







Chers collègues, chers amis, Dear friends and colleagues,

J'ai le plaisir de vous inviter à la soutenance de ma thèse It is my pleasure to invite you to the defence of my thesis entitled

Microfocused X-ray methodologies for the biogeochemical study of archaeological and modern otoliths Philip Kenneth COOK

Encadré par M. Loïc BERTRAND, Mme Élise DUFOUR et Mme Marie-Angélique LANGUILLE

Le jury sera composé de : Mme Karin LIMBURG Professor (State University of New York College of Environmental Science and Forestry), Mme Ina REICHE Directrice de recherche (Université Pierre et Marie Curie), M. Sylvain RAVY Directeur de recherche (Université Paris Sud), Mme Claire E. LAZARETH Chargée de Recherche (Institut de recherche pour le développement), M. Jean-Denis VIGNE Directeur de Recherche (CNRS/Muséum national d'Histoire naturelle), Mme Élise DUFOUR Maître de conférences (Muséum national d'Histoire naturelle), Mme Marie-Angélique LANGUILLE Ingénieure de recherche (Centre de recherche et conservation des collections), et M. Loïc BERTRAND Directeur (IPANEMA) avec invité M. Jean-Pierre CUIF Professeur retraité (Université Paris Sud).

La soutenance aura lieu le mardi 22 septembre 2015 à 14h00 précise dans la Salle de conférence du Pavillon d'accueil du Synchrotron SOLEIL et sera suivie par un pot à l'étage du pavillon.

The defence will take place on Tuesday, September 22, 2015 at precisely 2:00 PM in the Conference room of the Synchrotron SOLEIL entrance building and will be followed by a celebration on the building's upper level.

Accès libre et ouvert à tous

Free access, open to the public



IPANEMA USR3461 CNRS/MCC ipanema.cnrs.fr

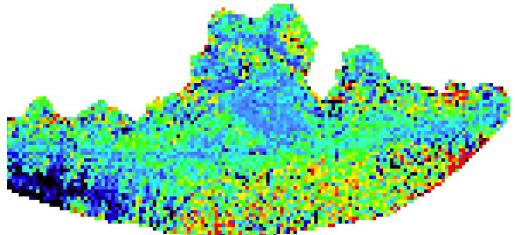
Synchrotron SOLEIL www.synchrotron-soleil.fr



Résumé

Les otolithes, croissances aragonitiques de l'oreille interne des poissons téléostéens, peuvent être utilisés comme traceurs des variations de l'environnement rencontrées par un individu au cours de sa vie. Un ensemble d'otolithes de Sciaenidae et d'Ariidae archéologiques et modernes a été étudié dans le but d'améliorer les méthodes de reconstruction paléo-environnementale utilisant les otolithes et les autres biominéraux carbonatés stratifiés. L'incorporation du strontium, l'élément lié à l'environnement le plus facilement accessible, a été étudiée par analyses ponctuelles et par cartographie de spectroscopie d'absorption des rayons X (XAS). Une approche multivariée de cartographie rapide de l'environnement chimique a été mise en place pour déterminer le mode d'incorporation du Sr sur une superficie de 0,25 mm² avec une résolution micrométrique. Ces résultats démontrent pour la première fois avec une résolution latérale micrométrique sur des distances millimétriques que le Sr se substitue aléatoirement au calcium dans le réseau de l'aragonite, indépendamment de la concentration en Sr, de l'âge de l'individu ou de la période géologique. D'autre part, des cartes élémentaires sur des zones atteignant 2.6 mm² ont été collectées à des résolutions latérales micrométriques avec plusieurs techniques d'émission de rayons X (émissions provoquées par les particules des rayons X (PIXE) et fluorescence des rayons X par rayonnement synchrotron (SR-μXRF)). Ces cartes permettent l'examen détaillé de l'histoire de la vie d'un individu et de la taphonomie de l'échantillon avec une haute résolution temporelle, tout en identifiant les défauts ou les éléments abiogéniques. Enfin, la diffraction des rayons X par rayonnement synchrotron (SR-XRD) a été utilisée pour cartographier la texture cristalline sur des sections complètes d'otolithes afin d'approfondir notre connaissance de la structure interne et de la croissance des otolithes. Ces développements fournissent des outils précieux pour de futures études des biominéraux, mais plus généralement pour les sciences des matériaux.

La sélection et la mise en œuvre de ces méthodes ont été réalisées dans le but d'exploiter au maximum leur fort potentiel pour l'étude des biocarbonates stratifiés, tout en tenant compte des approches existantes et en cherchant à en améliorer certains aspects tels que la profondeur d'information, la résolution latérale, la sensibilité, et les dégâts d'irradiation provoqués par les faisceau. Ce travail démontre la stabilité et l'homogénéité de l'incorporation du Sr par substitution aléatoire au Ca dans l'aragonite biogénique des otolithes modernes et archéologiques. Des cartes multi-élémentaires ont été collectées à l'aide de la SR-µXRF dans un temps raisonnable de quelques heures, et permettent de distinguer une contamination ou des défauts dans l'échantillon, mais également de corréler les cartes obtenues à des observations microscopiques des sections pour fournir une résolution temporelle. Les orientations préférentielles des cristallites composant les sections d'otolithes ont été analysées par la méthode d'acquisition rapide « flyscan », permettant de réduire le temps de mesure à quelques minutes au lieu des quelques heures nécessaires auparavant.



Abstract

Otoliths, aragonitic growths in the inner ear of teleost fishes, can be used as proxies for the water conditions experienced by an individual over its lifetime. A set of archaeological Sciaenidae and Ariidae otoliths and modern counterparts was studied with the objective of improving palaeoenvironmental reconstruction methodologies using otoliths and other incremental carbonate biominerals. The incorporation of strontium, the most accessible environmentrelated element, was studied by X-ray absorption spectroscopy (XAS) point analyses and mapping. A fast multivariate chemical environment mapping approach was implemented to determine the mode of Sr incorporation over an area of 0.25 mm² with micrometric resolution. XAS results demonstrate for the first time with a micrometric lateral resolution over millimetric distances that strontium randomly substitutes for calcium in the aragonite lattice, independent of strontium concentration, or individual or geological age. Elemental maps on areas up to 2.6 mm² were produced with micrometric lateral resolution X-ray emission techniques (Particle-induced X-ray emission (PIXE) and synchrotron X-ray fluorescence (SR-uXRF)). These maps permit the detailed examination of an individual's life history and sample taphonomy with a high temporal resolution while also identifying defects or abiogenic elements. Synchrotron X-ray diffraction (SR-XRD) was used to map the crystal texture on complete otolith sections and may deepen understanding of otolith internal structure and growth processes, as well as providing a valuable tool for future studies of biominerals and advanced materials.

The selection and implementation of methods were carried out with a view to maximise the potential contribution to the study of stratified biocarbonates, considering and seeking to complement existing approaches in aspects including information depth, lateral resolution, sensitivity, and beam damage. This work demonstrates the stability and homogeneity of Sr incorporation by random substitution for Ca in biogenic aragonite in both modern and archaeological otoliths. Multielemental maps were collected using SR- μ XRF in a reasonable time scale of a few to several hours, with the ability to distinguish contamination and defects in the sample, as well as to correlate the maps to microscopic observations of the sections to provide temporal resolution. The preferential orientations of crystallites composing the otolith sections were analysed using the rapid acquisition 'flyscan' method, which reduces measurement time to minutes rather than hours.p

Accès au synchrotron SOLEIL

Directions to SOLEIL synchrotron



Synchrotron SOLEIL Latitude: 48.711922 Longitude: 2.146156

Transports en commun depuis Paris Public transport from Paris

Empruntez le RER B direction sud vers SAINT-RÉMY-LÈS-CHEVREUSE ou MASSY-PALAISEAU jusqu'à la station MASSY-PALAISEAU puis (voir plan à droite) Bus n° 91-06B ou 91-06C direction CHRIST ou SAINT-QUENTIN, arrêt ORME DES MERISIERS.

Take the RER B southbound toward SAINT-RÉMY-LÈS-CHEVREUSE or MASSY-PALAISEAU, alight at MASSY-PALAISEAU station, then transfer (see map on right) to bus n° 91-06B or 91-06C toward CHRIST or SAINT-QUENTIN, stop at ORME DES MERISIERS.

Pour plus de renseignements, rendez-vous sur http://ipanema.cnrs.fr/spip/ipanema/article/informations-pratiques For further information, visit http://ipanema.cnrs.fr/spip/ipanema-13/article/practical-information



