

第二章 研究方法

本研究主要採用岩相學、全岩化學分析、實驗岩石學、電子顯微鏡等方法，其分析方法如下：

2.1 岩象學研究

野外採樣的標本先將岩石表面的風化部分切除，用肉眼觀察標本的顏色、組織、組成礦物種類、礦物大小……等等，接著取一小塊岩石標本用 AB 膠製成岩石薄片(厚度約 0.03 公分)。觀察與鑑定岩石組織及礦物組成，利用德國蔡司(Zeiss)型號 Axioplan 7082 的透射、反射兩用偏光顯微鏡，來進行初步的判別。

2.2 製做標本粉末

首先觀察採樣岩石的表面，切除風化的部分，再將採集的標本敲碎成小於 1cm^3 的大小，放入烘箱經過 24 小時烘乾(110)後，再放入研磨機中磨成粉末，接下來利用瑪瑙鉢手工細磨至 200 篩目(mesh)以下，即裝瓶後放入乾燥箱備用。在每次實驗之前要再將岩石粉末混合均勻後，才取岩石粉末進行實驗。

2.3 燒失量的測量 (Loss on ignition , L. O. I.)

1. 將瓷坩堝洗淨，烤箱加熱至 110 ，再放入瓷坩堝烘烤一天，以除去水份。
2. 自烤箱取出瓷坩堝放入乾燥箱冷卻至室溫 (約 30 分鐘)。
3. 用微量天平(需能測到小數以下第三位)，精秤瓷坩堝重量得到 A。
4. 在步驟 3.的瓷坩堝中加入精秤岩石粉末 2.000 克，得到總重量為 B，此為燒失前的總重量。($B = A + 2.000 \pm 0.002$ 克)

5. 把步驟 4.的岩石粉末及瓷坩堝放入 900 的烤箱加熱一小時,以去除結晶水,然後取出放入乾燥箱中冷卻(約 30 分鐘)。再精秤其重量得到 C,此為燒失後總重量。

6. 燒失量計算公式：

$$\text{L.O.I.} = (B - C) / 2.000 \times 100\%$$

2.4 全岩化學分析方法

樣本分析採用台大海研所陳汝勤教授實驗室的原子吸收光譜儀 (Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS PE3110) 與分光光度計 (Spectrophotometer, UV1201) 測定。針對十個主要元素進行分析,各方法的樣本製備過程如下(李永棠, 2005)：

2.4.1 原子吸收光譜儀分析

以原子吸收光譜儀分析法測定之元素包括：Fe、Mg、Ca、Na、K、Mn,分析過程中以酸溶法配置所需之溶液,其步驟如下：

1. 秤取 0.50000 克岩石粉末,置於鐵氟龍燒杯中,加入 10 毫升硝酸及 5 毫升氫氟酸,加蓋後置於加熱板上加溫烘乾(約 150~180)。
2. 待岩樣至黏稠狀時,放置於水銀燈下烤成白餅,直至岩樣完全烘乾。
3. 加入 5 毫升硝酸溶液於鐵氟龍燒杯中,繼續置於加熱板上加熱,直至岩樣完全溶解。
4. 岩樣完全溶解後,加入約 50 毫升蒸餾水,繼續加熱至溶液約剩 35 毫升為止。

5. 待溶液冷卻後,倒入 50 毫升定量瓶中,稀釋成 50 毫升,此為 1/100 溶液。
6. 利用 1/100 溶液,再稀釋成 1/1,000、1/10,000、1/50,000 等不同濃度之岩樣溶液。
7. 依同樣步驟 1.至 6.處理美國地質調查所(USGS)的標準岩樣 AGV-1、G-2、BHVO-1、BIR-1 及美國國家標準局的 NBS 688(Basalt)等樣品,作為標準溶液。另外準備一個空鐵氟龍燒杯,以相同之實驗步驟處理,作為實驗之空白值。
8. 以 Perkin-Elmer Model 3110 型原子吸收光譜儀,測定標準溶液中各元素之吸收值,製作各元素之校正曲線,進而將各標本之元素含量求得,此分析之標準差為 $\pm 5\%$ 。

2.4.2 分光光度計分析

以分光光度計分析之元素包括: Si、Al、Ti。其中 TiO_2 是以酸溶法所配置的溶液 1/100 來測定;而 SiO_2 和 Al_2O_3 則用鹼溶法所配置的溶液測定之,鹼溶的步驟如下:

1. 加入 5 毫升 30% 之氫氧化鈉溶液於鎳坩堝中,置於本生燈上加熱 5 分鐘,再取下冷卻至室溫。
2. 稱取 0.0500 克標本粉末置於鎳坩堝中心,放置於本生燈下加熱 16 分鐘,冷卻至室溫後,加入 50 毫升蒸餾水,並靜置隔夜。
3. 加入 400 毫升蒸餾水和 20 毫升 1 比 1 鹽酸於 1000 毫升之細口定量瓶中。
4. 並將鎳坩堝中之標本溶液傾入定量瓶中,同時沖洗鎳坩堝及坩

蓋，再稀釋成 1000 毫升。

5. 標準岩樣及空白試樣溶液，亦依上述相同步驟處理。
6. 經過添加不同比色劑後，以 UV 1240 分光光度計測定標準溶液之吸收值，並製作校正曲線，再利用此校正曲線及標本溶液之吸收值，計算出各元素之濃度，此分析標準差為 $\pm 3\%$ 。

2.5 白金片之製備

2.5.1 白金片的壓延步驟

1. 將白金片裁成長寬約為 $3\text{cm} \times 2\text{cm}$ 的長方形。
2. 另外裁剪兩片(銅片或白鐵皮)長寬約為 $10\text{cm} \times 5\text{cm}$ 的長方形。
3. 先將白金片放入壓延機中，重複過滾輪 3 ~ 4 次，使其較為扁平。
4. 將步驟 3.的白金片放在兩片銅片(或白鐵皮)中間，一起放進壓延機中，使其延展。但切記銅片(或白鐵皮)在壓延的過程中，必須完全將白金片包覆在裡層，這樣白金片不易破損且較為平整。
5. 調小壓延機滾輪之間距，把兩銅片(或白鐵片)夾白金片放入壓延機。
6. 重複步驟 4.和 5.，延展至白金長度約 13 ~ 14 公分即可。不要壓延過薄，在製作白金囊包時，會容易破裂。

2.5.2 白金片的清洗步驟

1. 準備一個乾淨的燒杯。
2. 將壓延完成的白金片放入燒杯內。
3. 將步驟 2.放入 100 的烤箱中烘烤一個小時，接著取出來放入乾燥箱冷卻。
4. 在通風廚裡準備一個燒杯，調配 $\text{HCl} : \text{H}_2\text{O} = 1 : 1$ 溶液，先放入蒸餾水 250 毫升，再沿著玻璃棒緩慢加入鹽酸 250 毫升 (鹽酸濃度 37%)。

(注意：要先放水在燒杯中，再緩慢加入 HCl 溶液。若先放入 HCl 溶液，再加水時，易引起爆炸!)

5. 將白金片完全浸泡在步驟 4 的溶液中。
6. 將燒杯放置到烤盤(要用錫箔紙包覆)上,加熱至 90 ,煮 30 分鐘
7. 將稀鹽酸倒掉，用夾子將白金片取出。
8. 用去離子水反覆清洗(5~7 次)。再將殘餘在白金片上的水清除，即可放入烤箱烘乾備用。

2.6 實驗岩石學之實驗方法

本實驗之樣本採自綠島多孔性玄武岩，將岩石粉末加熱至不同的溫度環境下，待其反應完全完成後，將其急速冷卻，便可得知該溫度環境下的相，藉以了解不同礦物隨著溫度遞減的生成順序，實驗溫度範圍包括玄武岩整個融熔區間。再利用掃描式電子顯微鏡(Scanning Electron Microscope , SEM)，將各溫度下的相和薄片加以分析討論。

2.6.1 一大氣壓下之高溫實驗

一大氣壓下的高溫實驗是將研磨好的岩石粉末，放置到高溫爐中進行反應，待實驗樣本在預設的目標溫度中反應完全後，加以驟冷，將此溫度下的礦物相保留下來。然而產生礦物結晶後的剩餘岩漿，經過驟冷會形成玻璃質。

以下為一大氣壓下高溫實驗程序：

1. 裁剪一大約 10mm × 18mm 的白金片，並將其折成袋狀。把岩石粉末填充入袋中，製成白金囊包 (圖 2-1)。
2. 將製作好的白金囊包先以細白金線懸掛於穿有兩條粗白金線之氧化鋁管之下方 (圖 2-2)。
3. 將高溫爐升溫至實驗所需溫度，待高溫爐顯示溫度穩定後，以熱電偶測量溫度，得實驗前實測溫度，並紀錄高溫爐顯示溫度及實測溫度。
4. 將白金囊包放入高溫爐中進行反應，反應時間需大於 3 小時，溫度越低所反應的時間也越長。
5. 待反應達到所需的實驗時間後，利用釋電器放電將細白金線熔斷，使白金囊包直接落入水中驟冷，讓反應後的相透過此步驟保留下來 (圖 2-3)。
6. 將高溫爐中的氧化鋁管移除，再以熱電偶測量爐中溫度，所得為實驗後實測溫度。以實驗後所得之實測溫度為實驗溫度。
7. 電熱偶測量所得溫度，再利用量測透輝石生成溫度來做溫度校正。
8. 將反應後的白金囊包用 AB 膠灌膠，並將其拋光製成光片 (圖 2-4)。
9. 先利用反射式顯微鏡，對拋光後的樣本進行礦物相的初步鑑定，

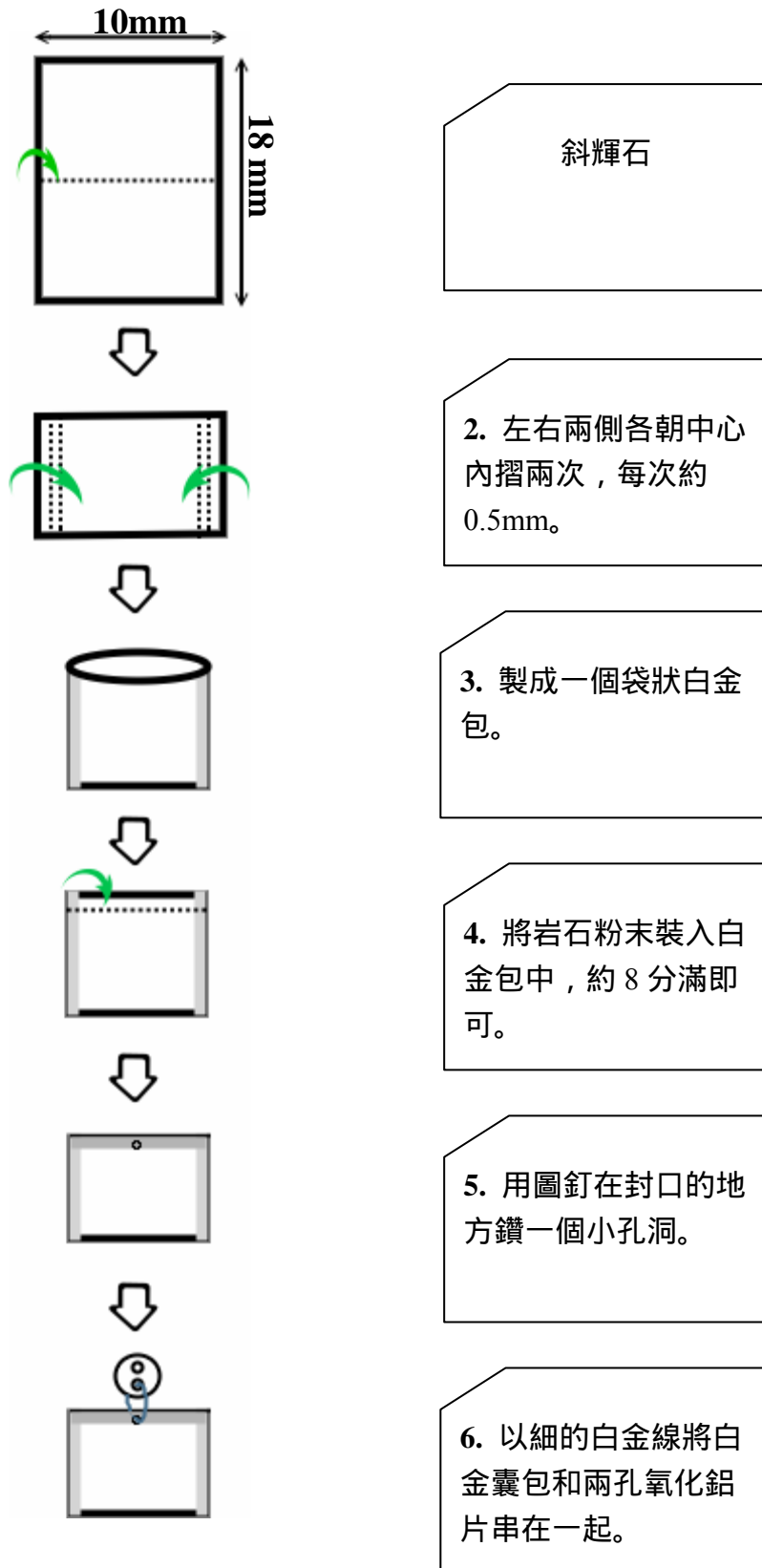


圖 2-1 白金囊包的製作流程

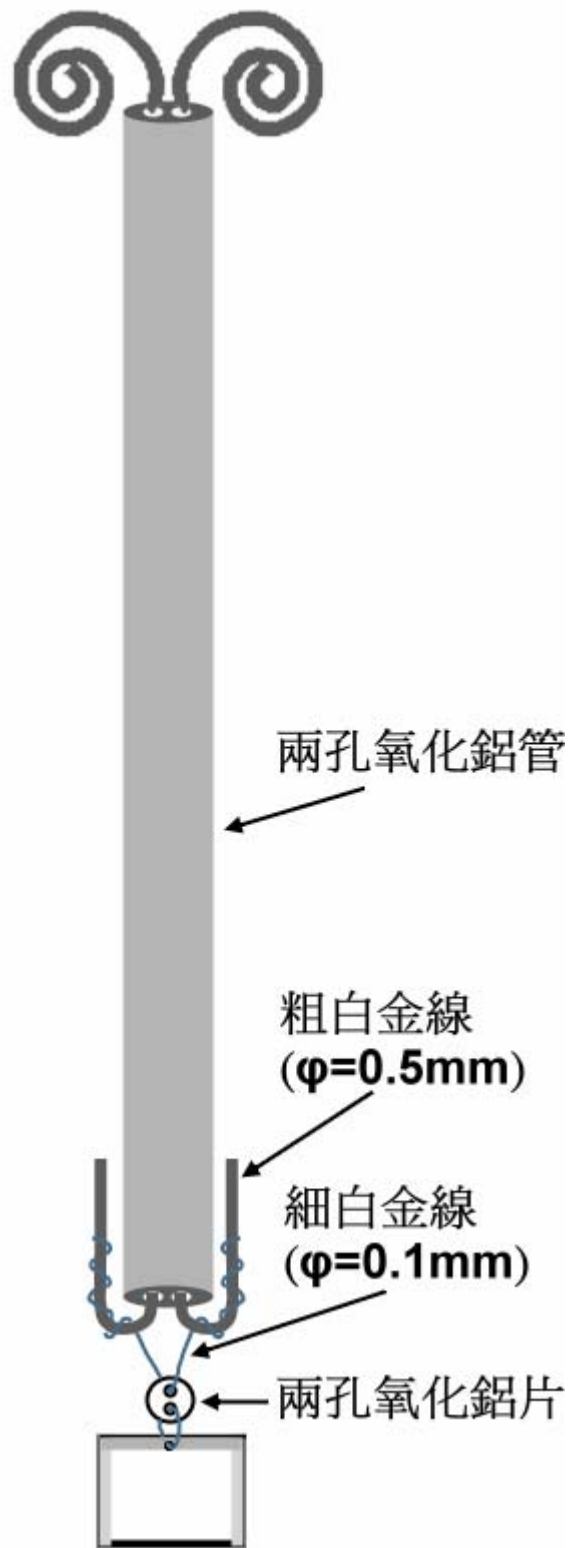


圖 2-2 白金囊包的懸掛圖示

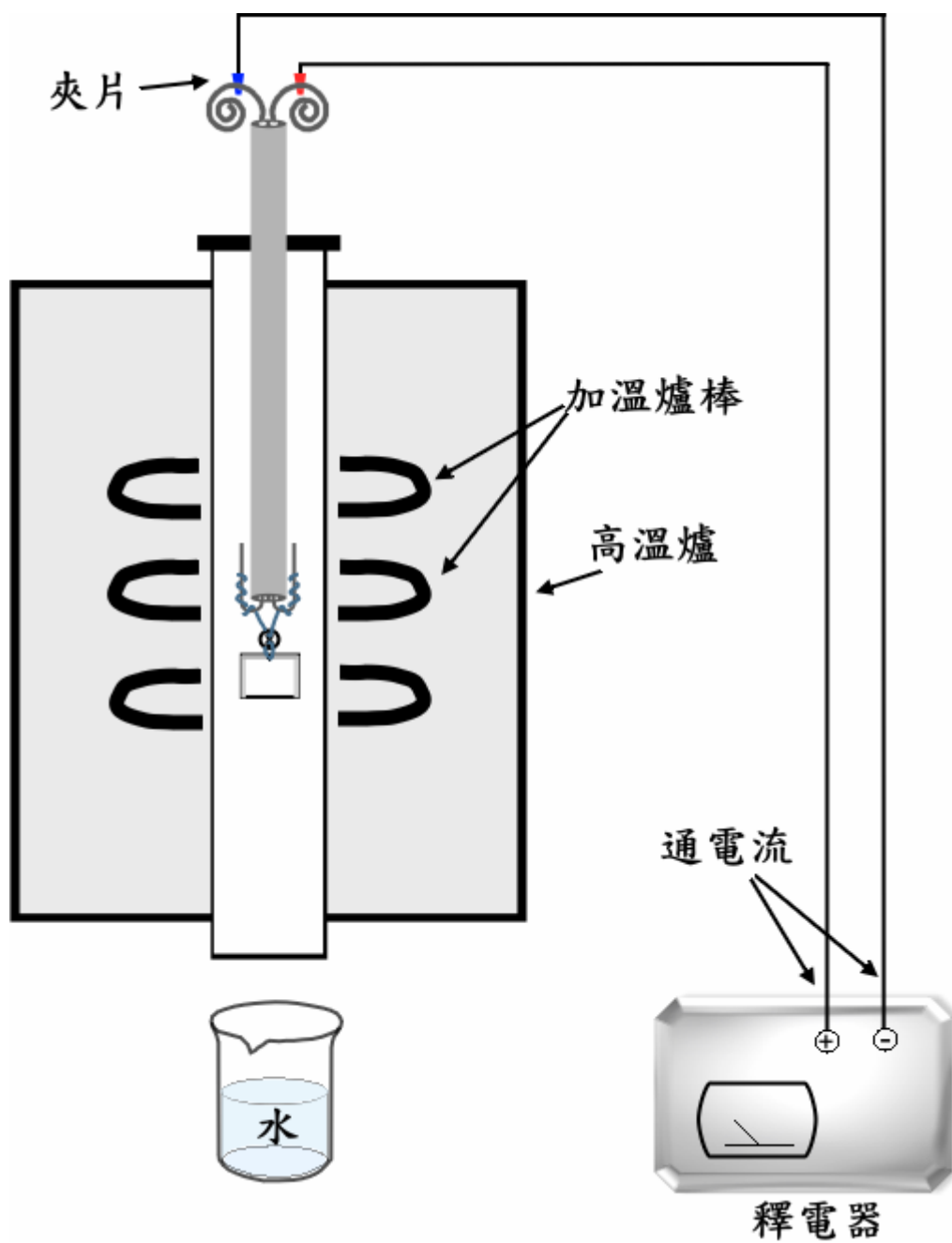


圖 2-3 一大氣壓實驗驟冷裝置示意圖

1. 將 Buehler Epoxicure 樹脂與硬化劑，以 5 : 1 的比例調和。再拿去抽真空約 2 分鐘，以減少裡面的氣泡。

2. 拿一個光片的塑膠模容器(要有底座)，先將凡士林均勻塗抹在容器內部。再把實驗完的白金囊包放在容器內。

3. 將調好的膠倒入容器內。等它乾燥約 48 小時，再取出進行拋光製程。

4. 將灌膠過的白金囊包用 1000 # 的金鋼砂，磨到標本出露，用清潔劑清洗，超音波震盪 30 秒，再改用鑽石膏拋光，依序為 $6\mu\text{m} \rightarrow 3\mu\text{m} \rightarrow 1\mu\text{m}$ ，即拋光完成。

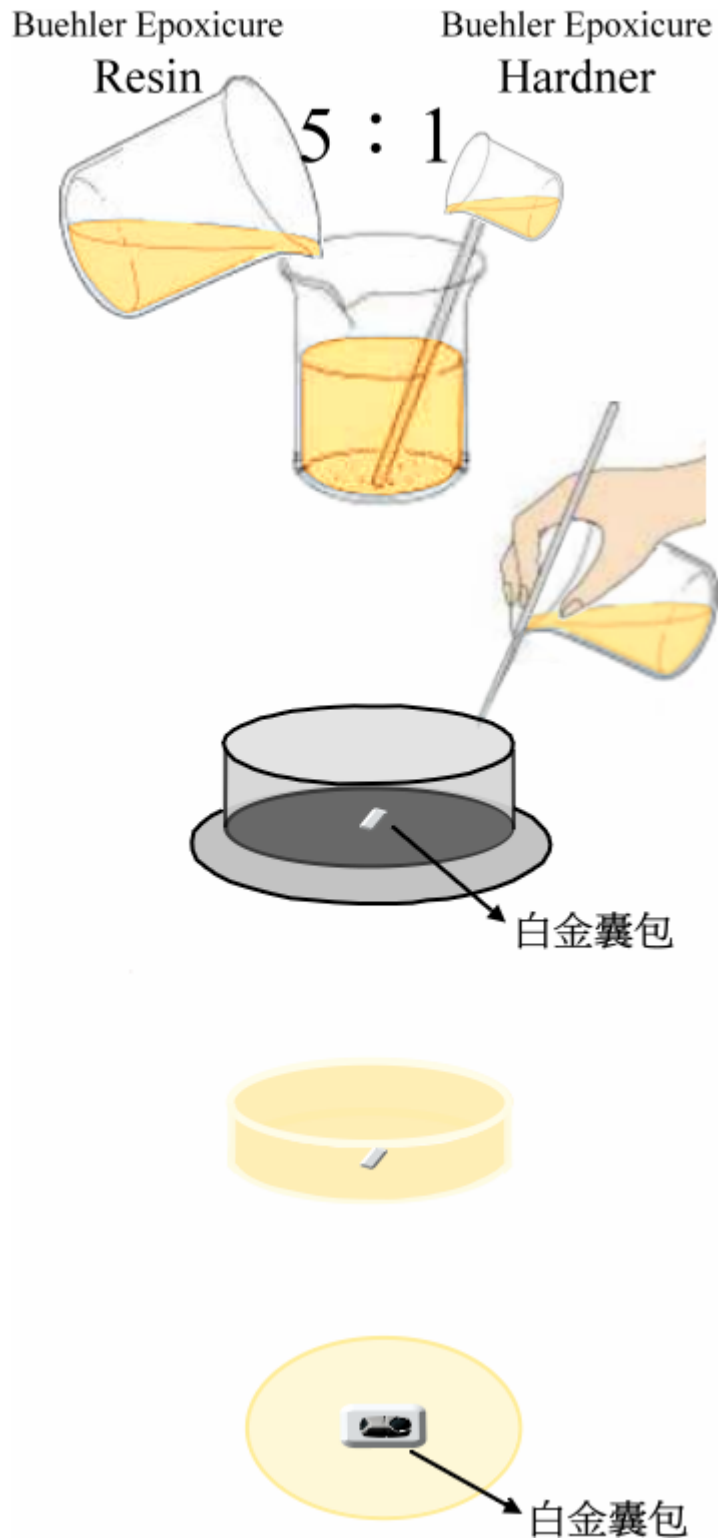


圖 2-4 白金囊包灌膠與拋光(修改自葉，2005)

再利用電子顯微鏡進行各個礦物相及玻璃相的成分分析。

本實驗所使用的高溫爐是由美國 Thermolyne 公司所製造的，可實驗的範圍介於 800 ~ 1500 之間，採用 B-type 熱電偶來進行溫度測量，接合點一端白金線成分為 Pt 100%，另一端白金線成分為 Pt 90% + Rh10%，透過兩端的電位差值來估計溫度，溫度誤差值範圍 ± 1 。另外用透輝石標準液相溫度做為此熱電偶的溫度校正，透輝石的標準液相溫度為 1395.3。

2.7 掃描式電子顯微鏡分析

將本實驗已完成的岩石薄片及拋光光片，針對各溫度下所觀察到的礦物相及玻璃相，進行細部的觀察及不同相的判別。利用反射式電子影像圖(Back-Scattered electron image, BEI) 得到清晰的色階，不同的礦物會呈現出差異性的灰階，平均原子序越高灰階越淺，反之灰階越深。能量分散光譜儀(Energy Dispersive Spectrometer, EDS)則能進行半定量化學分析，依據分析出的元素成分及強度組合，來區分有幾種礦物相及判別可能為何種礦物。

所使用的儀器為中央研究院地球科學所提供，掃描式電子顯微鏡 (Scanning Electron Microscopy and Energy Dispersive X-ray Spectroscopy , SEM-EDS)，為 JEOL 公司所製造，型號為 JSM-6360，在低真空(LV)的狀態下分析，儀器實驗設定：加速電壓為 15 千伏 (kV)，電流為 0.18 奈安培 (nA)，電子束直徑約 1 微米(μm)，Z 軸高度距離 10 毫米(mm)。操作的步驟如下：

1. 先將光片放在偏光顯微鏡底下觀看，確認標本表面的狀態是否光滑，並找出光片中欲觀察的位置。
2. 將光片放進電子顯微鏡中分析，找到欲觀察之位置。

3. 標本出現在螢幕畫面中，先放大調整焦距、亮度及對比，使礦物相更容易區分。
4. 在 SEM 選取所需分析的範圍拍照後，再切換至 EDS，並加入液態氮降溫。
5. 選取欲分析 EDS 之礦物相，開始進行分析。
6. 取得平均成份及光譜後，利用元素的總類及強度來判定為何種礦物。