



LIÈGE université
ASTROBIOLOGY



Université
de Lille



PhD thesis prepared at:

University of Liège, Faculty of Sciences, UR Astrobiology, Early Life

Traces & Evolution-Astrobiology

Université de Lille, Ecole doctorale Science de la Matière, du Rayonne-

ment et de l'Environnement, Laboratoire d'Océanologie et Géosciences

***Investigating the texture, structure and composition
of putative Archean microfossils and associated
kerogen using petrographic and chemical analysis
with high spatial resolution***

A dissertation presented in fulfilment of the requirements for the degrees of:

Doctor in Sciences (U. Liège)

Docteur en Sciences de la Terre et de l'Univers (U. Lille)

by Maxime Coutant

23rd September 2024

Jury:

President: Prof. Gauthier EPPE (University of Liège - BE)

Reviewer: Prof. Jan-Peter DUDA (University of Göttingen - GER)

Reviewer/Secretary: Dr. Laurence LEMELLE (ENS-Lyon – FR)

Examiner: Dr. Johanna MARIN-CARBONNE (University of Lausanne – CH)

Supervisor: Prof. Emmanuelle J. JAVAUX (University of Liège – BE)

Co-Supervisor: Dr. Kevin LEPOT (University of Lille – FR)

Table of Contents

I. Introduction – State of the art.....	Erreur ! Signet non défini.
1 Introduction	Erreur ! Signet non défini.
2 Organic microstructures in chert	Erreur ! Signet non défini.
2.1 Filaments	Erreur ! Signet non défini.
2.1.1 Apex Chert, 3.46 Ga	Erreur ! Signet non défini.
2.1.2 Dense filaments	Erreur ! Signet non défini.
2.1.3 Other filaments (septate) and tubes (non-septate)	Erreur ! Signet non défini.
2.1.4 Filaments of the 2.52 Ga Gamohaan Formation	Erreur ! Signet non défini.
2.1.5 Ambient inclusion trails (AItS)	Erreur ! Signet non défini.
2.2 Spheres	Erreur ! Signet non défini.
2.2.1 Small spheres (less than ~10 µm)	Erreur ! Signet non défini.
2.2.1.1 Dresser Formation, 3.48 Ga	Erreur ! Signet non défini.
2.2.1.2 Strelley Pool Formation, ~3.4 Ga, and Farrel Quartzite, ~3 Ga	Erreur ! Signet non défini.
2.2.1.3 3.446 Ga Kitty’s Gap Chert	Erreur ! Signet non défini.
2.2.1.4 ~3.4 Ga Kromberg Formation	Erreur ! Signet non défini.
2.2.1.5 Other small spheroids	Erreur ! Signet non défini.
2.2.2 Larges spheres (more than 10 µm)	Erreur ! Signet non défini.
2.2.2.1 Overview	Erreur ! Signet non défini.
2.2.2.2 Strelley Pool Formation, ~3.4 Ga	Erreur ! Signet non défini.
2.2.2.3 Farrel Quartzite, ~3 Ga	Erreur ! Signet non défini.
2.2.2.4 Clearville Formation, ~3 Ga	Erreur ! Signet non défini.
2.2.2.5 Gamohaan Formation, 2.52 Ga	Erreur ! Signet non défini.
2.3 Lenses	Erreur ! Signet non défini.
2.3.1 General description	Erreur ! Signet non défini.
2.3.1.1 Flange structure	Erreur ! Signet non défini.
2.3.1.2 Central body	Erreur ! Signet non défini.
2.3.2 Chains of lenses	Erreur ! Signet non défini.
2.3.3 Lenses with appendages?	Erreur ! Signet non défini.
2.3.4 Abiotic counterparts?	Erreur ! Signet non défini.
3 Eoarchean Fe-oxide microstructures	Erreur ! Signet non défini.
4 Organic-walled microfossils in Archean shales and siltstones	Erreur ! Signet non défini.
5 (Dubio?)microfossils in carbonates	Erreur ! Signet non défini.
6 General conclusions	Erreur ! Signet non défini.
7 Main Scientific Questions and Investigations	Erreur ! Signet non défini.
II. Geological context & location of samples.....	Erreur ! Signet non défini.
1 Brief outline of the geological history of the Pilbara craton, Western Australia	Erreur ! Signet non défini.

2	Sample collection	Erreur ! Signet non défini.
3	Field mission: Chert sampling in the Pilbara Craton (Western Australia)	Erreur ! Signet non défini.
3.1	Sample locality 1	Erreur ! Signet non défini.
3.2	Sample locality 2	Erreur ! Signet non défini.
III. Methodology & Techniques		Erreur ! Signet non défini.
1	Sample preparation goals	Erreur ! Signet non défini.
2	Kerogen extraction/maceration	Erreur ! Signet non défini.
3	Field sampling for kerogen extraction:	Erreur ! Signet non défini.
3.1	Crushing:	Erreur ! Signet non défini.
3.2	Grain cleaning:	Erreur ! Signet non défini.
3.3	Acid maceration:	Erreur ! Signet non défini.
3.4	Extraction of soluble molecules from kerogen.	Erreur ! Signet non défini.
4	Transmitted light/Optical microscopy	Erreur ! Signet non défini.
4.1	General concept	Erreur ! Signet non défini.
4.2	Application	Erreur ! Signet non défini.
5	Confocal Laser Scanning Microscopy (CLSM)	Erreur ! Signet non défini.
5.1	General concept	Erreur ! Signet non défini.
5.2	Application	Erreur ! Signet non défini.
6	Raman spectromicroscopy	Erreur ! Signet non défini.
6.1	General concept	Erreur ! Signet non défini.
6.2	Application	Erreur ! Signet non défini.
7	Scanning Electron Microscopy	Erreur ! Signet non défini.
7.1	General concept	Erreur ! Signet non défini.
7.2	Application Secondary electron - Back-scattered electron and Energy Dispersive Xray Spectroscopy mode	Erreur ! Signet non défini.
7.3	Application Electron back-scatter diffraction	Erreur ! Signet non défini.
8	Transmitted Electron Microscopy	Erreur ! Signet non défini.
8.1	FIB milling	Erreur ! Signet non défini.
8.2	General concept	Erreur ! Signet non défini.
8.3	Application of Transmission electron microscope	Erreur ! Signet non défini.
8.4	Application of Scanning transmission electron microscope	Erreur ! Signet non défini.
8.5	Application Nano-diffraction using precession rotation beam	Erreur ! Signet non défini.
8.6	Application: Energy-filtered TEM	Erreur ! Signet non défini.
8.7	Application: High resolution (S)TEM	Erreur ! Signet non défini.
9	Laser assisted - Mass spectrometry	Erreur ! Signet non défini.
9.1	Laser desorption ionization - Mass spectrometry ($\mu\text{L}^2\text{MS}$)	Erreur ! Signet non défini.

9.1.1	General concept	Erreur ! Signet non défini.
9.1.2	Application	Erreur ! Signet non défini.
9.2	Laser Desorption Ionization – Fourier Transform Ion cyclotron resonance mass spectrometry	Erreur ! Signet non défini.
	Signet non défini.		
9.2.1	General concept	Erreur ! Signet non défini.
9.2.2	Application	Erreur ! Signet non défini.
IV.	Spheroidal microstructures	Erreur ! Signet non défini.
1	Introduction	Erreur ! Signet non défini.
2	Geological settings and sample locality	Erreur ! Signet non défini.
3	Methods	Erreur ! Signet non défini.
3.1	Optical microscopy	Erreur ! Signet non défini.
3.2	SEM and EBSD	Erreur ! Signet non défini.
3.3	CLSM	Erreur ! Signet non défini.
3.4	FIB	Erreur ! Signet non défini.
3.5	TEM	Erreur ! Signet non défini.
3.6	Scanning Transmission X-ray Microscopy	Erreur ! Signet non défini.
4	Results	Erreur ! Signet non défini.
4.1	General composition of the cherts	Erreur ! Signet non défini.
4.2	Unusual carbon-quartz spheroidal microstructures	Erreur ! Signet non défini.
4.2.1	Type-1 spheroids	Erreur ! Signet non défini.
4.2.2	Type-2 spheroids	Erreur ! Signet non défini.
4.2.3	Type-3 spheroids	Erreur ! Signet non défini.
4.2.4	Type-4 vesicles	Erreur ! Signet non défini.
4.2.5	Type-5 empty pustular spheres	Erreur ! Signet non défini.
5	Discussion	Erreur ! Signet non défini.
5.1	Origin of pyritic spherulites	Erreur ! Signet non défini.
5.2	Carbonaceous masses and migration	Erreur ! Signet non défini.
5.2.1	Origin of carbonaceous masses?	Erreur ! Signet non défini.
5.2.2	Migration from central masses?	Erreur ! Signet non défini.
5.3	Coalescence patterns	Erreur ! Signet non défini.
5.3.1	Coalescence in Type-1 and 3 spheroids	Erreur ! Signet non défini.
5.3.2	Internal vesicles in Type-2 spheroids	Erreur ! Signet non défini.
5.3.3	Coalescence in Type 4 spheroids	Erreur ! Signet non défini.
5.4	Intracrystalline carbonaceous nanoparticles	Erreur ! Signet non défini.

5.5	Sub-continuous carbonaceous walls at crystal boundaries	Erreur ! Signet non défini.
5.6	Case of Type-4 spheroids	Erreur ! Signet non défini.
5.7	Pustules and depressions on Type-5 spheroids	Erreur ! Signet non défini.
5.8	Organic biomorph hypothesis	Erreur ! Signet non défini.
6	Conclusion on the morphogenesis	Erreur ! Signet non défini.
V.	Lenticular microstructures	Erreur ! Signet non défini.
1	General description of the lenticular specimens	Erreur ! Signet non défini.
1.1	Granular lenses	Erreur ! Signet non défini.
1.1.1	Transmitted light microscope investigation	Erreur ! Signet non défini.
1.2	Sub-granular lenses	Erreur ! Signet non défini.
1.2.1	Transmitted light microscope investigation	Erreur ! Signet non défini.
1.2.2	Coupled CLSM-EBSD investigation	Erreur ! Signet non défini.
1.2.3	Transmission electron microscope investigation	Erreur ! Signet non défini.
1.3	Hollow lenses	Erreur ! Signet non défini.
1.3.1	Transmitted light microscope investigation	Erreur ! Signet non défini.
1.3.2	Confocal laser scanning microscope investigation and 3D models	Erreur ! Signet non défini.
1.3.3	Transmission electron microscope investigation	Erreur ! Signet non défini.
1.3.4	Transmission electron microscope investigation, putative lens specimens	Erreur ! Signet non défini.
1.4	Comparative spheroidal specimens	Erreur ! Signet non défini.
2	Discussion:	Erreur ! Signet non défini.
2.1	How to assess biogenicity?	Erreur ! Signet non défini.
2.2	Carbonaceous granules within lenticular microstructures	Erreur ! Signet non défini.
2.2.1	Origin of black granules in carbonaceous lenses	Erreur ! Signet non défini.
2.2.2	Carbon granules – sulphide associations	Erreur ! Signet non défini.
2.2.3	Granules in the reticulate network	Erreur ! Signet non défini.
2.2.4	Porosity within carbonaceous granules	Erreur ! Signet non défini.
2.3	Silica vesicles feature and comparison to spheroids	Erreur ! Signet non défini.
2.3.1	Vesicles in sub-granular lenses	Erreur ! Signet non défini.
2.3.1.1	Vesicles formation	Erreur ! Signet non défini.
2.3.1.2	Coalescence of internal vesicles	Erreur ! Signet non défini.
2.3.2	Carbonaceous nanoparticulate texture	Erreur ! Signet non défini.
2.3.3	Morphological structure and large vesicles of hollow lenses	Erreur ! Signet non défini.
2.3.3.1	Specific vesicles of hollow lenses	Erreur ! Signet non défini.
2.3.3.2	Cellular wall structures?	Erreur ! Signet non défini.

3	Conclusion & Perspectives	Erreur ! Signet non défini.
VI. Characterization of Archean carbonaceous matter		Erreur ! Signet non défini.
1	Introduction	Erreur ! Signet non défini.
2	Microscale characterization	Erreur ! Signet non défini.
2.1	Carbonaceous matter structure and maturity from Raman spectroscopy	Erreur ! Signet non défini.
2.2	Fluorescent and reflectance proprieties, from CLSM	Erreur ! Signet non défini.
2.2.1	Laser-shading effect in 3D	Erreur ! Signet non défini.
2.2.2	Origin of the scattered and emitted signals in CLSM	Erreur ! Signet non défini.
3	Nanoscale characterization	Erreur ! Signet non défini.
3.1	Nanotexture of carbonaceous material at high resolution scale	Erreur ! Signet non défini.
3.1.1	HRTEM of sub-granular lenticular specimen from the Farrel Quartzite	Erreur ! Signet non défini.
3.1.2	HRTEM of hollow lenticular specimen from the 3.4 Ga Strelley Pool Formation	Erreur ! Signet non défini.
4	Molecular composition of archean carbonaceous matter	Erreur ! Signet non défini.
4.1	Two-step laser desorption-ionization mass spectrometry ($\mu\text{L}^2\text{MS}$)	Erreur ! Signet non défini.
4.2	Fourier transform ion cyclotron resonance – mass spectrometry	Erreur ! Signet non défini.
5	Discussion	Erreur ! Signet non défini.
5.1	Is Archean Carbonaceous Matter Fluorescent?	Erreur ! Signet non défini.
5.2	Raman microspectroscopy on Carbonaceous Microstructure	Erreur ! Signet non défini.
5.3	Carbon Lattice Organization at Nanoscale	Erreur ! Signet non défini.
5.3.1	Carbon Granules Nanotextures	Erreur ! Signet non défini.
5.3.2	Reticulated Carbon Microtextures	Erreur ! Signet non défini.
5.3.3	Carbon nanotexture	Erreur ! Signet non défini.
5.3.4	Quartz Boundary Template for Carbon Ordering?	Erreur ! Signet non défini.
5.4	Molecular Composition of FQ Sample	Erreur ! Signet non défini.
6	Conclusion on the CM characterization	Erreur ! Signet non défini.
VII. Conclusion & Perspectives		Erreur ! Signet non défini.
1	Evidence of morphospecific features to discuss biogenicity	Erreur ! Signet non défini.
2	Advanced characterization of CM to discuss biogenicity	Erreur ! Signet non défini.
3	Roadmap Perspectives & further investigations	Erreur ! Signet non défini.
VIII. References		Erreur ! Signet non défini.
IX. Supplementary Figures		Erreur ! Signet non défini.
1	IV. Spheroidal microstructures	Erreur ! Signet non défini.
2	V. Lenticular microstructures	Erreur ! Signet non défini.