

UNIVERSITATEA BUCUREȘTI

**Utilizarea incluziunilor fluide
în studiul diagenezei
rocilor sedimentare**

Cristina Emilia PANAIOTU

2001

Lucrarea a fost realizată în cadrul proiectelor

CNFIS 229: „Strategii de predare învățare în domeniul științelor naturii și ingineriei mediului în Universitatea București”, Director grant Prof. Dr. Vasile PREDA

CNCSIS 4: „Dezvoltarea studiilor doctorale în domeniul sedimentologiei și stratigrafiei”, Director de grant Prof. Dr. Nicolae Anastasiu

Colecția GEOMEDIA – coordonator Alexandru ANDRASANU

Editura ARS DOCENDI
Șos. Panduri 90, București
Tel./Fax: 40 1 410 25 75
E-mail: cpti@chem.unibuc.ro

CUPRINS

1. INTRODUCERE.....	5
2. CARACTERISTICILE INCLUZIUNILOR FLUIDE	6
2.1 LIMITELE	6
2.2 FORMA.....	7
2.3 COMPOZIȚIA	7
2.4 DIMENSIUNILE	7
3. GENEZA INCLUZIUNILOR FLUIDE.....	8
3.1 INCLUZIUNI PRIMARE	8
3.2 INCLUZIUNI SECUNDARE	9
3.3 INCLUZIUNILE PSEUDOSECONDARE.....	10
3.4 CRITERII DE DETERMINARE A ORIGINII INCLUZIUNILOR FLUIDE	11
4. METODE ÎN STUDIUL INCLUZIUNILOR FLUIDE.....	13
4.1 DIAGrame TERMODINAMICE	14
<i>Echilibre de fază în sistemul H₂O</i>	<i>14</i>
<i>Echilibre de fază în sistemul CH₄</i>	<i>15</i>
<i>Echilibre de fază în sistemul H₂O + NaCl</i>	<i>16</i>
<i>Echilibre de fază în sistemul H₂O + CH₄.....</i>	<i>17</i>
4.2 EVALUAREA PROCESELOR SECUNDARE ÎN INCLUZIUNILE FLUIDE.....	19
<i>Reacția fluidului cu cristalul gazdă.....</i>	<i>19</i>
<i>Modificarea formei incluziunii (gătuirea).....</i>	<i>19</i>
<i>Reechilibrarea termică.....</i>	<i>21</i>
4.3 DETERMINAREA PRESIUNII.....	23
4.4 DETERMINAREA MEDIILOR DIAGENETICE CU AJUTORUL INCLUZIUNILOR FLUIDE.....	24
<i>Mediile vadoase</i>	<i>24</i>
<i>Mediile freatice de temperatură scăzută.....</i>	<i>24</i>
<i>Mediile freatice de temperatură ridicată (îngropare).....</i>	<i>25</i>
4.5 MICROTERMOMETRIA	26
5. PREPARAREA PROBELOR PENTRU STUDIUL INCLUZIUNILOR FLUIDE ..	27
5.1 SELECȚIA PROBELOR.....	27
5.2 TIPURI DE EȘANTIOANE.....	27
5.3 PROCEDURI DE REALIZARE A EȘANTIOANELOR	28
6. BIBLIOGRAFIE	32

Prefață

Acest mini tratat despre analiza incluziunilor fluide și utilizarea lor în studiul diagenzei rocilor sedimentare, este destinat studenților masteranzi sau doctoranzi, ca bază de pornire și informare asupra metodei de lucru și a posibilelor aplicații. Deasemenea, materialul poate fi utilizat în cursurile scurte postuniversitare de aprofundare a unor specializări.

În această etapă, după construcția Laboratorului de Sedimentologie în cadrul Facultății de Geologie și Geofizică, în anul 2000, analiza incluziunilor fluide ca metodă de studiu a diagenzei rocilor sedimentare este abia la început, de aceea și exemplificările sunt relativ timide. Intenționăm ca în scurt timp să dezvoltăm cât mai multe și diverse aplicații legate de diagenza rocilor sedimentare: catodoluminescență, fluorescență, reacții cromatice și bineînțeles microtermometrie cu ajutorul incluziunilor fluide.

Lucrarea este însoțită de un CD pe care sunt înscrise prezentări multimedia destinate unei mai bune înțelegeri a părții teoretice precum și o prezentare pentru partea de aplicații ale metodei. Prezentările multimedia au fost realizate cu ajutorul pachetului de programe Star Office 5.2 (distribuit liber), iar vizualizarea acestor prezentări poate fi efectuată cu ajutorul programului ppview97.exe care este înscris pe același CD. Acest program de vizualizare este și el cu utilizare liberă. Prezentările conțin imagini personale, imagini prelucrate după tratate de specialitate și o serie de filme (despre schimbări de fază în diverse incluziuni fluide) aparținând domnului Dr. Robert Goldstein de la Universitatea din Kansas, SUA (aceste filme au doar caracter demonstrativ și educativ, vă rugăm să nu le utilizați în afara acestui scop).

Textul de față și prezentările multimedia se înscriu în încercarea de a dinamiza metodele alternative de predare-învățare în învățământul superior ca prim pas pentru trecerea pe scară cât mai largă la învățământul continuu și învățământul la distanță. Cadrul didactic în accepțiunea modernă a învățământului superior nu trebuie să se limiteze la rolul de sintetizator și orator, el trebuie să fie un interlocutor permanent pentru student, un îndrumător al activităților aplicative și un mediator pentru transferul de cunoștințe și abilități.

București, 26 Februarie 2001

Cristina Panaiotu

1. Introducere

Incluziunile fluide sunt foste spații poroase (pline acum cu fluide) situate în corpul cristalelor, formate în timpul precipitării acestora.

Primul care a raportat prezența incluziunilor cu petrol în mineralele autigene (cuart) care constituiau cimentul unor depozite siliciclastice a fost Dolomieu în 1792. În 1858, Sorby a recunoscut și el prezența unor incluziuni fluide în roci filoniene din zăcămintele hidrotermale, dar metoda a început să fie aplicată extensiv abia după 1980.

Cele mai complete informații despre incluziunile fluide, metoda de determinare a parametrilor și utilizarea lor sunt sintetizate în:

- E. Roedder, 1984, Fluid inclusions. Mineralogical Society of America, Reviews in Mineralogy, v. 12, 644 p.
- R. H. Goldstein, T. J. Reynolds, 1994, Systematics of fluid inclusions in diagenetic minerals, SEPM Short Course, No. 31, 199 p.

De ce un să utilizăm analiza incluziunilor fluide în studiul diagenzei?

Pentru că incluziunile fluide din depozitele sedimentare permit:

- înțelegerea mai bună a sistemelor diagenetice;
- îmbunătățirea înțelegerii evoluției fluidelor în timpul îngropării sau exondării;
- înțelegerea evoluției porozității, utilă în special în explorarea pentru hidrocarburi;
- explicarea proceselor de migrare a hidrocarburilor
- reconstrucția evoluției termice prin care a trecut sedimentul;
- reconstituirea proceselor tectonice și stratigrafice.

Pentru că metoda este relativ simplă și ușor de aplicat. Asta, doar dacă simplu și ușor înseamnă a prepara secțiuni subțiri dublu lustruite sau a sta ore în șir cu ochii în microscop pentru a identifica incluziunile (adesea nu mai mari de 10 μ) pe de o parte și a mai observa și schimbarea stărilor de agregare ale fluidelor conținute, pe de altă parte. Dar... dacă alții pot, atunci se poate...

Pentru că aparatura necesară nu este nici prea scumpă (!!) și nici prea sofisticată:

- un microscop polarizant în lumină transmisă;
- o măsuță de încălzire/răcire pentru incluziuni (dotată cu o rezistență electrică specială, capabilă să atingă orice temperaturi în intervalul -200++600°C, unitate de răcire pe bază de azot lichid, termocuplu pentru a putea controla temperaturile cu o acuratețe de ±0.1°C);
- opțional un dispozitiv de iluminat în UV și/sau IR
- nici un spectroscop Raman n-ar strica
- dar obligatoriu este un dispozitiv de confecționat secțiuni subțiri dublu polizate, fără șocuri mecanice.

Lăsând gluma la o parte, este o metodă ieftină, eficientă și indispensabilă în studiul diagenzei rocilor sedimentare.

2. Caracteristicile incluziunilor fluide

2.1 Limitele

La temperatura camerei, incluziunile fluide prezintă o limită netă, datorată indicilor de refracție diferiți ai mineralului gazdă și ai incluziunii fluide. De exemplu, incluziunile apoase au $n=1.3\div 1.45$, iar mineralele carbonatice gazdă au $n>1.5$. Incluziunile de hidrocarburi însă pot avea indicile de refracție asemănător mineralului gazdă, putând astfel să fie mai greu identificate optic. Doar dacă aceste incluziuni apar colorate (în tonuri de roșu-brun până la galben-brun), identificarea lor optică obișnuită este posibilă, altfel se apelează la metode speciale pentru evidentiere: fluorescență în UV sau în IR (Burruss, 1991).



Fig. 1. Incluziune fluidă bicomponentă ($H_2O+NaCl$) bifazică, cu un raport de aproximativ 8% între faza gazoasă și cea lichidă. Mineralul gazdă este cuarțul, iar limita externă a incluziunii este netă datorită diferenței între indicii de refracție.

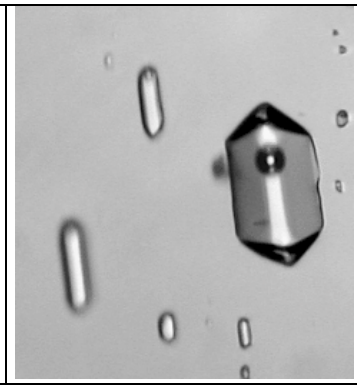


Fig. 2. Incluziuni cu forme prismatice bipira-midale și cilindrice orientate paralel cu direcția de creștere a mineralului gazdă.

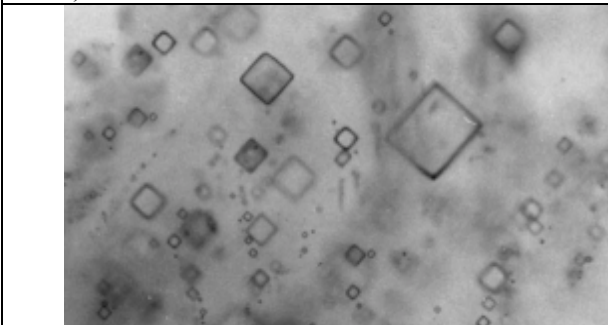


Fig. 3 Incluziuni monofazice lichide cu forme cubice în cristale de halit. Observați alinierea incluziunilor.

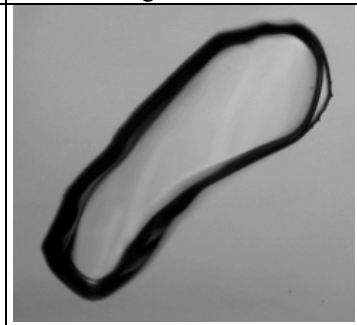


Fig. 4 Incluziune bifazică în cuarț având >90% fază gazoasă

2.2 Forma

Forma incluziunilor este dependentă de natura mineralului gazdă și de procesele de capturare a fluidelor. Formele negative (cristalografice) ale incluziunilor fluide sunt în general rezultate în urma precipitării cu suprafață liberă a mineralului gazdă sau ca urmare a gătuirii incluziunii primare. Atenție să nu le confundați cu incluziunile minerale (incluziunile fluide nu prezintă anizotropie!).

Adesea în cuarț incluziunile au forme bipiramidale sau cilindrice aliniate paralel cu direcția de creștere (Fig. 2), dar există frecvent și forme dințate marginal sau foarte neregulate și cu suprafețe concoidale (Fig. 1). În halit sunt foarte specifice incluziunile cubice aliniate pe direcția de creștere a cristalelor și cu concentrație mai mare în zona muchiilor (Fig. 3). În cristalele de calcit incluziunile au forme foarte diverse, pe când în gips și anhidrit predomină formele alungite, cilindrice.

2.3 Compoziția

Incluziunile fluide pot avea diverse compoziții, de la cele mai simple sisteme monocomponente: apă, metan sau petrol, la sisteme multicomponente: apă cu adăus de săruri, apă cu metan sau cu dioxid de carbon. În funcție de starea de agregare existentă la temperatura camerei, incluziunile fluide pot fi monofazice, bifazice sau trifazice (Roedder, 1992).

Faza lichidă este transparentă și incoloră, dar faza gazoasă apare de regulă cu culori foarte întunecate datorită multiplilor reflexe interne ce au loc pe suprafața curbă a bulelor de gaz (Fig. 1). Doar dacă gradul de aplatizare este foarte ridicat, atunci această particularitate este estompată (Fig. 4). La incluziunile bifazice, este importantă determinarea raportului între faza gazoasă și cea lichidă și omogenitatea acestui raport în întreaga asociație de incluziuni fluide din aceeași generație (Fig. 4).

Uneori există și incluziuni trifazice (mai rar în mediile diagenetice), alcătuite dintr-o fază gazoasă, una lichidă și una solidă. Faza solidă este rezultată din precipitarea chimică a unui mineral din soluția existentă în incluziune. În mediile diagenetice, cristalele de halit formează cel mai frecvent faza solidă din incluziuni. Atenție însă, unele incluziuni pot conține faze solide care nu au precipitat din soluție ci au fost înglobate în timpul capturării incluziunii, acestea sunt denumite cristale accidentale.

2.4 Dimensiunile

Dimensiunile incluziunilor fluide formate în mediile diagenetice au de regulă dimensiuni mici 2-10 μm , și doar arareori ajungând la 20 μm . Cele mai mari incluziuni din domeniul diagenetic sunt cele formate prin recristalizarea halitului, care accidental pot ajunge până la dimensiuni centimetrice (bune de expus în muzee!), dar frecvent dimensiunile acestora sunt situate între 20-50 μm .

3. Geneza incluziunilor fluide

3.1 Incluziuni primare

În timpul precipitării cristalelor dintr-un fluid, suprafața cristalului nu este perfectă, iar aceste imperfecțiuni nu pot fi întotdeauna astupate de creșterea epitaxială a cristalului sau de contactul cu cristalele înconjurătoare, ci ele vor fi păstrate ca niște mici pori în care fluidul prezent în momentul precipitării este prins ca într-o capcană din care nu mai poate migra fără distrugerea cristalului gazdă. Acesta este un principiu general, însă mecanismele de formare a incluziunilor primare, sunt foarte diversificate în funcție de tipul de imperfecțiune a suprafeței, de vitezele de creștere a cristalelor, etc (Roedder, 1990).

Mecanismele de formare a incluziunilor primare:

- Uneori centrul fețelor unui cristal care crește ajunge în situația de lipsă de alimentare cu soluție, în raport cu zonele marginale, rezultând astfel cavități umplute cu fluid și care sunt apoi sigilate la reluarea creșterii cristalului (Fig. 5A).
- Creșterea gradului de suprasaturare al soluțiilor poate duce la accelerarea locală a ratei de creștere a cristalului, dezechilibrându-l și generând apariția de imperfecțiuni ale suprafeței care sunt zone optime de înglobare ale fluidelor (Fig. 5B).
- Apariția unor soluții care produc dizolvări parțiale, crează coroziuni ale suprafeței cristalelor anterior formate și acestea pot fi ulterior sigilate de reluarea procesului de precipitare înglobând și fluidele capturate în aceste zone (Fig. 5C).
- În timpul precipitării unor minerale gemene (maclate), fluidele pot adera la planul de maclă iar obturarea planelor duce la capturarea fluidelor (Fig. 5D).
- În principiu orice factor care poate inhiba local creșterea cristalelor (impurități minerale, substanță organică, fracturi) este un potențial creator de mici cavități, care însă după depășirea factorului inhibitor sunt sigilate de reluarea precipitării și astfel capturează mici cantități din fluidul existent (Fig. 5E).
- Creșterea cristalelor poate avea loc și în timpul recristalizării sau al transformărilor polimorfe, care deși sunt privite ca procese în stare solidă, acestea pot avea loc chiar și în prezența fluidelor pe care uneori le capturează sub formă de incluziuni fluide. Rar au fost identificate incluziuni formate la trecerea aragonitului în LMC, dar la trecerea din HMC în LMC, incluziunile sunt foarte frecvente. Aceste observații demonstrând implicarea fluidelor în cel de-al doilea proces și lipsa lor în primul caz (Fig. 5G).
- Metasomatismul prin tandemul dizolvare/reprecipitare, este un proces foarte activ de generare a incluziunilor fluide, de aceea dolomitul, ankeritul sau silicea ca produse de metasomatoză au constituit o atracție pentru "incluzioniști". Incluziunile în dolomitul metasomatic sunt situate paralel cu zonalitățile de creștere (Fig. 5F).
- În timpul supracreșterilor (pe fragmentele de echinide, sau pe granulele de cuarț) adesea au loc capturări ale incluziunilor fluide la această interfață (Fig. 5H) datorită prezenței impurităților și a suprafeței libere.

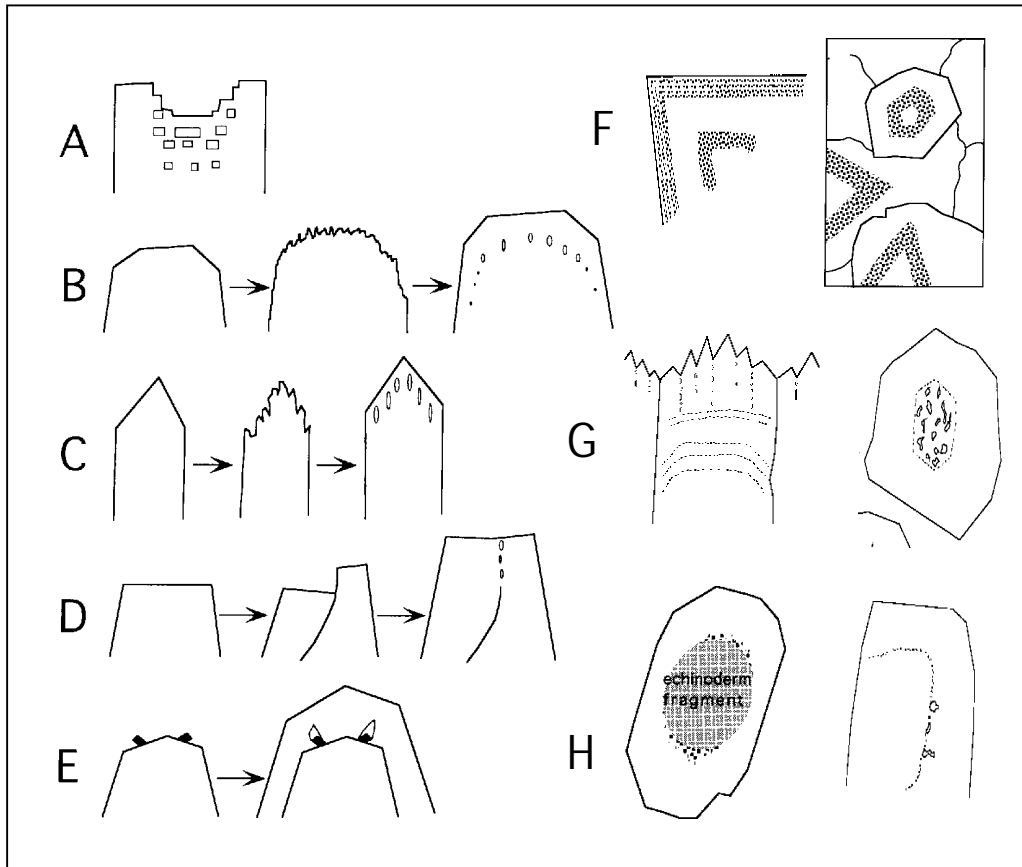


Fig. 5 Formarea incluziunilor fluide primare (după Goldstein & Reynolds, 1994)

3.2 Incluziuni secundare

După precipitarea mineralelor, presiunea litostatică și forfecările produc deformarea ductilă, respectiv casantă a mineralelor cu formare de microcute, microfisuri, macle mecanice. Dacă în timpul deformării sunt prezente fluide, acestea pot fi reținute în spațiile fisurale create. O precipitare subsecventă sau o interacțiune de tip dizolvare-reprecipitare între fluide și minerale, duce la sigilarea cavitațiilor și la capturarea fluidelor sub formă de incluziuni. Acest proces este foarte rapid (zile, maxim ani) și nu necesită transport de noi ioni în soluție din afara domeniului microfisurii. În felul acesta fisurile inițiale își modifică forma iar incluziunile fluide inițiale se micșorează pe măsură ce procesul de dizolvare/reprecipitare continuă până la atingerea unui stadiu de energie superficială minimă stabilă (Fig. 6). Procesul poartă numele de "gătuire", iar incluziunile fluide rezultate sunt considerate secundare (S).

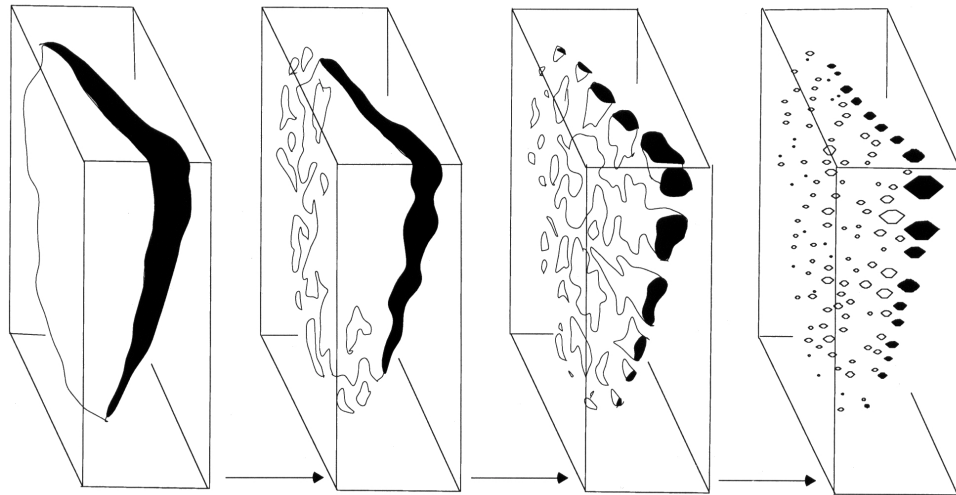


Fig. 6 Generarea incluziunilor fluide secundare prin procesul de gâtuire (după Goldstein & Reynolds, 1994).

3.3 Incluziunile pseudosecundare

Deformări și microfracturări pot să apară chiar în timpul creșterii cristalelor. Incluziunile fluide formate în aceste etape sunt foarte asemănătoare cu incluziunile secundare. Dacă însă procesul de creștere a cristalelor continuă după o astfel de etapă de deformare, incluziunile capturate sunt denumite pseudosecundare (PS). Acestea diferă de cele secundare prin faptul că șirul de incluziuni pseudosecundare se opresc într-o zonalitate de creștere (Fig. 7).

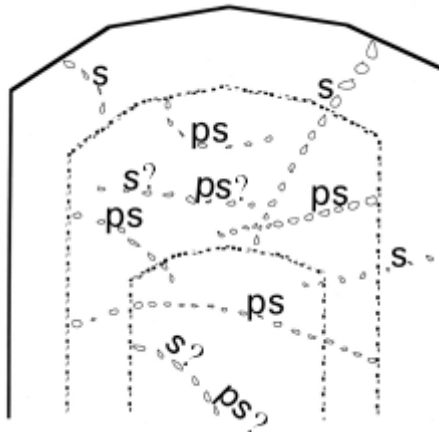
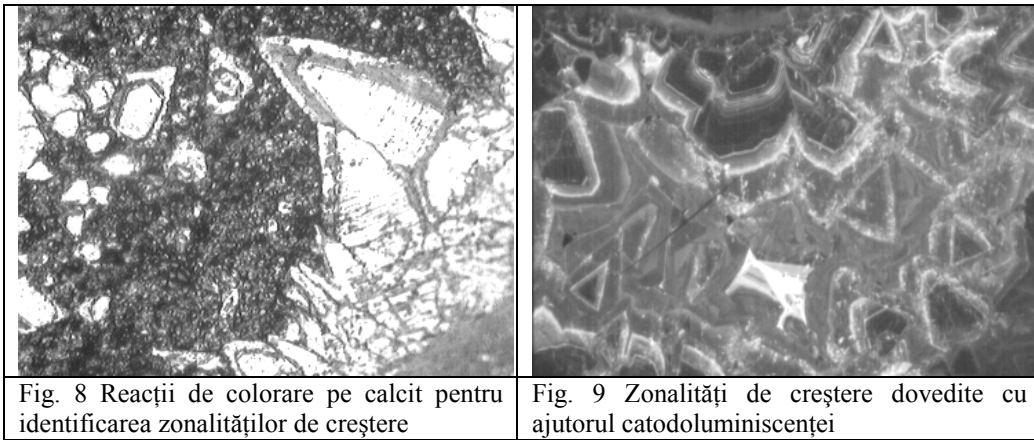


Fig. 7. Diferența între incluziunile secundare și pseudosecundare (după Goldstein & Reynolds, 1994)

3.4 Criterii de determinare a originii incluziunilor fluide

Înainte oricărei analize de microtermometrie a incluziunilor fluide este absolut necesară efectuarea unui studiu detaliat despre petrografia incluziunilor fluide și stabilirea originii incluziunilor fluide. În afară de cele trei categorii enumerate anterior, există și o a patra categorie de incluziuni fluide: incluziunile cu origine incertă. Decelarea acestei categorii este deosebit de importantă, fiecare „incluzionist” trebuind să-și recunoască limitele (argumentativ) în atribuirea originii incluziunilor fluide. Deci criteriile pentru determinarea originii incluziunilor fluide sunt în primul rând criterii petrografice.

Incluziunile fluide primare pot fi identificate cel mai bine prin relația incluziunilor în raport cu zonele de creștere ale cristalelor. De cele mai multe ori, zonele de creștere se stabilesc prin metode auxiliare: catodoluminescență, fluorescență, reacții de colorare, microscopie electronică (Fig. 8, 9). Adicional, cunoașterea unor particularități de creștere ale unor minerale poate ajuta la atribuirea originii incluziunilor fluide.



În cimentul calcitic, incluziunile primare sunt distribuite în interiorul zonalităților de creștere. De multe ori zonalitățile pot fi puse în evidență tocmai prin zone cu densități și dimensiuni diferite ale ansamblului de incluziuni fluide. În cazul creșterii druzice, zonalitățile urmăresc morfologia externă a fețelor libere ale cristalelor. O situație mai complicată este în cazul prezenței unui ansamblu dens de incluziuni fluide distribuite în cristale cu multiple terminații libere. În astfel de situații este dificil de separat zonalitățile de creștere succesive. Frecvent incluziunile capturate în aceeași etapă de creștere a cristalelor de calcit au forme asemănătoare: baza plată sau forme alungite mimând texturile fibroase ale cristalelor, iar unele incluziuni sunt preferențial dezvoltate în lungul unor direcții cristalografice. Foarte rar cristalele de calcit pot prezenta incluziuni mari și izolate, cel mai adesea acestea sunt incluziuni primare dacă nu se observă o legătură cu planele de clivaj sau de fracturi.

Multe din criteriile utilizate pentru incluziunile fluide din calcit pot fi aplicate și la cele din dolomit. Atenție, în cazul cristalelor rombice de dolomit, clivajul este paralel cu fețele

crystalor, astfel încât pot fi confundate incluziunile primare aparținând zonalităților de creștere cu cele secundare distribuite în lungul clivajului. Pentru decelare se urmăresc în detaliu zonalitățile în zona de curbură unde aliniamentul de incluziuni primare trebuie să urmărească fețele cristalului. O caracteristică a agregatelor cristaline de dolomit este prezența unui nucleu bogat în incluziuni și o zonă marginală săracă în incluziuni, acestea având caracter primar cert. Sunt deasemenea foarte frecvente incluziunile alunigite în direcția de creștere și în special incluziunile situate în zonele de colțuri au acest aspect (datorită vitezei mari de creștere a crystalor în aceste zone).

În cuarț, incluziunile primare sunt situate în general în zona marginală a granulelor, la interfața de supracreștere. Datorită coexistenței în aceste zone și a unei pelicule bogate în impurități (uneori acestea fiind chiar cauza capturării incluziunilor primare), aceste interfețe constituie totodată zone de minimă rezistență mecanică - permițând formarea de microfisuri și pătrunderea fluidelor și capturarea unor incluziuni secundare și zone de instabilitate chimică - permițând fluidelor târzii reacții de dizolvare-precipitare și generare de incluziuni secundare. Așadar, atenție la incluziunile de la limita granul-supracreștere! În interiorul zonei de supracreștere, incluziunile primare sunt distribuite paralel cu zonalitățile de creștere concentrice care sunt datorate episoadelor pulsatorii din evoluția precipitării cuarțului (Guscot & Burley, 1993).

În feldspații autigeni, incluziunile fluide se găsesc fi în zonele de înlocuire metasomatică fie în zonele de supracreștere. Problema importantă care se ridică în cazul substituției metasomatice parțiale este evidențierea zonelor substitute și dovedirea caracterului diagenetic al substituției. Foarte frecvent în feldspați, incluziunile fluide sunt elongate sau au forme negative.

Halitul prezintă foarte frecvent incluziuni fluide primare. Ele sunt distribuite în rețele tridimensionale care au terminații bruște într-o zonalitate de creștere. Zonalitățile se pot distinge prin alternanța zonelor bogate în incluziuni fluide și impurități cu zone clare, lipsite de incluziuni. Adesea incluziunile nu sunt distribuite în șiruri continue, ci prezintă concentrații mai mari în zonele colțurilor. Incluziuni fluide pot fi identificate și în jurul crystalor accidentale prinse înglobate în cristalele largi de halit. Atenție! Halitul recristalizat conține adesea incluziuni fluide mari cu distribuție diversă și care sunt deasemenea primare, însă ele vor reflecta condițiile din momentul recristalizării. Forma tipică a incluziunilor fluide în halit este o formă cubică negativă.

Incluziunile primare din gips și anhidrit sunt cel mai bine decelate prin relația cu zonalitățile de creștere. În anhidrit, incluziunile primare sunt tubulare și sunt restrictiv formate în zona centrală a crystalor, lăsând o zonă marginală clară. În gips incluziunile sunt de regulă foarte mari și cu forme alungite în direcția de creștere. Datorită însă frecvenței transformării a gipsului în anhidrit și a imposibilității evaluării momentului transformării, există foarte puține studii de ale incluziunilor fluide din aceste minerale.

Fluorina formată în mediile diagenetice prezintă adesea incluziuni fluide primare mari și izolate cu forme foarte neregulate, care însă sunt greu de dovedit fără ambiguitate. În rest incluziunile pot fi distribuite în acord cu zonalitățile de creștere ale crystalor sau la limita cu alte cristale înglobate. Contaminarea suprafeței crystalor cu hidrocarburi duce la înglobarea acestora sub forme sferice sau cu menisc.

4. Metode în studiul incluziunilor fluide

Incluziunile fluide reprezintă singura informație directă despre fluidele prezente în diferite medii diagenetice, deoarece ele păstrează informații despre temperatura, presiunea și compoziția fluidelor și a condițiilor de precipitare a mineralelor gazdă, precum și evoluția ulterioară a acestor parametri în cursul diagenezei.

Extragerea informațiilor „sigilate” în incluziunile fluide implică încălziri și răcirii ale acestora până la momentul apariției transformărilor de fază. De aceea pentru analiza complexă a incluziunilor fluide sunt necesare noțiuni de echilibre de faze în sistemele monocomponente H_2O , CH_4 , sau în sistemele multicomponente: $H_2O+NaCl$, H_2O+CH_4 , tipice pentru incluziunile fluide din mediile diagenetice. Aceste echilibre de fază reprezintă punțile de legătură între măsurătorile de laborator și interpretarea acestora. Măsurătorile temperaturilor la care au loc transformările de fază în incluziunile fluide în timpul încălzirilor și răcirilor sunt date brute care trebuie prelucrate și interpretate cu mare atenție și spirit critic pentru a oferi un răspuns întrebărilor legate de evoluția diagenetică a rocilor analizate.

Ca orice încercare de modelare a unui proces natural, pentru ușurarea modelării s-a plecat de la două ipoteze fundamentale:

- Cristalul gazdă este impermeabil și nu intră în reacție chimică cu fluidul din incluziune. Este vorba în acest caz de incluziuni fluide aflate într-un sistem izoplectic.
- Cristalul gazdă este rigid, iar dilatanța sa termică este mult inferioară dilatanței termice a fluidului, astfel încât se poate considera incluziunea fluidă ca evoluând într-un sistem izocor, cu volum constant.

În majoritatea cazurilor, în mediile diagenetice, cele două ipoteze sunt adevărate, dar nu sunt excluse cazuri în care fluidul conținut să intre în reacție cu mineralul gazdă, sau mineralul să se deformeze plastic. Oricum, aceste ipoteze nu trebuie luate ca atare, ci valabilitatea lor în sistemul analizat trebuie verificată.

Parametrii importanți în studiul incluziunilor fluide:

- T_h = temperatura de omogenizare a fazelor. Altfel spus este temperatura la care bulele de gaz dispar pentru a forma o singură fază fluidă omogenă. Această temperatură este utilizată ca temperatura minimă la care fluidul a fost capturat în incluziune în accepțiunea că fluidul a fost omogen (o singură fază) în momentul înglobării.
- $T_{m_{ice}}$ = temperatura de topire a fazei solide (gheața) cu formarea unui fluid omogen. Această temperatură este utilizată pentru identificarea compoziției fluidului înglobat.

Problemele apar atunci când sistemele diagenetice se abat de la aceste ipoteze simplificatoare. De exemplu în cazul prezenței hidrocarburilor ca fază subordonată într-o soluție apoasă, adesea se obțin incluziuni exclusiv alcătuite din hidrocarburi și altele exclusiv alcătuite din soluția apoasă deși ambele au coexistat, ele au fost imiscibile (Burruss, 1981).

4.1 Diagrame termodinamice

Diagramele termodinamice utilizate trebuie constrânse pentru $V=ct$ (ipoteza de sistem izocor) și pentru condițiile P,T ale proceselor diagenetice. În mediile diagenetice presiunea variază între gradientul de presiune hidrostatică (100 bar/km) și gradientul de presiune litostatică (226 bar/km), iar temperatura variază între gradientii geotermici normali (10°C/km) și ridicați (35°C/km). Cristalele gazdă ale incluziunilor vor urma acești gradienti termobarici, pe când fluidul din incluziuni (dacă se încadrează în ipotezele fundamentale) va urma anumite traiectorii constrânse de constanța volumului și a densității. Se poate ajunge astfel ca la anumite temperaturi, presiunea fluidului din incluziuni să fie mult diferită de presiunea litostatică corespunzătoare adâncimii de îngropare a rocilor respective.

Echilibre de fază în sistemul H₂O

Schimbările de fază în funcție de condițiile P, T, V ale sistemelor monocomponente tip H₂O sunt bine studiate. Dacă analizăm incluziuni fluide apoase din mineralele diagenetice, se aplică digrama P-T anexată în Fig. 10. Astfel se apreciază volumul incluziunii, și se construiește un plan ($v=ct$) care intersectează suprafața determinată de totalitatea schimbărilor de fază. Pe curba obținută va avea loc evoluția fazelor din incluziune în timpul încălzirii sau răcirii.

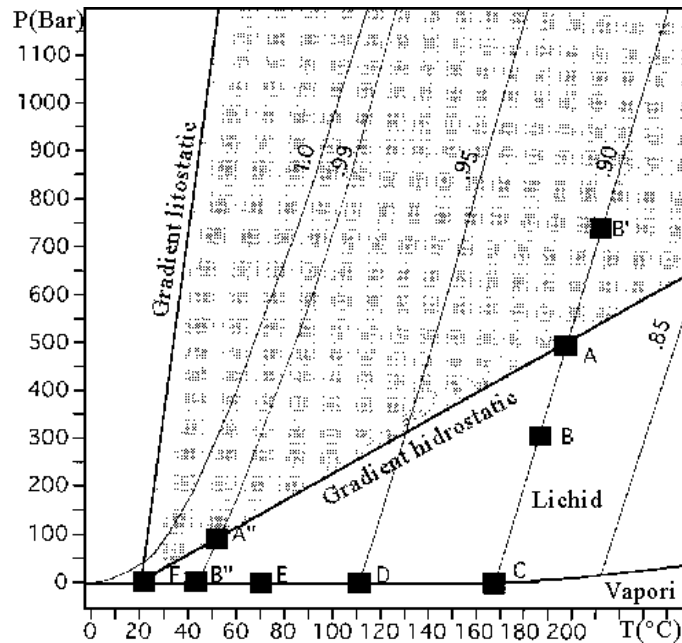


Fig. 10. Diagrama P-T pentru H₂O (după Goldstein & Reynolds, 1994).

Analizând o incluziune ipotetică capturată la temperatura corespunzătoare punctului A, se pot observa caracteristicile metodei și modalitatea de determinare a parametrilor termodinamici. Dacă după capturare, rocile au fost supuse răcirii datorită exhumației și eroziunii treptate, atunci evoluția fluidului din incluziune are loc după curba A-C (curba de densitate constantă) până apar în incluziune condițiile de nucleere a primei faze gazoase. Din acest punct, răcirea în continuare va determina ca fluidul din incluziune să urmeze linia de coexistență a celor două faze: lichidă și gazoasă (C-F). În laborator de obicei operațiunea este inversă și datorită reversibilității procesului se pot determina parametrii incluziunii. În laborator temperatura de plecare este punctul F, în timpul încălzirii până în punctul C, incluziunea este alcătuită din două faze (una gazoasă și una lichidă) deoarece curba evoluează exact pe limita de echilibru între aceste două faze. În punctul C are loc omogenizarea fazelor ($=T_h$). Aceasta este interpretată ca fiind temperatura minimă la care fluidul a fost capturat în incluziune. Pentru incluziunile apoase, T_h este importantă și pentru determinarea densității fluidului. Condițiile P,T în care a avut loc capturarea nu se pot situa decât pe linia de densitate stabilită și de preferință în spațiul P,T al diagenezei. Dacă se poate estima presiunea din incluziune (prin decrepitație sau alte metode) temperatura reală de înglobare poate fi determinată cu mai mare precizie (corecția de presiune). Oricum T_h este o aproximare rezonabilă a temperaturii minime de înglobare.

Reluând experimentul însă de data aceasta prin răcirea fluidului din incluziune, se obține formarea fazei solide (a gheții). Nu se obține faza solidă chiar în momentul trecerii prin condițiile P,T ale echilibrului triplu între faza lichidă, gazoasă și cea solidă, ci puțin mai târziu datorită inerției termice a lichidului și a timpului necesar pentru nucleerea fazei solide. Datorită acestui aspect, temperatura de trecere prin punctul de echilibru (punct triplu) se determină la încălzirea incluziunii până la topirea gheții formate ($=T_{m_{ice}}$).

Echilibre de fază în sistemul CH_4

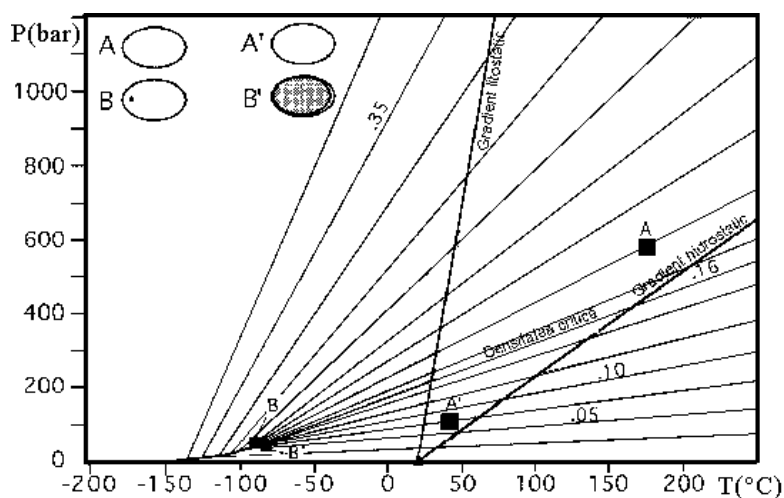


Fig. 11. Diagrama P-T pentru CH_4 (după Goldstein & Reynolds, 1994)

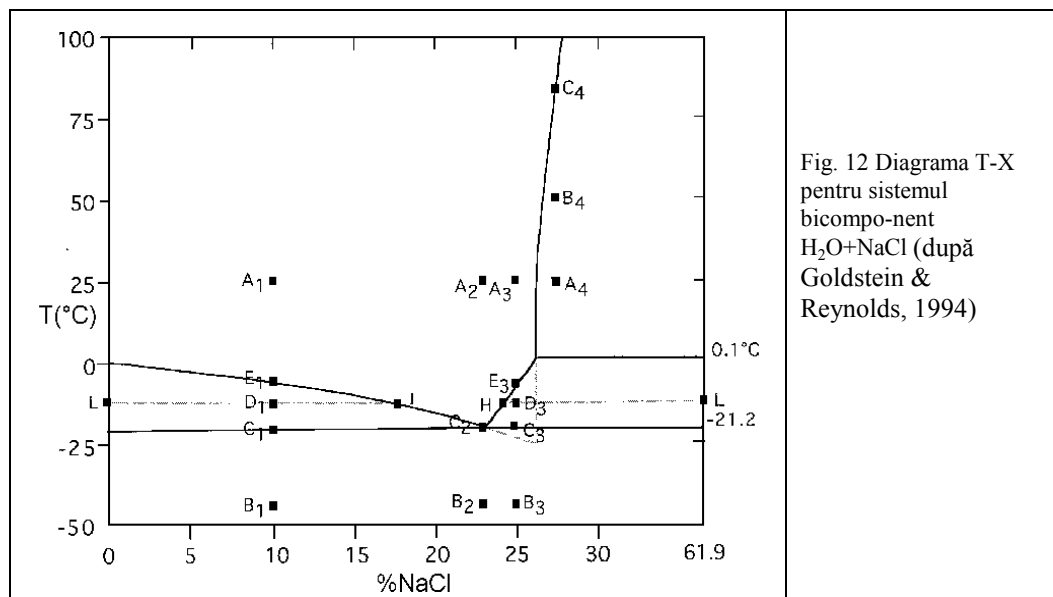
Sistemul monocomponent CH_4 este similar celui apos, cu deosebirea că incluziunile de metan vor fi mereu alcătuite dintr-o singură fază fluidă omogenă (nici gaz, nici lichid) în condiții naturale, datorită faptului că echilibrul de faze între cea gazoasă și cea lichidă se realizează la temperaturi mult mai joase (-82°C) iar punctul de triplu este situat și mai jos, la -182°C .

Un alt aspect particular este acela că densitatea normală a unor astfel de incluziuni este situată între $0.05\text{-}0.25\text{ g/cm}^3$, cu un prag de densitate critică (ρ_c) situat în jurul valorii de 0.16 g/cm^3 . O incluziune cu $\rho > \rho_c$, va fi caracterizată de o presiune internă foarte mare în raport cu presiunea externă (200 bar față de 1 bar) astfel încât chiar și la punctul de nucleere al gazelor, bulele formate vor fi foarte mici și instabile într-un lichid. Dacă $\rho < \rho_c$, trecerea prin punctul critic va determina apariția unei bule mari și a unei pelicule de lichid, pentru că apoi faza stabilă să rămână cea gazoasă.

Echilibre de fază în sistemul $\text{H}_2\text{O} + \text{NaCl}$

Limitele între faze sunt la fel ca la sistemul H_2O , cu deosebirea că echilibrul între faza lichidă și gazoasă (sau lichid-solid deasemenea) se modifică cu conținutul de NaCl dizolvat. Dacă sistemul se comportă izoplectic, atunci liniile de conținut în săruri devin linii de densitate constantă și deci dacă prin microtermometrie se determină conținutul în NaCl și temperatura de omogenizare atunci se poate afla densitatea fluidului utilizând diagrama P-V-T-X.

Un tip de proiecție util pentru echilibrele de faze în acest sistem este T-X (X=compoziție) cu mențiunea că fiecare punct se află în condiția de echilibru cu faza gazoasă (Fig. 12). În acest tip de diagramă, un punct important este punctul de eutectic, corespunzător unei concentrații de 23.2% NaCl. În condițiile normale de laborator ($T=20^\circ\text{C}$) saturația în NaCl a unei soluții se obține la concentrația de 26%.



Fazele solide care se formează în acest sistem bicomponent pot fi:

- gheața pentru compoziții între 0-23.2% și $T > T_e$ ($T_e = \text{temp. de eutectic } -21.2^\circ\text{C}$)
- hidrohalitul ($\text{NaCl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) pentru compoziții între 23.2-100% și T între 0.1°C și T_e
- halitul pentru compoziții $> 26\%$ și $T > 0.1^\circ\text{C}$
- gheață+hidrohalit pentru $T < T_e$

Pentru aflarea concentrației soluției în NaCl întâi se coboară temperatura incluziunii fluide până se formează faza solidă, după care se măsoară $T_{m_{ice}}$ în timpul încălzirii și topirii gheții formate. Această temperatură definește compoziția fluidului doar în cazul în care concentrația acestuia în NaCl este sub concentrația de eutectic. Dacă fluidul are o concentrație mai mare, însă sub 26%, aceasta poate fi determinată prin măsurarea $T_{m_{hidrohalit}}$ în momentul în care hidrohalitul se dizolvă în faza lichidă. La concentrații mai mari de 26%, incluziunile conțin la temperatura camerei, cristale de halit, iar temperatura de topire (dizolvare) a acestuia definește salinitatea fluidului.

Oricum incluziunile fluide naturale sunt sisteme mult mai complexe, iar adăția de ioni de Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , afectează punctele de topire, poziția eutecticului și limita de echilibru între faze lichidă și cea gazoasă, dar nu schimbă cu mult procedura de determinare și diagrama de faze.

Echilibre de fază în sistemul $\text{H}_2\text{O} + \text{CH}_4$

Metanul apare frecvent în bazinele de sedimentare în care există substanță organică și procese de descompunere a acesteia și de aceea adesea incluziunile fluide din mineralele diagenetice conțin metan dizolvat.

În acest sistem bicomponent există două domenii majore:

- cel în care amestecul $\text{CH}_4\text{-H}_2\text{O}$ formează o singură fază omogenă;
- cel în care amestecul formează două faze imiscibile.

Limita de demarcație între acestea este dependentă de variația condițiilor PTX și poate fi conturată printr-un grafic tridimensional. O incluziune cu compoziția X, va rămâne în planul izopletic (condiția de sistem închis) iar evoluția sa în timpul încălzirilor și răcirilor, va avea loc după curba izocoră (de volum constant). În timpul răcirii digenetice, fluidul va ajunge să intersecteze suprafața de imiscibilitate, dincolo de care vor coexista fluide bogate în CH_4 și H_2O .

În condițiile de laborator, incluziunile vor fi conține fluidele aflate normal în starea de imiscibilitate, iar temperatura la care se obține omogenizarea lor (T_h) va putea fi interpretată ca temperatura minimă la care a avut loc capturarea fluidului în incluziune. Însă temperatura reală de capturare poate fi orice $T > T_h$ de pe curba izocoră cuprinsă în planul izoplec. Când într-o incluziune este capturată o singură fază dintr-un fluid imiscibil, atunci temperatura de omogenizare este chiar temperatura de înglobare.

Anexa 1. Caracteristicile diverselor faze solide ce se pot forma în incluziunile fluide

Faza dizolvată	Temperatura de eutectic	Compoziția de eutectic	Faze solide Formate	Caracteristici optice	Caracteristici de topire
sistemul H ₂ O			H ₂ O = gheață	Hexagonal, incolor, N=1.31	0°C congruent
NaCl	-21.2°C	23.3% NaCl	NaCl.2H ₂ O=hidrohalit	Monoclinic, incolor, N=1.416	+0.1°C incongruent
KCl	-10.7°C	19.6% KCl	KCl=silvină H ₂ O=gheață	Cubic, incolor-gălbui N=1.49	
CaCl ₂	-49.8°C	30.2% CaCl ₂	CaCl ₂ .6H ₂ O=antarcticit H ₂ O=gheață	Hexagonal, incolor, N=1.39-1.41	+30.08°C incongruent
MgCl ₂	-33.6°C	21% MgCl ₂	MgCl ₂ .12H ₂ O		-16.4°C incongruent
NaCl-KCl	-22.9°C	20.17% NaCl 5.81% KCl			
NaCl-CaCl ₂	-52.0°C	1.8% NaCl 29.4% CaCl ₂			
NaCl-MgCl ₂	-35°C	1.56% NaCl 22.75% MgCl ₂			
NaBr	-28°C	40.5% NaBr			
KBr	-11°C	31.5% KBr			
Na ₂ CO ₃	-2.1°C	5.75% Na ₂ CO ₃	Na ₂ CO ₃ .10H ₂ O=natron	Monoclinic, alb N=1.4-1.44	+32°C incongruent
NaHCO ₄	-2.3°C	5.8% NaHCO ₄	NaHCO ₄	Monoclinic, alb N=1.377-1.583	
Na ₂ SO ₄	-1.2°C	3.85% Na ₂ SO ₄	Na ₂ SO ₄ . 10H ₂ O=mirabilit	Monoclinic, incolor N=1.39	

4.2 Evaluarea proceselor secundare în incluziunile fluide

Reacția fluidului cu cristalul gazdă

Fluidele sunt înglobate în incluziuni la o temperatură și presiune specifică. În general aceste fluide se află în echilibru chimic cu mineralul gazdă. Însă uneori datorită schimbării condițiilor termodinamice în timpul creșterii adâncimii de îngropare a rocilor sau în timpul exhumării și eroziunii rocilor acoperitoare, pot avea loc în incluziuni precipitări din soluție ale cristalelor sau chiar dizolvări ale mineralelor din pereții incluziunii. Odată cu aceste modificări au loc modificări ale volumului și compoziției inițiale a incluziunii astfel încât acestea nu mai pot fi utilizate în reconstituirea condițiilor termodinamice.

Evaluarea acestor posibile modificări (în lipsa unor dovezi petrografice) trebuie efectuată printr-un calcul sau o modelare experimentală. De exemplu pentru un cristal de calcit precipitat din soluții marine, o incluziune fluidă va avea inițial salinitatea apropiată de 3.5% NaCl. Dacă salinitatea determinată a incluziunii este mult diferită de această valoare atunci se poate presupune o reacție între mineral și incluziune sau o greșeală în atribuirea caracterului primar acelei incluziuni. Salinități mult mai ridicate pot fi obținute din incluziuni înglobate la adâncimi relativ mari de îngropare din fluide ascendente, dacă însă în astfel de cazuri salinitatea determinată este foarte redusă atunci pot fi presupuse procese de difuzie și precipitare din fluidul incluziunii respective.

Modificarea formei incluziunii (gâtuirea)

Procesul de modificare a formei incluziunii este un proces frecvent, datorat tendinței de minimalizare a energiei libere superficiale a incluziunilor odată cu schimbarea condițiilor termodinamice (Roedder, 1984). Incluziunile fluide cu forme foarte neregulate sunt mult mai instabile decât incluziunile cu forme negative ale cristalelor sau a celor cu forme sferice, astfel încât tendința incluziunilor este de a ajunge la astfel de forme stabile. Factorii răspunzători de aceste modificări sunt: timpul, temperatura, compoziția mineralul gazdă și a incluziunii, forma și dimensiunile inițiale ale incluziunii.

Experiențele de laborator (Brantley, 1992) au arătat că în mineralele solubile aflate la temperaturi ridicate, incluziunile suferă procesul de gâtuire într-un timp relativ scurt (100 ani pentru incluziunile din cuarț aflate la temperaturi mai mici de 200°C) dar existența incluziunilor neregulate în ciuda a sutelor de milioane de ani ce au trecut de la înglobarea lor arată că factorul timp nu este determinant în procesul de gâtuire.

Gâtuirea incluziunilor monofazice nu ridică probleme în interpretarea parametrilor termodinamici deoarece prin acest proces nu are loc și schimbarea densității inițiale a incluziunii. Spre deosebire de această situație, atunci când procesul de gâtuire are loc în incluziunile polifazice, noile incluziuni generate nu mai sunt reprezentative pentru condițiile inițiale de presiune, temperatură și compoziție din momentul înglobării. În continuare sunt prezentate câteva cazuri posibile de gâtuire și implicațiile asupra interpretărilor.

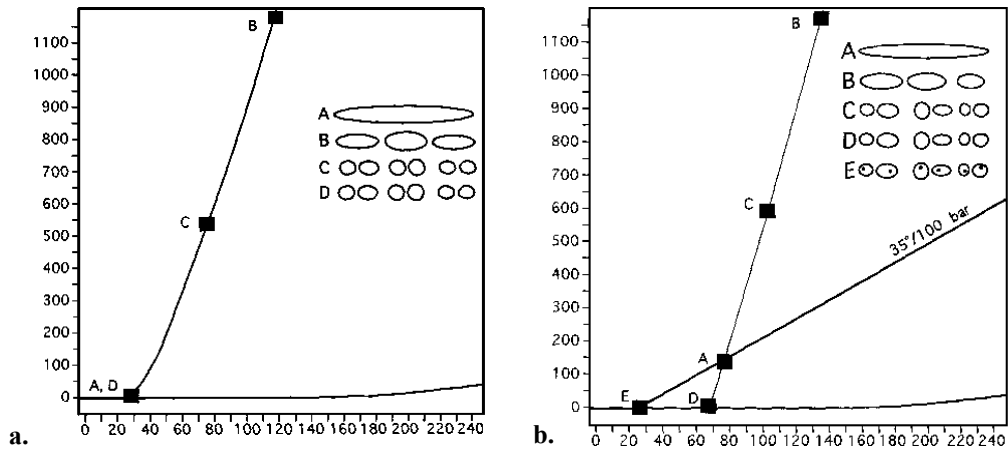


Fig. 13 Diagramele P-T pentru incluziuni apoase care au suferit procese de gătuire în diferite momente ale evoluției lor termodinamice (după Goldstein & Reynolds, 1994)

Cazul cel mai simplu al modificărilor de formă prin gătuire este cel al incluziunilor apoase înglobate la temperaturi joase ($T < 50^{\circ}\text{C}$) pentru că în orice moment (P-T), acestea vor fi alcătuite dintr-o singură fază lichidă fără modificări de densitate (Fig. 13a). Un caz oarecum asemănător în ceea ce privește ușurința interpretării, este cel al unei incluziuni înglobate la o temperatură mai ridicată ($T = 75^{\circ}\text{C}$, punctul A în Fig. 13b) și supuse în continuare unei îngropări subsecvente până la temperaturi de $130\text{--}150^{\circ}\text{C}$ (punctul B). În orice punct al izocorei dintre A și B (în timpul creșterii temperaturii) sau dintre B și D (în timpul scăderii temperaturii) ar avea loc procesul de gătuire, noile incluziuni vor avea aceeași densitate cu incluziunea inițială. Dacă răcirea continuă, la atingerea condițiilor P-T ale nucleerii fazei gazoase (punctul D) toate incluziunile vor avea bule de gaz, iar în urma încălzirii în laborator a incluziunilor se va obține temperatura de omogenizare corespunzătoare punctului D adică exact temperatura ce s-ar fi obținut și dacă nu ar fi avut loc procesul de gătuire.

În ambele cazuri descrise anterior incluziunile nou formate prin gătuire sunt totuși reprezentative pentru fluidul capturat inițial. Un caz diferit îl reprezintă incluziunile afectate de gătuire care ajung să nu mai fie reprezentative pentru fluidul inițial. În Fig. 14 este exemplificată o astfel de situație. Fluidul este capturat în incluziune la temperatura de 150°C care este de altfel și temperatura maximă pe care o atinge roca gazdă. Dacă gătuirea apare în timpul răcirii pe intervalul A-B, nu are loc nici o modificare de densitate deoarece incluziunea se află în spațiul fazei lichide. Dacă însă gătuirea apare după nucleerea fazei gazoase ($T < T_B$) atunci una din noile incluziuni va conține faza gazoasă iar celelalte doar faza lichidă, având însă altă densitate decât cea inițială. Dacă procesul de gătuire continuă pe măsură ce incluziunile lichide vor ajunge să nucleeze propriile faze gazoase, se ajunge în final la dimensiuni diferite și un raport variabil între faza gazoasă și cea lichidă de la incluziune la incluziune. Se vor obține astfel temperaturi de omogenizare foarte diferite acoperind tot intervalul D-B.

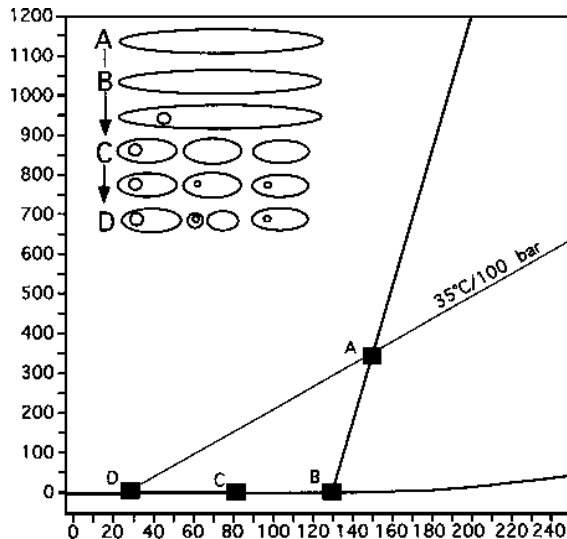


Fig 14. Diagrama P-T pentru incluziuni apoase care au suferit procese de gătuire în diferite momente ale evoluției lor termodinamice și care nu mai reflectă condițiile inițiale ale fluidului capturat în incluziune (după Goldstein & Reynolds, 1994).

Reechilibrarea termică

În timpul evoluției diagenetice rocile sedimentare pot suferi îngropări semnificative, de regulă condițiile de temperatură și presiune fiind situate între gradientii termobarici hidrostatici ($28^{\circ}\text{C}/100\text{ bar}$) și litostatici ($28^{\circ}\text{C}/226\text{ bar}$) specifici diagenezei. Incluziunile înglobate în cristalele acestor roci însă pot ajunge la presiuni mult diferite datorită faptului că ele reprezintă sisteme închise izocore.

De exemplu, dacă o incluziune înglobată ca o singură fază lichidă apoasă în condiții specifice diagenezei de mică adâncime ($T < 50^{\circ}\text{C}$, $P = 1\text{ atm}$) ajunge la o temperatură de aproximativ 100°C în timpul îngropării, presiunea în interiorul incluziunii devine mult mai mare decât presiunea fluidelor din pori, și suprapresiunea internă a incluziunii crește cu creșterea adâncimii de îngropare. Aceeași suprapresiune se obține și în cazul în care incluziunea a fost înglobată la temperaturi mai ridicate sau dacă fluidul inițial conținea și săruri sau CH_4 dizolvate. Dacă mineralul gazdă are rezistențe mecanice mici sau este deformabil, suprapresiunea internă a incluziunilor poate duce la deformarea pereților incluziunii sau chiar la spargerea incluziunii și eventual reumplerea ei secundară cu un nou fluid. Acest proces poartă numele de reechilibrare termică (Burruss, 1987).

Abilitatea mineralelor de a reține incluziunile fluide aflate în stare de suprapresiune depinde de duritatea mineralelor, de clivajul acestora și de deformabilitatea lor plastică sau casantă. Astfel cuarțul prin duritatea sa ridicată, lipsa clivajului și deformabilitatea plastică bună pare a fi un excelent „recipient” pentru reținerea incluziunilor în raport cu calcitul și dolomitul. Calcitul este un mineral cu deformabilitate plastică dar datorită clivajului foarte bun, a durității și a rezistenței mici permite reechilibrarea termică a incluziunilor (Prezbidowski & Tapp, 1991).

Fiecare incluziune fluide va avea propria evoluție în timpul supraîncălzirii, unele se vor reechilibra foarte ușor și în repetate rânduri, pe când altele nu se vor reechilibra deloc. Factorii

care controlează procesul de reechibrare depind de rezistența mineralului, presiunea din interiorul incluziunii, proprietățile termodinamice și compoziția fluidului, dimensiunea, forma și poziția incluziunii în raport cu dislocațiile sau discontinuitățile din cristalul gazdă. Toți acești factori pot afecta incluziunile fluide dintr-o populație astfel încât temperaturile de omogenizare obținute din întreaga populație să fie foarte variabile. Acesta este de altfel și criteriul de recunoaștere a prezenței procesului de reechilibrare termică a incluziunilor.

Reechilibrarea termică prin deformare plastică (Prezbindowski & Laresse, 1987) determină creșterea variabilității temperaturii de omogenizare dintr-o asociație de incluziuni deoarece deformarea plastică a mineralului gazdă duce la creșterea volumului incluziunii și deci la modificarea densității în raport cu fluidul inițial înglobat. Această descreștere a densității duce la obținerea unor temperaturi de omogenizare mult mai mari decât ale fluidului inițial.

Reechilibrarea termică prin deformare casantă în jurul incluziunii (sau decrepitare) duce la omogenizarea presiunii și compoziției fluidului inițial cu fluidul din porii rocii și deci la schimbarea totală a caracteristicilor fluidului inițial.

Din aceste două cazuri extreme de reechilibrare se poate deduce că în mediile diagenetice este obligatorie decelarea acestor procese, pentru a nu conduce la interpretări eronate. Recunoașterea proceselor de reechilibrare se poate face prin atenta observație petrografică asupra asociației de incluziuni dar și prin analiza riguroasă a măsurătorilor asupra temperaturilor de omogenizare.

Recent (Lacazette, 1990) a fost realizat un model pentru predicția procesului de reechilibrare termică a incluziunilor în diverse minerale gazdă, ținând cont de diferența între presiunea internă și externă incluziunilor, dimensiunea și forma incluziunilor (Fig. 15).

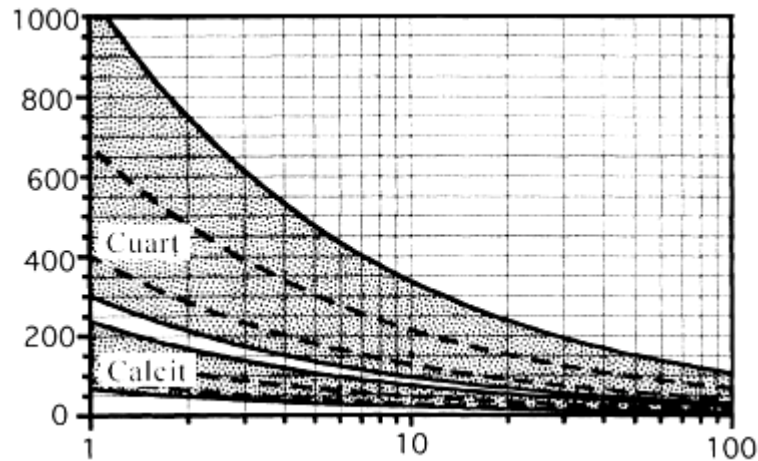


Fig. 15 Modelul Lacazette de predicție a procesului de reechilibrare termică și decrepitare (după Lacazette, 1990)

4.3 Determinarea presiunii

Determinarea presiunii interne a incluziunilor fluide este una din analizele necesare pentru stabilirea completă a condițiilor termodinamice în care a avut loc înglobarea incluziunilor fluide. Aceasta se execută în ultimele faze ale studiului, deoarece implică distrugerea incluziunii (spargerea). În aparență pare o analiză simplă de realizat necesitând doar un dispozitiv foarte simplu de manufacturat, soluție de imersie și un microscop. În realitate observațiile sunt foarte dificile.

Analiza permite determinarea semicantitativă a minimului presiunii fazei gazoase în momentul deschiderii cavității în condiții de presiune atmosferică normală, prin urmărirea la microscop a modificărilor de formă și dimensiune a bulei de gaz din incluziune (Roedder, 1970). Extragerea presiunii se face utilizând legea lui Boyle ($P_1V_1=P_2V_2$). În timpul spargerii, bulele aflate în condiții apropiate de vid vor dispărea, cele în care presiunea este situată în jur de 1 atm vor rămâne cu aceeași formă și dimensiuni (volum) în fluidul de imersie, pe când cele care au o presiune internă mare vor expanda.

Mai pot fi determinate presiunile interne ale fazelor gazoase cu ajutorul diagramelor de fază dacă printr-o altă metodă se pot extrage informații despre compoziția incluziunii (metode de spectroscopie RAMAN sau analiza chimică a fluidului extras din alte incluziuni ale aceleiași asociații) sau despre temperatura de înglobare a incluziunii.

În mediile diagenetice, prezența în incluziuni a bulelor aflate aproape de nivelul de vid indică faptul că incluziunea a fost înglobată la temperaturi ridicate dintr-un fluid sărac în faze gazoase. Expandarea bulei indică înglobarea unui lichid ce conținea gaze dizolvate sau fără miscibilitate cu lichidul în condiții de presiune hidrostatică ridicată (medii freatice adânci).

Dispozitivul de spargere a incluziunilor constă din 3 lame de sticlă, din care două (cele externe) sunt mai lungi și lipite cu o bandă adezivă la un capăt. Lama internă este mai scurtă și are rolul de a crea punctul de sprijin al lamei elastice superioare care prin comprimare va produce spargerea incluziunii. În interiorul lamelor de sticlă se pune ulei de imersie sau un alt lichid cu densitatea cunoscută.

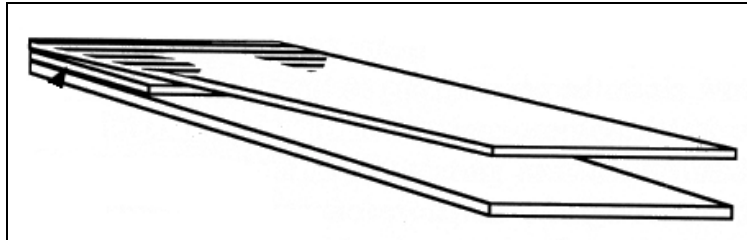


Fig. 16. Dispozitivul de spargere a incluziunilor fluide

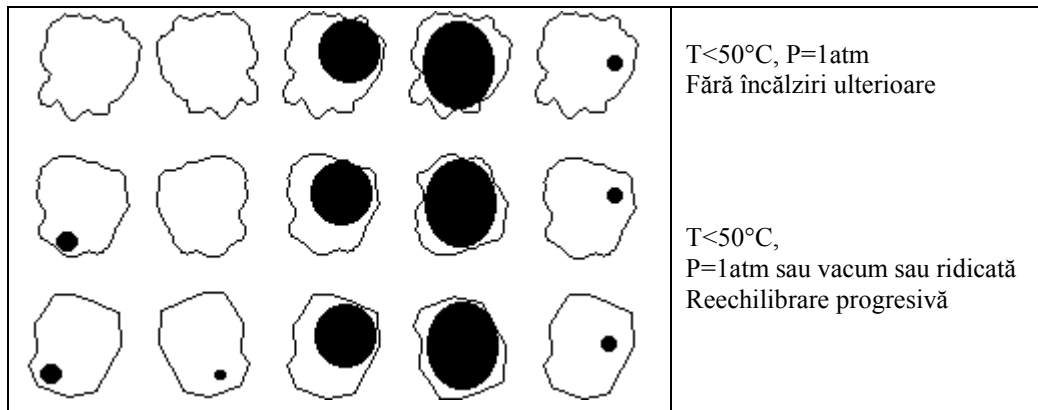
4.4 Determinarea mediilor diagenetice cu ajutorul incluziunilor fluide

Fiecare mediu diagenetic este caracterizat de un domeniu relativ îngust și specific de temperaturi și compoziții ale fluidelor interstițiale. Fie cu ajutorul determinărilor microtermometrice ale incluziunilor, fie doar prin observații petrografice ale incluziunilor înglobate în mineralele formate în timpul proceselor diagenetice, se pot determina condițiile diagenetice. În continuare sunt prezentate caracteristicile incluziunilor fluide formate în câteva dintre mediile diagenetice.

Mediile vadoase

Condiții diagenetice: $P=1 \text{ Atm}$, $T<50^\circ\text{C}$, în pori coexistă atât soluții apoase cu salinitate scăzută cât și aer, procesul de cimentare este activ, deasemenea și procesul de fisurare prin deshidratare și contracție.




Diagnosticare: Asociația de incluziuni (FIA) va fi alcătuită din incluziuni monofazice (lichid) și bifazice (lichid + vapori în cantitate mare). Datorită presiunilor mici de înglobare, faza gazoasă va avea presiuni interne mici ($\sim 1 \text{ Atm}$) astfel încât la spargerea incluziunii dimensiunea bulelor de gaz eliberate nu se schimbă, dacă rocile nu au suferit o îngropare semnificativă după diageneza în mediul vados. Dacă îngroparea a avut loc, atunci incluziunile monofazice formate în timpul diagenezei în mediul vados, vor suferii reechilibrări, nu însă și cele bifazice care-și vor păstra caracterul diagnostic.



Mediile freatice de temperatură scăzută

Condiții diagenetice: $P>1 \text{ Atm}$, $T<50^\circ\text{C}$, în spațiul poros se află soluții apoase cu salinitate moderată sau un amestec cu CO_2 sau CH_4 , procesul de cimentare este activ.



Diagnosticare: Asociația de incluziuni (FIA) va fi alcătuită doar din incluziuni monofazice (lichid). Dacă sedimentele au suferit îngropări ulterioare, apar reechilibrări cu formare de două faze în care însă proporția de vapori <15%, iar bulele sunt foarte mici și cu presiuni interne fie aproape de vacuum, fie foarte mari.

	T<50°C Fără încălziri ulterioare
	T<50°C, P vacuum sau ridicată Reechilibrare moderată
	T<50°C + reechilibrare sau T50° + reechilibrare termică P vacuum sau ridicată

Mediile freatice de temperatură ridicată (îngropare)

Condiții diagenetice: P>>1 Atm, T>50°C, în spațiul poros se află soluții apoase cu salinitate foarte ridicată.

Diagnosticare: FIA va fi alcătuită doar din incluziuni bifazice (lichid+vapori) însă bulele de gaz vor ocupa mai puțin de 15% din volumul incluziunii. Presiunea internă a bulelor de gaz va fi aproape de vacuum sau foarte ridicată (depinzând de compoziția gazului).

	T>50°C P vacuum sau ridicată
	T<50°C + reechilibrare sau T>50° + reechilibrare termică P vacuum sau ridicată

4.5 Microtermometria

Este o metodă de determinare cu precizie a T_h , $T_{m_{ice}}$ prin răcirea și încălzirea incluziunilor fluide, pentru a putea fi utilizate (temperaturile obținute) ca parametri în interpretările legate de compoziția fluidelor sau de condițiile diagenetice de formare a incluziunilor. Pentru obținerea unei analize microtermometrice corecte, este necesar ca prin observațiile petrografice să se separe grupe de asociații de incluziuni (FIA) caracteristice. Aceasta presupune interpretarea corectă a mecanismelor de formare a incluziunilor, și includerea într-o FIA doar a acelor incluziuni care sunt formate în aceleași condiții genetice (din aceeași zonă de supracreștere minerală, din aceeași fisură, etc). O altă condiție este numărul mare de măsurători, în care valorile obținute trebuie să fie foarte puțin dispersate. Rezoluția determinărilor trebuie să fie și ea adecvată:

- $\pm 0.1^\circ\text{C}$ în apropiere de 0°C unde precizia în determinarea $T_{m_{ice}}$ este absolut necesară;
- $\pm 1^\circ\text{C}$ în apropierea temperaturilor de omogenizare.

Precizia de determinare a temperaturilor se stabilește în funcție de scopul urmărit, fiind total ineficientă colectarea datelor cu rezoluție foarte mare dar apoi utilizarea și prezentarea lor în clase de temperaturi foarte largi ($10\text{-}20^\circ\text{C}$). Astfel în unele proceduri este recomandată începerea determinărilor cu rezoluție mai mică și pe măsură ce se achiziționează datele se va stabili dacă este necesară sau nu mărirea rezoluției.

În analizele microtermometrice, se determină întâi temperaturile de omogenizare și apoi temperaturile de topire. Pentru incluziunile mari, obținerea omogenizării este ușor vizibilă sub microscop, dacă creșterea temperaturii este suficient de lentă.

Pentru incluziunile de dimensiuni mici (cele mai frecvente), este necesară aplicarea metodei de ciclare. Momentul omogenizării în aceste incluziuni este greu de observat chiar și la mărimi mari, strângerea fazei gazoase (fără dizolvarea completă însă) sub limita de detecție a ochilui uman putând induce erori de determinare a T_h .

Determinarea temperaturii de topire necesită întâi ridicarea temperaturii pentru formarea bulelor de vapori (cu P aproape de vacuum datorită inexistenței unui gaz în aceste bule), apoi coborârea rapidă a acesteia până la formarea fazei solide. Formarea gheții va fi simultană cu dispariția fazei de vapori pentru că densitatea gheții fiind mai mică decât a lichidului, gheața va ocupa imediat spațiul vid al bulelor. Temperatura de topire se utilizează pentru aprecierea compoziției fluidelor.

5. Prepararea probelor pentru studiul incluziunilor fluide

5.1 Selecția probelor

Pentru studiul incluziunilor fluide nu se vor alege eșantioane care au suferit în laborator sau în afloriment procese termice sau șocuri mecanice precum: încălziri, expunere la incendii, descărcări electrice, tăieri la viteze mari, discuri de tăiere/polizare neregulate sau prea grosiere. Tratamentele termice determină reechilibrarea termică a incluziunilor din eșantion sau trecerea prin punctul de omogenizare a incluziunilor bifazice, iar șocurile mecanice pot duce la spargerea incluziunilor sau la apariția fisurilor golirea și reumplerea incluziunilor cu alt fluid. Deci se evită eșantioanele din carotele a căror procedură de forare și apoi de uscare nu este cunoscută și controlabilă, deasemenea eșantioanele impregnate la cald cu rășini epoxidice sau balsam de Canada nu pot fi utilizate. Nu se vor utiliza nici plachetele de roci folosite pentru catodoluminescență sau microscopie electronică și nici plachetele care au fost atacate cu soluții pentru colorare sau executare de amprente, întrucât soluțiile utilizate atacă mineralele gazdă și distrug incluziunile fluide cel puțin în primii milimetri ai suprafeței.

Secțiunile subțiri standard nu pot fi utilizate pentru studiul incluziunilor subțiri, chiar dacă prepararea lor îndeplinește toate cerințele pentru studiul incluziunilor fluide, deoarece sunt prea subțiri și doar incluziunile mici și centrate în spațiul de 30 μm al grosimii secțiunii pot fi analizate. Se pierde astfel o mare cantitate de informație dată de incluziunile mai mari și de distribuția lor spațială. Nu în ultimul rând, lamela de sticlă și rășinile de lipire nu rezistă la variații mari de temperatură ca cele dezvoltate în interiorul incintei de încălzire-răcire a măsutei pentru incluziuni fluide.

5.2 Tipuri de eșantioane

În momentul actual există în practică trei tipuri de eșantioane utilizate pentru studiul incluziunilor fluide: fragmente brute, plachete rapide și plachete dublu lustruite. Pentru oricare dintre aceste tipuri este necesară obținerea unei suprafețe netede astfel încât lumina să nu fie refractată la trecerea din preparat spre ocularul observatorului. Nici unul din cele trei preparate nu trebuie să fi suferit tratamente termice sau deformări mecanice.

Fragmente brute

Acestea se obțin prin tăierea/spargerea mineralelor cu o lamă subțire; este destul de eficientă metoda pentru cristalele largi de cuarț din geode, calcit, dolomit, halit, fluorină și anhidrit, deci minerale care au o transparență bună și eventual fețe cristalografice nete sau clivaj bun.

Plachetele rapide

Sunt denumite plachete rapide pentru că se prepară mult mai rapid și mai ieftin decât plachetele dublu lustruite. Acestea se obțin la fel ca și cele lustruite însă fără a mai fi supuse procedurilor de lustruire. Pentru a elimina refracțiile se va utiliza ulei de imersie cu un indice de refracție cât

mai apropiat de cel al mineralului gazdă în care se dorește efectuarea observațiilor asupra incluziunilor fluide. Astfel uleiul de imersie standard cu indicele de refracție de 1,51 este bun pentru cuarț, halit, anhidrit, gips în timp ce pentru fuorină se utilizează kerosenul, iar pentru carbonați se utilizează un ulei cu indice în jur de 1,6. Plachetele rapide sunt de un real folos în studiul incipient al incluziunilor, în special în etapa de analiză petrografică a incluziunilor, fără a consuma prea mult timp și costuri ale consumabilelor. Acestea însă nu pot fi folosite la microtermometrie deoarece proprietățile fizice și optice ale uleiurilor se modifică cu temperatura.

Plachetele dublu lustruite

Acestea sunt de fapt niște secțiuni subțiri de rocă, însă cu grosimea de minim 80-100μm, fiind lustruite pe ambele fețe au proprietăți optice mult mai bune decât plachetele nelustruite și sunt absolut necesare în analiza microtermometrică a incluziunilor fluide. Procedura de preparare a plachetelor dublu lustruite pentru studiul incluziunilor fluide din rocile sedimentare a fost descrisă de numeroși autori (Barker & Reynolds, 1984; McNeil & Morris, 1992; Goldstein & Reynolds, 1994). Există cinci etape succesive pentru obținerea acestora: impregnare, tăiere, polizare, lustruire și montare.

5.3 Proceduri de realizare a eșantioanelor

Impregnarea

Impregnarea este necesară pentru probele poroase sau friabile. Nu se va utiliza nici o metodă de impregnare care implică temperatură sau presiune ridicată ci doar impregnarea la rece. Deasemenea, dacă la microtermometrie este necesară depășirea temperaturii de 200°C atunci probele nu se vor impregna deoarece majoritatea rășinilor epoxidice se degradează peste această temperatură.

O metodă mai sofisticată este impregnarea sub vid cu rășini epoxidice sau poliesteri. Pentru aceasta este necesar un dispozitiv comercial sau manufacturat de impregnare sub vid. Nu se va utiliza un vid prea ridicat, pentru a nu induce deformări mecanice în minerale și incluziuni. Deasemenea, atenție la rășinile epoxidice utilizate, unele prezintă reacție exotermă la efectuarea amestecului între cele două componente ale rășinii.

Din gama Buehler se poate utiliza doar EPO-THIN și EPOXIDE (temperatura reacției 25-27°C) în nici un caz nu se va utiliza EPO-COLOR sau EPO-KWICK (75-85°C). Impregnarea cu poliesteri de tipul Buehler-Castolite sau Castoglas este indicată doar pentru incluziunile care nu se omogenizează sub 36-48°C. Din gama CIBA se poate utiliza Aralditul care la amestecul cu soluția de întărire nu dezvoltă reacții exoterme peste 20-25°C. În Araldit pot fi dizolvate înainte de amestecul cu soluție de întărire, mici cantități de pulbere colorată pentru departajarea mai bună a porozității.

O metodă mai simplă, însă suficient de eficientă, este impregnarea cu un lipici de tip „superglue”, aplicat pe suprafața rocii și lăsat peste noapte la întărit. Probele poroase necesită câteva straturi de astfel de lipici, pentru a putea fi prelucrate apoi mecanic.

Tăierea

Tăierea eşantioanelor trebuie efectuată astfel încât incluziunile fluide să nu fie afectate fie de temperaturile rezultate din frecarea discului diamantat de rocă, fie de șocurile mecanice induse de această frecare. Pentru a evita aceste efecte este necesar ca (1) tăierea să fie realizată utilizând lichid de răcire abundent și cu proprietăți bune de răcire (dar nu bază de ulei); (2) viteza discului de tăiere să fie corelată cu granulația diamantului de pe disc, astfel pentru discurile de calitate superioară (cu diamante fine de 200-500 μ m, omogen distribuite iar discurile perfect centrate pe mașina de tăiere) viteza de lucru poate fi normală spre ridicată, dar pentru discurile cu granulație grosieră a diamantului se va utiliza o viteză mică de rotație cu lichid de răcire abundent. La tăiere se va lăsa cel puțin 0.5 mm în plus în grosime, parte ce va fi eliminată prin polizare. Grosimea plachetei este dependentă de dimensiunile incluziunilor, de gradul de transparență al mineralelor gazdă și de orientarea asociațiilor de incluziuni în mineralele gazdă: minim 80 μ m și maxim 500 μ m.

Polizarea

În practica obișnuită de realizare a secțiunilor subțiri se utilizează două metode de polizare: (1) granule abrazive montate pe un substrat și (2) granule abrazive libere. Granulele abrazive utilizate sunt și ele diverse, fie carburi de siliciu, fie diamante artificiale. Ambele metode implică prezența unui fluid dispersant (apă sau amestecuri de apă cu alcool sau cu glicerină) și curățitor în același timp – pentru eliminarea particulelor tăiate din rocă.

Aparent, utilizarea granulelor libere de carburi de siliciu sau diamant este o metodă mai economică, în realitate, o cantitate foarte mare din aceste granule se pierde fără a fi măcar utilizată cât de puțin. Astfel, deși prețul inițial al discurilor cu diamante încorporate este mai mare, acestea nu se pierd în timpul polizării, își mențin densitatea și omogenitatea în distribuție un timp îndelungat și datorită acestor proprietăți, suprafața obținută este plană și fără defecte. Deasemenea, diamantele având o duritate mai mare, timpul de polizare este redus substanțial cu toate consecințele legate de temperaturile și șocurile mult mai mici rezultate prin frecarea rocilor pe aceste suprafețe.

Recomandabil este ca polizarea să aibă loc în două etape: întâi se realizează o prelucrare grosieră cu diamante sau carburi având o granulație între de 30-70 μ m și apoi o polizare finală cu granule în jur de 15 μ m utilizând un disc perfect plan cu viteze de 700-1000 rotații pe minut.

Lustruirea

Calitatea imaginii incluziunilor fluide depinde substanțial de calitatea suprafețelor lustruite. Cu cât polizarea a fost efectuată mai adecvat, cu atât lustruirea va fi și ea mai ușor de obținut. Ca și în cazul polizării, și pentru lustruire se utilizează frecvent două metode diferite, una cu granule libere dispersate pe o suprafață de tip pâslă sau catifea și altă metodă cu granule abrazive fine montate într-o rășină. Ambele metode dau rezultate bune dacă se evită contaminarea suprafețelor de lustruire cu praf sau alte pulberi.

Dacă se utilizează metoda cu granule abrazive libere, se va avea grijă la combinarea adecvată a dimensiunii și tipului de granule cu materialul ce va fi montat pe disc. Pentru rocile

mineralogic omogene și cu durități relativ scăzute (de ex. calcare, evaporite) este suficientă lustruirea într-o singură etapă cu granule abrazive având dimensiuni între 1-3 μ m. Pentru rocile mai dure sau mai neomogene (de ex. gresii cuarțoase cu ciment carbonatic) se utilizează mai multe etape succesive de lustruire: 6-10 μ m, 3 μ m, 1-0.5 μ m).

Lustruirea se consideră adecvată atunci când la examinarea suprafeței aceasta poate reflecta imaginea ca o oglindă. Dacă se poate citi inscripția de pe globul de sticlă al unui bec aprins atunci suprafața lustruită este acceptabilă, dacă nu, atunci se reia ultima etapă de lustruire aplicată.

Montarea

Eșantioanele prelucrate conform procedurilor anterioare sunt foarte fragile (mai ales cele cu grosimi de 80-100 μ m), de aceea pentru studiul petrografic detaliat și pentru stabilirea asociațiilor de incluziuni fluide este necesară montarea acestora pe lame de sticlă asemănător secțiunilor subțiri normale. Se utilizează pentru montare un lipici care poate fi ulterior dizolvat, iar preparatul eliberat din montură. Aceasta este necesară în special pentru analizele de microtermometrie. O etapă deosebit de importantă înainte de montarea plachetei lustruite pe lama de sticlă este perfectă curățare cu acetonă a ambelor suprafețe care se pun în contact. Peliculele de ulei sau grăsimi prezintă fluorescență în cazul expunerii la lumină UV. Dacă analizele microtermometrice nu necesită încălziri peste 200°C este posibilă chiar montarea definitivă a plachetelor lustruite cu rășini epoxidice. În acest caz se utilizează lame de sticlă subțiri (<1mm) sau chiar montarea pe lamele ultrasubțiri ca cele utilizate pentru acoperirea secțiunilor subțiri, deoarece lamele mai groase de sticlă pot induce gradienti termici suplimentari (deci erori în determinarea temperaturilor) precum și probleme optice.

Etapetele procedurale

Prepararea plachetelor dublu lustruite cu toate precauțiunile arătate anterior se realizează în câteva etape succesive:

1. impregnarea rocilor poroase sau a cristalelor friabile
2. tăierea unui paralelipiped dreptunghic din rocă sau în cazul cristalelor, tăierea unei suprafețe plane
3. polizarea unei suprafețe într-una sau două etape cu abrazivi adecvați
4. lustruirea suprafeței
5. curățarea preparatului și a lamei de sticlă întâi cu apă, apoi uscarea în jet de aer rece, apoi baie în acetonă
6. montarea suprafeței lustruite pe lama de sticlă cu rășină epoxidică (montare definitivă) sau cu adeziv dizolvabil (montare provizorie)
7. tăierea (cu viteză mică) a preparatului montat pe sticlă până la o grosime cu 0.5 mm mai mare decât grosimea prevăzută pentru placheta lustruită
8. repetarea etapelor 3-5 pentru obținerea celei de a doua suprafețe lustruite
9. detașarea plachetei dublu lustruite de pe lamelă în cazul în care s-a apelat la montarea provizorie prin imersia în acetonă timp de 24 de ore (vas închis pentru prevenirea evaporării acetonei)

Fără a face intenționat reclamă produselor Bueler, în tabelul anexat sunt date câteva exemple despre corelarea materialelor abrazive produse sau comercializate de această companie, pentru obținerea plăchetelor dublu lustruite din diferite tipuri de roci sedimentare.

	Calcar omogen Evaporite			Calcar cristalin Cristale izolate		Gresie Q+Q		Gresie Q+calcit	
Petro-Thin, disc metalic diamantat continuu	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Petro-Thin, 80μm disc polizare diamantat 3D	X	X				X	X	X	X
Ultra-Prep, 40 μm disc diamantat-metal	X			X	X	X		X	
Ultra-Prep, 10 μm disc diamantat-rășină	X		X	X		X		X	
Ultra-Prep, 2 μm disc diamantat-rășină	X			X		X		X	
Mastertex, catifea fină moale cu fir scurt		X2	X		X2			X	X3
Texmet 1000 pâslă fină dură		X1			X1		X1		X1
Nanocloth catifea dură sintetică cu fir scurt							X2		X2
Final 0.1 μm (Si coloidală)		X2			X2			X	
Metadi 10 μm (diamant)		X1			X1		X1		X1
Micropolish II Alumina 1 μm			X				X2		X2
Micropolish II Alumina 0.3μm			X						X3

O atenție deosebită trebuie acordată faptului că suprafețele textile pentru lustruire trebuie să fie dedicate abrazivului de o anumită granulație și compoziție. De exemplu: deși pe un textil de tip Mastertex se poate lustrui atât cu soluția Final cât și cu soluția Micropolish II niciodată nu se va schimba destinația primei utilizări a textilului. Este mai bine ca în laborator să existe mai multe discuri (eventual din seria de discuri magnetice (Magnofix+Magnomet), fiecare cu destinația lui foarte strictă pentru a prevenii contaminarea lor.

6. Bibliografie

- Barker C.E. & Reynolds T.J., 1984. Preparing double polished sections of temperature sensitive sedimentary rocks. *Journal of Sedimentary Petrology*, v. 54, 635-636.
- Brantley S.L., 1992. The effect of fluid chemistry on quartz microcrack lifetimes. *Earth and Planetary Science Express*, 145-156.
- Burruss R.C., 1981. Hydrocarbon fluid inclusion studies in sedimentary diagenesis. In: Hollister L.S. & Crawford M.L. (eds), *Short Course in Fluid Inclusions: Applications to Petrology*. Mineralogical Assoc. of Canada, v. 6, 138-156.
- Burruss R.C., 1987. Paleotemperatures from fluid inclusions: advances in theory and techniques. In: Naeser N.D. & McCulloh T.H., *Thermal history of sedimentary basins, methods and case studies*. AAPG Special Publications, v. 41, 121-131.
- Burruss R.C., 1991. Practical aspects of fluorescence microscopy of petroleum fluid inclusions. In: Barker C.E. & Kopp O.C. (eds) – *Luminescence microscopy and spectroscopy*. SEPM Short Course, v 25, 1-7.
- Goldstein R.H. & Reynolds T.J., 1994. Systematics of fluid inclusions in diagenetic minerals. *SEMP Short course* 31, 199 p.
- Guscott S.C. & Burley S.D., 1993. A systematic approach to reconstructiong palaeofluid evolution from fluid inclusions in authigenetic quartz overgrowths. In: Parnet et al., *Conference proceedings, Geofluids*, v. 93, 323-328.
- Lacazette A., 1990. Application of liniar elastic fracture mechanics to the quantitative evaluation of fluid inclusion decrepitation. *Geology*, v. 18, 782-785.
- McNeil B. & Morris E., 1992. The preparation of double polished fluid inclusion wafers from friable, water-sensitive material. *Mineralogical Magazine*, v. 56, 120-122.
- Prezbindowski D.R. & Larese R.E., 1987. Experimental stretching of fluid inclusions in calcite – Implications for diagenetic studies. *Geology*, v. 15, 333-336.
- Prezbindowski D.R. & Tapp J.B., 1991. Dynamics of fluid inclusion alteration in sedimenatry rocks: a review and discussions. *Organic Geochemistry*, v. 17, 131-142.
- Roedder E., 1970. Application of an improved crushing stage to studies of gases in fluid inclusions. *Schweizerische Mineralogische und Petrographische Mitteilungen*, v.50, 41-58.
- Roedder E., 1984. Fluid inclusions. *Mineralogical Society of Ammerica, Reviws in mineralogy*, v.12, 644p.
- Roedder E., 1990. Fluid inclusion analysis – Prologue and epilogue. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, v. 54, 495-507.
- Roedder E., 1992. Optical microscopy identification of the phases in fluid inclusions in minerals. *Microscope*, v. 40, 59-79.