

# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

# 寿山石 田黄 鉴定

Shoushan Stone—Tianhuang—Testing

(报批稿)

- - 发布

- - 实施

# 目 次

前	言	••••								 	II
引	言	•								 	. III
1	范围									 	1
2	规范	性引用	文件							 	1
3	术语	和定义								 	1
4	寿山	石田黄	鉴定							 	2
5	拼合	寿山石	T田黄鉴定	₹						 	6
6	鉴定	人员要	求							 	6
7	鉴定	证书.								 	6
附	l录 A	(资料	性)	寿山石田	黄中矿物的	的红外光谱	É i			 	7
附	l录 B	(资料	·性)	寿山石田	黄中矿物的	的拉曼光谱	ž 1			 	10
阼	l录 C	(资料	·性)	寿山石田	黄紫外-可	见-近红外	光谱及其	<b>中</b> 阶导数	複谱	 	14
附	l录 D	(资料	性)	寿山石田	黄常见相似	以品鉴定特	· 征			 	15
附	l录 E	(资料	性)	寿山石田	黄鉴定流程	是图				 	20
附	l录 F	(资料	性)	寿山石田	黄的微量元	法素化学成	分溯源分	析		 	21
附	l录 G	(资料	性)	拼合寿山	石田黄的红	[外光谱.				 	23
参	≉文	献									25

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由全国珠宝玉石标准化技术委员会(SAC/TC 298)提出并归口。

本文件起草单位:中国地质大学(武汉)、福州市晋安区中国寿山石馆、四川省产品质量监督检验检测院、国家珠宝玉石首饰检验集团有限公司、同济大学、浙江方圆检测集团股份有限公司、北京大学、福建省标准化研究院、上海海关工业品与原材料检测技术中心、福建省地质调查研究院、福建省地质测试研究中心、河北地质大学。

本文件主要起草人:陈涛、姚春茂、蒋扬名、王永福、王朝文、戴苏兰、杨立信、周征宇、杨明星、程军、严雪俊、王长秋、闵红、王彬彬、陈润生、韩文、刘云贵、李玉娟、李捷、严俊、郑金宇、田静琳、刘丹、林花琴、吕菡之、吴静怡。

# 引 言

寿山石具有悠久历史,闻名遐迩,各种文献多有记载,人文积淀十分厚重。国家质量监督检验 检疫总局 2010 年第 108 号公告批准了对寿山石实施地理标志产品保护。

寿山石田黄是寿山石中最具历史文化价值和经济价值的品种,产自福州寿山,已经开采了数百年,具有广泛的收藏爱好者。本文件通过建立适合寿山石田黄的科学、规范的鉴定技术和鉴定方法,对市场流通领域的寿山石田黄进行鉴定,将有效保护消费者合法权益,从而促进寿山石田黄产业和市场的健康、有序发展。

## 寿山石 田黄 鉴定

## 1 范围

本文件规定了寿山石田黄和拼合寿山石田黄的术语和定义、鉴定特征和鉴定方法。本文件适用于寿山石田黄原石和成品的鉴定。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 16553 珠宝玉石 鉴定

GB/T 42433 珠宝玉石鉴定 红外光谱法

GB/T 42645 珠宝玉石鉴定 紫外-可见吸收光谱法

#### 3 术语和定义

GB/T 16553、GB/T 42433、GB/T 42645 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3. 1

#### 寿山石田黄 Shoushan stone-Tianhuang

也称田黄,以迪开石(偶以珍珠陶土或伊利石)为主要矿物成分的隐晶质集合体,含少量或微量硫磷铝锶矿和黄铁矿等伴生矿物;具不同程度发育的石皮、红筋格、萝卜纹等标志性特征,一般以冲积砾矿形式产出。

3. 2

## 石皮 stone's skin

原石表层厚薄不一的风化壳层。

3.3

#### 石肉 stone's matrix

石皮下未遭受风化作用的基体部分。

3.4

#### 红筋格 red vessel

也称红格。在表生环境下主要由铁的氧化物和氢氧化物等沿开放裂隙处浸沁、充填、胶结而成, 呈深浅不一的黄、红、褐红或黑褐色脉状纹理。

3.5

## 萝卜纹 turnip veins

也称萝卜丝纹。存在于石肉内部的呈不规则丝状、网状或脉状的纹理,组成矿物主要为硫磷铝锶矿,少见黄铁矿,透明度低于石肉。

3.6

## 拼合寿山石田黄 splicing Shoushan stone-Tianhuang

由两块或两块以上寿山石田黄经人工拼接而成,给人以整体印象。

## 4 寿山石田黄鉴定

#### 4.1 鉴定特征

#### 4.1.1 原石形态

一般呈次棱角状-次圆状,部分呈卵石形。

### 4.1.2 外观特征

#### 4.1.2.1 石皮外观特征

石皮肉眼观察具有如下特征:

- a) 常见不同深浅的黄、白、黑等色,偶见两色或三色石皮;石皮与石肉界限一般较为清晰;
- b) 原石表层通常由完整或不完整的石皮包裹,石皮厚薄不均。石皮表面具有形态各异、深浅不一、错落参差的磨蚀坑。石皮表面一般具油脂光泽;
- c) 黄色和黑色石皮透明度低于石肉。

## 4.1.2.2 石肉外观特征

石肉肉眼观察具有如下特征:

- a) 石肉可呈白、黄、橙黄、黄褐、褐黄、褐红、黑等色,黄色寿山石田黄石肉的黄色从表层到内部逐渐变浅或颜色均匀,无不同颜色的同心层状环带;石肉为红色的田黄(简称红田)石肉颜色较均匀;石肉为黑色的田黄(简称黑田)和石肉为白色的田黄(简称白田)颜色均匀,黑田带有黄色色调,白田可能带浅黄色调或为纯白色调;
- b) 石肉光泽温润, 蜡状光泽或油脂光泽;
- c) 石肉质地细腻均匀、不透明至半透明,透明度较为均一;
- d) 石肉中萝卜纹较易见,呈不规则网纹状或丝脉状纹理;石肉中除萝卜纹外,少见其它纹理; 伊利石为主要矿物成分的田黄石肉中萝卜纹难见;
- 注: 红田中通常不具密集分布的红点或红斑。

#### 4.1.3 放大检查

#### 4.1.3.1 石皮镜下特征

石皮在宝石显微镜下观察具有如下特征:

- a) 石皮表面磨蚀坑通常表现为形态各异、深浅不一、错落参差等特征; 石皮表面一般观察不到伴生矿物颗粒形态;
- b) 红筋格沿表面开放裂隙或裂隙面分布,延伸进入石肉,彩度由外到内递减;
- c) 黑色石皮在接近石肉处应见细分散状黑色斑点。

## 4.1.3.2 石肉镜下特征

石肉在宝石显微镜下观察具有如下特征:

- a) 石肉质地多细腻温润,除萝卜纹外,其它纹理、斑点或色块少见;
- b) 伊利石为主要矿物成分的田黄镜下萝卜纹不易见。

## 4.1.4 结晶习性

常呈隐晶质结构。

注: 扫描电镜下呈显微鳞片状结构。

### 4.1.5 光学性质

#### 4.1.5.1 折射率

1.55~1.57(点测法)。

#### 4.1.5.2 荧光观察

长波及短波紫外光照射下通常均无荧光。

## 4.1.6 力学性质

### 4.1.6.1 摩氏硬度

 $2 \sim 3$ .

#### 4.1.6.2 密度

2. 55 g/cm<sup>3</sup> $\sim$ 2. 81 g/cm<sup>3</sup>.

## 4.1.7 组成矿物

## 4.1.7.1 石皮致色矿物

黄色石皮以铁的氢氧化物(针铁矿)和氧化物(赤铁矿)为主要致色矿物,黑色石皮以无定形 碳为主要致色物质,白色石皮中组成矿物与石肉基体矿物成分一致。

#### 4.1.7.2 石肉组成矿物

石肉由基体矿物、伴生矿物和次生矿物组成:

- a) 基体矿物以迪开石为主要矿物成分,可能含有珍珠陶土或伊利石等次要矿物成分;偶见珍珠陶土或伊利石为主要矿物成分,可含迪开石为次要矿物成分;
- b) 伴生矿物中常含一定量的硫磷铝锶矿,黄铁矿等少见,偶见石英和硬水铝石等矿物;
- c) 次生矿物为微量铁的氢氧化物(针铁矿)和氧化物(赤铁矿)。
- 注: 基体矿物中一般不含高岭石。

#### 4.1.8 主要矿物化学成分特征

迪开石或珍珠陶土晶体结构化学式为(Al, Fe, Mg) $_4$ [(Si, Al) $_4$ O $_{10}$ ](OH) $_8$ , 晶体中可含有极少量碱金属或碱土金属离子 K $^+$ 、Na $^+$ 、Ca $^{2+}$ ,及微量元素 Rb、Gd、Ni、La 等。

以高岭石族矿物为主要矿物成分时,其中迪开石(或珍珠陶土)的  $Al_2O_3$ 质量分数常见数据区间为 40.8 wt% $\sim$ 47.6 wt%, $SiO_2$ 质量分数常见数据区间为 50.3 wt% $\sim$ 53.9 wt%, $Al_2O_3$ / $SiO_2$  比值常见数据区间为  $0.798\sim0.923$ 。基体中混有伊利石时,存在  $K_2O$  质量分数异常高的现象( $K_2O>0.1$  wt%)。

伊利石晶体结构化学式为(K, Ca, Na, H<sub>3</sub>O)(Al,Fe,Mg)<sub>2</sub>[(Si,Al)<sub>4</sub>O<sub>10</sub>](OH)<sub>2</sub>,晶体中可含微量元素 Li、Ba、Rb、Ga等。

以伊利石矿物为主要矿物成分时,其中伊利石的  $Al_2O_3$  质量分数常见数据区间为 37.4 wt%~42.0 wt%, $SiO_2$  质量分数常见数据区间为 47.6 wt%~53.4 wt%, $Al_2O_3/SiO_2$  比值常见数据区间为 0.647~0.883, $K_2O$  质量分数常见数据区间为 8.4 wt%~11.2 wt%。

注1: 主量元素质量分数为粘土矿物去掉水(如羟基等)的质量分数以后进行归一化处理的数据值。wt%为质量分数表示符号,wt为weight的缩写。

注2: 白田和黑田中Pb、Ag质量分数通常低于化学成分测试仪器的检测限。

#### 4.1.9 红外光谱特征

寿山石田黄中层状硅酸盐矿物迪开石、珍珠陶土和伊利石在中红外区具 Si-O 等基团振动所致的特征红外吸收谱带,官能团区具 OH 振动所致的特征红外吸收谱带,红外吸收光谱主要谱带参见表 1。寿山石田黄中矿物的红外光谱图参见附录 A。

表 1 基体矿物红外吸收光谱主要谱带

矿物	波数 (cm <sup>-1</sup> )		
迪开石	<u>3705</u> 、 <u>3653</u> 、 <u>3622</u> 、1119、1034、1003、937、914、795、754、696、540、471、430		
珍珠陶土	<u>3701</u> 、 <u>3647</u> 、 <u>3629</u> 、1122、1039、1003、931、914、800、756、696、540、472、426		
伊利石	3630、1028、935、831、806、756、538、480、411		

**注**: 寿山石田黄中珍珠陶土或伊利石常和迪开石以不同比例混合而在红外光谱测试中出现包络峰。测试所得峰位可能由于仪器的不同或矿物中的类质同象等原因出现一定程度的谱峰位置偏移。具下划线的吸收峰的峰形、相对强弱和峰位相对差值为区分迪开石与珍珠陶土的主要特征。

#### 4.1.10 拉曼光谱特征

对寿山石田黄中层状硅酸盐矿物和伴生矿物进行微区原位测试。层状硅酸盐矿物迪开石、珍珠陶土和伊利石在高波数范围内具 OH 振动所致的拉曼峰,在低波数范围内具 Si-O 等基团振动所致的拉曼峰,低波数范围内峰位相近,仅部分拉曼峰的峰位出现微小的移动。拉曼光谱主要拉曼峰参见表 2。寿山石田黄中矿物的拉曼光谱图见附录 B。

表 2 基体矿物和伴生矿物拉曼光谱主要拉曼峰

矿物	高波数拉曼峰(cm <sup>-1</sup> )	低波数拉曼峰(cm <sup>-1</sup> )
迪开石	3701、3647、3626	916、792、747、461、433、335、266、241
珍珠陶土	3702、3646、3626、	916、798、738、460、434、333、268、240
伊利石	3628	704、406、263、196
硫磷铝锶矿	3480	1103、1027、989、636、532、402、247、182
无定形碳	具有两个较为明显的弥散状包络峰,主峰位于 1585 cm <sup>-1</sup> 和1363 cm <sup>-1</sup> 附近	-
黄铁矿	_	429、379、344

**注**: 层状硅酸盐矿物常由于荧光背景高而难以识别拉曼峰,建议参照峰形或利用红外光谱进行鉴定。测试所得峰位可能由于仪器的不同或矿物中的类质同象等原因出现一定程度的偏移。

#### 4.1.11 紫外-可见-近红外光谱

以黄色调为主的寿山石田黄的石肉和石皮的紫外-可见-近红外光谱的一阶导数谱最强峰一般位于 530 nm~570 nm 处,次强峰一般位于 420 nm~440 nm 处。寿山石田黄紫外-可见-近红外光谱及其一阶导数谱见附录 C。

## 4.2 鉴定项目和鉴定方法

#### 4.2.1 总则

按照 GB/T 16553 的规定执行,应综合肉眼观察、放大检查、红外光谱、拉曼光谱、紫外-可见-近红外光谱和 X 射线荧光光谱等,对待测样品进行全面的分析,必要时进行微量元素化学成分溯源分析。

注:未描述颜色的鉴定特征适用于各种颜色的寿山石田黄。寿山石田黄常见相似品的鉴定特征见附录D。寿山石田黄鉴定流程可参见附录E。

### 4.2.2 肉眼观察

- a) 未经雕刻的原石或保留有未经雕刻的局部原石应符合寿山石田黄原石形态特征。
- b) 石皮颜色,石皮层数,石皮与石肉交界处,石皮完整性和厚薄程度,石皮表面磨蚀坑形态、数量和分布特征,石皮表面光泽,石皮与石肉透明度差别等特征均需进行肉眼观察,应符合寿山石田黄石皮外观特征。
- c) 光泽, 质地、透明度, 萝卜纹形态及其可见程度, 其它伴生矿物数量及可见程度, 石肉颜色分布特征等均需进行肉眼观察, 应符合寿山石田黄石肉外观特征。

## 4.2.3 放大检查

- a) 石皮表面磨蚀坑形态和分布,石皮表面伴生矿物可见性和数量,红筋格形态和颜色,黑色 石皮与石肉交界处颜色特征等均需在宝石显微镜下放大检查,应符合寿山石田黄石皮镜下特征。
- b) 质地,纹理、色斑、色块等分布情况,基体矿物晶粒大小等特征均需在宝石显微镜下放大 检查,应符合寿山石田黄石肉镜下特征。

#### 4.2.4 矿物成分分析

石肉和石皮的基体、萝卜纹、斑点、色块等区域的红外光谱和拉曼光谱均应符合寿山石田黄基体矿物和伴生矿物的振动光谱特征。

注: 宜选择平整、抛光表面进行测试。

#### 4.2.5 主要矿物主量元素化学成分分析

石肉主量元素化学成分应符合寿山石田黄主要矿物化学成分特征。

#### 4.2.6 颜色成因分析

石皮及石肉致色物质的微量元素化学成分均应符合寿山石田黄微量元素成分特征。不同深浅程度的黄、褐黄、橙黄等具黄色调测试区域均应符合寿山石田黄紫外-可见-近红外光谱的一阶导数谱典型特征。

注: 宜选择颜色均匀的抛光表面进行测试。如同一样品上有明显不同颜色区域,需分别进行测试。

## 4.2.7 微量元素化学成分溯源分析

微量元素化学成分溯源分析使用激光剥蚀等离子质谱对待测样品石肉主要矿物部分进行测试分析,参见附录F。

## 5 拼合寿山石田黄鉴定

## 5.1 放大检查

可见拼合线或拼合面及充填纹,拼接部分有时可见光泽、色彩、纹理不连续、不协调,具有结果差异;沿拼接处常见人工树脂分布,透明度高于寿山石田黄,针刺出现凹坑,无粉状物。

#### 5.2 荧光观察

长波紫外光照射下拼接处常见由人工树脂导致的蓝白色荧光。

#### 5.3 红外光谱测试

于拼接处红外光谱中红外区具有人工树脂导致的特征红外峰。拼合寿山石田黄的红外光谱见附录 G。

## 6 鉴定人员要求

从事寿山石田黄鉴定的技术人员应具有寿山石田黄鉴定经验或受过专门的技能培训,掌握正确的鉴定方法。由2~3名技术人员独立完成同一样品的测试鉴定,并取得统一结果。

## 7 鉴定证书

鉴定证书基本内容宜具有但不限于以下内容。

- a) 证书/报告与鉴定样品对应并唯一性编号;
- b) 鉴定结论(材质名称+饰品品种名称);
- c) 实物照片;
- d) 总质量或规格(长×宽×厚);
- e) 必要鉴定项目;
- f) 鉴定人及批准人姓名;
- g) 执行标准;
- h) 机构(法人)名称;
- i) 实验室地址;
- j) 联系电话;
- k) 签章和日期;
- 1) 有效资质证明标识。

## 附录A

## (资料性)

## 寿山石田黄中矿物的红外光谱

## A.1 寿山石田黄常见层状硅酸盐矿物红外光谱测试条件

- a) 测试范围: 4000 cm<sup>-1</sup>~400 cm<sup>-1</sup>;
- b) 分辨率: 4 cm<sup>-1</sup>;

## A.2 红外光谱图

针对石肉部分进行的红外测试应选取肉眼观察不到伴生矿物或次生矿物的位置进行测试。透射法(KBr 压片)测得的寿山石田黄中常见层状硅酸盐矿物的红外吸收光谱图见图 A.1—A.3。

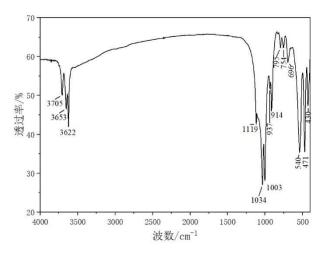


图 A. 1 寿山石田黄中迪开石红外吸收光谱

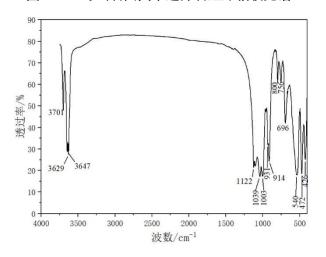


图 A. 2 寿山石田黄中珍珠陶土红外吸收光谱

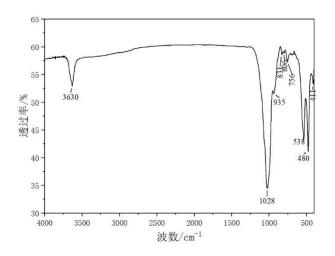


图 A. 3 寿山石田黄中伊利石红外吸收光谱

反射法测得的寿山石田黄成品表面的红外光谱(未经 KK 转换)见图 A.4—A.6。

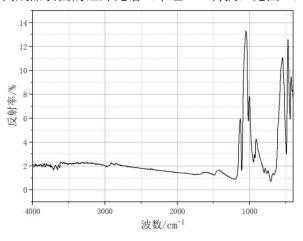


图 A. 4 寿山石田黄中迪开石红外光谱

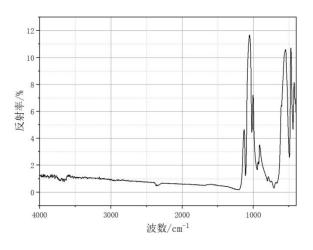


图 A.5 寿山石田黄中珍珠陶土红外光谱

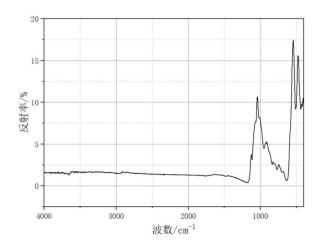


图 A. 6 寿山石田黄中伊利石红外光谱

## 附录B

## (资料性)

## 寿山石田黄组成矿物的拉曼光谱

## B.1 寿山石田黄中层状硅酸盐矿物的拉曼光谱测试条件:

- a) 功率衰减片: 100%;
- b) 激光光源: 785 nm;
- c) 光栅: 600 gr/mm;
- d) 物镜: 50倍;
- e) 高频区测试范围 3500 cm<sup>-1</sup>~4000 cm<sup>-1</sup>;
- f) 低频区测试范围 150 cm<sup>-1</sup>~1500 cm<sup>-1</sup>。

## B.2 寿山石田黄中常见层状硅酸盐矿物的拉曼光谱图

寿山石田黄中常见层状硅酸盐矿物的拉曼光谱见图 B.1—B.6。

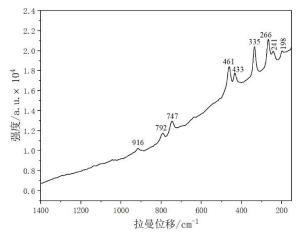


图 B. 1 寿山石田黄中迪开石在低频区的拉曼光谱

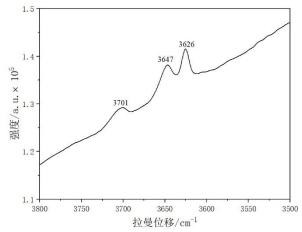


图 B. 2 寿山石田黄中迪开石在高频区的拉曼光谱

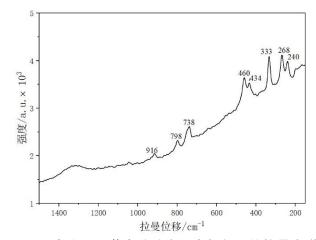


图 B. 3 寿山石田黄中珍珠陶土在低频区的拉曼光谱

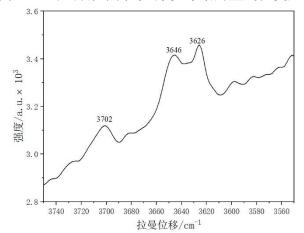


图 B. 4 寿山石田黄中珍珠陶土在高频区的拉曼光谱

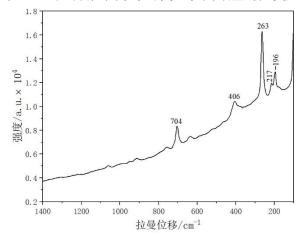


图 B. 5 寿山石田黄中伊利石在低频区的拉曼光谱

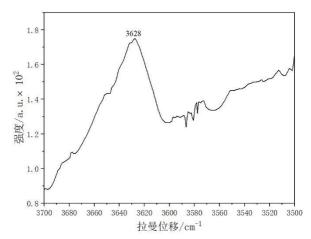


图 B. 6 寿山石田黄中伊利石在高频区的拉曼光谱

## B.3 寿山石田黄中伴生矿物和次生矿物的拉曼光谱测试条件

- a) 功率衰减片: 100%;
- b) 激光光源: 532 nm;
- c) 光栅: 600 gr/mm;
- d) 物镜: 50倍。

## B. 4 寿山石田黄中伴生矿物的拉曼光谱图

寿山石田黄中伴生矿物的拉曼光谱见图 B. 7 和 B. 8。

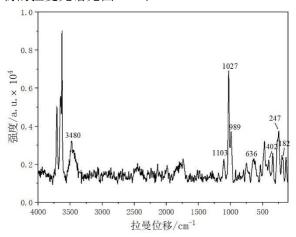


图 B. 7 寿山石田黄伴生矿物萝卜纹中硫磷铝锶矿的拉曼光谱

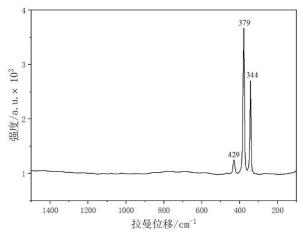


图 B. 8 寿山石田黄伴生矿物黄铁矿的拉曼光谱

## B.5 寿山石田黄石皮中次生矿物的拉曼光谱图

寿山石田黄石皮中次生矿物的拉曼光谱见图 B.9。

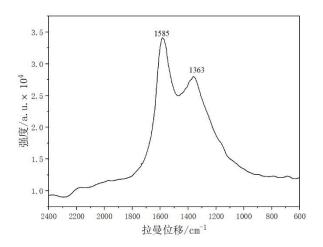


图 B. 9 寿山石田黄石皮上无定形碳的拉曼光谱

## 附 录 C

(资料性)

## 寿山石田黄紫外-可见-近红外光谱及其一阶导数谱

## C.1 紫外-可见-近红外光谱测试条件

- a) 扫描次数: 25次;
- b) 测试范围: 300 nm~900 nm。

## C. 2 寿山石田黄石肉和石皮的紫外-可见-近红外光谱及其一阶导数谱图

寿山石田黄石肉和石皮的紫外-可见-近红外光谱及其一阶导数谱见图 C.1 和 C.2。黑线为紫外-可见-近红外光谱,红线为其一阶导数谱。虚线为浅黄色样品,实线为浓黄色样品。

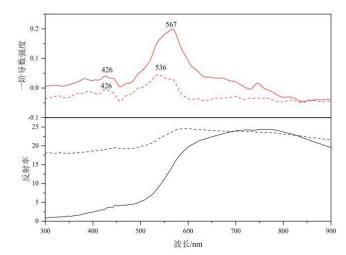


图 C. 1 寿山石田黄石肉紫外-可见-近红外光谱及其一阶导数谱图

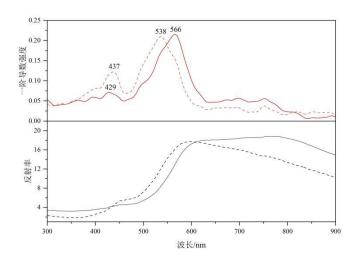


图 C. 2 寿山石田黄石皮紫外-可见-近红外光谱及其一阶导数谱图

## 附 录 D

## (资料性)

#### 寿山石田黄常见相似品鉴定特征

#### D. 1 粘土矿物质玉(昌化黄石)

## D. 1. 1 产地

浙江省临安市昌化镇玉岩山。

#### D. 1. 2 肉眼观察

## D. 1. 2. 1 原石形态

多以残坡积砾矿形式产出,原石多为次棱角状~次圆状,磨圆度较差。

## D. 1. 2. 2 石皮外观特征

石皮肉眼观察具有如下特征:

- a) 常见为黄色,颜色分布常不均匀,偶见白色或浅黄色区域,黑色石皮极为少见;石皮的颜色,常随入射光源方向的转动,会有明显的深浅转变,有如丝绢光泽般的变化;
- b) 原石表层通常由厚薄不均石皮包裹; 原石石皮表面一般较粗糙,常见白色、浅黄色凹坑,凹坑通常大小不一、深浅各异; 石皮表面偶见"金砂"或红色浸染状物质;
- c) 石皮表面油脂光泽一般较差; 通常黄色石皮透明度低于石肉;
- d) 石皮与石肉界限一般较为清晰;
- e) 偶见红筋格。

#### D. 1. 2. 3 石肉外观特征

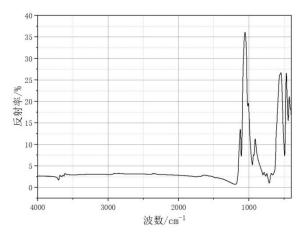
石肉肉眼观察具有如下特征:

- a) 黄色石肉,从表层到内部逐渐变浅,且颜色分布不均匀;石肉中偶见橙红或褐红色域;
- b) 透明度有时不均一;
- c) 萝卜纹极少见,可成平直线状"牛毛纹",偶成不规则、较分散的丝絮状纹理;
- d) 常见斑块状、白色团絮状包体和无色、黑色或褐红色"砂钉", 偶见结晶粒度较大且具有反光面(解理面)的晶体。

#### D. 1. 3 石肉组成矿物特征

石肉由基体矿物、伴生矿物和次生矿物组成。

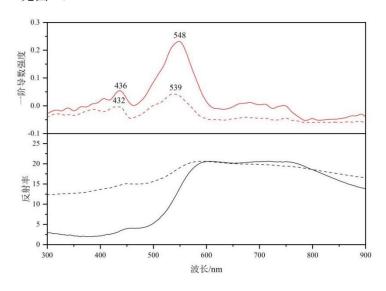
- a) 基体矿物以迪开石为主要矿物,常含高岭石(图 D.1);
- b) 伴生矿物常为少量明矾石、叶蜡石和硫磷铝锶矿,偶为白云母;赤铁矿或石英多形成"砂钉",偶见金红石形成"砂钉",硬水铝石形成白色团絮状包体;
- c) 次生矿物为微量铁的氢氧化物和氧化物。



图D. 1 昌化黄石中基体矿物以高岭石为主的样品的红外光谱

## D. 1. 4 紫外-可见-近红外光谱特征

石肉的紫外-可见-近红外光谱的一阶导数谱的主峰一般出现在530nm~575 nm,次强峰一般位于420 nm~440 nm处。有的黄色石肉中存在红色调区域,其紫外-可见-近红外光谱的一阶导数谱的主峰峰值>570 nm。见图 D.2。



图D. 2 昌化黄石浅黄褐色(虚线)-深黄褐色(实线)石肉区域的紫外-可见-近红外光谱(黑线)及其一阶导数谱(红线)

## D. 1.5 石肉主量元素化学成分特征

高岭石族矿物(迪开石、珍珠陶土或高岭石)的 $SiO_2$ 质量分数常见数据区间为51.4 wt%~56.6 wt%, $Al_2O_3$ 质量分数常见数据区间为42.3 wt%~47.6 wt%,基本不含K离子。 $Al_2O_3$ /  $SiO_2$ 比值常见数据区间为0.75~0.92。

## D. 2 粘土矿物质玉(老挝水料)

## D. 2. 1 产地

老挝人民民主共和国阿速坡省孟高县与蒲翁县。

#### D. 2. 2 肉眼观察

#### D. 2. 2. 1 原石形态

一般以冲积砾矿形式产出,通常磨圆度较好,常呈卵形或扁圆形。

#### D. 2. 2. 2 石皮外观特征

石皮肉眼观察具有如下特征:

- a) 石皮多为黄色、少量黑色或白色, 偶见两色或三色皮层;
- b) 原石表层一般由较完整石皮包裹;表面常见凹坑,通常大小不一、深浅各异;黑色石皮表面及内部常见"金砂"。有的黄色石皮表面及内部可能观察到"金砂";
- c) 白色石皮透明度一般高于石肉, 黄色和黑色石皮透明度低于石肉;
- d) 偶见红筋格。

### D. 2. 2. 3 石肉外观特征

石肉肉眼观察具有如下特征:

- a) 光泽温润、质地细腻均匀、透明度较为均一;
- b) 石肉色彩丰富,常见红、黄、橙、白、灰、黑、紫,或单色或多色混成;小块料常见不同颜色的同心层状环带;石肉中常见红色点状、絮状物密集分布;红色老挝水料颜色由密集分布的红点或红斑构成;
- c) 石肉中萝卜纹较少见, 偶见成不规则、较分散的丝絮状。

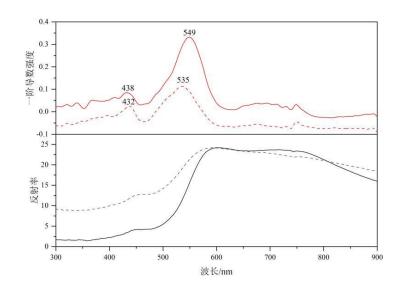
## D. 2. 3 石肉组成矿物特征

石肉由基体矿物、伴生矿物和次生矿物组成。

- a) 基体矿物通常以迪开石为主要矿物成分,常含高岭石。不含伊利石:
- b) 伴生矿物常为少量硫磷铝锶矿, 偶聚集成网脉状; 常见赤铁矿, 形态多样, 常呈褐红色的成群点状物; 可为少量锐钛矿、金红石、重晶石和石英;
- c) 次生矿物为微量铁的氢氧化物和氧化物。

## D. 2. 4 紫外-可见-近红外光谱

石肉的紫外-可见-近红外光谱的一阶导数谱的主峰一般出现在530 nm~590 nm,次强峰一般位于420 nm~440 nm处。黄色石肉中存在的具红色调区域的紫外-可见-近红外光谱的一阶导数谱的主峰峰值>570 nm。见图 D.3。



图D.3 老挝水料浅黄色(虚线)-橙黄色(实线)石肉区域的紫外-可见-近红外光谱(黑线)及其一阶导数谱(红线)

## D. 2. 5 石肉主量元素化学成分特征

高岭石族矿物(迪开石、珍珠陶土或高岭石)的 $SiO_2$ 质量分数常见数据区间为46.6 wt% $\sim 51.0$  wt%, $Al_2O_3$ 质量分数常见数据区间为48.2 wt% $\sim 52.9$  wt%,基本不含K离子。 $Al_2O_3$ / $SiO_2$ 比值常见数据区间为 $0.80\sim 1.00$ 。

## D. 3 粘土矿物质玉(老挝北部黄)

## D. 3. 1 产地

老挝人民民主共和国松潘省桑怒市。

## D. 3. 2 外观特征

#### D. 3. 2. 1 原石形态

一般以残坡积砾矿形式产出,原石多呈棱角、次棱角状。

## D. 3. 2. 2 石皮

石皮肉眼观察具有如下特征:

- a) 常见为黄色,少数白色,偶见黄白二色,黑色最为少见;
- b) 原石表层一般由完整或不完整的石皮包裹,原石不同块面石皮厚度通常不同;表面皮层多不规则,黄色皮层较为干涩、不温润;石皮表面偶见红-褐色浸染状物质;
- c) 黄色、黑色石皮透明度低于石肉,白色石皮透明度大多高于石肉;
- d) 石皮与石肉的界限一般较为清晰;
- e) 红筋格偶见。

#### D. 3. 2. 3 石肉

石肉肉眼观察具有如下特征:

a) 光泽温润、质地细腻均匀、透明度较为均一;

- b) 黄色石肉颜色一般分布不均匀: 石肉中常见与基体矿物成分一致的透明-半透明"水线":
- c) 萝卜纹不常见, 偶见不规则网格状、丝瓜瓤状等;
- d) 石肉中常见大量粉红色团絮状杂质矿物,偶见结晶粒度较大且具有反光面(解理面)的晶体。

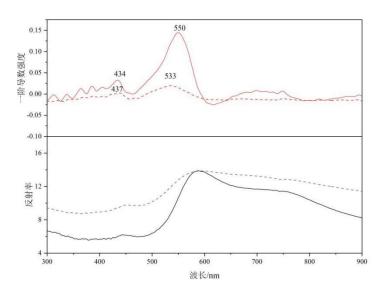
#### D. 3. 3 石肉组成矿物特征

石肉由基体矿物、伴生矿物和次生矿物组成。

- a) 基体矿物以较纯的迪开石为主要矿物,基本不含高岭石或珍珠陶土等;不含伊利石;
- b) 伴生矿物常为少量赤铁矿、重晶石、锐钛矿和硬水铝石,赤铁矿和重晶石一般形成粉红色 团絮状包体;含少量硫磷铝锶矿,有的聚集成肉眼或显微镜下可见的萝卜纹;偶见针铁矿和黄铁矿;
- c) 次生矿物为微量铁的氢氧化物和极微量铁的氧化物。

#### D. 3. 4 紫外-可见-近红外光谱

黄色石肉各部分的紫外-可见-近红外光谱的一阶导数谱的主峰一般出现在530 nm  $\sim$  560 nm谱峰,次强峰一般位于420 nm  $\sim$  440 nm处。见图 D.4。



图D. 4 老挝北部黄浅黄色(虚线)-褐黄色(实线)石肉区域的紫外-可见-近红外光谱(黑线)及其一阶导数谱(红线)

#### D. 3. 5 石肉主量元素化学成分特征

高岭石族矿物(迪开石、珍珠陶土或高岭石)的 $SiO_2$ 质量分数常见数据区间为51.4 wt% ~ 54.5 wt%, $Al_2O_3$ 质量分数常见数据区间为45.0 wt% ~ 47.8 wt%,基本不含K离子。 $Al_2O_3$ / $SiO_2$ 比值常见数据区间为0.825~0.926。

注: 常见数据区间为数据涵盖比例至少80%的数据区间。

## 附录E

## (资料性)

## 寿山石田黄鉴定参考流程

寿山石田黄鉴定参考流程见下图(图 E.1)。

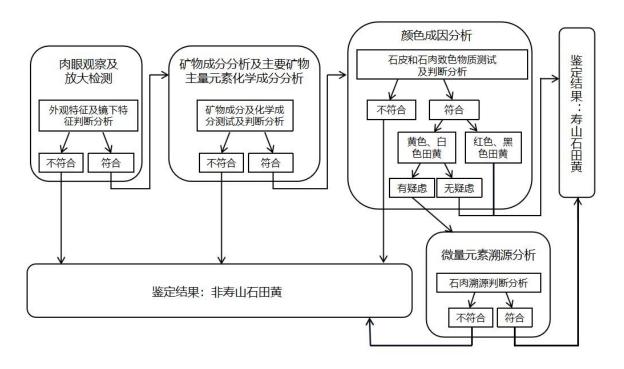


图 E. 1 寿山石田黄鉴定流程图

## 附录 F

## (资料性)

## 寿山石田黄的微量元素化学成分溯源分析

## F. 1 激光剥蚀等离子质谱测试条件

激光剥蚀等离子质谱测试条件如下:

- ——激光剥蚀系统: ArF 193 nm 准分子激光器和光学系统
- ——激光束斑: 44µm
- ——标样:玻璃标准物质 BHVO-2G, BCR-2G 和 BIR-1G;
- ——测试时采用多外标无内标校正

#### F. 2 微量元素多元统计分析

- F. 2. 1 微量元素化学成分溯源分析仅适用于基体矿物为高岭石族矿物成分的白色、褐黄、黄、橙黄、黄褐等色次生成因(残坡积砾矿或冲积砾矿形式产出)的粘土质玉进行判别分析。
- F. 2. 2 利用线性判别分析方法对寿山石田黄石肉进行 Fisher 线性判别分析,数据分析建议使用统计分析软件建立溯源判别模型。
- F. 2. 3 对寿山石田黄石肉建立的判别模型,数值范围为 F(x) > 0.7,且 0 < F(y) < 13。判别式见式 (F. 1)、式 (F. 2)。
- $$\begin{split} F(x) = & + 2.37258 n_{Bi} + 1.17692 n_{Cs} + 0.20281 n_{Be} + 0.15321 n_{Gd} + 0.05982 n_{Rb} + 0.02119 n_{Mo} + \\ 0.01121 n_{B} + 0.00656 n_{Lu} + 0.00442 n_{La} + 0.00412 n_{Zr} 2.40275 n_{Tb} 1.227537 n_{Tm} 0.19330 n_{Yb} \\ 0.11066 n_{Cd} 0.06384 n_{Sc} 0.00629 n_{Ga} 0.00205 n_{Ce} 0.00044 n_{Sr} 0.00020 n_{Li} + 0.17671 \cdots (F.~1) \end{split}$$

$$F(y) = n_{SiO_2} - n_{Al_2O_3}$$
 (F. 2)

式中:

- $n_{Bi}$  ——Bi 元素质量分数。
- $n_{cs}$  ——Cs 元素质量分数。
- $n_{\rm Be}$  ——Be 元素质量分数。
- $n_{Gd}$  ——Gd 元素质量分数。
- $n_{Rb}$  ——Rb 元素质量分数。
- $n_{\text{Mo}}$  ——Mo 元素质量分数。
- $n_{\rm R}$  ——B 元素质量分数。
- $n_{Lu}$  ——Lu 元素质量分数。
- $n_{La}$  ——La 元素质量分数。
- $n_{zr}$  ——Zr 元素质量分数。
- $n_{\text{Tb}}$  ——Tb 元素质量分数。
- $n_{\text{Tm}}$  ——Tm 元素质量分数。
- $n_{\text{Yb}}$  ——Yb 元素质量分数。
- $n_{\text{Cd}}$  ——Cd 元素质量分数。
- $n_{Sc}$  ——Sc 元素质量分数。
- $n_{Ga}$  ——Ga 元素质量分数。
- $n_{ce}$  ——Ce 元素质量分数。
- $n_{Sr}$  ——Sr 元素质量分数。
- $n_{Li}$  ——Li 元素质量分数。

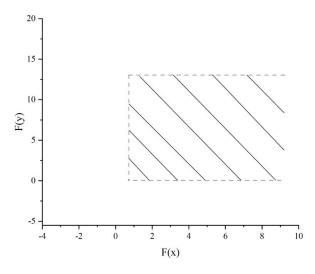
 $n_{Si02}$  —— $SiO_2$  氧化物质量分数。  $n_{A1203}$  —— $Al_2O_3$  氧化物质量分数。

#### F. 3 判定依据

#### F. 3.1 计算与分析步骤

对样品中高岭石族矿物(迪开石、珍珠陶土或高岭石)的石肉进行激光剥蚀等离子质谱测试。 所得测试数据需去掉水(如羟基等)质量分数以后进行归一化处理的各元素及氧化物的质量分数进 行后续分析。归一化以后的测试点的主量元素质量分数符合( $SiO_2+Al_2O_3$ )>96 wt%,且  $P_2O_5<1$  wt%的为高岭石族矿物化学成分的有效数据点,进行下面分析。每个样品需分散测试多个数据点 (例如样品大于 100 克,分散测试 6 个及以上数据点),有效数据点应不少于 3 个,有效数据点均 需进行下列分析。

- 1)对石肉测试数据中有效数据点 K<sub>2</sub>O%>2 wt%的数据点记为正确点。
- 2)对石肉测试数据中有效数据点  $K_2O\%$ <2 wt%的数据点中测试所得元素或氧化物的质量分数分别代入 E. 1 和 E. 2 判别式计算,将获取的数值在判别模型中投点进行寿山石田黄判别。投在寿山石田黄范围内(见图 F. 1)的数据点记为正确点。
- 3) 当 2/3 及以上的有效数据点记为正确点时,该样品为寿山石田黄。
- F. 3. 2 寿山石田黄判别区域见图 F. 1,有效数据点投入阴影区的记为正确点。



注:激光剥蚀等离子质谱测试数据进行判别模型计算时氧化物质量分数代入的为wt%数值,元素质量分数代入的为  $\mu$  g/g数值。

图 F. 1 寿山石田黄判别分析投点区间图

## 附录G

## (资料性)

## 拼合寿山石田黄的红外光谱

- **G.** 1 502 胶和 509 胶常用于寿山石田黄的裂隙、断面或个体的拼合。502 胶为丙烯酸乙酯类胶,509 胶为酚醛环氧树脂类胶。
- G. 2 由透射法和反射法(图谱未经 KK 转换)分别测得的经 502 胶(图 G. 1 和图 G. 2)和 509 胶(图 G. 3 和图 G. 4)充填(拼合)寿山石田黄的红外光谱见下图。

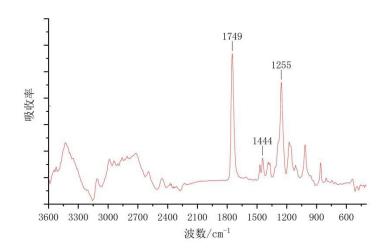


图 G. 1 拼合处 502 胶的红外吸收光谱

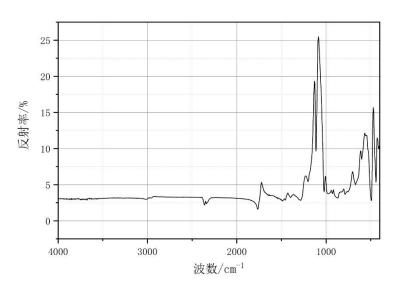


图 G. 2 拼合处 502 胶的红外光谱

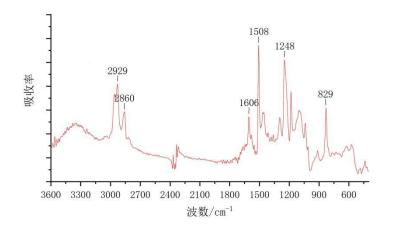


图 G. 3 拼合处 509 胶的红外吸收光谱

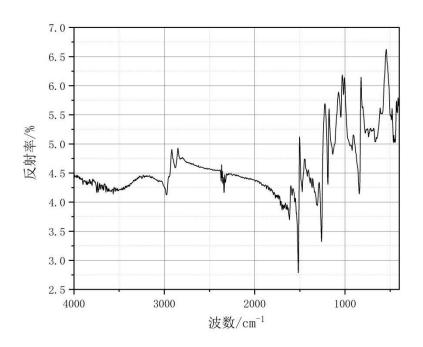


图 G. 4 拼合处 509 胶的红外光谱

## 参考文献

- [1] GBT/36168-2018 绿松石鉴定
- [2] GBT/37460-2019 琥珀 鉴定与分类
- [3] GBT/38816-2020 玛瑙 北红玛瑙鉴定
- [4] GBT/42437-2023 南红鉴定
- [5] DB35/T 419-2012 地理标志产品 寿山石
- [6] 国家质量监督检验检疫总局2010年第108号公告-关于批准对板城烧锅酒、象山白鹅、寿山石、扳倒井酒、盐源苹果实施地理标志产品保护的公告