

孢粉分析技术手册

PALYNOLOGICAL ANALYSIS MANUAL

李光陆 等 编著

Li Guangyu and others

地质出版社

GEOLOGICAL PUBLISHING HOUSE
BEIJING

孢粉分析技术手册

李光瑜 钱泽书 胡 昀 编著

地 质 出 版 社

· 北 京 ·

(京)新登字 085 号

图书在版编目(CIP)数据

孢粉分析技术手册/李光瑜等编著. -北京:地质出版社,1995.7
ISBN 7-116-01788-7

I. 孢… I. 李… III. 孢粉-系统分析-技术手册 N.Q944.571

中国版本图书馆 CIP 数据核字(94)第 14339 号

地质出版社出版发行

(100083 北京海淀区学院路号 29)

责任编辑:舒志清

*

北京地质印刷厂印刷 新华书店总店科技发行所经销

开本:787×1092 1/32 印张:7.25 字数:160000

1995 年 7 月北京第一版·1995 年 7 月北京第一次印刷

印数:1—500 定价:13.00 元

ISBN 7-116-01788-7

Q·02

序

李光瑜等人撰写的这本关于孢粉分析技术的专著,对所有从事古生物显微分析、特别是孢粉分析的技术人员来说,是一部非常有用的实用指南。

实际上,这本书包罗了从取样、用物理化学方法处理和提取微体化石,直至制作光学或电子显微镜观察样片整个过程的多种技术。适用于孢粉学的各个科目:小孢子、大孢子、花粉颗粒、沟鞭藻和几丁虫类包裹,以及超微化石和硅藻。

使用者从书中不仅可以找到用于处理可能含有微体化石的每一种岩石的方法,而且可以找到明确详细的具体制作程序。因而从作者在这一领域多年实验的积累中获益,节省反复摸索、费时费钱的大量劳动。

谁要是想建立现代孢粉分析实验室,只要读读这本书,就能知道该选择什么样的设备和主要试剂,以保证实验室工作的顺利进行。

基于上述理由,应当祝贺李光瑜等人的这一宝贵贡献,它无疑对所有孢粉分析实验室都是十分有用的。

巴黎皮埃尔·居里大学——国家
科研中心微古生物实验室
G·拉舍卡尔

目 录

一、前言	(1)
二、孢粉壁的化学成分和外壁的构造	(2)
三、孢粉样品的采集	(6)
四、分析方法机理及流程	(10)
五、孢粉分析中常用试剂及其作用原理	(15)
(一)孢粉样品的岩性及主要化学成分	(19)
(二)各类化学试剂的性能及使用原理	(21)
六、各种样品的处理方法	(35)
(一)现代孢粉分析	(35)
(二)未成岩或胶结疏松样品的分析	(37)
(三)蒸发岩类及碳酸盐岩的分析	(42)
(四)有机岩类的分析	(45)
(五)浅变质岩样的分析	(53)
(六)特殊岩样的分析	(55)
(七)大孢子的分析	(57)
七、非孢粉类样品的分析	(58)
(一)沟鞭藻类样品的分析	(58)
(二)几丁虫的分析	(59)

(三)钙质超微化石的分析	(61)
(四)硅藻样品的分析	(63)
八、孢粉富集——重液与筛选的应用	(65)
(一)重液分离法	(65)
(二)筛选法	(70)
九、样品的净化处理	(72)
(一)筛选法	(72)
(二)淘洗法	(73)
(三)氢氟酸法	(74)
(四)重液分离法	(75)
(五)酯解法	(75)
(六)硅酸钠法	(76)
(七)沉降法	(76)
(八)控制离心法	(77)
(九)氧化与漂白	(78)
十、染色与染色剂	(79)
十一、制片	(80)
十二、电镀样品的制备	(89)
(一)扫描电镀样品的制备	(89)
(二)透射电镀样品的制备	(89)
十三、环境保护	(95)
十四、有关问题的探讨	(96)
(一)采样问题	(96)
(二)酸碱浓度对孢粉的影响	(99)
(三)处理过程中的体积膨胀	(101)
(四)污染问题	(101)
十五、展望	(102)

(一)定量分析·····	(103)
(二)程序改革和新试剂试验·····	(104)
十六、国外分析方法介绍 ·····	(106)
(一)筛分法·····	(106)
(二)第四纪未成岩沉积物的孢粉分析法·····	(111)
(三)薄片法、紫外线法 ·····	(112)
(四)测定大气中孢粉含量的新方法(节译)·····	(114)
(五)花粉浓度分析法·····	(126)
(六)煤样分析和碱液试验·····	(129)
(七)现代花粉样品的制备方法·····	(132)
附 录 ·····	(133)
主要参考文献 ·····	(136)
英文摘要 ·····	(139)
图版说明 ·····	(219)
图 版 ·····	(224)

Contents

I. Introduction	(139)
II. Chemical Composition of Sporoderm and Structure of Exine	(141)
III. Collection of Spore-Pollen Samples	(143)
IV. Analytic Flow Chart	(145)
V. Common Chemical Reagents for Analysis	(147)
VI. Treatment of Different Samples	(149)
1. Analysis of Recent Pollen	(149)
2. Treatment of Unconsolidated Rock or Loosely Cemented Samples	(151)
3. Treatment of Evaporites and Carbonate Rocks	(159)
4. Organic Rocks	(163)
5. Epimetamorphic Rocks	(174)
6. Particular Rocks	(177)
7. Analysis of Megaspores	(180)
VII. Analysis of Non-Spore-Pollen	(182)
1. Dinoflagellate	(182)
2. Chitinozoa	(183)
3. Calcareous Nannofossils	(186)
4. Diatom	(190)

VIII. Concentration of Spore—Pollen Separation by	
Heavy Liquid and Sieve	(192)
1. Heavy Liquid Separation	(192)
2. Sieving	(198)
IX. Purifying of Samples	(200)
1. Sieving	(200)
2. Panning	(202)
3. HF Treatment	(203)
4. Heavy Liquid Separation with Small Tubes ...	(204)
5. Acetolysis	(205)
6. Na_2SiO_3 Method	(205)
7. Depositing Method	(205)
8. Centrifuging Time Control	(206)
9. Oxidation	(207)
X. Staining	(209)
XI. Mounting	(209)
XII. Preparation of Specimens for Scanning Electron	
Microscope	(210)
XIII. Solution of Pollution Problem	(211)
Explanation of Plates	(213)
Plates	(213)

一、前 言

孢粉学是研究植物花粉粒和孢子的科学,包括现代和古孢粉学两部分。而广义的古孢粉学还包括了孢粉以外的具有有机质壁的微体化石,如藻类、疑源类、几丁虫等,这类微体化石在地层中分布广泛,地质历史也很长。随着孢粉在地质地理等研究领域中的意义日益增强,特别是在水文和煤炭、石油等沉积矿产勘探过程中的钻探,对化石孢粉资料的需要更加迫切。因而,不断改进孢粉化石的处理方法,更多更好地获得供研究用的孢粉化石,就成为必不可少的重要环节和先行步骤。

如何从沉积岩中以最快的速度、最少的成本获得更多完整的清洁的孢粉,是多年来国内外孢粉工作者一直十分关注和不断探索的问题。有关孢粉的分离方法,国内外虽有一些报道,但迄今尚无系统的介绍。

为适应蓬勃发展的科研、生产和教学的需要,作者根据多年的实践,参考国内外文献资料,将一些有关的技术问题和有效的分离方法系统汇编成册,奉献给孢粉界的同行及有志于孢粉事业的朋友们。

本书注重实用性,除为说明操作原理而作一些必要的理论说明外,一般不作系统的理论阐述。取材范围,除孢子花粉的处理方法外,对具有有机质壁的化石,如沟鞭藻和疑源类、几丁虫等也作了介绍。书末附录了必要的仪器设备清单,以供参考。

本书编写提纲由李光瑜提出,经集体讨论而定。文中第一、三、五、六、八、九、十四部分由李光瑜执笔,第二、十、十一、

十二部分由钱泽书执笔,第四、七、十三、十五部分为李光瑜和钱泽书二人合写,第十六部分由李光瑜、钱泽书、胡昀共同完成,外文资料的翻译及英文摘要由胡昀负责,最后全文由李光瑜终审定稿。

本书编写过程中,得到国内外同行的支持、关心和帮助。中国地质科学院地质研究所和第四研究室的领导和同事们,特别是新生代孢粉组的同志,长期重视和支持方法试验,为该手册的编写积累了第一手系统资料;罗麒麟、张正寰、欧阳舒、吴玉书、席以珍、曹流及印度的 Agrawae、美国的 D. L. PEARSON、加拿大的 D. M. JARZEN、匈牙利的 M. KEDVES、法国的 F. LETHIERS G. LACHKAR、E. MASURE 及 J. TAUGOURDEAU 等中外学者均对该手册给予了支持和帮助。其中法国国家科研中心研究员、孢粉学家 G. LACHKAR 教授,在百忙之中,曾几次接待并安排我的实验、解答问题,热情介绍许多分析方法,讨论、修改该手册的外文摘要,并亲自为该书写了序言。在此一并致谢。

二、孢粉壁的化学成分和外壁的构造

孢子花粉是植物的繁殖器官,主要由原生质、内壁和外壁组成,有些孢子还具有周壁,而外壁是我们研究的对象。孢粉的主要化学成分是碳水化合物、纤维素、蛋白质、脂肪、氨基酸、灰分及微量元素。其外壁由孢粉素组成,内壁由纤维素组成,孢粉素是一种类胡萝卜素和含氧的类胡萝卜素酯的复杂集合体(Brooks and Shaw, 1968)。

其结构式为图(2-1):

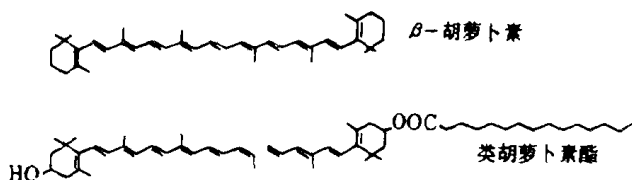


图 2-1 孢粉素的结构式

由于孢粉素具有一定的耐酸碱等特性,使孢粉能保存为化石。此特性成为孢粉化石处理得以用酸碱的基础。通过元素分析,孢粉素的数据是 $C_{90}H_{138}O_{20}$ — $C_{90}H_{158}O_{44}$ 。笔者曾选用山东山旺中新世硅藻土中的孢粉(见图版)送中国石油天然气总公司勘探开发研究院实验中心作元素分析,测试结果为:

孢粉素元素含量表

C%	H%	O%	N%
59.32	7.23	20.10	0.75
61.23	7.69	18.86	0.87

朱神照等曾用现代孢粉进行加热试验,孢粉素在热变过程中,随着温度的增加,碳的含量不断增加,由 57.29%增加到 82.05%;氢的含量不断减少,由 28.03%降到 7.96%,H/C 比率由 0.353 降到 0.073;由于分子的缩合作用,及与芳香环连接的侧链逐渐消失,个体由大变小,颜色变化为鲜黄→黄→棕黄→棕→黑色,表明孢粉由未熟—成熟—过成熟转变。不仅孢粉含有孢粉素,Brooks 和 Shaw (1968,1971)的研究证明藻类、真菌类亦含有孢粉素样的物质(图 2-2)。因此,藻类样品亦可采用处理孢粉的类似方法进行处理。外壁是孢粉壁中结

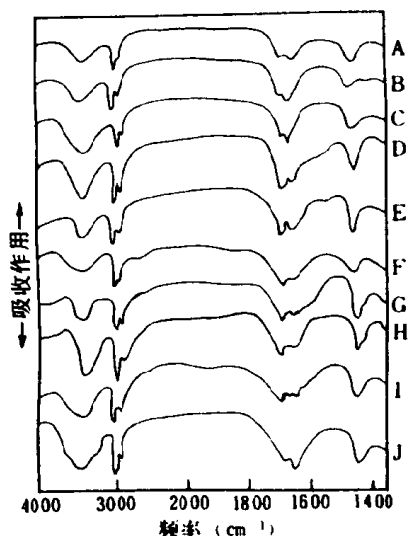


图 2-2 一些孢粉素的红外线光谱图

据(Brooks)

(A) *Chara corallina* 藻类孢子; (B) *Pediastrum duplex* 藻类孢子; (C) *Mucor mucedo* (土) 菌类孢子; (D) *Lycopodium clavatum* 孢子外壁 (E) *Lilium henryi* 花粉外壁; (F) *Lilium henryi* 类胡萝卜素和类胡萝卜素酯的氧化聚合物; (G) β -胡萝卜素的氧化聚合物; (H) 现代大孢子 *Selaginella kraussiana*; (I) 化石大孢子 *Valisporites auritus* (2.5 亿年); (J) *Tasmanites punctatus* 化石孢子外壁 (3.5 亿年)

构复杂的一层,在光学显微镜下,一般可分为有纹饰的外壁外层和无纹饰的外壁内层。外壁内层又可细分为内内层(或外壁)和内外层(或称基层)。外壁外层又可分为柱状层(或外内层)和覆盖层(外外层)。覆盖层可以是完全的,也可以是部分

的,或完全缺失。如覆盖层上突起的变化形成雕纹(刺、瘤、网、颗粒等等),外壁外层分子(柱状层)的排列方式不同,在表面上形成肌理(亦可形成网、瘤、颗粒等),在光学显微镜下,前者在孢粉轮廓线上,反映明显,后者则不显著(图 2-3)。我们总称为纹饰。蕨类和苔藓的孢子壁与种子植物的花粉壁不同,常

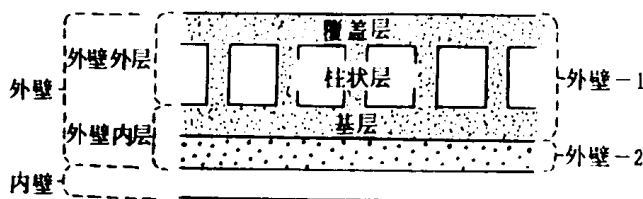


图 2-3 花粉壁分层示意图

(据“孢粉学译丛”,1980)

表现为整个厚度均为层状,不具含小粒的层。孢粉外壁的纹饰在母细胞分裂前的细胞质中就存在了(Heslop-Harrison, 1971 b),并有遗传性,一定的属和一定的种的纹饰一般是经常不变的,它是化石孢粉属种鉴定的重要特征之一。现有资料已经证实,处理方法和制片介质有时会影响孢粉的形状,如:氧化剂会影响孢粉壁,很强的氧化剂(如硫酸和过氧化氢的混合液、40%的铬酸及臭氧)能使其完全破坏;氢氧化钾能使孢粉膨胀,热的乙—氨基乙醇及几种与其相关的物质可溶解外壁外层及内外层(South Worth, 1970),氢氟酸的处理可使化石孢粉个体缩小 15%,可使部分化石盘星藻破坏(浓酸,加热情况

下),用甘油胶制片可使花粉粒膨胀(Faegri and Dense, 1960);现时孢粉鉴定中观察孢粉外壁纹饰所用的明暗分析法,只有在制片介质的折射率小于孢粉壁的折射率时才能使用,否则会得到完全相反的纹饰概念。孢粉壁的纹饰、孢粉的大小和形状,皆是孢粉鉴定的重要因素。因此,在考虑处理方法和所用试剂时,一定要考虑保护孢粉纹饰及形状和大小。

三、孢粉样品的采集

为获得数量丰富保存完好的化石孢粉,分离技术的选择与运用是至关重要的。但样品的采集亦是重要的一环,若所采样品本身很少含(或不含)化石孢粉,再好的分离技术亦是枉然。一般代表干旱气候下所形成的沉积岩中孢粉含量就少;氧化环境下形成的沉积岩,孢粉在沉积时可能被氧化,因而孢粉就少;再如粗砂岩粒度较大,其沉积速度远远超过了孢粉的沉积速度,因此其中孢粉就极少保存。根据前人经验和作者多年的分析实践,在野外工作中应注意采集下列岩性样品:

- (1)灰色、暗灰色、黑色的含植物化石或炭屑的泥岩。
- (2)灰黑色、暗绿色的砂质和泥质岩,粒度 0.01—0.5mm 之间。
- (3)灰色、暗灰色、黑色的细砂岩、粉砂岩等。
- (4)红色沉积岩系中含有机质的夹层。
- (5)砾岩的胶结物。
- (6)煤炭类:泥炭、褐煤、烟煤。
- (7)原油和油层水。
- (8)震旦系碎屑岩中的粉砂岩、页岩、砂质页岩;化学沉积

岩中的各种碳酸盐类岩石(白云岩、石灰岩)和硅质岩石(燧石层、燧石结核),尤以其中各种黑色至灰色和含沥青质的岩石分析效果最好。

(9)中新生代海相层中灰色、黑色的砂岩、粉砂岩、泥岩以及硅质岩、碳酸盐岩。

(10)从岩石变质程度看,不变质的最好,但板岩、千枚岩及其它浅变质岩中也曾有人分离出少量孢粉,在缺乏其它大化石的情况下亦可采一些样。

采样的间距很难机械地规定。有人试图对采样间距做某些规定,但在复杂的地质条件下,往往与实际情况不符,很难应用。总的来说是逐层采样,要注意岩性的好坏(指含孢粉情况),岩层的厚度和岩性变化。在岩性好的地层中采得密些,在岩性差的地层中采得稀些;地层厚度愈小,岩性变化愈大,样品就采得愈密。总之,视采样目的而定,必要时可逐层采,不必要时可不采。

采样的间距是与采样的目的紧密相关的。只要是所采集的样品能够满足我们要解决的某一地层问题就可以了。因为孢粉分离鉴定、统计等方法较复杂和繁琐,室内工作量较大,在野外工作中如果能用一般大化石(动植物化石)解决的问题,可不采孢粉样。若不含大化石的,如通常称为“哑地层”或隐伏地层(可采岩心样)以及煤层对比等等,均可考虑用孢子花粉方法进行研究。根据采样目的,可分下列几种情况:

(1)如果采样目的仅是为了解决某层位的时代,除在该层采样外,还应在其上下接触关系处的附近采几块样(如采红层可在其含有机质夹层中采)。

(2)如果采样的目的是为了详细划分地层确定时代,岩层厚、岩性变化小时采样间距一般为5—10m;岩层薄、岩性变化

大时可为 2—5m。

(3)如果采样的目的是为了在区测、普查工作中建立标准剖面(特别是在新开辟工作的地区),要选择地层出露完整、界线清楚、构造简单、含动植物化石丰富的地段测制剖面,同时要逐层采集孢粉样。

(4)如果采样目的是为了进行煤层对比,通常应用的方法是分层采样法,即将一个煤层按其厚度、结构分为若干小层,然后逐层采样,一般间距为 20—25cm。此外,对煤层中的夹矸及顶底板都要分别采集样品。

(5)第四纪地层样品的采集

①露头:需挖槽采集,剥去风化部分,采新鲜面。槽垂直于岩层走向,呈阶梯状延伸,避免在阶梯接头处重迭(以免影响岩层厚度的计算),采样时要自下而上用刀子(铲子)在槽壁一定位置挖取,样品要严密包装,以免现代花粉混入。取样间距一般情况下为:

岩层厚度 < 5m	0.1—0.25m	取一块
5—10m	0.25—0.5m	取一块
10—20m	0.5—1m	取一块
> 20m	1—3m	取一块

②泥炭沼泽或湖泥样品的采集,则需用钻机(希列尔 Hiller 式,俄式 Russian 或活塞式 Li-Vingstone 钻机。其构造可参考有关资料)。采集时用 small 刀、茶匙等从岩心中取出样品,放在玻璃管(两头开口)或类似容器中,在容器外面贴上或栓上标签。

(6)表土样品的采集

为了解决孢粉与植被之间的关系,则要采集表土样品。表土包括各种沉积类型堆积物的表层,如海洋、河流、湖泊、沼