

CINQUIÈME CONGRÈS INTERNATIONAL  
DE STRATIGRAPHIE  
ET DE GÉOLOGIE DU CARBONIFÈRE

---

PARIS : 9 - 12 septembre 1963

---

COMPTE RENDU

---

EXTRAIT

---



## UTILISATION DES ULTRASONS A DIVERS STADES DE LA TECHNIQUE D'EXTRACTION DES SPORES D'UNE ROCHE DETRITIQUE \*

M. STREEL

Dr. Sc. bot., Chef de travaux au Service de Paléontologie végétale de l'Université de Liège (Belgique)

### INTRODUCTION

Depuis quelques années, les ultrasons font partie de l'arsenal des moyens mis en œuvre pour isoler les sporomorphes des roches sédimentaires. FUNKHOUSER & EVITT (7) les utilisent sur une large échelle, pour dissocier les agrégats de fins débris insolubles ou prévenir leur flocculation. DUMAIT (5) ajoute que les ultrasons présentent l'avantage d'activer certaines réactions chimiques, ce qui permet d'éviter les inconvénients du chauffage.

Le plus souvent, on emploie les ultrasons pour lutter contre l'apparition dans les résidus de macération d'amas de débris fins de substances inorganiques qui, par leur constitution d'aspect colloïdal, empêchent l'aboutissement complet de certains processus chimiques et diluent la concentration des formes dans les préparations.

L'unanimité paraît réalisée quant à l'origine de ces débris fins : ils sont liés aux sédiments siliceux et résultent du traitement de la roche par HF. Plus précisément, la quantité de matières inorganiques insolubles à HF augmenterait principalement en proportion du contenu de la roche en minéraux argileux (3,15)<sup>(1)</sup>. Ces débris posent un problème technique quelque soit l'état de consolidation et de métamorphisme de la roche, dans les sédiments d'âge récent (2,5,14) comme dans les sédiments paléozoïques (3,17). Le statut chimique de ces produits insolubles paraît complexe : fluosilicates d'Al (17); fluorure

(1) Il faut noter que pour des sédiments siliceux plus ou moins carbonatés, le déplacement préalable des carbonates par HCl, doit être complet (18) si l'on veut éviter, lors du traitement en HF, de voir se former à côté des insolubles d'origine argileuse, d'autres composés, peu solubles, comme le fluorure de Ca (16). Selon STAPLIN et Collab. (20), le traitement par HCl peut rendre insolubles des composés d'Al, Ti et Fe.

double de Ca, Mg, Na et K (15); fluosilicates de K, oxyfluorure d'Al et fluoaluminate de K (6).

Les techniques utilisées pour tenter d'éliminer ce « gel de silice » ressortissent soit de procédés chimiques, soit de procédés mécaniques. Souvent les premiers se révèlent peu efficaces comme le traitement par l'HCl (18) après l'attaque par HF, ou trop sévères comme les méthodes (3,10) utilisant à plusieurs reprises des oxydants puissants tels que l'acide nitrique fumant. Les procédés mécaniques : séparation par liquide dense, courte centrifugation, tourbillon, etc... (7) se heurtent tous à la dissociation préalable entre spores et flocons d'insolubles inorganiques. Seuls, les ultrasons paraissent capables de la réaliser.

### FRÉQUENCES PROPOSÉES PAR LES AUTEURS ET RÉSULTATS

FUNKHOUSER & EVITT (7) qui se servent d'un appareil produisant des fréquences de l'ordre de 30-50 KC n'ont jamais constaté de dégâts aux microfossiles isolés qui soient imputables à l'intervention des ultrasons. ALPERN (1), avec un générateur d'une fréquence de 38 à 43 KC obtient des résultats inégaux selon le type de sédiment. Bons pour des schistes du Houiller, les résultats sont mauvais, d'après l'auteur, pour des schistes siluriens. DUMAIT (5), par une expérience astucieuse, démontre que les fréquences ultrasoniques (100 KC, 250 KC et 500 KC), en elles-mêmes, ne détruisent guère des pollens récents acétolysés et propose que ce sont les particules de dimensions égales ou inférieures aux pollens, qui, entraînées en une agitation violente, provoquent des destructions importantes. STAPLIN et Collab. (20, additional notes) considèrent, eux, que les ultrasons (la fréquence n'est pas précisée) détruisent parfois les fossiles surtout ceux des

(\*) Communication présentée par M. STREEL; séance présidée par M. ARMSTRONG.

1) à un renforcement de l'action d'un agent chimique par l'utilisation d'ultrasons;

2) à une action destructrice des fréquences ultrasoniques elles-mêmes sur la matière organique.

Ces effets qui résultent d'un *long* traitement en ultrasons (40 minutes), se produisent quelle que soit la fréquence ultrasonique utilisée et indépendamment des phénomènes apparents de cavitation. En effet, en ce qui concerne la première conclusion, ces phénomènes, entraînant un brassage des particules, ne peuvent agir qu'à la fin de l'expérience et, en ce qui concerne la deuxième conclusion, des matières organiques ayant subi une érosion mécanique bien plus violente que celle provoquée par les hautes fréquences ultrasoniques se montrent cependant plus résistantes aux oxydants que celles qui ont reçu des ultrasons.

### SÉPARATION DES PHASES ORGANIQUES ET MINÉRALES

Elle se fait en deux temps. Une première séparation par centrifugation à faible vitesse en liquide dense permet d'isoler d'une part un culot formé de la fraction grossière des matières minérales, d'autre part une suspension de matière organique et de « gel de silice ». La séparation des matières organiques et du « gel » s'effectue par des centrifugations à faibles vitesses dans l'eau additionnée d'un agent dispersant.

Le succès du procédé dépend du degré de dispersion des particules dans chacun de ces milieux. En particulier, la dissociation du « gel de silice » et des spores n'est réalisable que par les ultrasons.

Les 3 fréquences ultrasoniques disponibles sont ici appliquées à cette tâche de dispersion. Le choix de la fréquence donnant le meilleur résultat repose sur une estimation, pour chaque essai, du nombre de types différents de sporomorphes entiers et du nombre de fragments. Dans ce but, la classification morphologique soviétique, très simple, est provisoirement<sup>(1)</sup> adoptée. 11 types de spores sont notés. (Voir planche II). Le procédé utilisé pour donner à cette estimation des fondements statistiques valables est une adaptation à nos besoins de la technique de BENNINGHOFF (4). On introduit dans le résidu de macération, préalablement au montage des lames, une quantité connue d'un pollen exotique dont la morphologie ne peut être en

aucun cas confondue avec les sporomorphes du sédiment étudié. Les pollens sont comptés dans les préparations parallèlement aux formes indigènes. Le rapport entre le nombre de pollens exotiques comptés dans la préparation et le nombre introduit dans le résidu de l'échantillon permet de calculer la proportion de résidu examiné par rapport au résidu total. Bien que le détail des manipulations que nous proposons (Voir annexe 1) comporte moins de sources d'erreurs que celui proposé par BENNINGHOFF (4), des précautions doivent être prises pour homogénéiser convenablement le résidu. Ici encore, les ultrasons interviennent.

3 échantillons (1 par fréquence) ont subi l'enchaînement des opérations détaillées en annexe 2, recevant au total 15 minutes d'ultrasons chacun. Pour chaque fréquence le comptage des formes est effectué dans 6 préparations sur lesquelles on fait systématiquement un certain nombre de parcours transversaux jusqu'à l'identification de 100 spores. Les formes opaques et les fragments de spores sont comptés séparément. Les résultats sont consignés dans le tableau ci-dessous. En tenant compte du rapport  $\frac{\text{pollen exotique compté}}{\text{pollen exotique introduit}}$ , on calcule que la quantité de résidu examinée dans les préparations a été dans ce cas, approximativement égale à 1 % du résidu total.

Le résultat le plus apparent concerne le nombre de spores intactes isolées par gramme de roche. Il est fonction de la fréquence ultrasonique reçue, la fréquence la plus basse donnant, contrairement à notre attente, le meilleur résultat (2 091 spores/gr roche).

Notre choix s'était porté antérieurement sur la fréquence la plus élevée parce que nous avions observé, à cette fréquence, la plus forte proportion de spores bien oxydées par rapport au résidu total. Le tableau confirme cette observation puisqu'à la fréquence 1 MC, on obtient le plus de spores identifiables par rapport au total des spores entières isolées (Le rapport est environ de 1/2, alors qu'il est approximativement de 1/3 pour la fréquence 100 KC et de 1/4 pour la fréquence 25 KC). Mais, à défaut d'introduire des pollens exotiques dans les résidus pour faciliter les comptages, nous n'avions pu, jusqu'ici nous faire une idée exacte du nombre total de spores isolées.

Ce résultat ne consacre pas pour autant la plus basse fréquence comme offrant la meilleure capacité de dispersion.

En réalité, les différences constatées ici entre les résultats de chaque fréquence n'affectent pas tellement le nombre de spores entières identifiables (de 445 à 568 sp./gr. roche) mais bien le

(1) Les spores seront décrites ultérieurement et incorporées dans le système plus élaboré et amendé de POTONÉ et KREMP.

	Spores entières			Fragments		
	1 MC	100 KC	25 KC	1 MC	100 KC	25 KC
Nombre de pollens exotiques introduits . . . .	120 401	134 599	114 574			
Nombre de pollens exotiques comptés . . . . .	1 352	1 220	1 008			
Nombre total des spores entières . . . . .	186	273	368			
Nombre de spores entières opaques . . . . .	86	173	268			
Nombre de spores identifiables . . . . .	100	100	100			
Nombre de fragments de spores, identifiables				218	292	204
<i>Trachytriletes</i> fo. B . . . .	0	0	0	14	23	39
<i>Archaeotriletes</i> . . . . .	0	0	1	0	0	0
<i>Archaeozonotriletes</i> . . . .	0	2	3	2	0	0
<i>Hymenozonotriletes</i> . . . .	0	1	0	2	3	0
<i>Leiotriletes</i> . . . . .	6	23	17	8	10	13
<i>Phyllothecotriletes</i> . . . .	10	3	7	10	13	15
<i>Trachytriletes</i> fo. A . . . .	16	7	15	42	30	18
<i>Lophotriletes</i> . . . . .	60	60	53	94	130	92
<i>Acanthotriletes</i> . . . . .	2	1	0	12	40	12
<i>Retusotriletes</i> fo. A . . . .	4	3	4	32	43	31
<i>Retusotriletes</i> fo. B . . . .	2	0	0	2	0	0
Pourcentage de résidu, examiné . . . . .	1,12 %	0,91 %	0,88 %			
Nombre total de spores entières estimé/g. roche	828	1 506	2 091			
Nombre de spores entières opaques . . . . .	383	954	1 523			
Nombre de spores identifiables . . . . .	445	552	568			

nombre de spores entières opaques pour lesquelles l'oxydation est insuffisante (de 383 à 1 523 sp./gr. roche).

Pour comprendre ce fait, il est bon de rappeler que cette roche peut contenir des matières organiques (dont les spores) à différents stades de fossilisation et notamment différents stades d'oxydation naturelle. Des formes identiques aux fig. 23, 19 et 21 ou aux fig. 24, 25 et 26 sont fréquemment réunies dans une même préparation. Une fraction seulement de la population totale de spores est amenée à un degré convenable de transparence par l'oxydation standard (2 heures de SCHULZE) que subissent les 3 échantillons. L'autre fraction de la population reste opaque ou alors est détruite par excès de macération. Les résultats calculés peuvent donc signifier que les formes les moins oxydées naturellement sont les plus atteintes par les hautes fréquences ultrasoniques soit qu'elles soient sélectivement brisées par la turbulence créée par les phénomènes de cavitation, soit aussi qu'elles se fragmentent ultérieurement, lors du passage dans le mélange de SCHULZE, comme nous l'avons déjà observé précédemment pour les grandes spores. Il est indéniable que certaines spores ne peuvent être traitées aux oxydants forts avant d'être détruites. La fig. 21 prouve que les stigmates d'un excès de macération peuvent être observés sur des formes dont l'exine est restée opaque.

Une autre explication des résultats peut être

tentée en considérant que toutes les spores (à n'importe quel stade de fossilisation) sont susceptibles d'être brisées par l'agitation violente du milieu, entretenue aux très hautes fréquences, mais que l'érosion des exines permet ensuite l'oxydation d'une plus grande proportion de formes restées entières. En effet, on constate dans le résidu qui a subi la fréquence d'1 MC, la proportion la plus importante de formes érodées comme celle de la fig. 20.

Il est hasardeux de vouloir faire un choix entre ces interprétations. Elles ne s'excluent d'ailleurs pas.

Quoiqu'il en soit, la turbulence du milieu est responsable de la destruction des exines les plus fragiles : *Trachytriletes* fo. B (fig. 15) n'a pu être isolé entier dans les expériences utilisant les ultrasons. Même le nombre de fragments identifiables diminue si on utilise les hautes fréquences. Cette fragilité paraît commune à toutes les formes dont l'exoexine est plus ou moins plissée : *Archaeotriletes*, fig. 25; *Archaeozonotriletes*, fig. 28; *Hymenozonotriletes*, fig. 27; et surtout *Leiotriletes*, fig. 10.

A ces destructions correspond probablement une légère surestimation du nombre de *Phyllothecotriletes* (fig. 11 et 12) et de *Trachytriletes* fo. A. (fig. 13 et 14) dans l'essai soumis à la fréquence 1 MC.

Enfin, certaines formes ne paraissent guère

affectées par le niveau de la fréquence ultrasonique reçue. Il en est de très résistantes comme *Lophotrilletes* (fig. 19 et 22) dont le rapport  $\frac{\text{nombre de fragments}}{\text{nombre de formes entières}}$  est petit (2/1), et de très fragiles comme *Retusotrilletes* fo. A. (fig. 16) pour laquelle ce même rapport est très grand (10/1).

A la suite de ces essais, nous concluons :

1) que l'accroissement des phénomènes apparents de cavitation, par l'érosion et la destruction des formes qu'ils entraînent, est un facteur limitant l'utilisation des hautes fréquences à des tâches de dispersion;

2) que toutes les spores n'acceptent pas de la même manière les traitements d'ultrasons. Leur comportement peut à la fois être spécifique et dépendre du degré de fossilisation atteint *in situ*.

### OXYDATION DE LA PHASE ORGANIQUE

Les essais précédents démontrent que l'oxydation de la phase organique est le stade le plus délicat de la macération des spores. Les spores trop oxydées sont d'habitude complètement détruites. Aussi on n'observe vraiment bien les effets d'une hyperoxydation que sur les formes qui présentent des perforations polygonales caractéristiques. Ces perforations de toutes tailles (fig. 18) sont probablement des empreintes de cristaux de pyrite. L'hyperoxydation entraîne une confluence des perforations voisines. Certaines parties de la spore sont plus sensibles à l'oxydation telles les *areae contagionis* du *Retusotrilletes* de la fig. 17.

ALPERN (1) utilise les ultrasons pour accélérer l'oxydation des spores dans le mélange de SCHULZE ou de LUBER. Les essais que nous avons réalisés, aux différentes fréquences, sur quelques grandes spores opaques, n'ont conduit qu'à leur destruction. La méthode de SCHULZE, l' $\text{HNO}_3$  fumant, etc., sont des oxydants trop sélectifs dans le cas de la roche étudiée ici. Le blanchissement des spores par KOH n'a jamais pu être mené à bien.

Des résultats encourageants ont été obtenus avec un oxydant faible, l'hypochlorite de soude

(8). Ainsi l'oxydation de la fraction fine des échantillons soumis au premier train d'essais (essais au stade de la dissociation dans HF) a demandé un séjour de 72 heures dans NaClO (25 %). Quelque soit la fréquence d'ultrasons préalablement subie, les résidus montrent tous des formes perforées par excès de macération et des formes opaques, mais celles qui sont oxydées sont très nettement blanchies par rapport aux formes comparables obtenues avec les oxydants forts.

15 minutes d'ultrasons sur 3 mêmes volumes de matières organiques (1 essai par fréquence) n'ont pas permis un raccourcissement appréciable du temps de macération en NaClO (25 %). Cependant, grâce à l'observation directe à la loupe binoculaire, en cours de traitement, on a pu constater aux fréquences de 100 KC et de 1 MC que le déclenchement des ultrasons était suivi immédiatement, et pendant un court moment, d'une libération de quelques flocons bruns de matières humiques solubles.

Les ultrasons (fréquence : 100 KC) pourraient tout au plus constituer le dernier terme d'une oxydation ménagée, commencée dans une solution de NaClO (25 %), éventuellement renouvelée après quelques heures, puis activée par l'adjonction de faibles quantités d'HCl (19).

### CONCLUSIONS

Pratiquement, il apparaît que dans les techniques de macération d'une roche détritique métamorphique, il ne faut utiliser les ultrasons que là seulement où tout autre technique se révèle inefficace : lors de la séparation du « gel » et des spores par exemple et aussi pour homogénéiser les résidus de macération avant le montage des lames. Le choix se portera de préférence sur une basse fréquence. Les hautes fréquences ne seront utilisées que pendant des temps extrêmement courts.

Remerciements. — Nous voulons exprimer d'abord notre gratitude à Mademoiselle LECLERCQ, professeur à l'Université de Liège, qui a bien voulu nous confier le matériel dont l'étude est entreprise ici. Nous remercions M. J. THOREZ, Lic. en Sc. géol. et Min. et MM. DISCRY et LIODE pour leur précieuse collaboration.

## Annexe 1

MÉTHODE UTILISÉE POUR L'INCORPORATION DE POLLENS EXOTIQUES  
AU RÉSIDU DE MACÉRATION ET POUR LE MONTAGE DES LAMES1) PRÉPARATION D'UNE SUSPENSION DE POLLEN  
DANS LA GÉLATINE GLYCÉRINÉE.

Les pollens (pollen frais d'*Alnus*) sont dispersés (soumis quelques dizaines de secondes aux ultrasons, fréq.: 1 MC, puissance maximum) dans de la gélatine glycinée à sa température de liquéfaction. La suspension est ensuite répartie dans des tubes de verre étroits (tubes à hémolyse), homogénéisée à nouveau et refroidie immédiatement dans un courant d'eau. Lorsque la gélatine est suffisamment solidifiée, elle est démolée et tronçonnée. Chacun des tronçons fait l'objet de 3 prélèvements distincts de 5 mg environ, pesés au dixième de mg près. Chaque prélèvement est alors étalé entre lame et lamelle et le nombre total de pollens compté. Un nombre moyen de pollens par mg de gélatine est établi pour chaque tronçon.

*Exemple* : un cylindre de gélatine séparé en 4 tronçons a donné les résultats suivants : 201 grains/mg pour le tronçon initialement situé à la base du tube, 227 grains/mg pour celui correspondant au sommet du tube et 222 grains/mg pour chacun des tronçons intermédiaires. Ces résultats obtenus avec un total de 12 286 pollens comptés, prouvent que, malgré une très légère tendance du pollen frais à monter à la surface

de la gélatine glycinée liquide, la prise de la gélatine a été suffisamment rapide et l'homogénéisation suffisante.

## 2) INCORPORATION DU POLLEN EXOTIQUE AU RÉSIDU DE L'ÉCHANTILLON.

Tout ou partie d'un tronçon de gélatine contenant les pollens, préalablement pesé au dixième de mg près, est fondu dans le tube destiné à conserver le résidu de l'échantillon macéré. La gélatine est solubilisée à l'eau chaude et éliminée par centrifugation à grande vitesse et décantation (2 x). Le résidu complet additionné d'un volume égal d'une solution à 2 % d'hydroxyethylcellulose est ajouté aux pollens et le mélange est homogénéisé d'abord avec un compte-gouttes (qui ne quitte pas le tube dans la suite des opérations), ensuite par un court séjour en ultrasons.

## 3) MONTAGE DES PRÉPARATIONS.

La technique de JEFFORDS & JONES (9) est utilisée. Cependant, avant chaque prélèvement d'une goutte de mélange à déposer sur la lamelle, ce mélange est agité avec le compte-gouttes d'abord, par 5 secondes d'ultrasons ensuite.

## Annexe 2

ENCHAINEMENT DES OPÉRATIONS DANS LA MÉTHODE D'EXTRACTION DES SPORES,  
ADAPTÉE À NOTRE ROCHE

## DISSOCIATION DES PHASES ORGANIQUES ET MINÉRALES.

1) Dans HF 40 % « à froid » pendant 15 heures, suivi par 2 lavages à l'eau distillée (centrifugation à grande vitesse — 5 minutes à 3 500 t./m — et décantation).

## SÉPARATION DES PHASES ORGANIQUES ET MINÉRALES.

2) Répartition du résidu en plusieurs tubes de centrifugeuse, avec capes en polyéthylène; centrifugation à faible vitesse (1 minute à 1 100 t./m); décantation dont culot et partie liquide sont conservés séparément.

3) Immersion du culot en liquide dense ( $ZnCl_2$ , densité : 1,9); homogénéisation manuelle jusqu'à disparition des grumeaux formés aux centrifugations précédentes; dispersion par

*séjour de 5 minutes en ultrasons*, centrifugation à faible vitesse et décantation. On ne conserve que la suspension en liquide dense qui surmonte le culot.

4) Deux lavages de la suspension en liquide dense par de l'eau distillée additionnée de quelques gouttes d'HCl N pour éviter les précipités de  $Zn(OH)_2$  (centrifugation à faible vitesse et décantation dont on conserve à la fois le culot et la fraction liquide).

5) Centrifugation à grande vitesse des fractions liquides de 4) et décantation dont on conserve seulement le culot.

6) Réunion des culots formés en 4) et en 5) et dilution dans la suspension aqueuse conservée en 2) (on complète éventuellement à l'eau distillée). Addition de quelques ml d'agent dispersant



(solution à 2 % d'une poudre à basse viscosité d'hydroxyethylcellulose, utilisée également pour le montage des préparations) (9). Homogénéisation manuelle et dispersion par *séjour de 5 minutes en ultrasons* suivi immédiatement d'une centrifugation à faible vitesse et décantation immédiate. Seul le culot est conservé et l'opération recommencée 1 x.

## OXYDATION ET MONTAGE DES PRÉPARATIONS.

7) Oxydation par mélange (aqueux) de SCHULZE pendant 2 heures; centrifugation à faible vitesse et décantation (2 x). Pas de passage par KOH.

8) Homogénéisation avec pollens exotiques et montage des lames (voir annexe 1).

## BIBLIOGRAPHIE

- (1) B. ALPERN. — Méthode d'extraction des spores des roches du Houiller. *Pollen et spores*, vol. V, n° 1, pp. 169-177, mai 1963.
- (2) B. C. ARMS. — A Silica depressant method for concentrating fossile pollen and spores. *Micropaleontology*, vol. 6, n° 1, 1960.
- (3) B. E. BALME & C. W. HASSEL. — Upper devonian spores from the Canning Basin, Western Australia. *Micropaleontology*, vol. 8, n° 1, pp. 1 to 28, pl. 1-5, january 1962.
- (4) W. S. BENNINGHOFF. — Calculation of pollen and spore density in sediments by addition of exotic pollen in known quantities. *International Conference on Palynology-Abstracts*. Tucson 1962.
- (5) P. DUMAIT. — L'action des ultrasons sur les pollens. Note préliminaire. *Pollen et spores*, vol. IV, n° 1, pp. 175-180, mai 1962.
- (6) J. P. FORSMAN & J. M. HUNT. — Insoluble organic matter (kerogen) in sedimentary rocks. *Geochimica and Cosmochimica Acta*, vol. 15, pp. 170 to 182, 1958.
- (7) J. W. FUNKHOUSER & W. R. EVITT. — Preparation techniques for acid-insoluble microfossils. *Micropaleontology*, vol. 5, n° 3, pp. 369-375, text-figs. 1-2, july 1959.
- (8) W. S. HOFFMEISTER. — Sodium Hypochlorite, a new oxidizing agent for the preparation of microfossils. *Oklahoma Geology Notes*, 20 (2), pp. 34-35, 1960.
- (9) R. M. JEFFORDS & D. H. JONES. — Preparation of slides for spores and other microfossils. *Journal of Paleontology*, vol. 33, n° 2, pp. 344-347, 1959.
- (10) B. DE JEKHOVSKY. — Une technique standard de préparation des roches pour l'étude des microfossiles organiques. *Revue de l'I.F.P.*, vol. XIV, n° 3, mars 1959.
- (11) S. LECLERCQ. — Sporomorphes du Dévonien de Belgique. *Acad. Roy. Belg., Bull. Cl. Sc.*, 5° série, tome XLVI-4, 1960.
- (12) S. LECLERCQ & H. P. BANKS. — *Pseudosporochnus nodosus* sp. nov., a middle devonian plant with cladoxylalean affinities. *Palaeontographica*, Abt. B, 110, 1-34, April 1962.
- (13) P. MICHOT. — Classification et terminologie des roches lapidifiées de la série psammite-pélique. *Ann. Soc. Géol. Belg.*, T. 80, pp. 311-343, 1958.
- (14) J. MULLER. — Palynology of Recent Orinoco delta and shelf sediments (Reports of the Orinoco shelf expedition, vol. 5). *Micropaleontology*, vol. 5, n° 1, pp. 1-32, 1959.
- (15) W. L. NOREM. — Separation of spores and pollen from siliceous rocks. *Journal of Paleontology*, vol. 27, pp. 881-883, 1953.
- (16) W. L. NOREM. — An improved method for separating fossil spores and pollen from siliceous rocks. *Journal of Paleontology*, vol. 30, pp. 1258-1260, 1956.
- Techniques to Palaeobotany. *Annals of Botany, new series*, vol. 27, n° 106, April 1963.
- (17) A. REISSINGER. — Die « Pollenanalyse », ausgedehnt auf alle Sedimentgesteine der geologischen Vergangenheit. *I. Teil. Paleontographica*, Abt. B, 84, 1-19. 1939.
- (18) A. REISSINGER. — idem. *II. Teil, Paleontographica*, Abt. B, 90, 99-126, 1950.
- (19) J. F. RIGBY. — Application of Palynological
- (20) F. L. STAPLIN, S. J. POGOCK, J. JANSONIUS and E. M. OLIPHANT. — Palynological techniques for sediment (and Additional notes, May 1961). *Micropaleontology*, vol. 6, n° 3, pp. 329-331. July 1960.

## DISCUSSION

M. B. ALPERN. — Votre travail correspond au type d'étude qu'il est particulièrement intéressant de faire pour juger de l'action des ultra-sons. Cependant vous n'avez considéré qu'un seul cas, celui d'une roche inorganique du Dévonien. Je voudrais signaler que pour les charbons il arrive de constater un comportement mécanique des spores, très différent parfois d'une couche à l'autre. On peut donc s'attendre à ce que, pour des types de sédiments différents, le comportement aux ultra-sons conduise à des résultats notablement différents tant qualitativement que quantitativement. L'âge stratigraphique, les conditions à l'origine, le métamorphisme ultérieur jouent certainement un rôle important.

M. M. STREEL. — Nos conclusions sont valables pour la roche considérée. Il est très possible en effet, que d'autres roches réagissent différemment aux ultra-sons. On constate déjà dans un même échantillon la présence de spores à différents stades de fossilisation.



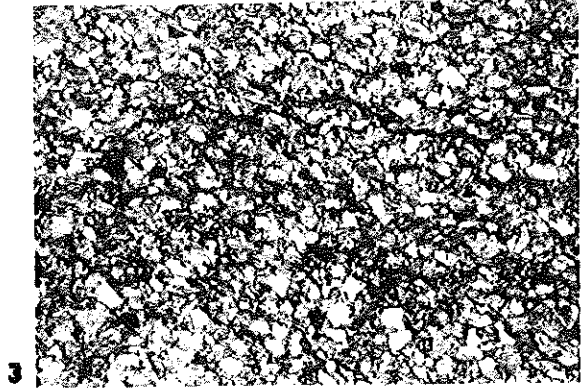
## PLANCHE I

- FIG. 1. — Empreintes de *Pseudosporochnus nodosus* LECLERCQ & BANKS (Pseud.) en partie dégagées du schiste psammitique. A : roche contenant de la matière organique fine (dont les spores).
- FIG. 2. — Vue en coupe de la roche montrée fig. 1. A : laies contenant des matières organiques fines. Pseud. : laies à *Pseudosporochnus nodosus* LECLERCQ & BANKS. Une microfaille est visible obliquement à la stratification.
- FIG. 3. — lame mince photographiée en lumière transmise non polarisée montrant un très léger litage des joints argileux contenant la matière organique dont les spores et le classement moyen des éléments corpusculaires de la roche. L'emplacement de la prise de vue est localisée Fig. 2.
- FIG. 4. — lame mince photographiée en lumière transmise non polarisée montrant l'hétérogranularité du sédiment qui accompagne la matière organique dans les laies à *Pseudosporochnus*. L'emplacement de la prise de vue est localisée Fig. 2.
- FIG. 5. — Grain prélevé dans la fraction grosse du résidu d'attaque de la roche par HF avec ultrasons (Fr. : 25 KC). a : matière organique.
- FIG. 6. — Idem. Aspect rugueux du grain provoqué par l'attaque de HF « en profondeur ». a : matière organique lacérée.
- FIG. 7. — Grain prélevé dans la fraction grosse du résidu d'attaque de la roche par HF en agitation permanente.
- FIG. 8. — Idem. Aspect mat des grains issus d'une partie oxydée de la roche.
- FIG. 9. — Grain prélevé dans la fraction grosse du résidu d'érosion de la roche en agitation permanente dans l'eau. a : matière organique lacérée. Ici, à défaut d'HF uniformisant la surface par son attaque, l'érosion des grains l'un par l'autre met en évidence le fin litage que l'on devine sur la fig. 3.

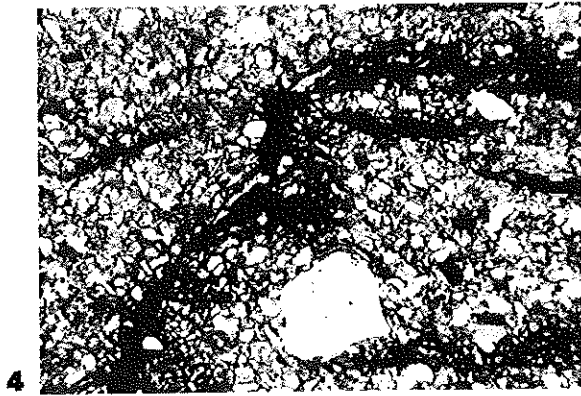
## PLANCHE II

- FIG. 10. — *Leiotriletes* Naum.
- FIG. 11. — *Phyllothecotriletes* Lubert.
- FIG. 12. — Idem.
- FIG. 13. — *Trachytriletes* Naum. fo. A, érodée
- FIG. 14. — *Trachytriletes* Naum. fo. A.
- FIG. 15. — *Trachytriletes* Naum. fo. B.
- FIG. 16. — *Retusotriletes* Naum. fo. A., érodée.
- FIG. 17. — Idem. Avec des perforations polygonales localisées à l'aréa contagionis.
- FIG. 18. — Fragment d'une grande spore montrant des perforations polygonales typiques, empreintes probables de cristaux de pyrite. a : perforations initiales.
- FIG. 19. — *Lophotriletes* Naum.
- FIG. 20. — Idem. Forme très érodée.
- FIG. 21. — Idem. Les perforations polygonales ont conflué entre elles, avant l'éclaircissement de la paroi de la spore.
- FIG. 22. — *Lophotriletes* Naum.
- FIG. 23. — Idem. Forme opaque.
- FIG. 24. — *Archaeotriletes* Naum. Forme opaque à appendices bifurqués (Cf. *Ancyrospora* Richardson)
- FIG. 25. — Idem. Fo. éclaircie.
- FIG. 26. — Idem. Les perforations polygonales affectent simultanément l'exoexine et l'intexine.
- FIG. 27. — *Hymenozonotriletes* Naum.
- FIG. 28. — *Archaeozonotriletes* Naum. (Cf. *Rhabdosporites* Richardson).





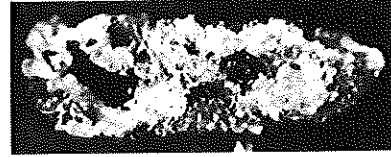
0,1 mm



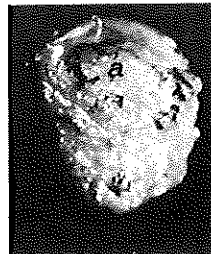
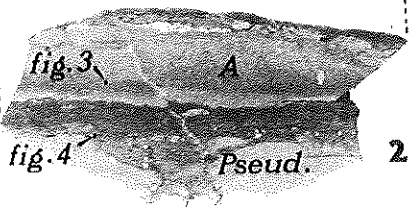
5



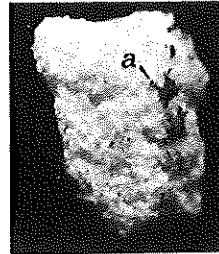
6



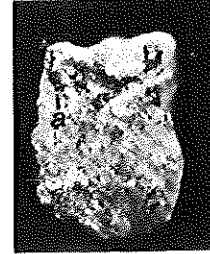
1 mm



7



8



9

