

Le tipologie di esperimento si possono suddividere anche in base allo scopo specifico dell'esperimento:

- Equilibri di fase
- Processi di diffusione
- Processi di cristallizzazione e dissoluzione
- Determinazione di proprietà termodinamiche
- Sintesi di cristalli o di vetri

## Esempio: Equilibri di fase

Si intendono tutti quegli esperimenti che necessitano del raggiungimento dell'equilibrio tra le fasi all'interno del nostro contenitore sperimentale.

Sia l' **esempio 1** che l' **esempio 2** necessitano di esperimenti di equilibri di fase.

Determinare come degli elementi si distribuiscono tra le fasi in un certo sistema composizionale a certe condizioni di T, P,  $fO_2$

Determinare quali sono le fasi stabili in un certo sistema composizionale a diverse condizioni di T, P,  $fO_2$

# I passi fondamentali in un progetto di petrologia sperimentale:

- 1) Definire il problema
- 2) Progettare gli esperimenti
  - a) *Starting material*
  - b) Condizioni di P, T,  $fO_2$
  - c) Tipologia degli esperimenti
  - d) Durata degli esperimenti
  - e) Materiale del contenitore
  - f) Apparato sperimentale da utilizzare
- 3) Eseguire gli esperimenti
- 4) Caratterizzare i prodotti sperimentali
- 5) Costruire il modello

## Durata degli esperimenti

Come gli altri fattori, anche la durata degli esperimenti dipende strettamente dagli obiettivi dello studio. In certi casi, la durata è un fattore limitante.

Generalmente varia da pochi minuti a qualche settimana.

Nel caso di esperimenti per equilibri di fase, la durata è funzione del tempo necessario al sistema per equilibrarsi. È dipendente dal sistema che si sta investigando e dalla temperatura (basse  $T$  = lunghi tempi per l'equilibrio).

# I passi fondamentali in un progetto di petrologia sperimentale:

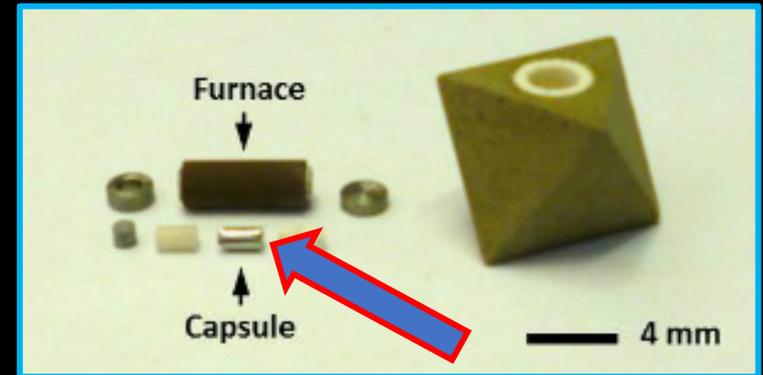
- 1) Definire il problema
- 2) Progettare gli esperimenti
  - a) *Starting material*
  - b) Condizioni di P, T,  $fO_2$
  - c) Tipologia degli esperimenti
  - d) Durata degli esperimenti
  - e) Materiale del contenitore
  - f) Apparato sperimentale da utilizzare
- 3) Eseguire gli esperimenti
- 4) Caratterizzare i prodotti sperimentali
- 5) Costruire il modello

## Materiale del contenitore

La funzione principale del contenitore è quella di mantenere il campione sperimentale come un sistema chiuso (con delle eccezioni).

Un requisito fondamentale del contenitore è quello di non dover reagire con il campione, deve essere cioè inerte. Il contenitore deve anche mantenere le sue proprietà alle alte T e P dell'esperimento.

Per queste ragioni, i materiali usati più comunemente sono metalli preziosi (Pt, Au, Re, leghe di Au-Pd, etc).



# Materiale del contenitore

La scelta del materiale del contenitore è un passo critico, a volte non facile.

Esempio:

Au → Ottimo materiale inerte

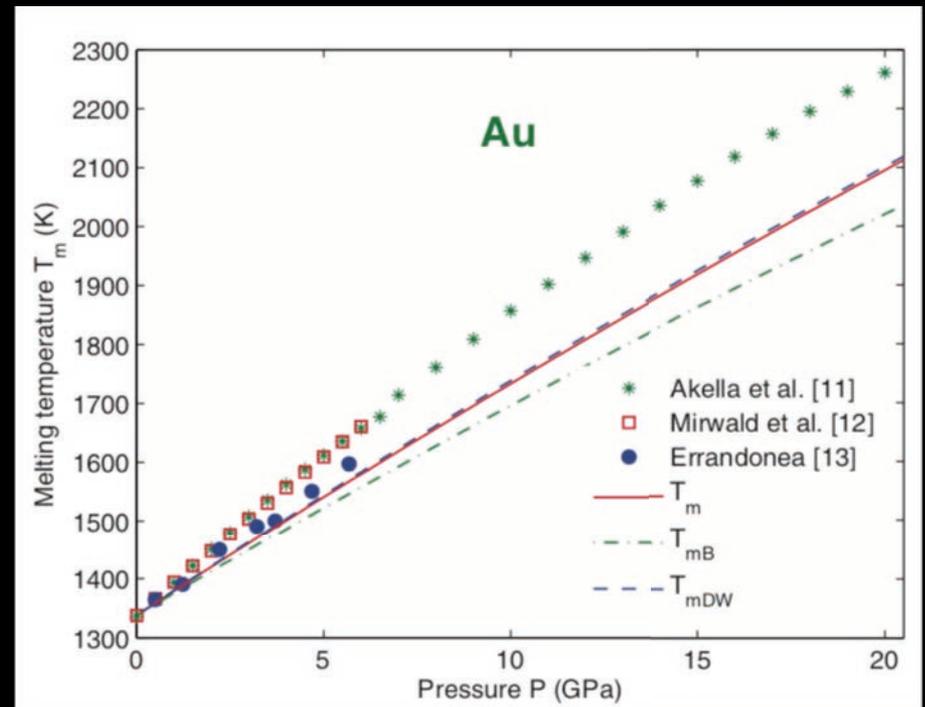
$D^{H^+}$  → basso

$T_m \sim 1050$  °C a 1 atm

Pt → Inerte, ma possibile lega con Fe

$D^{H^+}$  → significativo

$T_m \sim 1770$  °C a 1 atm

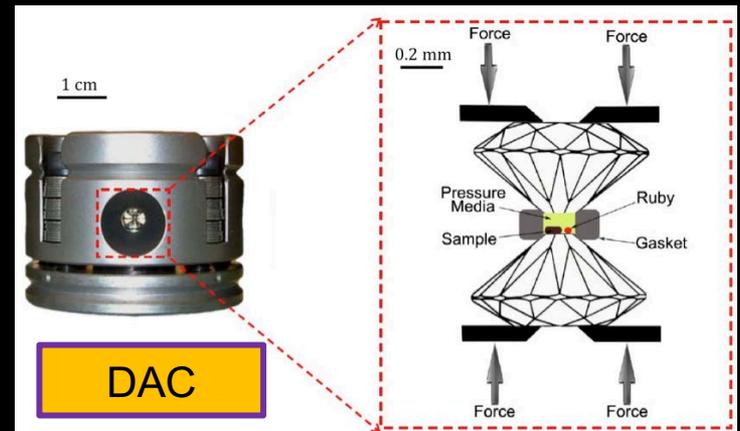
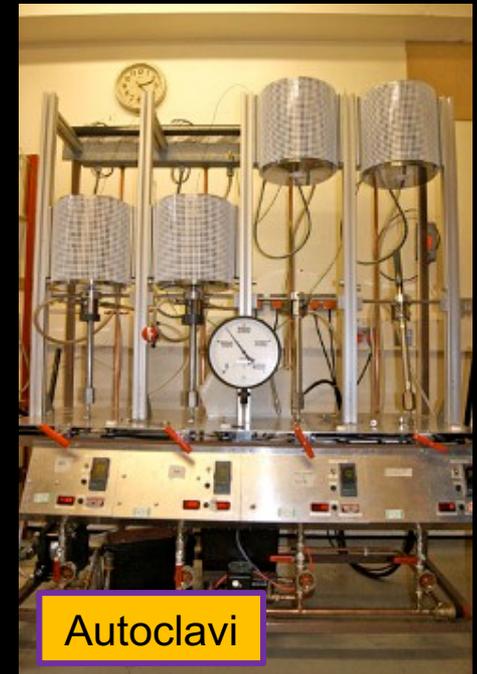
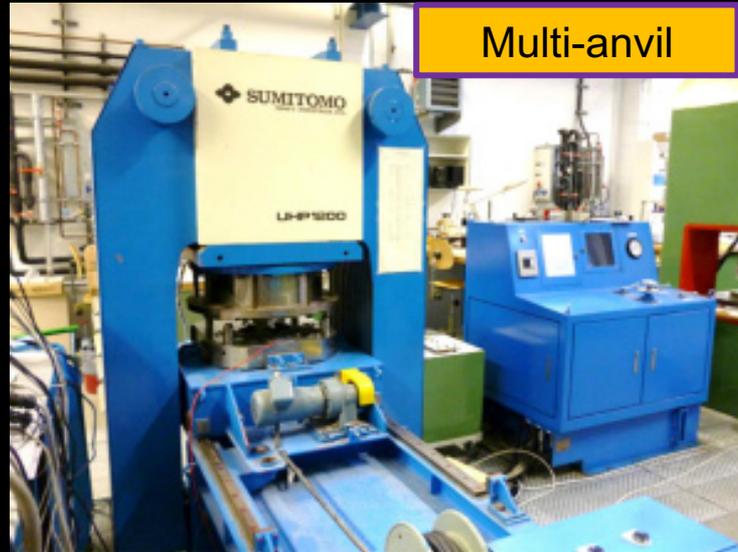


Curve di fusione dell'oro in base a vari autori (Hieu & Ha, 2013)

# I passi fondamentali in un progetto di petrologia sperimentale:

- 1) Definire il problema
- 2) Progettare gli esperimenti
  - a) *Starting material*
  - b) Condizioni di P, T,  $fO_2$
  - c) Tipologia degli esperimenti
  - d) Durata degli esperimenti
  - e) Materiale del contenitore
  - f) Apparato sperimentale da utilizzare
- 3) Eseguire gli esperimenti
- 4) Caratterizzare i prodotti sperimentali
- 5) Costruire il modello

# Apparato sperimentale da utilizzare



# I passi fondamentali in un progetto di petrologia sperimentale:

- 1) Definire il problema
- 2) Progettare gli esperimenti
  - a) *Starting material*
  - b) Condizioni di P, T,  $fO_2$
  - c) Tipologia degli esperimenti
  - d) Durata degli esperimenti
  - e) Materiale del contenitore
  - f) Apparato sperimentale da utilizzare
- 3) Eseguire gli esperimenti
- 4) Caratterizzare i prodotti sperimentali
- 5) Costruire il modello

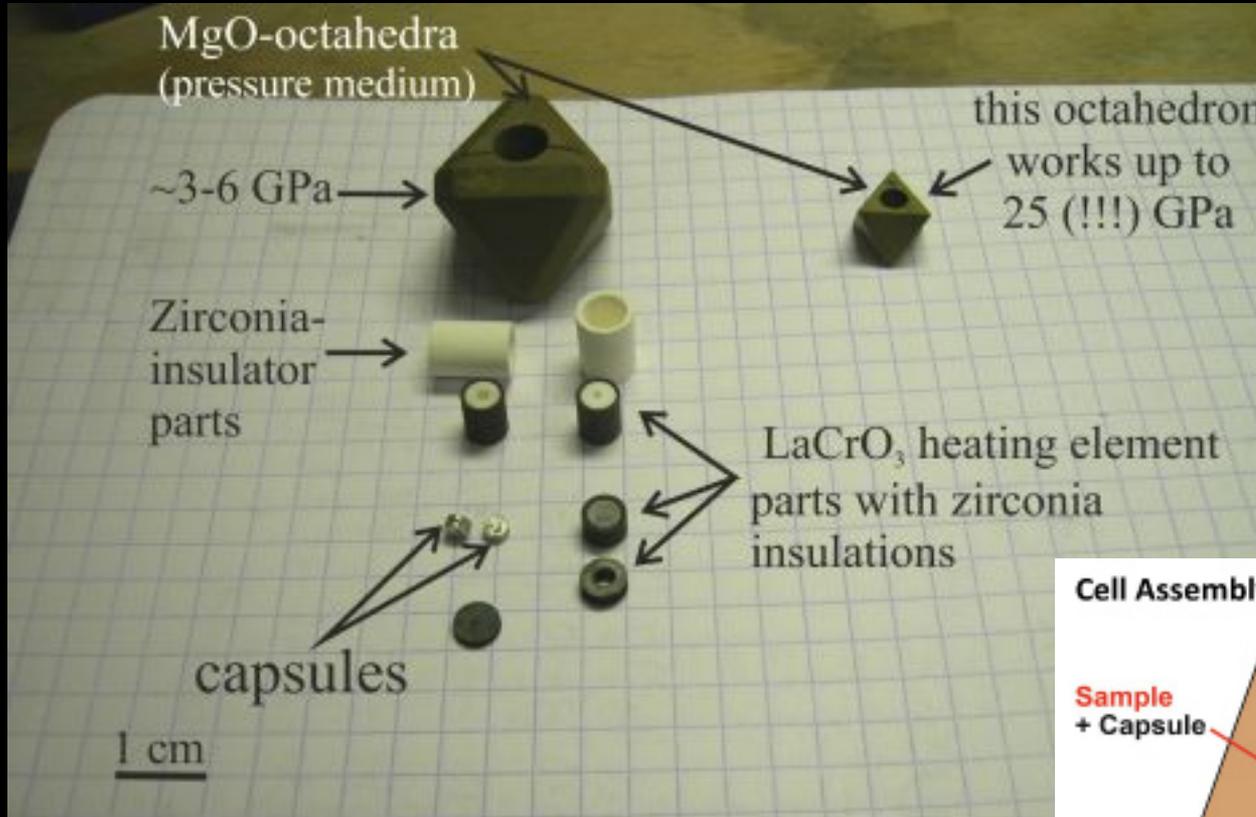
# Eeguire gli esperimenti (esempio con pressa *multi-anvil*)

Una volta progettato l'esperimento, possiamo partire con la preparazione dello *starting material*



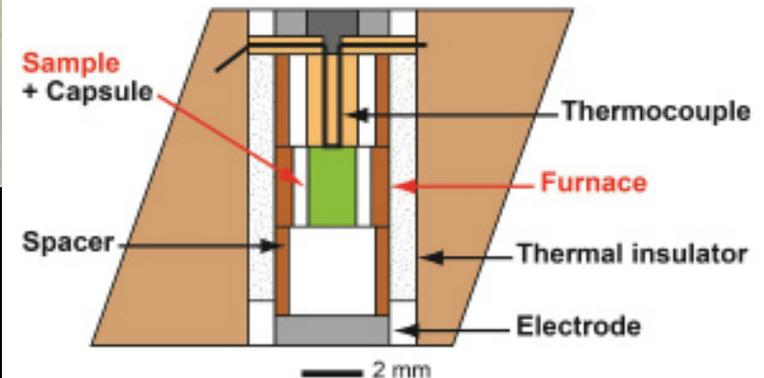
# Eseguire gli esperimenti (esempio con pressa *multi-anvil*)

Lo *starting material* va poi inserito all'interno del contenitore, come ad esempio una capsula di Pt. La capsula viene poi inserita all'interno del *cell assembly*, che solitamente contiene anche una fornace ed una termocopia



Esempio nel caso di esperimenti *multi-anvil*, *quench technique*

Cell Assembly (Kawai-type Apparatus, to 16 GPa)

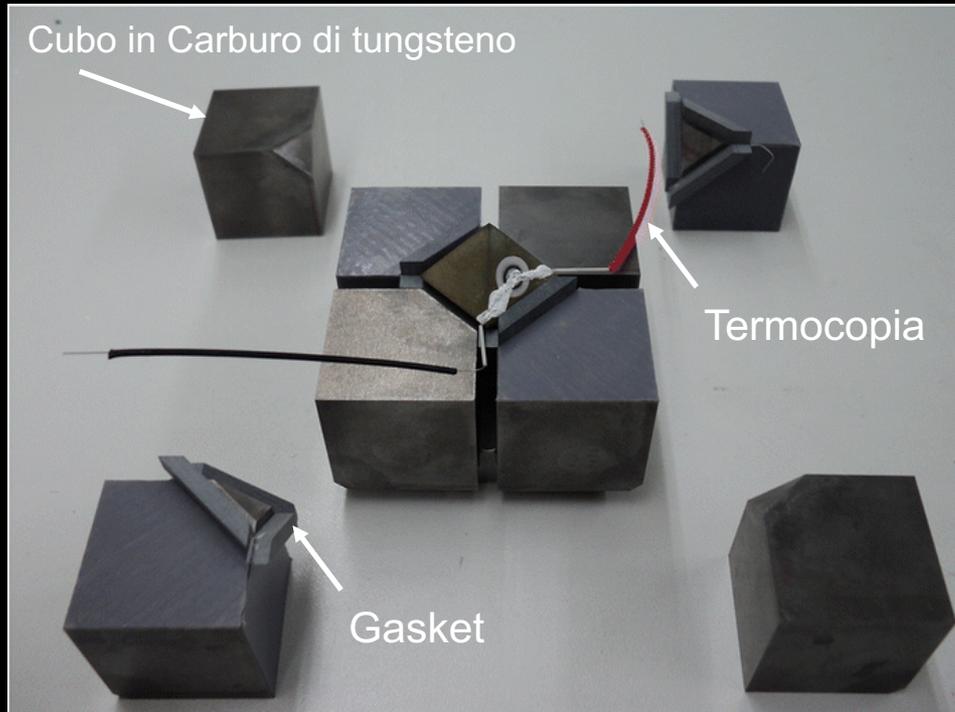


<http://enikobali.hupont.hu>

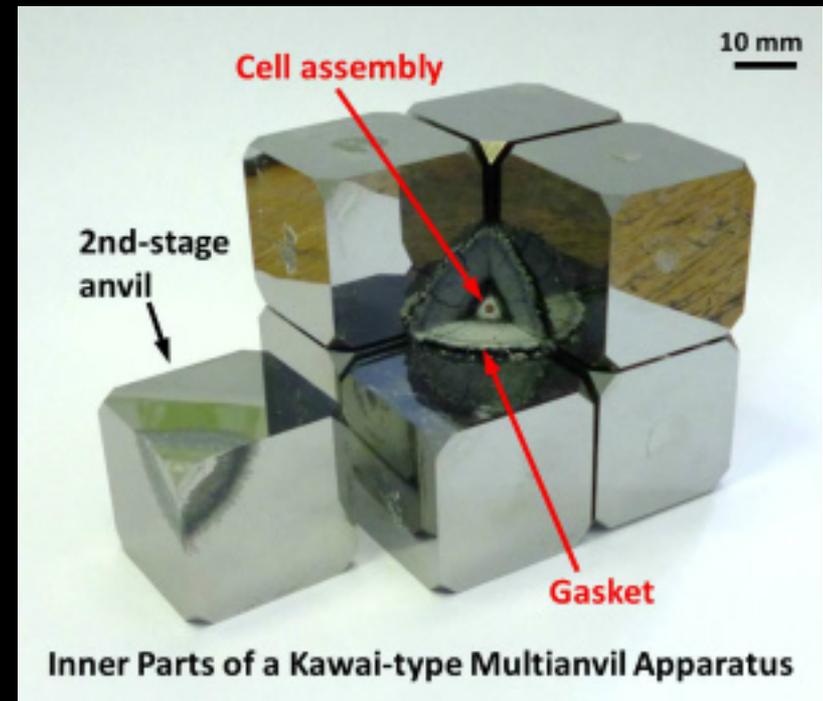
<https://home.hiroshima-u.ac.jp/kawazoe/html/Kawazoe04-Method-EN.html>

## Eseguire gli esperimenti (esempio con pressa *multi-anvil*)

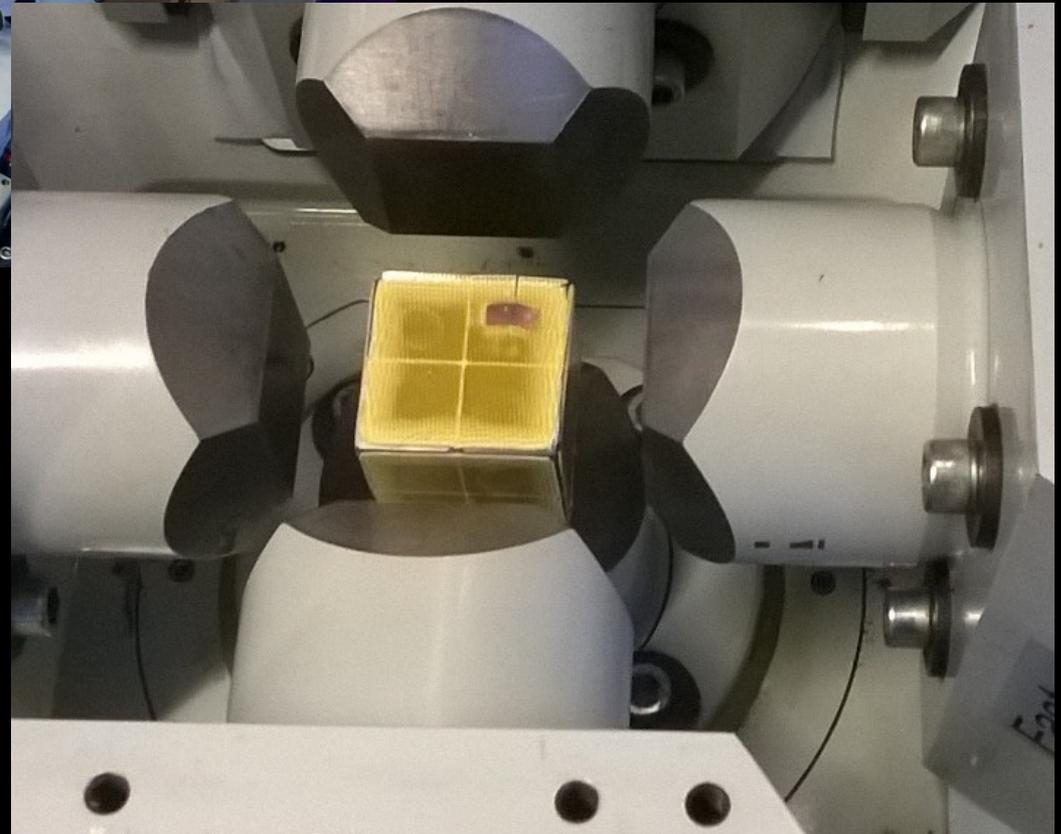
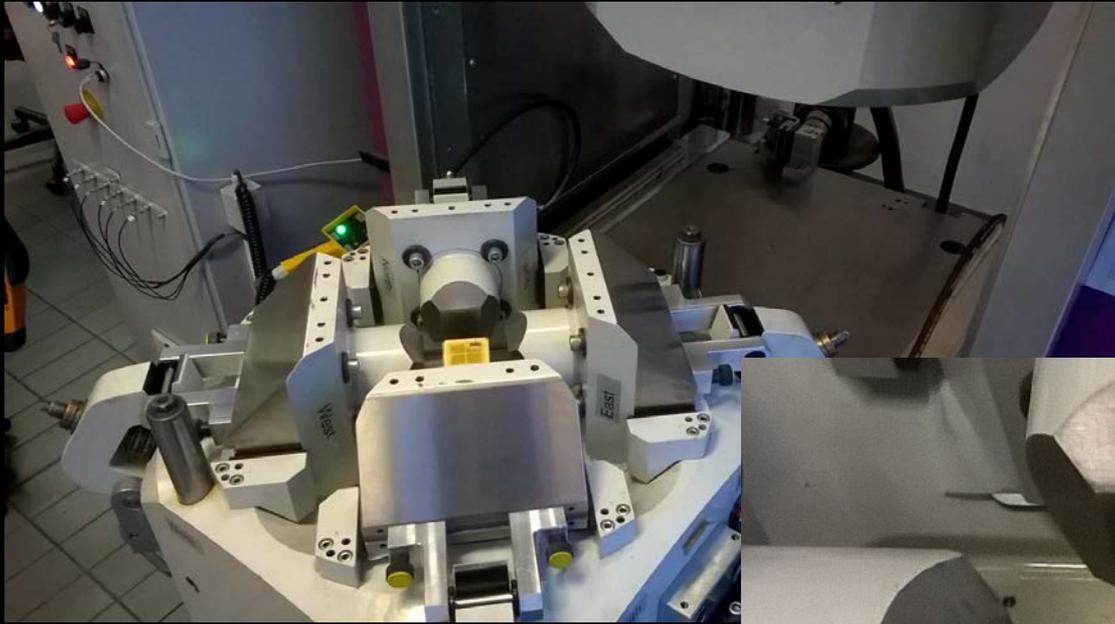
Nel caso di un esperimento *multi-anvil*, la cella viene inserita in un ottaedro, che a sua volta viene posto all'interno di un sistema a 8 cubi con angoli troncati.



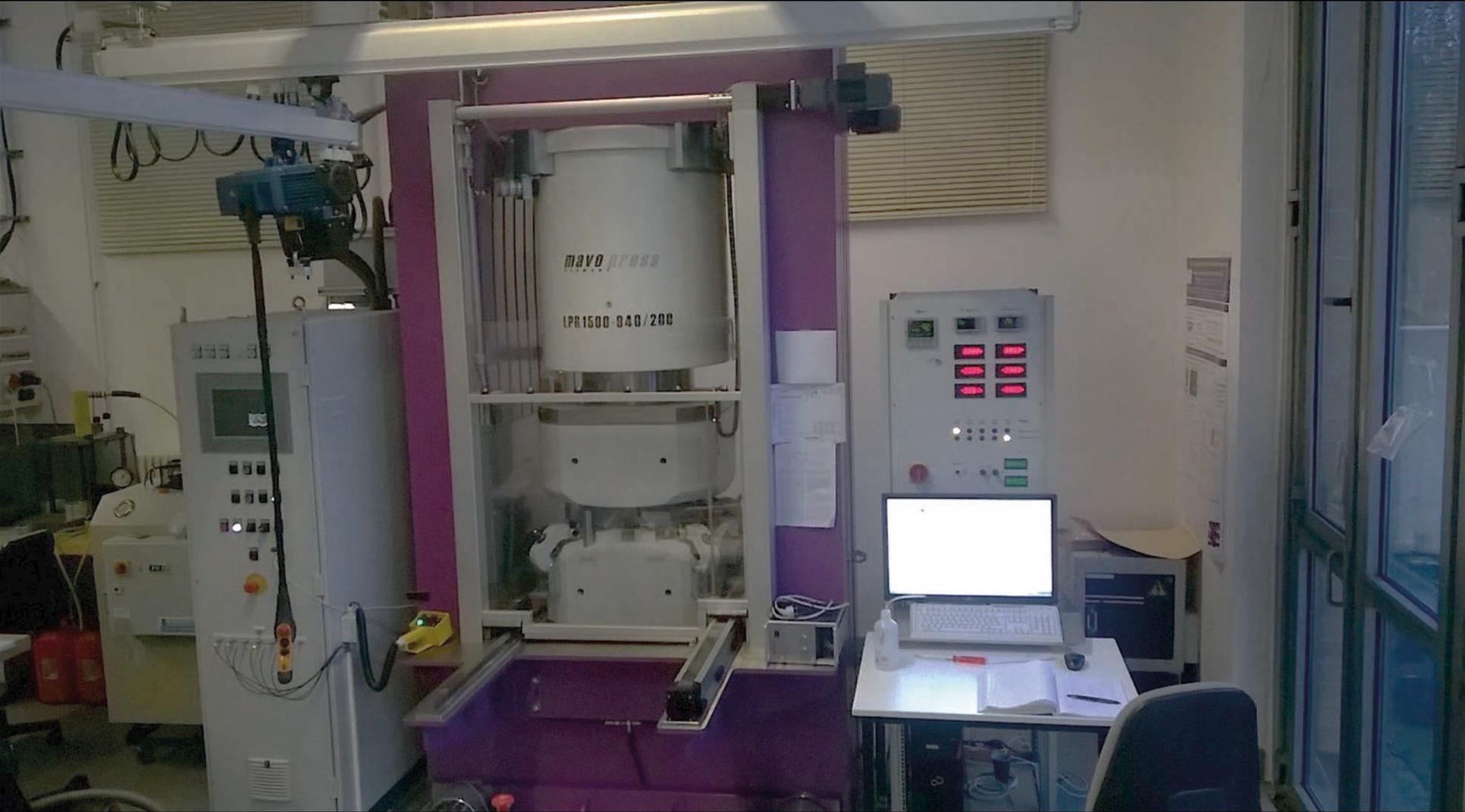
Esempio nel caso di esperimenti *multi-anvil*, *quench technique*



# Eseguire gli esperimenti (esempio con pressa *multi-anvil*)



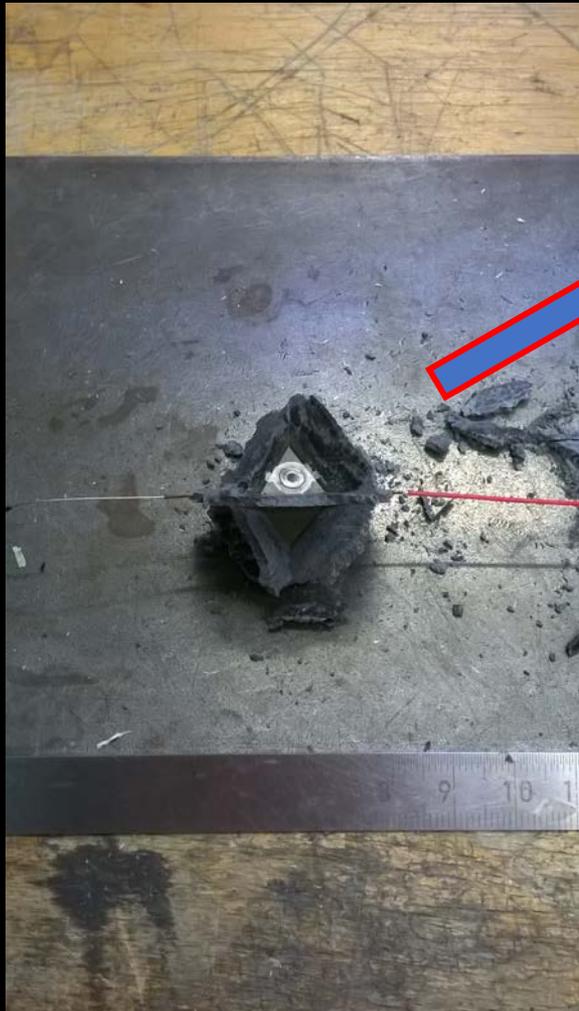
# Eseguire gli esperimenti (esempio con pressa *multi-anvil*)



# Eseguire gli esperimenti (esempio con pressa *multi-anvil*)



# Eseguire gli esperimenti (esempio con pressa *multi-anvil*)



# I passi fondamentali in un progetto di petrologia sperimentale:

- 1) Definire il problema
- 2) Progettare gli esperimenti
  - a) *Starting material*
  - b) Condizioni di P, T,  $fO_2$
  - c) Tipologia degli esperimenti
  - d) Durata degli esperimenti
  - e) Materiale del contenitore
  - f) Apparato sperimentale da utilizzare
- 3) Eseguire gli esperimenti
- 4) Caratterizzare i prodotti sperimentali
- 5) Costruire il modello

# Caratterizzare i prodotti sperimentali

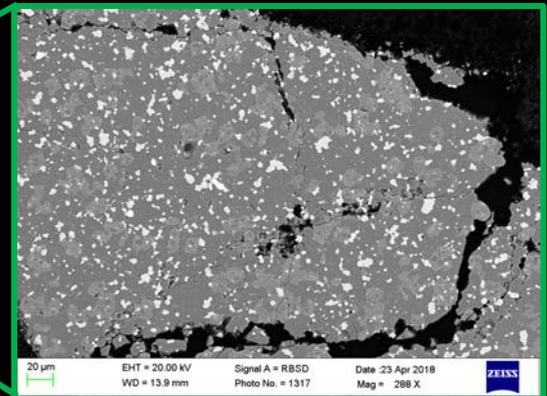
Nel caso di esperimenti con *quench technique*, i campioni sperimentali vengono estratti dall'apparato a fine esperimento e preparati per le analisi.

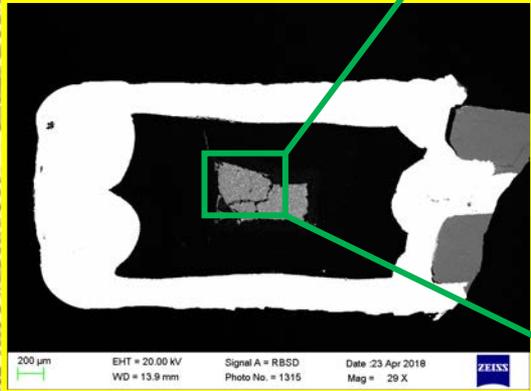
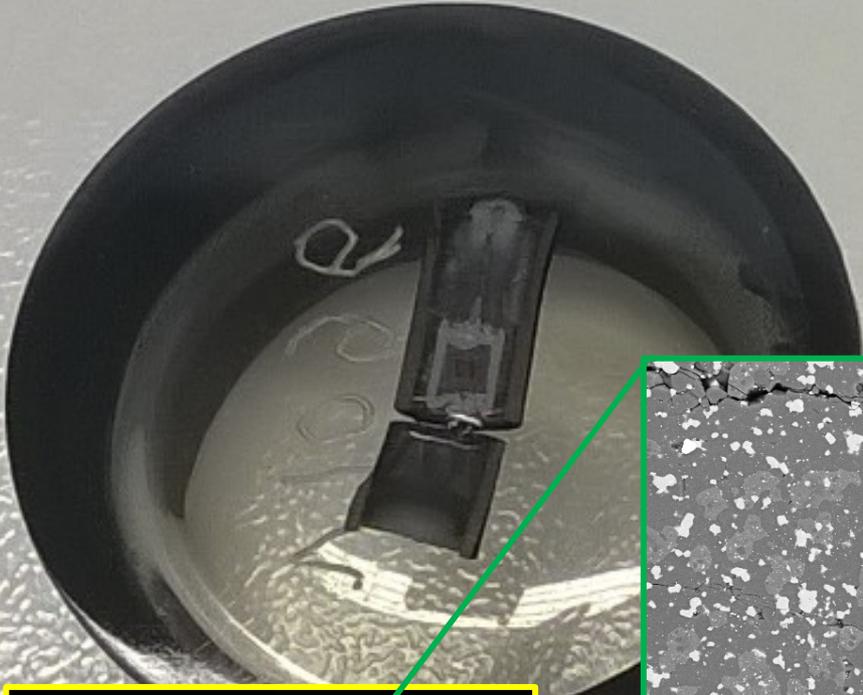


Il preparato per le analisi può essere ad esempio un cristallo estratto dal campione, una polvere oppure una sezione lucidata (vedi campioni in aula)

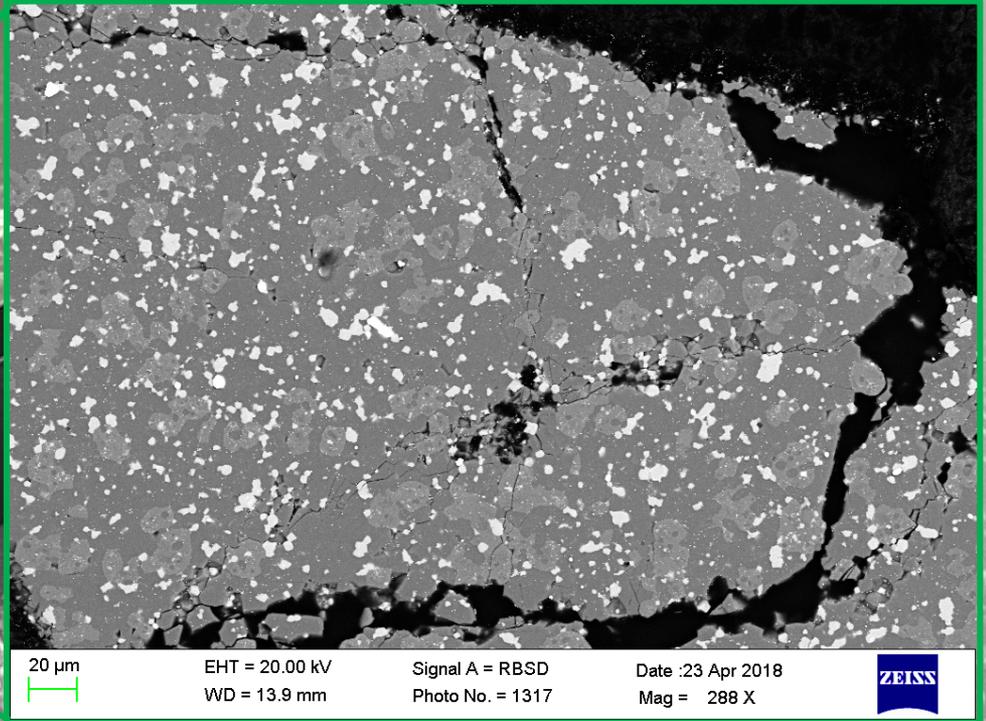


Immagini al SEM

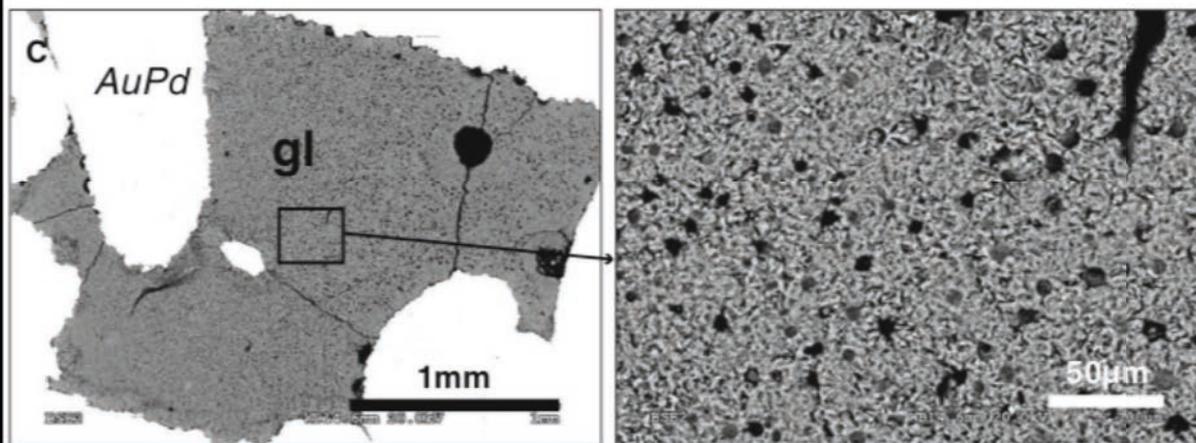
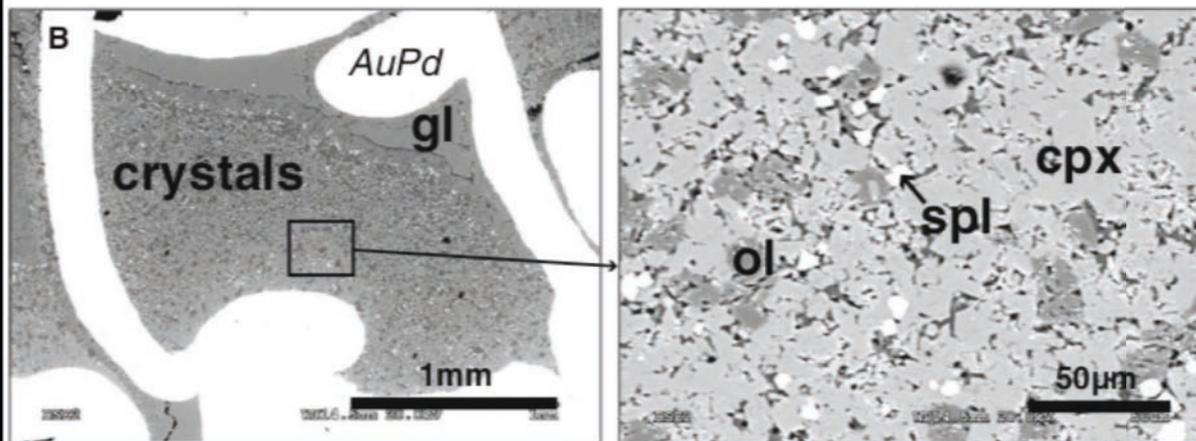
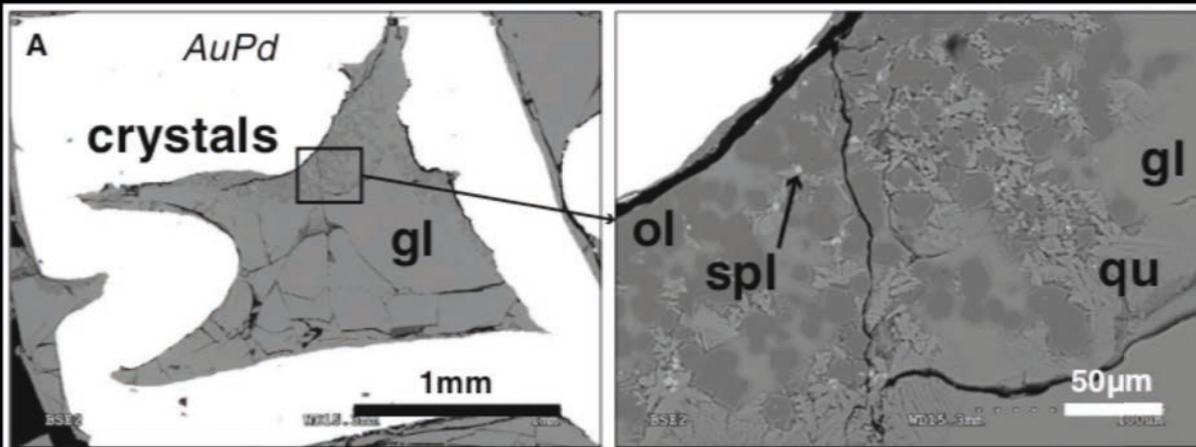




200  $\mu$ m EHT = 20.00 kV Signal A = RBSD Date :23 Apr 2018  
WD = 13.9 mm Photo No. = 1315 Mag = 29 X ZEISS



20  $\mu$ m EHT = 20.00 kV Signal A = RBSD Date :23 Apr 2018  
WD = 13.9 mm Photo No. = 1317 Mag = 288 X ZEISS



# Tecniche analitiche più comuni per caratterizzare i campioni

- Microscopia ottica
- **SEM - Scanning Electron Microscope**
- **EMP – Electron Micro Probe (detta anche EPMA)**
- LA-ICP-MS – *Laser Ablation Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*
- SIMS - *Secondary-ion mass spectrometry*
- **X-ray diffraction (su cristallo singolo o polvere)**
- *Mössbauer spectroscopy*
- *XANES (X-ray absorption near edge structure)*
- *Raman spectroscopy*
- *IR (Infra-Red) spectroscopy*
- *FTIR (Fourier Transform Infrared spectroscopy)*
- *Brillouin Spectroscopy*

# I passi fondamentali in un progetto di petrologia sperimentale:

- 1) Definire il problema
- 2) Progettare gli esperimenti
  - a) *Starting material*
  - b) Condizioni di P, T,  $fO_2$
  - c) Tipologia degli esperimenti
  - d) Durata degli esperimenti
  - e) Materiale del contenitore
  - f) Apparato sperimentale da utilizzare
- 3) Eseguire gli esperimenti
- 4) Caratterizzare i prodotti sperimentali
- 5) Costruire il modello  Vedremo dei casi studio dalla letteratura