# Gemmologie de laboratoire

### UN REMARQUABLE SAPHIR "OTTU" AU LABORATOIRE

Clara Allirol-Mouton<sup>1</sup>, Franck Notari<sup>1</sup>, Féodor Blumentritt<sup>1</sup>

n° DOI: doi.org/10.63000/G6camV225y8E4a

## **Abstract**

A REMARKABLE "OTTU" SAPPHIRE AT THE LABORATORY - The analysis of the 7.91-carats 'Ottu' sapphire developed in this article could be considered a classic gemmology exercise for all enthusiasts. The concentration of blue colour in a thin layer of the sample gives the appearance of a doublet. However, this particular type of sapphire, which is well-known to Sri Lankan lapidaries, is not a composite but a single gemstone. This remarkable stone provides an opportunity to revisit the origin of the word 'Ottu', traces and interpretations of which can be found in Dravidian languages. It has been demonstrated through meticulous observation that the presence of blue calcite inclusions has been identified in conjunction with colourless calcite, thus indicating an unconventional crystallisation process. Microscopic observations and other spectral analyses indicate a probable origin in Sri Lanka, where these 'Ottu' sapphires are traditionally encountered in the market.

## Résumé

L'analyse du saphir "Ottu" de 7,91 carats, développée dans cet article, pourrait s'apparenter à un exercice de gemmologie classique pour tous les amateurs. La concentration de couleur bleue dans une fine couche rend son apparence similaire à celle d'un doublet. Cependant, ce type de saphir, bien connu des lapidaires sri lankais, n'est pas un collage mais bel et bien une seule et même gemme. Cette pierre remarquable est l'occasion de revenir sur l'origine du mot "Ottu" dont on trouve des traces et interprétations diverses dans les langues dravidiennes. Son observation poussée a révélé la présence d'inclusions de calcites bleues accolées à des calcites incolores suggérant une cristallisation peu commune. Les observations microscopiques et autres analyses spectrales indiquent une origine probable du Sri Lanka, où sont traditionnellement vendus ces saphirs "Ottu".

GGTL Laboratories Swizerland, 4 bis route des Jeunes 1227 Les Acacias, Genève, Suisse, clara.allirol-mouton@ggtl-lab.org



Figure 1 : Bague sertie avec diamants et avec la gemme coussin rectangle soumise pour analyses. Photos gracieusement fournies par Sotheby's Genève.

Figure 1: Ring set with diamonds and the rectangular cushion gem submitted for analyses. Photos courtesy: Sotheby's Geneva.

n juin 2025, une gemme facettée bicolore a été soumise pour expertise au GGTL Laboratories Switzerland. Cette gemme d'une masse de 7,91 carats était initialement sertie sur bague (Figure 1). Il s'agit d'un coussin rectangle avec une légère asymétrie mesurant environ 11,5 x 9,5 x 7,0 mm. Cette pierre, supposée être un saphir, a été dessertie de sa monture pour déterminer s'il s'agissait d'un doublet ou non, compte-tenu de son aspect intrigant.

Observée au travers de la table, la pierre paraît d'un bleu relativement homogène et relativement foncé (Figure 2, à gauche). Cependant, si la direction d'observation est parallèle à la table, la couleur apparaît concentrée dans une fine couche bleue incluant la couronne et une partie du feuilletis. Le reste de la pierre, c'est-à-dire l'entièreté du pavillon, paraît quant à lui incolore à légèrement jaunâtre (Figure 2, à droite).



**Figure 2 :** Vue de face et de profil de la gemme bicolore. Photographies : C. Allirol-Mouton.

Figure 2: Front and side view of the bicoloured gemstone. Pictures: C. Allirol-Mouton.

De prime abord, plusieurs identifications pour cette pierre sont possibles dont le doublet. Cette hypothèse pourrait s'appliquer du fait que la couleur semble être uniquement située sur la couronne, rappelant ainsi des gemmes composites type doublets corindon incolore naturel sur corindon incolore synthétique avec une fine couche d'agent colorant entre les deux (ou plus rarement saphir naturel sur corindon incolore synthétique). Pour identifier si une gemme est un doublet, il est nécessaire de prêter attention au plan de séparation (Hughes, 2017). L'autre hypothèse envisageable est qu'une couche de couleur bleue ait été sciemment placée sous la table par le lapidaire afin que la gemme paraisse entièrement bleue vue de face et une fois sertie (Figure 1). Ce type de saphirs est connu dans des échantillons sri lankais (Hughes, 1997 ; Manutchehr-Danai, 2005) avec une zonation ou un domaine très marqué donnant l'illusion que toute la pierre est colorée. Ces saphirs y sont communément appelés "Ottu".

#### Terminologie: spécificités des saphirs « ottu»

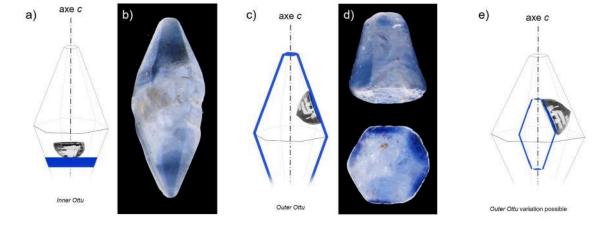
Le terme "Ottu" est aujourd'hui donné au Sri Lanka pour caractériser des saphirs possédant des zonations ou des domaines en volume de couleur très localisée et contrastée (habituellement bleue et incolore ; Manutchehr-Danai, 2005). Ce terme semble indistinctement utilisé comme nom ou comme adjectif.

Il existe dans la littérature gemmologique toutes sortes de définitions des "Ottu" qui peuvent parfois paraître discutables ou pour le moins imprécises. Selon Faleel (2024), les "Ottu" sont des variétés de saphirs geuda. Il semble que le terme "Ottu" puisse également être donné de manière générale à tous les corindons qui présentent une coloration irrégulière. Ainsi, des mentions de "Ruby Ottu" existent pour décrire des rubis avec des taches bleues en surface (Soysa & Fernando, 1992). Mais aussi "Ural Ottu", qui correspondrait à des saphirs incolores (leucosaphirs) comportant une légère coloration bleutée sur une surface (Soysa & Fernando, 1992). Enfin, il existe des classifications spéciales pour les "Blue Ottu" avec les mentions "Inner Ottu", lorsque les patchs de couleur sont à l'intérieur du brut (Figure 3a et b) et à l'inverse, les "Outer Ottu", lorsque la couleur se situe proche de la surface du cristal (Figure 3c, d et e; Soysa & Fernando, 1992).

Ces pierres peuvent parfois être prises pour des doublets par des gemmologues ne possédant pas forcément un microscope binoculaire suffisamment efficace. Leur teinte apparemment homogène réside dans l'expérience et la maîtrise du lapidaire. Grâce à une subtile disposition des zonations – ou domaines – par le lapidaire et aux jeux de réflexion dus à la taille, la couleur paraît répartie de façon homogène quand la gemme est observée depuis la table. Lorsqu'il s'agit d'une zonation colorée, elle est généralement placée sous la table ; et lorsqu'il s'agit d'un domaine non plat, il est placé vers la pointe du pavillon, avec un résultat un peu moins convaincant lorsque la pierre est observée (montée) de profil.

Pour pouvoir tailler de telles pierres, il faut des bruts dans lesquels la couleur se concentre soit en zonations le long des faces de la bipyramide (w {111} et n {223} pour le Sri Lanka), le cœur restant incolore, soit dans des domaines (en volume) dont le positionnement permet de les placer à la pointe du pavillon de la pierre achevée (Hughes, 1997 ;

Dharmaratne, 1999). Un autre auteur, Choudhary (2006), décrit également cette coloration dans une pierre avec une zonation de couleur très marquée dans la culasse (voir à nouveau Figure 3a et b).



**Figure 3 :** Représentations schématiques des possibilités de zonation de couleur dans la bipyramide (a, c, et e) avec deux exemples de saphirs bruts du Sri Lanka présentant ces zonations (b et d). Sur chaque schéma, un placement hypothétique de la pierre taillée dans le brut est indiqué. Le placement de la pierre taillée sur le schéma e) reste purement théorique puisque cela présuppose une perte de masse conséquente lors de la taille. Schémas : d'après F. Notari ; photographies : F. Blumentritt.

Figure 3: Schematic representations of possible colour zoning in the bipyramid (a, c, and e) with two Sri Lankan examples of rough sapphires exhibiting this zoning (b and d). Each diagram shows a hypothetical placement of the stone cut from the rough. The placement of the cut stone in diagram e) remains purely theoretical, as it presupposes a significant loss of mass during cutting. Diagram: after F. Notari; pictures: F. Blumentritt.

Ce type de brut nécessite d'avoir les facettes du pavillon avec des angles optimaux, proches de la réflexion totale des facettes (angle critique du corindon pour un indice de réfraction n=1,76 : 34,62°), afin de restituer correctement la couleur apparente bleue. Ce phénomène a aussi été constaté sur des pierres taillées en cabochon, avec une fine lamelle bleue à la base du cabochon et un dôme incolore-jaunâtre (Krzemnicki, 2019). Un autre exemple de ce zoning de couleur bleue sur un brut figure dans le rapport de terrain de Pardieu et al. (2012) du GIA Bangkok. La figure 98 y montre la photo d'un saphir brut du Sri Lanka avec une fine couche de couleur bleue parallèle à la face de la bipyramide sur un cristal dont la masse intérieure est incolore. Dans cet article, il est dit que des bruts propices à la taille des "Ottu" se trouvent dans la région de Kataragama au Sri Lanka. Les "Ottu" peuvent être des pierres très culassées du fait que le poids est souvent privilégié au Sri Lanka, par rapport à l'intensité de la couleur (Hughes, 2017).

#### ÉTYMOLOGIE DU TERME «OTTU»

Aujourd'hui il est généralement dit que le qualificatif "Ottu" serait un terme du tamoul contemporain qui signifierait "prendre des risques" (to risk; Hughes, 1997) ou bien tenter sa chance (take a chance), en raison d'une taille nécessitant de l'habileté et une grande précaution pour placer la zonation ou le domaine dans la pierre finie afin d'obtenir une couleur apparente attrayante (Hughes, 1997). Ceci dit, "ottu" en tamoul prend plusieurs significations selon la référence. Par exemple, dans le dictionnaire tamoul-anglais de l'université de Madras (Tamil Lexicon, 1924-1936), il existe quinze significations du mot seul (ottu, oţţu, ōttu, ōţţu), sur un total de 134 en incluant l'usage de "ottu" en préfixe ou en suffixe. Aucune de ces significations n'est vraiment satisfaisante pour qualifier ces saphirs.

L'origine du terme "ottu" reste donc incertaine, mais il pourrait être issu d'une ancienne langue dravidienne méridionale, le kannada (Krishnamurti, 2003). Aujourd'hui, le kannada moderne est parlé dans l'État du Karnataka dans le sud de l'Inde, mais également dans une partie de l'Andhra Pradesh, le Tamil Nadu et le Maharashtra. En kannada, une proposition intéressante de la signification de "ottu" serait le terme "otu" avec un seul "t", du verbe "ōtu" (ಒಪ) qui signifie "maintenir l'un au-dessus de l'autre ou l'un à côté de l'autre dans une rangée ; ranger dans une pile ; empiler" (Krishna, 2019). Dans le même article, Krishna propose également parmi 16 significations attribuées au nom mal défini "ottu" (ಒಪತು) en kannada, la définition "un assemblage de choses". Ces définitions pourraient aller dans le sens de la nature de ces saphirs et proposer une étymologie possible.

#### **M**éthodes

- Les analyses chimiques par fluorescence de rayons X à dispersion d'énergie (EDXRF en anglais) ont été réalisées sur un système ThermoFisher Scientific ARL Quant'X, équipé d'un tube à rayons X avec anticathode de rhodium pour l'excitation et un détecteur en silicium de 1000 µm d'épaisseur et refroidi par effet Peltier. Les spectres ont été acquis en rotation sous vide partiel pendant 300 secondes avec une tension de 4 à 30 keV.

- L'analyse en spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a été effectuée avec un spectromètre Thermo Fisher Scientific, modèle iS50, équipé d'une source tungstène-halogène, d'un détecteur La-DTGS-XT-KBr (12500-350 cm<sup>-1</sup>), d'une séparatrice XT-KBr. La résolution est fixée à 4 cm<sup>-1</sup> et le spectre à une accumulation de 400 scans de 1s chacun. L'accessoire employé est un Spectratech Collector II initialement destiné à la réflectance diffuse. Les backgrounds sont collectés avec 20 scans.

- Les spectres d'absorption ultraviolet-visible-proche infrarouge (UV-Vis-NIR en anglais) ont été collectés avec un spectromètre à quatre canaux asservis, modèle UVN-XeH-4CCh conçu par GGTL Laboratories. Les détecteurs sont des barrettes CCD

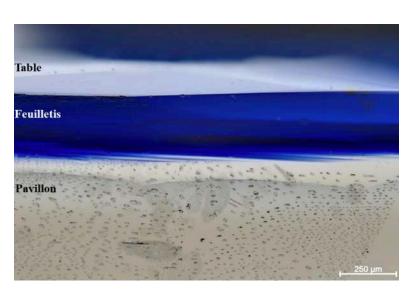
Figure 4: Détail du feuilletis montrant la limite des facettes supérieures du pavillon. La zonation de couleur bleue comporte de fines couches bleues ainsi qu'une fracture cicatrisée ou « givre de guérison ». Micrographie: F. Notari.

Figure 4: Detail of the girdle showing the boundary of the upper facets of the pavilion. The blue zone contains thin blue layers and a healed fracture or "finger-prints". Micrograph: F. Notari.

maintenues à 5 °C par effet Peltier. Le système permet d'analyser des pierres à une résolution moyenne de ≈ 0,35 nm dans une plage spectrale de 234 à 1055 nm.

Pour les mesures, l'échantillon est placé dans une sphère intégratrice et exposé simultanément à des sources xénon et halogène (UV à PIR) avec ici des temps d'intégration moyens de 70 à 110 ms. Les spectres enregistrés avec une accumulation de 100 scans sans polariseur.

- Les analyses en luminescence UV (spectres et imagerie) de cet échantillon ont été réalisées avec un système D-tect V1.9 de GGTL Laboratories équipé d'une source UV LED focalisée de 3W d'une longueur d'onde nominale de 365 nm, d'un spectromètre modèle GEM10 monocanal, d'une résolution de ≈ 1,3 nm dans une plage spectrale 310-1100 nm, dont le détecteur est une barrette CCD maintenue à 5 °C par effet Peltier.
- Les observations ont été effectuées avec un microscope Leica M165 équipé d'un système d'éclairage Schott modifié GGTL, permettant une observation en fond sombre (darkfield) et en fond clair (brightfield). Les photomicrographies ont été prises avec un microscope-binoculaire Leica M205 avec une fonction z-stack et une caméra Leica DMC5400, avec un analyseur intégré Leica et un polariseur Schott amovible.
- Les identifications d'inclusions ont été réalisées sur un micro-Raman Thermo Scientific DXR3 équipé



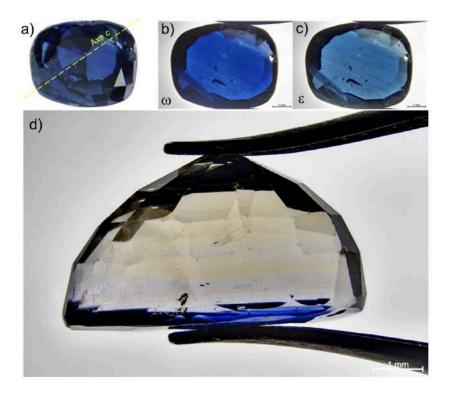
d'un laser 532 nm (max. 10 mW) dans une fenêtre de 100-3570 cm<sup>-1</sup> (le domaine spectral de l'instrument est de 50 à 6400 cm<sup>-1</sup>). L'analyse des inclusions se fait avec l'un des 5 objectifs de marque Olympus (x5, x10, x20, x50 ou x100). Le diamètre du spot d'analyse est estimé à environ 5 μm pour l'objectif standard x10. Les spectres ont été acquis avec une accumulation de 100 scans de 1s.

#### RÉSULTATS

Avant toute autre considération, la gemme bicolore soumise au laboratoire a été identifiée formellement comme saphir par spectrométrie infrarouge, que ce soit sur la table ou le pavillon.

#### Observations microscopiques et inclusions

Sous microscope, la gemme montre quelques légères égrisures qui témoignent de l'usure habituelle d'une pierre sertie et portée régulièrement. L'examen du feuilletis ne révèle quant à lui aucune coupure ni plan de colle entre la partie bleue et la partie incolore. À fort grossissement, la délimitation entre les zonations bleue et incolore n'est pas nette et plane mais montre plutôt une imbrication plus complexe. Aussi, de discrètes et fines zonations pénètrent dans le domaine incolore (Figure 4). Cette pierre n'est donc pas un doublet mais bien un saphir "Ottu".



**Figure 5 :** a) vue apicale, l'axe c (en jaune) est parallèle au plan d'observation. Micrographies en lumière polarisée en immersion dans l'éthanol : teinte due b) au rayon ordinaire  $\omega$  et c) au rayon extraordinaire  $\epsilon$ . d) photo de la gemme en immersion dans l'éthanol, vue de profil et en lumière transmise. La coloration bleue se concentre dans la table et le début de la couronne. La culasse est composée de zones successivement incolores, jaunes et brunes. Micrographies : F. Notari.

Figure 5: a) apical view, c axis (in yellow) is parallel to the observation plane. Micrographs under polarised light immersed in ethanol: colour due to b) the ordinary ray  $\omega$  and c) to the extraordinary ray  $\varepsilon$ . d) Photo of the gemstone immersed in ethanol, viewed from the side and in transmitted light. The blue colouration is concentrated in the table and the beginning of the crown. The pavilion is composed of successive colourless, yellow and brown areas. Micrographs: F. Notari.

En immersion, l'observation de la zonation bleue au travers de la table montre que la teinte n'est pas répartie de façon homogène mais laisse apparaître des bandes plus ou moins foncées (Figure 5a). Également, une différence de teinte est observée en lumière polarisée selon l'orientation parallèle au rayon  $\omega$  (ordinaire ; Figure 5b) ou  $\varepsilon$  (extraordinaire ; Figure 5c). Il apparaît également que le pavillon, à première vue incolore, est parcouru par des zonations jaune pâle et brunes (Figure 5d).

Le placement de l'axe optique (c ; représenté sur la Figure 5a) tend à démontrer que cette pierre a été taillée dans un brut selon le schéma en Figure 3c, c'est-à-dire avec la table correspondant à une face externe de la bipyramide.

Plusieurs inclusions solides ont également été observées, dont certaines situées exactement à l'interface des deux domaines bleu et incolore, les occupant à peu près pour moitié. La limite des domaines bleu/incolore les partage de manière plus ou moins symétrique.

Parmi ces inclusions solides, des cristaux prismatiques ont été observés et identifiés par spectroscopie Raman comme étant des zircons. Certains présentent des fractures plus ou moins discoïdes provoquées par leur dilatation lors de la métamictisation (Figure 6).

D'autres inclusions cristallines mais au faciès plus arrondi ont été identifiées comme des calcites par spectroscopie Raman. Lors d'une observation en lumière polarisée, il est apparu que certaines de ces calcites gardaient une teinte bleue quelle que soit l'orientation du plan de polarisation (Figure 7). Ces calcites seraient donc intrinsèquement bleues. Comme cette coloration ne concerne que certaines inclusions de calcite, il est surprenant d'observer des calcites visiblement colorées proches de calcites incolores (Figure 8). Cela laisse penser que cette observation correspond à un accolement épitaxique de quelques cristaux de calcite bleue déjà formés et amenés sur le lieu de croissance du saphir par des fluides. En effet, la cause la plus décrite de la teinte bleue dans la calcite est provoquée par des centres à

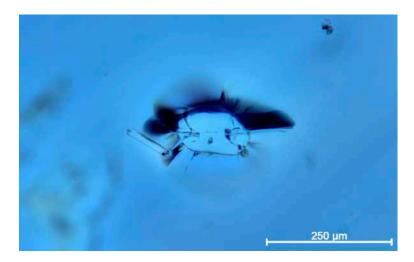


Figure 6 : Au centre, un cristal de zircon corrodé (identifié par spectroscopie Raman). Autour du cristal, une fracture hémi-discoïdale l'entoure, induite par la pression due à la métamictisation du zircon. Le petit cristal allongé sur la gauche est un zircon automorphe (reconnaissable visuellement et identifié par spectroscopie Raman).

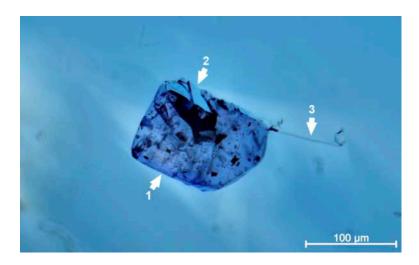
Micrographie: F. Notari.

Figure 6: In the centre is a corroded zircon crystal (identified by Raman spectroscopy). Around the crystal is a hemidiscoidal fracture caused by pressure due to the metamictisation of the zircon. The small elongated crystal on the left is an automorphic zircon (visually recognisable and identified by Raman spectroscopy). Micrograph: F. Notari.

Figure 7 : Cristal de calcite bleue (flèche 1) accolé à un cristal de diaspore (flèche 2 ; tous deux identifiés par spectroscopie Raman). Sur la droite, une cavité allongée possédant des renflements à ses deux extrémités (flèche 3).

Micrographie : F. Notari.

Figure 7: Blue calcite crystal (arrow 1) attached to a diaspore crystal (arrow 2; both identified by Raman spectroscopy). On the right, an elongated cavity with bulges at both ends (arrow 3). Micrograph: F. Notari.



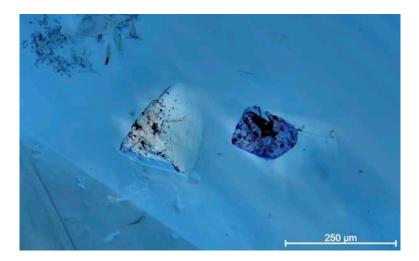
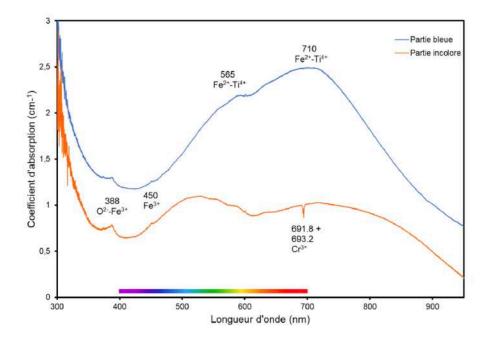


Figure 8 : Deux cristaux de calcite situés à peu près sur le même niveau à la limite de la zonation bleue. Le cristal de gauche paraît incolore, alors que celui de droite montre une teinte bleue évidente. Un halo de décoloration de morphologie complexe est présent autour des deux cristaux.

Figure 8: Two calcite crystals located at approximately the same level at the edge of the blue zoning. The crystal on the left appears colourless, while the one on the right shows a distinct blue tint. A halo of discolouration with a complex morphology is present around both crystals.

**Figure 9 :** Spectres d'absorption UV-Visible-PIR des parties bleue (tracé bleu) et incolore (tracé orange) du saphir. Les spectres ne sont pas orientés.

Figure 9: UV-Visible-NIR absorption spectra of the blue (blue line) and colourless (orange line) parts of the sapphire. The spectra are not oriented.



trou issus de contraintes mécaniques concomitantes (ou suivies) d'une irradiation (Wirsema, 1960 ; Kolbe, 1961 ; Calderon *et al.*, 1983). Cette irradiation serait à l'origine des centres colorés CO<sub>3</sub> qui causeraient la couleur bleue dans la calcite (Kolbe *et al.*, 1961), similaire à la coloration bleue des béryls de type Maxixe (Nassau *et al.*, 1976).

Toutefois, un article (Garcia-Guinea *et al.*, 2014) propose une coloration induite par des éléments chromogènes en traces. Les causes exactes de coloration de la calcite bleue semblent encore discutables.

Sur l'une de ces calcites bleues, une inclusion automorphe a été identifiée comme une inclusion de diaspore par spectroscopie Raman (Voir à nouveau Figure 7). La présence de cet hydroxyle d'alumine non altérée peut être interprétée comme un indice que la gemme n'a pas été traitée thermiquement (Krzemnicki *et al.*, 2023).

Ce saphir présente également des fractures naturellement cicatrisées avec des cavités négatives visuellement intactes, semblables à celles observées dans les saphirs de toutes origines géographiques (voir à nouveau Figure 4). D'autres cavités négatives ont été observées, notamment accolées à des

inclusions de calcite. L'une d'entre elles présente une forme relativement atypique avec un allongement directionnel important et pouvant être facilement confondu avec une inclusion minérale aciculaire (Figure 7). Sans en tirer une quelconque conclusion, une cavité de morphologie identique a été observée dans un saphir Padparadscha du Sri Lanka.

Globalement, l'ensemble des inclusions observées dans cette gemme apparaissent intactes et ne présentent pas de modifications qui pourraient être imputables à un traitement thermique.

#### UV-Visible-Proche infrarouge

Les spectres d'absorption UV-visibles obtenus sur les zonations bleue et incolore montrent les absorptions typiques des saphirs bleus (Figure 9) : une transition de paire (Fe³+-Fe³+) à  $\approx 377$  nm et à  $\approx 450$  nm (très faible); un transfert de charge (O²--Fe³+) à  $\approx 388$  nm; le transfert de charge impliquant Fe et Ti à  $\approx 565$  nm et à  $\approx 710$  nm et un transfert de charge intervalent (Fe²+- Fe³+) à  $\approx 880$  nm (Dubinsky *et al.*, 2020).

L'absence du transfert de charge intervalent Fe²+-Fe³+ à ≈ 880 nm dans le proche infrarouge indique qu'il s'agit d'un saphir de contexte géologique métamorphique stricto sensu.

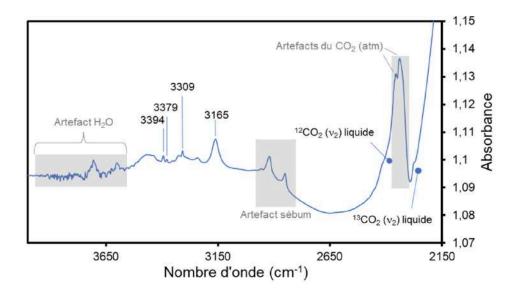


Figure 10: Spectre d'absorption infrarouge dans le domaine des vibrations des groupements hydroxyles. Le spectre n'est pas orienté.

Figure 10: Infrared absorption spectrum in the hydroxyl group vibration range. The spectrum is not oriented.

L'instrumentation utilisée pour obtenir ces spectres d'absorption (sphère intégratrice) implique présence d'artéfacts liés à la luminescence de l'échantillon. Ainsi, on observe sur le spectre de la partie incolore des signaux dus à la luminescence et identifiés par des oscillations entre ≈ 520 et 600 nm et deux signaux très fins à 691,8 nm et 693,2 nm. Les oscillations entre ≈ 520 et 600 nm sont attribuables à des bandes de luminescence relativement larges et discutées dans la partie Luminescence ci-après. Les signaux de luminescence très fins à 691,8 nm et 693,2 nm correspondent aux transitions R<sup>1</sup> et R<sup>2</sup> du Cr<sup>3+</sup>. Le spectre d'absorption de la partie bleue ne présente pas ces signaux du chrome, mais les oscillations dues aux bandes larges de luminescence issues de centres dans la partie incolore sont encore distinguables. Cette différence est possiblement imputable à une réabsorption presque totale de la luminescence du chrome par la zonation bleue (bande d'absorption à 710 nm). Cet effet est discuté plus amplement dans la partie luminescence.

#### Infrarouge

En spectrométrie infrarouge, en mode absorbance, une fine bande à 3309 cm<sup>-1</sup> est mesurée. Elle n'est pas accompagnée de la bande à 3232 cm<sup>-1</sup> qui est un indicateur robuste de traitement thermique dans les saphirs d'origine métamorphique stricto sensu ; ce

qui indique donc que la pierre n'a pas été traitée thermiquement. Le doublet à 3379 cm<sup>-1</sup> et 3394 cm-1 fait partie d'un triplet (la troisième bande étant à  $\approx 3339$  cm<sup>-1</sup>), et du système 3309 cm<sup>-1</sup> (Notari, 2016). D'autre part, une bande plus large à 3165 cm<sup>-1</sup> est attribuée au centre à trou dit du Mg<sup>2+</sup>. Ce centre ne résistant pas à une température supérieure à 650 °C (étude non publiée), sa présence est une deuxième indication d'absence de traitement thermique. Enfin, la bande importante de CO, liquide, (12 & 13CO<sub>2</sub> (2)), surmontée de l'artefact du CO, atmosphérique, peut-être ici considérée comme une troisième indication d'absence de traitement (Figure 10).

#### Chimie

Deux analyses semi-quantitatives ont pu être réalisées sur la partie bleue (table) et sur la partie incolore (pavillon). En tenant compte des teneurs en gallium et en fer mesurées sur la partie bleue, le rapport entre les deux éléments est cohérent avec celui obtenu dans les saphirs bleus métamorphiques (Palke et al., 2019). Les concentrations de l'ensemble des éléments sur cette partie bleue peuvent également correspondre à celles mesurées dans des échantillons du Sri Lanka avec des concentrations moyennes en titane et en fer relativement basses par rapport au gallium (voir à nouveau Palke et al., 2019).

Élément	Concentration normalisée (ppm) Partie bleue	Concentration normalisée (ppm) Partie incolore
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$999\ 730 \pm 90$	$999\ 840 \pm 90$
Si	<u>n.d</u> .	n.d.
Ca	n.d.	$11,39 \pm 0,07$
Ti	$157,1 \pm 0,2$	$15,85 \pm 0,07$
V	$1,89 \pm 0,08$	$2,52 \pm 0,05$
Cr	$0,30 \pm 0,03$	$0,22 \pm 0,03$
Fe	$87,3 \pm 0,1$	$113,6 \pm 0,1$
Ni	n.d.	$0,38 \pm 0,02$
Ga	$24,66 \pm 0,04$	$14,88 \pm 0,04$
Zr	n.d.	n.d.

**Tableau 1 :** Analyses EDXRF semi-quantitatives effectuées sur la table (bleue) de l'échantillon et sur la culasse (incolore).

**Tableau 1:** Semi-quantitative EDXRF analyses measured on the table (blue zonation) and on the culet (colourless zonation) of the sample.

En comparant les deux mesures, celle effectuée sur la table indique des teneurs en titane dix fois supérieures à celle du pavillon. Cette observation est cohérente avec la coloration des deux parties où le titane est impliqué dans la coloration bleue de la table. Le pavillon contient en revanche une teneur légèrement plus élevée en fer que la table. Cette concentration en fer (Fe<sup>3+</sup>?) dans le pavillon pourrait expliquer – en partie – la faible coloration jaune observée en immersion (Figure 5). Il est plus surprenant de voir la teneur en gallium changer significativement entre les deux parties. Cette différence pourrait suggérer un changement manifeste de l'environnement chimique au cours de la cristallisation et pas uniquement un apport en éléments chromogènes (Fe et Ti).

**Figure 11 :** Photos du saphir "*Ottu*" montrant la luminescence jaune orangé du pavillon sous excitation UV (365 nm). Photographies : C. Allirol-Mouton.

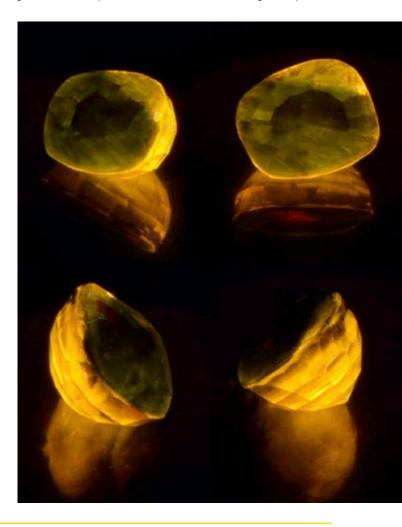
**Figure 11:** Pictures of the "Ottu" sapphire showing the orangey-yellow luminescence of the pavilion under 365 nm UV excitation. Pictures: C. Allirol-Mouton.

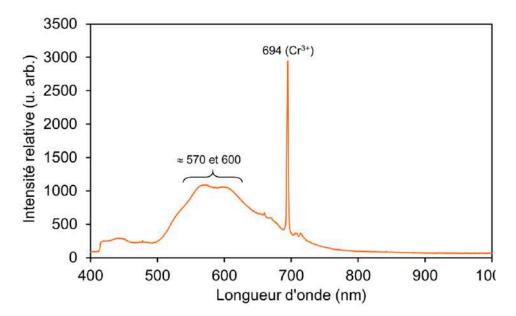
#### Luminescence

Sous excitation UV long (365 nm), le pavillon présente une luminescence jaune orangé légèrement hétérogène. La zonation bleue apparaît inerte, ce qui est cohérent avec l'absorption du centre coloré Fe-Ti qui réabsorbe la luminescence majoritairement émise depuis le pavillon. Par transparence, la couleur orangée de la culasse transparaît par la table de la pierre (Figure 11).

Sur le spectre de luminescence (Figure 12), l'émission du Cr³+ vers 694 nm est visible, ce qui correspond aux deux bandes R² et R¹ à respectivement 693,2 nm et 691,8 nm, pas séparées ici car le spectromètre de l'instrument a une résolution de 1,3 nm.

Deux bandes larges vers 570 nm et 600 nm sont présentes, déjà observées dans des saphirs jaunes





**Figure 12 :** Spectre d'émission émanant visuellement de la partie incolore du saphir.

Figure 12: Emission spectrum mainly emitted from the colour-less part of the sample.

d'origine métamorphique. Cette luminescence est attribuée au centre à trou liés à la présence de Mg2+ (Ramirez *et al.*, 2007) ou possiblement d'autres cations divalents (Vigier *et al.*, 2024). Cette luminescence intense orangée sous UV longs (365 nm) est typique des saphirs incolores et jaunes du Sri Lanka (Hughes, 2017; Kilbo Pehrson, 2017).

#### Conclusion

Les observations de ce saphir "ottu" démontrent l'habileté du lapidaire ayant réussi à tailler une gemme de 7,91 carats et à donner l'illusion d'une coloration bleue homogène grâce au placement d'une fine zonation bleue sous la table. Il ne reste alors qu'à utiliser un sertissage approprié pour que la délimitation entre les zonations bleue et incolore reste discrète. L'ensemble de ces critères sont réunis sur la bague en Figure 1 pour allier masse importante et couleur homogène avec subtilité.

L'observation microscopique et les analyses chimiques des deux zonations suggèrent que la cristallisation de ce saphir "ottu" relève d'un processus complexe. La présence d'une calcite bleue proche d'une calcite incolore laisse penser que certaines ont été apportées par les fluides de cristallisation et se sont intégrées au corindon pas accolement épitaxique.

La différence de concentration en gallium entre les parties bleue et incolore conforte cette hypothèse de modification significative du fluide de cristallisation.

Enfin, certaines observations microscopiques et les analyses infrarouge montrent que cette pierre n'a pas subi de traitement thermique. Aussi, l'ensemble des observations et des analyses spectrales convergent pour suggérer que ce saphir "ottu" est originaire du Sri Lanka, la source la plus connue de ce type de saphirs.

#### REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient chaleureusement Sotheby's Genève pour leur aimable collaboration, pour la communication des remarquables photos de la bague et pour l'autorisation de les publier dans cet article. Nous remercions également Mesdames Candice Caplan et Alaska Caplan pour leur aide aux recherches historiques du terme "Ottu" et leurs relectures attentives. Enfin, les auteurs remercient la Swiss Gemmological Data Foundation (SGDF) pour le prêt d'échantillons qui ont servi de comparatif.

La version anglaise de cet article est disponible sur le site web de GGTL Laboratories, à l'adresse suivante : https://ggtl-lab.org/en/other-publications.

#### **BIBLIOGRAPHIE**

- **Calderon T., Aguilar M., Coy-Yll R.** (1983) Relationship between blue color and radiation damage in calcite. *Radiation Effects*, **76**(5), 187-191, doi: 10.1080/01422448308209660.
- **Choudhary G. (2006)** Sapphire with unusual color zoning. *Gems & Gemology*, **42**(1), 74-75.
- **Dharmaratne P.G.R.** (1999) Critical evaluation of fashioning of gemstones in Sri Lanka. *Sabaragamywa University Journal*, **2**(1), 111-119.
- **Dubinsky E.V., Stone-Sundberg J., Emmett J.L. (2020)** A quantitative description of the causes of color in corundum. *Gems & Gemology*, **56**(1), 2-28, doi: 10.5741/GEMS.56.1.2.
- **Faleel H.A.M. (2024)** Characterization of Geuda sapphires from Sri Lanka. Mémoire de Master, Chulalongkorn University, 131 p.
- **Garcia-Guinea J., Correcher V., Benavente D., Sanchez-Moral S. (2014)** Composition, luminescence, and color of a natural blue calcium carbonate from Madagascar. *Spectroscopy Letters*, **48**(2), 107-111, doi: 10.1080/00387010.2013.857692.
- **Hughes R.W (1997)** Ruby and sapphire. RWH Publishing, Boulder, Colorado, USA, 1<sup>st</sup> edition, ISBN 0-9645097-6-8, pp. 107, 194, 200, 201, 364, 365, 367, 368, 394, 405, 406, 501, 504 et 506.
- **Hughes R.W (2017)** Ruby and sapphire, a gemologist's guide. RWH Publishing, Boulder, Colorado, USA & Lotus Publishing, ISNB 978-0-9645097-1-9.
- **Kilbo Pehrson A.** (2017) Identification methods of Sri Lankan corundum in comparison to other common gemstones. Independent Project, Uppsala University, 42 p.
- **Kolbe W.F.** (1961) Color centers in calcite. Doctoral dissertation, Massachusetts Institute of Technology, 32 p.
- **Kolbe W.F., Smakula A. (1961)** Anisotropy of color centers in calcite. *Physical Review*, **124**(6), 1754-1757, doi: 10.1103/PhysRev.124.1754.
- **Krishna V. (2019)** Alar: Kannada-English dictionary corpus. Open data dictionary corpus (ODC.ODbL). https://alar.ink/.
- **Krishnamurti B. (2003)** The Dravidian Languages. Cambridge University Press. 545 p. ISBN 1139435337, 9781139435338.
- **Krzemnicki M.S. (2019)** Red ruby or pink sapphire, that's the question.  $7^{\text{ème}}$  European Gemmological Symposium, 24-29 Mai, Idar-Oberstein, Germany.
- **Krzemnicki M.S., Lefèvre P., Zhou W., Braun J., Spiekermann G. (2023)** Dehydration of Diaspore and Goethite during Low-Temperature Heating as Criterion to Separate Unheated from Heated Rubies and Sapphires. *Minerals*, **13**, 1557, doi: 10.3390/min13121557.
- **Manutchehr-Danai M. (2005)** Dictionary of gems and gemology.  $2^{nd}$  edition, Springer Berlin, Heidelberg, Berlin, 1037 p., p. 555. ISBN 3-540-23970-7, doi: 10.1007/978-3-540-72816-0.

- Nassau K., Prescott B.E., Wood D.L. (1976) The deep blue Maxixe-type color center in beryl. *American Mineralogist*, **61**(1-2), 100-107.
- **Notari F. (2016)** Interprétation du système 3309 cm<sup>-1</sup>, avec quelques considérations sur les saphirs bleus métamorphiques riches en Fe chauffés, et description des absorptions FTIR du CO, liquide. Cours de DUG, Université de Nantes, France.
- Palke A.C., Saeseaw S., Renfro N.D., Sun Z., McClure S.F. (2019) Geographic origin determination of blue sapphire. Gems & Gemology, 55(4), 536-579, doi: 10.5741/GEMS.55.4.536.
- Pardieu V., Dubinsky E.V., Sangsawong S., Chauviré B. (2012) Sapphire rush near Kataragama, Sri Lanka (February—March 2012), News from research, field report, GIA Laboratory Bangkok.
- Ramírez R., Tardío M., González R., Muñoz Santiuste J.E., Kokta M.R. (2007) Optical properties of vacancies in thermochemically reduced Mg-doped sapphire single crystals. *Journal of Applied Physics*, **101**(12), doi: 10.1063/1.2748729.
- **Soysa E.S.K., Fernando W.S. (1992)** A field classification of low value corundum in Sri Lanka. *Journal of the National Science Foundation of Sri Lanka*, **20**(1), 51-57, doi: 10.4038/jnsfsr.v20i1.8058.
- **Tamil Lexicon (1924 à 1938)** University of Madras. Diocesan Press Editor. 6 volumes, 3944 p. FRBNF39445441.
- Vigier M., Massuyeau F., Fritsch E. (2024) Orange luminescence of α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> related to clusters consisting of F centers and divalent cations. *Luminescence*, **39**(5), e4757.c, doi: 10.1002/bio.4757.