

## DENSITÉ DES EXINES DE QUELQUES ESPÈCES DE POLLENS ET SPORES FOSSILES (\*)

par E. JUVIGNÉ (\*\*)

(5 fig. dans le texte)

### RÉSUMÉ

Par la méthode dite de la colonne à gradient de densité, la densité des pollens et spores de quelques tourbes quaternaires ou tertiaires a été mesurée.

Il se produit un accroissement de la densité avec l'âge. L'évolution est rapide au début de la fossilisation, de plus en plus lente par la suite. Des valeurs de l'ordre de 1,4 pour les exines de spores et pollens actuels, de 1,5 pour les subactuels, de 1,9 pour ceux du début du Würm et 2,1 pour ceux du tertiaire (Landenien) ont été notamment relevées.

De plus, des espèces fossiles d'un même âge se sont révélées avoir une densité identique.

### ABSTRACT

The density of pollens and spores of certain Quaternary and Tertiary peats has been measured with a density-gradient column.

The density increases with the age of the sample. The change is rapid at the beginning of fossilisation and then becomes progressively slower. Values obtained are of the order of 1,4 for Recent exines of spores and pollens, 1,5 for sub-Recent examples, 1,9 for those of the beginning of the Würm, and 2,1 for some Tertiary (Landenian) specimens.

Different fossils of the same age have proved to have identical densities.

### I. INTRODUCTION

Notre intention est de connaître la densité des spores et pollens fossiles de façon à choisir judicieusement la densité des liqueurs utilisées pour les séparer des sédiments minéraux desquels on les extrait.

En effet, la densité des liqueurs varie arbitrairement d'un auteur à l'autre entre les valeurs 2 et 2,5 (d'après B. Frenzel (1964)).

(\*) Communication présentée le 30 avril 1973, manuscrit déposé le 15 mars 1973.

Nous remercions vivement les Professeurs P. MACAR, A. PISSART et W. MULLENDERS, ainsi que MM. A. MUNAUT, B. BASTIN, F. DAMBLON et G. WOILART du Laboratoire de Palynologie de l'Université de Louvain. Par leurs critiques et leurs conseils tous nous ont aimablement aidé dans la réalisation de ce travail.

(\*\*) Laboratoire de Géologie et Géographie Physique de l'Université de Liège, Place du Vingt-Août, Liège.

D'une part, plusieurs mesures de densité ont été effectuées à ce jour sur des pollens actuels :

— P. H. GREGORY (1961) rassemble des mesures effectuées sur des pollens et spores frais par divers chercheurs : Buller A. H. R. (1909), Zeleny J. and Mac Keehand L. W. (1910), Pohl Fr. (1937), Yarwood C. E. (1952), Weinhold A. R. (1955). La densité varie très fort d'une espèce à l'autre. Les valeurs extrêmes sont 0,391 pour *Pinus Sylvestris* et 1,53 pour *Polytrichum*.

— J. R. FLENLEY (1971) introduisit des pollens frais acétolysés dans une colonne à gradient de densité et trouva de très légères différences suivant les espèces. Ses valeurs extrêmes sont 1,416 et 1,435.

D'autre part, il est bien connu que la densité des tourbes, lignites et houilles augmente dans le temps en conséquence de leur évolution chimique.

Dans Calembert L. et Pel J. (1969), nous trouvons les valeurs suivantes :

tourbe : environ 1

lignite : 1 à 1,3

houille : 1,2 à 1,3

Anthracite : 1,3 à 1,7

Dans nos recherches, nous avons remarqué que la distribution de la fréquence des différents éléments végétaux en fonction de la densité est identique pour un même niveau géologique holocène ou würmien.

Dès lors, nous n'avons pas isolé les spores et pollens des autres particules organiques de même niveau stratigraphique.

## II. MÉTHODE ET APPAREIL DE DÉTERMINATION (figure 1).

Pour nos déterminations, nous avons utilisé la méthode dite, de la colonne à gradient de densité. Elle est bien connue des minéralogistes (PARFENOFF et al., 1971; MULLER L. D., and BURTON C. J., 1965).

Pour réaliser cette colonne, nous avons utilisé un appareil conçu par J. C. DUCHESNE au Laboratoire de Géologie, Pétrologie et Géochimie de l'Université de Liège. Pour faciliter la compréhension de notre texte, J. C. DUCHESNE nous a autorisé à décrire l'appareil qu'il a mis au point. Nous l'en remercions très vivement.

L'appareil se compose, de haut en bas, d'un agitateur électrique, d'un entonnoir dont le tube aval traverse le bouchon, d'un flacon à décantation et d'une burette.

On utilise deux liquides miscibles dont les densités sont respectivement inférieure et supérieure à la valeur recherchée. Pour nos déterminations, nous avons utilisé du bromoforme ( $d = 2,85$ ) et de l'acétone ( $d = 0,79$ ).

Une quantité de liqueur dense adaptée au gradient que l'on veut établir est introduite dans le flacon à décantation. Ce flacon est alors fermé à l'aide du bouchon

$$(*) \text{ Vitesse de chute} = \frac{2g(m_1 - m_0)r^2}{9\eta} \text{ avec}$$

$g$	= accélération de la pesanteur
$m_1$	= la masse spécifique de la particule
$m_0$	= la masse spécifique du liquide
$r$	= le rayon de la particule
$\eta$	= la viscosité du liquide.

et de son entonnoir. et de façon que l'extrémité de celui-ci plonge dans la liqueur dense. Le liquide de faible densité est versé dans l'entonnoir. L'agitateur électrique, dont la tige plonge dans le flacon à décantation à travers l'entonnoir, est mis en marche. Il faut ensuite laisser couler goutte à goutte le long de la paroi de la burette la solution contenue dans l'ampoule à décantation.

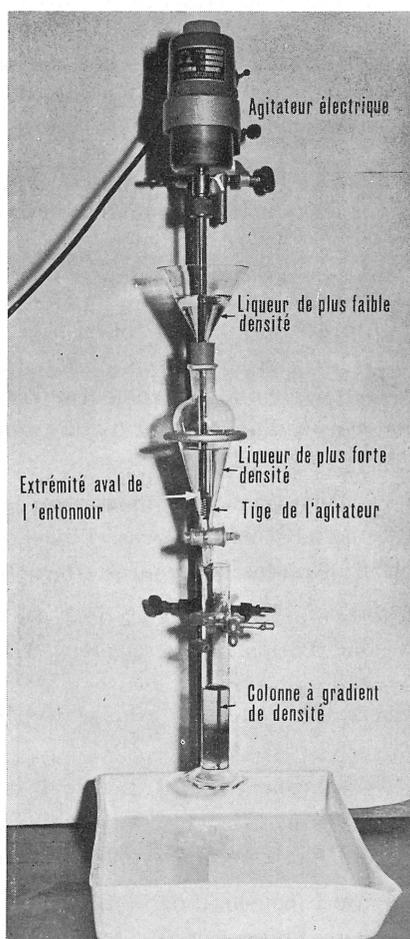


Fig. 1. — Appareil de réalisation du gradient de densité conçu par J. C. DUCHESNE (Laboratoire de Géologie, Pétrologie et Géochimie de l'Université de Liège).

De cette façon, la liqueur pénètre dans le flacon à décantation avec un débit égal à celui selon lequel celui-ci se vide. L'agitateur électrique assure l'homogénéisation permanente des deux liquides contenus dans le flacon pendant toute la durée de l'expérience.

Dans ces conditions, la densité du mélange contenu dans l'ampoule diminue progressivement et conséquemment il s'établit dans la burette un gradient de densité décroissant du bas vers le haut.

Des étalons de densité connue sont alors introduits dans la colonne de façon à pouvoir graduer le gradient de densité.

La burette doit être fermée par un bouchon si l'on veut empêcher la destruction du gradient par un mouvement de convection provoqué par l'évaporation de l'acétone.

### III. LES ÉCHANTILLONS ÉTUDIÉS

Parmi les cinq échantillons choisis, quatre ont été prélevés dans une même coupe de façon à nous placer dans les conditions d'application de la loi de Hilt (\*). Cette coupe est située en Campine à Huybergen; elle a été décrite par J. De Ploey (1961).

Le cinquième échantillon est un sable humifère d'âge Landenien prélevé à Grand-Hallet. Les conditions d'évolution chimique de la fraction humifère ont peut-être été différentes de celles des quatre premiers.

On peut donc émettre des réserves sur la valeur comparative de cet échantillon. Toutefois, les mesures de densité dont il a fait l'objet infirment les conclusions obtenues sur les 4 tourbes würmiennes ou holocènes.

Pour chaque échantillon, nous citons dans l'ordre de fréquence pour les A.P. et les N.A.P., les pollens et spores que nous y avons observés.

Enfin, nous affectons chacun d'un numéro d'ordre qui nous permettra de les désigner simplement dans nos textes et figures.

Éch. 1. : Diverses matières végétales mortes ramassées à la surface du sol.

*A.P.* Alnus, Corylus, Betula, Quercus, Pinus, Fagus, Tilia, Ulmus.

*N.A.P.* Calluna, Cypéracées, Graminées, Dryopteris.

Éch. 2. : Horizon A<sub>2</sub> du podzol actuel (couche 7 de J. De Ploey).

*A.P.* Alnus, Corylus, Betula, Pinus, Quercus, Tilia, Ulmus, Fagus, Salix, Carpinus.

*N.A.P.* Graminées, Dryopteris, Calluna, Cypéracées, Chénopodiacées, Pteridium.

Éch. 3. : Tourbe d'âge Allerød (couche 5 de J. De Ploey).

*A.P.* Alnus, Pinus, Betula, Corylus, Salix, Quercus.

*N.A.P.* Cypéracées, Graminées, Dryopteris, Ericacées, Empetrum.

Éch. 4. : Tourbe d'âge Würm I (couche 2 de J. De Ploey).

*A.P.* Alnus, Quercus, Pinus, Corylus, Salix.

*N.A.P.* Empetrum, Graminées, Ericacées.

Éch. 5. : Lignite d'âge landenien : stérile en spores et pollens (\*\*).

(\*) Loi de Hilt : « suivant une verticale donnée d'une série houillère concordante, le rang des charbons augmente avec la profondeur ». Nous n'hésitons pas à la citer ici, car nous estimons les processus d'évolution des tourbes et des houilles qualitativement identiques.

(\*\*) Nous avons traité séparément un autre échantillon d'âge Paléocène contenant notamment des spores triplanes et des Normapollens. La densité moyenne de l'ensemble de cet échantillon était 2,12.

#### IV. INTRODUCTION DES ÉCHANTILLONS DANS LA COLONNE A GRADIENT DE DENSITÉ

Quelle que soit la préparation qu'ils ont subie, les échantillons doivent être introduits à l'état pulvérulent et sec. Le séchage se fait à l'étuve à 105° et la pulvérisation au pilon dans un creuset en porcelaine.

Dans ces conditions, on peut espérer qu'aucune inclusion liquide ou gazeuse ne perturbe les mesures.

La poudre est versée au sommet de la colonne et chaque particule descend puis se stabilise à un niveau dont la densité est légèrement inférieure à la sienne propre. Ceci provient du fait que pendant leur chute les particules absorbent une faible quantité de liquide des couches supérieures moins denses. L'erreur ne dépasse cependant pas le dixième d'unité.

Pour obtenir une valeur plus précise on doit alors, connaissant cette densité approximative par défaut, réaliser une autre colonne dans laquelle on versera la poudre au moment où se constitue l'étage correspondant à sa densité supposée exacte. Si l'on remarque encore une migration des particules après introduction, on peut répéter l'opération plusieurs fois jusqu'à trouver la densité exacte au millième près.

#### V. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Les échantillons doivent être traités de façon à éliminer les ciments qui sont susceptibles de les enrober et toutes les particules minérales avec lesquelles ils pourraient flocculer.

Nous avons utilisé l'acide chlorhydrique pur pour attaquer des ciments calcaireux ou ferrugineux et l'acide fluorhydrique pour éliminer la silice.

Nous avons soumis aux traitements suivants 3 fractions d'une même tourbe :

Traitement 1 : séchage à l'étuve 105° pendant 24 heures.

Traitement 2 : attaque par HF 40 % à chaud 10'.

Traitement 3 : attaque par HCl pur à chaud 10'.

Les préparations 2 et 3 ont en outre été centrifugées, rincées à l'eau, centrifugées à nouveau et séchées à l'étuve.

Les 3 préparations ont été pulvérisées au creuset à pilon.

Les mesures de densité appliquées à chaque préparation ont donné les résultats suivants :

Traitement 1 : 1,98

Traitement 2 : 1,64

Traitement 3 : 1,97

Sur la base de cet exemple, nous remarquons la nécessité de débarrasser les éléments organiques de leur environnement minéral sous peine d'obtenir des valeurs de densité anormalement élevées.

En conséquence, nous avons soumis chacun de nos 5 (§ III) échantillons au traitement suivant :

- 1° Élutriation (E. JUVIGNÉ, 1973) : élimination de la fraction minérale grossière  $> 46 \mu$ .
- 2° Décantation et centrifugation de la fraction fine humifère.
- 3° Attaque HCl pur à chaud 10' : dissolution des ciments calcareux, ferrugineux.
- 4° Centrifuger et verser les liquides.
- 5° Attaque HF 40 %, 10' : dissolution des minéraux siliceux.
- 6° Centrifuger et verser les liquides.
- 7° Rinçage à l'HCl pur à froid pour éviter la formation des cristaux d'oxyde de fluor.
- 8° Centrifuger et verser les liquides.
- 9° Rinçage à l'eau pour éliminer la plupart des restes d'HCl.
- 10° Centrifuger et verser les liquides.
- 11° Deux rinçages à l'acétone pour absorber l'eau qui est non miscible dans le bromoforme.
- 12° Chaque fois centrifuger et vider les liquides.
- 13° Séchage à l'étuve 105°, 3 heures minimum.
- 14° Pulvérisation au creuset à pilon.
- 15° Mixage dans un mélange de bromoforme et d'acétone de densité 2,5.
- 16° Centrifugation dans le liquide de façon à éliminer les particules minérales qui auraient échappé à l'attaque par HF 40 %.
- 17° Deux rinçages à l'acétone pour éliminer les traces de bromoforme.
- 18° Chaque fois centrifuger et vider.
- 19° Sécher à l'étuve 105°, 3 heures minimum.
- 20° Pulvériser au creuset à pilon.

#### VI. MESURES ET RÉSULTATS

La figure 2 illustre une de nos expériences. Dans cette colonne à gradient de densité sont inclus les échantillons 1, 2, 4 et 5 (revoir § III).

Pour chacun nous avons pu observer une répartition gaussienne de la fréquence des particules entre deux valeurs extrêmes avec chaque fois une forte concentration dans un intervalle de densité assez faible.

Le graphique de la figure 3 résulte de l'observation directe des gradients et aussi de l'étude microscopique de prélèvements effectués à tous les niveaux par vidange des tubes à la base.

En fonction de ces résultats, nous défendons l'idée que la densité des pollens et des spores fossiles augmente dans le temps.

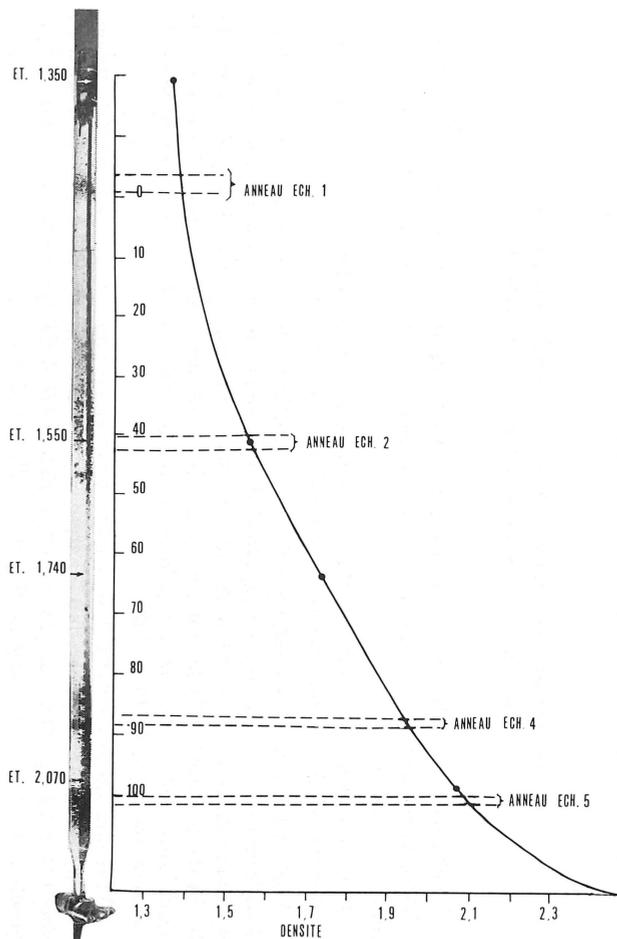


Fig. 2. — Mesure de la densité de quelques tourbes y compris leurs spores et pollens.

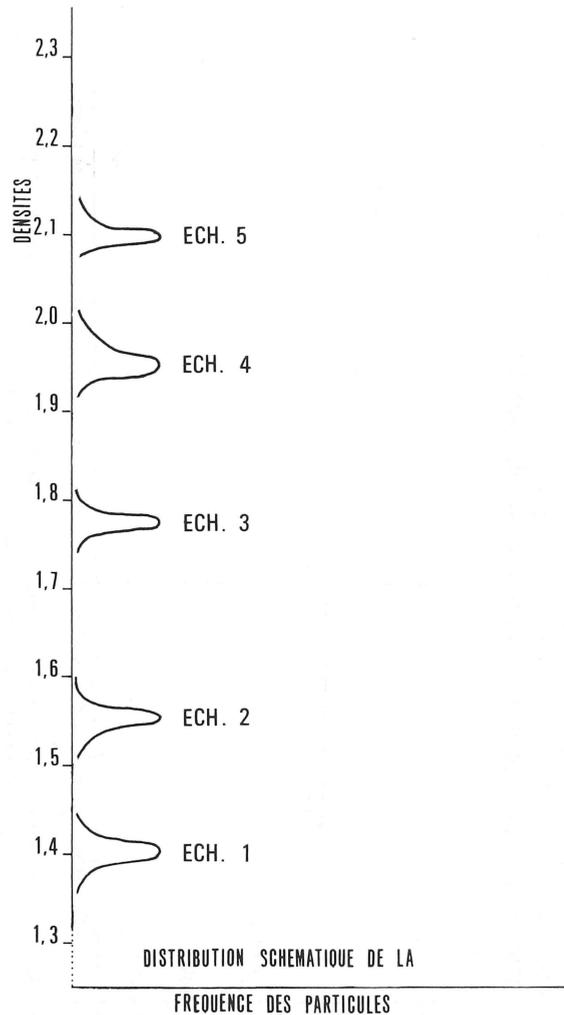


Fig. 3. — Distribution de la densité de 5 spectres polliniques répartis entre la période actuelle et le landenien.  
Remarque : l'échantillon 3 a été introduit dans une autre colonne et ne figure donc pas sur cette photo.

Nous proposons à la figure 4 une courbe d'évolution de la densité basée sur nos résultats. Nous pensons que cette courbe tend vers une valeur maximum de 2,2 qui correspond à la densité du carbone pur. Il est effectivement logique de penser que, conformément à l'évolution des houilles, les produits volatiles s'éliminent progressivement et que, pratiquement, seul le carbone fixe subsiste.

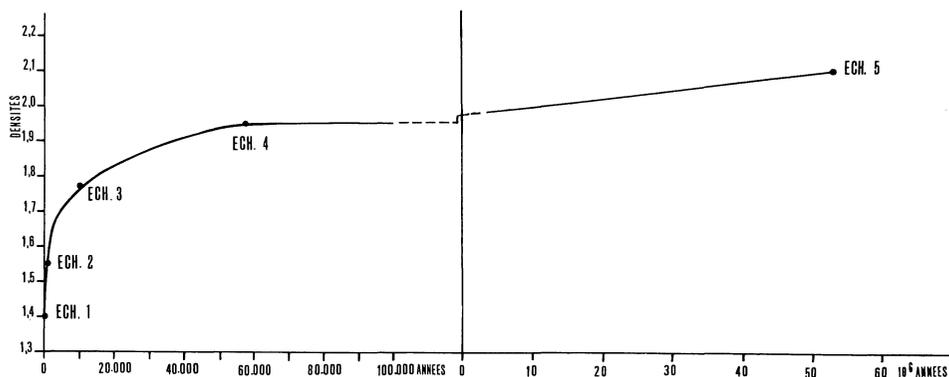


Fig. 4. — Essai d'une courbe d'évolution de la densité des exines de spores et pollens pendant le quaternaire et le tertiaire.

La courbe de la figure 4 n'a pas la prétention de pouvoir être utilisée comme un moyen de datation des spores et pollens quaternaires parce que nous n'avons pas encore étudié l'influence des milieux locaux de sédimentation et de conservation sur l'évolution de la densité des débris humifères.

#### VII. ÉTUDE DÉTAILLÉE DE LA DENSITÉ DES EXINES DE QUELQUES ESPÈCES D'ÂGE HOLOCÈNE

L'échantillon étudié est un horizon limoneux humifère de la vallée de la Soor.

Pour l'étudier, nous avons réalisé une colonne dont le gradient varie entre les valeurs 2,2 et 1,1.

Nous avons utilisé pour cela 250 cc de deux mélanges différents de bromoforme et d'acétone, dont les densités sont respectivement 2,2 et 1,0.

Après 24 heures, les particules étaient stabilisées (fig. 5) et nous avons prélevé intégralement cette colonne en pipetant des tranches de 10 cc du sommet à la base. Les échantillons 1 à 6 et 21 à 29 ne contenaient aucun pollen. Il résulte donc de l'observation directe de la colonne à gradient et de l'examen microscopique des échantillons que la densité des pollens traités ici varie de 1,320 à 1,900 et présente un maximum entre 1,640 et 1,690.

Dans chacun des échantillons 7 à 20, nous avons compté 100 pollens et le même spectre pollinique est apparu dans chaque cas. Il était composé des espèces suivantes : *Fagus* (18 à 22 %), *Quercus* (18 à 23 %), *Betula* (16 à 21 %), *Graminées* (9 à 12 %), *Dryopteris* (8 à 11 %), *Corylus* (6 à 9 %), *Pinus* (3 à 7 %).

Les autres espèces représentaient, ensemble, moins de 9 % environ des pollens.

Nos essais établissent donc qu'au sein du spectre pollinique étudié, à âge égal, toutes les espèces étudiées ont pratiquement la même répartition de densité.

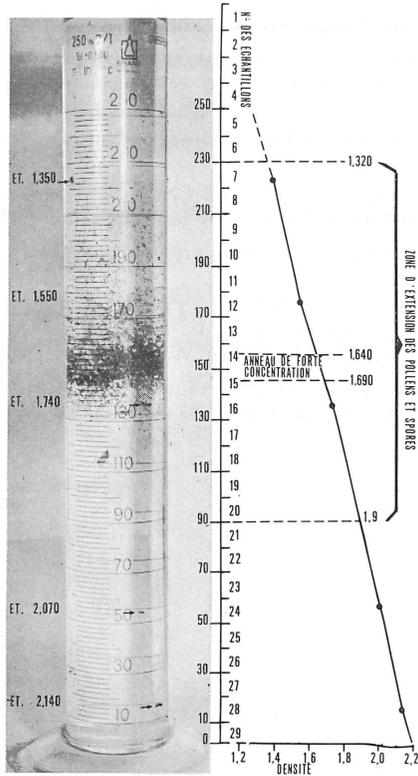


Fig. 5. — Mesures détaillées de la densité des exines de quelques spores et pollens d'âge holocène.

### VIII. CONCLUSION

L'intérêt de ce travail est double.

Il va permettre de choisir judicieusement la densité des liqueurs avec lesquelles on sépare les pollens des sédiments. Nous conseillons d'adopter systématiquement une densité supérieure à 2,2 de façon à ne pas connaître d'échec consécutif à une faute d'interprétation concernant l'âge de la couche étudiée.

Concernant la stratigraphie du Quaternaire, nous espérons que les études que nous poursuivons nous permettront de connaître l'évolution de la densité des spores et pollens en fonction des milieux locaux dans lesquels ils ont évolué. A cette condition la connaissance de cette valeur pourrait devenir un moyen de datation absolue des niveaux dans lesquels on les prélève.

## BIBLIOGRAPHIE

- CALEMBERT L. et PEL J., 1969. — Introduction à la Géologie de l'Ingénieur. *Fac. Sc. Appl. Univ. Liège*, Éd. Derouaux, 290 p., Liège.
- DE PLOEY J., 1961. — Morfologie en Kwartair-Stratigrafie van de Antwerpse Noordkempen. *Acta Geographica Lovaniensia*, Vol. 1.
- GREGORY P. H., 1961. — The microbiology of the atmosphere. Leonard Hill, London. 252 pp.
- FLENLEY J. R., 1971. — Measurements of the specific gravity of the pollen exine. *Pollen and spores*, vol. XIII, n° 1.
- FRENZEL B., 1964. — Zür pollenanalyse von Lössen Untersuchungen der Lössprofile von Oberfellabrunn und Stillfried. *Eiszeitalter und Gegenwart*, 15, pp. 5-39.
- JUVIGNÉ E., 1973. — Une méthode de séparation des pollens fossiles. *Ann. Soc. Géol. Belg.* T. 96, pp. 253-262.
- MULLER L. D. and BURTON C. J., 1965. — The heavy liquid density gradient and its applications in ore-dressing mineralogy. Paper n° 49, presented at the VIII Commonwealth Mining and Metallurgy Congress. Australia and New-Zeeland.
- POHL Fr., 1937. — Die Pollenkorngewichte einiger windblütiger Pflanzen und ihre ökologische Bedeutung. *Beih. Bot. Zentralbl.*, 57 A, 112-172.