



# Rapporti tecnici

# INGV

Metodologia di preparazione di  
cristalli di olivina contenuti in  
piroclastiti dell'Etna per  
l'analisi delle melt inclusions

# 152



Istituto Nazionale di  
Geofisica e Vulcanologia

## **Direttore**

Enzo Boschi

## **Editorial Board**

Raffaele Azzaro (CT)

Sara Barsotti (PI)

Mario Castellano (NA)

Viviana Castelli (BO)

Rosa Anna Corsaro (CT)

Luigi Cucci (RM1)

Mauro Di Vito (NA)

Marcello Liotta (PA)

Simona Masina (BO)

Mario Mattia (CT)

Nicola Pagliuca (RM1)

Umberto Sciacca (RM1)

Salvatore Stramondo (CNT)

Andrea Tertulliani - Editor in Chief (RM1)

Aldo Winkler (RM2)

Gaetano Zonno (MI)

## **Segreteria di Redazione**

Francesca Di Stefano - coordinatore

Tel. +39 06 51860068

Fax +39 06 36915617

Rossella Celi

Tel. +39 06 51860055

Fax +39 06 36915617

[redazionecen@ingv.it](mailto:redazionecen@ingv.it)



# Rapporti tecnici INGV

## **METODOLOGIA DI PREPARAZIONE DI CRISTALLI DI OLIVINA CONTENUTI IN PIROCLASTITI DELL'ETNA PER L'ANALISI DELLE MELT INCLUSIONS**

Salvatore Distefano

INGV (Istituto Nazionale di Geofisica e Vulcanologia, Sezione di Catania)

# 152



## Indice

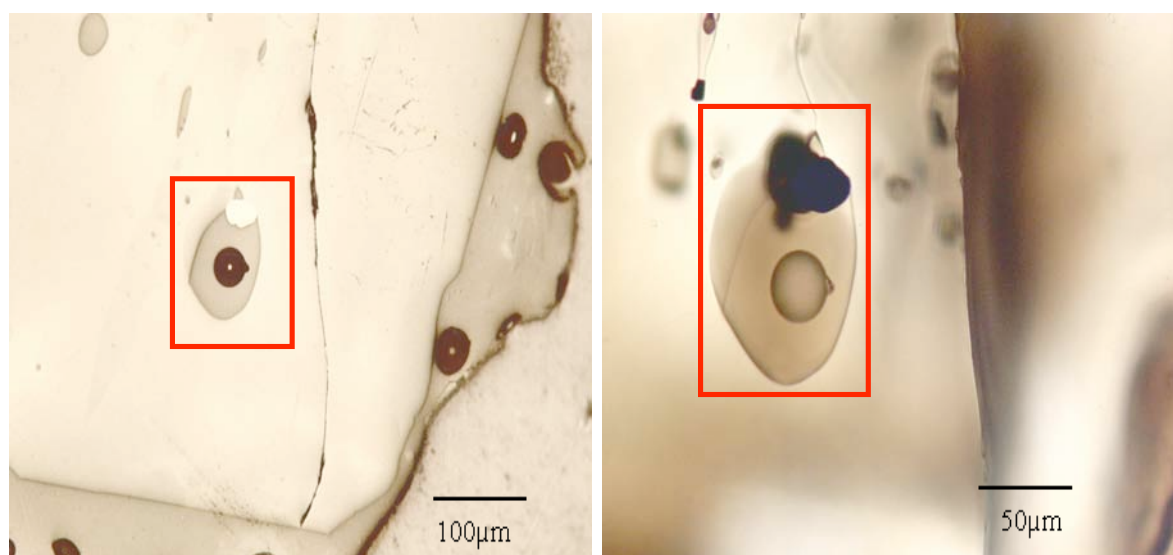
Introduzione	5
1. Preparazione dei campioni	5
1.1 La separazione gravitativa dei cristalli di olivina	5
1.2 Lavorazione dei cristalli di olivina	6
1.3 Selezione e apertura delle melt inclusions	8
2. Composizione chimica dei cristalli di olivina e delle melt inclusions (EMP)	9
2.1 La metodologia	9
2.2 Risultati composizionali dei cristalli di olivina	10
2.3 Risultati composizionali delle melt inclusions	11
3. Misura del contenuto in H <sub>2</sub> O nelle melt inclusions (spettroscopia Micro-Raman)	14
3.1 La metodologia	14
3.2 Risultati relativi al contenuto di H <sub>2</sub> O	14
Conclusioni	16
Bibliografia	16
Ringraziamenti	17



## Introduzione

Il seguente rapporto tratta la preparazione di cristalli di olivine appartenenti ad alcuni prodotti piroclastici etnei riguardanti l'eruzione eccentrica di Monte Frumento delle Concazze datata 3540 ka  $\pm$ 00 [Branca et al., 2004], per analisi alla microsonda elettronica e alla micro-Raman delle *melt inclusions* (Figura 1).

Definite come piccole goccioline di fuso silicatico intrappolato in diversi minerali nel corso della loro crescita [Frezzotti, 2001], le melt inclusions possono dare informazioni riguardanti le proprietà fisico-chimiche (temperatura, pressione, densità e composizione) del fuso e degli elementi volatili in esse contenuti [Métrich and Wallace, 2008].



**Figura 1.** Inclusioni aperte in cristalli di olivina, viste a luce riflessa (sinistra) e trasmessa (destra).

Tali dati sono importanti per definire i processi di evoluzione, le condizioni di stazionamento e di trasporto del magma nel sistema di alimentazione del vulcano.

Il “tono” utilizzato in questo lavoro è intenzionalmente manualistico, in quanto si è tentato di creare uno strumento di laboratorio pratico e di immediato consulto.

I campioni sono stati preparati in modo da separare i cristalli di olivina e individuare al loro interno le inclusioni silicatiche, misurandone sia la composizione con microsonda elettronica (EMP) sia il contenuto in acqua tramite spettroscopia Micro-Raman. È stata, inoltre, misurata la composizione dei cristalli di olivina che contengono le inclusioni, sempre con microsonda elettronica EMP.

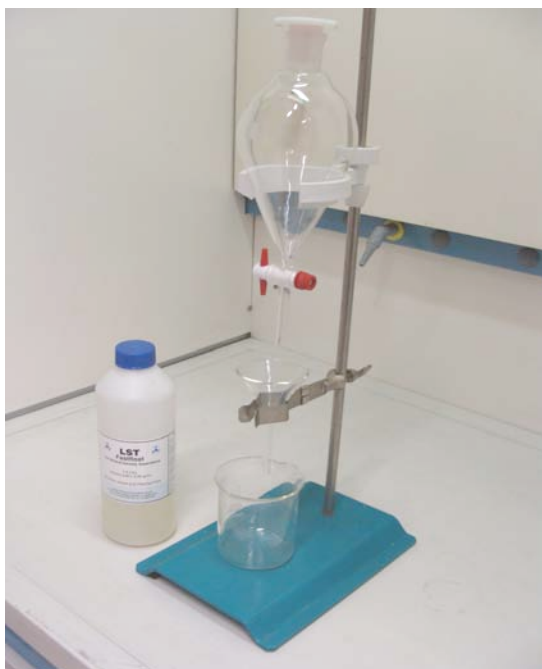
## 1. Preparazione dei campioni

### 1.1 La separazione gravitativa dei cristalli di olivina

Viene descritta la separazione gravitativa di cristalli di olivina utilizzando il liquido pesante LST fastfloat di densità nota ( $\rho = 2.8 \text{ g/cm}^3$ ).

È stata applicata una procedura messa a punto per i campioni di piroclastiti aventi le dimensioni di lapilli. Si macinano circa 200-300 g di campione in un mortaio di agata, fintanto che i singoli granuli raggiungano approssimativamente le dimensioni di circa 1 mm. Il granulato così ottenuto si passa ai setacci di dimensioni: 0.7 e 0.5 mm. Questa scelta è il risultato di una serie di prove effettuate anche con setacci a maglie più larghe e più strette. È stato così possibile stimare che, per la taglia media (0.7 mm) delle olivine nei campioni analizzati, la frazione di granulato compresa tra 0.7 e 0.5 mm è la migliore; infatti, in seguito ad un primo esame al microscopio, le olivine sono parse in gran parte integre e sufficientemente libere dalla frazione vetrosa (matrice).

Si può quindi procedere alla separazione delle olivine con il liquido LST fastfloat. Allestita un'apposita apparecchiatura (Figura 2), costituita da un'ampolla di vetro, si versa all'interno il liquido e, in seguito, il granulato.



**Figura 2.** Apparecchiatura utilizzata per la separazione gravitativa dei cristalli di olivina con liquido LST fastfloat.

Una volta separata la frazione di campione più pesante, questa può essere estratta dall'ampolla mediante un rubinetto. Si versa quindi nel liquido un barattolino di 10 ml di granulato e si lascia sedimentare per circa un'ora e trenta minuti. Tutto il materiale rimasto sul fondo avrà quindi  $\rho > 2.8 \text{ g/cm}^3$  e, approssimativamente, conterrà le olivine ( $\rho > 3.2 \text{ g/cm}^3$ ). Tutto il materiale sedimentato viene pulito 5 volte con acqua bidistillata e fatto asciugare in forno a circa  $100^\circ\text{C}$ .

Sebbene il materiale così separato sia arricchito in olivine, contiene ancora frammenti vetrosi, per cui è necessario procedere al picking del campione, cioè all'individuazione e alla singola separazione con pinzetta, al microscopio, delle olivine.

Nello specifico, per avere un quantitativo sufficiente di olivine (circa 100 cristalli) è stato necessario ripetere il ciclo di sedimentazione nel liquido LST fastfloat 4-5 volte per campione.

## 1.2 Lavorazione dei cristalli di olivina

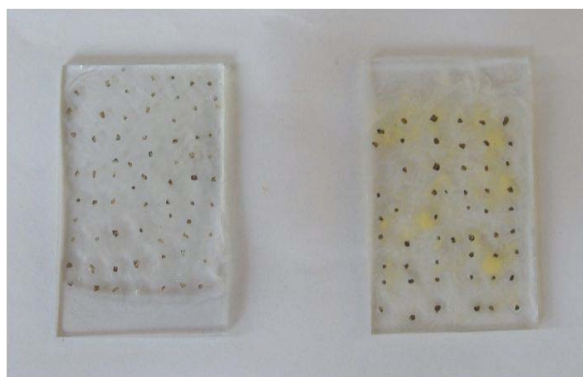
Su un vetrino porta-oggetti si incide con una penna dalla punta diamantata la sigla del campione. Successivamente si riscalda la sezione su una piastra elettrica versando contemporaneamente una piccola quantità di colla visco-plastica Baum, la quale, raggiunta la temperatura di  $150^\circ\text{C}$ , diventa quasi liquida. In nessun caso la temperatura deve essere inferiore ai  $150^\circ\text{C}$ . Solo a questa temperatura la colla ha la proprietà di solidificare in pochi minuti una volta riportata in condizioni ambientali.

Si colloca la piastra, mantenuta in continuo a  $150^\circ\text{C}$ , sul piattino del microscopio, si preleva con una pinzetta un'olivina alla volta e la si pone sul vetrino porta-oggetti, badando che ad incollarsi sia la superficie più estesa del cristallo stesso.

Non è, invece, necessario fare attenzione alla scelta dell'olivina, in quanto solo in una fase successiva verrà verificata la presenza o meno di inclusioni. A questo stadio della preparazione le olivine, infatti, non sono ancora sufficientemente lucide per mostrare in modo chiaro possibili inclusioni.

Le olivine vengono poste l'una accanto all'altra, secondo un reticolato di circa  $6 \times 10$  celle (Figura 3): l'allineamento è importante, in quanto in seguito avere olivine ben disposte si rivelerà molto utile (vedi Paragrafo 2.3).



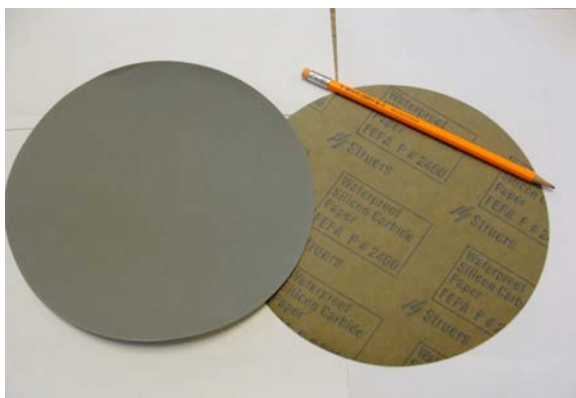


**Figura 3.** Allineamento a “griglia” dei cristalli di olivine su vetrini porta-oggetti.

Nel caso in cui si osservino olivine che appaiono mal incassate nella colla, queste vengono ricoperte dalla colla Baum in polvere che, a causa del calore della piastra, diventa un liquido incollante dalle identiche caratteristiche di quella visco-plastica. Spenta la piastra calda, in pochi minuti la colla diventa solida, inglobando fermamente i cristalli.

Le olivine devono avere una superficie perfettamente planare. A tale scopo si utilizza della carta silicatica abrasiva, a diverse grane. Si usa una grana tanto grande, quanto maggiore è la granulometria dei cristalli. La scala va da un valore 100 (= 150  $\mu$ ), grana grossa, ad un valore 4000 (= 5  $\mu$ ), grana fine. Nel caso studiato le olivine avevano dimensioni inferiori al millimetro, quindi sono state usate delle carte abrasive a grana fine: 1200, 2400, 4000.

Si posiziona la carta silicatica sui supporti di vetro montati su di un tavolo apposito. È buona norma non iniziare la levigatura con la carta più grossolana (1200), in quanto il rischio che le olivine schizzino fuori dalla sezione è più alto. Quindi presa la carta silicatica di grana intermedia (2400) (Figura 4), si versa qualche goccia di acqua bidistillata sulla carta e, applicando un continuo “movimento a 8” al vetrino porta-oggetti, si inizia la levigatura. Se le olivine appaiono stabili nella colla, si usa la stessa tecnica sulla carta silicatica più fine (1200).



**Figura 4.** Carta silicatica abrasiva di granulometria ~ 10 $\mu$ .

Man mano che, con costante supervisione al microscopio, si raggiunge la superficie planare, si utilizzano gradualmente le carte con grana inferiore. È importante ricordarsi di lavare la sezione con acqua bidistillata al passaggio da una carta all'altra, al fine di evitare contaminazioni. Per completare la preparazione occorre eliminare le striature, ben visibili al microscopio, dovute proprio alla levigatura.

Si passa così alla lucidatura delle olivine, ponendo su carta silicatica finissima della polvere di alluminio (*allumina*) di granulometria 3  $\mu$  e versando qualche goccia di acqua bidistillata. Si continua a lucidare fin quando la polvere di alluminio, diventata un liquido biancastro, impasta totalmente la sezione.

Infine, dopo un accurato lavaggio, si conclude la lucidatura su un quinto supporto, sul quale, versata allumina 0.3  $\mu$ , si ripete la “tecnica dell’8”. Si otterrà così un’olivina dalla superficie perfettamente planare e lucida.

### 1.3 Selezione e apertura delle melt inclusions

Per procedere alla selezione delle inclusioni, è necessario avere a disposizione un microscopio che permetta osservazioni sia a luce trasmessa che riflessa. Esso deve essere attrezzato di macchina fotografica digitale, collegata ad un monitor e, possibilmente, ad una stampante.

Si pone il vetrino porta-oggetti sul piatto porta-sezione del microscopio inserendola in una slitta che ne garantisce la stabilità e la possibilità di movimento in due direzioni ortogonali x e y. Ecco spiegato il motivo per cui le olivine sono state disposte secondo una griglia: essendo allineate è più facile individuarle univocamente.

Le inclusioni, dopo la lucidatura descritta in precedenza, appaiono più evidenti rispetto alle osservazioni preliminari. Un gran numero di esse contengono all'interno bolle, nuclei di zolfo, ossidi o microcristalli. Si può, in definitiva, affermare che un'inclusione è tanto più "buona" quanto:

- maggiori sono le sue dimensioni (le inclusioni non devono essere più piccole di 30 micron, poiché nella determinazione della composizione il raggio del fascio di elettroni della microsonda è circa pari a tale valore);
- maggiore è la sua distanza dalle zone di microfratturazione e dai bordi (zona di debolezza strutturale) del cristallo che la include;
- minori sono i mini-cristalli e le bolle al suo interno.

Non appena si individua un'olivina particolarmente ricca di "buone" inclusioni, con un pennarello si cerchia su entrambe le facce.

Le sezioni vengono poi poste nuovamente su piastra a 150° C: la colla Baum passa così nuovamente ad uno stato liquido, permettendo di estrarre i cristalli precedentemente evidenziati. Al fine di ripulirli da tracce di colla, vengono immersi in etanolo per circa 20 minuti e asciugati accuratamente su carta assorbente. Preso un nuovo vetrino, su di un lato si attacca dello scotch bi-adesivo. Con l'ausilio del microscopio, ogni singola olivina viene così fatta aderire, facendo attenzione che il lato planare sia quello a contatto con lo scotch.

Ogni olivina viene, in seguito, posta al centro di un piccolo cilindro cavo di ottone (Figura 5) che viene riempito con un composto la cui funzione è quella di inglobare il cristallo all'interno del cilindro. Il composto è preparato con due liquidi:

- resina Epoxy;
- liquido Durcisseur (indurente).



**Figura 5.** Cristalli di olivina inglobati da resina all'interno di piccoli cilindri cavi di ottone.

Con due siringhe diverse, si prelevano prima 7.5 ml di resina, poi 1 ml di indurente e, dentro un piccolo contenitore di vetro posto su piastra calda (temperatura di circa 100° C), vengono mescolati insieme con una bacchetta di legno. Il composto, grazie al calore, diventa quasi liquido: occorre evitare, però, che esso raggiunga temperature troppo elevate poiché a circa 150-200° C tende ad evaporare. Fondamentale anche il corretto mescolamento in quanto è alto il rischio che si formino delle micro-bolle. Si versano poi poche gocce di composto dentro ogni cilindretto, facendo attenzione sia che non si superi l'orlo del cilindro sia che non si formino bolle all'interno. La resina a questo punto, affinché diventi perfettamente solida, deve riposare 8 ore circa.

Si staccano tre cilindri alla volta e vengono inseriti in un porta-cilindri a 6 posti. Inizia così una nuova fase di levigatura e lucidatura. Si applica lo stesso metodo descritto nel Paragrafo 1.2, ma questa volta

controllando continuamente, al microscopio, la profondità dell'inclusione, in quanto è sufficiente levigare pochi micron di troppo perché l'inclusione venga persa.

Attraverso il microscopio a luce riflessa, è possibile capire se è stata raggiunta o meno la profondità corretta, quindi se l'inclusione è aperta e pronta per l'analisi:

- se l'inclusione si trova ancora ad una profondità maggiore di quella richiesta perché sia "aperta", la superficie dell'olivina apparirà di colore uniforme, in quanto la luce viene completamente riflessa. In queste condizioni l'inclusione è visibile solo a luce trasmessa regolando la messa a fuoco;
- se invece l'inclusione è aperta, la luce verrà riflessa non solo dalla superficie dell'olivina ma anche dalle pareti interne dell'inclusione: sarà visibile una variazione di colore piuttosto netta. A luce trasmessa, invece, sarà necessario mettere a fuoco più debolmente.

Ovviamente in una stessa olivina, le sue inclusioni non si troveranno quasi mai alla stessa profondità: quindi occorrerà scegliere la migliore e la più accessibile, tralasciando inevitabilmente le altre. In definitiva in uno stesso cristallo difficilmente sarà possibile preservare più di due o tre inclusioni, più spesso una soltanto. Di fatto la capacità di mettere in luce un'inclusione dipende più dall'esperienza e dall'abilità del petrografo che da una tecnica vera e propria.

Una volta che le inclusioni sono aperte, i piccoli cilindri vanno lavati prima in un bagno di acqua ad ultrasuoni per pochi minuti, poi singolarmente con dell'etanolo. In seguito si acquisiscono fotografie digitali al microscopio delle singole inclusioni aperte, in quanto necessarie per la compilazione del quaderno di appunti utilizzato durante le analisi sia alla microsonda elettronica sia alla micro-Raman. Le foto vengono acquisite ad ingrandimenti 10 X e 20 X, sia a luce trasmessa sia a luce riflessa. Qualora le olivine non siano ancora perfettamente pulite, è sufficiente spruzzare qualche goccia di etanolo + diclorometano e asciugare con normale carta assorbente.

Infine i cilindri, dopo essere stati numerati, vengono inseriti in dei porta-cilindri da 6, 7 e 8 posti (Figura 6): i campioni sono pronti per le analisi.



**Figura 6.** Porta-cilindri a 6 posti.

## **2. Composizione chimica dei cristalli di olivina e delle melt inclusions (EMP)**

### **2.1 La metodologia**

La composizione chimica sia dei cristalli di olivina sia delle inclusioni silicatiche in essi presenti è stata determinata tramite analisi alla microsonda elettronica (Electron Microprobe Analysis, EMP) presso l'Università di Parigi - Jussieu. Il suo principio di funzionamento è basato sull'emissione di radiazioni caratteristiche da parte dei costituenti chimici della roccia, in seguito al bombardamento di elettroni ad alta energia sul campione da analizzare. Si ottengono così misure del contenuto di alcuni elementi maggiori (Si, K, Ca, Ti, Al, Mn, Fe, Na, Mg) e di alcuni elementi volatili (S, P e Cl), corretti utilizzando gli standard di riferimento internazionali.

Vengono di seguito riportati, a titolo di esempio, i risultati composizionali sia dei cristalli di olivina sia delle melt inclusions misurati nei prodotti dell'eruzione eccentrica di Monte Frumento delle Concazze (3540 ka  $\pm$  00 BP) e il confronto, attraverso dati di letteratura, con altre due eruzioni eccentriche: Monte Maletto (7 ka) e Monte Spagnolo (> 4 ka) [Kamenetsky and Clocchiatti, 1996; Schiano et al., 2001].

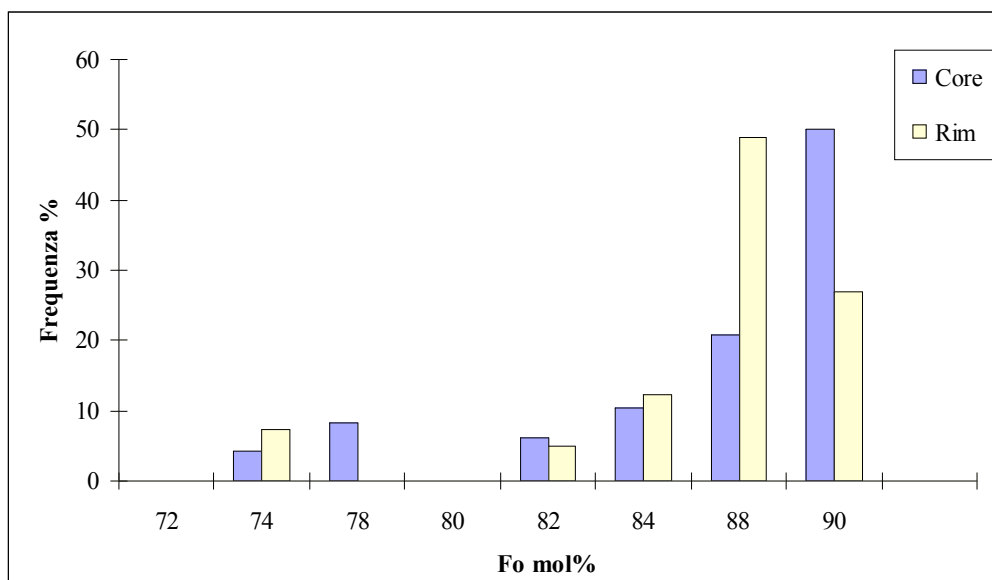
## 2.2 Risultati composizionali dei cristalli di olivina

La misura della composizione di ogni cristallo di olivina è stata eseguita in 3 punti:

1. vicino all'inclusione;
2. al nucleo del cristallo;
3. al bordo del cristallo.

Gli elementi maggiori misurati sono stati: Si, Mg, Mn, Fe e Ca e, per ogni punto, è stato calcolato il quantitativo di Forsterite ( $= \text{Mg}/(\text{Mg}+\text{Fe}) \cdot 100$ ), espresso in mol%. Variazioni del contenuto di Forsterite (Fo) tra il nucleo e il bordo del cristallo consentono di individuare possibili zonature all'interno della stessa olivina. Mentre le misure effettuate vicino all'inclusione silicatica servono per avere un confronto diretto con la misura che sarà effettuata, in un secondo momento, all'interno della stessa inclusione.

Come si osserva nell'istogramma di frequenza (Figura 7), la variabilità del contenuto in Forsterite nei vari cristalli di olivina è alta, compresa tra un minimo di 74 mol% e un massimo di 89 mol%, con una moda Fo = 88-90 mol% per i nuclei e Fo = 86-88 mol% per i bordi. Complessivamente dunque il 50% circa dei cristalli analizzati mostra una leggera zonatura diretta. Tuttavia all'interno di alcuni cristalli di olivina la variabilità osservata tra nucleo e bordo è piuttosto alta e si riconoscono sia zonature dirette (nucleo Fo = 88 mol% e bordo Fo = 82 mol%) sia zonature inverse (nucleo Fo = 72 mol% e bordo = 87 mol%).

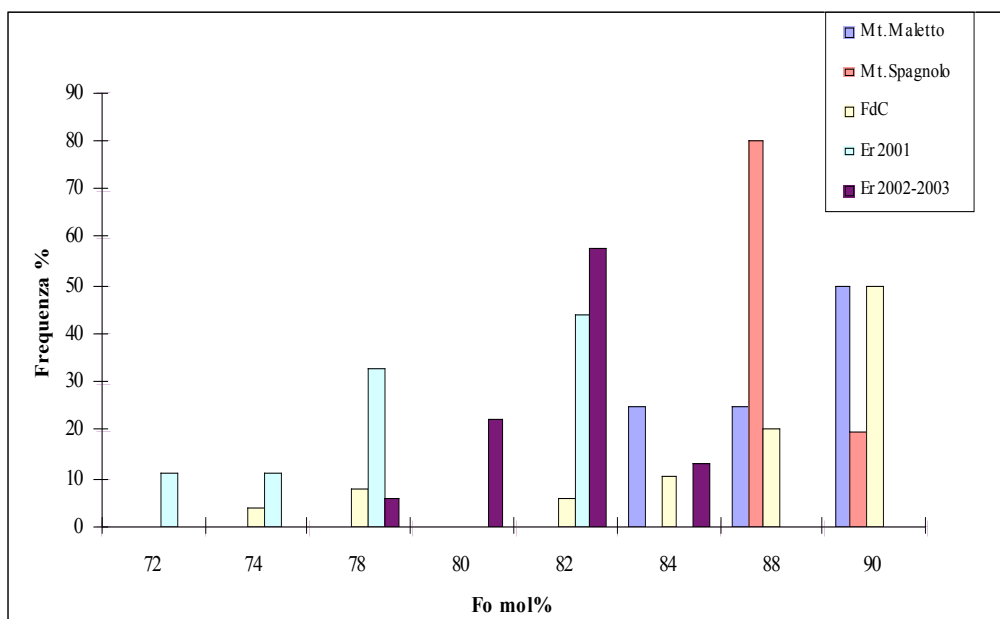


**Figura 7.** Istogramma di frequenza del contenuto di Fo (mol%) nei nuclei e bordi delle olivine di Monte Frumento delle Concazze.

Kamenetsky et al., [1996] hanno determinato che i nuclei delle olivine nei prodotti di Monte Maletto hanno un contenuto di Fo variabile da 83 a 90 %mol, mentre le analisi sui campioni di Monte Spagnolo hanno evidenziato valori di Fo tra 84 e 88 %mol.

I risultati delle eruzioni eccentriche preistoriche sono stati confrontati (**Figura 8**) con le composizioni dei nuclei di olivina riguardanti l'eruzione del 2001 [Métrich et al., 2004], che mostrano una Fo compresa tra 72 e 81 mol%. Mentre un analogo confronto con i dati di Spillaert et al., [2006], relativi alle lave emesse durante l'eruzione del 2002-2003, mostra che le olivine di queste ultime hanno una variabilità più bassa, tra il 78 e l'82 mol%.

Da tale confronto si evince che le eruzioni preistoriche studiate presentano un quantitativo di Fo mol% sensibilmente più alto rispetto alle eruzioni del 2001 e del 2002-2003, facendo supporre che verosimilmente le eruzioni eccentriche di Monte Maletto, Monte Spagnolo e di Monte Frumento delle Concazze derivano da un magma parente più primitivo rispetto a quello delle eruzioni del 2001 e del 2002-03.



**Figura 8.** Istogramma di frequenza sul contenuto di Fo mol% dei nuclei di olivine delle eruzioni di Mt. Maletto, Mt. Spagnolo, Mt. Frumento delle Concazze (FdC) e per le eruzioni (Er) del 2001 e del 2002-03.

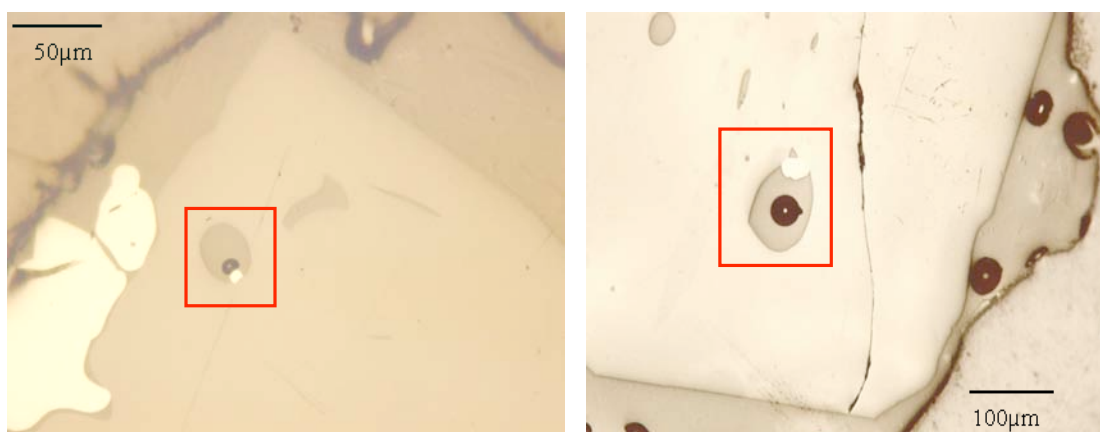
### 2.3 Risultati composizionali delle melt inclusions

La misura della composizione delle melt inclusions è stata condotta anche su due o più inclusioni appartenenti ad uno stesso cristallo.

Gli elementi maggiori misurati sono stati:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{FeO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{MgO}$ . Mentre S, Cl e P sono stati gli elementi volatili determinati. Attraverso la propria formula di struttura, è stato in seguito calcolato il  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

I punti analizzati per ogni singola inclusione sono stati 2 o 3.

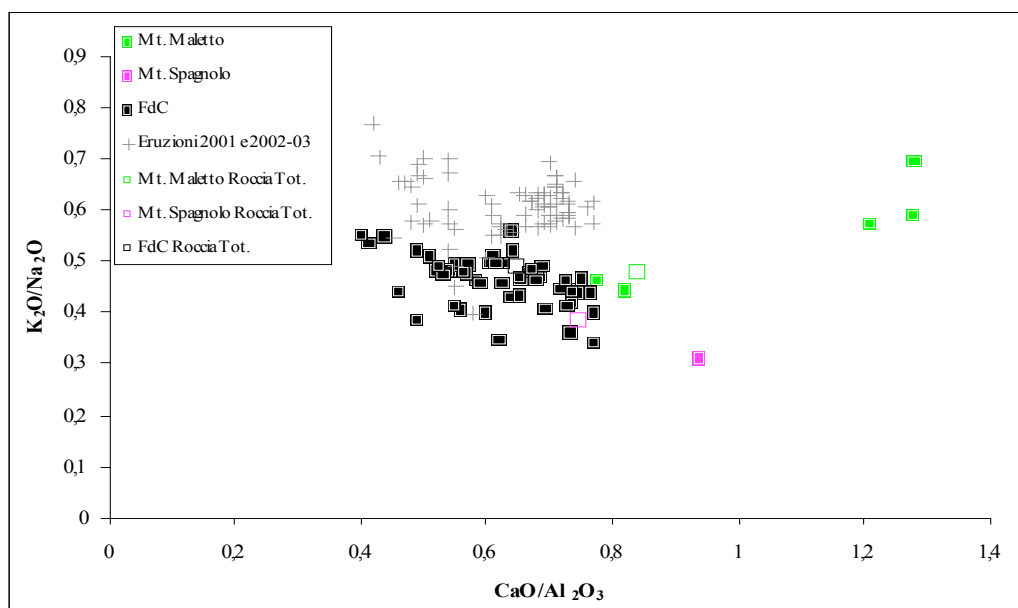
Le inclusioni intrappolate all'interno dei cristalli di olivina hanno morfologie e dimensioni variabili. Sulla base della loro variabilità dimensionale è possibile classificarle in *piccole*, 30-50  $\mu\text{m}$ , dalla forma ovoidale, e *grandi* fino a 100  $\mu\text{m}$ , dai contorni irregolari (Figura 9).



**Figura 9.** Esempio di inclusione piccola (a sinistra) dalla forma ovoidale e grande (a destra), viste con microscopio a luce riflessa.

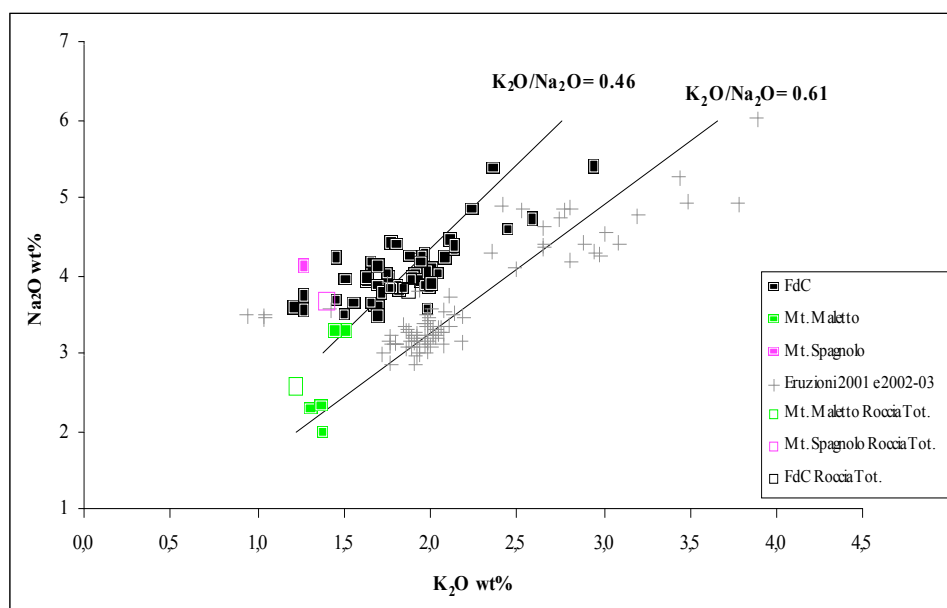
Le inclusioni dei campioni di FdC hanno un rapporto  $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$  (0.54-0.77) e  $\text{K}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$  (0.41-0.53) simile a quello delle rocce totali ( $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$  da 0.59 a 0.72 e  $\text{K}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$  da 0.47 a 0.55), la cui composizione è considerata rappresentativa del magma originario. Questa somiglianza (Figura 10) dimostra l'esistenza di una relazione di cogeneticità tra le inclusioni silicatiche e il magma originario ed evidenzia che le inclusioni stesse possono essere considerate rappresentative della composizione del magma.

In Figura 10 la composizione delle melt inclusions dei campioni di FdC viene confrontata con i dati di Kamenetsky et al., [1996] di Monte Maletto e Monte Spagnolo.



**Figura 10.**  $CaO/Al_2O_3$  vs  $K_2O/Na_2O$  nelle melt inclusions e nelle rispettive rocce totali dei prodotti delle eruzioni eccentriche preistoriche e delle eruzioni del 2001 e 2002-03.

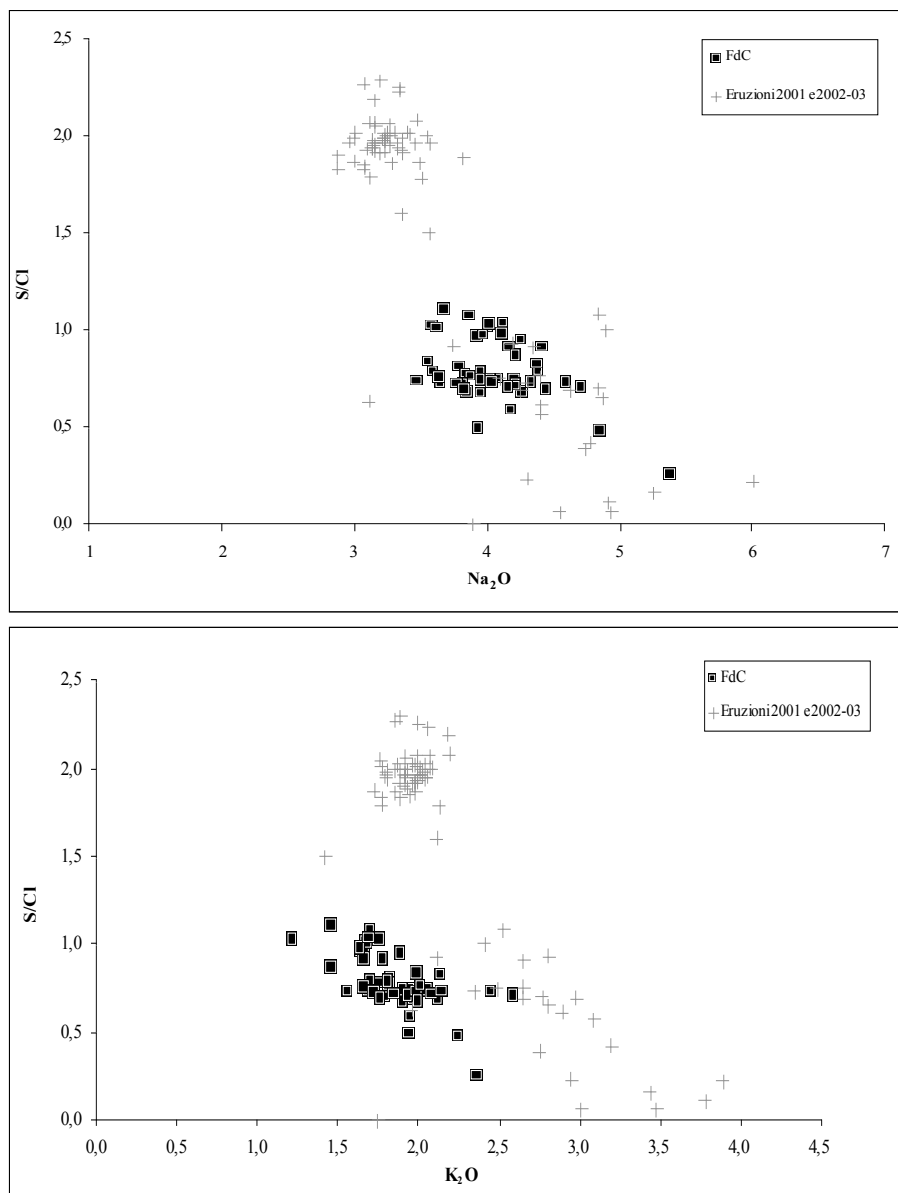
Le inclusioni di FdC, a parità di  $K_2O/Na_2O$ , mostrano un valore di  $CaO/Al_2O_3$  complessivamente più basso rispetto alle altre due eruzioni eccentriche preistoriche, evidenziando quindi che esse derivano da un magma leggermente più evoluto, come confermato anche dalle medie delle composizioni delle rispettive rocce totali. È inoltre possibile osservare (Figura 10 e Figura 11) come le eruzioni eccentriche preistoriche mantengano un rapporto  $K_2O/Na_2O$  più basso (0.46) rispetto alle più recenti eruzioni eccentriche del 2001 e del 2002-2003, suggerendo che i magmi parenti sono differenti e confermando che i magmi eruttati a partire dagli anni '70 all'Etna evidenziano un attecchimento significativo degli alcali rispetto a quelli emessi prima di quella data.



**Figura 11.** Rapporto  $K_2O$  vs  $Na_2O$  (wt%) nelle melt inclusions e nelle rispettive rocce totali dei prodotti delle eruzioni eccentriche preistoriche e delle eruzioni del 2001 e 2002-03.

Nell'insieme, le inclusioni silicatiche di FdC sono ricche in volatili: complessivamente tra il 3 e il 4 wt%. Il contenuto in S è molto variabile (tra ~1000 ppm e 3200 ppm), quello in Cl più costante (tra ~1500 ppm e 2800 ppm), come anche il rapporto S/Cl che si mantiene su un valore medio di  $0.8 \pm 0.2$ . Non è invece noto il contenuto in volatili per le eruzioni di Monte Spagnolo e Monte Maletto.

In Figura 12 viene mostrato il comportamento dei campioni di FdC correlando S/Cl e i principali costituenti sialici ( $\text{Na}_2\text{O}$  e  $\text{K}_2\text{O}$ ) anche per le eruzioni eccentriche del 2001 e del 2002-2003.



**Figura 12.** Correlazione fra S/Cl e i principali costituenti sialici ( $\text{Na}_2\text{O}$  e  $\text{K}_2\text{O}$  wt%) dei campioni di FdC e confronto con le eruzioni del 2001 e del 2002-2003

Come suggerito da Métrich et al., [2004] e Spillaert et al., [2006], le analisi delle melt inclusions delle eruzioni del 2001 e del 2002-03 definiscono due differenti popolazioni. Le inclusioni aventi rapporto  $\text{S/Cl} > 2.0$ , rappresentano un magma più primitivo e ricco in volatili, di provenienza profonda (8-10 km). Invece le inclusioni con rapporto  $\text{S/Cl} \leq 1$  corrispondono ad un magma più evoluto e parzialmente degassato proveniente da una porzione più superficiale del sistema di alimentazione (profondità di circa 4-5 km).

Le composizioni di FdC mostrano valori S/Cl mediamente compresi tra 0.6 e 1.1. Assumendo quindi che i rapporti tra i componenti volatili S/Cl del magma al tempo dell'eruzione di Monte Frumento delle Concazze fossero gli stessi misurati ai nostri giorni, si può supporre che le melt inclusions di Monte Frumento delle Concazze provengano da porzioni più superficiali del sistema di alimentazione del vulcano.

### 3. Misura del contenuto in H<sub>2</sub>O nelle melt inclusions (spettroscopia Micro-Raman)

#### 3.1 La metodologia

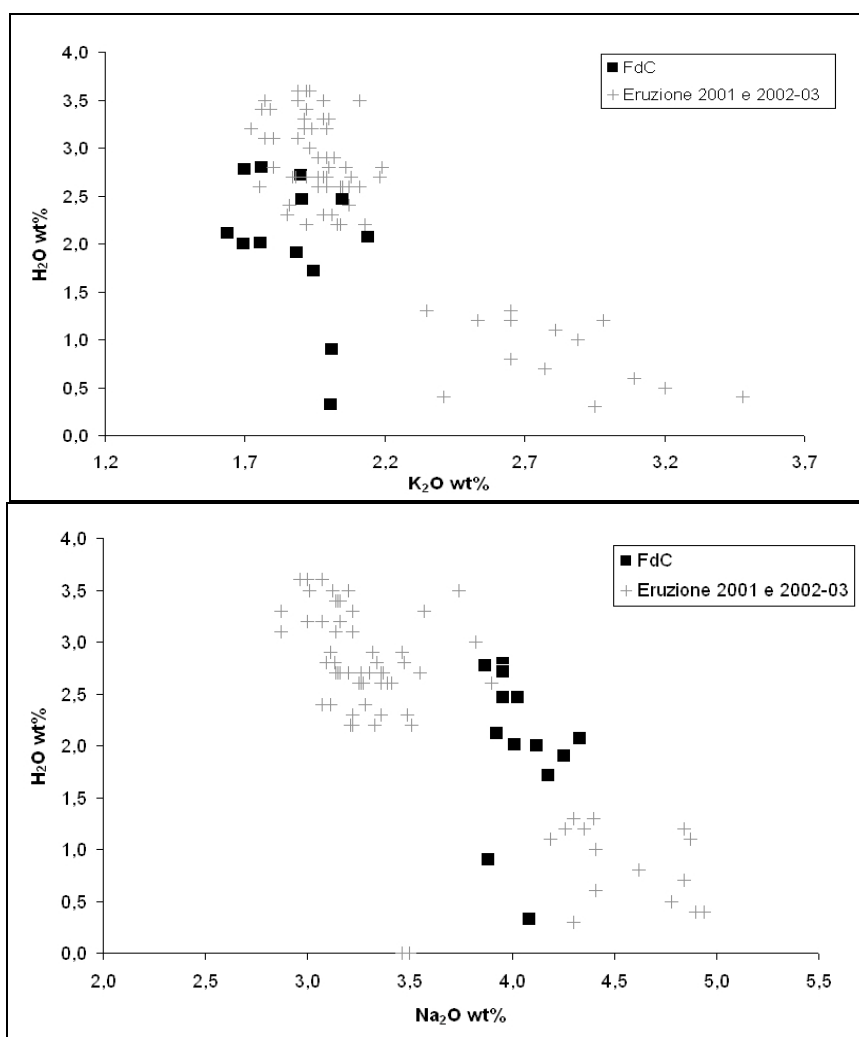
La determinazione del contenuto di acqua nei campioni oggetto di studio è stata effettuata presso il laboratorio Pierre Sue del CEA (Centre d'Etudes Nuclaire) di Saclay (Parigi) tramite strumentazione micro-Raman che sfrutta una tecnica spettroscopica basata sull'effetto Raman. Per le sue caratteristiche, la spettroscopia Raman è considerata complementare alla spettroscopia infrarossa e rappresenta una tecnica comunemente utilizzata in analisi chimica e in studi sulla struttura dei composti chimici. La spettroscopia Raman è una spettroscopia di scattering dove si fa incidere sul campione la radiazione elettromagnetica monocromatica iniziale di intensità e frequenza nota e viene misurata la radiazione diffusa tramite un rivelatore posto a 90° rispetto al cammino ottico lungo il campione.

Nella spettroscopia Raman si utilizza tipicamente una luce laser nel campo visibile, del vicino infrarosso o nel vicino ultravioletto.

#### 3.2 Risultati relativi al contenuto di H<sub>2</sub>O

Le analisi con strumentazione micro-Raman sono state effettuate su 13 dei campioni disponibili di FdC. Per ogni olivina sono state eseguite 2 o 3 misure e ne sono stati mediati i valori. Il contenuto in acqua (H<sub>2</sub>O), espresso in wt%, varia complessivamente tra 1.9 e 2.8, sebbene nelle inclusioni di due analisi l'H<sub>2</sub>O sembra sia stata quasi del tutto liberata (H<sub>2</sub>O = 0.3 e 0.8 wt%). Non sono noti invece dati da letteratura né per l'eruzione di Mt. Maletto né per l'eruzione di Mt. Spagnolo.

Tali valori vengono confrontati in Figura 13 con i dati di Métrich et al., [2004] e Spillaert et al., [2006] relativamente alle eruzioni del 2001 e del 2002-03, in diagrammi H<sub>2</sub>O vs Na<sub>2</sub>O e K<sub>2</sub>O.



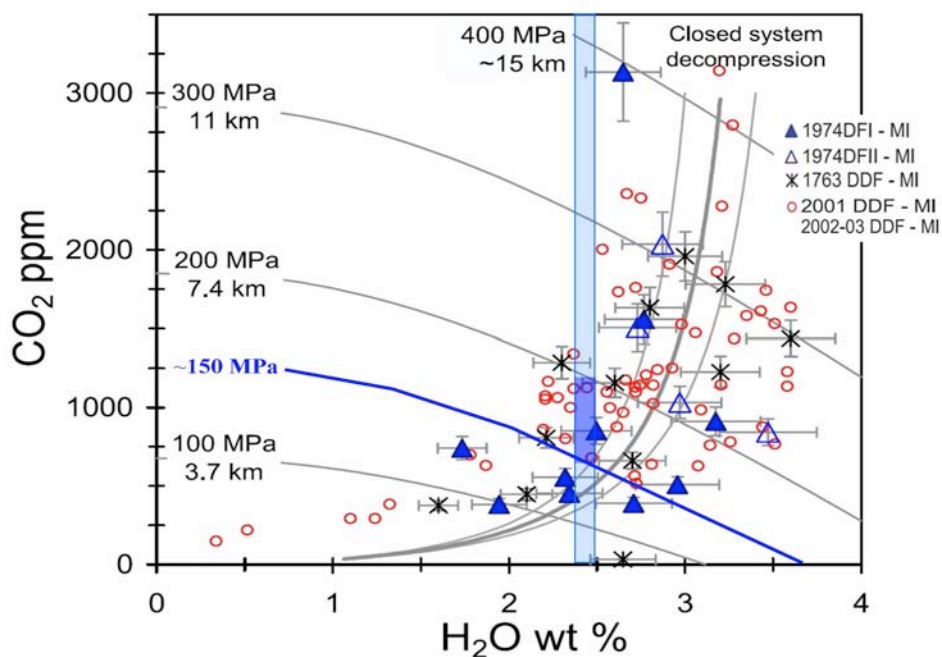
**Figura 13.** Contenuto in acqua delle melt inclusions nei cristalli di olivina di FdC e confronto con i dati di Métrich et al., [2004] e Spillaert et al., [2006] rispettivamente delle eruzioni etnee del 2001 e del 2002-03.



Gli Autori sopra citati, anche in funzione del contenuto in H<sub>2</sub>O, confermano l'esistenza di due popolazioni distinte di inclusioni durante le eruzioni del 2001 e del 2002-03: la prima con un contenuto in H<sub>2</sub>O > 2 wt% e con valori in K<sub>2</sub>O e in Na<sub>2</sub>O bassi (rispettivamente compresi tra 1.8-2.3 wt% e 2.7-3.5 wt%) la seconda con un minor quantitativo di H<sub>2</sub>O (< 1.5 wt%) ma più ricca in K<sub>2</sub>O e in Na<sub>2</sub>O (valori rispettivamente compresi tra 2.4-3.5 wt% e 4.1-4.9 wt%) e quindi appartenente ad un magma parente più evoluto.

La posizione dei campioni di FdC in questi grafici, rispetto a quanto visto nelle correlazioni S/Cl vs. Alkali, è più ambigua. In entrambi i diagrammi alcune inclusioni silicatiche di FdC hanno un contenuto di H<sub>2</sub>O che si sovrappone alla popolazione delle "lower vents", tuttavia mantenendosi al di sotto di H<sub>2</sub>O = 3% wt. e quindi senza raggiungere i contenuti di H<sub>2</sub>O elevati misurati durante il 2001 e 2002-2003. Un altro gruppo di inclusioni con 1.5 < H<sub>2</sub>O < 2 registra dei contenuti di acqua che non sono stati campionati nel corso delle due eruzioni eccentriche del 2001 e 2002-2003. Solo due inclusioni sono fortemente degassate e ricadono nell'intervallo composizionale noto in letteratura [Métrich et al., 2004] per i prodotti delle "upper vents" e quindi associabile ad uno stazionamento del magma in condizioni più superficiali.

Le curve di solubilità di alcuni componenti volatili, come H<sub>2</sub>O e CO<sub>2</sub>, in un fuso basaltico saturo in volatili, ad una determinata temperatura, per differenti pressioni possono essere calcolate usando dei modelli termodinamici come "V<sub>OLATILE</sub>C<sub>ALC</sub>" di Newman and Lowenstern, [2002]. Confrontando i valori di CO<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>O misurati nelle melt inclusions contenute nelle olivine analizzate è possibile quindi determinare le pressioni alle quali è avvenuto l'intrappolamento e quindi risalire alla profondità alla quale il magma stazionava. Questo è quanto fatto da Corsaro et al., [2009] che, con questo approccio, hanno vincolato la profondità del reservoir che ha alimentato l'eruzione eccentrica del 1974 e che di seguito (Figura 14) saranno considerati solo per i dati delle melt inclusions riguardanti le eruzioni eccentriche del 2001 e 2002-2003.



**Figura 14.** CO<sub>2</sub> vs. H<sub>2</sub>O [Corsaro et al., 2009]: per FdC la profondità di intrappolamento delle melt inclusions è stimata intorno a 6-7 km.

In Figura 14 è stato indicato con una banda di colore azzurro il contenuto medio di H<sub>2</sub>O = 2.3 wt% e la deviazione standard ( $\sigma$ )  $\pm$  0.3, per l'eruzione di FdC di cui, però, non è noto il contenuto in CO<sub>2</sub>. Assumendo che il contenuto di CO<sub>2</sub> di FdC sia lo stesso di quello misurato nei prodotti del 2001 e 2002-2003 aventi lo stesso contenuto di H<sub>2</sub>O, si può allora estrapolare un intervallo di pressione di intrappolamento delle melt inclusions di Monte Frumento delle Concazze compresa tra circa 100 e 150 MPa, corrispondente ad una profondità di circa 5-7 km sotto il livello del mare.

## Conclusioni

La metodologia di preparazione di cristalli di olivina appartenenti a prodotti esplosivi etnei, si è articolata in tre fasi: a) separazione attraverso liquido pesante LST fastfloat e picking, b) individuazione delle melt inclusions attraverso una prima fase di levigatura, c) selezione e apertura delle melt inclusions.

Tale metodologia è da destinare all'analisi delle inclusioni silicatiche mediante microsonda elettronica (EMP) e tramite spettroscopia micro-Raman.

In particolare, sono stati acquisiti nuovi dati sull'eruzione eccentrica di Monte Frumento delle Concazze e ne sono stati confrontati i risultati sia con le eruzioni eccentriche preistoriche di Monte Maletto e Monte Spagnolo che con le più recenti eruzioni del 2001 e del 2002-03. Le osservazioni relative alla composizione delle olivine e delle rocce totali hanno evidenziato che complessivamente i magmi di Monte Maletto, Monte Spagnolo e Monte Frumento delle Concazze sono più primitivi di quelli appartenenti alle eruzioni eccentriche del 2001 e del 2002-03. All'interno delle eruzioni preistoriche, quella di Monte Frumento delle Concazze è stata alimentata da un magma più evoluto ed eterogeneo di quello emesso da monte Maletto e Monte Spagnolo. I trachibasalti di Monte Spagnolo appartengono ad una serie alcalino-sodica, a differenza di quelli di Monte Frumento delle Concazze che appartengono alla serie alcalino-potassica, registrando già un arricchimento in alcali (e particolarmente in  $K_2O$ ) che, dopo gli anni '70, è diventata una caratteristica composizionale dei magmi eruttati all'Etna, come evidenziato dai prodotti del 2001 e 2002-2003.

Sulla base del rapporto S/Cl e del contenuto di  $H_2O$ , le inclusioni di Monte Frumento delle Concazze indicano una pressione di intrappolamento delle melt inclusions compresa tra 100 e 150 MPa, corrispondente ad una profondità di stazionamento del magma di circa 5-7 km sotto il livello del mare.

## Bibliografia

- Branca, S., and P. Del Carlo (2004). Eruptions of Mt. Etna during the past 3,200 years: a revised compilation integrating the historical and stratigraphic records, in Mt. Etna: Volcano Laboratory, Geophys. Monogr. Ser., vol. 143, edited by A. Bonaccorso et al., pp. 1-27, AGU, Washington, D.C.
- Corsaro R. A., N. Métrich, P. Allard, D. Andronico, L. Miraglia and C. Fourmentraux, (2009). The 1974 flank eruption of Mount Etna: an archetype for deep dike-fed eruptions at basaltic volcanoes and a milestone in Etna's recent history, *Journal of Geophysical Research*, Vol 114.
- Frezzotti, M. L., (2001). Silicate-melt inclusions in magmatic rocks: applications to petrology, *Lithos* 55, 273-299.
- Kamenetsky, V., and R. Clocchiatti, (1996). Primitive magmatism of Mt. Etna: insights from mineralogy and melt inclusions. *Earth Planet. Sci. Lett.* 142, 553-572.
- Métrich N., P. Allard, N. Spilliaert., D. Andronico, and M. Burton. (2004). 2001 flank eruption of the alkali- and volatile-rich primitive basalt responsible for Mount Etna's evolution in the last three decades, *Elsevier, Earth and Planetary Science Letters* 228 (2004) 1– 17.
- Métrich, N. and P. J., Wallace (2008). Volatile abundances in basaltic magmas and their degassing paths tracked by melt inclusions, *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 69, pp. 363-402.
- Newman S. and J. B. Lowenstern (2002).  $V_{OLATILE}C_{ALC}$ : A silicate melt  $H_2O-CO_2$  solution model written in Visual Basic Excel, *Comput. Geosci.*, 28 (5), 597-604, doi 10.1016/s0098-3004(01)00081-4.
- Schiano, P., R. Clocchiatti, L. Ottolini, and T. Busà, (2001). Transition of Mount Etna lavas from a mantle-plume to an island-arc magmatic source, *Nature*, 412, 900-904, doi:10.1038/35091056.
- Spilliaert N., P. Allard, N. Métrich and A. V. Sobolev (2006). Melt inclusion record of the conditions of ascent, degassing, and extrusion of volatile-rich alkali basalt during the powerful 2002 flank eruption of Mount Etna (Italy), *Journal of Geophysical Research*, Vol. 111.

## **Ringraziamenti**

Alla dott.ssa Rosa Anna Corsaro per la costante e attenta revisione del mio lavoro.

Alla dott.ssa Nicole Métrich, per la disponibilità e l'accoglienza al laboratorio Pierre Sue di Saclay (Parigi).

Alla dott.ssa Lucia Miraglia per gli utili consigli durante la preparazione dei campioni all'INGV di CT.

Alla dott.ssa Oulfa Belhadj per il supporto durante le analisi alla microsonda elettronica e alla micro-Raman al laboratorio Pierre Sue di Saclay (Parigi).



**Coordinamento editoriale e impaginazione**

Centro Editoriale Nazionale | INGV

**Progetto grafico e redazionale**

Laboratorio Grafica e Immagini | INGV Roma

© 2010 INGV Istituto Nazionale di Geofisica e Vulcanologia

Via di Vigna Murata, 605

00143 Roma

Tel. +39 06518601 Fax +39 065041181

**<http://www.ingv.it>**



**Istituto Nazionale di Geofisica e Vulcanologia**