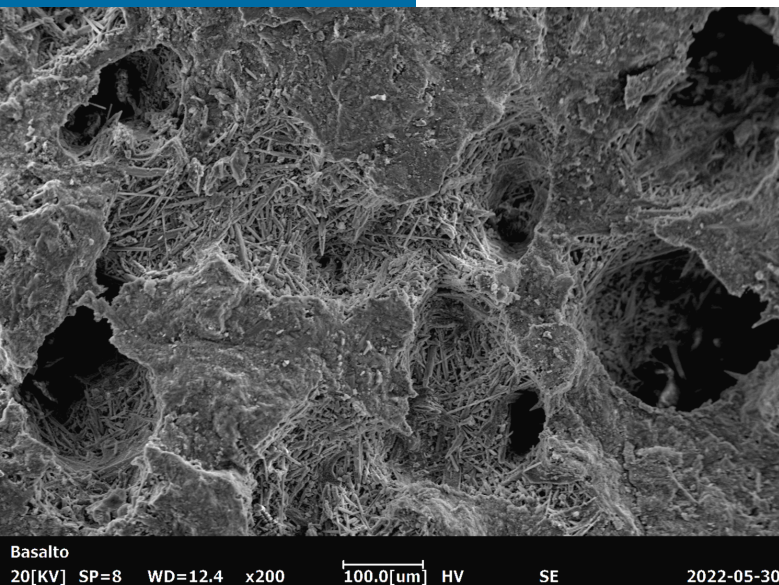


Application Note

Dall'Islanda a Marte: l'analisi SEM-EDS nelle scienze geologiche.



Figg.1-2 – Immagini SEM a 200x e 2000x su frammenti di tefra provenienti dalla spiaggia Reynisfjara in Islanda. In evidenza la struttura fibrosa del basalto. [Coxem EM30-AXN]



Introduzione

La superficie di Marte è ricoperta da rocce vulcaniche datate da 3,5 anni fino ad alcune decine di milioni di anni. La presenza di acqua e atmosfera può influenzare fortemente la composizione e la morfologia di queste rocce, per gli effetti di erosione e trasporto sia chimici che meccanici. L'interpretazione dei dati multispettrali e iperspettrali provenienti da Marte richiede pertanto un'approfondita conoscenza di questi processi di superficie, per comprendere se i dati spettrali ricevuti sono ancora rappresentativi della composizione vulcanica al momento della formazione.

Le rocce vulcaniche dell'Islanda rappresentano un buon analogo per lo studio delle possibili morfologie risultanti dalla formazione, dal trasporto e dalla deposizione di sabbia basaltica su Marte. L'Islanda è infatti un luogo unico sulla Terra con un ambiente freddo, abbondanti rocce e sabbie basaltiche e con la presenza di palagonite (possibile costituente del suolo marziano), una roccia derivante dall'idratazione del sideromelano, vetro di composizione basaltica che si origina dall'interazione magma-acqua nelle eruzioni subacquee e sub-glaciali.

Come dimostra anche un recente articolo apparso su Nature [1], frutto della collaborazione tra Università di Reykjavik e diversi istituti nel mondo, tra cui anche il Dipartimento di Scienze della Terra e del Mare di Palermo e l'Istituto Nazionale di Geofisica e Vulcanologia di Catania, i dati vulcanologici a disposizione degli scienziati permettono di comprendere sempre meglio i processi molto complessi che avvengono sopra e sotto la crosta terrestre.

Studio dell'evoluzione delle rocce vulcaniche

In uno studio condotto nel 2005 [2], sono stati analizzati alcuni campioni di roccia e sabbia provenienti da diverse zone situate intorno ad alcuni dei maggiori vulcani islandesi: lo Skjalbreidur e l'Eldborgir, situati a sud del ghiacciaio Langjökull, e il vulcano Hekla.

Nei primi due siti di campionamento sabbia e lava sono correlate tra loro e hanno una composizione basaltica. Per il sito di Hekla, invece, la composizione della lava è più andesitica e significativamente diversa da quella delle sabbie. I risultati dell'analisi chimica hanno dunque permesso di identificare condizioni diverse per l'origine delle sabbie. Per i primi due siti, gli elementi maggiori, minori e in tracce sono correlati e indicano che le sabbie, di composizione basaltica, sono geneticamente legate alla lava circostante. Le sabbie del vulcano Hekla, di composizione andesitica, indicano invece una contaminazione del materiale proveniente dal flusso di lava basaltica, eroso ad opera di un componente più silicico eruttato da Hekla.

Fig.3 – Classificazione delle rocce e delle sabbie vulcaniche prelevate in tre diversi siti in Islanda [2].

Tab. 1 – Composizione chimica di campioni di lava provenienti dal vulcano Hekla durante le eruzioni del 1970, del 1980 e del 1991 [3]. I risultati delle analisi sono espressi in % ossidi.

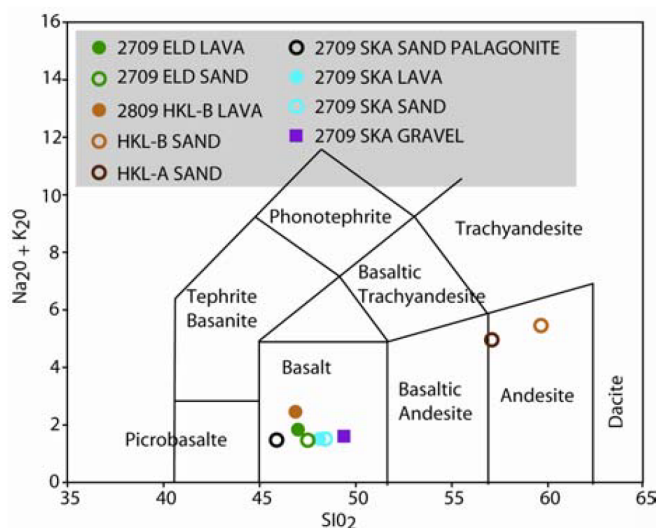


Table 1. Chemical composition of Hekla lavas

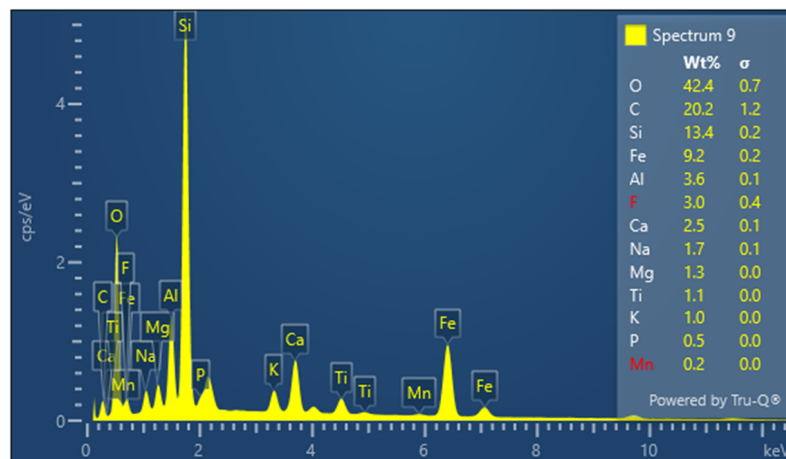
Sample	1970	1980	1991
SiO ₂	54.90	55.40	54.70
TiO ₂	2.09	1.84	2.00
Al ₂ O ₃	14.30	14.33	14.41
FeO	11.59	11.23	11.45
MnO	0.271	0.265	0.266
CaO	7.06	7.23	7.32
MgO	2.91	2.92	3.10
Na ₂ O	4.18	4.17	4.11
K ₂ O	1.22	1.30	1.23
P ₂ O ₅	1.34	1.12	1.17

Le analisi chimiche con tecnica EDS sono impiegate anche nella **tefrocronologia**, una tecnica geocronologica che utilizza gli strati di tefra (cenere vulcanica depositatasi in una singola eruzione) per creare uno schema cronologico nel quale posizionare i reperti paleoecologici e archeologici. I maggiori vulcani che sono stati utilizzati per gli studi sul tefra includono Vesuvio, Hekla e Santorini. Gli orizzonti a tefra forniscono un riferimento sincrono con cui correlare le ricostruzioni climatiche ottenute con altri reperti terrestri, come gli studi sul polline fossile (palinologia), le varve nei sedimenti lacustri o i depositi marini, le carote di ghiaccio, e permettono di estendere i limiti della datazione radiometrica ottenibile con il metodo del carbonio-14.

Il software che gestisce la microanalisi EDS è in grado di esprimere i risultati delle analisi chimiche in % peso, in % atomica (per la valutazione dei rapporti stechiometrici), o in % **ossidi** (Tab.1 e Tab.2), molto utile per il riconoscimento e la quantificazione dei diversi minerali presenti nel campione.



Fig.4-5 – Immagine SEM e spettro EDS su campione di basalto proveniente dalla spiaggia Reynisfjara in Islanda. Risultati espressi in % peso.



Tab. 2
Composizione chimica del campione analizzato in Fig.4. I risultati delle analisi sono stati espressi in % ossidi.

Element	Oxide	Oxide %	Oxide % Sigma
Fe	FeO	17.96	0.18
Mn	MnO	0.30	0.06
Ti	TiO ₂	2.72	0.08
Ca	CaO	5.54	0.08
K	K ₂ O	1.83	0.05
P	P ₂ O ₅	2.13	0.15
Si	SiO ₂	47.15	0.34
Al	Al ₂ O ₃	10.96	0.15
Mg	MgO	3.47	0.11
Na	Na ₂ O	3.73	0.13

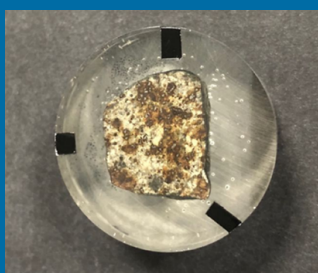


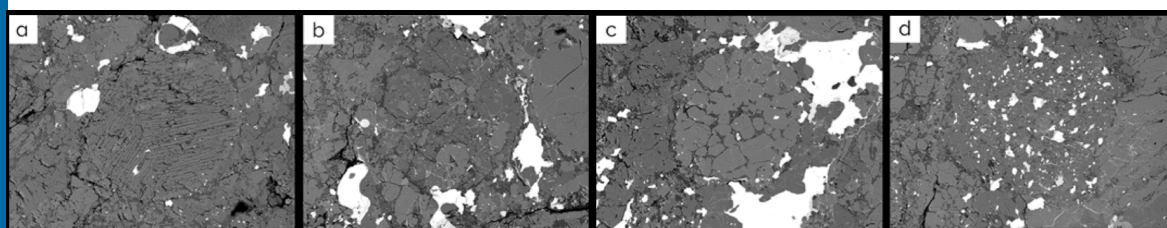
Fig.6 – Sospetto meteorite rinvenuto nel Nord Africa (2.1 x 1.6 cm, 10.3 g) preparato in cross-section [4].

Analisi dell'altro mondo:

identificare un possibile meteorite mediante SEM-EDS

Anche per un esperto può essere difficile identificare un meteorite basandosi solo sul suo aspetto, a causa delle alterazioni che può aver subito durante il suo ingresso in atmosfera e prima di essere scoperto. Pertanto, è importante applicare un metodo appropriato per lo studio e la classificazione di un possibile meteorite. Prima di tutto l'imaging in BSE della sezione del campione a basso ingrandimento permette di riconoscere la distribuzione delle condrule, sferule di minerali mafici (Fe-Mg) con grani di piccole dimensioni, indicativi di un rapido raffreddamento. L'analisi chimica quantitativa (standardless) consente poi di identificare con precisione le fasi minerali specifiche presenti secondo la loro stechiometria. Infine, grazie alle funzioni EDS Mapping e **AutoPhaseMap** è possibile ottenere l'esatta proporzione di ciascuna fase minerale nel meteorite.

Fig.7 – Immagini in BSE di tipiche condrule osservate in cross section [4].



Nell'area di Fig.8 sono state identificate 7 diverse fasi, tra cui Troilite, un minerale contenente ferro e zolfo in rapporto di ca 1:1, molto diffuso nei meteoriti originatisi da Luna e Marte, Kamacite e Taenite, che confermano l'autenticità del meteorite oggetto di studio.

Fig.8 – Localizzazione delle fasi su immagine BSE ottenuta con analisi puntuale EDS quantitativa standardless [3].

Fig.9 – Spettro EDS di Troilite, con Fe e S in rapporto 1:1 [4].

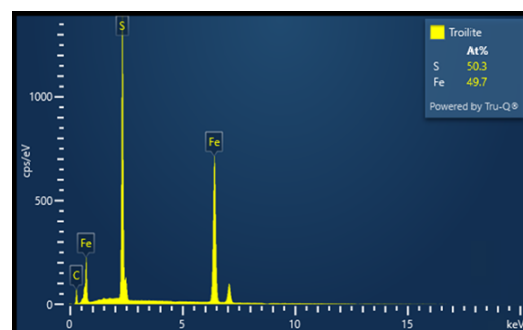
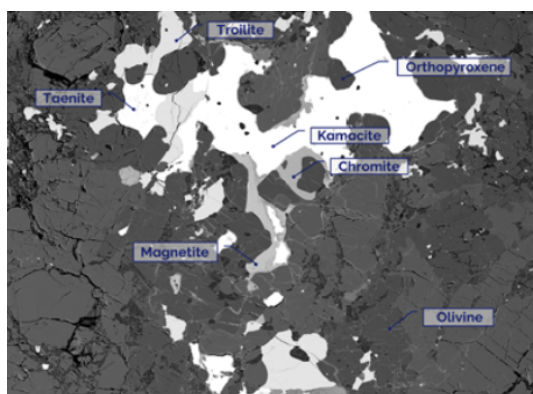
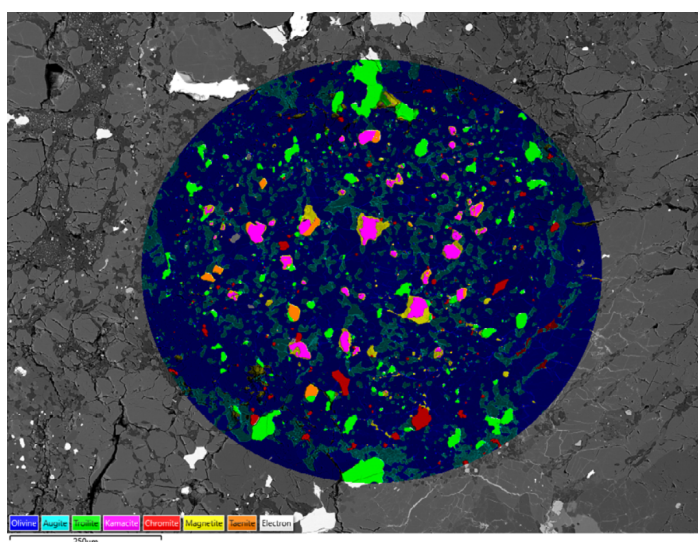


Fig.10 – Immagine ottenuta con AutoPhaseMap che mostra la distribuzione delle fasi minerali individuate e la frazione (% area) di ciascuna fase nel campione [4].



Phase	Color	Fraction (%)
Olivine	Blue	69.25
Augite	Cyan	18.47
Troilite	Green	4.72
Kamacite	Magenta	1.68
Chromite	Red	1.64
Magnetite	Yellow	2.56
Taenite	Orange	0.48

AZtec Mineral e GrainAnalyser2

Il software AZtec di Oxford integra il pacchetto AZtec Mineral: grazie all'applicazione "Automated Mineralogy" è possibile campionare un'area rappresentativa di un campione massivo o di una polvere e visualizzare le diverse fasi mineralogiche presenti nell'immagine BSE acquisita.

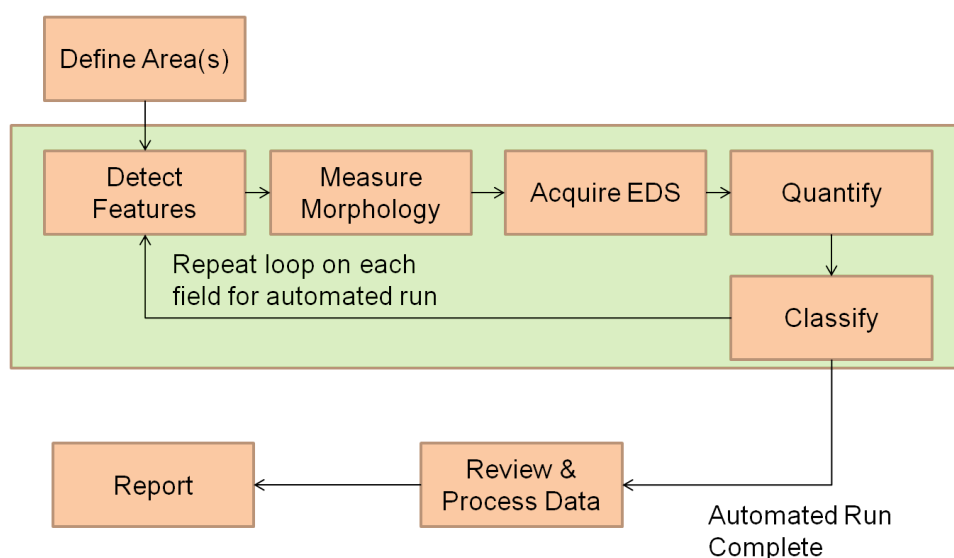


Fig.11 – Flusso di lavoro del software AZtec Mineral.

I dati acquisiti con AZtec Mineral possono essere successivamente elaborati con il tool GrainAnalyser2 che contiene una libreria (personalizzabile dall'utente) con più di 4000 minerali e consente di creare grafici o esportare tabelle di dati relativi a diversi parametri, quali ad esempio dimensione dei grani, grado di ricopertura, abbondanza di un elemento, o di eseguire la **Mineral Liberation Analysis** (MLA) per il calcolo della "liberation mesh size".

Tutte queste informazioni, unite alle immagini acquisite al SEM con detector SE e BSE, permettono di caratterizzare in maniera approfondita il materiale e valutarne la lavorabilità per diversi ambiti e applicazioni.

L'analisi minerale automatizzata è dunque utile non solo per la ricerca in ambito geologico, ma anche ad esempio nell'industria dell'estrazione e della lavorazione dei minerali, nell'industria petrolifera e del gas, nelle consulenze ambientali e nella geologia ingegneristica.

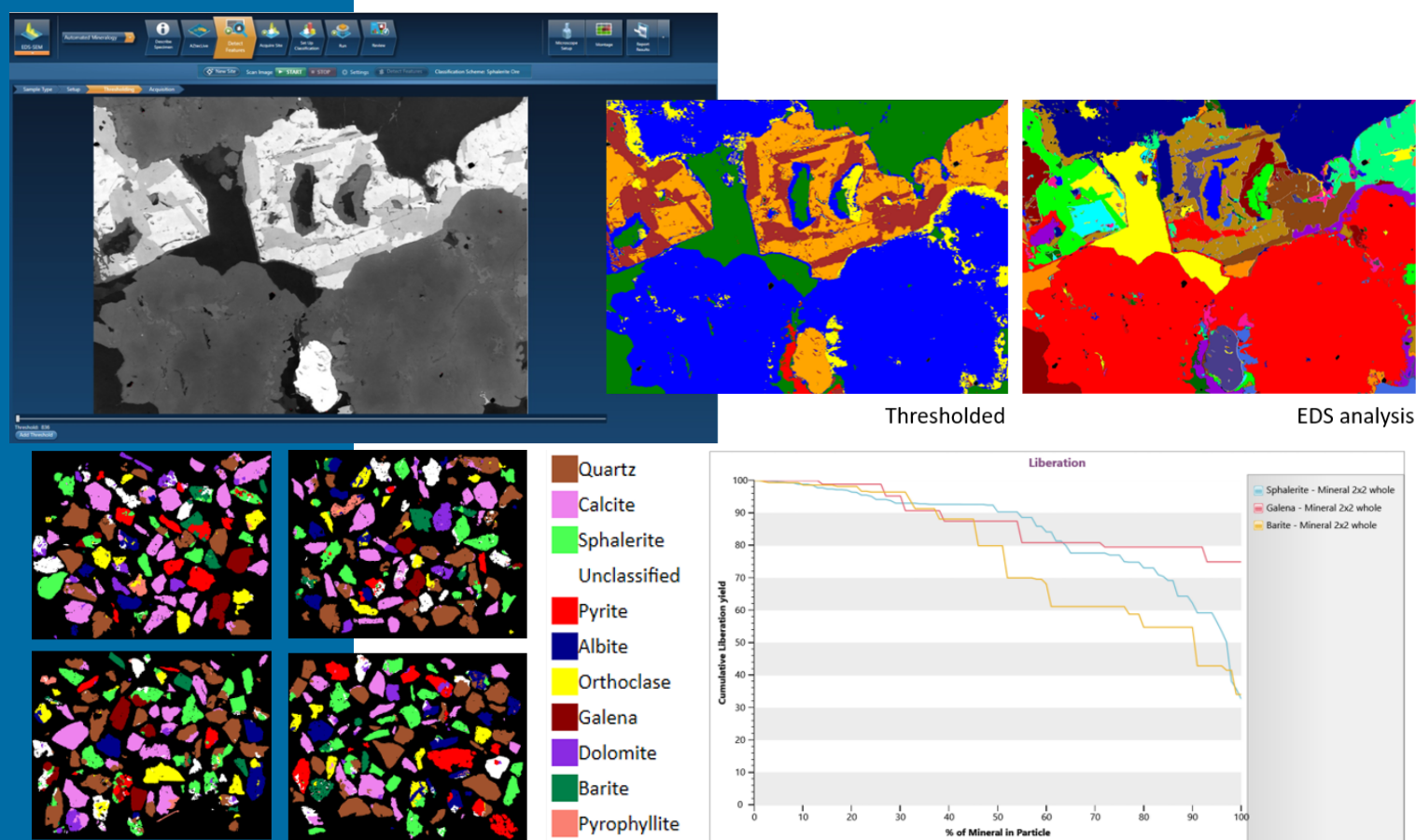


Fig.12 – Automated Mineral Analysis eseguita con AZtec Mineral e GrainAnalyser2 per l'identificazione delle fasi mineralogiche e il calcolo del parametro Liberation.

Bibliografia

- [1] "Rapid shifting of a deep magmatic source at Fagradalsfjall volcano, Iceland" S. A. Halldórsson et al. - Nature, Vol. 609 (2022)
- [2] "Origins and transport of volcanic sands in Iceland and implications for the evolution of volcanic material on Mars." D. Baratoux, N. Mangold, O. Arnaud, M. Gregoire, G. Ceuleneer, M. van Ginneken, B. Platevoët, J.M. Bardinzeff, V. Chevrier, P. Pinet, P.E. Mathé - Lunar and Planetary Science XXXVI (2005)
- [3] "The 1991 eruption of Hekla, Iceland" A. Gudmundsson, N. Oskarsson, K. Gronvold, K. Saemundsson, O. Sigurdsson, R. Stefansson, S. R. Gislason, P. Einarsson, B. Brandsdottir, G. Larsen, H. Johannesson, T. Thordarson Bulletin of Volcanology (1992)
- [4] "Identifying a possible meteorite with SEM-based EDS" © Oxford Instruments plc, (2021)