

ANNEE 2016-2017

DIPLÔME D'UNIVERSITE DE GEMMOLOGIE

Présenté devant l'Université de Nantes U.F.R. des Sciences et des Techniques

par

M. Olivier Baye

CONSEQUENCES D'UN TRAITEMENT THERMIQUE EN ATMOSPHERE  
OXYDANTE SUR DEUX SAPHIRS

soutenu publiquement le

au Département des Sciences de la Terre et de l'Univers

devant la commission d'examen composée de :

# Sommaire

## **1. Introduction**

## **2. Le saphir**

2.1 Généralités

2.2 Les inclusions

2.3 Le traitement thermique

## **3. Matériaux et méthodes**

3.1 Description des échantillons

3.2 Méthodes

3.2.1 Gemmologie classique

- Les petits instruments
- La luminescence
- La loupe trinoculaire

3.2.2 Gemmologie de laboratoire

- Spectrométrie FT-RAMAN
- Spectrométrie FT- IR
- Spectrométrie UV/Visible/PIR

3.2.3 Méthode de traitement thermique utilisé

## **4. Résultats**

4.1 Gemmologie classique

- A l'œil nu
- Les petits instruments
- La luminescence
- La loupe trinoculaire

4.2 Gemmologie de laboratoire

- Spectrométrie FT-RAMAN
- Spectrométrie FT- IR
- Spectrométrie UV/Visible/PIR

**5. Discussion**

**6. Conclusion**

**7. Bibliographie**

**8. Annexes**

## Remerciements

Je remercie toute l'équipe enseignante du DUG, et tout particulièrement M. Emmanuel Fritsch et M. Benjamin Rondeau pour leur disponibilité et leur bienveillance dans la supervision de ce rapport.

Merci à tous mes collègues de la promo pour l'entraide et la bonne ambiance.

Merci à la Société Royale Belge de Gemmologie de m'avoir permis d'utiliser leurs instruments de gemmologie et de consulter la bibliothèque de l'association.

Et enfin, merci à mes proches pour leur soutien indéfectible.

## 1. Introduction

Mon parcours scolaire et mes études supérieures, plutôt basées sur les langues modernes et la communication que sur les sciences, ne me prédestinaient pas à suivre les cours du Diplôme de Gemmologie de L'Université de Nantes.

Cependant, mon grand-père, brocanteur sur le vieux marché aux puces de Bruxelles, m'a donné le goût d'acheter et de revendre de vieux objets. Plus attiré par les bijoux anciens que par les vieilles armoires, j'ai vite été confronté au problème principal du marchand : Quelle est la pierre sur ce bijou ? Est-elle vraie ou fausse ?

En 2007, pour répondre à ces questions et par curiosité pour ce domaine méconnu du grand public, j'ai décidé de suivre la formation de gemmologue à la Société Royale Belge de Gemmologie (S.R.B.G.). La complexité des études fut pour moi proportionnelle à l'émerveillement du monde qu'elles me laissaient entrevoir. J'ai donc décidé de diriger mon avenir professionnel vers une activité liée aux pierres précieuses.

Aujourd'hui, marchand indépendant depuis dix ans et gérant d'une petite bijouterie à Bruxelles spécialisée dans le négoce de bijoux anciens depuis six ans, le défi quotidien reste le même : bien évaluer ce que l'on rachète pour avoir toutes les chances de bien vendre. Offrir un prix trop bas par prudence c'est risquer de perdre le client, offrir un prix trop élevé c'est risquer de ne rien gagner.

Des quatre pierres précieuses les plus communes, le saphir bleu est, me semble-t-il, celle que l'on rencontre le plus souvent sur le marché de la bijouterie neuve et d'occasion. Le prix du saphir bleu dépend significativement de l'absence ou de la présence d'indication de traitement et les pierres montées sur les bijoux d'occasion n'ont souvent pas de certificat attestant la présence de traitement. Il est donc intéressant de pouvoir se faire une idée afin d'offrir un prix juste et d'éventuellement décider de faire certifier la pierre.

Le choix du sujet de ce rapport expérimental est donc lié à ma motivation personnelle et à mon activité professionnelle.

L'objectif est d'analyser deux saphirs bleus non chauffés avec les moyens de la gemmologie classique et de laboratoire, les faire ensuite chauffer jusqu'à 1400 °, refaire les analyses dans les mêmes conditions qu'avant le traitement pour voir si la comparaison des résultats me permettra ou pas de mettre en évidence certains éléments indicateurs du traitement.

## 2. Le saphir

### 2.1 Généralités

Le saphir est une variété gemme de l'espèce minérale corindon qui présente de multiples couleurs, sauf la couleur rouge qui désigne le rubis.

L'espèce minérale est décrite pour la première fois par Woodward en 1752. Elle est composée d'oxyde d'aluminium cristallisé. Sa formule est  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Quand ils sont purs, les corindons sont incolores. Des éléments en traces sont responsables de la couleur. Le saphir bleu est coloré par des éléments en traces tels que le fer et le titane (Hugues, 2017).

Le corindon cristallise dans le système rhomboédrique (*figure 1*).

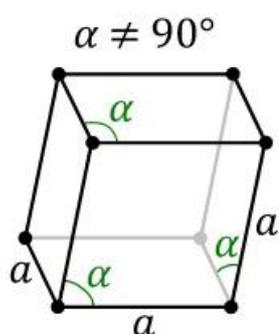


Figure 1 : Représentation géométrique du rhomboédrique

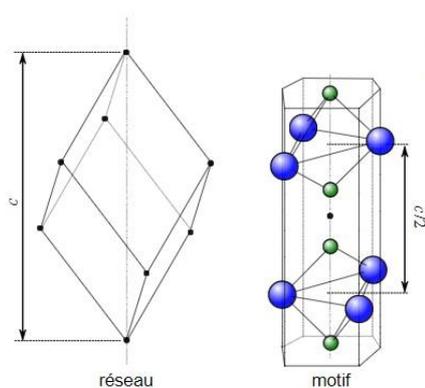


Figure 2 : Représentation du motif de la structure composé de deux pentaèdres inversés.

Le motif de la structure est composé de deux pentaèdres  $\text{Al}_2\text{O}_3$  inversés qui se répètent aux jonctions du rhomboèdre (*figure 2*). Les ions  $\text{O}^{2-}$  forment un réseau hexagonal compact, avec une alternance de plans. Les ions  $\text{Al}^{3+}$  occupent les deux tiers des sites interstitiels octaédriques, avec trois types de plans a, b et c en alternance (*figure 3*) (Stone-Sundberg, 2013).

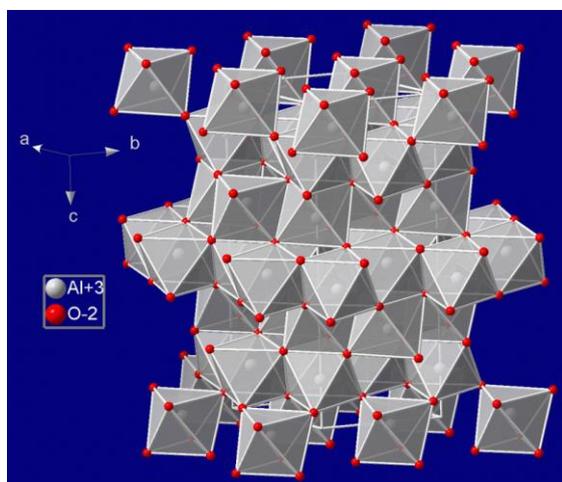


Figure 3 : Représentation de la structure tridimensionnelle du corindon.

L'habitus du corindon est varié (*figure 4*). La cristallisation peut prendre des formes de tonneau, de pyramide hexagonale ou tabulaire, de bipyramide, de prisme long, de rhomboèdre... (Schumann, 2015).

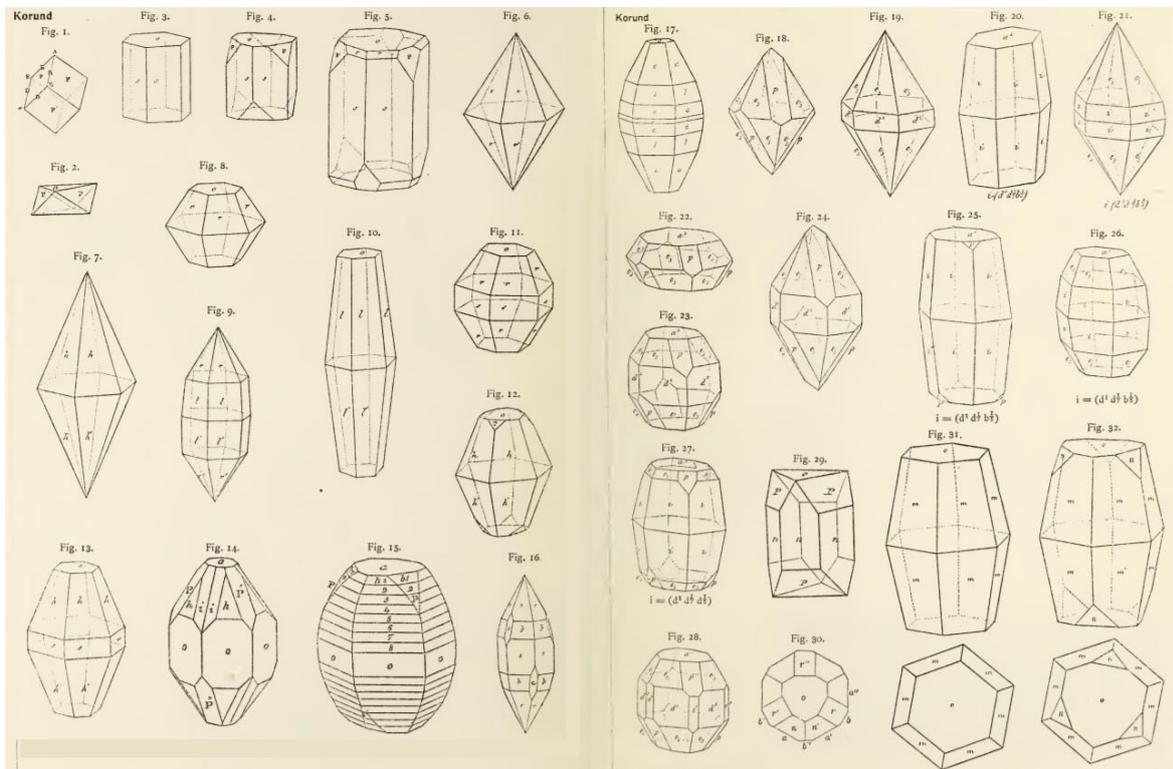


Figure 4 : Représentation de quelques habitus du corindon (Goldschmidt, 1913).

Les principales caractéristiques gemmologiques du corindon sont présentées dans le tableau qui suit (Schumann, 2015).

Système cristallin	Rhomboédrique
Réfringence	1,762 – 1,778
Biréfringence	- 0,008
Dispersion	0,018
Pléochroïsme	De faible à fort
Dureté sur l'échelle de Mohs	9
Densité	3,92 - 4,05
Clivage	Aucun
Cassure	Conchoïdale
Transparence	Transparent à opaque
Fluorescence	De faible à forte, de bleu à orange

## 2.2 Les inclusions

Le corindon se forme quand l'oxyde d'aluminium  $Al_2O_3$  est enrichi dans un milieu pauvre en  $SiO_2$  et quand la température augmente suffisamment, pour permettre la cristallisation (Société Royale Belge de Gemmologie – S.R.B.G, 2003).

L'origine géologique du corindon peut être divisée en deux types :

- type magmatique : les roches mères les plus importantes sont le basalte, la pegmatite et l'andésite.
- type métamorphique : les roches mères principales sont la calcite, le gneiss, et l'amphibolite

**Phénomènes de croissance** : Le corindon présente des lignes de croissance qui se croisent dans différentes directions. Des zonations de couleur suivent souvent ces lignes de croissance et forment des bandes de couleur parallèles et de largeurs variables (*figure 5*).

Les phénomènes de macles se rencontrent également assez souvent dans les corindons. Ce phénomène se présente sous forme de lamelles qui s'illuminent entre filtres polarisateurs croisés. Ces lamelles peuvent être présentes dans plusieurs directions. A leur intersection, se trouvent parfois des exolutions sous forme aciculaire de boehmite (S.R.B.G, 2003).

Les zones de tensions sont plus rares et plus souvent situées autour d'inclusions de zircon (appelées « Halo de tension »).

**Cristaux négatifs** : Les corindons peuvent présenter des cavités appelées cristaux négatifs. Ces cristaux négatifs sont formés par obstruction locale de la croissance (le cristal continue sa croissance autour de l'obstacle) ou par dissolution temporaire et partielle du cristal (les cavités formées ne guérissent pas complètement). Ces cristaux négatifs contiennent souvent le médium de cristallisation avec une ou plusieurs phases : liquide, gaz et petits cristaux (*figure 6*) (Raynaud et al., 2017).



**Figure 5** : lignes de croissances avec zonations de couleur. Photo Aussie Sapphire.



**Figure 6** : Une inclusion mutliphase, contenant du liquide, une bulle de gaz  $CO_2$  et un petit cristal. Photomicrographie par Victoria Raynaud.

**Inclusions liquides** : Les corindons de type magmatique présentent relativement peu d'inclusions liquides car ils sont formés à très haute température.

Les inclusions liquides se montrent comme des givres de guérison (d'une fracture ou une fissure) qui peuvent présenter des aspects différents : inclusions en forme de « drapeaux » ou de « fingerprints » (S.R.B.G, 2003).

**Inclusions solides** : L'inclusion la plus présente dans le corindon est le rutile. Sa présence donne une indication aussi bien sur l'origine naturelle ou synthétique de la pierre, que sur un éventuel traitement et également sur l'origine géographique grâce à sa morphologie typique de certains gisements.

Dans les corindons de type pegmatitique et métamorphique, le rutile forme parfois, en refroidissant lentement, des exolutions directionnelles qui provoquent l'astérisme.

Les corindons de type métamorphiques présentent souvent des minéraux en inclusion comme le spinelle, la calcite, l'apatite, le mica, ilménite, l'hématite, le pyrochlore ou le zircon (S.R.B.G, 2003).

### 2.3 Traitement thermique

L'histoire du traitement des pierres précieuses est aussi ancienne que l'histoire de leur commerce. Le traitement thermique des corindons (rubis et saphirs) est pratiqué depuis des siècles, probablement depuis l'époque romaine (Hugues, 2017).

Depuis les années 1960, c'est une force motrice commerciale qui soutient le développement rapide et l'utilisation intensive de techniques de traitement thermique sur les corindons. Le résultat est, qu'aujourd'hui, pratiquement tous les rubis et les saphirs sont exposés à un moment ou un autre, à un traitement thermique afin d'améliorer leur qualité et leur chance d'être commercialisés (Themelis, 1992).

Le traitement thermique est caractérisé par plusieurs facteurs qui font varier son résultat :

- **la température maximale** atteinte pendant le traitement.
- **le temps** pendant lequel la pierre est restée à cette température maximale, le temps de montée et de descente en température pour atteindre la température maximale.
- **la nature chimique de l'atmosphère** pendant le traitement. Atmosphère oxydante ou réductrice.
- **la nature chimique de la pierre** : Les éléments chimiques majeurs et en traces (et leur valence), présents dans la pierre.
- **les éléments chimiques extérieurs** à la pierre éventuellement ajoutés pendant le traitement (Hugues, 2017).

Comme le décrit Kurt Nassau dans la revue *Gems and Gemology* en 1981, dans l'article « Heat treating Ruby and sapphire : technical aspects », ces caractéristiques du traitement thermique, seules ou combinées, peuvent avoir un effet sur la couleur et/ou sur la clarté de la pierre de plusieurs manières :

- Développer la couleur bleue :

La couleur du saphir bleu s'explique par un processus de transfert de charge Fer-Titane. Ce changement peut être obtenu par un chauffage prolongé de la pierre dans une atmosphère réductrice. À une température suffisamment élevée (entre 1500 et 1700 ° C), la réduction pénètre dans la pierre et produit une couleur bleue uniforme.

- Eclaircir la couleur bleue :

En chauffant le saphir bleu pendant une période prolongée (de quelques heures à un jour) dans une atmosphère oxydante, tout le fer se convertit progressivement en  $Fe^{3+}$  : Le résultat est l'élimination de l'un des ingrédients colorants essentiels, le  $Fe^{2+}$ , éclaircissant ainsi la couleur bleue. Si le processus se poursuit assez longtemps, une pierre peut devenir pratiquement incolore (Nassau 1981).

- Développer un astérisme potentiel :

Si le corindon naturel contient suffisamment d'oxyde de titane, l'astérisme peut être développé par un traitement thermique. La température doit être maintenue entre 1000 et 1500 ° pendant +/- 24 heures, dans des conditions légèrement oxydantes. Le  $Ti_2O_3$  se transforme en  $TiO_2$ . Dans la plupart des cas, le  $TiO_2$  forme alors des aiguilles de rutile dans le corindon et produit ainsi de l'astérisme (Nassau 1981).

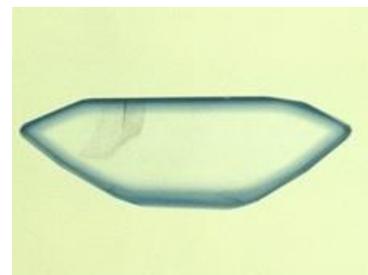
- Éliminer de la soie ou un astérisme :

Un corindon contenant de la soie ou un astérisme provoqué par des aiguilles de rutile peut être chauffé à une température entre 1500 ° et 1700 ° C, le rutile se dissout alors dans le corindon. Lorsque toute la soie a disparu, le corindon est refroidi assez rapidement de sorte que les aiguilles de rutile ne se reforment pas (Robert Weldon, 2017).

- Développer la couleur bleue par diffusion :

La diffusion est un mécanisme par lequel les atomes peuvent être déplacés d'une région à l'autre. Si l'oxyde de fer ou l'oxyde de titane est insuffisant dans un saphir incolore, jaune, vert ou bleu pâle, il est possible d'ajouter par diffusion l'élément manquant.

Des températures très élevées et une atmosphère réductrice sont utilisées pour faire pénétrer les éléments rajoutés. La pénétration de ce type de traitement est extrêmement faible. Le résultat donne une pierre recouverte d'une fine couche bleu foncé (figure 7) (Jennifer Stone-Sundberg, 2013).



**Figure 7** : Saphir synthétique traité par diffusion qui montre la profondeur de pénétration du traitement (fine couche bleu foncé en surface). Photo de Shane F. McClure.

- Développer d'autres couleurs par diffusion :

Par le même mécanisme, il est également possible de diffuser d'autres éléments colorants pendant le traitement comme le nickel qui produit une fine couche jaune ou le chrome qui produit du rouge (Nassau 1981).

### 3. Matériaux et méthodes

#### 3.1 Description des échantillons

L'expérience porte sur deux saphirs naturels. L'observation des inclusions des échantillons m'ont confirmé qu'ils n'ont subi aucun traitement (cf. Point 4 – la loupe trinoculaire).

Le premier échantillon (OB.1) est un saphir bleu de Birmanie (*figure 8*) prêté par le Professeur Emmanuel Fritsch.

Nr d'échantillon : OB.1

Poids : 2,881 ct

Taille : Cabochon dans lequel j'ai taillé deux faces (A et B) // entre elles.

Couleur : bleu moyen, hétérogène.

Dimensions : 9,3 x 6,9 x 3,5 mm.

Transparence : transparent avec beaucoup d'inclusions.



Figure 8 : échantillon n° OB.1.

Le deuxième échantillon (OB.2) est un saphir bleu du Sri Lanka (*figure 9*) acheté sur le site marchand [www.frediani.com](http://www.frediani.com).

Nr d'échantillon : OB.2

Poids : 4,543 ct.

Taille : brut bipyramidal dans lequel j'ai taillé deux faces (A et B) // entre elles.

Couleur : bleu clair, hétérogène.

Dimensions : 15,4 x 6,6 x 4,5 mm.

Transparence : transparent avec beaucoup d'inclusions.



Figure 9 : échantillon n° OB.2.

## 3.2 Méthodes

### 3.2.1 Gemmologie classique

#### Petits instruments

J'ai, dans un premier temps, analysé mes échantillons à l'aide de différents instruments de la gemmologie classique.

Ces différentes analyses et mesures me permettant de compléter les fiches de travail des échantillons ont été réalisées à la Société Royale Belge de Gemmologie (SRBG), dans la salle de gemmologie classique de l'Institut des Matériaux Jean Rouxel (IMN) et à domicile avec mes propres instruments (*figure 10*).

Brièvement, les instruments utilisés sont :

- une source de lumière froide (6.500 K).
- une balance hydrostatique de marque Kern, modèle : EMB 200-3V.
- un spectroscope à main de marque de marque Orwin Products Ltd (OPL).
- un dichroscope à main de marque Orwin Products Ltd (OPL).
- un refractomètre de marque Rayner, modèle Dialdex.
- un polariscope de marque Rayner.
- une lampe à UV court (254 nm) et UV long (365 nm), 230 V – 50/60 Hz (*figure 11*).



Figure 10 : Source lumière froide, refractomètre, polariscope...



Figure 11 : Lampe uvc / uvl.

### La loupe trinoculaire

La loupe trinoculaire est l'instrument de gemmologie classique que j'ai le plus utilisé. Elle m'a permis d'avoir accès aux inclusions des échantillons, d'identifier leur nature (liquides, solides, cavités, macles...), de parfois les mesurer, de les documenter et de les photographier avant et après le traitement thermique.

L'ensemble utilisé pour ce travail est composé d'une base horizontale à cellule d'immersion de marque Eickhorst (modèle Syntest) et d'une optique trinoculaire de marque Euromex (modèle Neixus) zoom accompagné par différents accessoires tels que des filtres polarisateurs, différents liquides d'immersion et un filtre diffuseur de lumière (*figure 12*).

L'éclairage des échantillons s'est fait par un réflecteur halogène à 12 volts / 20 watts fixé sur la base par Eickhorst et une source de lumière froide (Led) de marque Euromex dont l'intensité lumineuse est réglable. Sa température de couleur maximale est de 6.500 K. La source est accompagnée par deux fibres optiques en col de cygne autoportantes.

En combinant des oculaires x20 au zoom de l'optique (x4,5) et des lentilles additionnelles (x1,5 et x2), j'ai pu atteindre un grossissement total de x135 et x180.

Cet ensemble (*figure 8*) est équipé d'une caméra numérique de marque Euromex modèle HD-Lite utilisée pour la microphotographie.



Figure 12 : ensemble source lumière froide, base du microscope horizontale, optique trinoculaire et caméra numérique.

Le logiciel d'imagerie Euromex, « ImageFocus 4.0 », fourni avec la caméra digitale m'a permis de mesurer les inclusions en micron grâce au calibrage du logiciel via une lamelle graduée.

La comparaison des inclusions et la mise en évidence d'altérations éventuelles, nécessitent de refaire les observations dans des conditions strictement identiques avant et après traitement.

Pour être certain de me rapprocher le plus possible de conditions d'observations identiques avant et après traitement, j'ai :

=> établi une charte de repères pour décrire la position des échantillons par rapport à l'optique microscopique et une autre charte pour décrire la position de l'éclairage (*figure 13*).

Cet ensemble de repères m'a permis de retrouver les inclusions et de les photographier dans les mêmes conditions qu'avant traitement thermique. La « face » (A ou B) par laquelle l'inclusion a été observée, la position de l'inclusion et la position de l'éclairage ont été centralisées dans un fichier numérique.

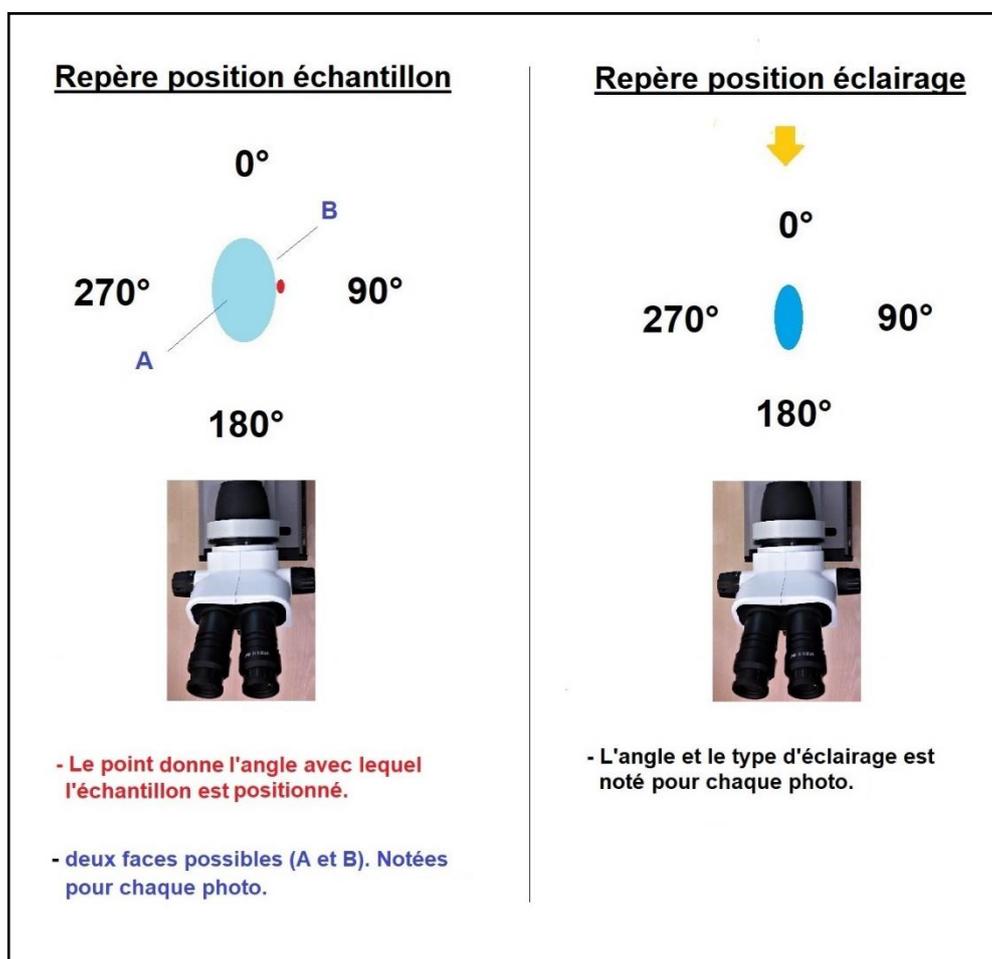


Figure 13 : charte de repères pour la position des échantillons sous le microscope et la position de l'éclairage.

=> Cartographié la position de chaque inclusion en les reportant sur une photo des échantillons dans le but d'avoir plus de repères pour les retrouver après traitement.

Echantillon OB.1 (figure 14).

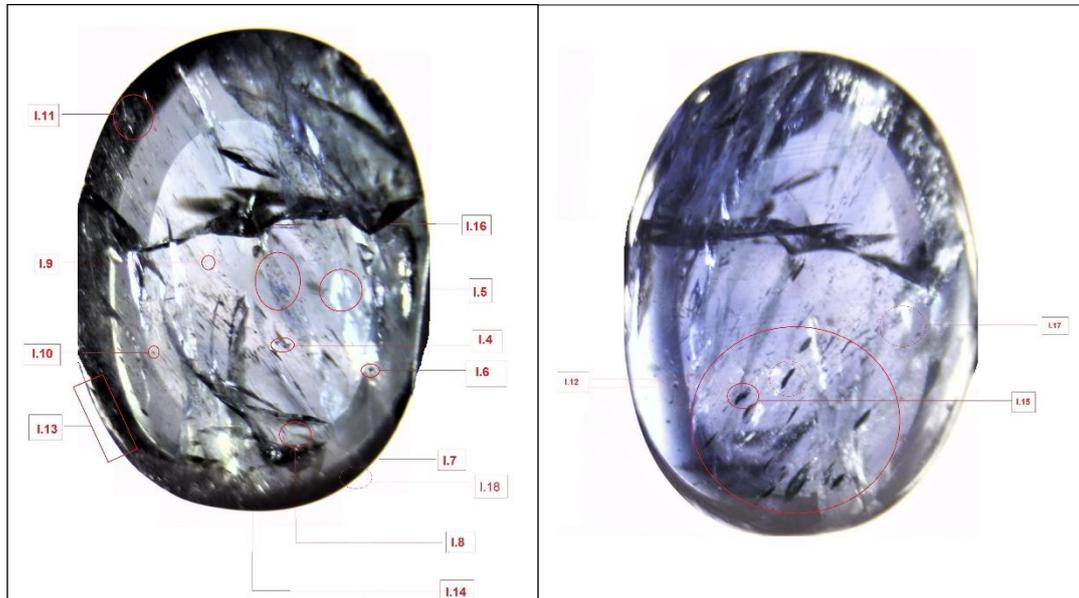


Figure 14 : Les inclusions observées sont reportées sur une photo de repères de chaque face de l'échantillon OB.1. Face A (à gauche) et face B (à droite).

Echantillon OB.2 (figure 15).

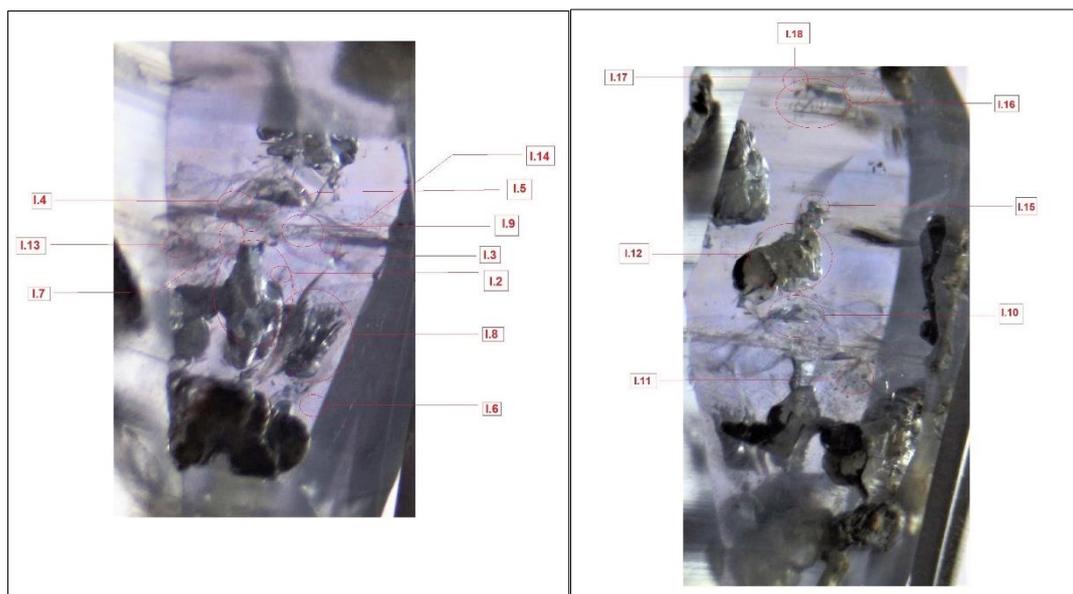


Figure 15 : Les inclusions observées sont reportées sur une photo « repère » de chaque face de l'échantillon OB.2. Face A (à gauche) et face B (à droite).

=> listé les conditions de prises de vue telles que la position de la pierre, la position de l'inclusion, le type d'éclairage, le grossissement, le liquide d'immersion (*figure 16*) pour chaque inclusion observée et photographiée.

Echantillon OB.1												
Ref. inclusion	Ref. photo	Ref. photo + mesure	Description	Oculaire	Grossissement	Lentille suppl.	Eclairage	Position lumière	Filtres	Position pierre	Position inclusion	Liquide Immersion
I.1	P2.1.OB1		pléochroïsme // à l'axe optique	x20	x0,67	non	transmise	0°	diffuseur	Face A	partout	Ethanol
	P2.2.OB1		pléochroïsme perp à l'axe optique	x20	x0,67	non	transmise	0°	diffuseur	Tranche	partout	Ethanol
	P3.OB1		pléochroïsme sous filtres polariseurs	x20	x0,67	non	transmise	0°	non	FACE A	partout	Ethanol
I.2	P4.OB1		zonages de couleur	x20	x0,77	non	transmise	0°	diffuseur	Face B 100°	gauche en haut à droite	Ethanol
I.4	P8.OB1	P8.OB1.Mesure	inclusion solide. Une partie noir et une partie claire en lumière transmise. Partie claire est miroitante en lumière incidente	x20	x4,5	x2	transmise	0°	diffuseur	FACE A	Voir schéma	Ethanol
	P8.2.OB1			x20	x4,5	x2 x1,5	transmise	0°	diffuseur	FACE A	Voir schéma	Ethanol
	P9.OB1	P9.OB1.Mesure		x20	x4,5	x2	transmise	0°	diffuseur	FACE A + 100°	Voir schéma	Ethanol
	P10.OB1			x20	x4,5	x2	incidente	150°	non	FACE A + 100°	Voir schéma	Ethanol
I.5	P11.OB1	P11.OB1.Mesure	Cicatrisation fracture. Cristallisation	x20	X4.5	x1.5	transmise	0°	diffuseur	FACE A + 100°	Voir schéma	Ethanol
	P12.OB1	P12.OB1.Mesure		x20	X4.5	x1.5	incidente - latérale	135° à 180°	non	FACE A + 100°	Voir schema	Ethanol
	P12.2.OB1			x20	X4.5	non	latérale	90°	non	FACE A + 100°	Voir schema	Ethanol

Figure 16 : Exemple de quatre inclusions de l'échantillon OB.1 répertorié dans le fichier central.

**Remarque :** le fichier complet listant les inclusions répertoriées des deux échantillons est en annexe à ce rapport.

### Photographie en macro

Les photos avant et après traitement des deux échantillons ont été prises avec un appareil reflex-numérique Canon EOS 1200 D et un objectif macro EFS 600 mm autofocus (20 cm) éclairés par deux spots (avec des filtres diffuseurs de lumière) de 25 w - 6400 K.

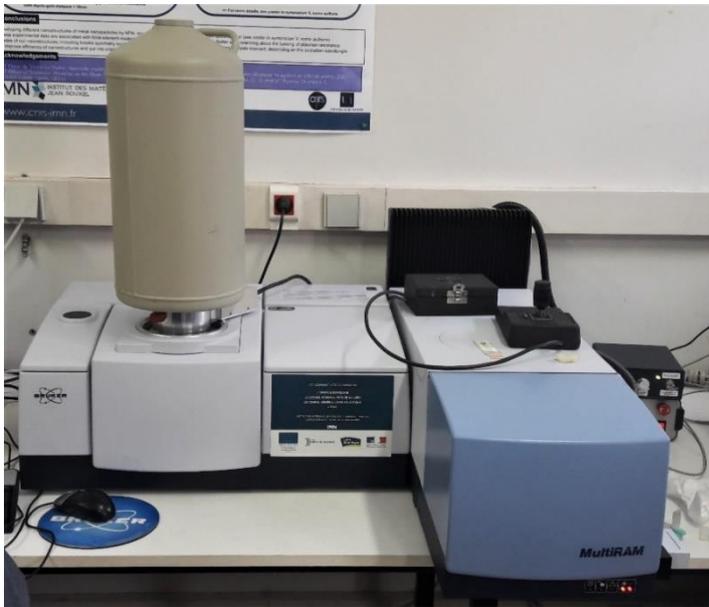
### 3.2.2 Gemmologie de laboratoire

Toutes les manipulations de laboratoire ont été effectuées à l'Institut des Matériaux Jean Rouxel de Nantes (IMN) pendant les heures prévues pour les manipulations pendant les semaines de cours du DUG.

#### Spectrométrie Raman à transformée de Fourier

L'appareil utilisé est un spectromètre Raman à transformée de Fourier (FT Raman) de marque Bruker modèle Multi RAM (*figure 17*).

Les analyses effectuées dans le cadre de ce travail ont été faites avec une puissance de laser de 400 mw, une résolution spectrale de 100 scans (accumulation de 100 spectres) et dans une plage d'analyse de 2 à 4000  $\text{cm}^{-1}$ .



**Figure 17** : Spectromètre Raman à transformée de Fourier (FT-Raman) de marque Bruker modèle Multi RAM.

#### Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR)

L'appareil utilisé est un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier de type Bruker modèle Vertex 70, absorption simple faisceau (*figure 18*). Les analyses effectuées dans le cadre de ce travail ont été faites avec une résolution spectrale de 1000 scans (accumulation de 1000 spectres) et dans une plage d'analyse de 2 à 4000  $\text{cm}^{-1}$ .



**Figure 18** : Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) de type Bruker modèle Vertex 70.

## Spectrométrie UV/Visible/PIR

L'appareil utilisé est un spectromètre Perkin Elmer Precisely Lamda 1050 UV/VIS-NIR (Uv-Vis) (figure 19).

Les analyses effectuées dans le cadre de ce travail ont été faites en absorption simple faisceau dans une plage d'analyse de 200 à 1500 nm, avec une bande passante spectrale (SBW) de 1 nm, un pas d'échantillonnage de 1 nm et un temps d'accumulation de 0,12 seconde par point. Le détecteur est un photomultiplicateur jusqu'à 860 nm et un détecteur InGaAs de 860 à 1500 nm.



Figure 19 : Spectromètre Perkin Elmer Precisely Lamda 1050 UV/VIS-NIR Bruker.

Remarque : Il était initialement prévu d'identifier les inclusions répertoriées grâce à la microsonde Raman. Cette technique permettant de focaliser le laser sur un point précis à l'intérieur de l'échantillon aurait permis d'identifier et de comparer la chimie de certaines inclusions avant et après traitement thermique.

Bien que les inclusions aient été répertoriées et cartographiées, il ne m'a pas été possible dans les délais prévus pour les manipulations de laboratoire de les retrouver avec certitude.

Le principal problème rencontré a été de retrouver les inclusions lorsque l'échantillon était placé sous la microsonde.

Sous le microscope optique à immersion, la pierre peut être bougée dans toutes les directions, ce qui permet une visualisation quasi immédiate en trois dimensions de la position de l'inclusion (et de son environnement). Sous la microsonde Raman, il n'est possible de faire bouger l'échantillon analysé que dans quatre directions d'un plan. Les repères choisis sous la loupe microscopique ne m'ont, dès lors, pas servis. La description et l'identification visuelle des inclusions ont donc été privilégiées par rapport à l'identification par microsonde Raman.

### 3.2.3 Méthode de traitement

Les deux échantillons ont été chauffés en milieu oxydant dans un des fours électriques de l'IMN.

Le four utilisé est un four électrique Carbolite type 3216 de modèle RHF 1500 pour un domaine de chauffage de 25° à 1400°C (*figure 20*).

En tenant compte des horaires conditionnés par les cours du DUG, il a été décidé de faire chauffer les échantillons en début de semaine 5.



Figure 20 :  
Four électrique  
Carbolite modèle  
RHF 1500.

Les échantillons ont été posés tels quels sur les briques réfractaires qui composent le corps du four.

Le point de départ est la température ambiante soit 26 °C avec comme objectif d'atteindre la température de 1400 °C en configurant une montée en température de 450 °C par heure.

Les différentes rampes de chauffage (*figure 21*) ont été programmées comme suit :

**Première rampe** => montée en température de 450°C par heure pour atteindre la température maximale de 1400°C.

**Deuxième rampe** => maintien programmé à la température de 1400°C pour 12 heures.

**Troisième rampe** => Le refroidissement a été programmé pour une perte de 450°C par heure.

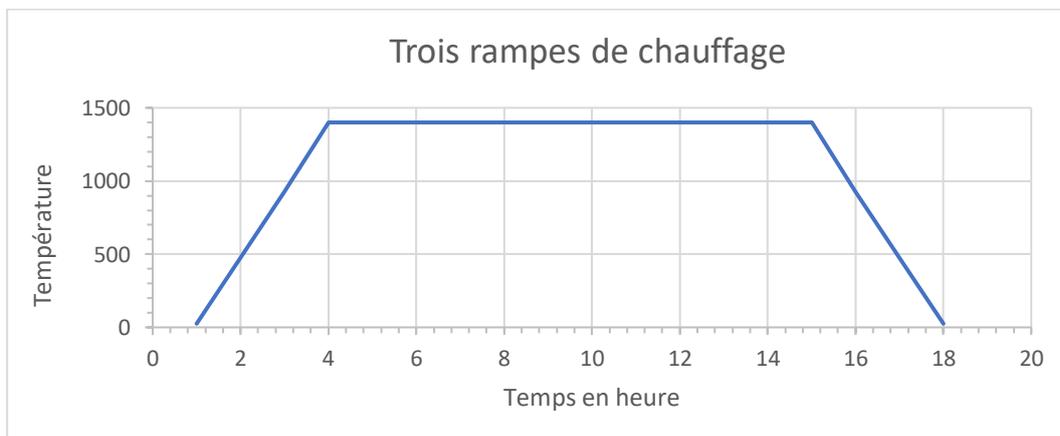


Figure 21 : Graphique représentant les trois rampes qui composent le temps de chauffage.

## 4. Résultats

### 4.1 Gemmologie classique

#### Observation à l'œil nu

A leur sortie du four, les deux échantillons montrent très clairement une perte de couleur par rapport à avant le traitement. La composante bleue de la couleur semble avoir diminuée pour l'échantillon OB.1 et tout à fait disparu pour l'échantillon OB.2 (*figure 22*).



Figure 22 : Echantillons OB.1 (à gauche) et OB.2 (à droite) à la sortie du four.

#### - Echantillon n° OB.1

L'échantillon OB.1 semble « avoir souffert du traitement ». Il est cassé et a perdu un petit morceau (*figure 23*).



Figure 23 : Face A de l'échantillon OB.1 avant traitement (à gauche) et après traitement (à droite).

Malgré ce changement de couleur, le pléochroïsme constaté sur l'échantillon OB.1 avant la chauffe semble toujours être légèrement visible (*figure 24*).



Figure 24 : Tranche gauche de l'échantillon OB.1 avant traitement (à gauche) et après traitement (à droite).

- Echantillon n° OB.2

La couleur de l'échantillon OB.2 s'est également éclaircie. Il est devenu incolore et semble plus turbide qu'avant le traitement (*figure 25 et 26*).



Figure 25 : Face A de l'échantillon OB.2 avant traitement (à gauche) et après traitement (à droite).



Figure 26 : Tranche gauche de l'échantillon OB.2 avant traitement (à gauche) et après traitement (à droite).

## Petits instruments

Les principales caractéristiques mesurées en gemmologie classique, avant et après traitement, sont présentées dans le tableau ci-dessous (*figure 26*). Les fiches de travail complètes de chaque échantillon avant et après traitement sont présentées dans les annexes pour information.

Caractéristiques / N.d'échantillon	OB.1 avant traitement	OB.1 après traitement	OB.2 avant traitement	OB.2 après traitement
Poids	2,881 ct	2,797 ct	4,543 ct	4,516 ct
Couleur	bleu moyen	bleu pâle	bleu pâle	blanc
Transparence	transparent (bcp d'inclusions)	transparent (bcp d'inclusions)	transparent (bcp d'inclusions)	transparent (bcp d'inclusions). Laiteux
Dimensions	9,3 x 6,9 x 3,5 mm	9,3 x 6,9 x 3,5 mm	15,4 x 6,6 x 4,5 mm	15,4 x 6,6 x 4,5 mm
Pléochroïsme	distinct	faible	aucun	aucun
Distribution couleur	hétérogène	moins hétérogène	hétérogène	homogène
Indice de réfraction	1,761 - 1,770	1,761 - 1,770	1,761 - 1,770	1,761 - 1,770
biréfringence	0,009	0,009	0,009	0,009
Signe optique	uniaxe négatif	uniaxe négatif	uniaxe négatif	uniaxe négatif
Masse spécifique	3,99 gr / cm <sup>3</sup>	3,99 gr / cm <sup>3</sup>	3,92 gr / cm <sup>3</sup>	3,92 gr / cm <sup>3</sup>
Spectroscope à main	une raie fine dans le bleu	Néant	Néant	Néant
Luminescence au ultraviolets courts (UVC)	inerte	inerte	inerte	Faible / bleu / hétérogène / crayeux ( <i>figure 27</i> )
Luminescence au ultraviolets longs (UVL)	inerte	inerte	Faible / orange - rouge / hétérogène / crayeux	Moyenne / Orange / hétérogène / crayeux ( <i>figure 29</i> )

*Figure 26* : Tableau représentant les principales caractéristiques mesurées en gemmologie classique avant et après traitement pour OB.1 et OB.2.

## La luminescence

On constate que la luminescence aux UVC de l'échantillon OB.2 a changé après traitement. L'échantillon montre après traitement une faible luminescence bleue d'aspect crayeux aux UVC (*figure 28*) qu'on ne retrouve pas dans les saphirs non chauffés (Emmett et al, 2005). Il montre également une même luminescence orange aux UVL après traitement qu'avant traitement (*figure29*).

Dans les deux cas, ces zones fluorescentes sont corrélées aux zones « plus incolores » et plus claires de l'échantillon (*figure 30*). Elles suivent la structure cristallographique de l'échantillon.

Luminescence OB.2 après traitement		
Luminescence	UVC	UVL
Intensité	Faible	Moyenne
Couleur	Bleu	Orange
Distribution	Hétérogène	Hétérogène
Turbidité	Crayeuse	Crayeuse



Figure 28 : Luminescence de OB.2 aux UVC après traitement.

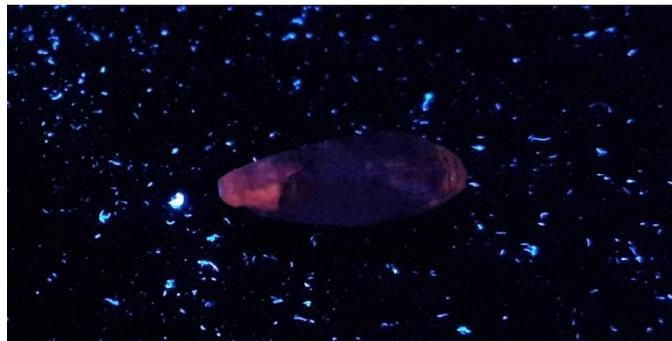


Figure 29 : Luminescence de OB.2 aux UVL après traitement.



Figure 30 : Photo de OB.2 montrant les parties les plus cristallines.

## La loupe trinoculaire

D'une manière générale, les inclusions des deux échantillons ont été relativement difficiles à photographier. Le grand nombre d'inclusions présentes dans le champ des photos a rendu difficile la prise de photos nettes. Après le traitement thermique subi, les deux pierres montrent des altérations de leurs fractures, fissures et givres de guérison. D'une manière générale, les fractures semblent plus opaques qu'avant traitement. Certaines inclusions solides ou cavités observées présentent des altérations après traitement, d'autres sont restées inchangées. J'ai sélectionné celles qui présentaient une altération intéressante pour ce travail.

### Echantillon OB.1

L'observation au microscope confirme l'éclaircissement de la couleur bleue. Les zonations de couleur sont beaucoup moins marquées après traitement qu'avant traitement (*figure 31*). On constate également un changement général de transparence des fissures (plus opaques après traitement).



Figure 31 : Les zonations de couleur sont beaucoup moins marquées après traitement qu'avant traitement. Lumière transmise (x15).

Lors de l'observation générale de la pierre après traitement, celle-ci montre une altération de nombreux petits cristaux fondus à l'apparence de « boule de neige » (*figure 32 et 33*), blanches opaques (parfois miroitantes) en lumière latérale et incidente (*figure 34*). Ces inclusions sont, selon la littérature consultée, typiques des saphirs chauffés du Sri Lanka (Hugues 2017).



Figure 32 : Inclusions à l'aspect « boule de neige ». Lumière latérale (x120).

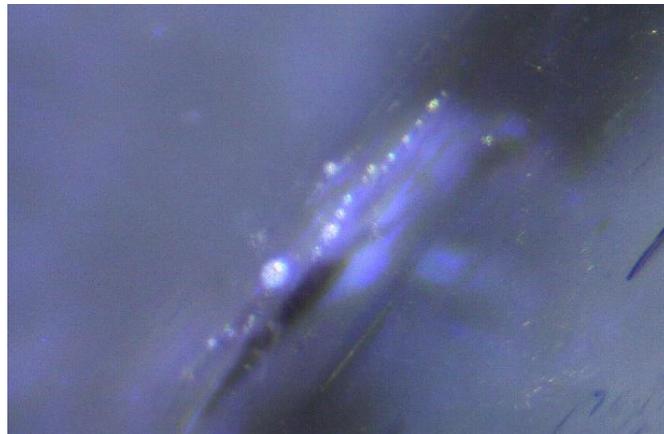


Figure 33 : Inclusions à l'aspect « boule de neige ». Lumière incidente (x120).

### Comparaison des inclusions avant et après traitements

Remarque : Afin d'éviter la répétition, pour chaque photo comparative avant/après, la photo « avant traitement » sera positionnée à gauche et la photo « après traitement » sera positionnée à droite.

Les quatre photos suivantes montrent un petit cristal qui, en lumière transmise, semble aux deux tiers opaque et à un tiers transparent (*figure 34*). Après le traitement, son aspect a changé, il est totalement opaque et présente un léger halo de dilatation en forme de fracture discoïde (*figure 35*).

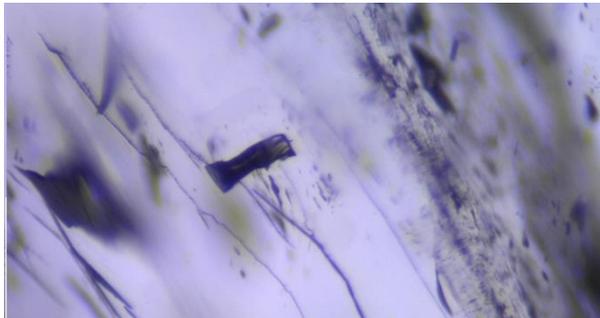


Figure 34 : Petit cristal (avant traitement). Lumière transmise (x180).

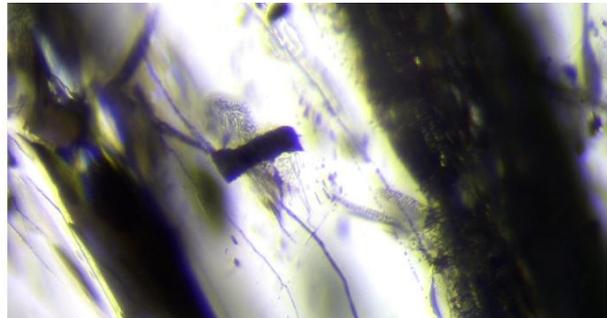


Figure 35 : Petit cristal entouré d'une fracture discoïde de dilatation (après traitement). Lumière transmise (x180).

Ce même petit cristal montre un changement de texture et de couleur après traitement (*figure 36*). Il est devenu « couleur rouille », il semble s'être oxydé et présente un aspect plus opaque et moins cristallin (*figure 37*).

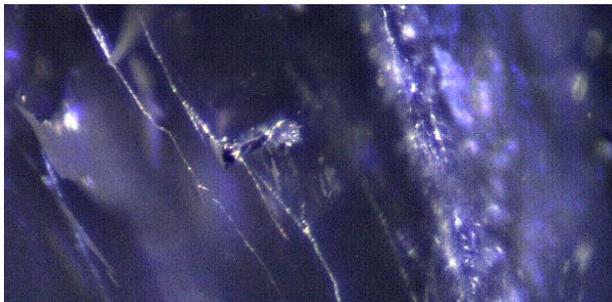


Figure 36 : Petit cristal (avant traitement). Lumière latérale + fibre optique (x180).

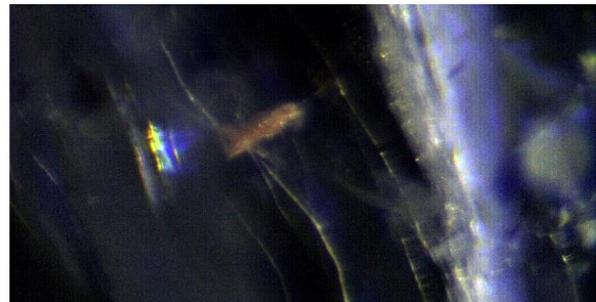


Figure 37 : Petit cristal a changé d'aspect et de couleur (après traitement). Lumière latérale + fibre optique (180).

Les deux photos suivantes montrent ce qui semble être un cristal négatif (*figure 38*). On a du mal à le voir sur la photo avant traitement, mais il semble que cette cavité contenait des petits cristaux qui sur la photo après traitement montre une altération en « aspect en boule de neige » (*figure 39*).

Un groupement de ces mêmes inclusions en « boule de neige » est également visible en premier plan.

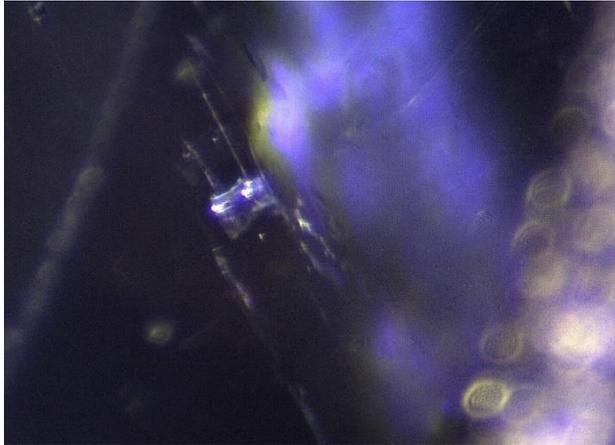


Figure 38 : Petit cristal négatif (avant traitement). Lumière latérale, (x135).

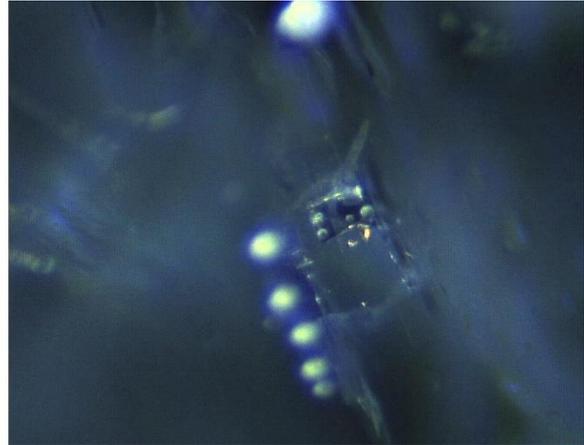


Figure 39 : Petit cristal (après traitement) présente une altération des petits cristaux qu'il contient (aspect boules de neige). Lumière latérale (x135).

Les deux photos suivantes montrent un réseau d'aiguilles de rutile. Les aiguilles sont complètes et bien formées sur la photo avant traitement (*figure 40 et 42*).

Sur la photo après traitement, elles ont un aspect dissous, en pointillé et moins marqué (*figure 41 et 42*), ce qui est caractéristique du comportement des soies de rutiles dans les saphirs qui ont subi un traitement (Hugues 2017).

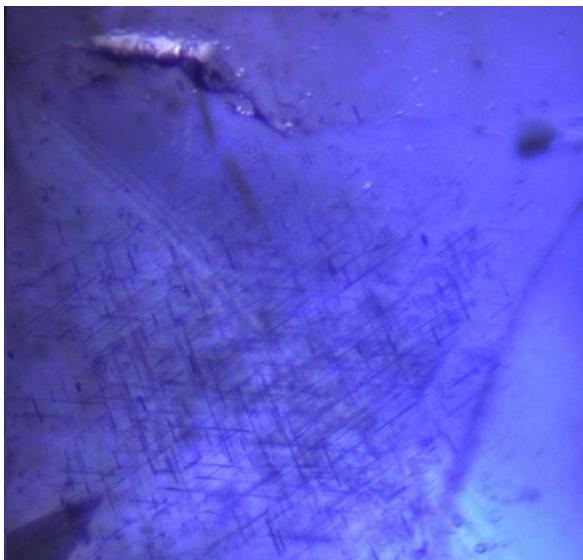


Figure 40 : Réseau d'aiguilles de rutile bien formées (avant traitement). Lumière transmise (x135).

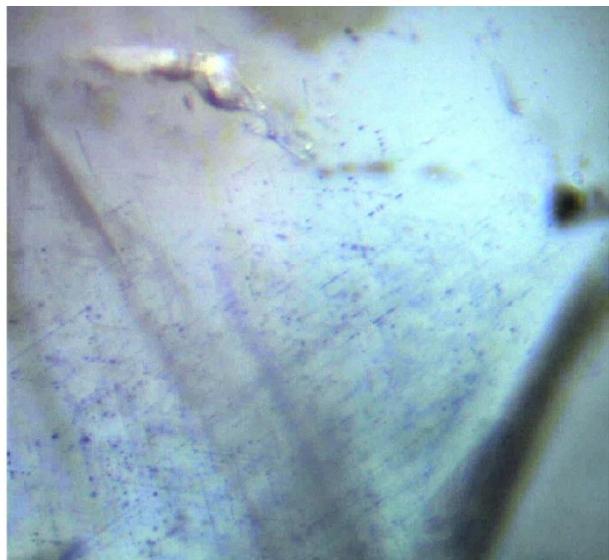


Figure 41 : Réseau d'aiguilles de rutile dissoutes (après traitement). Lumière transmise ( x135).

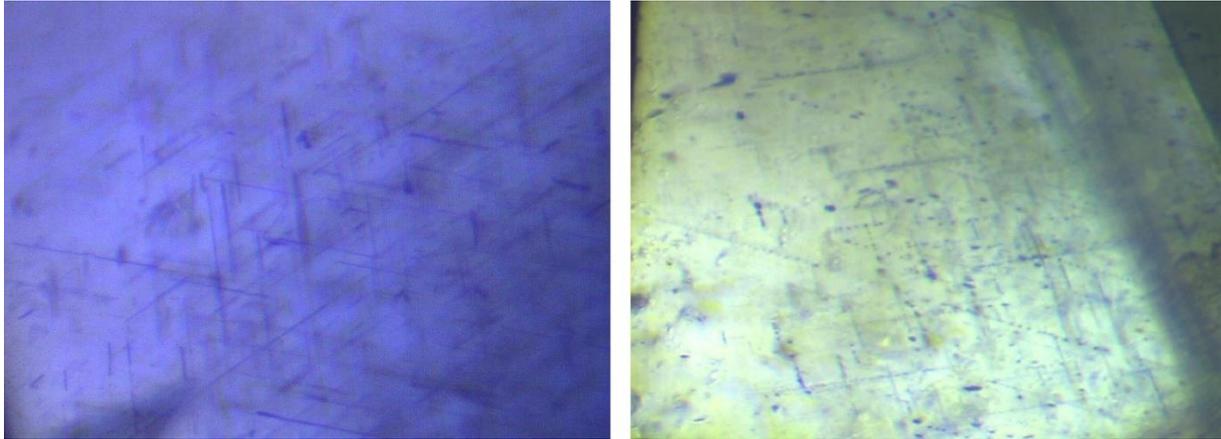


Figure 42 : Réseau d'aiguilles de rutile bien formées (avant traitement à gauche) et aspect dissous (après traitement à droite). Lumière transmise (x160).

### Echantillon OB.2

L'observation générale de la surface de l'échantillon OB.2 nous montre, à de nombreux endroits, des zones de dissolution hexagonales (*figure 43*) dans lesquels on distingue la dissolution en spirale (*figure 44*) (Fritsch et al 2016).

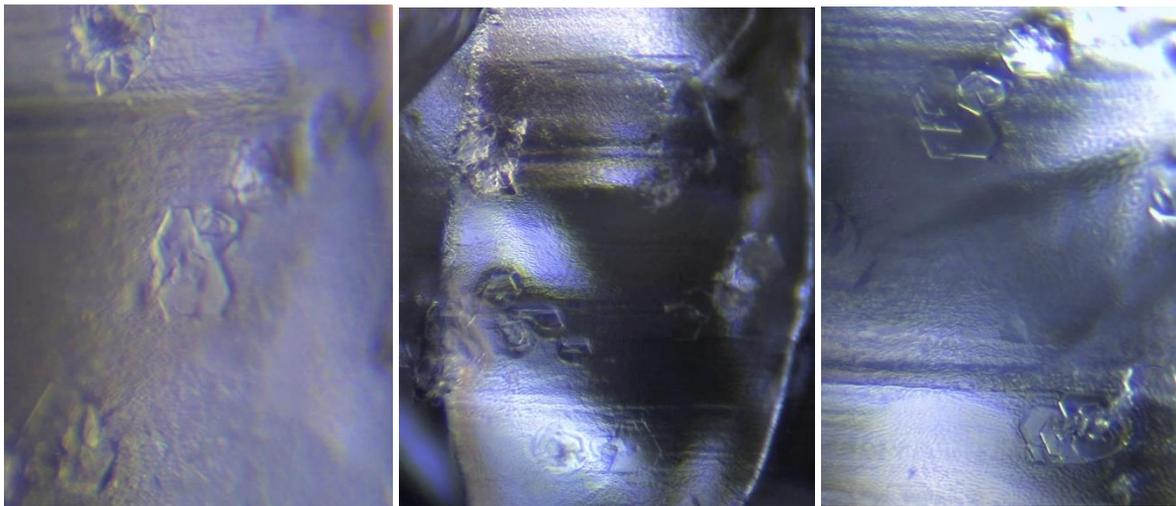


Figure 43 : Altération de la surface en forme de dissolution hexagonale après traitement thermique.

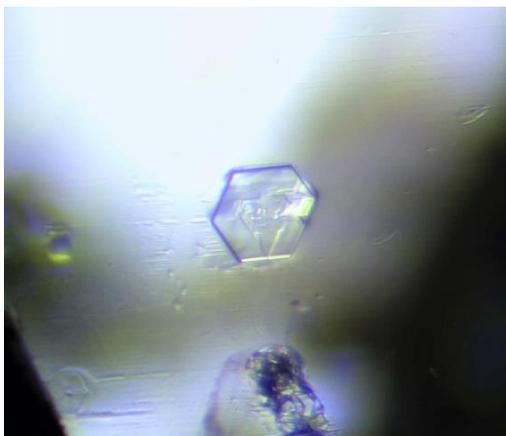


Figure 44 : Altération de la surface en forme hexagonale avec (dissolution en spirale) après traitement thermique.

Les photos suivantes montrent une altération du produit de remplissage (naturel) des cavités affleurantes. On constate que ces cavités ouvertes en surface étaient remplies d'un produit brun - jaune avant traitement (*figure 45*). Le produit qui remplissait a fondu et les cavités se sont vidées en laissant des traces de couleur rouille (*figure 46 et 47*).



**Figure 45** : Cavités affleurantes présentant un remplissage brun - jaune (avant traitement).



**Figure 46** : Ces mêmes cavités altérées par le traitement qui présentent des traces de couleur rouille.



**Figure 47** : Ces mêmes cavités altérées par le traitement qui présentent des traces de couleur rouille.

Ce phénomène ressemble au phénomène décrit dans l'article «Useful Visual Clue Indicating Corundum Heat Treatment » dans la revue *Gems and Gemology* (Koivula J. 2013).

L'article nous explique que certains saphirs sri-lankais présentent une inclusion de sulfure de fer en bloc avec une fissure qui atteint la surface, les deux étant recouverts de limonite brun-jaune. Après avoir été chauffé, le revêtement de limonite du sulfure et de la fissure connexe devient de l'hématite de couleur rouille (*figure 47 bis*).



**Figure 47 bis** : inclusion de sulfure de fer en bloc avec une fissure qui atteint la surface (à gauche). Le revêtement de limonite du sulfure et de la fissure devient de l'hématite de couleur rouille (à droite). Photomicrographies par Koivula J. (10 ×).

Les deux photos suivantes montrent des petits cristaux globulaires et tubulaires (figure 48) qui après traitement thermique présentent des fractures discoïdales de dilatation (figure 49).

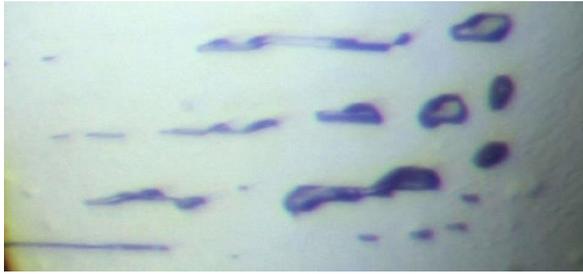


Figure 48 : ensemble de petits cristaux globulaires et tubulaires. Lumière transmise (x135).

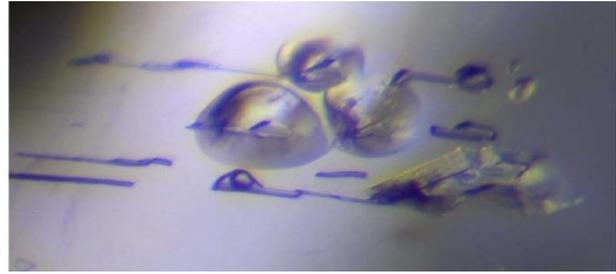


Figure 49 : ensemble de petits cristaux globulaires et tubulaires qui présentent des fissures discoïdales. Lumière transmise (x135).

Les deux photos suivantes montrent l'altération d'une fracture entourée d'un ensemble de petits cristaux négatifs (figure 50). La fracture après traitement montre un aspect plus opaque. Il semble qu'un début de recristallisation se soit initié (Hugues 2017). Les petits cristaux négatifs (au-dessus de la fracture) semblent moins nombreux (figure 51).

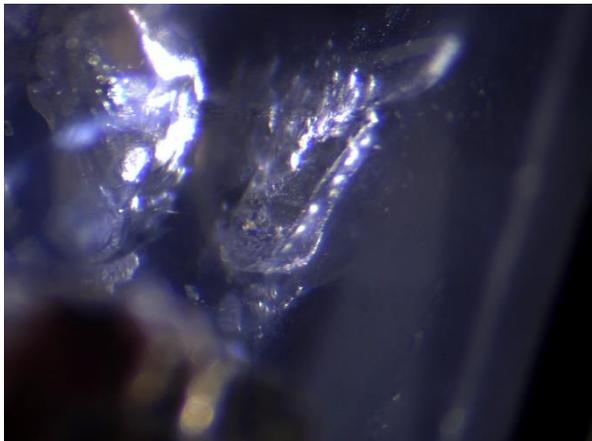


Figure 50 : Fracture partiellement guérie (avant traitement) surmontée par un ensemble de petits cristaux négatifs. Lumière latérale (x50).

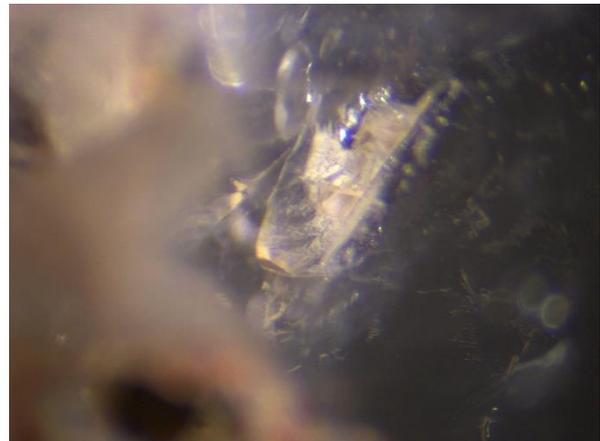


Figure 51 : Fracture montrant un stade de recristallisation plus avancé qu'avant traitement. Lumière latérale (x50).

Les quatre photos suivantes montrent un ensemble de cristaux (figure 52 et 54) qui après traitement présentent de petites fractures discoïdales en forme d'ailes d'insectes (figure 53 et 55).

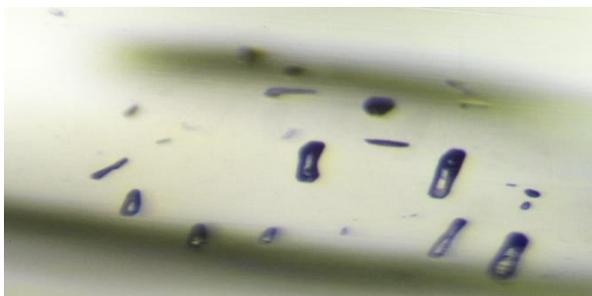


Figure 52 : Ensemble de petits cristaux (avant traitement). Lumière transmise (x120).

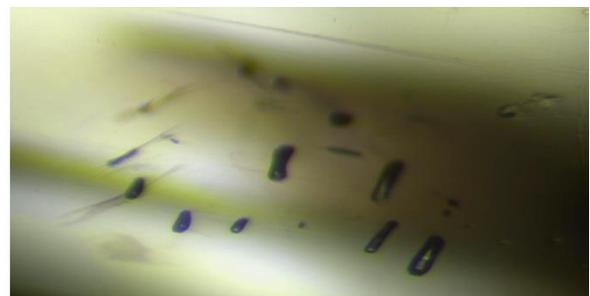
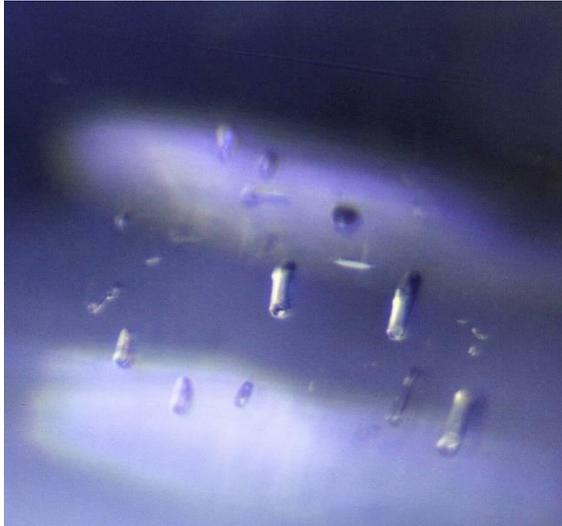
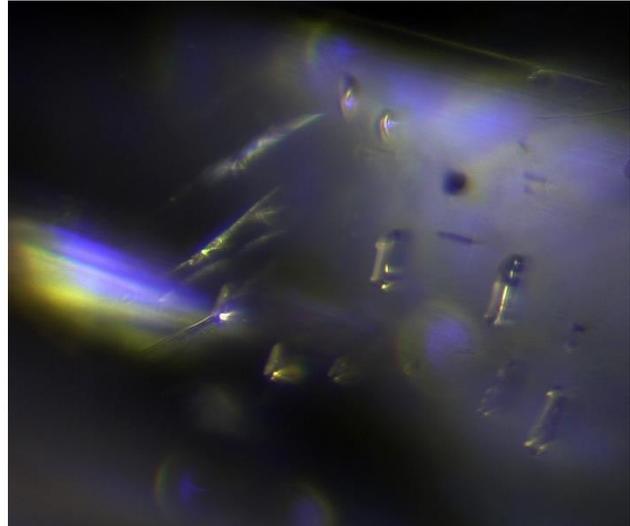


Figure 53 : Ensemble de petits cristaux qui présentent de petites fractures discoïdales (après traitement). Lumière transmise (x120).

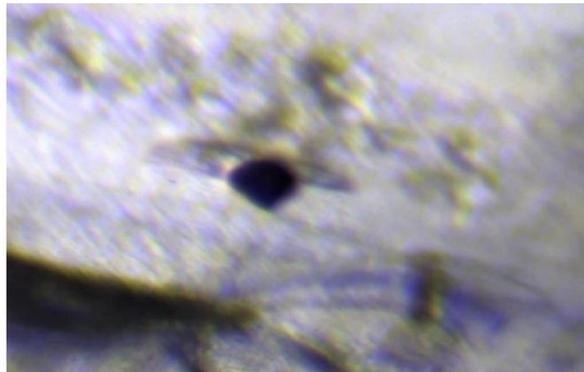
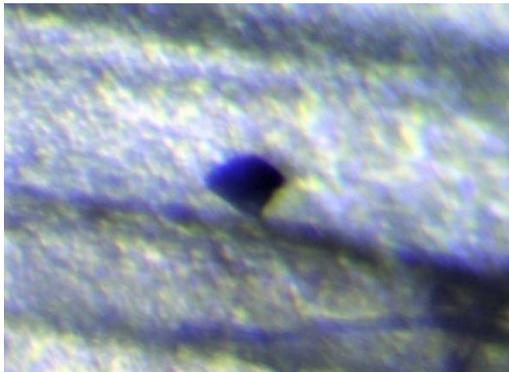


**Figure 54** : Ensemble de petits cristaux (avant traitement).  
Lumière latérale + fibre optique (x120).



**Figure 55** : Ensemble de petits cristaux qui présentent de petites fractures discoïdales (après traitement). Lumière latérale + fibre optique (x120).

Les six photos suivantes montrent un cristal en inclusion, probablement un zircon. On constate l'apparition d'une fracture discoïde après traitement (*figure 56*). Cette fracture discoïde et l'altération du cristal sont plus visibles en lumière latérale. Lumière sous laquelle, le cristal semble enrobé (*figure 57*).

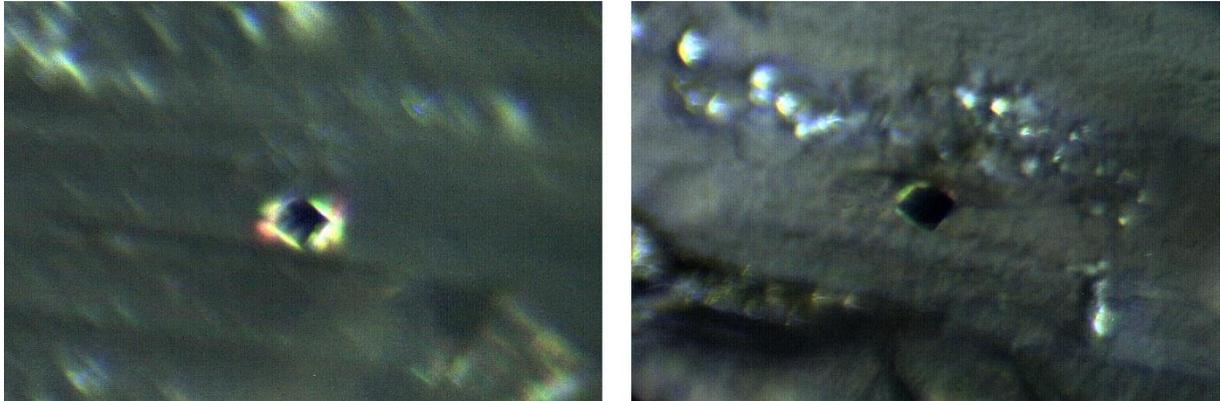


**Figure 56** : une fracture discoïde est visible autour du cristal après traitement (à droite). Lumière transmise (x180).



**Figure 57** : une fracture discoïdale autour du cristal et un aspect ouaté du cristal est visible après traitement (à droite). Lumière latérale (x180).

On constate sur les deux photos suivantes prises entre polarisateurs croisés et en lumière transmise que l'intensité du halo de tension (couleurs d'interférence) du cristal est moindre après le traitement (*figure 58*). Probablement parce que le cristal a commencé à se dissoudre.



**Figure 58** : l'intensité du halo de tension du cristal est plus faible après traitement (à droite). Lumière transmise + filtres polarisateurs croisés (x180).

## 4.2 Gemmologie de laboratoire

### Spectrométrie Raman à transformée de Fourier (FT-Raman)

#### - Echantillon OB.1

Les spectres FT-Raman de l'échantillon OB.1 (figure 59) correspondent au spectre de corindon de référence (Michel Pinet et al, 1992). Les pics constatés se situent à : 750, 644, 418 et 380  $\text{cm}^{-1}$ . On constate une différence d'intensité des pics, l'intensité des pics est moindre sur le spectre après traitement thermique.

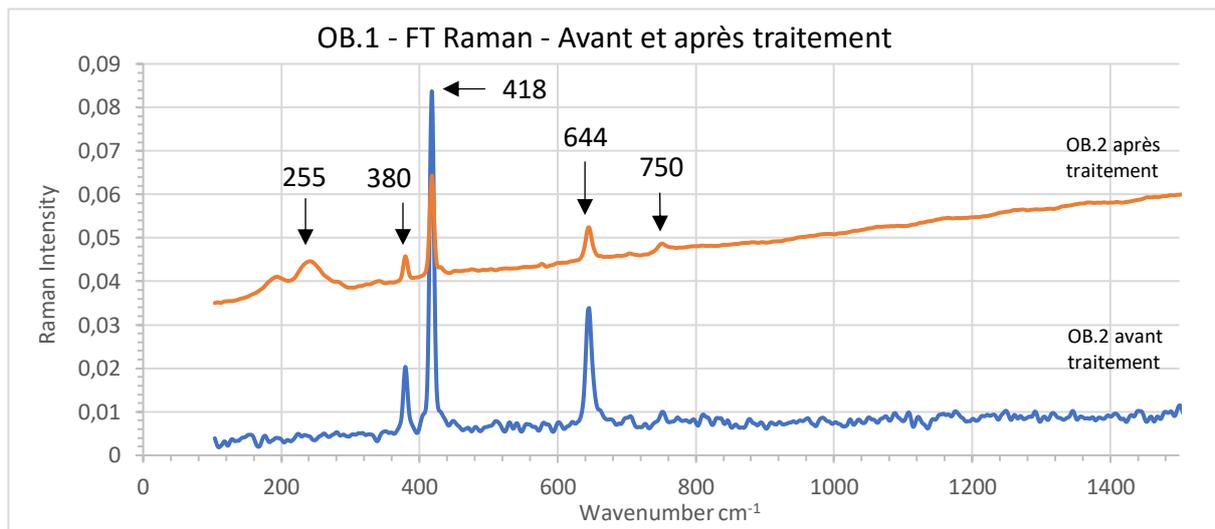


Figure 59 : Spectres FT-Raman de OB.1 avant et après traitement.

On constate également un pic supplémentaire à 255  $\text{cm}^{-1}$  dans le spectre après traitement qui pourrait être lié à la luminescence (Tuschel, 2016). Ce qui est étrange car l'échantillon OB.1 ne montre de luminescence ni avant, ni après traitement.

#### - Echantillon OB.2

Les spectres FT-Raman de l'échantillon OB.2 présentent des pics à 750, 418 et 380  $\text{cm}^{-1}$  (figure 60). Ce qui correspond également au spectre de référence d'un corindon. On constate la présence d'un pic supplémentaire (à 979  $\text{cm}^{-1}$ ) qui n'appartient pas au corindon et qui peut éventuellement représenter un autre produit en inclusion.

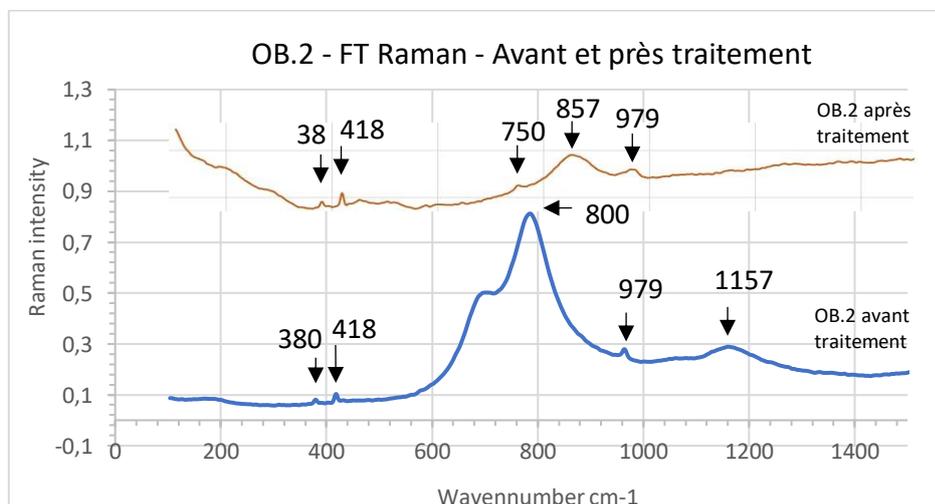


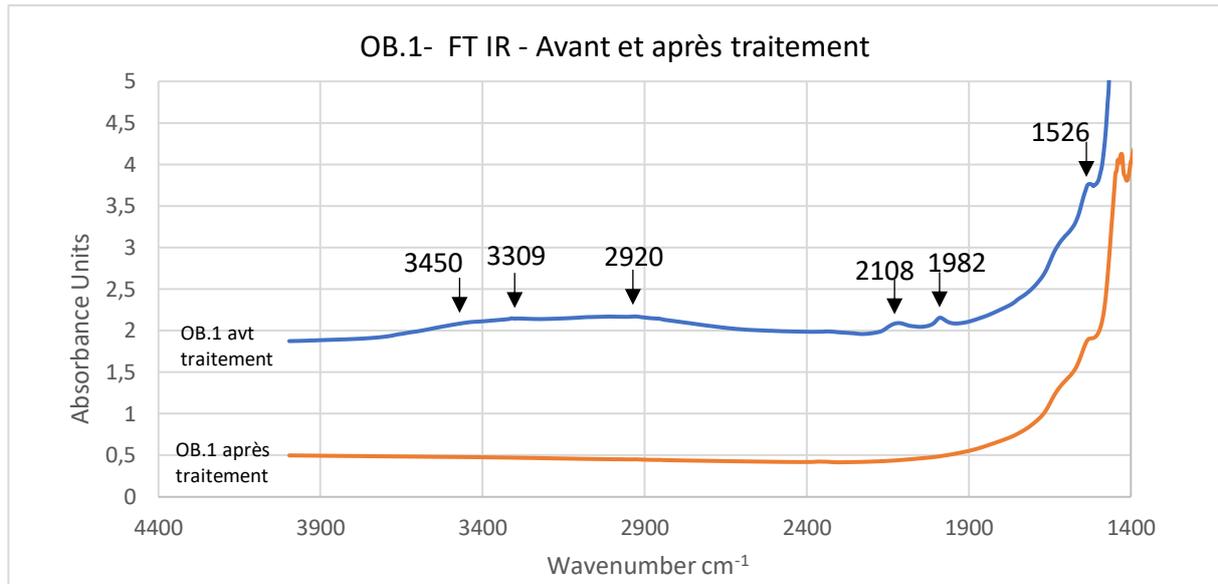
Figure 60 : Spectres FT-Raman de OB.2 avant et après traitement.

On constate aussi que les pics sont plus larges qu'avant traitement. Le spectre avant traitement présente une bande large entre 600 et 900  $\text{cm}^{-1}$  (épaulement à 715  $\text{cm}^{-1}$  et maximum à 800  $\text{cm}^{-1}$ ) et une bande large à 1157  $\text{cm}^{-1}$  qui sont absents du spectre après traitement.

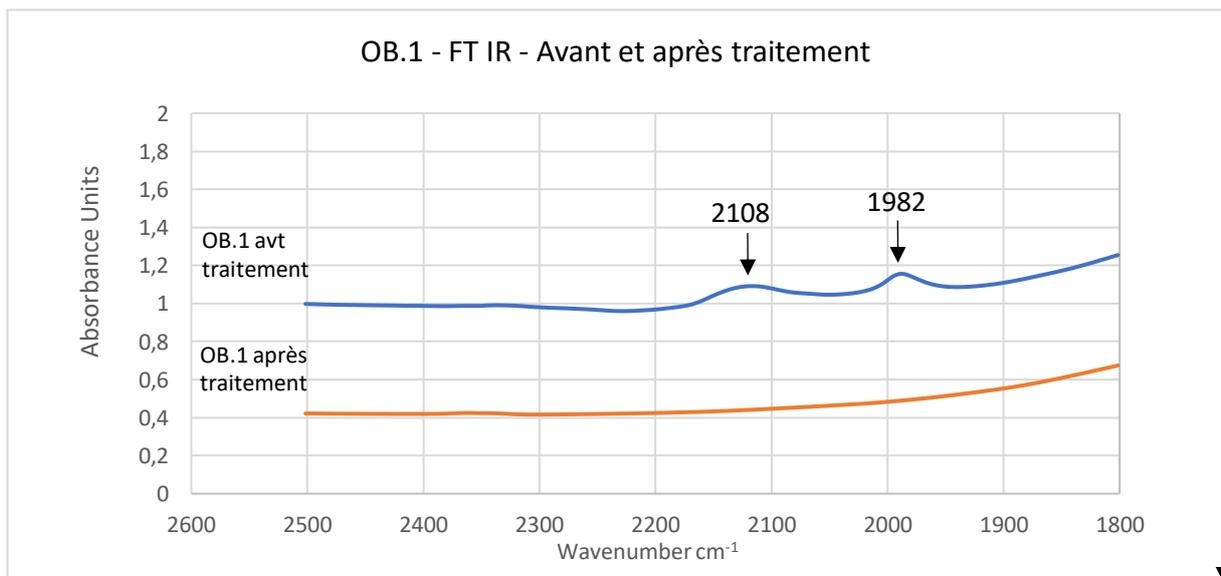
### Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR)

#### - Echantillon OB.1

Le spectre FT-IR de l'échantillon OB.1 (*figure 61*) avant traitement présente des pics de faible intensité à 1982, 2108, 2850, et 2920  $\text{cm}^{-1}$  probablement liés à la présence d'inclusions minérales (Hugues, 2017). Ces pics sont absents du spectre de OB.1 après traitement (*figure 62*).



**Figure 61** : Spectres FT-IR de OB.1 avant et après traitement qui montrent la disparition de larges bandes et de différents pics.



**Figure 62** : Spectres FT-IR de OB.1 avant et après traitement qui montrent la disparition de pics.

Le spectre avant traitement montre également une bande large vers  $3450\text{ cm}^{-1}$  (figure 63) qui pourrait être liée à l'eau dans les produits d'oxydation de surface et qui a disparu du spectre après traitement (Beran et al, 2003).

On constate également un tout petit pic à  $3310\text{ cm}^{-1}$  sur le spectre avant traitement et qui est absent du spectre après traitement (figure 63). Dans un premier temps, j'ai confondu ce pic avec un pic à  $3309\text{ cm}^{-1}$ . Ce qui semblait étrange puisque dans la littérature, un pic à  $3309\text{ cm}^{-1}$  dans un saphir d'origine métamorphique est un indice de traitement thermique.

C'est en lisant l'article de A. Beran et R. Rossman « OH in naturally occurring corundum » que je me suis rendu compte que je me trompais peut-être dans l'interprétation du spectre et que le pic est en fait à  $3310\text{ cm}^{-1}$  et correspond peut-être aux bandes des OH provenant de défauts hydriques intrinsèques qui ont été observées dans les spectres infrarouges d'un certain nombre de cristaux de corindon provenant de différentes localités (Beran et al, 2003).

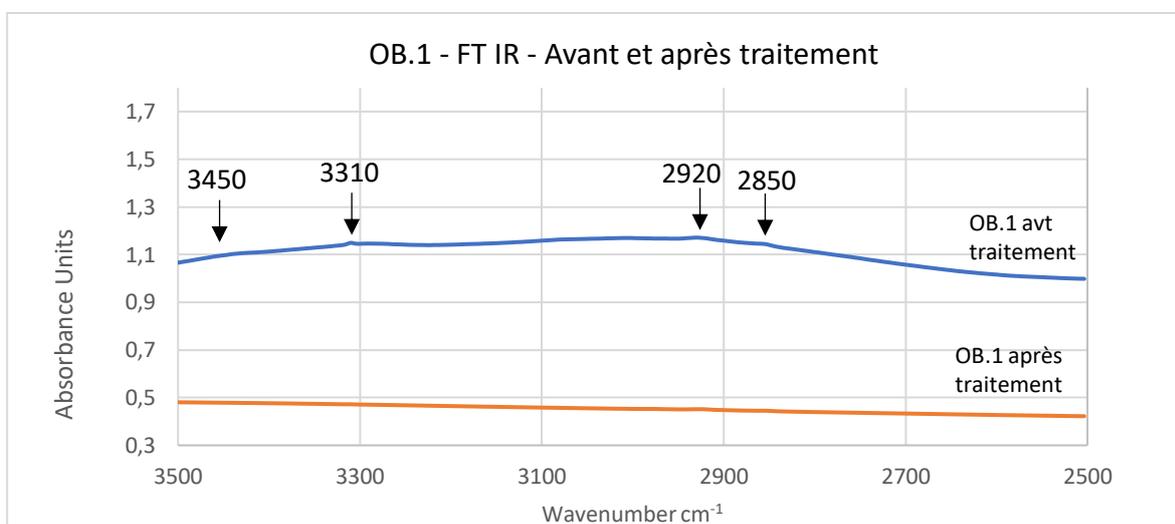


Figure 63 : Spectre FT-IR de OB.1 avant et après traitement qui montre la disparition de larges bandes et de différents pics.

- Echantillon OB.2

Le spectre FTIR de l'échantillon OB.2 (*figure 64*) présente une diminution du pic à  $2340\text{ cm}^{-1}$  qui pourrait être liée à la présence de  $\text{CO}_2$  (Hugues, 2017) et une quasi disparition de la bande large vers  $3400\text{ cm}^{-1}$  qui pourrait correspondre aux OH également (Beran et al. 2003).

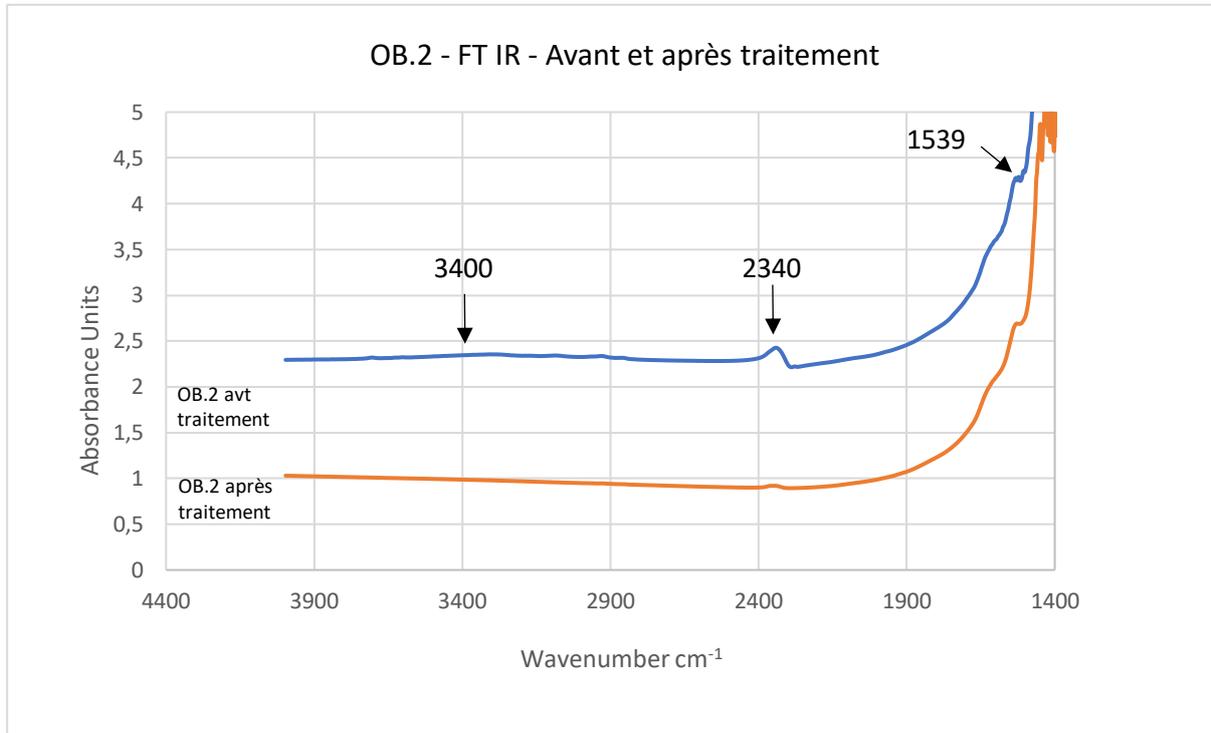


Figure 64 : Spectres FT-IR de OB.2 avant et après traitement qui montre la disparition d'une large bande et la diminution d'un pic.

## Spectrométrie UV/Visible/PIR

### - Echantillon OB.1

Une large bande entre 600 et 700 nm est présente sur le spectre de OB.1 avant le traitement (perpendiculaire à C). Selon la littérature, elle est due au transfert de charge Fer-Titane (Fritsch et al, 2013). Elle est absente du spectre de l'échantillon OB.1 avant traitement (// à C). Cette bande est également absente du spectre de l'échantillon OB.1 après traitement (figure 65).

Les spectres de OB.1 avant et après traitement présentent tous des pics à 380, 387 et 450 nm dus au fer (Hpone-Phyo Kan-Nyunt et al, 2013). On constate que sur le spectre de OB.2 après traitement les deux pics vers 380 nm sont beaucoup plus haut.

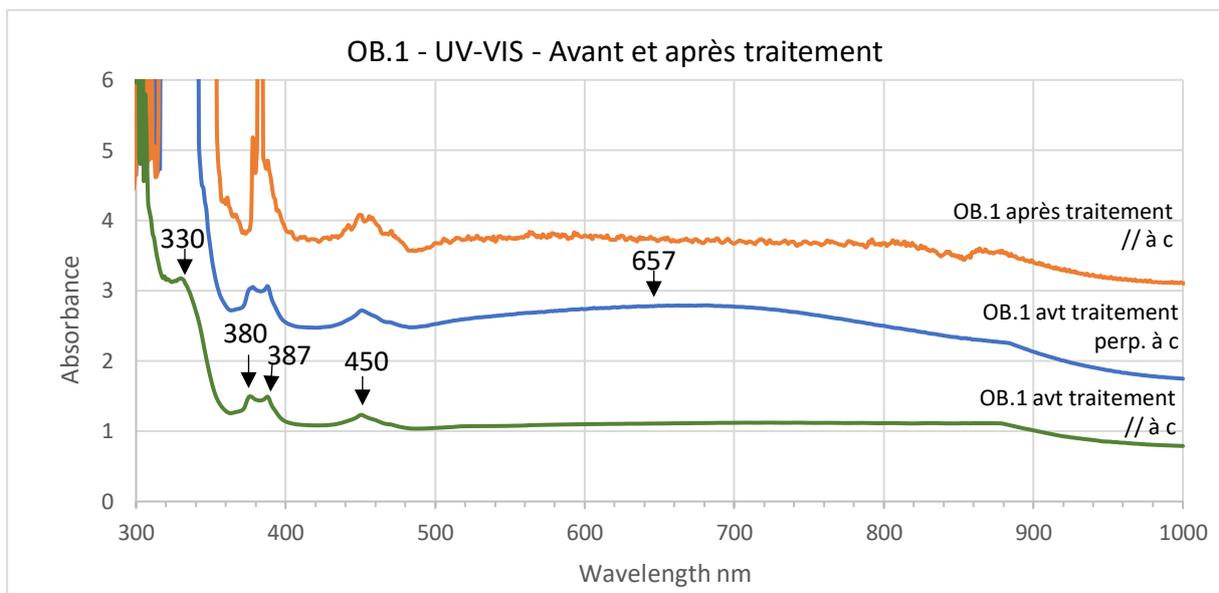


Figure 65 : Spectre UV-VIS de OB.1 avant (parallèle et perpendiculaire à C) et après traitement.

Les cuts offs des spectres sont différents : 300 nm pour le spectre OB.1 avant traitement (// à c), 350 nm pour spectre OB.1 avant traitement (perp. à C), 390 nm pour le spectre OB.1 après traitement.

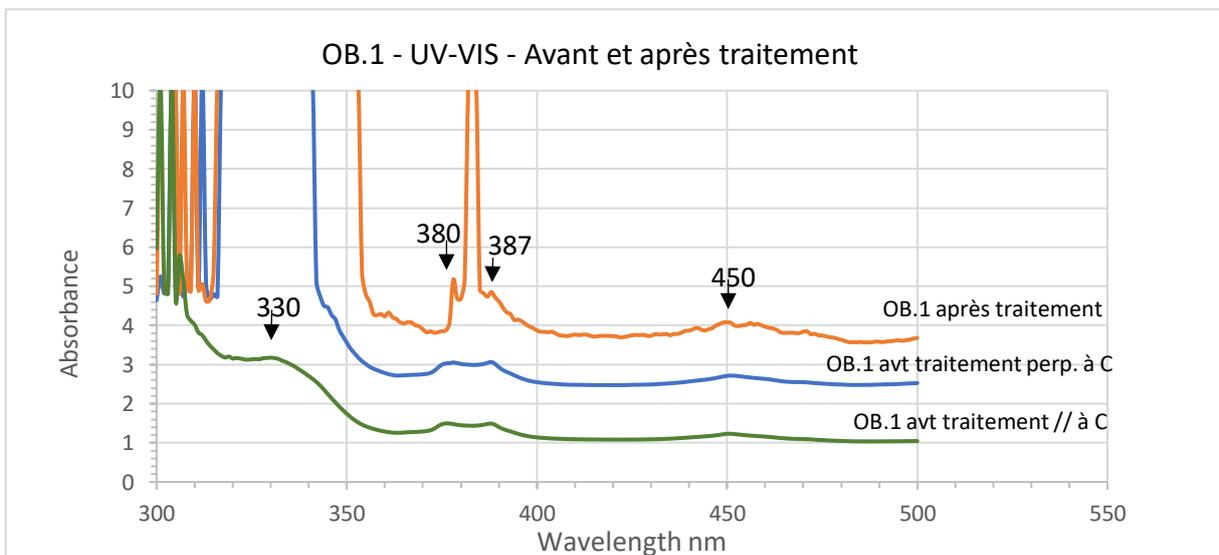


Figure 66 : Spectre UV-VIS de OB.1 avant (parallèle et perpendiculaire à C) et après traitement.

- Echantillon OB.2

Les spectres UV-VIS de OB.2 (avant et après) présentent des pics similaires à 293 nm et 295 nm avec une hauteur plus importante après traitement pour le pic à 293 nm.

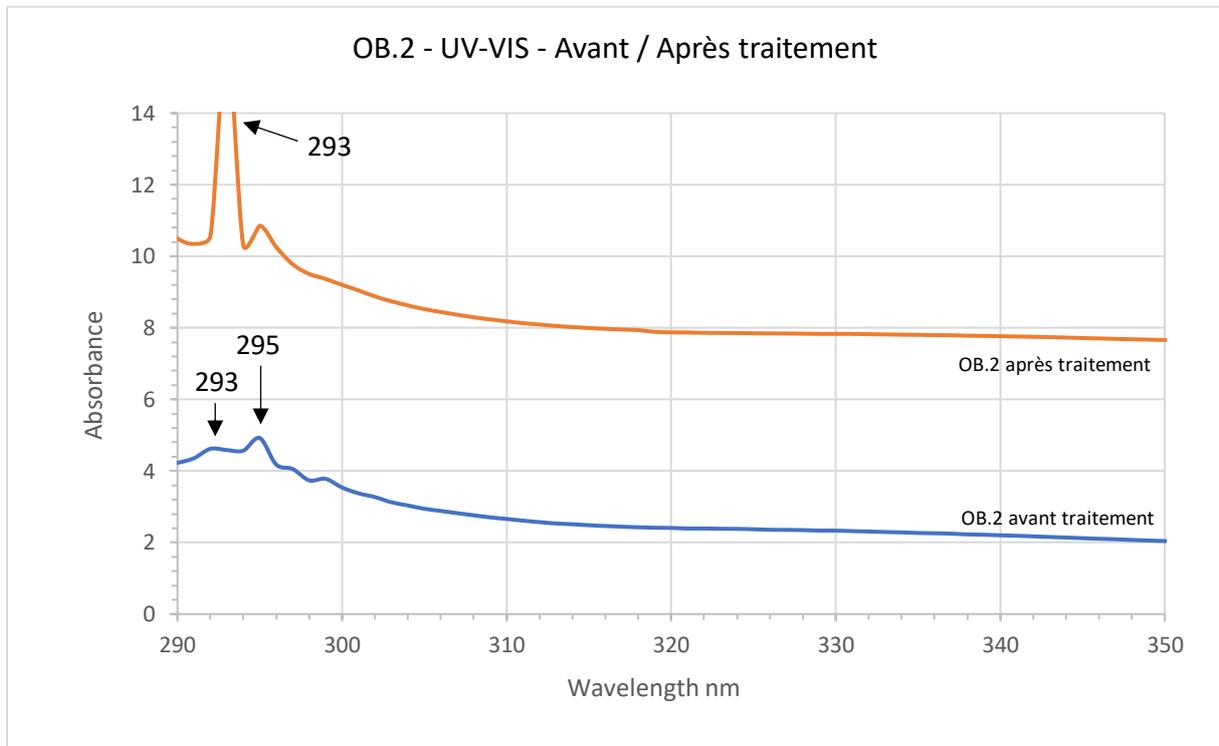


Figure 67 : Spectre UV-VIS de OB.2 avant et après traitement.

## 5. Discussion

### - Gemmologie classique

#### Les petits instruments

Le tableau synthétisant les résultats de gemmologie classique (cf. figure 26) nous montre que le traitement a peu, voire pas du tout, d'effet sur les résultats lus par les petits instruments de gemmologie classique. On note quand même pour les deux échantillons une perte de poids minime. Cette perte de poids est due à la casse de la pierre suivant une fracture préexistante pour l'échantillon OB.1 et vraisemblablement due à la disparition / transformation de produits de surface (affleurants) pour l'échantillon OB.2. Les photos prises au microscope (cf. figure 46 et 47) nous confirment l'altération de ces produits après traitement.

#### La luminescence

La luminescence aux UVC observée sur l'échantillon OB.2 semble correspondre à la luminescence constatée sur de nombreux saphirs traités thermiquement. Cette réaction n'est quasiment jamais trouvée dans les corindons non traités. Cette fluorescence bleue d'aspect crayeux qui suit la structure cristallographique de l'échantillon semble correspondre, selon la littérature, à une luminescence induite par le traitement thermique (Emmett et al, 2005).

La luminescence orange des saphirs est encore un sujet peu étudié. Il semble qu'elle soit intrinsèquement liée au réseau cristallin et à des centres à trou créés par des éléments de transition « métalliques » comme le Cr<sup>3+</sup> (Segura, 2013). Dans le cas de l'échantillon OB.2, il semble qu'on ne puisse donc pas attribuer cette luminescence au traitement thermique puisque qu'elle a été constatée avant et après traitement (voir figure 26).

#### La loupe trinoculaire

La littérature consultée divise le traitement thermique en deux catégories : le traitement à basse température et à haute température. Elle nous explique que chacune des deux catégories ne peut être simplement caractérisée par la température et que le temps pendant lequel est maintenue la température et les éléments chimiques présents dans l'échantillon font également varier les résultats du traitement thermique (Hugues 2017).

Le traitement thermique effectué dans le cadre de cette expérience, à une température maximale de 1400 °C, peut être considéré comme un traitement à basse, voire moyenne température. Alors qu'on pourrait s'attendre à n'avoir d'effet que sur la couleur, on remarque que le temps pendant lequel les échantillons sont restés à la température maximale (12 heures) a provoqué un début d'altération de la surface de la pierre et de certaines inclusions solides et liquides.

D'une manière générale les fractures sont devenues plus opaques qu'après traitement, peut-être à cause de l'évolution de la guérison. Certaines cavités ont légèrement changé d'aspect et certaines inclusions solides ont également commencé à changer d'aspect.

A ce sujet, les microphotographies nous montrent l'altération de certains cristaux qui ont commencé à fondre et qui présentent différents stades de dissolution. Ces cristaux en inclusions présentent, après traitement thermique, des fractures discoïdes de dilatation, un aspect « boules de neige » ou halo de tensions qui, selon la littérature, sont expliquées par le coefficient de dilatation thermique des cristaux inclus qui est plus grand que le corindon.

Lorsqu'ils sont chauffés, ces cristaux se développent plus que le saphir environnant et produisent des fissures discoïdes vitreuses ou opaques (Hugues 2017).

On constate également que certains cristaux ont changé de couleur et de texture, comme ce probable petit cristal de rutile qui s'est oxydé et est devenu couleur rouille. Ce changement de texture et de couleur est probablement la première étape de transformation avant de se dissoudre complètement à plus haute température (Nassau 1981).

Les photographies du probable zircon en inclusion qui montre l'apparition d'un halo de dilation et un changement d'intensité de halo de tension (sous filtres polarisateurs) après traitement, semblent correspondre au désordre chimique interprété sur les données obtenues au FT-Raman (Cf. Spectrométrie FT-Raman dans le point suivant - largeur des pics à  $979\text{ cm}^{-1}$ ).

#### - Gemmologie de laboratoire

##### Spectrométrie FT-RAMAN

###### Echantillon OB.1

Les pics constatés à  $750$ ,  $644$ ,  $418$  et  $380\text{ cm}^{-1}$  correspondent aux spectres de référence d'un corindon vu dans la littérature (Michel Pinet et al, 1992).

La diminution de l'intensité des pics après traitement thermique peut être due à un effet directionnel. Comme nous l'avons vu au cours du DUG, l'intensité du signal Raman n'est pas forcément reproductible et dépend aussi du focus, on ne peut donc pas attribuer ce changement d'intensité au traitement.

Le pic supplémentaire à  $255\text{ cm}^{-1}$  pourrait être lié à la luminescence (Tuschel, 2016). Ce qui est étrange car l'échantillon OB.1 ne présente de luminescence ni avant, ni après traitement.

###### Echantillon OB.2

Le spectre FT-Raman de l'échantillon OB.2 (avant et après traitement) montre également des pics de référence d'un spectre Raman de corindon vus dans la littérature :  $750$ ,  $644$ ,  $418$  et  $380\text{ cm}^{-1}$  (Michel Pinet et al, 1992).

Le pic à  $979\text{ cm}^{-1}$  n'appartient pas au spectre Raman de référence du corindon. Il semble selon la littérature que ce pic puisse être un des pics principaux du zircon et puisse donc être attribué à la présence de zircons en inclusion dans l'échantillon (Sutherland, 2008). La présence de zircons en inclusion dans l'échantillon OB.2 semble être confirmée par la microphotographie effectuée dans le cadre de ce travail (cf. figure 57).

Le fait que certains pics présents sur le spectre Raman de OB.2 soient plus larges après traitement semble pouvoir être attribué à un désordre chimique probablement induit par le traitement thermique (Fritsch et al, 2016). La diminution du halo de tension constatée sur la photographie du probable zircon (cf. figure 58) pourrait appuyer l'hypothèse de ce changement dans l'ordre chimique et donc expliquer la largeur du pic à  $979\text{ cm}^{-1}$  sur le spectre FT-Raman du de l'échantillon OB.2 après traitement.

La large bande constatée entre  $700$  et  $900\text{ cm}^{-1}$  (avec un sommet à  $800\text{ cm}^{-1}$  présente sur les spectres avant et après traitement (en intensité différente) et qui masque certains pics caractéristiques du corindon semble, selon la littérature, être probablement due à la luminescence orange de l'échantillon OB.2 (Tuschel, 2016). Cette luminescence, elle-même due au centre à trou provoqué par la configuration électronique du chrome en impureté dans le saphir (Segura, 2013).

## Spectrométrie à transformée de Fourier (FT-IR)

### Echantillon OB.1

Les pics à 1982, 2108 sont dus à la présence de boehmite et les pics à 2850, et 2920  $\text{cm}^{-1}$  sont dus à la présence de calcite. Le fait que ces pics aient disparus du spectre après traitement semble indiquer que ces minéraux en inclusion ont disparus ou été transformés par le traitement thermique. (Hugues, 2017).

La disparition de la large bande vers 3450  $\text{cm}^{-1}$  peut être liée à la disparition de l'eau dans les produits d'oxydation de surface et pourrait donc aussi être directement liée au traitement thermique subi (Hugues, 2017).

La présence d'une large bande vers 3500  $\text{cm}^{-1}$  et d'un pic à 3310  $\text{cm}^{-1}$  (confondu dans un premier temps avec un 3309  $\text{cm}^{-1}$ ) semble, selon la littérature, pouvoir être liée aux OH dans le saphir.

L'article de A. Beran et R. Rossman « OH in naturally occurring corundum » nous explique que ces bandes ont été mesurées sur plusieurs échantillons de corindon de différentes localités et qu'elles proviendraient de défauts hydriques intrinsèques de certains corindons (Beran et al, 2003).

### Echantillon OB.2

La diminution du pic à 2340 $\text{cm}^{-1}$  constatée sur le spectre FT-IR de l'échantillon OB.2 peut être liée à la disparition ou la diminution d'éventuelles inclusions contenant du  $\text{CO}_2$  après traitement thermique. Il faut cependant se méfier car selon la littérature, ce pic à 2340  $\text{cm}^{-1}$  pourrait également correspondre au  $\text{CO}_2$  de l'air dans le spectromètre au moment de la mesure (Hugues, 2017). Comme aucune observation des inclusions n'a pu confirmer la présence de  $\text{CO}_2$ , il ne faut donc pas garder dans ce cas-ci, cet élément comme un indicateur.

## Spectrométrie UV/Visible/PIR

### Echantillon OB.1

La large bande entre 600 et 700 nm présente sur le spectre de OB.1 avant le traitement (perpendiculaire à C) est responsable de la couleur bleue plus foncée avant le traitement. Elle est due au transfert de charge  $\text{Fe}^{2+} - \text{Ti}^{4+}$  (Fritsch et al, 2013). Il semble logique qu'elle soit absente de l'échantillon OB.1 après traitement puisqu'une des conséquences connues du traitement thermique en atmosphère oxydante est que la couleur bleue s'éclaircit avec le traitement et que le  $\text{Fe}^{2+}$  devient du  $\text{Fe}^{3+}$ .

Remarque : le spectre OB.1 avant traitement (// à C) ne présente également pas cette bande large, probablement parce que la couleur dans cette direction est moins saturée (cf. figure 23 et 24).

Le cut off étant la longueur d'onde en dessous de laquelle l'échantillon lui-même absorbe toute la lumière, le déplacement de ceux-ci peut être attribué à plusieurs choses, dont les transferts de charge oxygène-fer. Dans ce cas-ci, le traitement thermique subi en atmosphère oxydante a provoqué des transferts de charge. On peut donc dire qu'il est probable que le traitement thermique soit une des raisons du déplacement des cuts off mais pas la seule.

La variation de la hauteur du pic du Fer vers 380 nm du spectre après OB.1 après le traitement est selon la littérature (Fritsch et al, 2013) due à la création de pics de  $\text{Fe}^{3+}$  isolés directement lié au traitement thermique.

#### Echantillon OB.2

La variation de la hauteur du pic à 293 nm peut également être imputée à la création de pics de  $\text{Fe}^{3+}$  isolés par le traitement (Hugues 2017). Il aurait été intéressant de faire une comparaison en intensité d'absorption par rapport à la quantité de  $\text{Fe}^{3+}$  qui augmente ou décroît avec le traitement en faisant des spectres UV-VIS en coefficient d'absorption.

## 6. Conclusion

En réponse à la question posée dans l'introduction : l'analyse en gemmologie classique et de laboratoire de deux saphirs, nous montre-t-elle des différences dans les résultats avant et après traitement thermique ? La réponse est oui. Ces différences sont-elles, à elles seules, suffisantes pour en faire un critère déterminant de la présence d'un traitement ou de l'absence de traitement ? La réponse est beaucoup plus nuancée.

La littérature consultée m'a appris que le traitement thermique des corindons est un sujet qui a fait l'objet de nombreuses publications. Ce travail m'a permis de comprendre qu'il est important que les résultats obtenus soient interprétés ensemble et confrontés les uns aux autres. En gemmologie classique ou de laboratoire, un résultat révèle une indication plus ou moins forte qui doit être abordée comme une invitation à continuer la recherche.

À la vue des résultats, il apparaît que si un marchand veut se faire une idée relativement bonne de la présence d'un traitement thermique, il doit avoir recours dans un premier temps à l'observation des inclusions au microscope et l'observation visuelle de la luminescence de la pierre. L'altération de certaines inclusions, comme des cristaux fondus à l'aspect « boule de neige » ou des fractures discoïdes entourant des cristaux, tout comme une faible luminescence crayeuse de couleur bleue et qui suit la structure cristallographique, sont de fortes indications de traitement thermique.

Ces observations, assez faciles à faire hors laboratoire, doivent être confrontées aux résultats de laboratoire afin de confirmer ou infirmer la présence de traitement.

Les publications en gemmologie de laboratoire sur les conséquences du traitement thermique des corindons que j'ai consultées se concentrent sur la mesure et l'observation d'échantillons chauffés ou non chauffés. Une des perspectives, serait de développer cette expérience en liant celle-ci de manière systématique à l'échantillonnage effectué par les différents acteurs de la recherche et de la certification. Une pierre de chaque lot destiné à l'échantillonnage ferait l'objet de cette expérience (protocole standardisé de mesures avant et après traitement sur la même pierre). Les résultats enrichiraient les connaissances des mécanismes généraux connus et moins connus sur le traitement thermique.

Il me paraît indispensable, pour se rapprocher au plus près de la vérité statistique sur les conséquences du traitement, que l'expérience de comparaison des résultats avant et après traitement soit réalisée avec un plus grand nombre d'échantillons, en multipliant les paliers de traitement thermique tout en multipliant les mesures à chaque stade.

Par ailleurs, il serait important de pousser l'analyse des inclusions et de leur altération éventuelle en les identifiant à chaque stade avec la microsonde Raman. Il serait également intéressant de pousser l'analyse de la luminescence en spectroluminescence (variation, apparition, disparition) à chaque stade de chauffe afin d'identifier l'effet du traitement sur la luminescence.

Enfin, étant donné que le traitement a un effet considérable sur la couleur, des mesures spectrométriques à l'UV-VIS en coefficient d'absorption corrélées à des analyses en LA-ICP-MS à chaque stade de chauffe permettraient de mettre en évidence la relation entre la teneur de certains éléments en traces et la variation de couleur à chaque stade.

## 7. Bibliographie

- Hugues R. W. (2017), *Ruby and Sapphire – A gemmologist’s guide*, Lotus Publishing, 816 pages.
- Stone-Sundberg J. (2013), *Sapphire Series Part 4 : Gem Synthetic Sapphire and Diffusion-Treated Synthetics*, <https://www.gia.edu/gia-news-research-sapphire-series-treated-synthetics>, consultée le 12/10/2017.
- Schumman W. (2000), *Pierres Précieuses fines et ornementales*, 17<sup>ème</sup> édition revue et augmentée, Edition Delachaux et Niestlé 2015, page 102.
- Goldschmidt V. (1913), *Atlas der Krystallformen von Victor Goldschmidt*, Carl Winters Universitätsbuchhandlung Heidelberg 1918, pages 26 et 27.
- Société Royale Belge de Gemmologie, S.R.B.G. (2003), *Cours sur les inclusions*.
- Raynaud V. et Vertriest W. (2017), *Negative Crystals in Sapphires*, *MicroWorld Gems & Gemology*, spring 2017, Vol. 53, N°. 1, pages 107.
- Themelis T. (1992), *The Heat Treatment of ruby and sapphire*, Seconde Edition, Pages 30 à 38.
- Nassau K. (1981), *Heat Treating Ruby and Sapphire*, *Gems & Gemology Fall 1981*, pages 121 à 129.
- Weldon R. (2017), *An Introduction to Gem Treatments*, *GIA - Research News*, <https://www.gia.edu/gem-treatment>, consulté le 18/11/2017.
- Hughes R.W. et Emmett J.L. (2013), *Heat Seeker: UV Fluorescence as a Gemological*, première publication octobre 2005 et dernière mise à jour le 7 mars 2013, [http://www.ruby-sapphire.com/heat\\_seeker\\_uv\\_fluorescence.htm](http://www.ruby-sapphire.com/heat_seeker_uv_fluorescence.htm), consulté le 14/11/2017.
- Pinet M., Smith D.C., Lasnier B. (1992) *La microsonde Raman en gemmologie*, *Le livre de l’Association Française de Gemmologie.*, N° Hors serie 1992, pages 25.
- Sutherland F.L., Duroc-Danner J.M., Meffre S. (2008), *Age and origin of gem corundum and zircon megacrysts from the Mercaderes – Rio Mayo area, South-west Colombia, South America*. *Ore Geology Reviews* 34 (2008). Pages de 155 à 168.
- Fritsch E. et Segura O. (2013). . In *Color, All about Colored Gemstones*, Summer 2013, issue 23, publications LFG paris. Pages 34 à 35.
- Kan-Nyunt H., Karampelas S., Link K., Thu K., Kiefert L. et Hardy P. (2013) *Blue Sapphires from the Baw Mar Mine in Mogok*, *Gems & Gemmology*, Winter 2013, Vol. 49, N°. 4.
- Segura O. (2010). *La luminescence orange des corindons*. Mémoire de diplôme de gemmologie, Université de Nantes, France. Pages 14 et pages de 54 à 56.
- Fritsch E. et Rondeau B. (2016). *Cours sur la spectroscopie Raman*. Cours du diplôme de gemmologie, Université de Nantes, France (2016 – 2017).
- Fritsch E. et Rondeau B. (2016). *Cours sur la croissance cristalline*. Cours du diplôme de gemmologie, Université de Nantes, France (2016 – 2017).
- Tuschel D. (2016), *Photoluminescence Spectroscopy Using a Raman Spectrometer*. *Spectrometry*, septembre 2016 Issue Volume 31, Issue 9, pages 14 à 21.

- Koivula J. (2013), Useful Visual Clue Indicating Corundum Heat Treatment Gems and Gemology, Fall 2013, Vol. 49, N°3, page 161.
- Beran A. et Rossman R. (2003), OH in naturally occurring corundum. Division of Geological and Planetary Sciences, California Institute of Technology, Pasadena, USA 91125-2500. Pages 1 à 6.

## 8. Annexes

1. Fichier Excell qui centralise toutes les conditions d'observation et de prises de vue des inclusions.
2. Fiches de travail des échantillons avant et après traitement.

Echantillon OB.1													
Ref inclusion	Ref photo	Ref photo + mesure	Description	Occulaire	Grosslis.	Lentille suppl.	Eclairage	Poistion lumière	Filtres	Position pierre	Position inclusion	Liquide Immersion	
I.0	P1.OB1		La pierre en entier	Canon EOS 1200 D + optique zoom EFS 600 mm autofocus (20 cm) + 2 spots avec diffuseur de lumière 25 w (6400 K)									
I.1	P2.1.OB1		pléochroïsme // à l'axe optique	x20	x0,67	non	transmise	0°	diffuseur	Face A	partout	Ethanol	
	P2.2.OB1		pléochroïsme perp à l'axe optique	x20	x0,67	non	transmise	0°	diffuseur	Tranche	partout	Ethanol	
	P3.OB1		pléochroïsme sous filtres polariseurs	x20	x0,67	non	transmise	0°	non	FACE A	partout	Ethanol	
I.2	P4.OB1 (T)		zonages de couleur	x20	x0,77	non	transmise	0°	diffuseur	Face B 100°	Du bas à gauche en haut à droite	Ethanol	
I.3	P5.OB1		plan de maclage //	x20	x0,67	x1.5	transmise	0°	diffuseur + polariseurs croisés	Face A	3 à 4 plans qui traversent de gauche à droite. Moitié supérieur de la face.	Ethanol	
	P5.1.OB1			x20	x0,67	non	transmise	0°	diffuseur + polariseurs croisés	Face B inversée + 100°	3 à 4 plans qui traversent de gauche à droite. Moitié supérieur de la face.	Ethanol	
	P5.2.OB1	P5.2.OB1.Mesure	lamelles de maclage	x20	x0,90	x1.5	transmise	0°	polarisé fond éteind	Tranche droite + face A inversée	traverse la tranche du haut à droite à la moitié de la pierre à gauche	Ethanol	
	P6.OB1	P6.OB1_Mesure (RMQ: Gamma à 0,33)	plan de maclage // + lignes d'interférences de l'axe optique	x20	x0,67	non	transmise	0°	opaque + polariseurs croisés	Face A inversée + 130°	3 à 4 plans qui traversent de gauche à droite. Moitié supérieur de la face + axe optique en haut de la face	Ethanol	
	P7.OB1	P7.OB1_Mesure (RMQ: Gamma à 0,33)		x20	x0,67	non	transmise	0°	diffuseur + polariseurs croisés	Face A inversée + 130°	3 à 4 plans qui traversent de gauche à droite. Moitié supérieur de la face + axe optique en haut de la face	Ethanol	
I.4	P8.OB1 (T)	P8.OB1.Mesure	inclusion solide. Une partie noir et une partie claire en lumière transmise. Partie claire est miroitante en lumière incidente	x20	x4,5	x2	transmise	0°	diffuseur	FACE A	Voir schéma	Ethanol	
	P8.2.OB1			x20	x4,5	x2 x1,5	transmise	0°	diffuseur	FACE A	Voir schéma	Ethanol	
	P9.OB1	P9.OB1.Mesure		x20	x4,5	x2	transmise	0°	diffuseur	FACE A + 100°	Voir schéma	Ethanol	
	P10.OB1 (T)			x20	x4,5	x2	incidente	150°	non	FACE A + 100°	Voir schéma	Ethanol	
I.5	P11.OB1 (T)	P11.OB1.Mesure	Cicatrisation fracture. Cristallisation	x20	X4.5	x1.5	transmise	0°	diffuseur	FACE A + 100°	Voir schéma	Ethanol	
	P12.OB1	P12.OB1.Mesure		x20	X4.5	x1.5	incidente - latérale	135° à 180°	non	FACE A + 100°	Voir schéma	Ethanol	
	P12.2.OB1 (T)			x20	X4.5	non	latérale	90°	non	FACE A + 100°	Voir schéma	Ethanol	
I.6	P13.OB1 (T)	P13.OB1.Mesure	inclusion solide. Métallique ? Noir en lumière transmise et miroitant en lumière incidente	x20	X4.5	x1.5	transmise	0°	non	FACE A + 100°	Voir schéma	Ethanol	
	P13.1.OB1			x20	X4.5	x1.5 + x2	transmise	0°	non	FACE A + 100°	Voir schéma	Ethanol	
	P13.2.OB1			x20	X4.5	x1.5 + x2	latérale	90°	non	FACE A + 100°	Voir schéma	Ethanol	
	P14.OB1 (T)	P14.OB1.Mesure		x20	X4.5	x1.5	incidente	180°	non	FACE A + 100°	Voir schéma	Ethanol	

I.7	P15.OB1 (T)	P15.OB1.Me sure	réseau d'aiguilles. Rutile	x20	x4.5	x1.5	transmise	0°	diffuseur	Tranche B + face A inversée	Moitié supérieur gauche de la tranche. Voir schéma	Ethanol
	P15.1.OB1			x20	x4.5	x1.5 + x 2	transmise	0°	diffuseur	Tranche B + face A inversée	Moitié supérieur gauche de la tranche. Voir schéma	Ethanol
	P15.2.OB1			X20	x4.5	x1.5 + x 2	latérale	90°	non	Tranche B + face A inversée	Moitié supérieur gauche de la tranche. Voir schéma	Ethanol
	P15.1.OB1			x20	x4.5	non	transmise	0°	diffuseur	Tranche B + face A inversée	Moitié supérieur gauche de la tranche. Voir schéma	Ethanol
I.8	P16.OB1		axe optique // aux lamelles de macle	x20	x1,15	x1.5	transmise	0°	diffuseur	Tranche C + face A couchée	Milieu de la tranche	Ethanol
I.9	P17.OB1	P17.OB1.Me sure	inclusion transparente optiquement anisotrope. S'illumine sur fond noir avec filtres polariseurs	x20	x45	X2	transmise	0°	diffuseur	Face A	Voir schéma	Ethanol
	P18.OB1			x20	x45	X2	transmise	0°	diffuseur + polariseurs croisés	Face A	Voir schéma	Ethanol
	P19.OB1			x20	x45	X2	latérale	90°	non	Face A	Voir schéma	Ethanol
I.10	P20.OB1	P20.OB1.me sure	Cristal négatif ?	x20	X45	X2	transmise	0°	diffuseur	Face A	Voir schéma	Ethanol
I.11	P21.OB1	P21.OB1.me sure	inclusion solide opaque. Noir en transmise et miroitant en latérale. Metalique ?	X20	X45	X1.5	transmise	0°	diffuseur	Tranche D + 0°	Voir schéma (coté supérieur au milieu de la tranche)	Ethanol
	P22.OB1			X20	x45		Latérale	90°	non	Tranche D + 0°	Voir schéma (coté supérieur au milieu de la tranche)	Ethanol
	P23.OB1	P23.OB1.me sure		X20	x45		Latérale	270°	non	Tranche D + 170°	Voir schéma (coté supérieur au milieu de la tranche)	Ethanol
	P24.OB1			X20	x45		Latérale	270° et 90°	non	Tranche D + 170°	Voir schéma (coté supérieur au milieu de la tranche)	Ethanol
	P24.1.OB1			X20	x40	x1,5	Latérale	90°	non	Tranche D + 210°	Voir schéma (coté supérieur au milieu de la tranche)	Ethanol
	P24.1.OB2			X20	x40	x1,5	Latérale	90°	non	Tranche D + 200°	Voir schéma (coté supérieur au milieu de la tranche)	Ethanol
I.12	P25.OB1	P25.OB1.me sure	Groupe de cristaux lamellaires //. Très fins. Noires en transmise, en latérale et en incidente.	X20	x1,75	x1.5	Transmise	0°	diffuseur	Face B + 70°	Voir schéma (Milieu bas de la face B)	Ethanol
	P26.OB1	P26.OB1.me sure		X20	x1,75	x1.5	Transmise	0°	diffuseur	Face B	Voir schéma (Milieu bas de la face B)	Ethanol
	P27.OB1			X20	x1,5	x1.5	latérale	270°	non	Face B + 70°	Voir schéma (Milieu bas de la face B)	Ethanol
	P28.OB1			X20	x1,75	x1.5	incidente	180°	non	Face B + 70°	Voir schéma (Milieu bas de la face B)	Ethanol
I.13	P29.OB1		Fracture avec givre de guérison composé d'un ensemble de cristaux négatifs de forme globulaire ?	X20	x4,5	non	transmise	0°	diffuseur	Tranche D	Voir schéma (centre gauche de la tranche)	Ethanol
	P30.OB1			X20	x4,5	x2	transmise	0°	diffuseur	Tranche D	Voir schéma (centre gauche de la tranche)	Ethanol
	P31.OB1			X20	x4,5	X2	latérale	90°	diffuseur	Tranche D	Voir schéma (centre gauche de la tranche)	Ethanol
	P32.OB1	P32.OB1		X20	x1	x1,5	latérale	90°	non	Tranche D	Voir schéma (centre gauche de la tranche)	Ethanol

I.14	P33.OB1		Fracture avec givre de guérison / cristallisation dentritique	X20	x45	x1,5	transmise	0°	diffuseur	Face A (Couchée sur la tranche C)	Voir schéma	Ethanol
	P34.OB1			X20	x45	x1,5	transmise	0°	diffuseur	Face A (Couchée sur la tranche C)	Voir schéma	Ethanol
I.15	P35.OB1		cristal de forme lamellaire noire (voir I.12) terminant transparent. Cavité? Cristal négatif ? Inclusion solide ?	X20	x45	x1,5	transmise	0°	diffuseur	Face A 0°	Voir schéma	Ethanol
	P36.OB1			X20	x45	x1,5	incidente	180°	non	Face A 0°	Voir schéma	Ethanol
	P37.OB1			X20	x45	x1,5	latérale	90°	non	Face A + 130°	Voir schéma	Ethanol
	P38.OB1			X20	x45	x1,5	latérale	90°	non	Face A + 135°	Voir schéma	Ethanol
I.16	P39.OB1 (T)		fracture / cicatrisation	X20	x4,5	x2	transmise	0°	diffuseur	face A + 135°	voir schéma	Ethanol
	P40.OB1 (T)			X20	x4,5	x2	latérale	90°	non	face A + 135°	voir schéma	Ethanol
	P41.OB1			X20	x4,5	x2	incidente	180°	non	face A + 135°	voir schéma	Ethanol
I.17	P42.OB1		inclusion transparente et opaque. La partie transparente reste éliminée en polariseurs croisés. Miroitant en latérale	X20	x4,5	x2	transmise	0°	diffuseur	face A + 135°	voir schéma	Ethanol
	P43.OB1			X20	x4,5	x2	latérale	90°	non	face A + 135°	voir schéma	Ethanol
	P44.OB1			X20	x4,5	x2	incidente	180°	non	face A + 135°	voir schéma	Ethanol
I.18	P45.OB1		inclusion opaque. Reflet métallique en latérale	X20	x4,5	x2 + x1,5	transmise	0°	diffuseur	Tranche B + face A inversée	voir schéma. Juste au dessus de I.7	Ethanol
	P46.OB1			X20	x4,5	x2 + x1,5	latérale	90°	non	Tranche B + face A inversée	voir schéma. Juste au dessus de I.7	Ethanol

Echantillon OB.1												
Ref inclusion	Ref photo	Ref photo + mesure	Description	Oculaire	Grossis.	Lentille suppl.	Eclairage	Poistion lumière	Filtres	Position pierre	Position inclusion	Liquide Immersion
I.0	P1.OB2		La pierre en entier	Canon EOS 1200 D + optique zoom EFS 600 mm autofocus (20 cm) + 2 spots avec diffuseur de lumière 25 w (6400 K)								
I.1	P2.OB2		Face A (sert pour leschéma de repères)	x20	x0,9	non	transmise, latérale, incidente	0°, 90°, 270°	diffuseur	face A		Ethanol
	P3.OB2		Face B (sert pour leschéma de repères)	x20	x0,9	non	transmise, latérale, incidente	0°, 90°, 270°	diffuseur	face B		Ethanol
I.2	P4.OB2	P4.OB4.mesure	Miroitant en latérale. Reste éteinte entre polariseurs croisés. Inclusion transparente isotrope ? Cristal négatif ?	X20	x4,5	x1,5	transmise	0°	diffuseur	face B	voir schéma	Ethanol
	P5.OB2			X20	x4,5	x1,5	transmise	0°	diffuseur	face B	voir schéma	Ethanol
	P6.OB2			X20	x4,5	x1,5	transmise	0°	non	face A	voir schéma	Ethanol
	P7.OB2	P7.OB4.mesure	X20	x4,5	x1,5	latérale	280°	non	face A	voir schéma	Ethanol	
	I.3	P8.OB2	P8.OB4.mesure	Miroitant en latérale. Reste éteint entre polariseurs croisés. Inclusion solide transparente isotrope ?	X20	x2	x1,5	transmise	0°	diffuseur	face A	voir schéma
P9.OB2		P9.OB4.mesure	X20		x2	x1,5	latérale	90°	non	face A	voir schéma	Ethanol
P10.OB2		P10.OB4.mesure	X20	x2	x1,5	Incidente	180°	non	face A	voir schéma	Ethanol	
I.4	P11.OB2 (T)	P12.OB4.mesure	Vue globale sur un ensemble de 4 inclusions : un amas d'aiguilles, un cristal prismatique, cristal de forme globulaire, et un cristal en forme de tube	X20	x4,5	1,5	transmise	0°	diffuseur	face A	voir schéma	Ethanol
	P12.OB2			X20	x4,5	1,5	transmise	40°	diffuseur	face A	voir schéma	Ethanol
	P13.OB2			X20	x4,5	1,5	latérale	90°	non	face A	voir schéma	Ethanol
	P14.OB2	X20		x4,5	1,5	Incidente	180°	non	face A	voir schéma	Ethanol	
I.5	P15.OB2		Phénomène de tension	X20	x2	x1,5	transmise	0°	diffuseur	face A	voir schéma	Ethanol
	P16.OB2	P16.OB2.mesure		X20	x2	x1,5	transmise	0°	polariseurs croisés	face A	voir schéma	Ethanol
I.6	P17.OB2	P17.OB2	Givre de guérison presque "guérit". Cristaux négatifs / cavités ? Restent éteints entre polariseurs croisés.	X20	x4,5	x1,5	transmise	0°	diffuseur	face A	voir schéma	Ethanol
	P18.OB2	P18.OB2.mesure		X20	x4,5	x1,5	latérale	90°	non	face A	voir schéma	Ethanol
I.7	P19.OB2		Inclusion solide opaque. Sombre en transmise. Miroitante en latérale. Forme cristalline.	X20	X3	1,5	transmise	0°	diffuseur	face A + 135°	voir schéma	Ethanol
	P20.OB2			X20	x3	1,5	latérale	90°	non	face A + 135°	voir schéma	Ethanol
	P21.OB2	P21.OB2.mesure	X20	x3	1,5	incidente	180°	non	face A + 135°	voir schéma	Ethanol	
I.8	P22.OB2 (T)		Inclusion solide opaque. Sombre en transmise. Miroitante en latérale. Forme cristalline.	X20	x2	1,5	transmise	0°	diffuseur	face A	voir schéma	Ethanol
	P23.OB2 (T)			X20	X2	1,5	latérale	90°	non	face A	voir schéma	Ethanol
I.9	P24.OB2		Guérison. Cristaux négatifs associés à la guérison d'une fracture ?	X20	X4,5	X2	transmise	0°	diffuseur	face A	voir schéma	Ethanol
	P25.OB2			X20	x4,5	X2	latérale	90°	non	face A	voir schéma	Ethanol
I.10	P26.OB2		Guérison. Cristaux négatifs ?	X20	x4,5	X2	transmise	0°	diffuseur	face B	voir schéma	Ethanol
	P27.OB2			X20	x4,5	X2	latérale	90°	non	face B	voir schéma	Ethanol
	P28.OB2			X20	x4,5	X2	incidente	180°	non	face B	voir schéma	Ethanol
I.11	P29.OB2			X20	x4,5	x1,5	transmise	0°	diffuseur	face B	voir schéma	Ethanol
	P30.OB2			X20	x4,5	x1,5	latérale	90°	non	face B	voir schéma	Ethanol
	P31.OB2			X20	x4,5	x1,5	incidente	180°	non	face B	voir schéma	Ethanol

I.12	P32.OB2 (T)		Inclusion opaque qui vient jusqu'à la facette. Zones de tension visibles en polariseurs croisés.	X20	x1.5	x1.5	transmise	0°	diffuseur	face B	voir schéma	Ethanol
	P33.OB2 (T)			X20	x1.5	x1.5	latérale	90°	non	face B	voir schéma	Ethanol
	P34.OB2			X20	x1.5	x1.5	incidente	180°	non	face B	voir schéma	Ethanol
	P35.OB2 (T)			X20	x1.5	x1.5	transmise	0°	polariseurs croisés	face B	voir schéma	Ethanol
I.13	P36.OB2 (T)		Givre de guérison. Aspect réseaux. Liquide ?	X20	x4,5	x1.5	transmise	0°	diffuseur	face A + 135°	voir schéma	Ethanol
	P37.OB2			X20	x4,5	x1.5	latérale	90°	non	face A + 135°	voir schéma	Ethanol
	P38.OB2			X20	x4,5	x1.5	incidente	180°	non	face A + 135°	voir schéma	Ethanol
I.14	P39.OB2		Fracture / cicatrisation	X20	x4,5	x1.5	transmise	0°	diffuseur	face B + 135°	voir schéma	Ethanol
	P40.OB2			X20	x4,5	x1.5	latérale	90°	non	face B + 135°	voir schéma	Ethanol
	P41.OB3			X20	x4,5	x1.5	incidente	180°	non	face B + 135°	voir schéma	Ethanol
I.15	P42.OB2		Cristaux transparent de forme globulaire. Restent sombres entre polariseurs croisés	X20	x4,5	x2	transmise	0°	diffuseur	face B	voir schéma	Ethanol
	P43.OB2	P43.OB2.mesure		X20	x4,5	x2	latérale	90°	non	face B	voir schéma	Ethanol
	P43.2.OB2			X20	x4,5	x2	latérale	90°	non	face B	voir schéma	Ethanol
	P44.OB2			X20	x4,5	x2	latérale	270°	non	face B	voir schéma	Ethanol
	P45.OB2			X20	x4,5	x2	incidente	180°	non	face B	voir schéma	Ethanol
I.16	P46.OB2		Inclusion transparente. s'élimine en polariseurs croisés, tous les 45°. Anisotrope	x20	X2	x2	transmise	0°	diffuseur	face B	voir schéma	Ethanol
	P47.OB2	P47.OB2.mesure		X20	X3	x2	transmise	0°	diffuseur	face B	voir schéma	Ethanol
	P48.OB2			X20	X3	x2	latérale	90°	non	face B	voir schéma	Ethanol
	P49.OB2			X20	x1.5	x2	transmise	0°	non	face B	voir schéma	Ethanol
I.17	P50.OB2 (T)	P50.OB2.mesure	Inclusion transparente. s'élimine en polariseurs croisés, tous les 45°. Anisotrope	x20	X3	x2	transmise	0°	diffuseur	face B	voir schéma	Ethanol
	P51.OB2 (T)			X20	X3	x2	latérale	90°	non	face B	voir schéma	Ethanol
	P52.OB2			X20	X3	x2	incidente	180°	non	face B	voir schéma	Ethanol
	P53.OB2			X20	x3	x2	transmise	0°	polariseurs croisés	face B	voir schéma	Ethanol
I.18	P54.OB2 (T)		Inclusion opaque. Présente des tension (interférence) entre polariseurs croisés	x20	x4,5	x2	transmise	0°	diffuseur	face B	voir schéma	Ethanol
	P55.OB2 (T)			X20	x4,5	x2	incidente	180°	non	face B	voir schéma	Ethanol
	P56.OB2 (T)	P56.OB2.mesure		X20	x4,5	x2	transmise	0°	polariseurs croisés	face B	voir schéma	Ethanol

①

N° OB. 1  
(AVANT TRAITEMENT)

FICHE DE TRAVAIL  
GEMMOLOGIE NANTES

Espèce: CORINDON Variété: SAPHIR

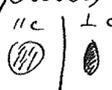
Provenance géog.: BIRMANIE

Source (achat, don, prêt): PAËT Propriétaire actuel: Mr ENNANUEL FRITSCH  
Date d'entrée: OCTOBRE 2016

Poids (ct): 2,881 ct Dimensions: 9,3 x 6,9 x 3,5 mm  
Taille: cabochon + 2 fac. // Distribution de couleur: hétérogène  
Couleur: bleu moyen (Petites zonation de couleur)  
Transparence: transparent (lep d'inclusions)  
Particularités: gross fracture + lep d'inclusions

Indices de réfraction: 1,761 - 1,770 Biréfringence: 0,009  
Signe optique: UNIAXE ⊖  
Pléochroïsme: DISTINCT  
Réaction au filtre de Chelsea: /  
Masse spécifique: 3,99 gr/cm<sup>3</sup>  
Spectroscope à main: une raie fine dans le bleu.

Microscopie: abnormales d'inclusions solides, liquides, de fracture, de grains de guérison, de macles, de zones de couleur => (Voir photos)

Observations entre polariseurs: - pléochroïsme →   
- plans de macles 

Luminescence UV:	UV longs	UV courts
Intensité:	<u>inerte</u>	<u>inerte</u>
Couleur:		
Distribution:	<u>/</u>	<u>/</u>
Turbidité:		
Phosphorescence: (couleur, durée...)		

Photographies (macro, micro): (Voir photos)

- pléochroïsme
- plans de macles
- inclusions solides
- cristaux négatifs
- inclusions minérales
- inclusions métalliques (1)
- zones de couleur
- lamelles de macles
- signe de guérison
- fractures
- cicatrisation

**Spectrométries**

UV-vis-PIR : 11C : bande large entre 600 et 700 nm. cut off 300 nm.  
Pics : 380, 387, 450 nm.  
L.C. : pas de bande large.  
Pics : 380, 387, 450 nm. cut off 350 nm.

Appareil : Perkin Elmer Precisely LAMDA 2050  
Plage d'analyse : 200 - 1500 nm  
Résolution spectrale : Résol : 0,12 nm  
Pas d'échantiel. => 1 nm

MIR : Pics : 1982, 2108, 3309, 2850  $cm^{-1}$   
2820  $cm^{-1}$   
Bande large : 3450  $cm^{-1}$

Appareil : Bruker FT-IR  
Plage d'analyse : 200 - 4000  $cm^{-1}$   
Résolution spectrale : 1000 (Scans) 4.

Raman : pics : 750, 644, 418, 380  $cm^{-1}$

Appareil : Bruker MultiRam  
Plage d'analyse : 200 - 4000  $cm^{-1}$   
Résolution spectrale : 100 Scans (4)  
400 MW.

Autre :

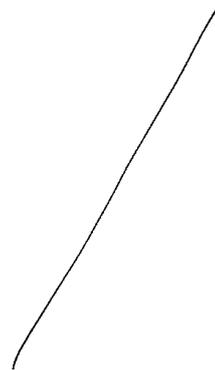
**MEB :**

Appareil :  
Tension d'accélération (kV) :  
Courant (nA) :

Analyse EDS :

Imagerie :

Cathodoluminescence :



**Commentaires, conclusion :**

FICHE DE TRAVAIL  
GEMMOLOGIE NANTES

N° OB. 1

(Après traitement)

(1)

Espèce: CORDON

Variété: SAPHIR

Provenance géog.: BIRMANIE

Source (achat, don, prêt): PRÊT  
Date d'entrée:

Propriétaire actuel: Mr EMMANUEL  
FRITSCH

Poids (ct): 2,797 ct (Pivre est cassé) Dimensions: 9,3 x 6,8 x 3,5 mm  
Taille: cabochon + 2 faces //  
Couleur: bleu pâle Distribution de couleur: hétérogène  
Transparence: transparent (trp d'inclusion)  
Particularités: ↳ (Pivre cassé => petit trait en mains)

Indices de réfraction: 1,761 - 1,770 Biréfringence: 0,009  
Signe optique: UNI AXE ⊖  
Pléochroïsme: faible  
Réaction au filtre de Chelsea: -  
Masse spécifique: 3,99 gr / cm<sup>3</sup>  
Spectroscopie à main:

Microscopie:

Observations entre polariseurs:

Luminescence UV:	UV longs	UV courts
Intensité:	<u>INERTE</u>	<u>INERTE</u>
Couleur:		
Distribution:	<u>/</u>	<u>/</u>
Turbidité:		
Phosphorescence: (couleur, durée...)		

Photographies (macro, micro):

**Spectrométries**

UV-vis-PIR :

Spectre ⊕ lucite'. Peis 380 nm et 397 nm  
Peis: 380, 387, 450 nm très Haut!  
Cut off: 390 nm

MIR :

Peis : 1526  $cm^{-1}$

Raman :

Peis: 750, 644, 418, 380  $cm^{-1}$

Appareil : Parkin Elmer Precisely  
Lambda 1050  
Plage d'analyse : 200 - 1500 nm  
Résolution spectrale : Peis: 0,12 sec  
Pas d'échantillonnage: 1 nm.

Appareil : Bueher FT-IR  
Plage d'analyse : 200 - 4000  $cm^{-1}$   
Résolution spectrale : 1000 scans (4)

Appareil : Bueher Multiram  
Plage d'analyse : 200 - 4000  $cm^{-1}$   
Résolution spectrale : 100 scans (4)  
400 MW

Autre :

---

MEB :

Appareil :  
Tension d'accélération (kV) :  
Courant (nA) :

Analyse EDS :

Imagerie :

Cathodoluminescence :

---

Commentaires, conclusion :

FICHE DE TRAVAIL  
GEMMOLOGIE NANTES

N° 0B.2  
(AVANT TRAITEMENT)

①

Espèce: CORINDON Variété: SAPHIR

Provenance géog.: SRI LANKA

Source (achat, don, prêt): ACHAT Propriétaire actuel: OLIVIER BAYE  
Date d'entrée: JANVIER 2017

Poids (ct): 4,543 ct Dimensions: 15,4 x 6,6 x 4,5 mm  
Taille: Bout bipyramidal + 2 faces //  
Couleur: bleu pâle Distribution de couleur: hétérogène  
Transparence: transparent (by d'inclusions)  
Particularités:

Indices de réfraction: 1,761 - 1,770 Biréfringence: 0,009  
Signe optique: UNIAXE ⊖  
Pléochroïsme: non  
Réaction au filtre de Chelsea: /  
Masse spécifique: 3,92 gr/cm<sup>3</sup>  
Spectroscope à main: 4, noyant

Microscopie: (Voir photos) ⇒ inclusions liquides, solides, fractures, cristallisation, ...

Observations entre polariseurs: - zone de tension   
- inclusion + "halo de tension" 

Luminescence UV:	UV longs	UV courts
Intensité:	<u>faible</u>	<u>INENTE</u>
Couleur:	<u>orange.</u>	
Distribution:	<u>hétérogène</u>	
Turbidité:	<u>orange</u>	
Phosphorescence (couleur, durée...)	<u>/</u>	

Photographies (macro, micro): (Voir photos)

- Tension
- inclusion solide
- inclusion liquide
- cristaux négatifs
- fractures
- zone de tension
- cristallisation

**Spectrométries**

UV-vis-PIR : *cut off: difficile => long de bruit !!*

Pis : 295 nm, 300 nm

Bande large :  $\pm 390$  nm et  $\pm 330$  nm.

MIR : Pis : 2340  $cm^{-1}$  et 1539  $cm^{-1}$   
Bande large :  $\pm 3450$   $cm^{-1}$

Appareil : Perkin Elmer Precisely.  
Plage d'analyse : *combiné 1050* 200 - 1500 nm  
Résolution spectrale : *perd* : 0,12 sec  
Pas d'échant : 1 mm

Appareil : Bucher FT-IR  
Plage d'analyse : 200 - 4000  $cm^{-1}$   
Résolution spectrale : 1600 scans (4)

Raman :

Pis : 380, 418, 800, 879, 1157, 1890, 1920  $cm^{-1}$

Appareil : Bucher Multikan  
Plage d'analyse : 200 - 4000  $cm^{-1}$   
Résolution spectrale : 1600 scans (4)  
400 MW

Autre :

**MEB :**

Appareil :  
Tension d'accélération (kV) :  
Courant (nA) :

Analyse EDS :

Imagerie :

Cathodoluminescence :

**Commentaires, conclusion :**

FICHE DE TRAVAIL  
GEMMOLOGIE NANTES

N° OB. 2  
(Après Traitement)

Espèce: CORINDON Variété: SAPHIR

Provenance géog.: SRI LANKA

Source (achat, don, prêt): ACHAT Propriétaire actuel: OLIVIER BAYE  
Date d'entrée: JANVIER 2017

Poids (ct): 4,516 ct Dimensions: 17,4 x 6,6 x 4,5 mm  
Taille: brut trigonal + 2 faces // Distribution de couleur: /  
Couleur: blanc  
Transparence: transparent (⊕ turbide qu'avant traitement)  
Particularités:

Indices de réfraction: 1,762 - 1,770 Biréfringence: 0,009  
Signe optique: un axe ⊖  
Pléochroïsme: non  
Réaction au filtre de Chelsea: /  
Masse spécifique: 3,92 gr/cm<sup>3</sup>  
Spectroscope à main: 4 noiant

Microscopie:

Observations entre polariseurs:

<u>Luminescence UV:</u>	<u>UV longs</u>	<u>UV courts</u>
Intensité:	<u>faible</u>	<u>faible</u>
Couleur:	<u>orange</u>	<u>bleu</u>
Distribution:	<u>hétérogène</u>	<u>hétérogène</u>
Turbidité:	<u>rayure ("chalky")</u>	<u>rayure ("chalky")</u>
Phosphorescence: (couleur, durée...)	<u>/</u>	<u>/</u>

Photographies (macro, micro):

**Spectrométries**

UV-vis-PIR : aut eff. doublée à déterminer ⇒ Bcp de bruit

Prés : 295, 300 nm  
Banda large : 330 nm et 390 nm.

MIR :  
Petit pic à 2340  $cm^{-1}$  ( $CO_2$ )  
pic à 1539  $cm^{-1}$

Raman : pics 380, 418, 644, 750, 857, 979, 1880  $cm^{-1}$ .

Appareil : Perkin Elmer Paracely  
Plage d'analyse :  $\lambda$  entre 200 - 1500 nm  
Résolution spectrale : Résol. 0,12 nm  
Pas d'échantill. : 1 nm

Appareil : Bruker FT-IR  
Plage d'analyse : 200 - 4000  $cm^{-1}$   
Résolution spectrale : 1000 scans (4)

Appareil : Bruker MultiRAM  
Plage d'analyse : 200 - 4000  $cm^{-1}$   
Résolution spectrale : 100 scans (4)  
400 MW.

Autre :

---

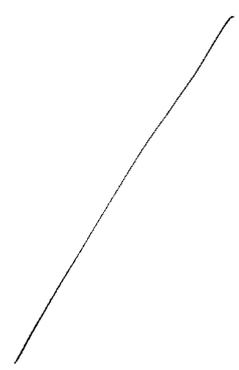
**MEB :**

Appareil :  
Tension d'accélération (kV) :  
Courant (nA) :

Analyse EDS :

Imagerie :

Cathodoluminescence :



---

**Commentaires, conclusion :**