce jayet utilisés par les magdaléniens, en faisant l’hypothèse d’une origine géographique proche de la grotte du Mas d’Azil. Il trouva, dans la formation campanienne des Grès de Labarre, des niveaux d’argile noire riches en restes végétaux, fusain, jayet et ambre, affleurant sur la route de Gabre (gisements S41 et S39 de la Société paléontologique du Plantaurel), situés à 2,2 km de la grotte à vol d’oiseau, 3 à 3,5 km par la vallée. C’est ce gisement, l’ambre qu’il contient et les micro-inclusions de cet ambre qui sont décrits ici.

## 2. Cadre géographique et géologique

Au sud-est de Toulouse, les chaînons sous-pyrénéens du Plantaurel et des Petites Pyrénées correspondent aux plis les plus externes du domaine nord-pyrénéen. Constitués d’un enchaînement de synclinaux et anticlinaux disposés en relais, ils amènent à l’affleurement, dans l’axe des structures anticlinales, les derniers dépôts du Crétacé supérieur alors que ceux du Paléocène–Éocène anté- à syn-orogénique, s’observent dans les structures synclinales associées.

À l’est du Mas d’Azil, l’un de ces plis, l’anticlinal du Mas d’Azil, est armé par la formation terrigène des Grès de Labarre. Cette unité lithologique dans laquelle les sédiments terrigènes sont quasi-exclusifs correspond aux dépôts d’un vaste système deltaïque qui s’est mis en place au Campanien et qui, par progradations successives et continues, a, d’est en ouest, des Corbières

(Grès d'Alet) aux Petites Pyrénées (Calcaire nankin), comblé le sillon sous-pyrénéen, repoussant ainsi les dépôts marins en direction de l'ouest et conduisant à l'émersion les régions orientales. La durée de ce comblement s'est étagée sur près de 20 Ma, de –85 Ma à l'est de la vallée de l'Aude (Grès d'Alet) à –65 Ma au niveau de la vallée de la Garonne (faciès garummiens). Ce mode de comblement se caractérise par le diachronisme des dépôts, plus anciens à l'est qu'à l'ouest. Ce diachronisme est surtout bien enregistré à l'interface entre dépôts marins et deltaïques (Martinet et al., 1990 ; Bilotte et al., 1999). Au sein même des séries terrigènes les datations sont difficiles en l'absence de marqueurs chronologiques fiables et les rares attributions sont proposées à partir d'études palynologiques. Ainsi, dans la région du Mas d'Azil, ces argiles riches en matière organique d'origine végétale ont été analysées (Legoux, 1979 ; Bilotte, 1985) et les données sont les suivantes. La matière organique est constituée essentiellement de matière ligneuse claire. Les débris végétaux (cuticules, épidermes) représentent environ 15 % du résidu organique. La microflore est entièrement d'origine continentale et constituée de : *Tricolpopollenites* sp. [SP. 474], *Inaperturopollenites* aff. *emmaensis* [SP. 2304], *Inaperturopollenites* sp. [SP. 2303], *Ephedrepites* sp. Selon Legoux (1979), cette association peut-être attribuée « avec une certaine probabilité » à la zone 21 de la zonation palynologique du Crétacé supérieur d'Aquitaine Est (zonation SNEAP) qui caractérise le Campanien supérieur. Ce sont ces mêmes argiles qui livrent du jayet et de l'ambre.

### 3. Le gisement

Les Grés de Labarre affleurent sur plusieurs centaines de mètres le long de la route du Mas d'Azil à Gabre. Ils sont constitués d'une alternance de niveaux lenticulaires de grès et d'argiles sombres. La coupe (43° 04' 40" N ; 1° 23' 06" E ; z = 309 m, Fig. 1) a été levée le 22.09.1999 par G.B., G.E. et Rémi Cousin. Elle a été contrôlée, et les échantillons étudiés ici ont été prélevés les 03 et 04.06.2011 par les auteurs et Daniel Vizcaïno. La coupe montre, de bas en haut (Fig. 1) :

Niveau 1 – (visible sur 2 m) : grès fin lité à chenaux.

Niveau 2 – (0,2 m) : argile sableuse noir à enduits de copiapite.

Niveau 3 – (0,8 m) : grès fin lité.

Niveau 4 – (0,1 m) : argile sableuse noire.

Niveau 5 – (0,1 m) : grès fin.

Niveau 6 – (0,1 m) : argile sableuse noire contenant un peu d'ambre.

Niveau 7 – (0,5 m) : grès argileux rouillé.

Niveau 8 – (1,8 m) : argile sableuse noire avec concrétions ferrugineuses C contenant du gypse, et un lit (1,2 m au-dessus du bas de la couche) très riche en fragments végétaux (B in Fig. 1) (fusains fragiles, jayet), riche en ambre (A in Fig. 1). Mélantérite et copiapite (\* in Fig. 1) à la surface d'affleurement de ce niveau 8, gypse en rosettes dans toute l'épaisseur.

\_\_\_\_\_ surface de ravinement \_\_\_\_\_

Niveau 9 – (0,8 m) : lits irréguliers, obliques de grès plus grossiers, avec jayet, et, intercalés, des lits fins argileux à copiapite.

Niveau 10 – (visible sur 5,2 m) : grès massifs, plus grossiers.

Le pendage est de 45° NNW.

Les niveaux argileux sont protégés des eaux d'infiltration et de ruissellement par les niveaux gréseux. En particulier, les niveaux 9 et 10 forment une sorte d'abri sous roche au-dessus du niveau d'argile. Une paragenèse inhabituelle a donc pu se former à partir des sédiments riches en pyrite, en particulier du niveau 8.

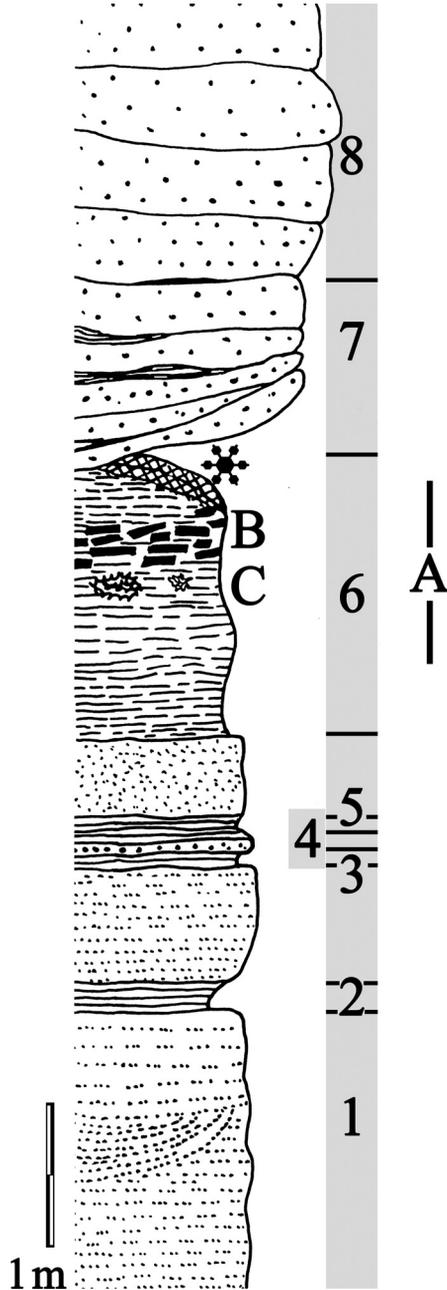


Fig. 1. Coupe lithostratigraphique du gisement à ambre des Grès de Labarre (Campanien). Le Mas d'Azil, Ariège, France. 1–10. Voir texte. A. Extension verticale des niveaux les plus riches en ambre. B. Bois. C. Concrétions ferrugineuses à gypse. Astérisque et croisillons : croûte à mélanterite et copiapite. Échelle : 1 m.

*Lithostratigraphic log of the amber-bearing deposit, Labarre Sandstone Formation, Campanian, Le Mas d'Azil, Ariège, France. 1–10. See text. A. Vertical extension of the amber-rich level. B. Wood. C. Ferruginous concretions with gypsum. Asterisk and cross-hatching: melanterite and copiapite crust. Scale bar: 1 m.*

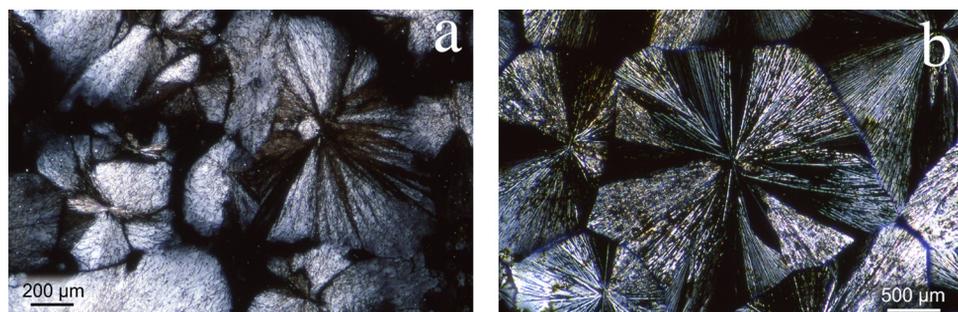


Fig. 2. a : évaporat d'une solution aqueuse diluée de mélanterite, au microscope, LP2. Échelle 200  $\mu\text{m}$ ; b: évaporat d'une solution aqueuse diluée de  $\text{FeSO}_4$ , au microscope, LP2. Échelle 500  $\mu\text{m}$

a: evaporate of a dilute aqueous solution of melanterite, under the microscope (polarized light). Scale bar 200  $\mu\text{m}$ ; b: evaporate of a dilute aqueous solution of  $\text{FeSO}_4$ , under the microscope (polarized light). Scale bar 500  $\mu\text{m}$ .

La **mélanterite** se trouve sous la forme d'efflorescences ou de croûtes blanches formées d'un agrégat friable de cristaux mal individualisés mesurant 50 à 300  $\mu\text{m}$ . Elle existe sous une forme plus massive, vraisemblablement issue d'une recristallisation consécutive à un épisode plus humide. Dans cette forme plus massive, des cristaux plus jaunes traduisent un début d'oxydation en copiapite (Lacroix, 1910, p. 249). Outre la situation dans le gisement riche en pyrite, le faciès, la solubilité dans l'eau, la « saveur métallique et styptique [= astringente] » (Lacroix, 1910, p. 223), notre minéral a été formellement identifié ainsi. Un évaporat d'une solution aqueuse peu concentrée de ce minéral, sur une lame de verre, a été comparé à un évaporat d'une solution aqueuse (même concentration approximative) de sulfate ferreux chimique. Entre nicols croisés, l'identité est évidente (Fig. 2 et 3). Cette mélanterite provient de l'oxydation de la pyrite. Lacroix (1910, p. 223) souligne : « Cette transformation a une grande importance dans la nature car elle se produit en grand, partout où la pyrite s'oxyde par suite de sa décomposition à l'air libre [...] : elle donne ainsi naissance à la fois à de la mélanterite et à de l'acide sulfurique ». Cet acide sulfurique se combine aux ions calcium présents dans le gisement et donne naissance à du gypse (voir ci-dessous).

La **copiapite** microcristalline forme des croûtes jaune pâle, parfois orangées, en surface du sédiment, dans les parties sèches de l'abri sous roche. « La copiapite est l'un des minéraux les plus fréquents, parmi ceux qui résultent de l'oxydation de la mélanterite, produite elle-même par décomposition de la pyrite » (Lacroix, 1910, p. 249). Dans un premier temps, ces croûtes microcristallines jaune soufre avaient été confondues avec du soufre. Il aurait été nécessaire de faire appel à un processus biogénique, faisant intervenir des bactéries sulfuro-oxydantes, la formation chimique de soufre à partir d'un sulfure stable semblant hautement improbable. Le faciès, la solubilité dans l'eau, les propriétés de ce minéral par ailleurs incombustible ont orienté vers la copiapite. On trouvera ce minéral, dispersé, en mélange dans les croûtes de mélanterite, jusqu'à des croûtes composées majoritairement ou uniquement de copiapite : les cristaux, mal individualisés, mesurent 50 à 200  $\mu\text{m}$ . La copiapite forme également des enduits jaune pâle, mats, cryptocristallins, dans le plan de sédimentation de l'argile des niveaux 2, 4, 6 et 8, à la surface des morceaux d'ambre, de fusain ou de jayet, ou associés à des rosettes de gypse.

Le **gypse**, assez abondant, forme fréquemment des rosettes de 1 à 2 mm au sein de l'argile. Certaines surfaces de sédimentation sont tapissées de telles rosettes. Quelques nodules centimétriques d'une matière friable, de couleur caramel, ont été recueillis, en particulier dans le niveau 8. Ils sont constitués d'un mélange d'oxydes de fer plus ou moins hydratés et d'un peu de gypse.

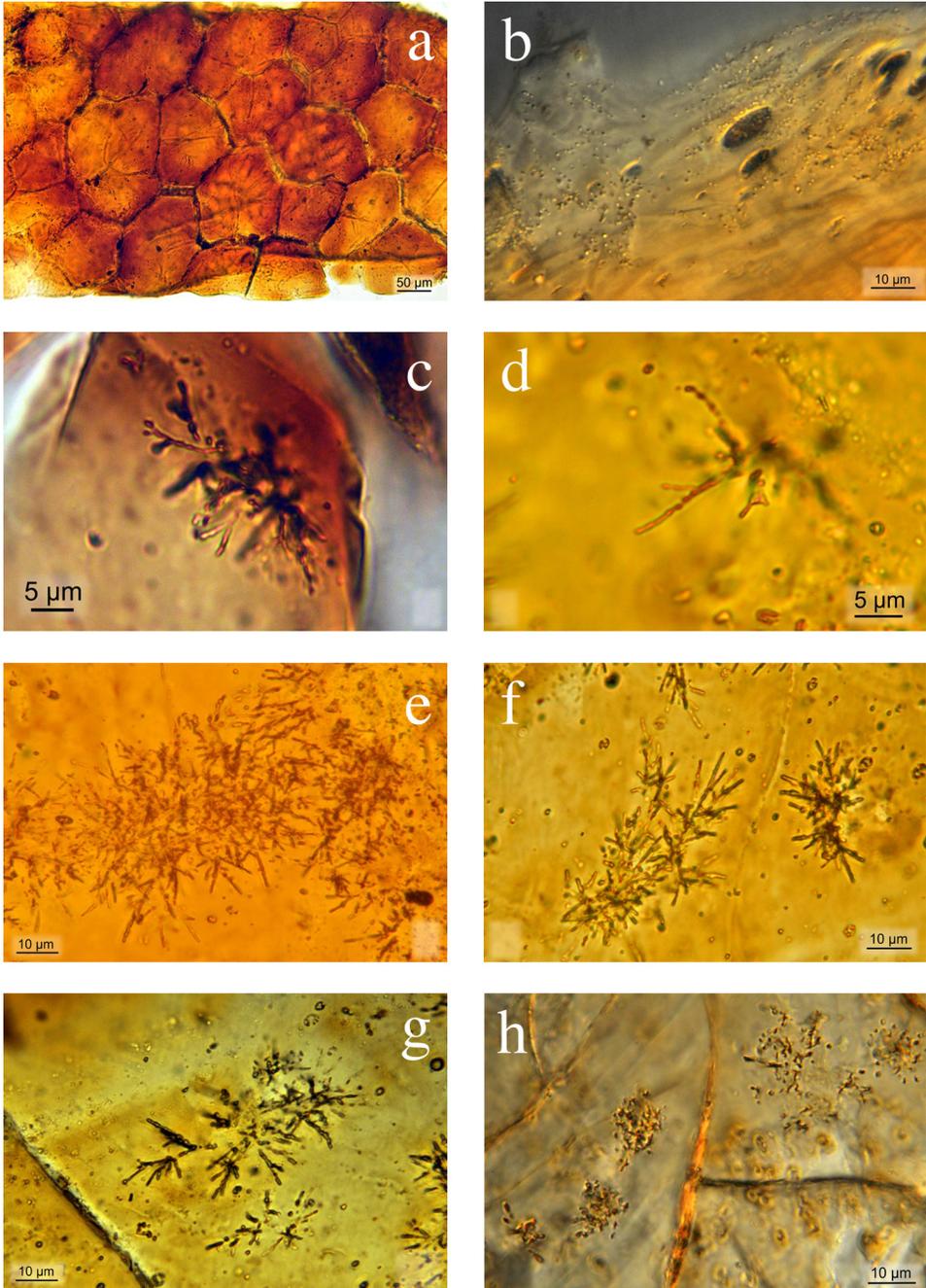


Fig. 3. a: fissuration superficielle. MA2: 186 × 515. CIFN. Échelle: 5  $\mu$ m; b: cocci et pseudoprotistes. MA6: 140 × 497. CIFN. ZS. Échelle: 10  $\mu$ m; c: *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp. Holotype. MA8: 136 × 450. FC. Échelle: 5  $\mu$ m; d: *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp. Conidies. MA12: 162 × 497. FC. Échelle: 5  $\mu$ m; e: *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp. Vue d'ensemble d'une colonie. MA12: 163 × 501. FC. Échelle: 10  $\mu$ m; f: *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp. Colonies avec conidies et aleuriospores. MA12: 163 × 490. FC. ZS. Échelle: 10  $\mu$ m; g: *Cardonia stellata* nov. gen.,

Les niveaux argileux, et, à un degré moindre, les niveaux gréseux contiennent d'abondants restes végétaux. La préservation des bois est variable, du fusain au jayet. Marc Philippe (*in litt.*) a pu examiner et identifier les fusains recueillis dans les niveaux 6 et 8. Ces bois se rangent tous dans le genre *Cupressinoxylon* Göppert, (familles des Cupressaceae ou Taxodiaceae).

Enfin, le lavage d'une trentaine de kg du sédiment du niveau 8 a permis de recueillir environ 30 g d'ambre.

## 4. L'ambre

### 4.1. Dimensions

Bien qu'un certain nombre de morceaux d'ambre se soient trouvés cassés pendant le prélèvement du sédiment ou pendant le lavage, il semble que les morceaux d'ambre restent de taille modérée. La plus grande dimension du plus gros morceau recueilli est 17 mm ; la plupart des nodules mesurent quelques millimètres.

### 4.2. Morphologie

La morphologie de tous les fragments d'ambre recueillis est celle de coulures, gouttes ou stalactites. Elle est très comparable aux exsudats de résines actuelles de viscosité moyenne que l'on observe sur les troncs de résineux (*Pinus* spp., *Cryptomeria japonica* D. Don, 1841, Cupressaceae), tout en restant d'un volume plus modeste. Une face de la coulure a souvent « moulé » le substrat, et la coulure est alors irrégulièrement convexe sur la face libre, et forme un ou plusieurs sillons moulant le substrat sur la face opposée. Un morceau montre le moulage de sortes d'aiguilles allongées, un autre celui d'une aiguille (?), mais le plus souvent, la partie en contact avec le substrat est lisse ou bien au contraire très irrégulière. Quelques « larmes » ou « stalactites » n'étaient pas en contact avec le substrat. Un fendillement régulier, à maille hexagonale de 100 à 500  $\mu\text{m}$  affecte fréquemment la face externe des morceaux, identique à celui observé sur certains exsudats actuels ; il se forme lors du séchage de la résine (MA2 : 186  $\times$  515, Fig. 4). De rares morceaux montrent un réseau de fissures à maille plus ample, plus ou moins quadrangulaires, et de 2 ou 3 ordres. Ce réseau a été observé sur une face concave, appliquée sur le substrat, ce qui indique une fissuration tardive, postérieure au décollement de son substrat d'une résine déjà durcie. Des trous à la surface de plusieurs morceaux d'ambre, interprétés au départ comme des perforations, se sont avérées être des bulles ayant atteint la surface d'une résine visqueuse ; comme les bulles complètement emprisonnées dans l'ambre, elles sont emplies d'un minéral blanc.

---

nov. sp. Colonies avec conidies et aleuriospores. MA12 : 1182  $\times$  495. LP2. ZS. Échelle : 10  $\mu\text{m}$  ; h : *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp. Colonies avec abrasion de la partie proximale du thalle et aspect trompeur de fragmentation du mycélium. MA9 : 216  $\times$  456. CIFN. Échelle : 10  $\mu\text{m}$ .

a: superficial fissuration. MA2: 186  $\times$  515. CIFN. Scale bar: 5  $\mu\text{m}$ ; b: cocci and pseudo-protists. MA6: 140  $\times$  497. CIFN. ZS. Scale bar: 10  $\mu\text{m}$ ; c: *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp. Holotype. MA8: 136  $\times$  450. FC. Scale bar: 5  $\mu\text{m}$ ; d: *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp. Conidies. MA12: 162  $\times$  497. FC. Scale bar: 5  $\mu\text{m}$ ; e: *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp. Overall view of a colony. MA12: 163  $\times$  501. FC. Scale bar: 10  $\mu\text{m}$ ; f: *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp. Colonies with conidies and aleuriospores. MA12: 163  $\times$  490. FC. ZS. Scale bar: 10  $\mu\text{m}$ ; g: *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp. Colonies with conidies and aleuriospores. MA12: 1182  $\times$  495. LP2. ZS. Scale bar: 10  $\mu\text{m}$ ; h: *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp. Colonies with abrasion of the proximal part of the thallus et misleading appearance of mycelium fragmentation. MA9: 216  $\times$  456. CIFN. Scale bar: 10  $\mu\text{m}$ .

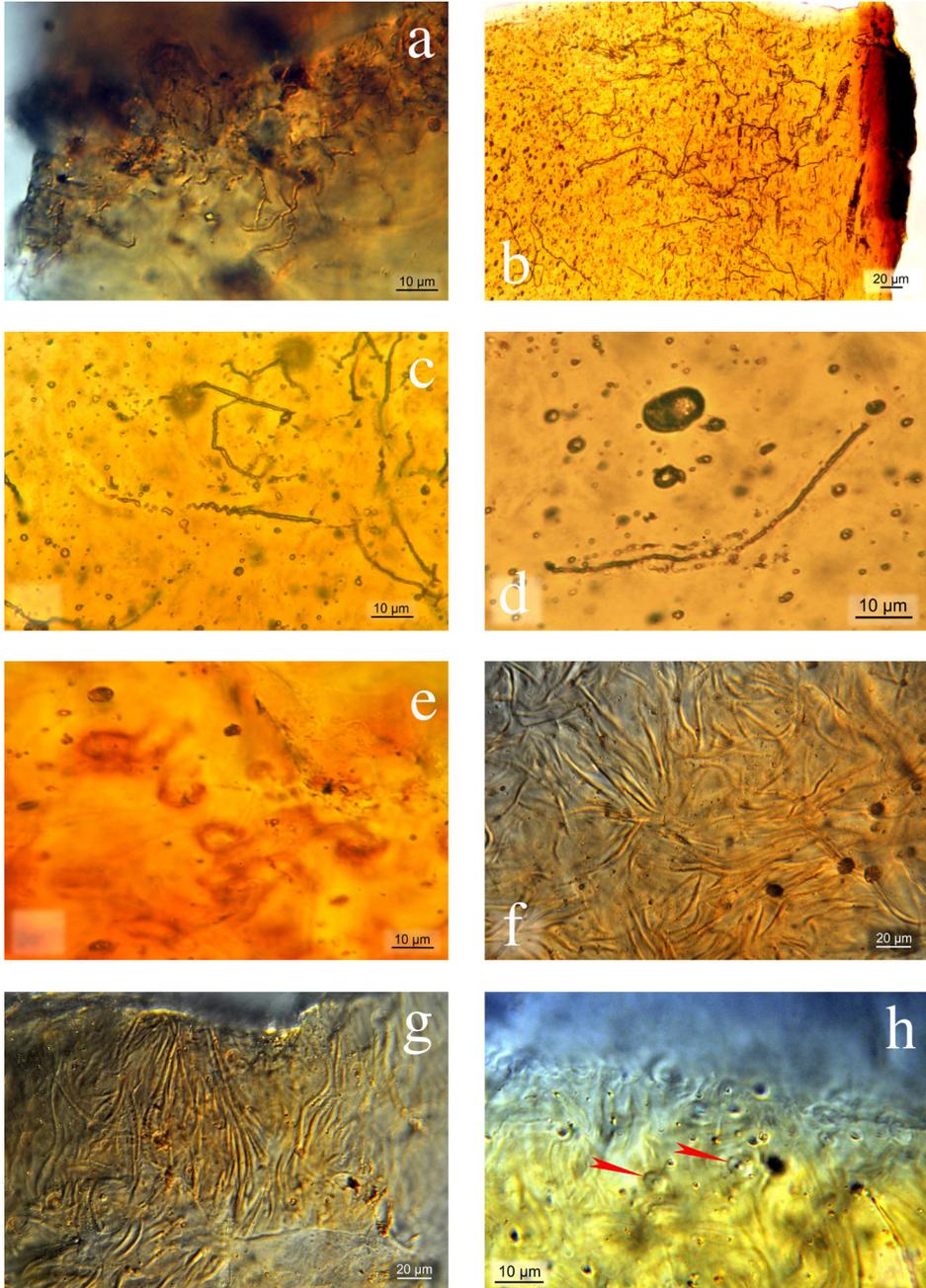


Fig. 4. a: *Nocardioopsis?* sp. D. MA11: 230 × 475. CIFN. Échelle: 10 µm; b: actinomycète de type Salignac. MA6: 193 × 425. FC. ZS. Échelle: 1 µm; c: Actinomycète de type Salignac, formation d'une vrille et fragmentation du thalle. MA2: 243 × 507. FC. ZS. Échelle: 10 µm; d: *Leptotrichites resinatus* Schmidt in Schmidt & Schäfer, 2005. MA7: 268 × 547. FC. Échelle: 10 µm; e: *Leptotrichites resinatus* Schmidt in Schmidt & Schäfer, 2005. Gains de couleur rouille, coupes transversales et obliques. MA7: 249 × 476. CIFN. Échelle: 10 µm; f: cf. *Sphaerotilus* sp. Vue de surface. MA11: 211 × 479. CIFN. Échelle: 20 µm; g: cf. *Sphaerotilus* sp. Vue perpendiculaire à la surface. MA11: 211 × 479.

#### 4.3. Couleur et structure interne des coulées

L'ambre le plus clair est jaune, hyalin, et forme des stalactites ou des gouttes à surface lisse. C'est le type de loin le moins abondant. Les autres morceaux sont miel à bruns, plus ou moins foncés, plus ou moins limpides, et forment soit des larmes ou stalactites à surface finement fendillée ou lisse, soit des coulées appliquées sur le substrat. La structure interne des morceaux est homogène, ou bien concentrique, ou encore marbrée, soulignée par les différences de transparence ou de coloration. Les morceaux les plus foncés sont presque noirs. C'est peut-être ce qui explique l'utilisation, par les Magdaléniens, dans une même parure, d'ambre et de jayet (au demeurant très vraisemblablement recueillis dans le même gisement. . .) : il y a toutes les transitions de colorations entre l'ambre miel ou brun clair et le jayet noir. Haüy (1801, p. 325) ne donne-t-il pas, dans la liste de synonymes de « jayet » « Succin noir de quelques auteurs ».

#### 4.4. Propriétés au microscope

Lacroix (1910, rééd. 1977, p. 638) signale que les ambres sont « normalement monoréfringents, mais présent[ent] souvent des phénomènes de biréfringence par trempe ». La plupart des esquilles examinées polarisent en gris ou en jaune. La structure, cryptocristalline, est fibreuse. L'extinction est oblique, onduleuse. On note parfois deux orientations d'extinction à environ 60° l'une de l'autre (par exemple N40 – N164 : MA9). La structure fibreuse est perceptible aussi bien sur les esquilles radiales que sur les esquilles tangentielles. L'orientation des fibres n'est gouvernée ni par la direction du flux de la résine, ni par la direction des micro-organismes filamenteux, ni par l'orientation par rapport à la surface. Dans quelques esquilles, la couche périphérique (sur 60 à 150 µm) s'illumine plus intensément que les couches profondes, par exemple en jaune clair alors que les couches profondes sont grises, à épaisseur constante bien sûr (MA6 : 147 × 508, MA11) ; la couche périphérique de MA10, sur 60 à 150 µm d'épaisseur, polarise en gris tandis que les couches plus profondes sont presque éteintes. Les couches périphériques qui polarisent ainsi de manière différenciée ne montrent pas de structure fibreuse. On rencontre rarement, des ambres qui polarisent très faiblement (MA3, 4, 10). Enfin, une goutte d'ambre jaune hyalin ne semble pas avoir de structure fibreuse : elle polarise en grandes plages grises aux contours estompés dont l'extinction, à l'instar de certains quartz, est roulante. Parfois des bulles ont localement perturbé l'orientation des fibres et permettent d'observer de spectaculaires croix noires (MA1 : 213 × 500).

### 5. Matériel et méthodes d'étude des micro-inclusions

De très fines esquilles, si possible tangentielles ou perpendiculaires à la surface sont détachées à l'aide d'un bistouri ophtalmologique et montées dans le Baume du Canada, entre lame

---

CIFN. Échelle : 20 µm ; h : cf. *Sphaerotilus* sp. Filaments en coupe transversale (flèches). MA7 : 267 × 454. CIFN. Échelle : 10 µm.

a: *Nocardiosis?* sp. D. MA11: 230 × 475. CIFN. Scale bar: 10 µm; b: actinomycete of Salignac type. MA6: 193 × 425. FC. ZS. Scale bar: 10 µm; c: Actinomycete of Salignac type, formation of a tendril and thallus fragmentation. MA2: 243 × 507. FC. ZS. Scale bar: 10 µm; d: *Leptotrichites resinatus* Schmidt in Schmidt & Schäfer, 2005. MA7: 268 × 547. FC. Scale bar: 10 µm; e: *Leptotrichites resinatus* Schmidt in Schmidt & Schäfer, 2005. Rust-coloured sheaths, transversal and oblique sections. MA7: 249 × 476. CIFN. Scale bar: 10 µm; f: cf. *Sphaerotilus* sp. Surface view. MA11: 211 × 479. CIFN. Scale bar: 20 µm; g: cf. *Sphaerotilus* sp. View perpendicular to the surface. MA11: 211 × 479. CIFN. Scale bar: 20 µm; h: cf. *Sphaerotilus* sp. Filaments in transversal section (arrows). MA7: 267 × 454. CIFN. Scale bar: 10 µm.

et lamelle. La lamelle est elle-même calée pour éviter l'éclatement des esquilles les plus épaisses lors du séchage et de la rétraction du Baume du Canada. Chaque préparation correspond à un seul nodule d'ambre et comporte 5 à 15 esquilles. Elles sont séchées une semaine environ à l'étuve à 50 à 55 °C. Elles sont observées sous un microscope Nacet 400 (fond clair, nicols croisés, contraste interférentiel, le contraste de phase n'a pas été utilisé dans cette étude). Les photos numériques prises avec un boîtier Nikon D90 fixés sur la sortie photo du microscope sont traitées sous Photoshop Elements<sup>®</sup>. Plusieurs clichés (de 2 à 12), pris à des plans de mise au point différents sont traités par un logiciel dit de *stacking* (Zerene Stacker<sup>®</sup>) qui sélectionne, pour chaque mise au point, les zones les plus nettes et reconstitue une image composite (zéta-graphie) en assemblant les zones de netteté maximum de chaque plan de mise au point. Cette technique remplace avantageusement la microscopie confocale à laquelle les auteurs n'ont pas eu accès. Le repérage de l'observation est donné par le numéro de la préparation suivi des coordonnées x et y de la surplatine à mouvements rectangulaires du Nacet 400. La mesure du diamètre des filaments et des spores, à l'aide du micromètre oculaire intégré au Nacet 400, étalonné à l'aide d'un micromètre-objet, doit être considérée comme approximative, pour plusieurs raisons d'ordres différents développées par Breton (2010). Nous n'avons pas appliqué à l'ambre étudié ici le protocole de décontamination décrit par Girard et al. (2009). D'une part, nous ne sommes pas équipés pour appliquer ce protocole en toute sécurité. D'autre part, le gisement du Mas d'Azil est un gisement «de montagne» au sens de Girard et al. (2009) et l'ambre de ces gisements semble beaucoup moins sensible à la contamination que celui des gisements littoraux ou de carrière inondée. Enfin, nous craignons que l'application de ce protocole n'altère les micro-organismes périphériques en contact avec le milieu extérieur. Bien entendu, nous avons redoublé de précautions dans l'examen de chaque micro-inclusion. Nous n'aurions pas pris en compte un microorganisme s'il y avait eu le moindre soupçon qu'il provienne d'une contamination.

Lieu de dépôt des préparations et spécimens : le matériel sera déposé dans les collections de l'université de Montpellier.

Abréviations : FC : fond clair. CIFN : contraste interférentiel (frange noire). LP2 : lumière polarisée (nicols croisés). ZS : cliché traité avec le logiciel de *stacking* Zerene Stacker<sup>®</sup>.

## 6. Inclusions organiques : systématique

### PROCARYOTES

#### Bactéries INCERTAE SEDIS

Des cocci distincts, clairs, de 0,5 µm de diamètre, forment des groupes assez denses dans la préparation MA6 : 140 × 497 (Fig. 3b). Il est impossible d'en préciser la position systématique, d'autant plus qu'il peut s'agir de fragments coccoïdes résultant de la fragmentation du mycélium d'un actinomycète.

Classe ACTINOBACTERIA Stackebrandt, Rainey & Ward-Rainey, 1997

Ordre ACTINOMYCETALES Buchana, 1917

Famille ?NOCARDIACEAE Castelli & Chalmers, 1919

1989 Nocardioform Actinomycetes. Holt : 2348–2350

2000 Group 22. Holt et al. : 625–626.

Genre *Cardonia* nov. gen.

**Étymologie** : Anagramme de *Nocardia*, allusion à la position possible de ce taxon au sein des actinomycètes nocardioformes. Substantif féminin.

**Espèce-type** : *Cardonia stellata* nov. sp.

**Diagnose** : Mycélium [du substrat ?] stable, formant des buissons étoilés en vue polaire. Premières ramifications 3–4 verticillées, ou bien irrégulières. Ramifications ultérieures dichotomes ou latérales, alternes. La dernière ramification montre souvent une branche courte latérale, et un axe principal droit, raide, et beaucoup plus long. Le diamètre des hyphes est de 0,4 à 0,6  $\mu\text{m}$ . Spores de deux types : courtes chaînes de conidies (4 à 8 spores), intermédiaires ou, le plus souvent, terminales, de même diamètre que les hyphes (0,6  $\mu\text{m}$ ), et rares aleuriospores isolées, sessiles, latérales ou terminales, sphériques ou subsphériques de plus grand diamètre que les hyphes (1  $\mu\text{m}$ ).

**Diagnosis** : *Stable [substrate ?] mycelium, making star-shaped bushes in polar view. First ramifications 3–4 whorled or irregular. Other ramifications dichotomous or lateral-alternate. Last distal ramification often displays a short lateral branch, and a straight, stiff much longer main axis. Diameter of the hyphae 0.4–0.6  $\mu\text{m}$ . Spores of two types. Conidia in short chains (4–8 spores), intercalated or more frequently distal, the same diameter as hyphae (0.6  $\mu\text{m}$ ), and sessile, lateral or terminal, spherical to subspherical, larger than hyphae (1  $\mu\text{m}$  in diameter) rare aleuriospores.*

**Discussion** : Les caractères observables de cet actinomycète, possiblement nocardioforme, ne permettent pas de l'inclure dans un genre actuel ou fossile, ni même de le rapprocher d'un genre actuel ou fossile. Nous ne proposerons donc pas de critères permettant de faire la distinction avec les autres genres d'actinomycètes.

**Répartition stratigraphique et distribution géographique** : Ces données sont, pour l'instant, limitées au seul matériel décrit ici : Campanien, Ariège (France).

*Cardonia stellata* nov. sp.

(Fig. 3c–h)

**Étymologie** : *stellatus*, *a um*, latin, « étoilé » par allusion à la forme des colonies en vue polaire.

**Type** : La colonie, préparation MA8 : 136  $\times$  450, qui montre des conidies et des aleuriospores terminales, est figurée Fig. 3c.

**Origine géographique et stratigraphique du type** : Le Mas d'Azil (Ariège), gisement de la route de Gabre. Campanien. Grès de Labarre. Niveau 8 (coupe Fig. 1).

**Autre matériel** : MA12 : 163  $\times$  490 et environs (Fig. 3d–g) ; MA12 : 156  $\times$  499 ; MA5 : 248  $\times$  456 ; MA7 : 221  $\times$  495 ; MA9 : 216  $\times$  456 (Fig. 3h).

**Diagnose** : Comme pour le genre.

**Diagnosis** : *As for the genus.*

**Description complémentaire** : *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp. forme, à l'instar de *Thermomonosporopsis waggoneri* Breton, 2010 dans l'ambre sparnacien de Douzens (Aude) (Breton, 2010), un tapis périphérique discontinu d'une trentaine de micromètres d'épaisseur. Les touffes individuelles, à croissance centripète, mesurent, en vue apicale, 20 à 100  $\mu\text{m}$ . La longueur maximum observée des rameaux est 40 à 50  $\mu\text{m}$ . Les ramifications ultimes montrent fréquemment des rameaux latéraux plus courts, issus d'un axe principal beaucoup plus long. C'est la présence de ces axes, disposés de manière rayonnante, et dépassant du « buisson », qui confère à l'ensemble cet aspect étoilé que rappelle le nom d'espèce. Les colonies sont majoritairement

stériles. Quelques-unes montrent de courtes chaînes de conidies (4 à 8 spores), rarement intermédiaires, plus fréquemment terminales. Ces spores sont de même diamètre que l'axe qui les porte. Les aleuriospores, plus rarement observées sont au contraire plus grosses (diamètre 1  $\mu\text{m}$ ), fréquemment terminales ou, plus rarement, latérales, et toujours sessiles. Elles sont certainement fragiles, car on en observe peu en place, sur les filaments de l'actinomycète, et beaucoup dans le milieu environnant, dispersées.

**Discussion :** Une question récurrente à propos des micro-organismes fossiles de l'ambre, est de savoir s'ils ont colonisé la résine (Breton, 2007, 2010, 2011, 2012 ; Girard, 2010 ; Schmidt et Schäfer, 2005 ; Beimforde et Schmidt, 2010). *Cardonia stellata* nov. sp. se développe toujours de manière centripète et exclusivement à la périphérie des morceaux d'ambre. On l'a observé sur une « larme » d'ambre jaune, hyalin (MA12 : 163  $\times$  490). Cette larme ne montre aucune trace de contact avec le substrat. *Cardonia stellata* a donc été inoculée dans la résine probablement sous la forme de spores dispersées par le vent et a colonisé la surface de la résine. On observe parfois (MA9 : 216  $\times$  456 : Fig. 3h) des buissons incomplets, réduits à l'apex des rameaux, pouvant évoquer de manière fallacieuse une fragmentation du mycélium. Il y a de nombreux cas intermédiaires entre la conservation intégrale du mycélium (du substrat ?) et la conservation, très partielle, de l'apex des rameaux. Au cours du transport des nodules de résine, après qu'ils se soient détachés du tronc de l'arbre producteur, jusqu'à la couche de sédiment dans laquelle ils se sont fossilisés, une abrasion plus ou moins forte de la périphérie de la résine, sur quelques micromètres d'épaisseur, a plus ou moins amputé les colonies de leur partie proximale. Il convient de remarquer que, dans ces conditions, a fortiori, un éventuel mycélium aérien (lui-même producteur de spores anémochoriques. . .) n'aura pas été préservé, nous privant ainsi de cette donnée pour la description du taxon.

**Rapports et différences :** Cet actinomycète se différencie de tous les autres taxons fossiles résinicoles par la taille et la forme des colonies, le style de ramification, la présence de chaînes de conidies et d'aleuriospores sessiles isolées.

**Répartition stratigraphique et distribution géographique :** comme pour le genre.

Famille INCERTAE SEDIS

2000 : « Group 27, *Thermomonospora* and related genera ». Holt et al. : 693

Genre *Nocardiopsis* Meyer, 1976

*Nocardiopsis* ? sp. D

(Fig. 4a)

Nous laissons en nomenclature ouverte (sp. D) afin de prévenir toute confusion avec les actinomycètes de type A, B ou C de Girard (2010), cet actinomycète peu abondant dans les préparations que nous avons examinées (MA11 : 254  $\times$  503, 230  $\times$  476). Les hyphes, d'un diamètre de 0,4 à 0,5  $\mu\text{m}$ , sont très ramifiés, onduleux à crépus et montrent une tendance à former des vrilles. Ils se trouvent en position immédiatement subsuperficielle dans la tranche d'une stalactite d'ambre jaune dont la surface, en cet endroit, est colonisée par quelques *Cardonia stellata* nov. sp. La colonie s'étend, parallèlement à la surface, sur 400  $\mu\text{m}$ , mais est interrompue par le bord de l'esquille (MA11 : 230  $\times$  476, Fig. 4a). Cette colonie se développe, en profondeur, sur 140  $\mu\text{m}$ . Sur l'autre esquille (MA11 : 254  $\times$  503), la colonie est strictement périphérique, mesure 15 à 35  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, et s'étend sur 800  $\mu\text{m}$  avant que les *Cardonia stellata* ne prennent le relais. Cet actinomycète ne montre aucune structure de reproduction ou de dissémination. Son

assignation au genre *Nocardiopsis* reste donc provisionnelle. La situation des deux colonies en périphérie d'une stalactite d'ambre non en contact avec le substrat oriente vers un processus de colonisation, plutôt que vers un piègeage.

### Famille INCERTAE SEDIS

#### Genre et espèce *incertae sedis*

(Fig. 4b et c)

2010 : Actinomycète de Salignac. Girard : 73, 74.

2012 : Actinomycètes de type « Salignac ». Breton : 63.

**Matériel** : MA2 : 109 × 581, 243 × 507 (Fig. 4c); MA3 : 230 × 510, 210 × 537; MA4 : 173 × 522; MA6 : 192 × 455, 193 × 425 (Fig. 4b).

**Description** : Cet actinomycète abonde dans le matériel examiné. Le diamètre des hyphes varie de 0,8 à 1,2 µm, même au sein d'une colonie. Le mycélium est très distinct car la paroi des filaments est noire. Les cellules ne sont pas visibles. La ramification est irrégulière, faisant coexister de longues portions de filaments non ramifiées et des portions plus abondamment ramifiées. Le trajet est également variable, faisant alterner des portions rectilignes ou simplement flexueuses et des portions beaucoup plus sinueuses. Les hyphes forment fréquemment des vrilles, le diamètre des hélices est souvent de 2 à 3 µm, et le pas varie de 1 à 4 µm. La formation de ces hélices est souvent le prélude à une fragmentation du mycélium en éléments parfois réguliers, correspondant alors à ½ tour de spire, parfois beaucoup plus irréguliers (Fig. 4c). Cette fragmentation du mycélium (après ou non-formation d'une vrille) est générale dans les morceaux d'ambre examinés. Dans certains cas (MA4 : 173 × 522), la « poussière » qui noircit l'ambre au microscope provient de la fragmentation du mycélium de ces actinomycètes.

Les actinomycètes de type « Salignac » observés dans l'ambre du Mas d'Azil diffèrent légèrement de ceux décrits par Girard (2010) dans les ambres du Cénomanien moyen de Salignac et de Banon. Les cellules, qui mesurent 1,2 à 1,8 µm de longueur à Salignac et Banon ne sont pas visibles ici. Girard (2010, p. 73) précise que « les filaments des ambres de Salignac et de Banon sont souvent étirés dans le sens du fluage de l'ambre ». Ici, au contraire, on note une croissance globalement centripète des filaments, indépendante de la direction d'écoulement de la résine, qui est soulignée par l'étirement des pseudoprotistes (MA6 : 193 × 425, Fig. 4b). La croissance de ces actinomycètes est donc tardive, postérieure à la phase d'écoulement de la résine.

Classe PROTEOBACTERIA Stackebrandt et al., 1988

Ordre BURCKHOLDERIALES Garrity et al., 2006

Famille COMAMONADACEAE Willems et al., 1991

Genre *Leptotrichites* Schmidt in Schmidt & Schäfer, 2005

*Leptotrichites resinatus* Schmidt in Schmidt & Schäfer, 2005

(Fig. 4d et e)

**Forme à gaine hyaline ou à poussières périphériques** : Une seule occurrence de cette bactérie a été observée (MA7 : 268 × 547, Fig. 4d). Un fragment de 65 µm de longueur montre un

trichome de 0,7–0,9  $\mu\text{m}$  de diamètre, avec des cellules (?) deux fois plus longues que larges, rarement individualisées. Ce trichome est entouré d'une gaine hyaline, non colorée, difficilement mise en évidence à certains réglages du contraste interférentiel, mais soulignée sur la moitié de son trajet par des « poussières » périphériques (Fig. 4d). La gaine mesure 5  $\mu\text{m}$  de diamètre. Ce fragment appartient à un groupe de rameaux se développant sur 200  $\mu\text{m}$  en bordure du même morceau d'ambre, croissant de manière centripète sur une profondeur de 100  $\mu\text{m}$ . Dans ce groupe de rameaux, les gaines, hyalines, incolores, non soulignées par des poussières périphériques sont également difficiles à mettre en évidence mais existent. La ramification est dichotome, régulière, avec un angle de 45 à 60°. Les cellules, rarement distinctes, mesurent 1 à 2  $\mu\text{m}$  de longueur. Plusieurs trichomes montrent un renflement distal de 2  $\mu\text{m}$  de longueur.

**Forme à gaine de couleur rouille :** Le matériel comprend : MA7 : 247  $\times$  491, 249  $\times$  476, 242  $\times$  557 (Fig. 4e). Quelques bactéries gainées ont un trichome de 0,8 à 1  $\mu\text{m}$  de diamètre. Les cellules, lorsqu'elles peuvent être distinguées, sont à peine plus longues que larges. Les ramifications, vraies, sont dichotomes. La gaine, souvent vide (Fig. 4e) est hyaline, ni rugueuse, ni soulignée par des poussières adhérant à la surface. La périphérie de la gaine est fortement teintée d'une couleur rouille qui peut dénoter l'accumulation de fer ferrique Il convient de souligner la possibilité qu'a cette bactérie de former des vrilles (diamètre de l'hélice : 2  $\mu\text{m}$ , au pas de 2  $\mu\text{m}$ ) à l'intérieur de la gaine (MA7 : 249  $\times$  476).

**Discussion :** Saint Martin et al. (2012) décrivent, dans l'ambre santorien de Martigues (Bouches-du-Rhône, SE France) une bactérie gainée aux caractères morphologiques et dimensionnels très comparables à ceux de la bactérie décrite ici et ils soulignent sa similitude avec *L. resinatus*. Les cellules sont beaucoup mieux conservées que dans notre matériel, et la gaine, parfois peu visible ou absente, ne semble pas avoir une périphérie « poussiéreuse » ni de couleur rouille. La forme à gaine de couleur rouille, sur le fondement de cette coloration dénotant possiblement une accumulation de fer ferrique, pourrait être rapprochée du genre actuel *Leptothrix* Kützing, 1843 dont elle diffère cependant par ses ramifications vraies. Le type de ramification du trichome, et ses dimensions, sont très comparables à ceux de la forme à gaine soulignée par des poussières périphériques. Il est rappelé qu'en dehors d'un court tronçon (Fig. 4d), la gaine de l'ensemble de la population (MA7 : 268  $\times$  547) est hyaline et dépourvue de poussières périphériques visibles. Les critères dimensionnels, le type de ramification, la présence localement de poussières périphériques permettent d'identifier notre taxon à *Leptotrichites resinatus*.

À part la gaine un peu plus large, et de couleur rouille, notre seconde forme, sur la base des dimensions du trichome et du type de ramification, est identique à la forme à gaine présentant localement des poussières périphériques. De plus, l'une et l'autre proviennent du même morceau d'ambre. Si le caractère « poussiéreux » de la gaine semble constant dans le matériel original du Cénomaniens décrit par Schmidt et Schäfer (2005), ou encore dans le matériel cénomaniens de Fourtou, ce caractère est ici beaucoup moins constant, la plus grande partie de la population possède une gaine hyaline, non « poussiéreuse » à l'instar du matériel de Martigues décrit par Saint Martin et al. (2012).

Que d'autres populations du même morceau d'ambre témoignent de cette variabilité, avec une gaine hyaline, non « poussiéreuse », mais imprégnée de fer n'est pas étonnant. Pringsheim (1949) a montré que dans ce groupe de bactéries gainées, une même souche, isolée en culture pure, puis cultivée sur des milieux variés, présente une variabilité phénotypique importante. Les conclusions systématiques de ce travail, non cité par Schmidt et Schäfer (2005) mais pris en compte par Girard (2010), n'ont pas été suivies par les auteurs ultérieurs (Holt

et al., 1994, pp. 477–82), mais les conclusions sur la variabilité phénotypique au sein de ce groupe de bactéries gainées demeurent. Certes, le travail de Pringsheim (1949) s'inscrit dans des conditions écologiques distinctes : ses « *Sphaerotilus*, *Leptothrix*, *Cladothrix* » sont des bactéries aquatiques croissant dans un contexte bien différent de nos bactéries résinicoles.

Il restera, dans ce contexte particulier, à expliquer la possible acquisition du fer par certaines populations de *Leptotrichites resinatus*.

Genre *Sphaerotilus* Kützing, 1833

cf. *Sphaerotilus* sp.

(Fig. 5a–d)

2010 : *Sphaerotilus* Kützing, 1833 : Girard : 70.

2012 : *Sphaerotilus* Kützing, 1833 : Breton : 69.

**Matériel** : MA6 : 194 × 457, 163 × 454 : MA7 : 266 × 449, 267 × 453 (Fig. 4h) ; MA8 : 173 × 527 ; MA9 : 147 × 450 ; MA11 : 162 × 515 (Fig. 5b–d), 211 × 479 (Fig. 4f et g), 254 × 499 (Fig. 5a).

Cette bactérie est très abondante dans le matériel étudié. Les populations forment de grandes gerbes perpendiculaires à la surface, dans les 100 µm subsuperficiels (Fig. 4f et g et 5a) et des assemblages sans orientation dominante, ou à structure vaguement rayonnante plus profondément dans l'ambre. C'est ce dernier aspect qui domine lorsque l'on examine ces populations dans une esquille tangentielle (Fig. 4f). Il arrive que les filaments soient orientés dans le sens d'écoulement de la résine. Ces populations ont une couleur d'ensemble jaune ocre au microscope. Telles quelles, elles sont aisément repérées aux faibles grossissements du microscope. Le diamètre des trichomes est de 0,3 à 0,5 µm, les cellules ne sont pas visibles. Les filaments sont très peu ramifiés, et, lorsqu'ils le sont, il s'agit d'une ramification vraie et dichotomique, en général avec un angle aigu. Il y a de nombreuses gaines vides, et, plus rarement, des filaments dépourvus de gaine sur tout ou partie de leur trajet (Fig. 5b). L'apex des gaines est arrondi. Les gaines ont une structure en chevrons, difficilement mise en évidence à certains réglages du prisme du contraste interférentiel et sous certaines orientations de la préparation (Fig. 5c et d). La pointe des chevrons est toujours orientée vers l'apex du filament. Aucune constriction apicale ou subapicale, aucune structure « en feuilles » telles que Girard (2010) les décrit n'a été observée.

**Discussion** : Par l'absence de strictures apicales et de structures « en feuilles » et par les dimensions du trichome et des gaines, le matériel du Mas d'Azil est distinct de celui décrit par Girard (2010) dans l'ambre du Crétacé moyen de Fouras-Bois Vert, Les Renardières, et Fourtou. Ni ce matériel, ni les cf. *Sphaerotilus* sp. du Mas d'Azil ne peuvent être identifiés aux *Sphaerotilus natans* Kützing, 1833 actuels, seule espèce du genre (Holt et al., 1994 : p. 480). En effet, les *Sphaerotilus natans* se distinguent du matériel fossile par les caractères suivants :

- cellules distinctes, mesurant 1,2–2,5 × 2–10 µm ;
- gaine fine ou très fine,

fausses ramifications seulement, mais s'en rapprochent par leur gaine hyaline et une ramification rare.

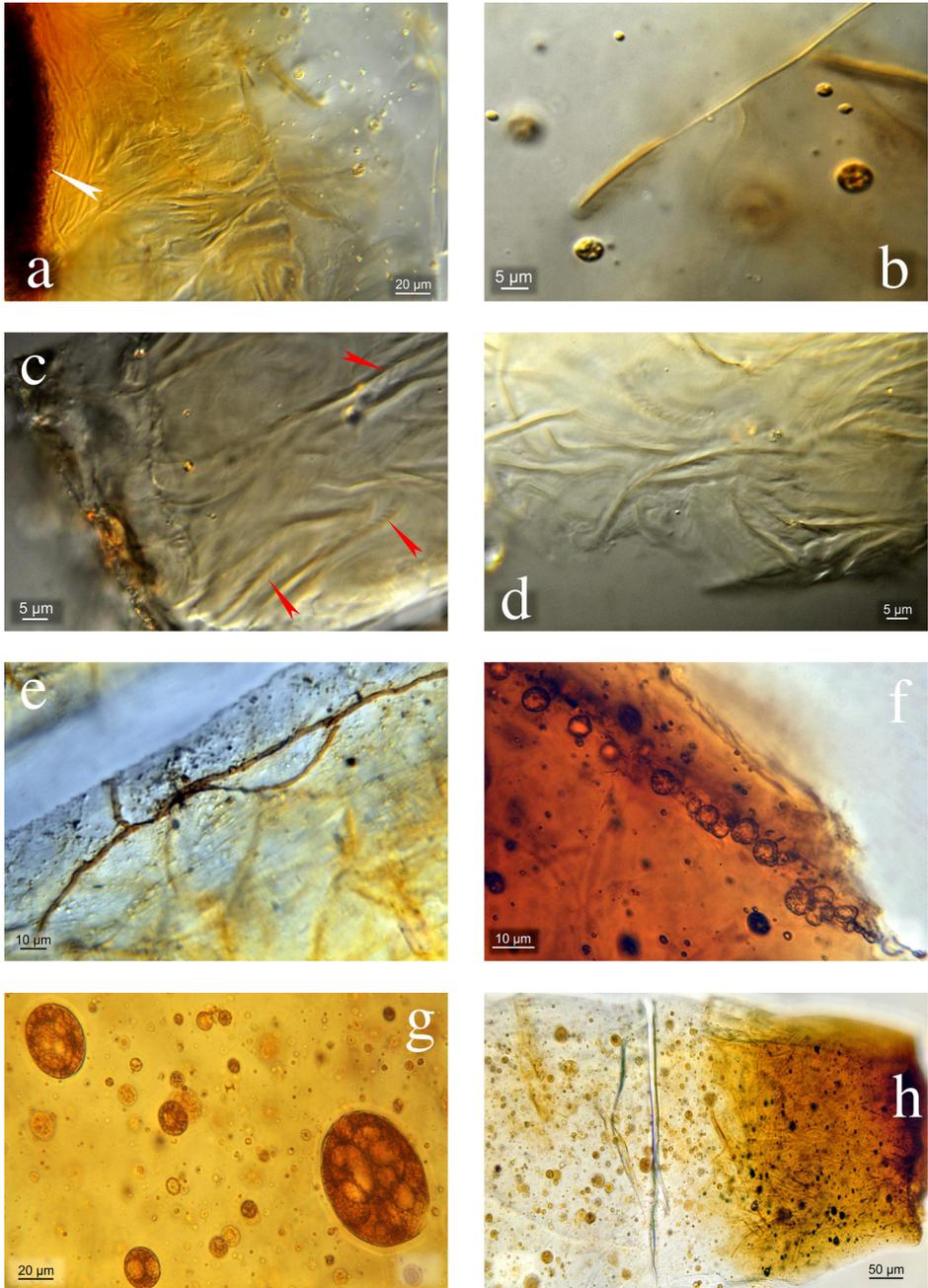


Fig. 5. a : cf. *Sphaerotilus* sp. et *Cardonia stellata* nov. gen., nov. sp. (flèche). MA11 : 254 × 499. CIFN. Échelle : 20 µm ; b : cf. *Sphaerotilus* sp. Filament localement dépourvu de gaine. MA11 : 162 × 515. CIFN. Échelle : 5 µm ; c : cf. *Sphaerotilus* sp. Structures en chevrons de la gaine (flèche). MA11 : 162 × 515. CIFN. Échelle : 5 µm ; d : cf. *Sphaerotilus* sp. Structures en chevrons de la gaine. MA11 : 162 × 515. CIFN. Échelle : 5 µm ; e : filament mycélien. MA8 : 171 × 525. CIFN. Échelle : 10 µm ; f : spores ou grains de pollen. MA7 : 321 × 495. CIFN. ZS. Échelle : 10 µm ; g : pseudoprotistes de type B. MA9 :

Enfin, comme son nom d'espèce l'indique, *S. natans* est une espèce aquatique, tandis que les formes fossiles sont résinicoles. Nous avons laissé en nomenclature ouverte ce taxon, qui sera décrit et nommé dans un travail ultérieur.

## EUCARYOTES

### FUNGI

(Fig. 5e)

Un seul filament interprété ici comme mycélien est suivi sur 0,5 mm (MA8 : 171 × 525, Fig. 5e). D'un diamètre de 2 µm, il est ramifié et d'éventuelles septes ne sont pas visibles. Avec d'aussi pauvres caractères morphologiques et dimensionnels, toute tentative d'identification plus précise serait hasardeuse.

### PLANTAE ?

(Fig. 5f)

Une trentaine de spores, grains de pollen ou kystes (MA7 : 221 × 495', Fig. 5f) sont collés sur un plan de la résine recouvert par une coulée ultérieure. Leur forme est subsphérique, discrètement irrégulière. Le diamètre est, étonnamment, assez variable. Les plus gros mesurent 6 µm, mais plusieurs ne mesurent que 3 ou 4 µm. La paroi, claire, est épaisse de 0,5–0,6 µm. Le contenu cellulaire, hétérogène, semble concentré à la périphérie, sous la paroi. Ici encore, une morphologie trop pauvre ne permet pas de préciser l'identification. La situation sur un plan de la résine recouvert par une coulée ultérieure oriente avec vraisemblance vers des spores (ou grains de pollen ou kystes) dispersées par le vent et collées à une résine encore visqueuse.

## 7. Inclusions inorganiques

### BULLES

L'aspect macroscopique particulier des ambres des morceaux MA3 et MA4, de couleur caramel clair, opaques, à éclat vitreux mais non brillant, s'explique par la présence de bulles de gaz. Rondes à ovales, rarement très allongées dans le flux de la résine (MA4 : 198 × 476), elles mesurent de 1 à 10 µm, atteignant exceptionnellement 25 µm.

### PSEUDOPROTISTES

(Fig. 5g et h)

---

222 × 419. FC. Échelle : 20 µm ; h : pseudoprotistes de type B, sombres dans la partie superficielle de l'ambre (à droite), clairs dans la partie profonde (à gauche). MA7 : 270 × 444. FC. Échelle : 50 µm

a: cf. *Sphaerotilus sp.* and *Cardonia stellata nov. gen., nov. sp.* (arrow). MA11: 254 × 499. CIFN. Scale bar: 20 µm; b: cf. *Sphaerotilus sp.* Trichome partly devoid of sheath. MA11: 162 × 515. CIFN. Scale bar: 5 µm; c: cf. *Sphaerotilus sp.* Herring-bone structures of the sheath (arrow). MA11: 162 × 515. CIFN. Scale bar: 5 µm; d: cf. *Sphaerotilus sp.* Herring-bone structures of the sheath. MA11: 162 × 515. CIFN. Scale bar: 5 µm; e: fungus hypha. MA8: 171 × 525. CIFN. Scale bar: 10 µm; f: spores or pollens. MA7: 321 × 495. CIFN. ZS. Scale bar: 10 µm; g: pseudo-protists, B type. MA9: 222 × 419. FC. Scale bar: 20 µm; h: pseudo-protists, B type, dark near the surface of the amber piece (on the right), light-coloured in the depth of the amber piece (on the left). MA7: 270 × 444. FC. Scale bar: 50 µm.

Girard (2010 : p. 64, 65), Girard et Adl (2011 : p. 192) et Girard et al. (2011) montrent qu'un certain nombre de micro-inclusions que l'on trouve dans la plupart des ambres crétacés, malgré leur possible ressemblance, ne sont pas des protistes fossiles, mais des pseudofossiles qu'ils nomment « pseudoprotistes ». Breton et Tostain (2005 : p. 39–40) avaient attiré l'attention sur ces inclusions, qu'ils nomment « gouttelettes ovales » et décrivent ainsi « inclusions ellipsoïdales, à paroi très mince ou sans paroi visible, à contenu en général fortement vacuolisé et à structure « spumeuse », rarement granuleuse, inclusions transparentes à opaques, très claires à brun foncé ». Presque tous les morceaux d'ambre du Mas d'Azil examinés contiennent, en abondance, de tels pseudoprotistes.

Ils se trouvent dans toute l'épaisseur de l'ambre, dès la surface (MA8 : 113 × 495 ; MA10). Ils sont en général ellipsoïdaux, peu allongés, ce qui dénote une résine peu fluide. En MA7 : 270 × 544, ainsi que dans plusieurs esquilles de MA11, on remarque que les pseudoprotistes, de toutes tailles, sont de couleur claire dans la partie profonde, claire, de l'ambre et sont de couleur brun foncé, opaque, dans la couche superficielle de l'ambre, elle-même brun rougeâtre (Fig. 5h) : les pseudoprotistes, secrétés en même temps que la résine (car ils sont allongés ou étirés dans le sens du flux de la résine) ont subi la même diagenèse qu'elle (oxydation superficielle).

Les relations entre pseudoprotistes et actinomycètes ont pu être précisées. En MA7 : 221 × 495, un pseudoprotiste est traversé par le filament d'un actinomycète de type « Salignac ». En MA6 : 194 × 457, les pseudoprotistes montrent un contenu plus granuleux que « spumeux ». L'aspect granuleux est dû à la présence, limitée au volume du pseudoprotiste, d'actinomycètes filamenteux de 0,3 µm de diamètre. Ces actinomycètes n'appartiennent à aucun des types décrits ci-dessus. Par contre, en MA7 : 229 × 503, des pseudoprotistes ont un contenu filamenteux que l'on pourrait confondre avec un actinomycète. Contrairement au cas précédent, les filaments, sombres, semblent provenir de la condensation de la matière présente entre les vacuoles du pseudoprotiste.

## GROSSES INCLUSIONS À CONTENU SPUMEUX

(Fig. 3a et b)

MA5 : 254 × 455 (Fig. 6a) montre une inclusion très longue (550 µm) et élancée (largeur 50 µm), avec une extrémité, sur le tiers de la longueur environ, plus fine et plus claire. La limite de cette inclusion est nette. Le contenu, de teinte brun clair à l'extrémité fine et brun foncé à l'autre extrémité, est spumeux et ressemble beaucoup au contenu des pseudoprotistes voisins. Les pseudoprotistes et la longue inclusion sont allongés ou étirés dans la même direction.

MA5 : 244 × 522 (Fig. 6b) est une très curieuse inclusion, limitée par une membrane nette, de forme irrégulière, mesurant 250 × 150 µm, dont une partie, proche de la surface de l'ambre est brun plus foncé, semble emplie de sphérules brun clair, tassés. Deux de ces sphérules sont comme évidés.

Nous ne pouvons pas interpréter ces deux inclusions de manière convaincante. Girard (2010) et Girard et al. (2011) décrivent trois types A, B et C de pseudoprotistes. Nous n'avons pas reconnu de pseudoprotiste de type A (sphériques ou légèrement ovoïdes, rougeâtres ou bruns) dans l'ambre du Mas d'Azil. Les pseudoprotistes de type B, typiques, (ovoïdes à fusiformes, contenu vacuolisé [= spumeux]) abondent dans les morceaux examinés. Il est enfin possible, mais sans certitude, que les grosses inclusions, soit à contenu spumeux, soit contenant des sphérules,

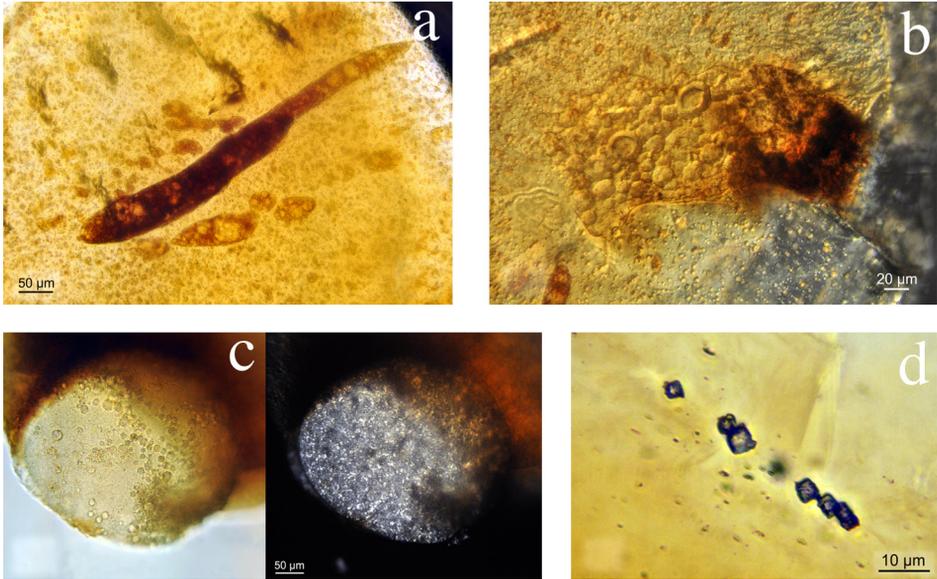


Fig. 6. a : longue inclusion spumeuse. MA5 : 254 × 455. FC. ZS. Échelle : 50 µm ; b : inclusion emplie de sphérules. MA5 : 244 × 522. CIFN. ZS. Échelle : 20 µm ; c : boule blanche, à gauche, lumière naturelle (FC), à droite LP2. MA5 : 279 × 482. Échelle : 50 µm ; d : groupe de cristaux cubiques. MA1 : 244 × 520. FC. ZS. Échelle : 10 µm.  
 a : long foamy inclusion. MA5 : 254 × 455. FC. ZS. Scale bar : 50 µm ; b : inclusion infilled with spherules. MA5 : 244 × 522. CIFN. ZS. Scale bar : 20 µm ; c : white ball, on the left, bright field (FC), on the right LP2. MA5 : 279 × 482. Scale bar : 50 µm ; d : group of cubic crystals. MA1 : 244 × 520. FC. ZS. Scale bar : 10 µm.

décrites ci-dessus se rapportent au type C, interprété par [Girard et al. \(2011\)](#) comme de la matière organique en décomposition.

### BOULE BLANCHE (Fig. 6c)

Une boule blanche (MA5 : 279 × 482, Fig. 6c) est transparente en lumière naturelle, et polarise en gris entre nicols croisés, le contenu s'avérant hétérogène. Il s'agit probablement du remplissage d'une bulle dans la résine, sans que nous puissions préciser plus sa nature ou son mode de formation.

### CRISTAUX CUBIQUES (Fig. 6d)

MA1 : 243 × 520 (Fig. 6d) montre deux groupes de cristaux cubiques, transparents, réfringents, mesurant chacun environ 5 µm de diamètre et formant, dans l'un des deux groupes, des amas framboïdaux. Ils semblent éteints en LP2, leur teinte en lumière naturelle n'est pas appréciable.

## 8. Conclusions

L'ambre du Mas d'Azil a été sécrété par des Cupressaceae ou des Taxodiaceae (genre *Cupressinoxylon* Göppert). Les exsudats restent de petite taille et ont pu piéger (sur le sol ? sur

le tronc ?) des spores, pollens ou kystes transportés par le vent, des organismes filamenteux, mycélium de champignon développé sur le sol ou le tronc, et peut-être des bactéries coccoïdes. Cependant, les autres organismes semblent être des résinicoles qui se sont développés en surface des exsudats. Ce sont les actinomycètes *Cardonia stellata*, nov. gen., nov. sp., retrouvés dans cinq des morceaux d'ambre examinés, *Nocardiopsis* ? sp. D, rare dans le matériel étudié, les actinomycètes de type Salignac qui au contraire abondent, les bactéries *Leptotrichites resinatus* dont on a noté une seule occurrence, mais qui montre une variabilité plus importante que celle du matériel-type et des autres populations médiocrétacées connues, et enfin cf. *Sphaerotilus* sp., présent dans cinq morceaux examinés, où il est très bien conservé.

Pour intéressant qu'il soit sur le plan de la biodiversité microbienne, cet inventaire, qui ne comprend pratiquement que des espèces résinicoles, et aucune macro-espèce, ne permet guère de conclusions sur la reconstitution du paléoenvironnement ou des réseaux trophiques du milieu de sécrétion de la résine.

Les ambres campanien du Mas d'Azil et santonien de Martigues (Saint Martin et al., 2012) ont en commun l'absence de macro-inclusion, et la diversité et la richesse des micro-organismes filamenteux résinicoles.

Les conclusions taphonomiques apparaîtront sans doute plus riches. À l'instar des exsudats de résine actuelle recueillis sur les troncs de divers conifères (Breton, 2011, 2012 et observations inédites), le processus de colonisation des nodules de résine par des micro-organismes apparaît donc comme un processus fréquent, qui peut s'avérer, comme ici, être une « voie taphonomique » plus généralisée que le piégeage. Une inoculation anémophile et une inoculation par contact avec le substrat (écorce) semblent l'une et l'autre possible. La première est démontrée dans le cas des stalactites n'ayant pas été en contact avec le substrat. Après durcissement (ou début de durcissement) de la résine, les fragments d'exsudats ont été transportés jusqu'au milieu de dépôt. Au cours de ce transport, une abrasion très modérée – quelques micromètres – de la couche périphérique de la résine a pu amputer les colonies de *Cardonia stellata* gen. nov., sp. nov. de leur partie basale.

Le milieu de dépôt, les sédiments terrigènes d'un vaste système deltaïque, est, dans les niveaux qui ont livré l'ambre et les bois associés, très réducteur, riche en pyrite. L'affleurement de ces Grès de Labarre étudié ici, d'âge campanien, a livré les produits de l'oxydation de cette pyrite : gypse, mélanterite et copiapite, en une paragenèse originale qui accompagne rarement l'ambre.

Il y a 120 siècles, l'homme magdalénien du Mas d'Azil collectait et travaillait l'ambre et le jayet. Aujourd'hui, cet ambre, recueilli dans un environnement sédimentaire et minéralogique original, nous livre une microflore bactérienne riche, et nous offre un jalon, au Crétacé supérieur, entre les ambres plus fréquents et mieux connus médiocrétacés d'une part et cénozoïques d'autre part.

## Déclaration d'intérêts

Les auteurs déclarent ne pas avoir de conflits d'intérêts en relation avec cet article.

## Remerciements

Nos remerciements vont à Didier Néraudeau, pour la confiance qu'ils nous a témoigné en nous confiant ce travail, à Rémi Cousin, Daniel Vizcaïno et Jean-Guy Astruc pour l'accompagnement sur le terrain, à Marc Philippe qui a examiné et identifié les charbons de notre coupe, et à Vincent

Girard, pour les fructueuses discussions et la relecture critique et amicale d'un premier brouillon de cet article. Cet article est une contribution au programme InterrVie NOVAMBRE 2 de l'INSU.

## Références

- Beimforde, C., Schmidt, A.R., 2010. Microbes in resinous habitats: a compilation from modern and fossil resins. In: Reitner, J., Quéric, N.V., Arp, G. (Eds.), *Advances in Stromatolite Geobiology*. Springer, Berlin, pp. 391–408.
- Bilotte, M., 1985. Le Crétacé supérieur des plates-formes est-pyrénéennes, série 2. *Strata* 5, pp. 1–438.
- Bilotte, M., Odin, G.S., Razin, P., 1999. Arguments à l'encontre des estimations d'âge biograduelles (et de leur application en chronologie et stratigraphie séquentielle) dans le Sud-Ouest de la France. *Bulletin de la Société géologique de France* 170 (4), 465–473.
- Breton, G., 2007. La bioaccumulation de micro-organismes dans l'ambre : analyse comparée d'un ambre cénonanien et d'un ambre sparnacien, et de leurs tapis algaires et bactériens. *Comptes Rendus Palevol* 6, 125–133.
- Breton, G., 2010. Les Actinomycétales de l'ambre sparnacien des Corbières (Aude, France) : taphonomie et diversité. *Annales de la Société géologique du Nord* 17 (2<sup>e</sup> série), 3–22.
- Breton, G., 2011. L'ambre, un milieu de culture fossilisé. *Bulletin de la Société d'Études des Sciences Naturelles d'Elbeuf* 2<sup>e</sup> trim, 28–29.
- Breton, G., 2012. L'ambre des Corbières (Aude – France). Société d'études scientifiques de l'Aude, Carcassonne, 96 p.
- Breton, G., Tostain, F., 2005. Les micro-organismes de l'ambre cénonanien d'Ecommoy (Sarthe, France). *Comptes Rendus Palevol* 4, 31–46.
- Girard, V., 2010. Microcénozes des ambres médiocrétacés français. Taphonomie, systématique, paléocologie et reconstitution du paléoenvironnement. *Mémoires Géosciences Rennes* 134, 1–294.
- Girard, V., Adl, S.M., 2011. Amber microfossils: on the validity of species concept. *Comptes Rendus Palevol* 10, 189–200.
- Girard, V., Néraudeau, D., Adl, S.M., Breton, G., 2011. Protist-like inclusions in amber, as evidenced by Charentes amber. *European Journal of Protistology* 47, 59–66.
- Girard, V., Néraudeau, D., Breton, G., Saint-Martin, S., Saint-Martin, J.P., 2009. Contamination of amber samples by recent microorganisms and remediation evidenced by mid-Cretaceous amber of France. *Geomicrobiology Journal* 26, 21–30.
- Häüy, R.J., 1801. *Traité de minéralogie*. Tome troisième. Conseil des Mines, Louis, libr. Paris, pp. 1–589.
- Holt, J.G., Krieg, N.R., Sneath, P.H.A., Staley, J.T., William, S.T., 1994. *Bergey's manual of determinative bacteriology*, Ninth ed. Lippincott Williams & Wilkins, Philadelphia, pp. 1–18 + pp. 1–787.
- Lacroix, A., 1910. *Minéralogie de la France et de ses anciens territoires d'Outre-mer*. Tome quatrième. Librairie du Muséum, Paris, 923 p.
- Légoux, O., 1979. Étude palynologique de quelques échantillons de terrain du Crétacé supérieur d'Aquitaine Est. *Rapport Interne SNEAP*, 11 p., 2 fig.
- Martinet, I., Bellier, J.P., Bilotte, M., Lambert, B., 1990. Le comblement diachrone du Sillon Sous-pyrénéen au Crétacé terminal : un cadre stratigraphique tiré de l'étude micropaléontologique. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences Paris* 310 (Série II), 1315–1320.
- Péquart, M., Péquart, S.J., 1960. Grotte du Mas d'Azil (Ariège). Une nouvelle galerie magdalénienne [à suivre]. *Annales de Paleontologie* 66, 155–250 (pl. 7–17).
- Péquart, M., Péquart, S.J., 1961. Grotte du Mas d'Azil (Ariège). Une nouvelle galerie magdalénienne [à suivre]. *Annales de Paleontologie* 67, 125–194 (pl. 30–43).
- Péquart, M., Péquart, S.J., 1962. Grotte du Mas d'Azil (Ariège). Une nouvelle galerie magdalénienne [à suivre]. *Annales de Paleontologie* 68, 195–286 (pl. 14–16).
- Péquart, M., Péquart, S.J., 1963. Grotte du Mas d'Azil (Ariège). Une nouvelle galerie magdalénienne. *Annales de Paleontologie* 69, 1–97 (pl. 1–2).
- Pringsheim, E.G., 1949. The filamentous bacteria *Sphaerotilus*, *Leptothrix*, *Cladothrix* and their relations to iron and manganese. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London* 233, 453–482.
- Saint Martin, S., Saint Martin, J.P., Girard, V., Grosheny, D., Néraudeau, D., 2012. Filamentous micro-organisms in upper Cretaceous amber (Martigues, France). *Cretaceous Research* 35, 217–229.
- Schmidt, A.R., Schäfer, U., 2005. *Leptotrichites resinatus* new genus and species: a fossil sheathed bacterium in alpine Cretaceous amber. *Journal of Paleontology* 79, 175–184.