# **ANNEE 2013**

## DIPLOME D'UNIVERSITE DE GEMMOLOGIE

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

## par Martine PHILIPPE

# IDENTIFICATION de QUELQUES INCLUSIONS SOLIDES dans les GEMMES :

# La GEMMOLOGIE de LABORATOIRE au SECOURS de la GEMMOLOGIE CLASSIQUE

## soutenu publiquement le 7 juin 2013 au Département des Sciences de la Terre et de l'Univers devant la commission d'examen composée de :

M. E. FRITSCH	Professeur	Président
M. B. RONDEAU	Maître de Conférences	Vice-Président
M. F. NOTARI	Directeur Gemtechlab	Examinateur
M. Y. MORIZET	Maître de Conférences	Examinateur
M. C. EWELS	Chargé de Recherches	Examinateur
M. S. KARAMPELAS	Chercheur Gübelin Gemlab	Examinateur
M. B. LASNIER	Professeur émérite	Invité

## REMERCIEMENTS

Je remercie le Docteur Emmanuel FRITSCH, Professeur et le Docteur Benjamin RONDEAU, Maître de Conférences pour la richesse de leur enseignement, la patience et la grande disponibilité dont ils ont toujours fait preuve pour encadrer ce travail.

Je remercie mon mari, le Docteur PHILIPPE qui m'a toujours encouragé.

Mes remerciements vont également à toutes les personnes qui m'ont aidé à mener à bien ce mémoire :

Madame VIVIER, Présidente du Groupe EAC - ING

Dominique SIRAKIAN-TINTURE et Sandra SCALIE, mes amies et complices, qui m'ont prêté des pierres

Olivier SEGURA directeur du Laboratoire de Gemmologie de Paris et co-disciple de DUG, qui m'a soutenue dans une période difficile

André HABAY ingénieur-chimiste, pour les analyses des topazes MP5 et MP6, et la calcédoine MP1

Alexandre DROUX du Laboratoire de Gemmologie de Paris pour le spectre Raman dans le quartz MP14 et celui de la lépidolite.

Rémy LE DOARE, DEA d'économie, pour la création des spectres graphiques Raman

Emmanuelle LE DOARE, documentaliste, pour la relecture

Je remercie Messieurs les membres du jury pour avoir accepté de lire et juger mon travail.

# PLAN

## **Introduction** – page 4

## I - CE QUE NOUS CONNAISSONS - page 5

## **LES INCLUSIONS**

- 1 Définition
- 2 Classification des inclusions page 6
  - 2 1 Inclusions primaires
  - 2 2 Inclusions syngénétiques
    - 2-2-1 Inclusions solides
    - 2-2-2 Inclusions fluides
  - 2 3 Inclusions secondaires ou épigénétiques
    - 2 3 1 Inclusions cristallines
    - 2 3 2 Inclusions liquides
- **3 Description des inclusions** page 8
  - 3 1 Inclusions solides
    - 3 1 1 Cristaux en aiguilles
    - 3 1 2 Cristaux aplatis
    - 3 1 3 Cristaux trapus
  - 3 2 Inclusions liquides
    - 3-2-1 Cristaux négatifs en général d'origine primaire
    - 3-2-2 Cavités isolées, irrégulières, origine secondaire
    - 3-2-3 Givres liquides, origine secondaire
- 4 Traces de formation et particularités de croissance page 10
  - 4 1 Croissance discontinue
  - 4 2 Secteurs de croissance
  - 4 3 Traces de macles
- **5 Accidents de parcours** page 12

## II - CE QUE NOUS SAVONS FAIRE EN GEMMOLOGIE CLASSIQUE – page 13

#### 1 - Etude et identification du matériel-hôte :

- 1 1 Les outils classiques
- 1 1 1 L'œil
- 1 1 2 La loupe 10X
- 1 1 3 Les instruments :

Polariscope, réfractomètre, dichroscope, spectroscope, boite à ultra-violet, longs et courts, balance hydrostatique, filtre chelsea.

Calcul de la biréfringence et de la densité

#### 2 - Etude des inclusions :

- 2 1 Observation à la loupe
- 2 2 Etude à la binoculaire (forme, transparence, translucidité ou opacité, taille, couleur, position dans la pierre ... éventuellement le pléochroïsme et le spectre)

## 3 - Les ouvrages à consulter

# III – LES OUTILS DE LABORATOIRE DONT NOUS AVONS BESOIN POUR IDENTIFIER CERTAINES INCLUSIONS :

page 14

## 1 - L'inclusion est interne : Utilisation de la spectrométrie RAMAN

- 1 1 Principe de la méthode
- 1 2 Spectre Raman
- 1 3 Résultats

# 2- L'inclusion est affleurante : Utilisation du Microscope Electronique à Balayage (MEB)

- 2 1 Principe de la méthode
- 2 2 Préparation de l'échantillon
- 2 3 Résultats

### IV - ETUDE DES MATERIAUX CHOISIS – page 16

Présentation de mes échantillons et leurs inclusions

## V – INSTRUMENTS UTILISES – page 17

- 1 Instruments classiques utilisés dans le cadre de mes recherches
  - 1 1 La loupe
  - 1 2 Le polariscope
  - 1 3 Le réfractomètre
  - 1 4 Le dichroscope
  - 1 5 Le spectroscope
  - 1 6 Le filtre chelsea
  - 1 7 La boite à ultra-violet
  - 1 8 La balance hydrostatique

- 1 9 La binoculaire
- 1 10 L'appareil photographique
- 2 Outils de laboratoire
  - 2-1 La "petite sonde "Raman
  - 2 2 La " grande sonde " Raman
  - 2 3 Le Microscope Electronique à Balayage (MEB)

## VI – LES INCLUSIONS ETUDIEES: RESULTATS – page 21

- MP7 Dans une obsidienne ou un verre libyque page 21
- MP8 Dans une aigue-marine page 25
- MP2 Dans une fluorite page 30
- MP6 Dans une topaze bleu clair page 35
- MP1 Dans une calcédoine page 44
- MP9 Dans un grenat spessartite page 49
- MP11 Dans une rhodonite page 53
- MP14 Dans un quartz losangique page 57
- MP17 Dans un quartz ovale page 61
- MP16 Dans un quartz rectangulaire page 65
- MP 5 Dans une topaze incolore page 71
- MP10 Dans une phénacite page 76
- MP15 Dans une topaze rectangulaire incolore page 81
- MP18 Dans un quartz rectangulaire, pans coupés page 88
- MP13 Dans un quartz rectangulaire page 98
- MP3 et 4 Dans les aventurines bleues page 102
- MP12 Dans un péridot page 112
- MP19 Dans un spinelle page 116

## TABLEAU RECAPITULATIF DES RESULTATS – page 118

**VII – DISCUSSION** – page 120

VIII - CONCLUSION – page 122

## **IX – REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES** – page 124

## INTRODUCTION

Tout a commencé un après-midi pluvieux du mois de décembre 1976, dans la salle de conférence du Muséum d'Histoire Naturelle de Paris. Sur l'écran de projection bleu, une bulle gazeuse, prisonnière d'une cavité trop étroite, se heurtait aux parois. Le docteur BETTETINI raconta qu'il avait plongé sa caméra au sein d'un saphir de Ceylan. Il poursuivit son voyage " au cœur des gemmes " avec l'image de l'empreinte d'une aile laissée par la caresse d'un papillon, l'apparition de fins canaux parallèles emplis de liquide, un groupe de cristaux emboités les uns dans les autres ou le tissage soyeux de fines et courtes aiguilles. Bref, je fus fascinée par ce jeu de construction qui avait piégé tant de micro paysages aussi mystérieux que variés.

Dina Level m'a appris à regarder et aimer ce monde étrange qui habite les pierres. J'ai enseigné la gemmologie pendant de nombreuses années, m'appliquant à décrire les inclusions dans leur forme, leur couleur, leur transparence ou opacité, et leur position au sein de leur hôte. Certaines avaient des noms et s'inscrivaient dans des familles de minéraux bien définis, d'autres gardaient leur anonymat et se contentaient d'une description.

Le matériel gemmologique classique trouve vite ses limites et ne permet pas de déterminer avec certitude la nature des inclusions. Seuls, les instruments de laboratoire donnent les indications physiques, chimiques et optiques qui permettent une juste identification. Alors, on se rend compte de nos insuffisances...

La faculté des sciences de Nantes et l'enseignement prodigué par le professeur Emmanuel Fritsch et le docteur Benjamin Rondeau me permettent d'accéder à une technologie qui va enfin lever le voile sur un certain nombre de questions que je me suis posées au cours de ma carrière d'enseignante. La gemmologie devient scientifique, la gemme perd de son mystère mais elle doit conserver sa faculté de faire rêver.

Ce travail n'est pas une étude exhaustive des inclusions que l'on peut trouver dans les gemmes. En conséquence l'introduction est volontairement succincte et non illustrée. Le lecteur peut se tourner vers des ouvrages très complets comme les trois tomes des "Photoatlas of inclusions in gemstones " de E. J. Gubelin et J. I. Koivula (1986, 2005 et 2008). Mon propos n'est pas non plus de dater l'inclusion par rapport à la gemme (je n'ai ni le brut, ni la roche encaissante).

C'est aux inclusions solides que je me suis consacrée. J'ai cherché à étudier dans des gemmes courantes des inclusions dont je n'ai pas trouvé la représentation dans les livres de références, ni les explications dans les articles de " Gems & Gemology ", ou ceux de l'AFG que je possède. La nature de certaines d'entre elles n'est pas accessible par la gemmologie classique, elles ont pourtant intrigué un bon nombre de gemmologues. Nous nous tournons donc vers le matériel de laboratoire.

Mais, réussissons-nous à tout identifier ? Par le biais de ce travail, je vais tenter de répondre à cette question.

## I – CE QUE NOUS CONNAISSONS

#### LES INCLUSIONS

Aucune gemme ne peut prétendre être exempte d'inclusion.

Des éléments internes liés à sa paragénèse se sont laissés piéger lors de sa formation et se retrouvent figés dans la matière cristalline.

L'œil ne suffit souvent pas à les découvrir, la loupe s'avère parfois insuffisante et il a fallu la découverte du microscope, au 17<sup>ème</sup> siècle, pour les décrire, puis celle du microscope électronique à balayage et les microsondes Raman pour les identifier avec précision.

Robert Boyle (1627 -1691), scientifique anglais est l'un des premiers à regarder et décrire des inclusions dans les gemmes. Il remarque " un morceau de crystal au milieu duquel se trouve une goutte d'eau " dans son essai " Origin and Virtue of Gems ", en 1672,

Au siècle suivant, Isaac Lea (1792-1886), naturaliste de Philadelphie publie entre 1869 et 1877, trois articles sur ses observations des inclusions dans les gemmes et minéraux.

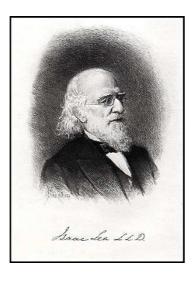


Figure 1 - Isaac LEA

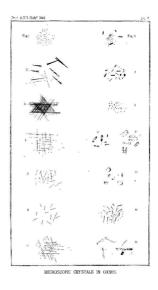


Figure 2 – " Micoscopic crystals in gems" Proceedings Academy of Natural Sciences of Philadelphia 1869

## 1 - Définition

L'inclusion est le témoin inclus et indélébile de la genèse d'un cristal.

Leurs relations sont liées aux conditions de croissance de celui-ci, telles que la température, la pression et la chimie de l'environnement.

L'inclusion se présente sous forme d'un corps étranger, à l'état solide, liquide ou gazeux, contenu dans une gemme.

Un cristal se développe autour d'un germe, à partir du milieu environnant.

Pendant sa croissance, divers incidents peuvent se produire, comme la capture de petits cristaux voisins, les arrêts momentanés de la croissance, ou plus simplement des fêlures...

Ces défauts sont autant de témoins des conditions de la formation et de l'évolution des minéraux dans le milieu naturel et aussi, parfois de leur origine géographique.

On peut classer les inclusions selon leur âge par rapport à l'époque de la formation de la gemme.

# 2 - Classification des inclusions

## 2-1 - Inclusions primaires :

Les inclusions antégénétiques ou protogénétiques se sont constituées avant la formation du cristal. Leur croissance est terminée, mais elles ne se sont pas dissoutes dans la solution. Ce sont de petits cristaux, non altérés ou érodés, englobés par la gemme pendant sa croissance.

Ils peuvent être caractéristiques d'un gisement et permettre de déterminer un lieu d'origine.

Les inclusions protogénétiques sont toujours cristallines, comme :

- **l'actinolite et la biotite** dans l'émeraude
- **➡ l'épidote ou la tourmaline** dans le quartz
- **la pyrrhotit**e dans le diamant
- **le spinelle** dans le rubis

Les inclusions automorphes de 5 à 15 microns peuvent avoir été clivées ou brisées par les forces de cristallisation de la gemme en cours de croissance (ou par les mouvements dans les magmas ou fluides dans lesquels elles croissent).

## 2 - 2 – Inclusions syngénétiques

Elles résultent de la formation simultanée avec le cristal-hôte et leur emprisonnement en est la conséquence.

Ces inclusions sont le plus souvent piégées à l'état liquide par la gemme en cours de croissance, puis par refroidissement elles se démixent. Leur état devient plus ou moins solide et/ou plus ou moins gazeux :

- inclusions solides:
  - de forme plus ou moins sphéroïdes
  - **↓** ou en grains irréguliers avec ou sans auréole d'éclatement
- inclusions liquides
- inclusions gazeuses
- inclusions multiphases (gaz, un ou plusieurs liquides non miscibles, un ou plusieurs solides)

## <u>2 – 2 – 1 - Inclusions solid</u>es

Ces inclusions minérales appartiennent au même type de formation minéralogique que le cristal hôte, comme :

- 🕯 le rutile dans l'andalousite, le corindon, le grenat
- 🖶 🛾 le péridot, le 🛮 grenat et le pyroxène dans le diamant
- ↓ la calcite et la dolomite dans le rubis, l'émeraude et le spinelle

- l'albite, la muscovite, le quartz, la spessartite et la tourmaline dans l'aigue-marine
- des lamelles de magnétite, l'ilménite et le spinelle ferrifère dans le diopside noir de l'Inde.

Certaines inclusions résultent *d'une exsolution*, c'est-à-dire la démixtion de deux phases dans le minéral-hôte, avec individualisation de ce dernier et de l'inclusion. Ce phénomène peut se produire à la suite d'un abaissement de température. Les inclusions minérales en exsolution suivent une orientation cristallographique : hôte et inclusions partagent des éléments de symétrie.

- L'exsolution des **lamelles d'albite** dans l'orthose donne la pierre de lune
- L'exsolution des **aiguilles de rutile** dans les corindons donne une impression de tissage interne et parfois responsable d'un astérisme, si la pierre est taillée en cabochon

#### 2-2-2 - Inclusions fluides

Les inclusions fluides sont la réplique du fluide nourricier. Dans des cavités qui se ferment au cours de sa croissance, le cristal emprisonne la solution-mère, les fluides hydrothermaux ou pneumatolytiques. Ce sont :

les cristaux négatifs à deux phases fréquents dans la fluorite, le quartz, la topaze, l'aigue-marine...

Quelquefois le liquide résiduel pris dans la cavité, permet la cristallisation d'un autre cristal. Ce sont :

les cristaux négatifs à trois phases de l'émeraude, avec bulle gazeuse et cristal d'halite

Deux liquides non miscibles peuvent cohabiter dans une même cavité, c'est le cas des hydrocarbures, à la fois pétrole liquide et méthane sous forme d'une bulle gazeuse comme dans certains quartz.

## 2 – 3 - Inclusions secondaires ou épigénétiques

Elles s'installent après le processus de cristallisation du cristal hôte. On ne connaît pas le temps écoulé entre les inclusions primaires et les secondaires.

#### 2 – 3 – 1 - Inclusions cristallines

Bien après la formation des gemmes, des matières étrangères pénètrent leurs cavités, fractures, ou plans de clivage et il est fréquent de trouver des " produits rouillés ou orange " plus ou moins cristallisés dans leurs fissures.

#### 2 – 3 – 2 - Inclusions liquides

Un accident, une fêlure et le fluide pénètre la fracture. Un phénomène de dissolution-recristallisation se met en place et piège le fluide. Ce processus est celui d'une cicatrisation. Ce sont *les givres de guérison :* 

- **les jardins** dans l'émeraude
- **♣ les ailes de papillons** dans le corindon
- **les zébrures** dans l'améthyste

On peut trouver plusieurs inclusions protogénétiques, syngénétiques et épigénétiques dans un même cristal qui racontent l'histoire mouvementée de ce dernier...

## 3 – Description des inclusions

#### 3 – 1 – Inclusions solides

## <u>3 – 1 – 1 - Cristaux en aiguilles</u>

- Aiguilles provenant d'exsolutions, courtes et droites, légèrement en forme de flèches coplanaires, se coupant à 60 ou 120° (*rutile dans les rubis de Birmanie*)
- Longues et fines aiguilles droites coplanaires (rutile dans les saphirs du Sri Lanka)
- Longues et fines aiguilles disposées dans le volume de la pierre et se coupant à 60 et 120° (rutile dans les grenats almandins)
- Longs " fils barbus " soulignant les plans de macles polysynthétiques (*boehmite dans les corindons liés au volcanisme*)
- Longues et souples fibres (amphiboles dans les quartz, byssolite ou chrysotile dans les démantoïdes)
- Cristaux aciculaires et flexueux disposés sans ordre (amphiboles dans les émeraudes à micaschistes)
- Cristaux longs, droits, épais et sombres, disposés sans ordre (*tourmaline dans les quartz*)

#### <u>3 – 1 - 2 – Cristaux aplatis</u>

- Lamelles noires ou brunes (mica dans les péridots)
- Dendrites noires (ilménite dans les aigues-marines)
- Lamelles colorées disposées dans le désordre (mica dans les quartz aventurinés, dans les émeraudes, hématite dans les pierres de soleil)

## <u>3 – 1 – 3 - Cristaux trapus</u>

#### Cristaux trapus opaques:

- Rutile souvent ovoïde, brun ou noir, dans les corindons
- Pyrite globuleuse jaune d'or dans les émeraudes de Colombie
- Magnétite et chromite, octaédriques noires dans les spinelles, péridots, zircons

#### **Cristaux trapus transparents:**

- Cristaux octaédriques : diamant dans diamant
- Cristaux parallélépipédiques :
  - O Calcite et dolomite dans les émeraudes de Colombie
  - O Sphène (ou titanite ) en forme de coin dans le spinelle mauve
  - o Albite dans la morganite

- Cristaux prismatiques;
  - o Calcite dans les rubis
  - o Béryl dans les émeraudes
  - o Disthène dans les pyropes
  - o Apatite dans les spinelles et les grenats almandins
- Cristaux à arêtes arrondies ou globulaires
  - Olivine dans les diamants
  - o Calcite dans les corindons birmans
  - o Apatite dans les rubis, spinelles, grenats almandins
  - o Zircon et monazite dans les grenats almandins

La différence de coefficient de dilatation entre les inclusions cristallines trapues et le cristal hôte provoque des fissures. Ce sont les " cernes d'éclatement ".

## 3-2 – Inclusions liquides

Un givre est un ensemble de lacunes cristallines de forme irrégulière, remplies de liquides ou de gaz.

Ces inclusions peuvent être :

- soit d'origine primaire ; c'est l'emprisonnement de la solution-mère au cours de la formation de la pierre.
- soit d'origine secondaire et c'est la marque de cicatrisation de fissures. Elles apparaissent postérieurement à la cristallisation principale, mais dans des conditions de pression et de température qui permettent la recristallisation de la gemme hôte.

Un cristal négatif est une cavité à l'intérieur d'un cristal, occupée par des phases fluides ou solides.

Lorsque les conditions géologiques se modifient, les fluides emprisonnés peuvent se dissocier et laisser apparaître dans ces lacunes, des solides et des gaz. (Lacunes cristallines polyphasées, avec libelles).

## <u>3 – 2 - 1 – Cristaux négatifs, en général d'origine primaire</u>

Cavités polyédriques dont les faces cristallines sont parallèles aux faces du cristal brut. Les cristaux négatifs épousent la forme du cristal brut.

Ils peuvent contenir:

- 2 phases : une bulle gazeuse (ou libelle) et un liquide
- 3 phases : un gaz, des liquides et des solides

Les principaux liquides sont :

- l'eau
- le gaz carbonique liquide
- les solutions salines
- les hydrocarbures

Le principal solide est :

- la halite

#### Les principaux gaz sont :

- le gaz carbonique
- l'eau vapeur

On les rencontre le plus souvent dans :

- le cristal de roche (prismes hexagonaux bipyramidés)
- le spinelle (octaèdres réguliers)
- les corindons et émeraudes de Sibérie (prismes hexagonaux aplatis)
- la fluorite (cubes, tétraèdres cubiques, octaèdres)
- l'aigue-marine, l'émeraude, la tourmaline, le chrysobéryl (longs canaux très fins et parallèles)

Un cristal négatif peut avoir décrépité par suite d'un choc thermique (naturel ou non). Il est alors entouré d'une ou plusieurs fentes dans lesquelles se trouvent des gouttelettes liquides :

• cristal négatif "terreux" entouré d'un givre plan, dans les rubis de Siam.

#### <u>3 – 2 - 2 – Cavités isolées irrégulières – origine secondaire</u>

Certaines cavités intra cristallines sont dues à des accidents de cristallisation et ont des contours irréguliers et des formes non définies.

Elles peuvent avoir un remplissage analogue à celui des cristaux négatifs et proviennent de la croissance cristalline à l'intérieur d'un système d'inclusions fluides.

## 3 – 2 - 3 – Givres liquides – origine secondaire

Si la fêlure d'un cristal s'imprègne d'une solution minéralisatrice, les deux parties du cristal se ressoudent, la "cicatrice" est jalonnée de gouttelettes liquides ou fluides qui peuvent apparaître isolées ou réunies par des canalicules creux.

#### Réseaux liquides :

- ♣ Eléments liquides de forme pseudo-linéaire (ailes de papillons dans les corindons, jardins dans les émeraudes)
- ♣ Eléments liquides de forme triangulaire (trichytes dans les tourmalines)
- Les Eléments liquides en nappes ondulées (zébrures dans les améthystes)
- ♣ Eléments liquides sans forme cristallographique propre (topaze, chrysobéryl, corindon)

#### Givres à éléments séparés

Le réseau de canaux est trop fin pour être visible, ou a été partiellement rebouché : chrysobéryl, cristal de roche, spinelle, corindon...

#### 4 – Traces de formation et particularités de croissance

Les zones de croissance sont des imperfections cristallines dues à des variations de :

- composition chimique
- couleur ou défauts qui donnent une variation de réfraction ou de chimie
- ou une accumulation de défauts.

#### 4 - 1 - Croissance discontinue

Les faces d'un cristal situées perpendiculairement aux directions de vitesse de croissance rapide s'éliminent d'elles-mêmes et les faces perpendiculaires aux directions de croissance lente deviennent dominantes. Mais, lors d'une croissance discontinue due à un arrêt et une reprise de la croissance, des traces correspondant à des dépôts d'impuretés dans la structure cristalline montrent "les spectres" du quartz ou des "quartz fantôme".

#### 4 - 2 – Secteurs de croissance

Des textures zonées dues à des variations ou alternances de composition chimique apparaissent :

- ♣ Zones droites colorées : saphirs, améthystes, citrines, fluorites, tourmalines, émeraudes...
- ♣ Chevrons colorés : saphirs, améthystes, citrines...
- Hexagones réguliers colorés : émeraudes, saphirs...
- ♣ Secteurs de croissance : les impuretés colorantes s'intègrent différemment d'où les différences de couleur en triangle comme dans l'améthyste
- ♣ Perturbations colorées de croissance contrariée, couleur ondoyante : rubis de Birmanie, émeraudes de Colombie...
- ♣ Structure fluidale, figures d'écoulement : obsidienne

#### 4 - 3 – Traces de macles

#### Genèse de la macle :

Durant la croissance du minéral, la macle s'établit au niveau du germe cristallin :

- cette macle de croissance est la plus courante
- la macle peut se produire par transformation à la suite d'un abaissement de température
- les macles mécaniques peuvent être imposées à la suite de contraintes. Sous l'action de celles-ci, une partie du cristal va se déformer par glissement des plans réticulaires, suivant une direction bien déterminée liée à la symétrie du minéral.

#### *Macle simple :*

Une macle est l'association de deux ou plusieurs individus cristallins de même nature suivant des lois géométriques bien définies.

Un plan de macle est la surface de séparation de deux cristaux :

- plan (macle par accolement, ou macle de contact) présente une surface où la densité de la matière est plus forte
- ou quelconque (macle par interpénétration)
- macle du Brésil dans le quartz : ce sont des lamelles alternées de quartz droit et gauche qui donnent des figures d'interférence observables entre polariseurs croisés (*les franges de Brewster*).

#### Macles multiples

Elles regroupent plusieurs individus (3, 4, 6, 8).

#### Macles polysynthétiques

C'est une association d'individus en lames orientées.

La macle se répète alternativement et produit un grand nombre d'individus de dimensions très réduites.

- lamelles maclées plus ou moins épaisses des plagioclases
- macles dans les rubis de Siam

#### **Epitaxie**

Croissance orientée de deux espèces minérales différentes, régulièrement associées selon leur symétrie. Pour qu'il y ait épitaxie, il doit exister entre les deux réseaux, des relations géométriques bien définies.

Croissance épitaxique:

- Cyanite et staurotide (ou staurolite)
- Rutile et hématite
- Corindon et rutile
- Corindon et hématite

## 5 – Accidents de parcours

Les cristaux peuvent subir des fractures internes ou externes, naturelles ou non. Les **givres secs** sont des fractures naturelles pouvant se rencontrer dans toutes les gemmes. Des oxydes métalliques profitent de fissures ou de clivage pour se déposer d'une manière amorphe ou très finement cristallisée ( "limonite" dans beaucoup de gemmes)

Les glaces sont des fêlures provoquées par la taille ou un choc

On peut rencontrer également des **fêlures internes** en forme de rosace (*dans les zircons*, *péridots, diamants...*) et des **décollements internes**, en forme de " mille pattes "comme dans les *pierres de lune ou les " zébrures " dans l'améthyste*.

# II – Ce que nous savons faire en gemmologie classique

## 1 – Etude et identification du matériel-hôte

Il est indispensable de contrôler l'identification de la pierre dans laquelle se trouvent la ou les inclusions.

## 1 - 1 – Les outils classiques

Pour identifier une pierre, il faut au moins, deux tests positifs de gemmologie classique.

 $\underline{1-1-1-:L'@il}$  est notre premier instrument d'observation. Avec un peu d'habitude et d'entrainement, il capte l'aspect général de la matière, la couleur, l'éclat, et la dispersion de la lumière sur la pierre.

<u>1 - 1 - 2 : La loupe 10X</u>, permet d'observer l'état de surface et la forme des cassures de la gemme et d'apprécier ainsi sa dureté ou sa fragilité.

Lorsque l'observation plonge dans la matière, on peut déceler ou non le dédoublement des inclusions et des arêtes, ce qui donne une idée du caractère optique de la pierre. On note les différents types de zonage de couleur.... On appréciera le relief plus ou moins marqué des plans de croissance.

#### 1 - 1 - 3 – Les instruments

Pour mettre en évidence les propriétés optiques des gemmes, le polariscope, le réfractomètre, le calcul de la biréfringence et le signe optique de la gemme, permettent bien des différenciations.

Le spectroscope peut mettre en évidence certains éléments absorbants présents dans la gemme et souvent colorants.

Le dichroscope montre le pléochroïsme des pierres colorées anisotropes.

Pour les pierres dont le poids est supérieur à 1 carat, la densité mesurée à la balance hydrostatique est une aide précieuse (les liqueurs de densité ne permettant qu'une appréciation).

## 2 – Etude des inclusions

#### 2 - 1 – Observation à la loupe

L'aspect des inclusions oriente l'identification vers une pierre naturelle, synthétique ou artificielle.

**2 – 2 – L'étude à la binoculaire** à grossissement 20 à 40 X nous renseigne sur la morphologie, la transparence ou translucidité, les dimensions ou la couleur des inclusions. La qualité de leur relief optique dans la pierre d'accueil peut orienter l'identification. L'éclat et la brillance sont également pris en compte. Si on adjoint des polariseurs, il est possible d'apprécier un pléochroïsme net de l'inclusion ou sa biréfringence.

## 3 – Les ouvrages à consulter

Avec toutes ces données regroupées, de nombreux ouvrages et tableaux permettent en général l'identification de la pierre (Tableau des gemmes étudiées à l'ING, Gemmes de l'AFG, Larousse des Pierres Précieuses, Manuel de détermination de Lulzac...)

L'identification des inclusions est en revanche beaucoup plus difficile :

- Nous n'avons accès qu'à peu d'éléments. Ils sont issus uniquement de l'observation et non à des mesures précises.
- La variété des inclusions (espèces minérales) est bien supérieure à celle des gemmes elles-mêmes.

A la recherche des représentations des inclusions, les trois tomes de Photoatlas de *E.J. GUBELIN et J.I. KOIVULA (1985, 2005, 2008)* et " Magic World : Inclusions in Quartz de *Jaroslav HYRSL et Gerhard NIEDERMAYR (2003)* m'ont été d'un grand secours.

Les outils de laboratoire s'avèrent donc, indispensables.

# III— Les outils de laboratoire dont nous avons besoin pour identifier certaines inclusions

Selon que l'inclusion est affleurante ou non, les techniques mises à notre disposition pour son identification sont différentes.

## 1 - L'inclusion est interne : utilisation de la spectroscopie Raman

#### 1 – 1 – Principe de la méthode :

C'est une méthode non destructive qui permet de caractériser les vibrations moléculaires dans la structure d'un matériau.

L'effet Raman utilise la diffusion inélastique d'une radiation monochromatique sur des molécules :

Un faisceau de photons générés par un laser monochromatique pénètre dans une gemme transparente. Il se heurte aux molécules rencontrées, provoque une diffusion de photons, et crée une vibration avec apparition de radiations d'intensité et de fréquence différentes de la radiation incidente.

Ce décalage entre les longueurs d'ondes excitatrices et celles de diffusion est propre à chaque molécule.

#### 1 – 2 - Spectre Raman

Il se traduit par une succession de vibrations matérialisées par un spectre composé de raies que l'on analyse pour identifier le cristal.

L'abscisse donne la traduction conventionnelle en " nombre d'onde ", exprimé en cm<sup>-1</sup> et l'ordonnée, l'intensité du rayonnement.

Cette technique est utilisée pour étudier des inclusions solides ou liquides, affleurantes ou non. Que l'échantillon soit brut, taillé ou poli, il n'a besoin d'aucune préparation, si ce n'est la propreté, mais il ne doit surtout pas être fluorescent à la longueur d'onde de l'excitatrice. Sinon, il faut changer de longueur d'ondes.

#### 1 – 3 – Résultats

Une banque de données de spectres de référence permet de comparer celui de l'échantillon et proposer une identification, à condition de tenir compte de son orientation cristallographique.

Ce peut être un accès rapide à une réponse, mais attention ! Il n'est pas toujours aisé de trouver l'inclusion. Des parasites et artéfacts peuvent brouiller le résultat ou modifier l'interprétation d'un débutant.

# 2 - L'inclusion est affleurante (ou on la rend affleurante): utilisation du Microscope Electronique à Balayage - MEB

Lorsque par chance, les inclusions arrivent à la surface de la gemme, il est possible d'étudier la composition chimique de celles-ci, à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage équipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie. On peut obtenir des images en électrons secondaires ou retro diffusés, (topographie et contraste de composition), et une analyse chimique par EDS (Energy Dispersive Spectrometry)

#### 2 – 2 – 1 – Principe de la méthode

Le MEB permet d'analyser les interactions électron-matière.

Sous vide, une cathode émet des électrons qui heurtent un échantillon métallisé.

L'interaction entre les électrons incidents et l'échantillon produit une émission de rayonnements d'énergies différentes:

- des électrons secondaires renseignent sur la surface
- des électrons retro diffusés donnent une indication du poids atomique moyen du matériau
- l'émission de photons X informe sur la composition chimique

#### 2 – 2 – 2 – Préparation de l'échantillon

L'échantillon doit conduire l'électricité. Sa surface doit être propre et présenter une surface plane et perpendiculaire au faisceau électronique.

Pour cela, il faut le métalliser, c'est-à-dire le recouvrir d'une fine couche de carbone, d'or, de platine ou de palladium.

L'échantillon est placé sur un plot métallique et " collé " par de la laque d'argent. Il subit sa métallisation sous vide.

#### 2 - 2 - 3 - Résultats

On obtient deux cartes d'identité de la gemme étudiée :

- un spectre de composition chimique (analyse qualitative)
- les pourcentages atomiques des éléments constituants (analyse quantitative), dans les cas favorables

Le MEB ne détecte pas les éléments légers dont le numéro atomique est inférieur ou égal à 4 comme le béryllium.

# IV – ETUDE DES MATERIAUX CHOISIS

## Présentation de mes échantillons et de leurs inclusions

Les photos présentées permettent d'apprécier la forme des échantillons et l'allure générale de leurs inclusions

Photo	MP	Nom	Poids carat	Dimensions en millimètres	Origine géographique	Inclusions
	1	Quartz Calcédoine	2,25	11,4 x 7,8 x 4,5mm	inconnue	
	2	Fluorite	4,05	12,4 x 9,7 x 5,5mm	inconnue	
	3	Quartz Aventurine	5,73	17,5 x 12,5 x 4,1mm	Nevada – USA	
	4	Quartz Aventurine	2,55	16,5 x 5,6 x 2,7mm	inconnue	
	5	Topaze	10,20 puis 7,80	13,5 x 11 x 5,1mm	Mogok-Myanmar	
	6	Topaze	35,75	20 x 14,4 x 9,1mm	Brésil	
	7	Obsidienne	1,82	10,3 x7,4 x 4,85mm	Oregon - USA	
	8	Aigue-marine	6,53	13,2 x 10,7 x 7,2mm	Madagascar	
	9	Grenat Spessartite	6,83	11,6 x 9,6 x 5,9mm	Afrique de l'Est	
	10	Phénacite	1,16	8,4 x 5,2 x 3,5mm	Madagascar	
	11	Rhodonite	1,75	7,65 x 5,9 x 3,9mm	Aracuaï - Brésil	
	12	Péridot	1,32	7,1 x 4,4 x 7,2mm	Brésil	

.6	13	Quartz	2,24	10,3 x 6,9 x 4,5mm	Brésil	0
A COLOR	14	Quartz	32,48	30 x 20 x 8,7mm	Luc Yen-Vietnam	
	15	Topaze	3,35	9,7 x7,4 x 4,5mm	Madagascar	
	16	Quartz	12	14,8 x12,4 x 9mm	Madagascar	
	17	Quartz	4,67	11,7 х 9,7 х 7,6mm	Madagascar	
	18	Quartz	5,74	16,4 x7,6 x 5,8mm	Ambolo Madagascar	
	19	Spinelle	11,11	15 x13,2 x 7,4mm	Sri Lanka	

# <u>V – INSTRUMENTS UTILISES</u>

# 1- Instruments classiques utilisés dans le cadre de mes recherches 1- 1- La loupe

L'observation se pratique avec une loupe aplanétique, achromatique et de grossissement 10. J'ai travaillé avec une loupe "Triplet, R.Rubin ", 18mm de diamètre.

## 1-2 – Le polariscope

C'est un petit matériel artisanal fabriqué à partir d'une boite ronde, qui inclut deux filtres polaroïds superposés et croisés, un petit plateau transparent et mobile et un miroir. Il n'a évidemment pas de nom.

### 1 – 3 – Le réfractomètre

C'est un "Topcon " qui permet de lire les indices de réfraction et la biréfringence des pierres. Le joint optique est du diodométhane saturé au soufre, dont l'indice de réfraction est 1,79.

## 1 - 4 - Le dichroscope

C'est un dichroscope à calcite de la marque "Rayner optical CO. LTD.

## 1-5 – Le spectroscope

C'est un petit appareil de poche, également de la marque "Rayner".

#### 1 – 6 – Le filtre Chelsea

Il porte le nom de Gem-A, "Chelsea Colour Filter TM ".

#### 1 – 7 – La boite à ultra-violet

C'est un vieux modèle d'une firme américaine, "Ultra-violet PRODUCTS INC. chromato-vue, model CC20 ". Deux lampes émettent des longueurs d'ondes de 365 et 254 nanomètres. Je ne connais pas sa puissance, 4 ou 6 watts!

## 1 – 8 – La balance hydrostatique

Un montage " artisanal " de petites dimensions (10 cm de haut, sur 5cm de large) sur une balance " Tanita " permet de calculer les densités de pierres dont le poids est inférieur à 15 carats. Il est composé d'un portique posé sur le plateau de la balance, enjambé par un pont sur lequel repose un petit pot rempli d'eau distillée. Du centre du portique, un panier suspendu plonge dans l'eau.



Figure 3 – "Balance hydrostatique", de fabrication artisanale

## 1 – 9 – Le microscope binoculaire

L'appareil utilisé est un stéréo-microscope "Leica, de type MZ7,5 ", à grossissement de 6,3 à 100 et équipé de fibres optiques. Un objectif avec échelle millimétrique (micromètre) permet de mesurer les inclusions.

## 1 – 10 – L'appareil photographique

L'appareil est un Sony  $\alpha$  55 monté sur le microscope binoculaire par l'intermédiaire d'un adaptateur. Les images obtenues en JPEG sont d'environ 1,3 à 5,7 Mo.

## 2 – Outils de laboratoire

La spectrométrie est utilisée depuis 1977 pour étudier les inclusions sous la surface des gemmes (La microscopie Raman en Gemmologie –  $N^{\circ}$  hors série 1992 – AFG)

- 2 1 La " **Petite sonde**" Spectromètre Raman à transformée de Fourier Bruker RFS 100, équipé d'un laser Nd : YAG à 1064 nm, d'une puissance de 350 mW. Accumulation de 1000 spectres, résolution spectrale de 2 à 4 cm<sup>-1</sup>.
- 2-2 La" **Grande sonde**", est un spectromètre dispersif Raman Jobin & Yvon 64000, à configuration triple soustractif pour éliminer le pied de la raie d'excitation, réseau de 600 lignes par mm, résolution d'environ  $4 \text{ cm}^{-1}$ , mode confocal vrai, excitation par la raie 514 mm du laser argon ionisé et d'une puissance maximale de 12 watts.



Figure 4 - Salle du spectroscope Raman T 64000 –IMN – Faculté de Nantes

Pour les échantillons MP14 et 9, les spectres ont été pratiqué au Laboratoire Français de Gemmologie avec un " INVIA RAMAN MICROSCOPE ", laser argon – 514 nmpuissance 20 mW, couplé à un microscope LEICA, objectif 40.

#### 2 – 3 – Le Microscope Electronique à Balayage (MEB)

L'appareil de la faculté des Sciences de Nantes est un JEOL JSM 5800 LV.

Le voltage utilisé est 20.00 KV, le courant de 0,3 nA L'angle d'émergence des photons X est 37.00 degrés. Le détecteur est PGT IMIX PTS travaillant en dispersion d'énergie. L'oxygène est généralement calculé par stœchiométrie. De nombreux articles ont démontré l'utilisation de cet instrument pour identifier les inclusions, à la fois par l'imagerie, mais surtout par microanalyse.



Figure 5 - MEB JEOL JMS 5800 LV — http://www.cnrs-imn.fr/Equipements/MEB/MEB\_UN.htm

Pour les échantillons MP1 et MP5, une étude complémentaire a été pratiquée avec un MEB – JEOL – JSM 6460 LV, en mode " low vacuum ", (sans métallisation pour préserver l'échantillon), équipé d'une sonde EDX INCA de OXFORD.

# VI– LES INCLUSIONS ETUDIEES

## Gemme étudiée : MP7

Cette pierre jaune clair de 1,82 carat, de qualité gemme, facettée, taille ovale, de dimensions 10,3 mm x 7,4 mm x 4,85 mm, provient de l'Oregon, Etats-Unis. Elle a été vendue comme obsidienne, mais il convient, dans un premier temps de contrôler son identification. Son aspect et sa couleur peuvent évoquer un verre libyque.

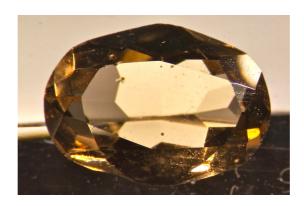


Figure 6 – Obsidienne ou verre libyque

## Propriétés physiques et optiques de la matrice

Polariscope : ne rétablit pas la lumière

Indice de réfraction: 1,465

Matériel isotrope

Densité : 2,27 UVL : inerte UVC : inerte Verdit sous le filtre chelsea

## <u>Identification de la pierre</u>

Les tests classiques ne permettent pas de faire la distinction entre obsidienne et verre libyque. La petite sonde Raman peut départager ces deux matériaux.

## <u>Le verre libyque</u> – SiO<sub>2</sub> (Carion et al – 2007)

Ce verre a été trouvé et décrit en 1848 par Hadj Hussein, dans la partie égyptienne du désert et non en Libye.

Le verre libyque est une impactite vitreuse, composée de 98 % de silice, 2 % d'alumine et de traces d'oxyde de fer, de titane et de zirconium.

Sa densité est de 2,2.

Les inclusions de cristobalite sont fréquentes.

Mais, existent-ils d'autres verres de ce type dans le monde ?

## **L'obsidienne – SiO<sub>2</sub>** (*Carion et al – 2007*)

L'étymologie vient du grec " opsius ", qui signifie " vision, spectacle ", car l'obsidienne noire était utilisée comme miroir.

Verre rhyolitique composé de :

- 75 à 77 % de silice
- 10 à 15 % d'alumine
- 10 à 15 % de métaux alcalins
- 0,2 à 1 % de fer
- 0.5 à 3 % d'eau
- un peu d'alcalino-terreux
- traces de Na et/ou K

Sa couleur dépend de ses éléments en trace.

### **Test Raman**

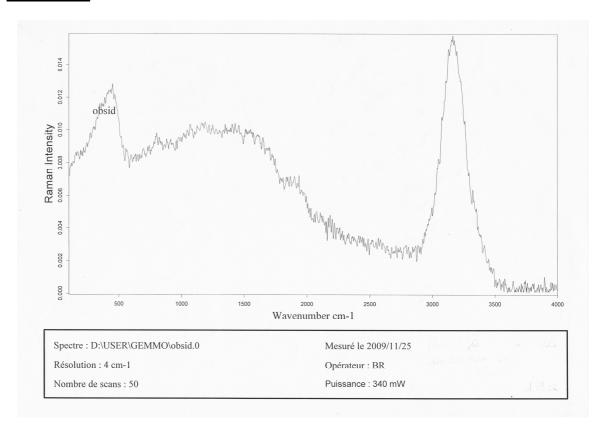


Figure 7 - Spectre de la pierre jaune

La pierre étudiée présente un fort signal de l'eau à 3200 cm<sup>-1</sup>. Un verre libyque, beaucoup moins riche en eau ne donnerait pas un tel pic. Nous sommes bien en présence d'une **obsidienne.** 

Un examen au MEB permettrait de définir les différents éléments et les proportions de sa composition.

## MP7 – Dans une obsidienne jaune clair

On note la présence de cinq petites boules beige clair en lumière transmise, non homogènes, disposées de manière aléatoire. Certains spicules s'irisent en lumière réfléchie. La taille des plus petites représente environ 90  $\mu$ m, la plus grosse, celle qui sera étudiée à un diamètre de 160  $\mu$ m.

Ces inclusions ressemblent à un groupe de "snowballs de cristobalite-tridymite photographié dans le " Photoatlas 3 ". Ces inclusions sont observées dans un verre rhyolitique de San Luis Potosi, Mexico.



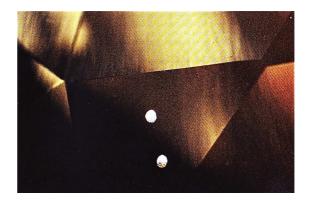


Figure 8 – Inclusion à étudier X30 en lumière réfléchie

Figure 9 – Inclusions du Photoatlas 3 X15 (Gubelin et Koivula – 2008)

Le test Raman confirme cette similitude. Il met en évidence de pics à 111, 228, **416**, 473, 789 cm<sup>-1</sup> (*Figure 10*) et est en faveur de deux types de cristaux, soit **la tridymite**, soit la **cristobalite**.

**La tridymite :** SiO<sub>2</sub> (*Johnsen – 2000*)

Etymologie : " triplet ", allusion à sa macle fréquente de 3 individus.

Elle présente une phase hexagonale de la silice, stable à une température intermédiaire entre le quartz et la cristobalite (domaine de stabilité entre 870°C et 1470°C).

Cristallisation orthorhombique.

Petits cristaux tabulaires, pseudo hexagonaux, souvent maclés.

La structure est en feuillets de symétrie hexagonale (Si<sub>4</sub>O<sub>10</sub>).

Densité < 2,30

La cristobalite : SiO<sub>2</sub>

Nommée d'après le gite de San Cristobal au Mexique et identifiée en 1884.

Cristallisation quadratique.

Petits cristaux d'aspect octaédrique dus à la cristallisation cubique de la cristobalite de haute température (1470°-1723°C) formant souvent des agrégats sphériques.

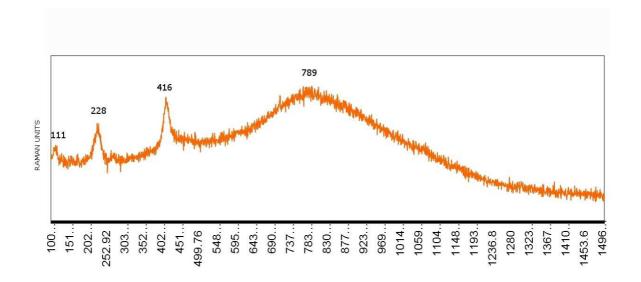


Figure 10 - Spectre Raman de l'inclusion MP7

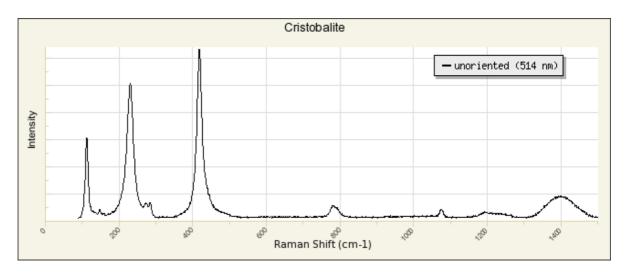


Figure 10 bis – RRUFF – Cristobalite X050046

## Conclusion

Si la forme des inclusions semble pseudo-hexagonale sur les photos, ce qui porterait vers la tridymite, la vibration fondamentale de ce cristal est 474 cm<sup>-1</sup>

Les examens pratiqués montrent un spectre très similaire à celui trouvé dans RRUFF Database Raman, avec une fondamentale à 416 cm<sup>-1</sup> (Figure 10 bis).

Donc, les agrégats sphériques trouvés dans cette pierre permettent de conclure à des inclusions de CRISTOBALITE.

## MP8 – Dans une aigue-marine

Cette gemme transparente bleu vert, taille radian, présente trois gros cristaux visibles à l'œil nu, deux sont jaunâtres, le troisième est blanc. Deux autres sont plus petits. Son poids est de 6,53 ct et ses dimensions 13,2 mm x 9,2 mm x 7,2 mm.



Figure 11 - Aigue-marine

## Identification de la gemme hôte :

Polariscope : rétablit la lumière tous les 90°

Indices de réfraction :  $n_o = 1,585 - n_e = 1,578$ 

Biréfringence : 0,008

Cristal uniaxe négatif

Pléochroïsme : net, bleu – bleu clair

Densité : 2,75 Filtre chelsea : verdit

Luminescence : UVL et UVC : nulle

Les tests gemmologiques classiques confirment que la pierre appartient à la famille des béryls et sa couleur bleue avec pointe de vert, lui donne le nom d'AIGUE-MARINE.

Le spectre Raman (*Figure 12*) confirme que l'échantillon est bien du béryl, avec les pics des vibrations fondamentales à 321, 397, 684 cm<sup>-1</sup>.

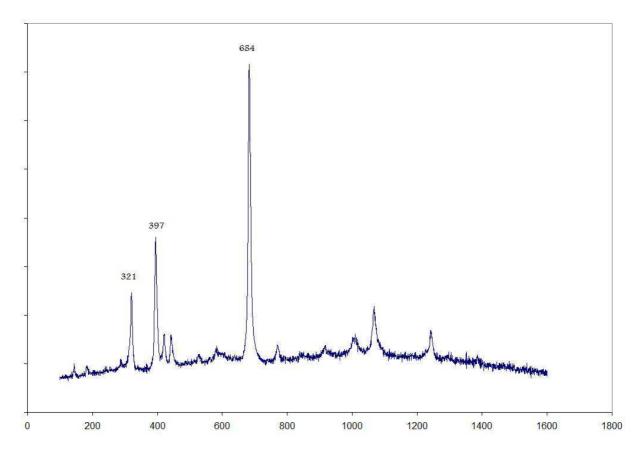


Figure 12 – Spectre Raman de l'aigue-marine

Ce spectre de matériel-hôte est important. En soustrayant ces pics dans le spectre de l'inclusion, on obtiendra peut=être un spectre caractéristique de cette dernière.

## Observations des inclusions

Cristaux trapus opaques, blanchâtres, de forme irrégulière et à aspect saccharoïde. Les dimensions de l'inclusion trapue semblent être 0,4 x 0,5 mm. Une inclusion plus allongée (0,2 x 0,4 mm), mais d'aspect assez semblable est plus jaunâtre.



Figure 13 - Les deux inclusions à étudier X 45

## **A – Inclusion blanchâtre** - MP8LAP :

Une des inclusions blanchâtres, d'environ  $0.5~\mu m$ , présente deux disques circulaires qui peuvent correspondre à des fractures.

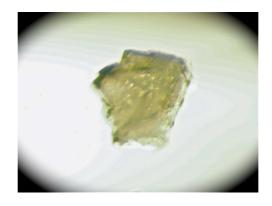


Figure 14– Inclusion blanche à étudier X 65

Le spectre Raman obtenu dans une inclusion blanchâtre donne des pics à 158, 280, 478, 512, 812, 1135 cm<sup>-1</sup> (*Figure 15*).

Les pics à 478 et 512 cm<sup>-1</sup> sont en faveur d'un **Feldspath.** 

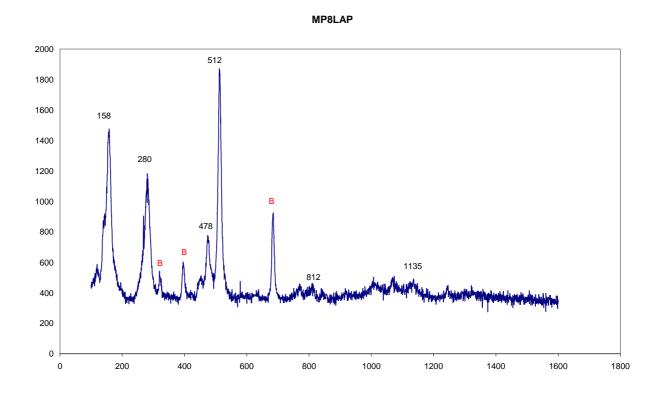


Figure 15- Spectre Raman de l'inclusion blanche

(B) représente les pics du béryl Ce spectre est à rapprocher de celui de l'orthoclase trouvé dans RRUFF.

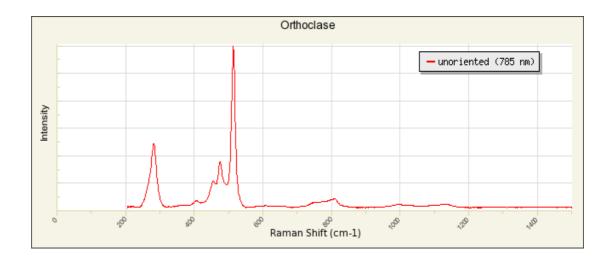


Figure 16: RRUFF - Orthoclase X050123

#### **ORTHOSE ou ORTHOCLASE:**

Terme potassique de la famille des feldspaths.

Minéral monoclinique, très répandu

Indices de réfraction : 1,519 - 1,524 - 1,526

Densité : 2,56 à 2,58

Dureté : 6 (étalon de l'échelle de Mohs)

# **B** - Inclusion jaunâtre présente un spectre assez similaire à l'inclusion blanchâtre étudiée.



Figure 17 – Inclusion jaune à étudier X 80

MP8 jaune donne des pics à 287, 478, 513, 772, 812,1001, 1070, 1136 cm<sup>-1</sup> (Figure 18).

#### **MP8JAUNE**

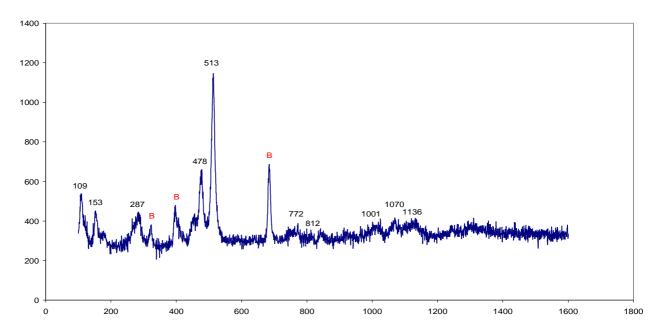


Figure 18- Spectre Raman de l'inclusion jaune

Ce spectre, très proche du précédent, peut correspondre à une référence de RRUFF pour l'orthoclase ou à celui d'un microcline.

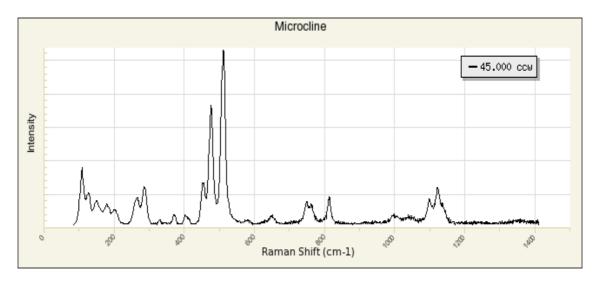


Figure 18 bis: RRUFF - Microcline - R040154

Les spectres obtenus sont ceux de feldspaths, soit sodique, (j'exclus celui de l'anorthoclase qui ne me semble pas correspondre aux banques de données de RRUFF et l'anorthite à cause de la taille de l'ion calcium), mais les pics de ces deux feldspaths sont trop proches pour les différencier.

Les inclusions n'affleurant pas à la surface, il est impossible de faire une analyse chimique qui permettrait une identification plus précise.

## **Conclusion**

Les inclusions présentes sont pour l'une **ORTHOSE ou ORTHOCLASE** (K Al Si<sub>3</sub>O<sub>8</sub>), et pour l'autre, **ORTHOSE ou ORTHOCLASE** et/ou **MICROCLINE** dans ce béryl.

Il est difficile de distinguer clairement entre microcline et plagioclase.

Les aigues-marines sont souvent en association avec les feldspaths potassiques et/ou les plagioclases.

### MP2 – Dans une Fluorite

Pierre taillée à degrés, de forme triangulaire, pans coupés, de couleur non homogène, jaune très pâle et deux angles faiblement violacés. Ses dimensions sont : 12,4 x 9,7 x 5,5 mm et son poids de 4,05 ct.

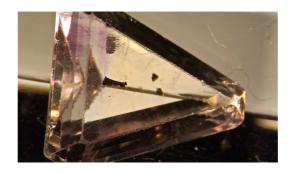


Figure 19 - Fluorite

### a – Identification de la pierre hôte

Polariscope : anomalies de polarisation

Indice de réfraction: 1,430

Cristal isotrope

Densité : 3,21

Luminescence : UVL : faiblement bleuâtre

UVC: inerte

**Fluorite** : du grec "fluo : couler abondamment ", allusion à sa fusibilité qui permet son emploi comme fondant dans la sidérurgie (Bariand et al. 1998).

Fluorure de calcium – CaF<sub>2</sub>, système cubique.

### **b** -Observations des inclusions

- 1 Macroscopie :
  - Une grosse inclusion noire en lumière transmise, métallique et dorée en lumière réfléchie.

- Deux autres plus trapues, une argentée, l'autre dorée en lumière réfléchie.

## 2 – Microscopie:

Polyèdre pyramidal à faces planes et arêtes vives, surmonté d'une tête boursouflée. Le faciès apparaît strié et feuilleté. L'aspect métallique est sombre ou doré selon l'éclairage.

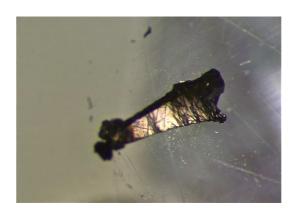


Figure 20 – Inclusion à étudier X 20. Elle semble mesurer plus d'un millimètre

Les inclusions métalliques classiques de la fluorite sont essentiellement des sulfures:

la pyrite : FeS<sub>2</sub>

Fe = 46,6 %

S = 53.4 %

Eclat métallique jaune, couleur plus prononcée que celle de la marcassite Cristallisation cubique

Dureté : 6 à 6,5
Densité : 4,9 à 5,1

- La marcassite : FeS<sub>2</sub>

Fe = 46,55 %

S = 53,45 %

Jaune bronze

Cristallisation orthorhombique

Dureté : 6 à 6,5Densité : 4,8

- La galène : PbS

Pb = 86,6 %

S = 13.4 %

Eclat métallique gris

Cristallisation cubique

Dureté : 2,5 à 3Densité : 7,5

- La chalcopyrite : CuFeS<sub>2</sub>

Fe = 30.5 %

Cu = 34,5 %

S = 35 %

Couleur jaune laiton

Dureté : 3,5 à 4Densité : 4,1 à 4,3

Cristallisation quadratique.

## c - Examen au MEB

Présence de cuivre, fer et soufre.

Elm	El wt%	Atomic %
Fe	28.23	26.67
Cu	31.76	26.37
S	28.54	46.97
Total	88.53	100.01

Le pourcentage atomique du soufre est un peu faible pour ceux du cuivre et du fer, mais les poids atomiques correspondent assez bien à une **chalcopyrite** (Figure 21).

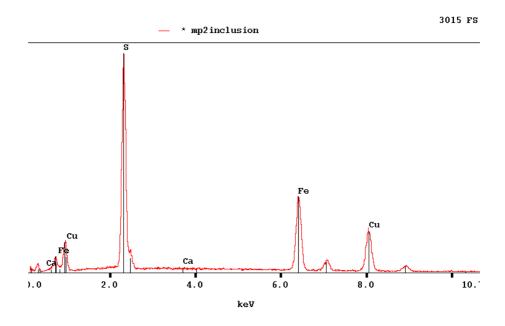


Figure 21 – Composition chimique –MEB

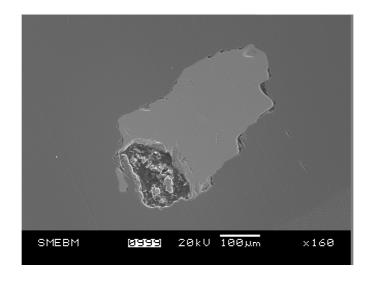


Figure 22 - Inclusion de chalcopyrite dans la fluorite. Image obtenue en électrons secondaires

Les dimensions de l'inclusion sont environ  $550~\mu m$  de long et entre 300 et  $400~\mu m$  de large. Elles semblent inférieures aux mesures prises à la binoculaire.

Bien que les inclusions de chalcopyrites représentées dans le "Photoatlas 1 " montrent une morphologie différente de celle étudiée, je conclus à **chalcopyrite.** 

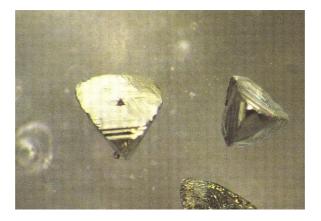


Figure 23- Chalcopyrite dans une fluorite du Mexique (Gübelin et Koivula -1986)

### **CONCLUSION**

Inclusions de CHALCOPYRITE

Chalcopyrite et fluorite forment une association classique.



Figure 24 – Inclusion de chalcopyrite de forme inhabituelle dans une fluorite incolore

# MP6 – Dans une topaze

Les propriétés physiques et optiques confirment une topaze brute roulée et polie au tonneau, bleu clair dont les dimensions sont de 20 x 14,4 x 9,1 mm et le poids de 35,75 ct.

Polariscope : rétablit la lumière tous les 90° Indice de réfraction : environ 1,620 en lecture cabochon

Densité : 3,52

Luminescence : UVL et UVC : inerte

Filtre chelsea : inchangé

Fluosilicate d'aluminium de cristallisation orthorhombique (Al<sub>2</sub> SiO<sub>4</sub> (F, OH)<sub>2</sub>.



Figure 25 – Topaze bleu clair

### Observation de l'inclusion à la loupe

Inclusion sombre, de forme grossièrement pyramidale. Ses dimensions sont d'environ 2,2 mm de long et 1,6 mm de large.

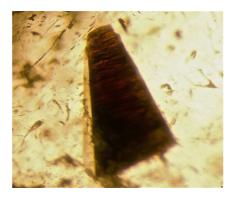


Figure 26 - Inclusion à étudier X 20

# Observations de l'inclusion au microscope

Inclusion brune, translucide, à fort pléochroïsme brun clair à brun foncé, de forme quadratique ou hexagonale et pyramidée.

Sa surface ressemble à un empilement de lamelles.

#### Une inclusion est très semblable : la **BIOTITE**



Figure 27 – Biotite dans une topaze du Nigeria (Gübelin et Koivula - 2005)

#### **BIOTITE**

Dédié à BIOT, spécialiste français de l'optique cristalline.

Mica ferromagnésien : K<sub>2</sub> (Fe, Mg)<sub>6</sub> (Al<sub>2</sub> Si<sub>6</sub> O<sub>20</sub>) (OH,F)<sub>4</sub>

Cristallisation monoclinique.

Faciès pseudo-hexagonal.

Susceptible de s'altérer en chlorite.

Chlorite avec exsudation d'oxyde de fer et minéraux titanifères (forme stable). Le titane remplace partiellement le silicium dans la biotite (Fischesser – 1970).

#### Biaxe négative

$$\begin{split} n_p \colon & 1,565 - 1,625 \\ n_m \colon & 1,605 - 1,696 \\ n_g \colon & 1,605 - 1,696 \end{split}$$

Dureté: 2,5-3

#### **Diffusion Raman**

Bien que le travail à la grande sonde ait été effectué dans l'inclusion, le spectre qui apparaît est celui de la topaze. Seuls les pics à 522, 635 cm<sup>-1</sup> peuvent correspondre à ceux de l'inclusion. Donc, aucun renseignement valable.

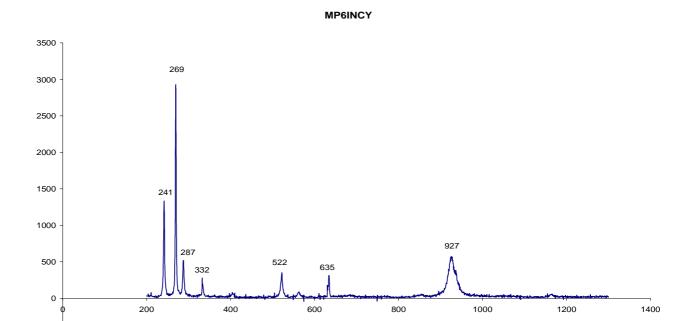


Figure 28 – Spectre Raman (topaze et inclusion?)

# **Conclusion**

-500

Il faut amener l'inclusion à la surface pour faire une analyse chimique au MEB. Le travail est effectué d'abord avec une poudre de carbure de silicium, puis une fine poudre de diamant.

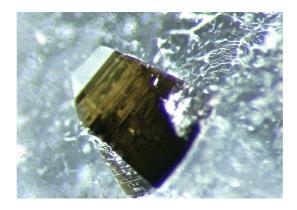


Figure 29 - Inclusion après abrasion X25

# **Etude au MEB**

Ces examens ont été pratiqués par un MEB JEOL JSM 6460 LV, en mode " low vacum ", équipé d'une sonde EDX INCA de OXFORD.

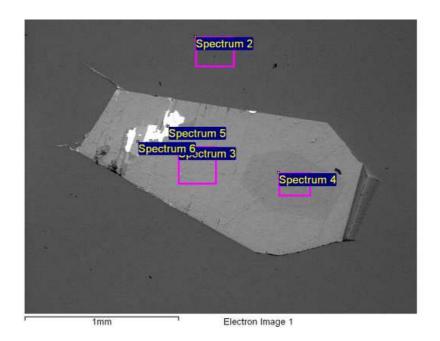


Figure 30 – Micrographie électronique de l'inclusion par analyse EDS La longueur de l'inclusion est d'environ 1,8 mm, sa largeur de 0,6 à 1 mm

Processing option: All elements analysed (Normalised) All results in atomic%

Spectrum	C	O	F	Al	Si	S	Cl	K	Ti	Mn	Fe	Pb	
Spectrum 2	4.99	37.92	20.65	22.88	13.57								Matrice
							<del>.</del>	- 0-	0.40				
Spectrum 3	6.11	52.13		9.88	17.21		0.45	5.02	0.18	0.30	8.73		Inclusion
Spectrum 4	6.42	47.28	6.33	10.06	17.87		0.18	4.98	0.17	0.25	6.46		Inclusion
Spectrum 5	34.84	14.25		3.15	3.06	22.13		1.18			1.46	19.93	Hétérogénéité 1
Spectrum 6	24.72	52.42		2.39	1.43			0.30		0.43	18.32		Hétérogénéité 2

<u>Figure 30</u>: MEB (X50), vue de l'inclusion et résultat de composition élémentaire (en % atomique) par d'analyse EDS dans les zones de spectres indiquées. L'inclusion présente deux zones de composition différente et des hétérogénéités.

La section trapézoïdale de l'inclusion laisse voir une matière non homogène :

- une zone trapézoïdale également dont la forme semble inversée par rapport à celle de l'inclusion principale (germe ?), plus grise, donc moins radiopaque, (" spectrum 4 ") qui donne une teneur en fer moins importante que dans le reste de la matière incluse. Présence de fluor (provenant de la topaze ?).
- une zone très blanchâtre, irrégulière, mais présentant des angles droits et des formes qui semblent pseudo-cubiques.

# 1 - Etude de la composition chimique de :

- la topaze
- l'inclusion
- du zonage dans l'inclusion

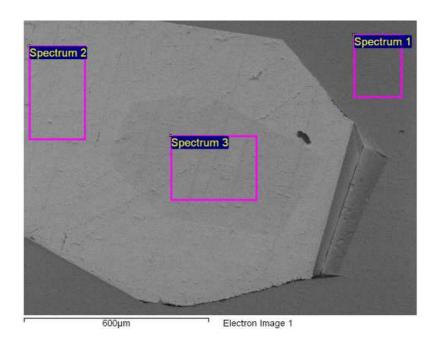


Figure 31 – Zonage dans l'inclusion Il mesure environ 600 µm de long et 450 µm de large

Processing option: All elements analysed (Normalised) All results in atomic%

Spectrum	In stats.	С	0	F	Al	Si	Cl	K	Ti	Mn	Fe	Total	
Spectrum 1	Yes	4.53	38.66	20.37	22.62	13.63					0.18	100.00	Matrice
Spectrum 2	Yes	5.46	51.17		10.37	17.43	0.23	5.25	0.21	0.32	9.57	100.00	Inclusion, composition 1
Spectrum 3	Yes	4.36	52.12		10.98	19.27	0.27	5.40		0.31	7.29	100.00	Inclusion, composition 2
Max.		5.46	52.12	20.37	22.62	19.27	0.27	5.40	0.21	0.32	9.57		
Min.		4.36	38.66	20.37	10.37	13.63	0.23	5.25	0.21	0.31	0.18		

<u>Figure 31</u>: MEB (X100), vue de l'inclusion et résultat de composition élémentaire (en % atomique) par analyse EDS dans les zones de spectres indiquées. L'inclusion présente deux zones de composition différentes et des hétérogénéités.

# Tableaux récapitulatifs des résultats en pourcentage atomique

TOPAZE Matrice	Spectrum	С	О	F	Al	Si	Fe
Figure 30	2	4,99	37,92	20,65	22,88	13,57	
Figure 31	1	4,53	38,66	20,37	22,62	13,63	0,18

Inclusion	Spec.	С	0	F	Al	Si	Cl	K	Ti	Mn	Fe
Figure 30	3	6,11	52,13		9,88	17,21	0,45	5,02	0,18	0,30	8,73
Figure 31	2	5,46	51,17		10,37	17,43	0,23	5,25	0,21	0,32	9,57

Zonage dans inclusion	Spec	С	0	F	Al	Si	Cl	K	Ti	Mn	Fe
Figure 30	4	6,42	47,28	6,33	10,06	17,87	0,18	4,98	0,17	0,25	6,46
Figure 31	3	4,36	52,12		10,98	19,27	0,27	5,40		0,31	7,29

Le zonage dans l'inclusion contient un peu moins de fer que l'inclusion elle-même, mais sa composition chimique est très similaire.

# 2- Etude des inclusions blanches

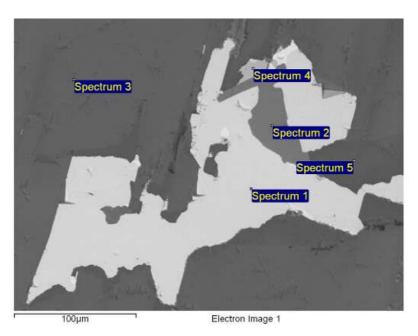


Figure 32 – Inclusions blanches et opaques Les inclusions s'étendent sur environ 320 μm

Spectrum	. C	О	F	Al	Si	S	K	Fe	Ag	Pb	Total	
Spectrum 1	40.14	10.84		3.23	2.40	22.90	0.84			19.64	100.00	Hétérogénéité, composition 1
Spectrum 2	25.91	5.87		1.88	1.33	42.63	0.44	21.95			100.00	Hétérogénéité,
Spectrum 3	13.15	55.14		9.14	14.30		3.26	5.02			100.00	composition 2 Inclusion
Spectrum 4	8.93	32.31		4.60	3.89	1.63		2.13	46.51		100.00	Hétérogénéité,
Spectrum 5	6.93	47.66	5.66	10.17	18.84	0.49	5.50	4.76			100.00	composition 3 Hétérogénéité, composition 4
Max.	40.14	55.14	5.66	10.17	18.84	42.63	5.50	21.95	46.51	19.64		
Min.	6.93	5.87	5.66	1.88	1.33	0.49	0.44	2.13	46.51	19.64		

<u>Figure 32</u>: MEB (X400), vue de l'inclusion et résultat de composition élémentaire (en % atomique) par analyse EDS dans les zones de spectres indiquées. L'inclusion présente deux zones de composition différentes et des hétérogénéités.

De cette analyse, il ressort trois compositions différentes :

- Spectrum 1 : partie très blanche, opaque, présence de plomb, soufre et carbone (40,14 %). Peut-on négliger le carbone et conclure à sulfure de plomb : GALENE, Pb S? (L'échantillon a été métallisé au carbone qui a peut-être donné un artéfact présent sur tous les spectres!)
- Spectrum 2 : partie grise, beaucoup plus transparente, présence de fer, de soufre et peu d'oxygène, (2 soufres pour 1 fer) sulfure de fer : **PYRITE**, Fe S<sub>2</sub> ?
- Spectrum 3 : inclusion : silicate d'aluminium, fer et potassium
- Spectrum 4 : important pourcentage d'argent, dans une partie qui apparaît gris moyen.
- Spectrum 5 : une composition qui rappelle celle de l'inclusion dans l'inclusion.

#### 3 – Etude d'une partie hétérogène à la limite de la matrice et de l'inclusion primaire

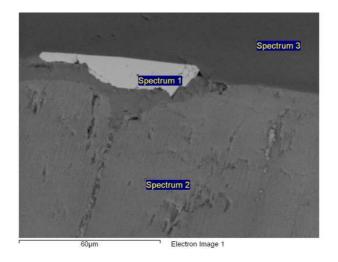


Figure 33 – Inclusion hétérogène. L'inclusion s'étend sur environ 75 μm et 15 μm de largeur X1000

Processing option : All elements analysed (Normalised) All results in atomic%

Spectrum	С	O	F	Na	Al	Si	S	Cl	K	Ti	Mn	Fe	Zn	
Spectrum 1	35.89	9.19			4.09	2.52	23.28		0.55			3.66	20.81	Hétérogénéité
Spectrum 2	10.40	52.09		0.37	9.53	15.64		0.23	4.20	0.17	0.21	7.15		Inclusion
Spectrum 3	3.32	39.16	20.66		22.33	13.73			0.22			0.57		Matrice
Max.	35.89	52.09	20.66	0.37	22.33	15.64	23.28	0.23	4.20	0.17	0.21	7.15	20.81	
Min.	3.32	9.19	20.66	0.37	4.09	2.52	23.28	0.23	0.22	0.17	0.21	0.57	20.81	

- Spectrum 1 : présence de soufre et de zinc et de 35,89 % de carbone
- Spectrum 2 : composition de l'inclusion primaire
- Spectrum 3 : composition de la topaze.

Puis-je faire abstraction du carbone et m'orienter vers SPHALERITE ZnS?

### **Deuxième section:**

Afin d'éviter toute suspicion de contamination, il a été effectué une deuxième section :

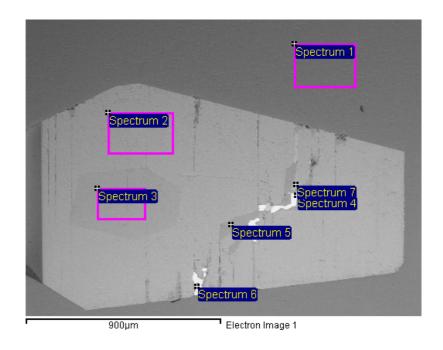


Figure 34 – Deuxième section X70. Longueur de l'inclusion 1,6 et 1mm au plus large

Processing option: All elements analysed (Normalised) - All results in atomic%

Spectrum	С	O	F	Al	Si	S	K	Ti	Mn	Fe	Pb	
Spectrum 1		36.62	18.94	26.90	17.19		0.15			0.21		Matrice
Spectrum 2		43.58	6.01	12.29	20.51		6.05		0.34	11.22		Inclusion, composition 1
Spectrum 3		43.07	6.21	12.74	22.29		6.21		0.27	9.21		Inclusion, composition 2
Spectrum 4	13.81	19.16		6.66	6.48	25.36	2.63			3.12	22.77	Hétérogénéité 1
Spectrum		43.23	7.51	11.82	22.84		6.63	0.23		7.75		Hétérogénéité 2
Spectrum 6		23.11		8.98	7.22	28.82	2.19			4.07	25.60	Hétérogénéité 3 (=Hétérogénéité 1?)
Spectrum 7		52.44		7.01	6.97		1.59		0.63	31.36		Hétérogénéité 4
Max.	13.81	52.44	18.94	26.90	22.84	28.82	6.63	0.23	0.63	31.36	25.60	
Min.	13.81	19.16	6.01	6.66	6.48	0.10	0.15	0.13	0.18	0.21	0.07	

<u>Figure 34</u>: MEB optique (X70), vue de la seconde section faite dans l'inclusion de l'échantillon. Comme pour la première section, l'inclusion présente deux zones de composition légèrement différentes ainsi que des hétérogénéités de composition très différentes.

Dans chacune des zones, les compositions chimiques sont sensiblement similaires à celles trouvées lors de la première section.

- 1 Pour l'inclusion et sa partie la plus claire spectrum 2 et 3 :
  - o le pourcentage de **potassium** (6,05 -6,21) correspondant à la moitié ou au 2/3 de celui du **fer** (11,22 9,21)
  - o le pourcentage d'aluminium (12,29 12,74) sensiblement proche de celui du fer

L'inclusion appartient au groupe des **micas**. Elle ne comporte pas de magnésium. L'annite (K, Fe<sub>3</sub> O<sub>12</sub> H<sub>2</sub> Al Si<sub>3</sub>) et la tetraferrianite (K Fe<sub>2</sub> Al<sub>3</sub> Si<sub>2</sub> O<sub>12</sub> H<sub>2</sub>) étant écartées, elle s'apparente à une **SIDEROPHYLLITE** K Fe<sub>2</sub> Al(Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>10</sub>) (OH)<sub>2</sub>.

Allusion à sa composition chimique.

C'est un phyllosilicate découvert vers 1880, de cristallisation monoclinique.

Sa dureté est de 2,50 et sa densité comprise entre 2,70 et 3,10.

Biaxe négative, ses indices sont compris entre 1,582 et 1,625.

Les éléments essentiels sont : aluminium, fer, hydrogène, potassium, oxygène, silicium.

- 2 Les hétérogénéités spectrum 4 et 6 :
  - o du **soufre** (25,36 et 28,82 %) et du **plomb** (22,77 et 25,60 %), **zinc** (20,81 %)

Faut-il tenir compte des autres éléments pour conclure ?

### **Conclusion**

L'inclusion sombre semble être de la **SIDEROPHYLLITE** dont le centre plus clair apparaît comme le germe accompagné d'hétérogénéités qui semblent être des sulfures, **GALENE, PYRITE, SPALERITE**?

Il existe du **TITANE** en impureté, est-ce du rutile ?

### **MP1 – Dans une calcédoine**

Pierre translucide gris blanc, à inclusions vertes dont les dimensions sont 11,4 x 7,8 x 4,5 mm et dont le poids est de 2,25 ct.

### Propriétés optiques et physiques

Polariscope : constamment éclairée

Indice de réfraction : environ 1,54 en lecture cabochon

Densité : 2,67

Luminescence : ULV : inerte

UVC: faiblement blanc-verdâtre

Les tests gemmologiques classiques confirment l'identification d'une calcédoine.

Oxyde de silicium, SiO<sub>2</sub>, micro cristallisé.



Figure 35 - Calcédoine

Etymologie de calcédoine : " Karchêdon " est le nom grec de Carthage, port phénicien d'Afrique du Nord où cette pierre était stockée, dans l'Antiquité (*Bariand et al – 1998*).

#### **Observations des inclusions**

#### 1 - A la loupe :

Nombreuses inclusions vert franc, opaques à translucides, d'aspect fibreux et dont les bords paraissent plus ou moins effilochés.

2 – A la binoculaire – grossissement x 30

Inclusions vertes de trois teintes différentes :

- une inclusion sphérique vert franc, entourée d'un anneau d'un vert plus profond. La matière de cet anneau est transparente et renvoie en lumière réfléchie, l'image d'une texture plus lisse et plus brillante que celle de l'inclusion sphérique
- des inclusions translucides vert jaune, en lame
- certaines affleurant en surface, avec un centre sombre

A noter, quelques inclusions métalliques et jaunes en lumière réfléchie.

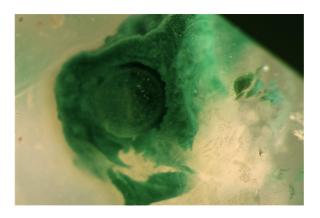


Figure 36 – Inclusion verte X32. L'ensemble représente 2 x 2,5 mm et la sphère centrale, 1mm de diamètre

### Examen au MEB

#### Analyse quantitative

Elm	El wt%	Atomic %
Si	20.96	23.68
Cu	28.99	14.48
O	31.18	61.85
Total:	81.13	100.01

### Possibilités d'identification

 $\textbf{DIOPTASE}: Cu_6\,Si_6\,O_{18}\,6H_2O$ 

**SHATTUCKITE**:  $Cu_5(Si_2O_6)_2(OH)$ 

**PLANCHEITE**: Cu<sub>8</sub> (Si<sub>4</sub>O<sub>11</sub>)<sub>2</sub> (OH)<sub>2</sub> H<sub>2</sub>O (bleu clair?)

Les résultats quantitatifs ne correspondent pas à la planchéite, ils sont proches de ceux de la shattuckite, mais celle-ci est un minéral bleu.

L'identification **DIOPTASE** semble bien adaptée, mais il faut la contrôler, de plus, l'inclusion verte étudiée n'est pas homogène, car elle décrit un anneau vert et transparent.

# Renseignements complémentaires :

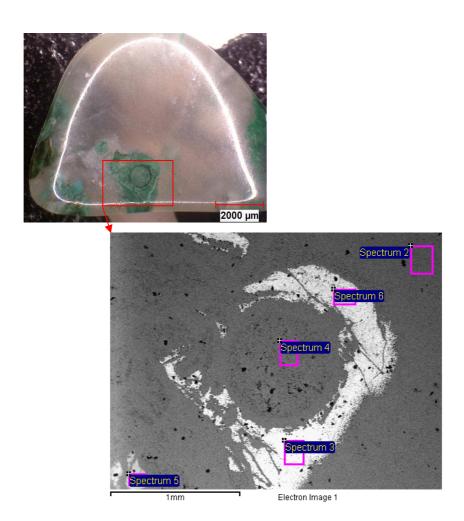


Figure 37- Image obtenue par électrons rétro diffusés. L'inclusion mesure globalement 1,85 mm. Le diamètre interne est d'environ 1 mm

Processing option: All elements analysed (Normalised) All results in atomic%

Spectrum	С	О	Si	Cu	
Spectrum 2 Spectrum 3 Spectrum 4 Spectrum 5 Spectrum 6	12,12 28,75 20,91 28,41 34,82	50,83 49,76 48,11 43,87 45,33	37,06 1,42 30,98 19,68 1.66	20,07 8,04 18,19	Matrice Calcédoine Inclusion affleurante Matière au centre de l'inclusion Inclusion affleurante Inclusion affleurante
Max. Min.	34,82 12,12	50,83 43,87	37,06 1.42	20,07 8,04	

<u>Figure 37</u>: MEB (X50), vues de l'inclusion et résultats de composition élémentaire (en % atomique) par analyse EDS dans les zones de spectres indiqués.

- Les "spectrum " 3 et 6 pratiqués dans " l'anneau vert " donnent du cuivre, un pourcentage de carbone non négligeable (28,75 et 34,82 %) et très peu de silice (1,42 et 1,66 %).
  - Cette composition évoque la MALACHITE : Cu<sub>2</sub> (CO<sub>3</sub>) (OH)<sub>2</sub>.
- Le " spectrum " 4 pratiqué au centre de l'inclusion circulaire, englobe une matière similaire à la matrice de la pierre (spectre 2) avec du silicium (30,06 %), de l'oxygène (48,11 %) et pas de cuivre.
- Le "spectrum " 5 donne un mélange de carbone (28,41 %), silicium (19,68 %) et de cuivre (8,04 %).

La présence d'un certain pourcentage de carbone peut être due à une pollution!

La **dioptase** est un silicate de cuivre hydraté qui cristallise dans le système hexagonal. Ses indices sont 1,655 et 1,708. Sa biréfringence est 0,053. Sa densité de 3,30 et sa dureté 5.

La **malachite** est un carbonate de cuivre hydraté qui cristallise dans le système monoclinique.

Ses indices sont 1,65 et 1,91. Sa dureté est de 3,5 à 4 et sa densité de 4.

La forme circulaire de l'inclusion n'est pas habituelle, est-elle en rapport avec la formation de la calcédoine ?

#### **Conclusion:**

Association de carbonate et silicate de cuivre : DIOPTASE et MALACHITE

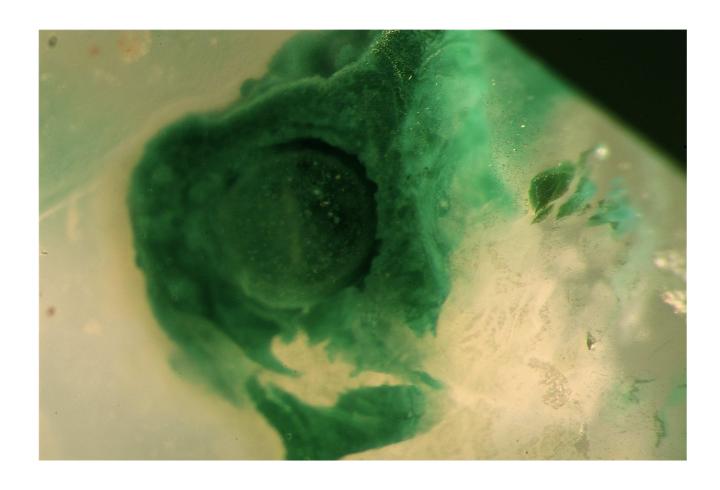


Figure 38 – Association de dioptase et de malachite dans une calcédoine

# MP9 – Dans un grenat spessartite

Cabochon transparent, orangé, de forme irrégulière dont les dimensions sont 11,6 x 9,6 x 5,9 mm et le poids 6,83 ct.



Figure 39 - Spessartite

### Propriétés physiques et optiques de la pierre

Polariscope : anomalies de polarisation Indice de réfraction : illisible (supérieur à 1,78)

Densité : 4,05 Luminescence: UVL: inerte

UVC: inerte

Spectre : absorption importante dans le violet, une forte bande à la limite violet-bleu, une autre plus large et moins marquée dans le vert.

La pierre est attirée par l'aimant, elle contient donc du fer.

Confirmation d'un grenat spessartite (Mn<sub>3</sub> Al<sub>2</sub> (SiO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, pierre isotrope, cristallisation cubique.

# **Descriptions des inclusions**

Importants cristaux transparents de forme plutôt allongée, certains présentent des arêtes vives, presque à angle droit et des terminaisons qui semblent rectangulaires. Ils sont de couleur rose avec un net pléochroïsme et un fort relief visible. (Figure 40)

D'autres cristaux plus trapus, transparents et présentant une forme cristalline, sont incolores. Une inclusion rose affleure et permet un travail au MEB

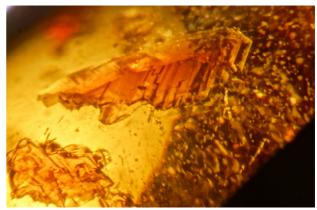




Figures 40 et 41- Inclusions à étudier X20

Le plus grand d'entre eux (2,5 à 3mm) ressemble à " l'élytre d'un gros coléoptère dont la face ventrale serait clivée en marches d'escalier..." (figures 42 et 43)





Figures 42 et 43 – Deux vues de la même inclusion X20

# Examen au MEB

Deux analyses ont été faites sur ces inclusions et donnent des résultats sensiblement identiques.

Elm	El wt%	Atomic %	Oxide %
Si	15.48	18.31	33.11
Al	11.01	13.56	20.80
K	6.06	5.15	7.30
Fe	1.44	0.86	1.85
Ba	0.86	0.21	0.96
Mg	0.47	0.64	0.78
0	29.49	61.25	0.00
Total	64.81	99.98	64.80

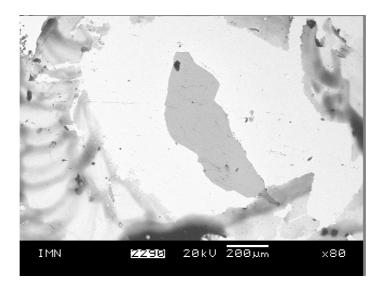


Figure 44 - Image obtenue avec les électrons rétro diffusés L'inclusion semble mesurer 1000 µm de long et 300 µm de large.

L'inclusion contient du **silicium, aluminium, potassium, oxygène, du fer** et **du magnésium** en plus petit pourcentage et encore moins de **baryum,** élément en impureté.

Les pourcentages atomiques de l'inclusion étudiée dans la spessartite m'orientent vers une **muscovite** K  $Al_2 \square Al Si_3 O_{10} (OH)_2$ , groupe des micas.

Le nom de **muscovite** fut créé par le minéralogiste James Dwight Dana, en 1850 à partir de "vitrum muscoviticum" (verre moscovite). Le minerai était utilisé comme vitre pour les hauts fourneaux (Schubnel – 1981)

#### Propriétés physiques et optiques de la muscovite

Système cristallin monoclinique. Habitus pseudo hexagonal, lamellaire.

 $\begin{array}{l} Duret\'e: 2,5 \\ Densit\'e: 2,8 \`a \ 3 \\ n_p: 1,552-1,574 \\ n_m: 1,582-1,610 \\ n_g: 1,586-1,616 \\ Clivage parfait [001] \end{array}$ 

Deux espèces de muscovite rose (ou proche) semblent convenir :

- L'alurgite, variété intermédiaire entre l'aluminoceladonite et la muscovite, K<sub>2</sub> (Mg, Al)<sub>4-5</sub> (Al, Si)<sub>8</sub> O<sub>20</sub> (OH)<sub>4</sub>, reconnue depuis 1959 (*Mindat.org*). Les éléments essentiels sont : l'aluminium, l'hydrogène, le potassium, le magnésium et l'oxygène, mais les résultats obtenus au MEB donnent un trop faible pourcentage de magnésium.
- La lépidolite, K (Li, Al)<sub>3</sub> (Si, Al)<sub>4</sub> O<sub>10</sub> (F, OH)<sub>2</sub> signifie en grec " écaille " et rappelle la morphologie des micas. La présence de **lithium**, élément léger, n'est pas décelable lors de l'analyse au MEB. Une faible concentration de Mn<sup>3+</sup> pourrait induire la couleur rose (*Fritsch E. Cours du DUG, Faculté des Sciences Nantes*, (10-01-2010) sans être détectée par le MEB.

La lépidolite est un mica plus fréquent que l'alurgite.

Le fluor et le lithium présents dans la lépidolite pourraient être mis en évidence par le LIBS, ce qui permettrait de différencier ces deux minéraux.

#### **Spectre Raman**

En l'absence de manganèse un test complémentaire a été pratiqué à la sonde Raman, et a donné un spectre de **lépidolite**, avec des pics à 200, 235, 400 et 710 cm<sup>-1</sup>.

Un deuxième test fournit un résultat identique.

Mais, aucun spectre de référence ne donne entière satisfaction.

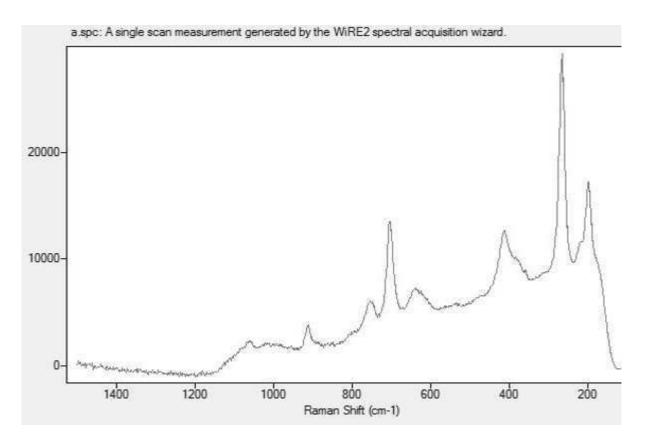


Figure 45 – Spectre Raman de l'inclusion étudiée

# **Conclusion:**

L'aspect des inclusions ne fait pas penser à un mica, mais la composition chimique de l'échantillon étudié et les pourcentages atomiques semblent correspondre à la :

# LEPIDOLITE.

#### **MP11 – Dans une rhodonite**

Pierre rose, taillée à degrés, rectangulaire, pans coupés, de dimensions 7,65 x 5,9 x 3,9mm et le poids de 1,75 ct. Elle provient d'Aracuaï, au Brésil.



Figure 46 – Rhodonite

#### Propriétés physiques et optiques

Polariscope : rétablit la lumière tous les 90°

Indices de réfraction :  $n_p$ : 1,722 à 1,728 –  $n_m$ : 1,728 –  $n_g$ : 1,728 à 1,735

Biréfringence : 0,013

Biaxe négatif

Pléochroïsme : faible de profil : rose / rose légèrement orangé

Spectre : bande d'absorption dans une partie du jaune et une partie du vert, (535

-570) fine raie dans le vert (508)

L'étymologie de rhodonite vient du grec " rhodon " qui signifie rose.

Sa composition chimique est : (Mn, Ca)<sub>5</sub> (SiO<sub>3</sub>)<sub>5</sub> et son système cristallin, triclinique.

### **Description des inclusions**

Nombreuses et longues fibres incolores et flexueuses, disposées sans ordre dans le volume de la pierre.

Quelques plans d'inclusions fluides, certaines avec libelles.



Figure 47- Inclusion à identifier X50

### **Identification**

Je n'ai trouvé aucune référence correspondant à ces longues fibres.

Dans Geminterest.com – inclusions : dans Rhodonite gemme Brésil : inclusions de type "solide" de nature indéterminée, à aspect de fibres dans la masse ".

#### Etude à la grande sonde Raman

Les tests pratiqués sur la matrice sont sans surprise, ils donnent des pics à 670, 975 et 1000 cm<sup>-1</sup> qui correspondent bien à la rhodonite.

Deux séries de tests ont été pratiqués sur les fibres, l'une interne, l'autre affleurante. Elles donnent exactement les mêmes résultats que pour la matrice.

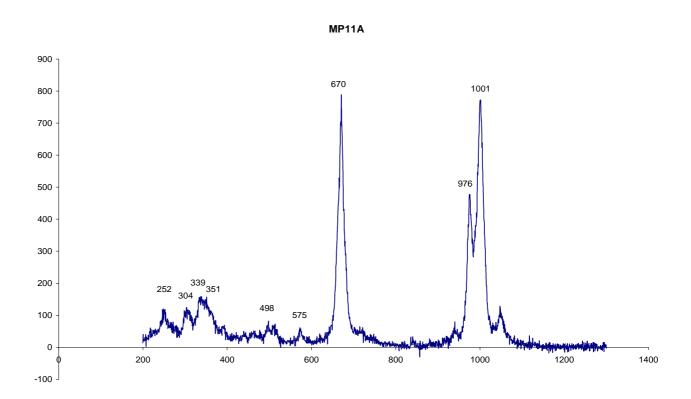


Figure 48– Spectre Raman (matrice et fibre)

Par chance, une fibre abouche en surface sur la table de la pierre. Une étude au MEB est donc possible.

#### **Etude au MEB**

La composition chimique de la pierre et de la fibre sont assez similaires et correspondent bien à la rhodonite.

#### A - Etude de la fibre

Elm	El wt%	Atomic %	Oxide %
Si	21.31	20.88	45.59
Mn	12.02	6.02	15.52
Fe	6.03	2.97	7.76
Ca	1.33	0.91	1.86
Mg	7.75	8.78	12.85

0	35.13	60.44	0.00
Total	83.57	100.00	83.58

#### B - Etude de la matrice

Elm	El wt%	Atomic %	Oxide %
si	20.20	20.07	43.21
Mn	29.29	14.88	37.82
Fe	3.05	1.52	3.92
Ca	3.03	2.11	4.24
Mg	1.19	1.37	1.97
0	34.41	60.03	0.00
Total	91.17	99.98	91.16

Dans la fibre, le pourcentage atomique de manganèse est plus faible que dans la matrice, (6,02 contre 14,88), par contre le magnésium est plus élevé (8,78 contre 1,37).

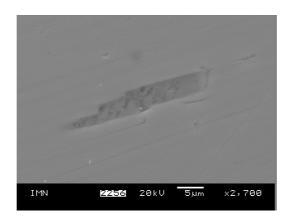


Figure 49 - Inclusion obtenue en électrons rétro diffusés Sa longueur est environ 25 à 30 µm et ses largeurs 4 ou 5 µm

#### **Documentation**

Je cite:

"La rhodonite contient toujours du calcium (jusqu'à 8,7% de CaO) et sa formule est parfois écrite  $CaMn_4$  ( $SiO_3$ )<sub>5</sub>: elle peut contenir aussi du fer (jusqu'à 14,5% de FeO), du magnésium (6% de MgO) (Bariand et al. – 1978).

C'est le cas:

### **Conclusion**

Fibres de RHODONITE dans la gemme RHODONITE.

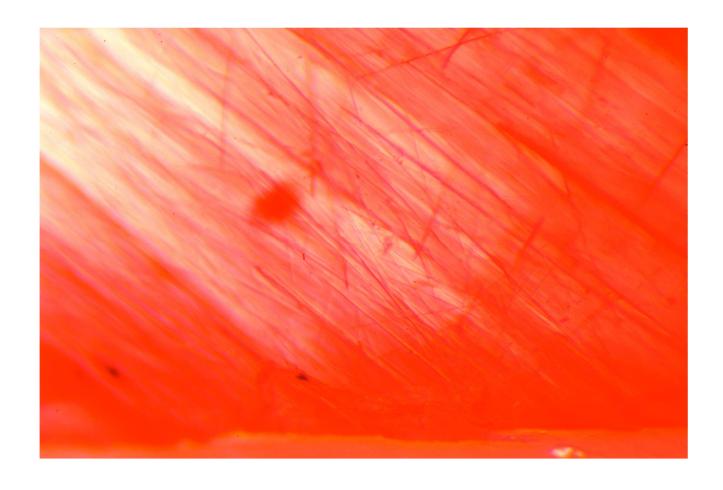


Figure 50 – Fibres de rhodonite dans une rhodonite

### MP14 – Dans un quartz

J'ai acheté différents quartz incolores, transparents, polis, au marché de Yen Thé, région de Luc Yen, Vietnam, en mai 2010.



Figure 51- Quartz

## Propriétés physiques et optiques de la pierre

Polariscope : irisations de face, rétablit tous les 90° de profil

Indice de réfraction : environ 1,54 en lecture cabochon

Densité : 2,68

Luminescence : UVL et UVC : inerte

### **Observations des inclusions**

Dans ces quartz se trouvent différentes inclusions disposées parallèlement entre elles de couleur vert brunâtre à jaunâtre.

- une première série montre une succession de cristaux transparents, trapus, aplatis, de forme géométrique, emboités les uns dans les autres
- une deuxième série se compose de plusieurs cristaux moins transparents, fibreux, allongés, plus ou moins rectilignes, à bords irréguliers et présentant des stries perpendiculairement à l'allongement.
  - On peut penser à un empilement de cristaux qui évoquent la crête dressée d'un iguane effrayé...
- de très nombreuses fibres longues, fines et vert très clair, plus ou moins orientées, parcourent la pierre.
- quelques cristaux négatifs, certains avec libelles.

## <u>1 – Etude des cristaux plats</u>

Sur l'un des échantillons, on distingue un fort trichroïsme vert-jaune, vert légèrement plus bleuté et brun roux.

Le spectroscope donne une fine ligne dans le bleu.

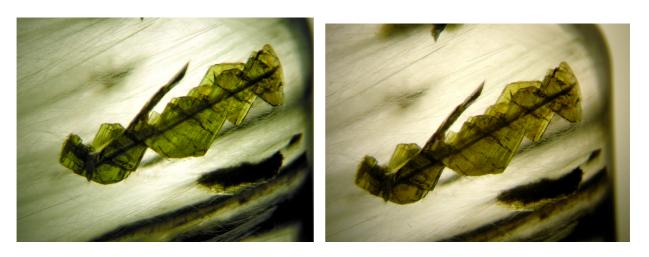


Figure 52 – Pléochroïsme des cristaux plats et vert X20

### **Diffusion Raman**

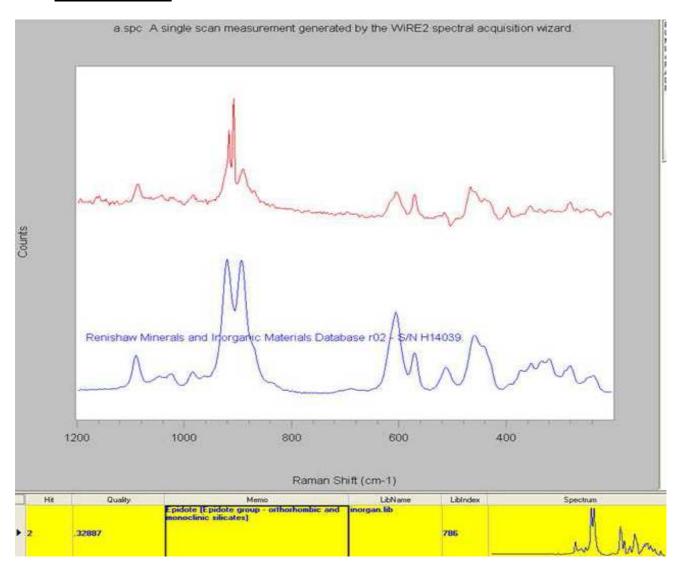


Figure 53 – Examen pratiqué sur les inclusions vertes

Le spectre obtenu correspond bien au spectre de référence de celui de Renishaw, avec le double pic majeur de 900cm-1.

Il est bien en faveur d'une épidote.

### **Epidote**

Du grec " epidosis " : accroissement. Allusion à la base du prisme cristallin, double de l'autre. Les cristaux verts, fortement pléochroïques, les habitus et leurs terminaisons sont en faveur de l'EPIDOTE.

Ca<sub>2</sub> (Al, Fe<sup>+3</sup>)<sub>3</sub> (SiO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> (OH) Cristal Monoclinique Clivage [001]

n: 1,728 - 1,768 Densité: 3,25 à 3,50

Dureté: 6 à 7

# 2 – Etude des aiguilles cristallines



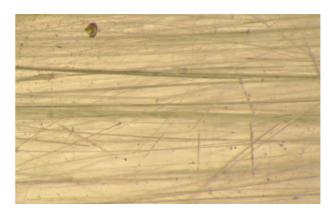


Figure 54 – Fines fibres vertes X30

## **Examen MEB:**

Examen pratiqué sur deux inclusions abouchant en surface :

Elm	El wt%	Atomic %	Oxide %
Si	20.44	21.23	43.73
Fe	3.44	1.80	4.43
Mg	8.91	10.69	14.77
Ca	7.77	5.66	10.87
0	33.24	60.61	0.00
Total	73.80	99.99	73.80

Les éléments principaux sont l'oxygène, silicium, calcium, fer et magnésium. Nous sommes en présence d'ACTINOLITE.

## **Actinolite**

Du grec " aktinos ": rayon (Bariand et al. – 1998)

 $Ca_2 (Mg, Fe^{+2})_5 Si_8 O_{22} (OH)_2$ 

Groupe des amphiboles

Monoclinique n: 1,60 à 1,70

Densité: 3 à 3,4

Indices de réfraction et densité augmentent en fonction de la teneur en fer

Dureté 5 à 6

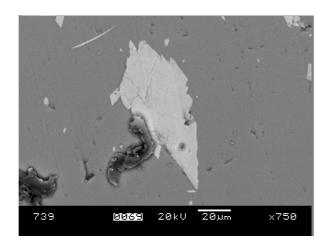


Figure 55 : La photo de la section de l'inclusion (fibre 2) a été effectuée en BSE (backscattered electrons). L'inclusion semble avoir 100 µm de long et 40 µm de large.

L'association quartz, épidote et actinolite est courante.

### **Conclusion**

Cristaux d'EPIDOTE sur une âme ACTINOLITE.

### MP17 – Dans un quartz ovale

Dans ce quartz facetté, mesurant 11,7 x 9,7 x 7,6 mm et pesant 4,67 ct, il existe une grande inclusion verte, transparente de forme losangique, d'environ 3mm. D'autres sont plus petites.

Fines et longues aiguilles incolores disposées sans désordre.



Figure 56– Quartz ovale

#### Propriétés physiques et optiques de la pierre

Polariscope : rétablit la lumière tous les 90°

Indices de réfractions :  $n_o$  : 1,540 –  $n_e$  : 1,550

Biréfringence : 0,010

Luminescence : UVL et UVC : inerte

Le cristal est un quartz (SiO<sub>2</sub>), uniaxe positif, qui cristallise dans le système rhomboédrique.

## Description de l'inclusion principale

L'inclusion semble se situer dans l'axe d'isotropie du quartz.

Sa forme est une lame losangique de faible épaisseur dont une extrémité est tronquée. Elle est très transparente, verte et présente un net pléochroïsme, vert sombre à vert brun.

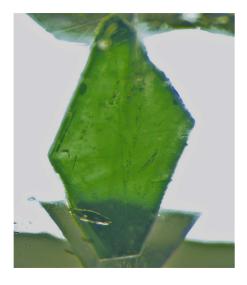


Figure 57 – Inclusion à identifier – X 16

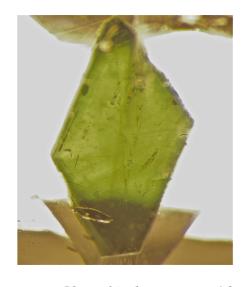


Figure 58 – Pléochroïsme – X 16

### Travail à la grande sonde Raman

MP17 A (Figure 59): Les signaux 212, 354, **465** cm<sup>-1</sup> correspondent à la matrice, c'est-à dire le quartz.

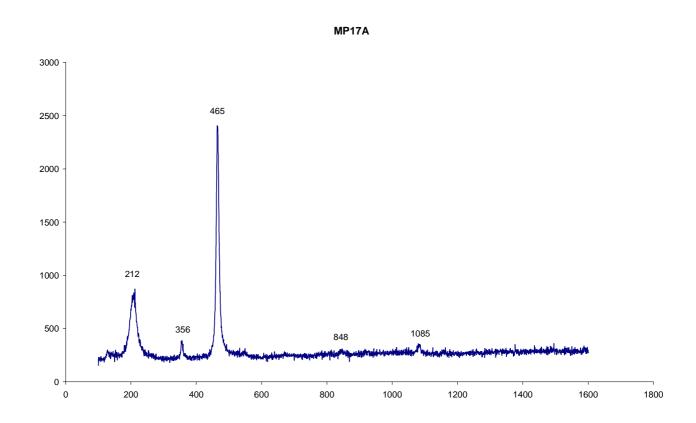


Figure 59 – Spectre Raman (matrice et inclusion)

Par contre, deux pics de vibrations, vers 848 et 1085 cm<sup>-1</sup> méritent une étude particulière. Elle se poursuit par des spectres effectués plus profondément dans l'inclusion, un autre sur le bord de celle-ci et un dernier après une accumulation de spectres pendant 20 minutes entre 750 et 950 cm<sup>-1</sup>

Aucune mesure n'est représentée car elle ne donne aucun résultat positif.

Les deux spectres représentés dans RRUFF Database Raman ne correspondent pas à celui de la figure 59.

#### Recherches dans les Photoatlas

- chamosite ? :  $(Fe^{2+}, Mg, Fe^{3+})_6$  Al  $(Si_3Al)O_{10}(OH,O)$ 

 $\begin{array}{ll} \text{- muscovite ?} & : K \ Al_2 \, (Si_3 \ Al) \ O_{10} \, (OH, F)_2 \\ \text{- biotite ?} & : K \, (Mg, Fe)_3 \, (OH, F)_2 \, (Si_3 AlO_{10}) \\ \text{- fuchsite ?} & : K \ Al_2 \, (OH, F)_2 \, (Al \ Si_3 \, O_{10}) \end{array}$ 

- titanite ? : Ca Ti O (SiO<sub>4</sub>),

Mais les spectres de "RRUFF" ne correspondent pas...

#### Que faire?

La même inclusion, plus petite abouche à la surface d'un plat de la couronne. L'examen au MEB devient donc possible.

### Examen au MEB

L'absence de potassium élimine la majorité des micas. On se trouve en présence d'un minéral de la famille des chlorites.

Elm	El wt%	Atomic %	Oxide %
Si	8.23	11.85	17.61
Al	6.36	9.53	12.02
Mg	6.99	11.63	11.59
Fe	12.01	8.69	15.45
0	23.07	58.30	0.00
Total	56.66	100.00	56.67

Les résultats portent vers la **Chamosite**, mais le quanti donne un pourcentage élevé en aluminium et faible en fer.

Une variété de chlorite riche en aluminium est la **sudoïte**  $(Mg_2 (Al, Fe^{+3})_3 Si_3 Al O_{10} (OH)_8 - (Johnsen - (2000))$ , mais elle est également riche en magnésium et de couleur blanche, ce qui n'est pas le cas de notre inclusion.

Un article (*Mazziotti et al. 2010*) décrit le "Churrasco quartz ", avec inclusions de tourmaline et chamosite, provenant du Brésil. (La photographie n'est pas suffisamment explicite pour que je la reproduise).

Michaël HÜGI le présentait, au XIème rendez-vous gemmologiques de Paris qui se tenaient au Sénat, en septembre 2010.

#### **CHAMOSITE:**

(de Chamoson près de Saint-Maurice, Valais, Suisse), découverte par Pierre Berthier, en 1820. Groupe des chlorites.

Phyllosilicate cristallisant dans le système monoclinique et pouvant présenter une silhouette hexagonale.

Clivage facile et parfait (001).

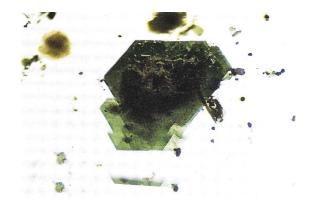


Figure 60 – Chamosite (Gübelin et Koivula – 2005) Elle montre la forme hexagonale du cristal.

### Propriétés physiques et optiques

 $\begin{array}{l} n_{\alpha}: 1{,}600 \\ n_{\beta}: 1{,}600 \\ n_{\gamma}: 1{,}670 \\ \Delta_{n}: 0{,}070 \end{array}$ 

Système cristallin: monoclinique

Densité: 3,03 à 3,40

Dureté: 3

Clivage parfait (001)

Remarque: l'inclusion doit doubler mais je ne le vois pas. Bien que de cristallisation monoclinique, sa forme pseudo-hexagonale m'empêche peut-être de percevoir le doublage.

# **Conclusion**:

Après avoir éliminé sudoïte à cause de sa couleur blanche, je conclus à **CHAMOSITE**, bien que le pourcentage atomique d'aluminium soit un peu trop élevé.

### MP16 - Dans un quartz rectangulaire

Pierre transparente incolore, rectangulaire pans coupés, taillée à degrés, dont les dimensions sont 14,8 x 12,4 x 9 mm et le poids de 12 ct.

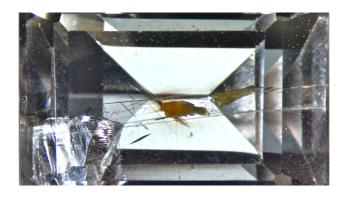


Figure 61 – Quartz rectangulaire

#### Propriétés physiques et optiques

Polariscope : rétablit la lumière tous les 90°

Indices de réfraction :  $n_o$ : 1,540 –  $n_e$ : 1,549

Biréfringence : 0,009

Uniaxe positif

Densité : 2,65

Luminescence : UVL et UVC : inerte

#### Les inclusions

Deux groupes d'inclusions jaunes sont visibles à l'œil nu :

- Un groupe de cristaux en forme de baguettes transparentes jaune clair, disposées en éventail, dont je n'arrive pas à déterminer la section (pseudo hexagonale ?).
- Un deuxième groupe de cristaux de même nature (semble-t-il), mais beaucoup plus nombreux entraînant une opacité locale.
- Quelques groupes épars de 2 ou 3 cristaux transparents incolores à brun clair, toujours disposés en éventail.
- Des cristaux aciculaires, transparents, vert sombre. L'un d'eux coupé par la taille de la pierre, montre **une section pseudo-carrée.** Quatre de ces mêmes cristaux ont été sectionnés par la taille d'une petite facette de la couronne et présentent également une section carrée.
  - Ils offrent un léger pléochroïsme vert plus ou moins clair pour une couleur globalement sombre.
- Cristaux transparents, verts, de forme octaédrique et lamellaire.
- Quelques fibres fines, droites et courtes claires groupées en bouquet.
- Longues fibres courbes, transparentes, vert clair à une extrémité, brun-roux à l'autre. D'autres sont entièrement rousses.
- Dans un angle de la pierre, un cristal prismatique, incolore dans lequel se trouve une longue aiguille verte.



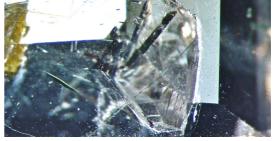


Figure 62- Inclusion jaune X35 mesurant environ 2,9 mm

Figure 63 - Inclusion verte dans un quartz inclus dans le quartz X20 et coupée par la taille, de 6,5 mm

#### **Etude des inclusions jaunes**

Spectroscope à main : nette bande d'absorption dans la totalité du jaune et une fine ligne

dans le vert.

Pléochroïsme : non apparent

Ces inclusions semblent jaune d'or en lumière incandescente et jaune vert à la lumière du jour.

### Recherches bibliographiques des inclusions jaunes

Clinozosite :  $Ca_2 Al_3 (Si_2 O_7) (SiO_4) O (OH)$  : terme alumineux de la série isomorphe  $Al^{3+}/Fe^{3+}$ , Epidote – Zoisite ? (Gübelin et Koivula – 2005)

Peu probable, les cristaux en inclusion dans le quartz n'ont pas une section " en latte " comme les clinozoïsites du Photoatlas.

### Travail à la grande sonde Raman



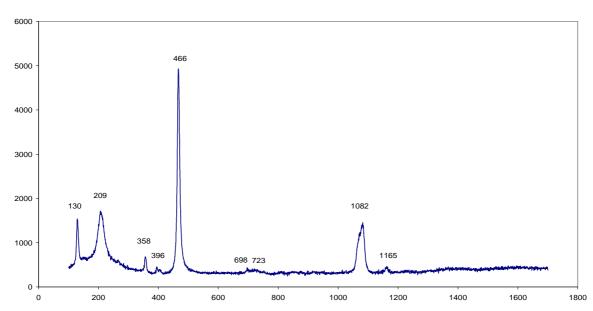


Figure 64- Spectre Raman pratiqué dans l'inclusion jaune

#### Plusieurs spectres sont pratiqués :

- un contrôle de la matrice avec signaux vibrationnels à 209 et 466 cm<sup>-1</sup>, il s'agit bien de quartz

- un autre dans l'inclusion jaune (Figure 64, spectre Raman C) : les pics 723, 1082 et 1165 cm<sup>-1</sup> peuvent correspondre à un carbonate : parisite, weloganite, strontianite ou witherite ?

### **Etude des carbonates**

D'après la revue de l'AFG, ( *la microsonde Raman en gemmologie – 1992 – pp.29*), les pics de vibrations fondamentales de la strontianite correspondent assez bien à ceux de ma pierre : ils sont de 1192, 1158, **1002**, 659, 626, **423** cm<sup>-1</sup>.

#### Il peut s'agir de:

STRONTIANITE – Sr CO<sub>3</sub>, difficile à distinguer de la WITHERITE – Ba CO<sub>3</sub>, les spectres Raman sont très proches et la WELOGANITE : Na<sub>2</sub> Sr<sub>3</sub> Zr (CO<sub>3</sub>)<sub>6</sub> 3H<sub>2</sub>O

L'étude au spectroscope à travers la binoculaire, montre une absorption de la couleur jaune. Ces petites lignes d'absorption expliquent souvent la présence de terres rares. Le spectre Raman donne un pic important de vibrations à **1082** cm<sup>-1</sup> et d'autres pics à 405, 395, 206, 129 cm<sup>-1</sup>, confirmés par RRUFF pour l'identification de ces inclusions jaunes.

#### **WELOGANITE:**

Etymologie : d'après William LOGAN (1798-1875) premier directeur de Geological Survey – Canada (*geminterest*)

- Couleur jaune
- Cristallisation triclinique
- Habitus pseudo-hexagonal
- Présence de terres rares
- n: 1,558 à 1,648
- $\Delta_{\rm n}: 0.090$
- Densité : 3,20
- Dureté : 3 à 4

Deux raisons portent à croire qu'il s'agit d'une weloganite :

- le spectre Raman donné pour l'inclusion jaune correspond exactement à celui trouvé dans la banque de données de RRUFF.
- l'inclusion est de couleur jaune alors que strontianite et witherite sont incolores.

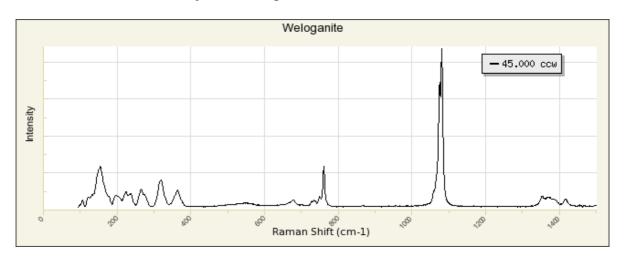


Figure 64 bis: Weloganite - RRUFF - R05217

**Conclusion: WELOGANITE** 

# Etude de l'inclusion vert sombre



Figure 65 - Inclusion verte coupée par la taille X 50

# Travail à la grande sonde

Inclusion verte dans l'inclusion prismatique incolore qui est un quartz : <u>le spectre n'est pas</u> d'assez bonne qualité pour que je puisse le produire. Quelques pics à 549, 697, 1041, 1067 et 1162 cm<sup>-1</sup> diffèrent de ceux du quartz.

### Travail au MEB

L'abouchement d'une inclusion verte sur la petite facette de couronne permet un travail au MEB.

Elm	El wt%	Atomic %	Oxide %
Si	16.00	20.35	34.23
Fe	17.74	11.35	22.82
Na	5.81	9.03	7.83
Ti	1.22	0.91	2.04
0	26.14	58.37	0.00
Total	66.91	100.01	66.92

La composition chimique, son pourcentage atomique et la section carrée de l'inclusion évoquent l'**aegyrine ou aegirine**.

Le spectre Raman de RRUFF confirme les signaux évoqués précédemment.

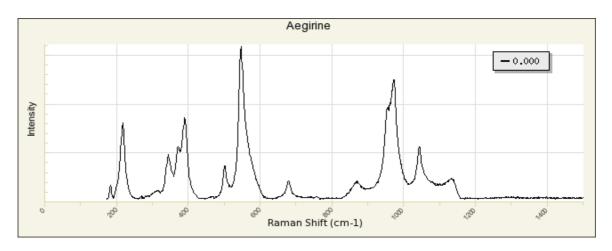


Figure 65 bis: RRUFF - Aegyrine - R040054

# **AEGYRINE** Na Fe<sup>+3</sup> Si<sub>2</sub>O<sub>6</sub>

Du grec "Akmê" qui veut dire pointe, allusion aux extrémités pointues des cristaux (Schubnel \_ 1981). Ce minéral appartient au groupe des pyroxènes, il est monoclinique et pléochroïque. La couleur classique de l'aegyrine est noire, mais elle peut apparaître vert sombre en faible épaisseur.

 $n_p: 1,750 à 1,776$ 

 $n_m: 1,785$ 

 $n_g$ : 1785 à 1,805  $\Delta_n$ : 0,040 à 0,060 Dureté : 6 à 6,5 Densité : 3,50



Figure 66 – Aegyrine de Norvège (pris sur internet)

# Conclusion

- Inclusions jaunes de WELOGANITE
- . Inclusion vert sombre d'AEGYRINE
- . Cristal de **QUARTZ** dans un quartz

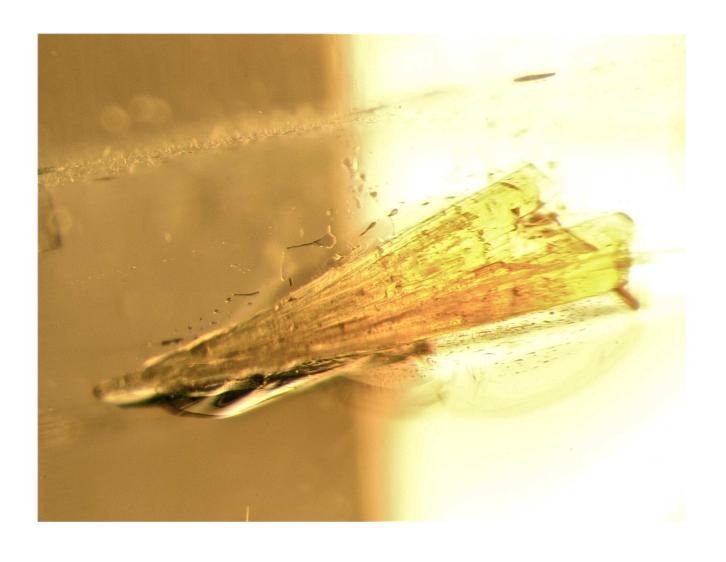


Figure 67 – Inclusion de weloganite dans un quartz incolore

### **MP5** - Dans une topaze incolore

C'est un cabochon ovale incolore dont les dimensions sont 13,5 x11 x5,1 mm et le poids 10,20 ct.



Figure 68 – Topaze incolore

### **Observations de l'inclusion**

Cristal incolore, à haut relief, très bien formé, composé de deux parties pyramidées, l'une, importante et longue, l'autre, beaucoup plus courte, en forme de " cloche " posée sur la partie la plus large de la première pyramide. Une photo prise dans le sens d'allongement de l'inclusion, donne une image triangulaire (*figure 70*). D'autres révèlent une structure plus quadratique. Le cristal est parcouru de stries horizontales. Sont-ce des marches de croissance ? Le cristal inclus possède-t-il des plans de clivages ? (*figure 69*).

Entre polariseurs croisés, l'inclusion semble ne pas rétablir la lumière.



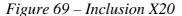




Figure 70 – Vue zénithale de l'inclusion X30

## Propriétés physiques et optiques de la pierre

Polariscope : rétablit la lumière tous les 90°

Indices de réfraction : 1,609 - 1,618 (pris après l'abrasion de la pierre)

Pierre biaxe positive

Biréfringence : 0,009 Densité : 3,57

Luminescence: UVL: nulle, UVC: blanchâtre

Elles confirment qu'il s'agit bien d'une topaze, fluosilicate d'aluminium du système orthorhombique.

#### **Recherches**

Aucune inclusion comparable n'est trouvée dans les trois volumes du Photoatlas. Sommes-nous en présence d'un quartz ?, d'une phénacite ?

## **Etude en diffusion Raman**

Un spectre de référence de la topaze est pratiqué.

Plusieurs spectres, dans la pointe, l'épaisseur et le centre de l'inclusion donnent des pics à 691, 713, 756 et entre 900 et 950 cm<sup>-1</sup>.

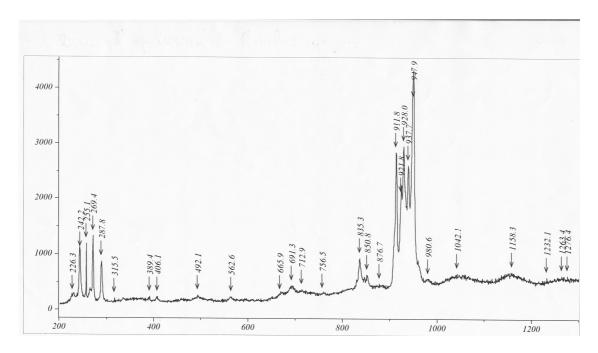


Figure 71 – Spectre Raman (matrice et inclusion)

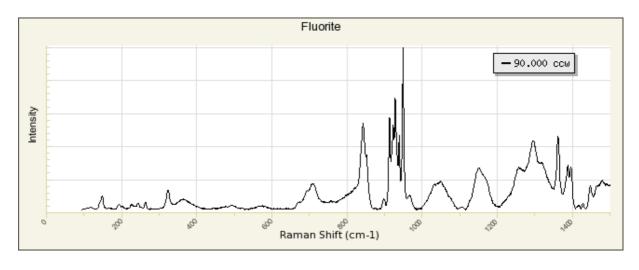


Figure 71 bis: RRUFF – Fluorite – R040099

### **Conclusion provisoire**

Il n'y en a aucun résultat positif, il faut amener l'inclusion en surface. Direction donc, vers l'atelier de taille de la faculté.

La pierre a été abrasée avec des poudres de carbures de silicium. Au cours de l'opération, l'inclusion s'est cassée à deux reprises. Bien que le travail fût terminé par les mains expertes d'Hervé, maître-lapidaire de la faculté de Nantes, nous avons du nous contenter d'un poli approximatif.

Poids actuel de la pierre : 7,80 ct

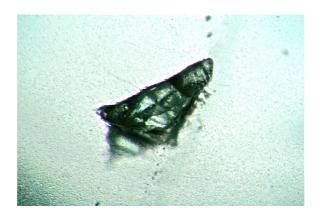


Figure 72 – Inclusion après abrasion X30

En reprenant l'observation à la loupe, j'ai compris l'origine de la fragilité de l'inclusion : elle est maintenant partiellement creuse le long de ses bords, mais pas au centre. Elle semble posséder une " arête centrale " ! C'est une inclusion tendre et clivable.

Le prochain test se fera au MEB.

Les photos de l'inclusion ont traversé l'Atlantique et Monsieur Koivula pense à une **FLUORITE.** 



Figure 73 – Inclusion du Photoatlas (Gübelin et Koivula – 2008)

Les fluorites représentées sont dans un habitus inhabituel puisqu'elles sont décrites comme "glaçons ", résultant d'une dissolution. De plus, elles se trouvent dans une topaze provenant de Governador Valadares, Minas Gerais.

Pour entériner cette hypothèse, le Professeur Fritsch pense que "les pics sont un peu shiftés ", qu'il manque la raie la plus intense, mais que le reste semble convenir " (courriel du 25 – 02 – 2011) La vibration fondamentale de la **fluorite** est 322 cm<sup>-1</sup> et je ne la vois pas apparaître sur les différents spectres (http://www.dst.unisi.it/geofluids/raman/spectrum\_frame.htm).

Les vibrations fondamentales de la **topaze** sont 270 et 978 cm<sup>-1</sup> et le nombre et l'intensité des pics entre 900 et 950 cm<sup>-1</sup> n'appartiennent pas uniquement à la topaze (http://www.dst.unisi.it/geofluids/raman/spectrum\_frame.htm).

Et comment décliner la cristallisation cubique de la fluorite pour arriver à la forme architecturée de l'inclusion de cette topaze ?

### **Examen au MEB**



Figure 74 – Inclusion dont la largeur visible représente environ 400 μm

Spectrum	С	О	F	Al	Si	K	Ca	Y	Total	
Spectrum 1 Spectrum 2	24.98 21.68	11.88 31.79	<b>39.46</b> 16.71	1.71 18.34	0.92 10.77	0.18	<b>20.71</b> 0.54	0.33	100.00 100.00	Matrice de l'inclusion Matrice de la Pierre
Max. Min.	24.98 21.68	31.79 11.88	39.46 16.71	18.34 1.71	10.77 0.92	0.18 0.18	20.71 0.54	0.33 0.33		

All results in atomic %

de données RRUFF, (*Fluorite R040099*), la conclusion est confortée. La forme atypique de cette inclusion est donnée par les marches de croissance.

## **Conclusion**: FLUORITE

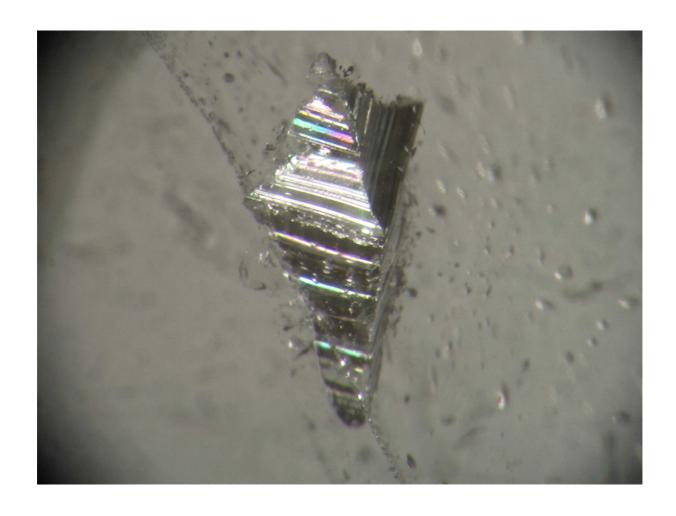


Figure 75 – Inclusion de fluorite dans une topaze incolore

### MP10 – Dans une Phénacite

Pierre taillée, rectangulaire, pans coupés, transparente, incolore. Elle mesure 8,4 x 5,2 x 3,5 mm et pèse 1,16 ct.



Figure 76 - Phénacite

### Propriétés physiques et optiques de la pierre

Polariscope : rétablit la lumière tous les 90°, irisations sur un des petits côtés

Indices de réfraction :  $n_o$ : 1,650 –  $n_e$ : 1,666 à 1,668

Biréfringence: 0,018

Cristal rhomboédrique uniaxe positif

Densité : 2,97

Luminescence : UVL et UVC : nulle

La **PHENACITE** (Be<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>), du grec "phenax ", qui signifie fourbe, trompeur car sa forme rhomboédrique peut prêter à confusion avec le quartz (*Schubnel 1981*). Ce fut bien le cas pour cette pierre qui fut vendue comme quartz.

On note la présence de deux longues inclusions cristallines transparentes, bleutées.

#### Etude de l'inclusion la plus importante

Long cristal transparent bleuté d'environ 3,2 mm, présentant une douzaine de plans de clivage parallèles entre eux et perpendiculaires à l'axe longitudinal. Une terminaison en sifflet est due au facettage de la pierre ; l'autre extrémité est partiellement cassée. Il présente un fort pléochroïsme bleu clair et bleu intense.

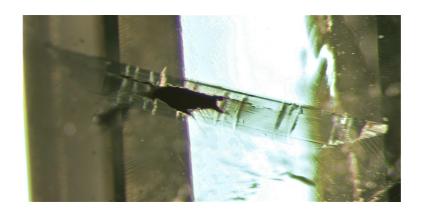


Figure 77– Inclusion bleutée X32

A noter une grosse tache noire et opaque au milieu de l'inclusion.

### Travail à la grande sonde Raman

Le premier spectre est un spectre de référence du cristal-hôte, le pic à 878 cm<sup>-1</sup> est important et correspond bien à celui d'une **Phénacite.** 

MP10 C : le spectre semble en faveur d'une **Euclase** Be Al SiO<sub>4</sub> (OH), mais son clivage se fait selon l'allongement du cristal (010) et non perpendiculairement comme dans cette inclusion. Et la chimie correspond-elle ?

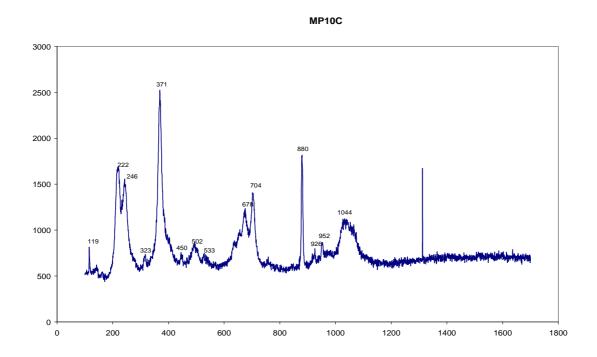


Figure 78 – Spectre Raman de l'inclusion

Les pics 880, 926 et 952 cm<sup>-1</sup> sont ceux de la phénacite, les autres 222, 246, 371, 830, 1044 cm<sup>-1</sup> semblent correspondre à ceux de l'inclusion.

### Recherches

Je n'ai trouvé qu'une documentation concernant les phénacites chatoyantes (*Danet 2009*)) (*Koivula et al. 2009*). Il s'agirait de fins tubes remplis ou fines aiguilles...

#### Travail au MEB

Deux tests ont été pratiqués sur une partie d'inclusion affleurante.

1er test			
Elm	El wt%	Atomic %	Oxide %
Mg	3.79	6.34	6.28
Al	9.62	14.49	18.18
Si	11.16	16.14	23.87
Na	0.99	1.75	1.33
0	24.12	61.26	0.00
Total	49.68	99.98	49.66

2 ème test			
Elm	n El wta	Atomic	% Oxide %
Mg	3.95	6.36	6.55
Al	9.88	14.33	18.67
Si	11.21	15.62	23.98
Na	1.05	1.79	1.42
Fe	1.17	0.82	1.51
Ca	0.15	0.15	0.21
0	24.91	60.94	0.00
Tot	tal 52.32	100.01	52.34

Dans le 2ème test, on note la présence d'un petit pourcentage de fer (0,82) et de calcium (0,15).



Figure 79 - L'image est obtenue avec les électrons retro diffusés. L'inclusion semble mesurer 1000  $\mu m$  de long et 400  $\mu m$  de large.

L'association du spectre Raman et les résultats du MEB incitent à penser qu'il s'agit d'une tourmaline. Est-ce une **elbaïte** ? (Na(Al<sub>1,2</sub> Li<sub>1,2</sub>) $_{\Sigma 3}$ Al<sub>6</sub> (BO<sub>3</sub> [Si<sub>6</sub>O<sub>18</sub>](OH)<sub>4</sub>. Le spectre Raman correspond bien a celui trouvé dans la base de données RRUFF), mais la composition chimique n'est pas satisfaisante : il manque le magnésium, (6,36 %) n'est pas négligeable.

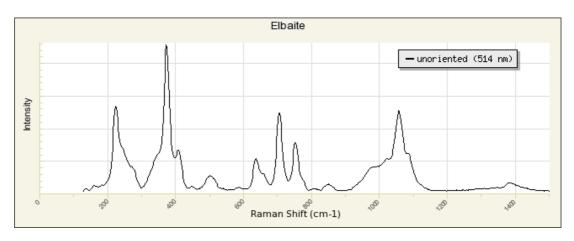


Figure 79 bis: RRUFF – Elbaïte – X050067

Une **dravite** ? Na Mg<sub>3</sub> Al <sub>6</sub>(BO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> [Si <sub>6</sub> O<sub>18</sub>](OH)<sub>4</sub>. La composition chimique est plus proche des résultats obtenus mais le spectre Raman de la banque de données correspond moins bien.

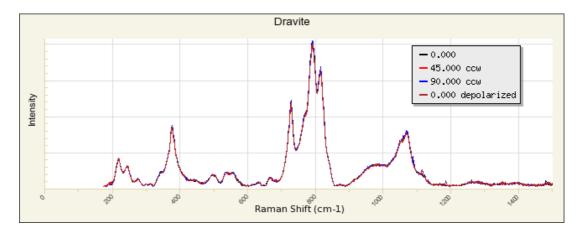


Figure 79 ter: RRUFF – Dravite – R040088

Et l'**uvite** ? Ca Mg<sub>3</sub> Al<sub>6</sub> (BO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> [Si<sub>6</sub>O<sub>18</sub>] (OH,O)<sub>4</sub>. Non, l'inclusion ne contient pas de calcium.

Et cette couleur bleue?

La présence de Fe<sup>2+</sup> et / ou Fe<sup>3+</sup>, éléments constitutifs de l'elbaïte, dravite, uvite peuvent donner les couleurs bleues ou vertes (*Cassedanne et al – 1996*), ou transfert de charges Fe<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup> (*Leckebusch, 1978*)

Le 2ème test pratiqué au MEB révèle la présence de fer.

Mais alors, qu'en est-il des " plans de clivages " décrits dans l'observation des inclusions et qui ont orienté l'identification vers bien d'autres cristaux ?

Ce sont des cassures parallèles qui se sont formées à la suite de pressions et de tensions survenues dans la gemme au cours de sa croissance.

#### **Conclusion: TOURMALINE**

Les tourmalines bleues se trouvent le plus souvent dans les quartz, comme le montre une photo du Photoatlas, volume 2 et comme j'ai trouvé dans un quartz brésilien provenant de Minas Gerais.

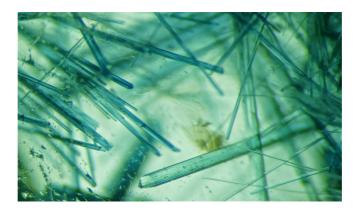


Figure 80 – Inclusions de tourmaline dans un quartz de Minas Gérais – Brésil -

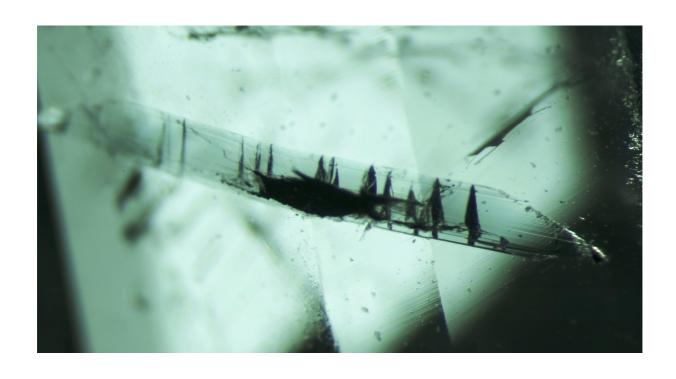


Figure 81 – Inclusion de tourmaline bleue dans une phénacite

### MP15 – Dans une topaze rectangulaire incolore

Pierre transparente, incolore taillée rectangulaire à pans coupés. Ses dimensions sont 9,7 x 7,4 x 4,5 mm et son poids 3,35 ct.



Figure 82 – Topaze rectangulaire incolore

### Propriétés physiques et optiques de la pierre

Polariscope : rétablit la lumière tous les  $90^{\circ}$ Indices de réfraction :  $n_p$ :  $1,608 - n_m$ :  $1,610 - n_g$ : 1,618

Biréfringence : 0,010

Cristal orthorhombique, biaxe positif

Densité : 3,60

Luminescence: UVL et UVC: inerte

Elles confirment que la pierre est bien une **TOPAZE** et non un quartz comme elle était proposée à la vente.

### Observation des inclusions à la loupe

1 - En lumière transmise, les inclusions semblent noires, opaques, en forme de lames à terminaison biseautée.

En lumière réfléchie, elles ne présentent pas d'effet métallique.

Certaines " lames " forment, dans le volume de la pierre des angles qui semblent droits.

- 2 Un cristal transparent, trapu et incolore (environ 0,05 mm) est posé sur une longue inclusion sombre (environ 0,2 mm).
- 3 Nombreuses inclusions liquides

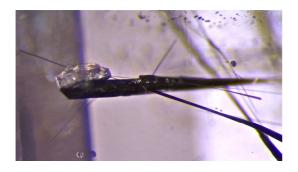


Figure 83 - Inclusion 2 et 3 X35



Figure 84 - Inclusion en lame X35

### Observation des inclusions à la binoculaire

Un bord de cette longue inclusion (figure 84) laisse entrevoir une translucidité brun-rouge.

Les autres inclusions allongées semblent vert très foncé.

L'une d'elle laisse voir une légère dichromie avec une matière d'un vert plus transparent et plus bleuté.

Sont-elles pléochroïques ?

Les inclusions sont-elles de même nature, avec un pléochroïsme vert – brun?

# **Etude au MEB**

1 - Cette inclusion est trouvée par hasard.

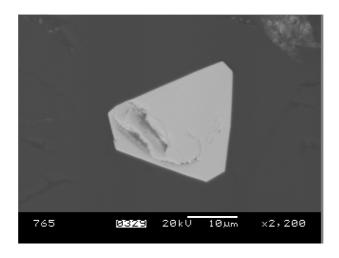


Figure 85 – obtenue en électrons rétrodiffusés Elle mesure 35 µm dans sa largeur

Elm	Norm	wt% Prec.	Atomic %
U	64.11	1.87	24.01
Th	18.57	1.41	7.13
Pb	5.27	1.36	2.27
Al	0.25	0.11	0.81
O	11.80	0.00	65.76
Total	100.00		99.98

De longues fissures blanches sont visibles aux trois angles de l'inclusion qui se trouve donc au centre de figures d'irradiation. (*Figure* – 85)

Les isotopes de l'uranium et du thorium se transmutent en plomb, d'où sa présence dans cette inclusion découverte fortuitement.

#### L'inclusion est une uranothorianite (Th,U) O<sub>2</sub>.

Il y a un petit pourcentage (0,81% d'aluminium).

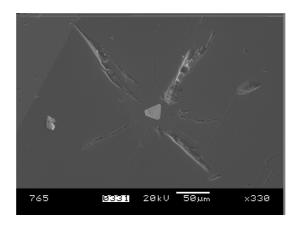


Figure 86 – Image de l'inclusion obtenue en électrons secondaires, avec figures d'irradiation

#### 2 - Inclusion en forme de lame

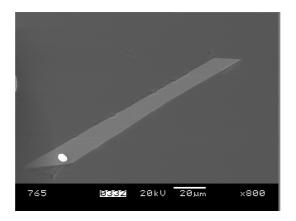


Figure 87 – Image de surface d'une inclusion en forme de lame obtenue en électrons secondaires Sa longueur est d'environ 140µm

La tache blanche est un artéfact.

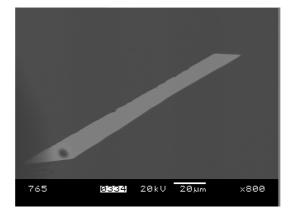


Figure 88 – Image obtenue en électrons rétrodiffusés. L'inclusion mesure environ 160 µm

Elm	El wt%	Atomic %
Nb	36.91	19.19
Ta	7.12	1.90
Fe	10.96	9.48
Mn	2.88	2.53
Ti	0.71	0.72
O	21.91	66.16
Total	80.49	99.98

L'uraninite  $(UO_2)$  et la thorianite  $(ThO_2)$  sont souvent accompagnées d'oxydes riches en nobium, tantale et de titane, ce que l'on trouve dans cette inclusion.

L'inclusion est une Manganocolumbite (Mn²+, Fe²+)(Nb,Ta)<sub>2</sub> O<sub>6</sub>

**Columbite :** cristal orthorhombique (*Fischesser – 1970*)

Indices de réfraction : 2,19 - 2,34

Densité : 5,20 Dureté : 6

Une photographie du Photoatlas 2, donne une image similaire.



Figure 89 – Une columbite de forme aciculaire dans une topaze incolore de Kuruwita, Sri Lanka- (Gübelin et Koivula – 2005)

#### 3 – Cristal incolore

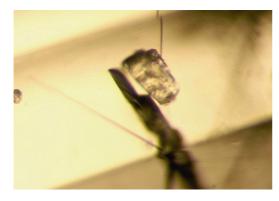




Figure 90 - Cristal incolore X30

Elm	El wt%	Atomic %
K	13.32	7.22
Al	9.77	7.68
Si	30.90	23.33
0	46.61	61.77
Total	100.60	100.00

Le pourcentage atomique des différents éléments chimiques de l'inclusion 3 donne une **orthose** ou **orthoclase** K Al  $Si_3$   $O_8$ .

Minéral déjà décrit dans MP8 (aigue-marine), page 25

### 4 - Inclusion de forme polyédrique

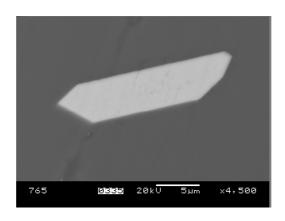


Figure 91 – Tantalite observée en électrons rétrodiffusés Sa longueur est de 20 µm

La **tantalite**, inclusion orthorhombique fait partie d'une série continue, avec un pôle ferrique et un pôle manganésien.

Indices de réfraction : 2,19 à 2,34

Densité : 7,85 dureté : 6 à 6,5 Je ne sais pas de quelle type de tantalite il s'agit, car au moment de mettre en page, je ne retrouve pas l'analyse chimique pratiquée.

### 5 - Inclusion hétérogène

C'est une inclusion hétérogène dans laquelle il a été pratiqué trois mesures

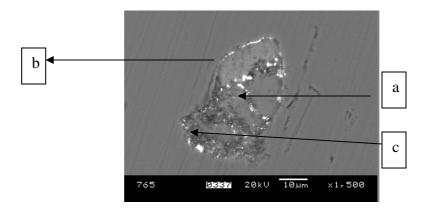


Figure 92 – Inclusion hétérogène, à surface très irrégulière Sa longueur est d'environ 74 µm

Les parties (a et c) donnent la composition d'un quartz. La partie (b) est plus dense :

Elm	El wt%	Atomic %
K	8.35	5.24
Al	17.01	15.47
Si	20.40	17.82
O	40.09	61.47
Total	85.85	100.00

Les éléments chimiques sont les mêmes que ceux de l'inclusion 3, mais les pourcentages atomiques sont différents et on ne boucle qu'à 85,85 %. Il s'agit d'une **muscovite** K Al $_2$  Al Si $_3$  O $_{10}$  (OH) $_2$ 

Elle appartient au groupe des micas. C'est un cristal monoclinique.

Indices de réfraction : 1,54 à 1,68 Densité : 2,76 à 3,1à Dureté : 2 à 4

### **Conclusion**

Inclusion 1: URANOTHORIANITE

Inclusion 2: MANGANOCOLUMBITE

Inclusion 3 : **ORTHOSE**Inclusion 4 : **TANTALITE**Inclusion 5 : **MUSCOVITE** 

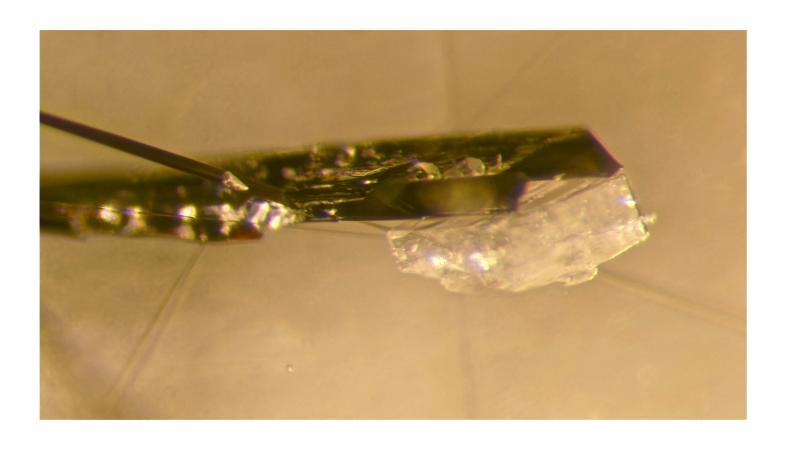


Figure 93 – Inclusions de manganotantalite et d'orthose dans une topaze incolore

### MP18 – Dans un Quartz rectangulaire, pans coupés

Pierre transparente, incolore, taille rectangulaire allongée, pans coupés dont les dimensions sont 16,4 x 7,6 x 5,8 mm et le poids 5,74 ct

Origine: Ambolo (Sahatany) Madagascar

La pierre a été achetée comme " quartz à inclusions d'actinote ? " Le point d'interrogation, sur l'étiquette, exprime le doute du vendeur !



Figure 94 – Quartz

## Propriétés physiques et optiques

Polariscope : rétablit la lumière tous les 90°

Indices de réfraction :  $n_0$ : 1,540 –  $n_e$ : 1,549

 $\Delta_{\rm n}$  : 0,009

Uniaxe positif

Densité : 2,65

Luminescence : UVL et UVC : inerte

La pierre est bien un **quartz.** Qu'en est-il des inclusions ?

### **Observations des inclusions**

- 1 Inclusions aciculaires, transparentes, disposées en forme de rayons, à remplissage plus ou moins partiel brun roux ou vert. Les plus longues ont environ 5,5 mm.
  - Quelques extrémités d'aiguilles rousses sont vertes.
  - Les extrémités sont plus étroites et pointues.
  - Les aiguilles vertes présentent un pléochroïsme vert vif / vert jaune

Abouchant en surface, elles laissent voir une matière en creux qui est la signature d'une dureté inférieure à celle du quartz.

- 2 Cristaux trapus, transparents, incolores, automorphes, parfaitement géométriques, à arêtes encore vives. Leur taille est de 0,5 mm à 1 mm.
- Certains semblent avoir un indice plus faible que celui du quartz, mais une biréfringence importante, (carbonates ?).
  - les autres, les plus nombreux, très transparents ont un indice plus fort et biréfringence plus faible.
- 3 Cristaux sombres, opaques, bien définis.

- 4 D'autres, translucides sont rouge-orangé en lumière réfléchie.
- 5 Dans le fond de la culasse, un cristal bien formé, dont le cœur est rouge, dans une croute sombre. Bien que très proche de la surface de la pierre, il n'est pas affleurant.

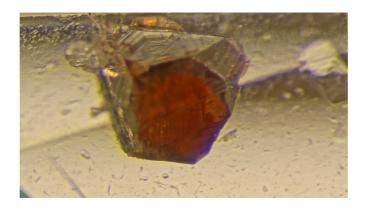


Figure 95 – Cristal à cœur rouge X40

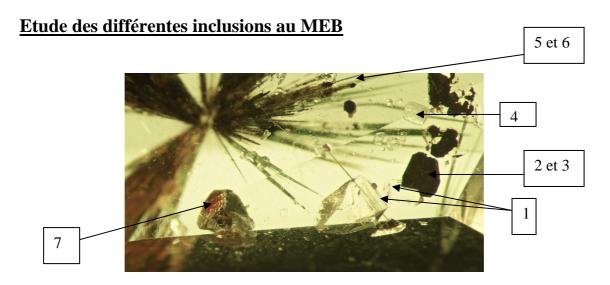


Figure 96 – Vue d'ensemble des inclusions X20

### Description de l'inclusion 1

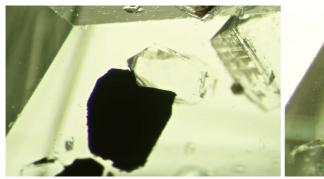
Aucun contraste avec la matrice. Le contrôle au MEB donne SiO<sub>2</sub>. C'est un cristal de **Quartz**.



Figure 97 – Cristal de quartz X30

### **Description de l'inclusion 2**

C'est un cristal opaque, noir et trapu. En lumière réfléchie, il présente un mauvais poli, des trous et une matière hétérogène.



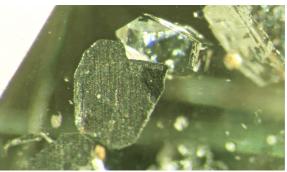


Figure 98 – Lumière transmise X40

Figure 99 – Lumière réfléchie X40

La partie la plus dense sera étudiée en 2 et la petite pointe, moins dense en 3. Cette petite partie est elle-même hétérogène et présente des veines.

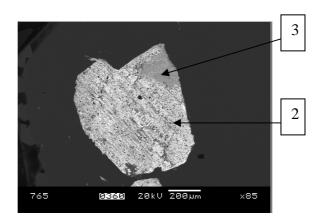


Figure 100 – Inclusion hétérogène 2 et 3, obtenue en électrons rétrodiffusés Les dimensions de l'inclusion sont 800 µm de long, sur 600 µm

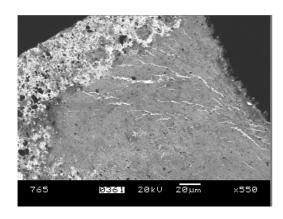


Figure 101 – Zoom sur la partie 2 de l'inclusion 2 en électrons rétrodiffusés

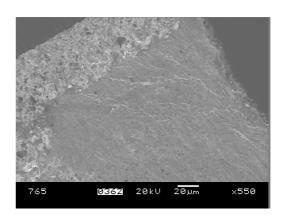


Figure 102 – Idem en électrons secondaires

Une étude au MEB a été pratiquée :

Partie 2 de l'inclusion 2
---------------------------

Elm	El wt%	Atomic %
Pb	54.18	11.93
Si	6.31	10.25
Al	2.39	4.04
Sb	3.55	1.33
O	25.40	72.45
Total	91.83	100.00

L'oxygène est MESURE, et non CALCULE, par stoechiométrie. L'inclusion est un silicate de plomb, d'aluminium et d'antimoine, ou un mélange.

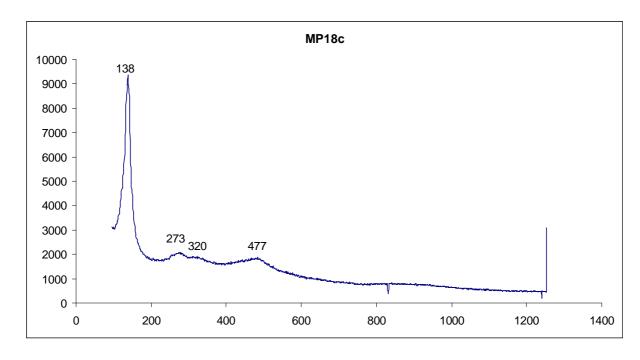


Figure 103 – Spectre Raman pratiqué dans l'inclusion noire

Le minéral le plus approchant est la **Plumalsite**, Pb<sub>4</sub> Al<sub>2</sub> (Si O<sub>3</sub>)<sub>7</sub>. Dans RRUFF, aucun spectre Raman n'est donné pour ce minéral.

Par contre, j'ai trouvé dans minéral data, les renseignements suivants :

Poids moléculaire, en pourcentage :

- Pb: 58,56 % - Si: 13,89 % - Al: 3,81 % - O: 23,74 %

Il est vrai que le pourcentage du silicium de l'inclusion est deux fois plus faible que celui proposé par *mineral data* et qu'il y a présence d'antimoine!

C'est un inosilicate, de cristallisation orthorhombique.

Densité: 4,5 Dureté: 5 à 6

#### Partie 3 de l'inclusion 2 :

artic 5 de i mera		
Elm	El wt%	Atomic %
Pb	32.69	5.48
Si	16.93	20.92
Al	5.18	6.66
Sb	3.15	0.90
Fe	1.24	0.77
Na	1.35	2.04
K	1.40	1.24
O	28.57	61.98
Total	90.51	99.99

L'oxygène est MESURE, pas CALCULE par stoechiometrie

On retrouve un silicate de plomb et d'aluminium, avec des pourcentages légèrement différents, une participation d'antimoine, fer, sodium et potassium.

#### **Description de l'inclusion 4**

Cristal incolore, moins transparent, de forme pseudo hexagonale, il possède un poli médiocre, donc plus tendre et présente moins de relief que le quartz. On peut apercevoir un doublage du à une forte biréfringence.

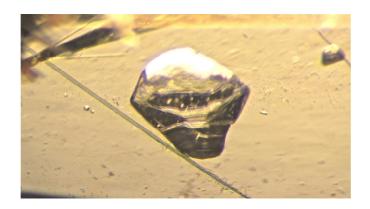


Figure 104 – Dédoublement des arêtes du cristal X40

La matière est hétérogène. On note de petites inclusions blanches. (figure 104).

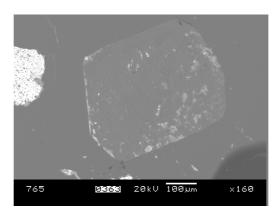


Figure 105 – Inclusion obtenue en électrons rétrodiffusés Elle mesure 450 µm sur 350 µm

Elm	El wt%	Atomic %
Ca	20.33	7.42
Mg	8.46	5.09
Fe	6.58	1.72
O	49.12	44.88
C	33.59	40.89
Total	118.08	100.00

C'est un carbonate de magnésium, CaMg (CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>: **dolomite** 

C'est un cristal rhomboédrique

Indices de réfraction : 1,502 – 1,681

Biréfringence : 0,179

Uniaxe négatif

Densité : 2,80 à 2,90 Dureté : 3,5 à 4

# **Description de l'inclusion 5 :**

Elle appartient à un groupe d'aiguilles vertes.

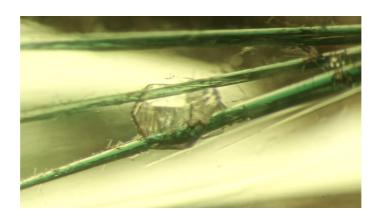


Figure 106 – Aiguilles vertes emprisonnant un cristal incolore X30

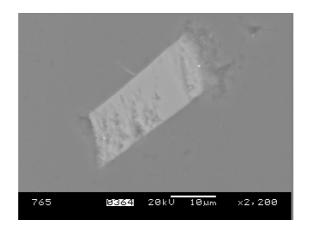


Figure 107 – Inclusion (aiguille verte) obtenue en électrons rétrodiffusés Les mesures de la section de l'aiguille sont 28  $\mu$ m de long sur 12  $\mu$ m

Elm	El wt%	Atomic %
Si	23.34	21.93
Na	8.08	9.28
Fe	17.52	8.28
Ti	2.26	1.25
O	35.93	59.28
Total	87.13	100.02

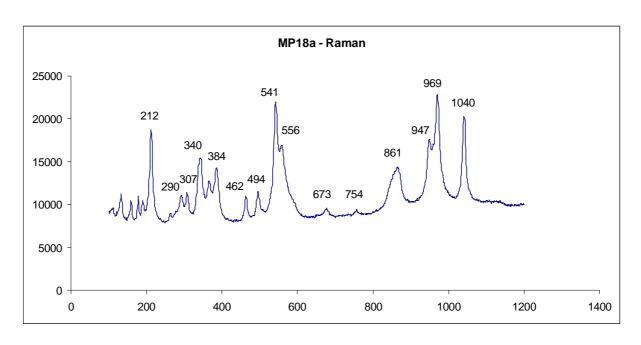


Figure 108 – Spectre de l'inclusion 5

Il s'agit d'un pyroxène, d'une **aegirine**, Na Fe $^{3+}$  Si $_2$ O $_6$ , et non d'une actinolite, nom sous lequel était vendue l'inclusion de ce quartz. (annexe 5-R040054)

L'aegyrine est noire en masse mais elle peut apparaître verte en lame mince.

C'est un cristal monoclinique

Indices de réfraction :  $n_p$  : 1,706 –  $n_m$  : 1,785 –  $n_g$  : 1,805

Biréfringence : 0,045

Biaxe

Densité : 3,50 Dureté : 6 à 6,5

#### **Description de l'inclusion rousse 6:**

Les inclusions rousses ressemblent à des tubes incolores à remplissage partiel de paquets roux. L'un d'entre eux arrive en surface et permet l'étude suivante :

Elm	El wt%	Atomic %
Si	0.82	1.53
Na	0.24	0.55
Fe	47.41	44.62
Ti	1.61	1.77
O	15.68	51.51
Total	65.76	99.98

L'aegirine est oxydée et s'est altérée en oxyde de fer avec un peu de titane  $(Fe_2 \, O_3)$ : c'est de la " rouille ", **oxyhydroxyde de fer nanocristallisé.** 

### **Description de l'inclusion 7**

C'est une inclusion de forme hexagonale bien brillante en lumière réfléchie et qui comporte en son centre un remplissage rouge orangé. Ce plan circulaire se trouve très près de la surface de la pierre, mais n'affleure pas. Après une observation à plus fort grossissement, on trouve deux petites fêlures qui longent deux arêtes.

Est-ce un remplissage secondaire?

Des essais de tests Raman ont donné les pics classiques du quartz, c'est-à-dire 465 et 207 cm<sup>-1</sup>.

### **Conclusion:**

- Inclusion 1 : Quartz
- Inclusion 2 : **Plumalsite**
- Inclusion 3 : **Plumalsite**
- Inclusion 4 : **Dolomite**
- Inclusion 5 : **Aegirine**
- Inclusion 6 : Oxyhydroxyde de fer
- Inclusion 7 : Oxyhydroxyde de fer ?

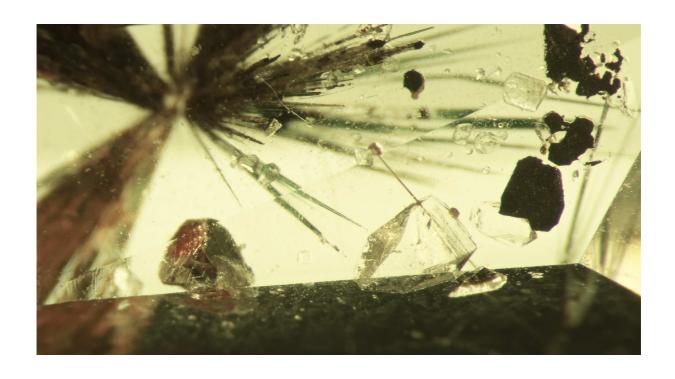


Figure 109 - Ensemble des inclusions dans un quartz incolore

### MP13 – Dans un quartz rectangulaire

Pierre transparente incolore, taille à degrés, rectangulaire dont les dimensions sont 10,3 x 6,9 x 4,5 mm et le poids 2,24 ct. Son origine est le Brésil.

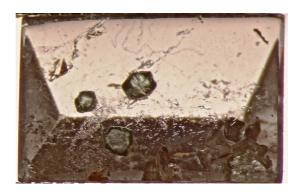


Figure 110 – Quartz rectangulaire

### Propriétés physiques et optiques

Polariscope : rétablit la lumière tous les 90° Indices de réfraction : 1,540 – 1,550

Biréfringence: 0,010

Densité : 2,65 UVL et C : inerte

## **Observations des inclusions**

- Gros cristaux trapus, transparents vert clair de 1 à 1,5 mm, à structure lamellaire. La couleur est concentrée sur les bords. Leur surface apparait fibreuse. Ils ne semblent pas présenter de pléochroïsme.
- Nombreuses cavités très déchiquetées et planes, certaines avec libelles, d'autres faisant miroir en lumière réfléchie.

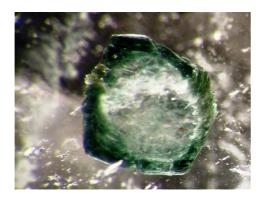


Figure 111 – Inclusion verte X15

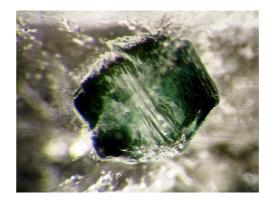


Figure 112 – Inclusion verte X18



Figure 113 – Inclusion affleurante X20

# Examen au MEB

Pas de relief. Pas de différence sur la matière principale.

Les deux photos des inclusions affleurant ne montrent aucune différence de matière avec le cristal hôte.

Des tests ont été faits dans les différentes parties de l'inclusion.

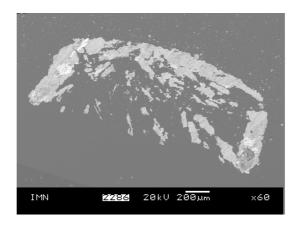


Figure 114 – Image de l'inclusion affleurante obtenue avec électrons rétro diffusés X60 L'inclusion semble mesurer 1600 µm de long et 600 µm de large

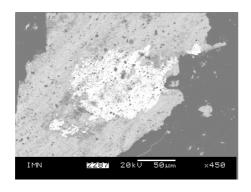


Figure 115 – Inclusion en BSE X450

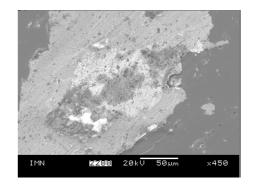


Figure 116 – Inclusions en SE X450

L'inclusion blanche est très hétérogène

Minéral en feuillet pseudomorphosé en quartz. Pseudomorphose de quartz ou pseudomorphose de **chlorite en quartz.** La chlorite est une inclusion verte feuilletée banale dans le quartz.



Figure 118 – Fantôme de Chlorite dans un quartz (Hyrsl et Niedermayr - 2003)

## **Chlorites**

Les chlorites sont des phyllosilicates très proches les uns des autres.

 $(Mg, Al)_6 (OH)_8 [(Si, Al)_4 O_{10}]$ Monoclinique ou triclinique

Densité: 2,7 à 2,9 Dureté: environ 2,5

# **Inclusion partiellement rouge**

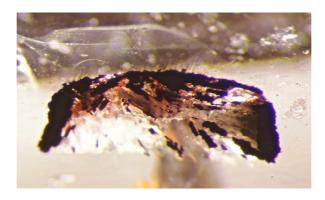


Figure 119 – Inclusion altérée - X35

Il se peut que ces inclusions creuses et tendres aient généré, à la taille, des cavités qui se sont remplies de produit de polissage, comme des oxydes de plomb, d'étain ou d'antimoine. C'est ce que révèle l'analyse pratiquée au MEB (figure 119).

# **Etude au MEB**

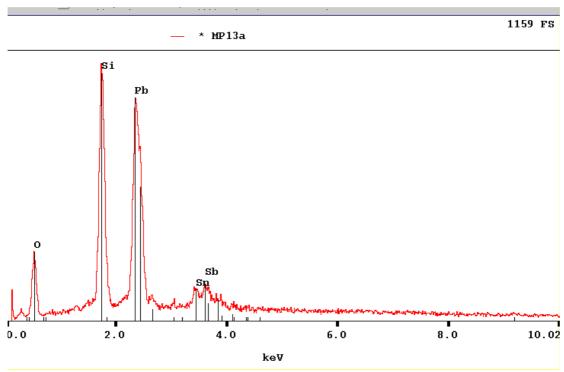


Figure 120 - Composition chimique de l'inclusion – (figure 119)

Présence de plomb et d'étain : silicate de plomb ou oxyde de plomb (litharge ?) L'inclusion examinée est rouge.

La métallisation a-t-elle pu en modifier la couleur ?

L'inclusion étudiée entrée verte dans le microscope électronique est sortie rouge ! Le faisceau d'électrons a fait des dégâts... On peut raisonnablement penser qu'il s'agit d'un passage de  $Fe^{2+}$  à  $Fe^{3+}$ .

# **Conclusion**

Chlorite épigénisée en quartz.

#### MP3 et MP4 – Dans des aventurines bleues

#### <u>1 – ETAT DES CONNAISSANCES SUR LES AVENTURINES</u>

On les appelle " aventurines " car de petites particules cristallines semblent être tombées, sans ordre, ni précision, " à l'aventure ", dans des quartz ou quartzites, comme, à la renaissance, des paillettes de laiton ont été jetées dans les fours par les verriers de Murano pour donner les " verres aventurinés " (Barriand et al 1998).

Les aventurines existent de différentes couleurs selon la nature de leurs inclusions :

- les vertes qui doivent leur couleur à des micas chromifères, les **fuchsites**
- les orangées remplies d'oxydes de fer, type **hématite**
- et les bleues, classiquement appelées quartz à dumortiérite

#### Qu'est-ce que la DUMORTIERITE ?

Dédiée à Eugène Dumortier, paléontologiste lyonnais (1802-1873) (Bariand et al 1998).

C'est un borosilicate d'aluminium et de fer, (Al, Fe)<sub>7</sub> O<sub>3</sub> (BO<sub>3</sub>) (SiO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, qui se présente en agrégats bleus et à faciès fibreux (*Johnsen* – 2002).

C'est une pierre peu commune dont la principale origine est le Brésil.

## Propriétés physiques et optiques

Cristallisation orthorhombique

Np: 1,659 – 1,686 Nm: 1,684 – 1,722 Ng: 1,686 – 1,723 Biréfringence: 0,011 Densité: 3,27 à 3,36

Dureté: 7

#### 2 – DESCRIPTIONS DES ECHANTILLONS:

Ces quartz ou quartzites contiennent des inclusions présentant deux aspects différents, à la loupe, parmi lesquelles j'ai choisi deux échantillons MP3 et MP4, chacun représentatif d'une variété.

La densité de ces pierres est légèrement supérieure à celle d'un quartz pur ; elle est comprise entre 2,68 et 2,77 (étude faite sur une trentaine de pierres).

**Leur poli** est piqueté. L'affleurement de l'inclusion, en surface présente toujours un petit creux qui accroche la lumière.

Deux possibilités:

- soit la dureté de l'inclusion est inférieure à celle du quartz (c'est très net dans aventurines vertes dont les inclusions sont des micas chromifères)
- soit la texture étant différente, elle est plus fragile.

J'ai étudié ensemble ces deux pierres pour comprendre leurs différences et leurs similitudes.

**MP3**, un feutrage d'aiguilles désordonnées, bleu clair à bleu lavande, plus ou moins serrées et denses, dans un quartz ou une quartzite incolore. La pierre est globalement claire.



Figure 121 – Aventurine bleu clair (MP3)

## Propriétés physiques et optique de MP3

- Densité de l'échantillon : 2,74

- Indice difficilement lisible vers 1,54

- UVL : légèrement verdâtre

- UVC : inerte

- Filtre chelsea : brunit

# Microscopie optique

Aspect feuilleté, fibreux et désordonné des inclusions formées de petites et courtes baguettes souples bleues, dont la concentration donne à la pierre une couleur plus ou moins dense.

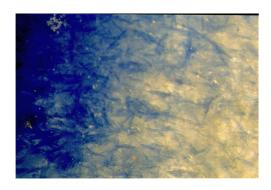


Figure 122 - Fibres X35



Figure 123 – Fibres X50

**MP4**, cristaux aciculaires, souvent parallèles et orientés, bleu bleuet, souvent bleu foncé à bleu gris, absorbés dans un quartz ou une quartzite incolore. La pierre est globalement foncée.



Figure 124 – Aventurine gris bleu (MP4)

## Propriétés physiques et optiques de MP4

- Fibres bien cristallisées
- Orientation préférentielle des aiguilles
- Densité de l'échantillon : 2,70
- Pléochroïsme des aiguilles, bleu-incolore
- Pas de luminescence



Figure 125 – Texture X20

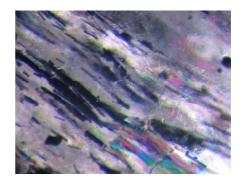


Figure 126 – Fibres X25

### 3 – RESULTATS

# Etude de la première aventurine MP3 (bleu clair)

### **Etude au MEB**

Un contrôle en électrons retrodiffusés dans la matrice confirme que l'on se trouve bien dans du quartz.

Dans une partie claire, en électrons retrodiffusés, on obtient les résultats suivants :

Elm	El wt%	Atomic %	Oxide %
Si	19.72	17.32	42.18
0	39.59	61.05	0.00
Al	16.72	15.29	31.59
K	9.12	5.75	10.99
Fe	1.33	0.59	1.71
Total	86.48	100.00	86.47

- Présence de **potassium** (5,75 %)
- Présence de fer (0,59 %)
- Pourcentage d'aluminium (15,29 %)

### Silicate d'aluminium et de potassium avec des traces de fer.

Mais le bouclage à 86,47 % est faible, manque-t-il un élément (OH, B, Be, Li...)?

Les photos ont été obtenues avec électrons retro diffusés

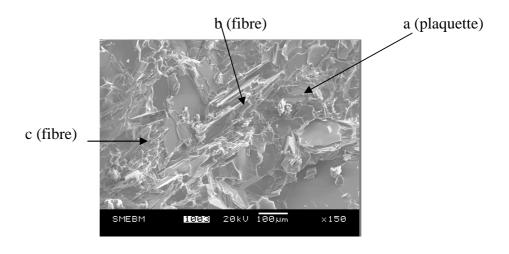


Figure 127 – Fibres et plaquettes X150

Sur la figure 127, les fibres semblent avoir 150 à 200 µm de long.

Les fibres affleurent à la surface du cabochon en sections polygonales irrégulières.

## Etude à la grande sonde Raman

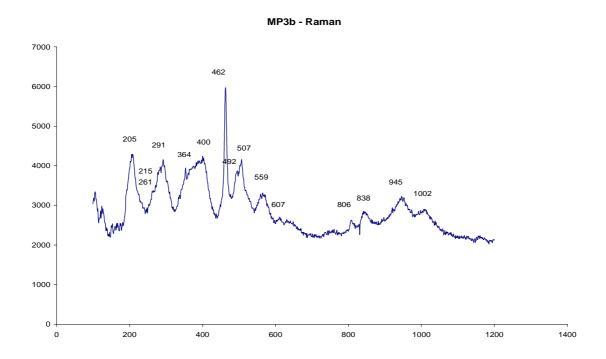


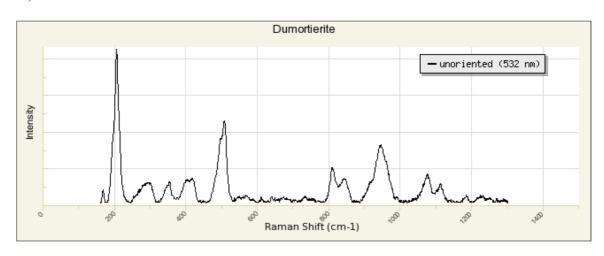
Figure 128 – Spectre Raman dans une baguette allongée

Erreur! Des objets ne peuvent pas être créés à partir des codes de champs de mise en forme.

Figure 129 – Spectre Raman dans une autre baguette allongée

Il semble que le matériau étudié "ramanise" moins fortement que le quartz. Sommes-nous réellement en présence d'aiguilles de dumortiérite ?

Les signaux donnant des pics à 205, 291, 364, 400, 507, 945 cm<sup>-1</sup> peuvent correspondre à ceux d'une dumortiérite, celui à 462 cm<sup>-1</sup> étant celui du quartz, mais la présence de potassium est incompatible avec une telle conclusion : la dumortiérite est exempte de potassium (*Fleischer - 2008*).



### Etude de la deuxième aventurine bleue MP4 (bleu sombre)

L'étude de la matrice confirme bien qu'il s'agit de **QUARTZ** (SiO<sub>2</sub>).

### Etude de l'inclusion au MEB

Tableau 1: analyse EDS d'une inclusion affleurante

Elm	El wt%	Atomic %	Oxide %
Si	0.21	0.31	0.45
Ti	3.36	2.93	5.60
Fe	60.28	45.15	77.55
0	19.75	51.63	0.00
Total	83.60	100.02	83.60

Le pourcentage de silice est faible (0,25 %), par contre, nous sommes en présence d'un oxyde de **fer et titane :** 

Mais, attention, le total des masses d'éléments analysés n'est que de 83,60 %. Manque-t-il un élément léger comme l'hydrogène non détectable ?

Dans ce cas, on peut envisager : GOETHITE, LEPIDOCROSITE ou LIMONITE ...

Tableau 2 : analyse EDS dans une fibre bleue affleurante

Elm	El wt%	Atomic %	Oxide %
Si	18.30	16.95	39.15
Ti	0.09	0.05	0.15
Fe	1.53	0.71	1.97
Al	16.32	15.74	30.84
0	37.55	61.06	0.00
K	5.57	3.71	6.71
Na	1.58	1.79	2.13
Total	80.94	100.01	80.95

On relève la composition chimique d'un silicate d'aluminium, potassium, sodium et traces de fer. Mais là encore, le pourcentage total comptabilisé n'est que de 80,95 %.

<u>Tableau 3</u>: analyse EDS dans une autre fibre bleue affleurante

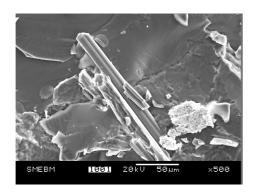
Elm	El wt%	Atomic %	Oxide %
Si	20.70	16.96	44.28
Ti	0.23	0.11	0.38
Fe	2.42	1.00	3.11
Al	17.51	14.94	33.09
0	42.20	60.70	0.00
K	7.28	4.29	8.77

Na 2.00 **2.00** 2.70

Total 92.34 **100.00** 92.33

On retrouve dans cette dernière analyse, les mêmes éléments chimiques et des pourcentages semblables à ceux de la précédente.

### Silicate d'aluminium, de potassium, de sodium, de fer et traces de titane.



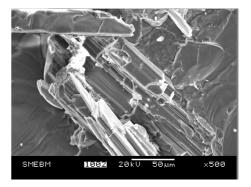
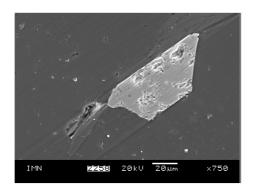


Figure 130 – Fibres en BSE Figure 131 – Structure lamellaire Images obtenues en électrons retro diffusés, sur une cassure fraiche. La largeur des fibres est de 10 à 15 µm.



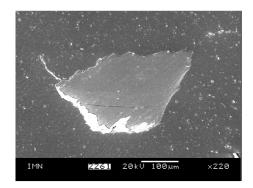


Figure 132 – Section d'une fibre affleurant Fi X750

Figure 133 – Section d'une autre fibre X220

La section trapézoïdale de la fibre de la figure 132 semble mesure 95  $\mu$ m de long et 35  $\mu$ m de large, celle de la figure 133, 350  $\mu$ m de long et 220  $\mu$ m de large.

Question : existe-t-il des dumortiérites à potassium ?

### **Test Raman**

Erreur! Des objets ne peuvent pas être créés à partir des codes de champs de mise en forme.

Figure 134 – Spectre Raman d'une longue baguette

Erreur! Des objets ne peuvent pas être créés à partir des codes de champs de mise en forme.

Figure 135 – Spectre Raman de la même baguette tournée à 90°

### 4 – DISCUSSION

# <u>Tableau comparatif des compositions chimiques des inclusions bleues MP3 et MP4 en pourcentage atomique</u>

	Si	Ti	Fe	Al	o	K	Na
MP3	17,32		0,59	15,29	61,05	5,75	
MP4 Fibre b	16,95	0,05	0,71	15,74	61,06	3,71	1,79
Fibre c	16,96	0,11	1	14,94	60,70	4,29	2

### Il n'y a ni potassium, ni sodium dans la dumortiérite.

Le pourcentage de fer peut-il expliquer la variation de couleur bleue ou bien est-ce le titane ?

Voici les propositions de mindat.org pour des minéraux contenant les éléments chimiques détectés en EDS (K, Al, Si, O Na):

**Glauconite**: (K, Na) (Fe<sup>+3</sup>, Al, Mg)<sub>2</sub> (Si, Al)<sub>4</sub> O<sub>10</sub> (OH)<sub>2</sub>

- **Anorthoclase**: (Na, K) Al Si<sub>3</sub>O<sub>8</sub>. Feldspath triclinique

- **Néphéline**: (Na, K) Al SiO<sub>4</sub>

Des pierres pour lesquelles je n'ai fait aucun test de laboratoire Aucun résultat n'est satisfaisant. Retour vers le spectre Raman.

Spectres Raman comparatifs de l'inclusion étudiée et de la dumortiérite

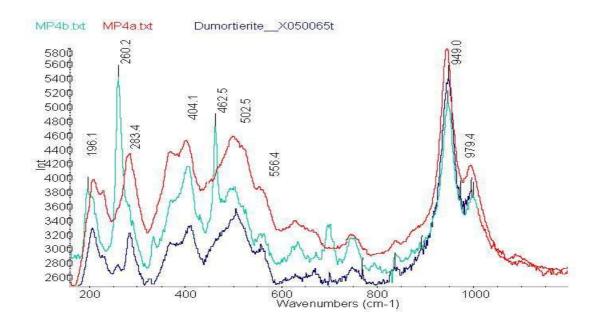


Figure 136 – Spectres Raman comparatifs

La figure 136 présente une superposition de trois spectres Raman :

- les spectres rouge et vert correspondent aux inclusions contenues dans la pierre MP4 (a et b)
- en bleu sombre, celui de la dumortiérite de référence, extraite du site RRUFF

A noter dans le spectre vert les pics 462 et 260 cm<sup>-1</sup> qui correspondent aux pics du quartz.

### **Conclusion**

La forme générale des différents spectres est très semblable, les signaux donnés par les différents pics correspondent bien à la **dumortiérite**, mais il y a une incohérence avec la chimie. Je n'ai trouvé aucun document signalant du **potassium** dans cette pierre. Existe-t-il une dumortiérite potassique ?

Aucun résultat ne peut être donné après cette étude.

Une analyse de la structure de l'inclusion à partir d'un diffractogramme RX pourrait peut-être apporter une solution ?

Des prélèvements analysés aux rayons X après le dépôt du mémoire ont démontré que le diffractogramme est très proche de celui d'une dumortiérite classique, avec toutefois une maille élémentaire double. Ceci est à rapprocher de travail de E. Nadon sur les quartz roses, qui démontre que ces inclusions roses, là aussi, sont proches de la dumortiérite classique, mais représente en fait, une "surstruture"

(Nadon E., 2007- The secret lives of minerals, Enginering of Sciences,  $n^{\circ}1 - p.9-20$ )

# MP12 – Dans un péridot

La pierre est transparente, vert jaune clair, facettée en forme de cœur et mesure 7,1 x 4,4 x 7,2 mm et pèse 1,32 ct.

Le péridot est un silicate ferromagnésien, cristallisant dans le système orthorhombique (*Johnsen – 2002*).

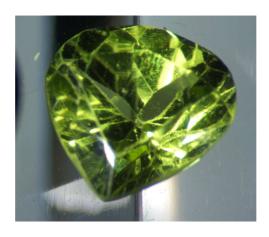


Figure 137 – Péridot

# Propriétés physiques et optiques du péridot

Polariscope : rétablit la lumière tous les 90°

 $n_p \colon 1,650-1,653 \\ n_g \colon 1,663-1,685$ 

$$\begin{split} &\Delta_n: 0{,}035\\ &Biaxe\ positif\\ &UVL\ et\ C: inerte \end{split}$$

Pas de spectre distinctif

### **Observation des inclusions**

- Inclusion transparente et orange à contours pseudo-hexagonaux et épais. Sous un autre angle, elle prend l'allure d'une pyramide pointue, trois, voire quatre arêtes sont visibles.





Figure 138 – Inclusion orange X100

Figure 139 – Autre face de l'inclusion X100

- Présence d'une inclusion de forme géométrique globulaire : un cristal trapu, opaque, blanchâtre en lumière réfléchie et qui présente des faces granuleuses, ou alvéolaires, d'autres plus lisses.
- Il est situé sur un mince film réfléchissant et circulaire, et comme " placé au bord d'une soucoupe ", il s'agit sûrement de figures de tension circulaires.







Figure 141 – Même inclusion X40



Figure 142 – " Groupe de cristaux inconnus " (Gübelin & Koivula - 2005)

# 1 – Confirmation de l'identification du péridot

Erreur ! Des objets ne peuvent pas être créés à partir des codes de champs de mise en forme.

Figure 143 : Spectre Raman du péridot

# 2- Etude de la petite inclusion orange – Test Raman

Erreur ! Des objets ne peuvent pas être créés à partir des codes de champs de mise en forme.

Figure 144: Dans l'inclusion orange

Les signaux 558, 577, 663, et 707 cm<sup>-1</sup> appartiennent à l'inclusion.

En cherchant dans les spectres de références de RRUFF je me suis orientée vers la **chromite**.

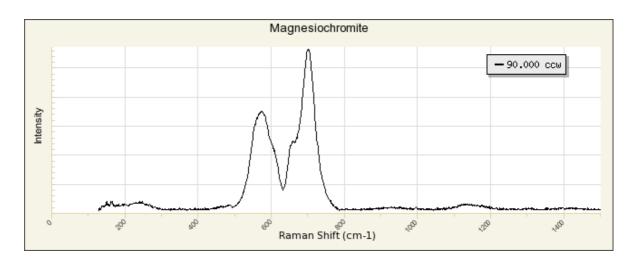


Figure 144 bis: RRUFF – Magnésiochromite - R060797

<u>3 – Etude de l'inclusion blanchâtre</u> L'inclusion est profonde, 2 à 3 mm. Il n'est pas question d'analyse chimique par MEB.

L'étude Raman ne donne pas de spectre spécifique de l'inclusion.

Cette inclusion ne semble pas être une inclusion négative.

Il est donc impossible de donner une identification, sans abraser la pierre et faire affleurer cette boule blanche...

L'inclusion est-elle trop profonde?

Donc:

### **Conclusion**

Chromite pour l'inclusion orange.

Aucune identification possible au vue de l'absence de résultat pour l'inclusion blanchâtre.

# MP19: Dans un spinelle mauve



Figure 145 : Spinelle mauve

Ce spinelle du Sri Lanka, vendu sous le nom de "spinelle flocon" est fourré d'une multitude de cristaux incolores emboités les uns dans les autres d'où sortent de longues et fines et aiguilles disposées en gerbe. C'est un coussin facetté de 15 x 13,1 X 7,4 mm et pèse 11,11 ct.

### Propriétés physiques et optiques du spinelle

Polariscope : anomalies de polarisation

Indice de réfraction: 1,711

Pierre isotrope Densité : 3,62 UVL : rose UVC : inerte

Oxyde d'aluminium et de magnésium, de cristallisation cubique

## **Observations des inclusions**

Nombreux cristaux (de 0,5 à 1 mm), incolores en lumière réfléchie et blanchâtres en lumière transmise, regroupés en amas.

Longues et fines aiguilles blanchâtres regroupées en gerbe, tels " les faisceaux des licteurs ".



Figure 146 - Cristaux et aiguilles X32

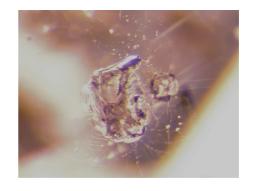


Figure 147 – Cristaux X50

# Test à la sonde Raman

Les petits signaux à 408, 668 et 768 cm<sup>-1</sup> correspondent bien au spectre d'un spinelle, mais il n'existe rien pour l'inclusion.

Cette pierre présente une luminescence beaucoup plus intense que celle de la diffusion Raman qui masque complètement celle des inclusions à étudier.

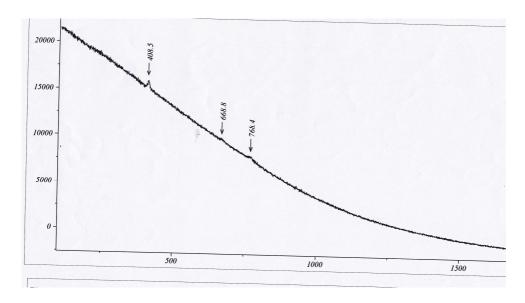


Figure 148 – Spectre obtenu de la matrice

La valeur de la pierre ne permet pas d'abraser sa surface pour faire affleurer l'inclusion et pratiquer une analyse chimique par MEB.

Donc:

### **Conclusion**

Aucun résultat car il est impossible d'analyser les inclusions.

Pour éviter la fluorescence, pourrait-on envisager une analyse Raman dans le procheinfrarouge ?

### TABLEAU RECAPITULATIF des RESULTATS

Photo	MP	Nom		Appareils utilisés	Pages	
	1	Quartz Calcédoine		Dioptase et malachite	MEB	44
	2	Fluorite		Chalcopyrite	MEB	30
	3	Quartz Aventurine		Dumortiérite ?	Raman + MEB	102
	4	Quartz Aventurine		Dumortiérite ?	Raman + MEB	104
	5	Topaze		Fluorite	Raman + MEB	71
	6	Topaze		Sidérophyllite, Galène, Pyrite, et Spalérite	MEB	35
	7	Obsidienne		Cristobalite	Raman	21
	8	Aigue- marine		Orthose et Orthose ou Microcline	Raman	25
	9	Grenat Spessartite		Lépidolite	Raman + MEB	49
	10	Phénacite		Tourmaline	Raman + MEB	76
	11	Rhodonite		Rhodonite	Raman + MEB	53
	12	Péridot		Chromite ? et inclusion non identifiée	_	112
60	13	Quartz		Chlorite épigénisée en quartz	MEB	98
dis	14	Quartz		Epidote et actinolite	MEB	57

15	Topaze	Uranothorianite , Manganocolombite, Orthose, Tantalite, muscovite	MEB	81
16	Quartz	Weloganite, Aegyrine et Quartz	Raman + MEB	65
17	Quartz	Chamosite	MEB	61
18	Quartz	Quartz, Plumalsite, Dolomite, Aegirine, Oxyhydroxyde de fer	Raman + MEB	88
19	Spinelle	Inclusions non identifiées	_	116

<u>VII - Discussion</u>
Anselme Boece de Boodt (1560-1632), minéralogiste, médecin et physicien de la renaissance décrivait les pierres gemmes et parlait de leurs "vices " pour nommer leurs

inclusions. Que le terme est bien choisi, et combien il faut se méfier d'elles et de l'interprétation que l'on en fait !

### <u>I – L'œil, la loupe et la binoculaire</u>

L'inclusion est aussi dépendante de l'environnement dans lequel elle se trouve ; son relief est lié à la différence d'indice de réfraction entre elle et la pierre. Sa couleur et son opacité varient avec la source lumineuse et la matière. L'observation en lumière réfléchie et lumière transmise donne des renseignements complémentaires. Alors ?

1 – L'observation à l'œil, à la loupe ou à la binoculaire est-il toujours fiable ? Pas toujours.

On a l'habitude de voir certaines inclusions sous des formes cristallines classiques et en association avec la gemme hôte, telle la chalcopyrite dans la fluorite, mais dans l'exemple MP2, elle se présente sous forme d'une pyramide feuilletée portant une coiffe triangulaire.

Dans la topaze MP5, c'est la fluorite qui s'allonge et porte moult plans de clivage.

2 – L'inclusion décelée est-elle homogène?

Si l'on reprend les analyses de laboratoire de l'inclusion sombre de la topaze MP6 on met en évidence différents éléments cristallins et des pourcentages différents pour des compositions chimiques similaires.

3 – Un groupe de cristaux inclus appartient-il à la même famille minéralogique ?

Bien sûr que non : l'observation à la loupe permet déjà d'apprécier des différences d'indices de réfraction pour certains cristaux dont les compositions chimiques sont révélées par le MEB. Les exemples sont donnés dans le quartz MP18, dont les inclusions cristallines sont de la dolomite et du quartz.

### 4 - Clivages ou fractures ?

La structure de l'inclusion peut mal orienter l'identification : dans la phénacite MP10, l'inclusion bleutée, en forme de baguette présente de petites lignes perpendiculaires à son axe d'allongement, évoquant des plans de clivages. Avant d'abandonner cette certitude, il était impossible de trouver une identification. Ces lignes sont en fait des fractures supportées par l'inclusion, lors de la formation de son hôte.

### <u>II – Le Microscope Electronique à Balayage - MEB</u>

C'est un outil merveilleux lorsque l'inclusion est affleurante, mais on ne trouve pas toujours ce que l'on aimerait : une lépidolite sans manganèse dans MP9 ou de la dumortiérite avec du potassium dans MP4...

1 – L'élément carbone est-il ajouté ou propre à la pierre ?

Si cet instrument donne des renseignements très utiles, l'élément carbone peut être un problème et présenter un pourcentage important indépendant des résultats d'examen. Si la surface de l'inclusion n'est pas parfaitement plane, le carbone peut combler des creux et se retrouver en épaisseur.

Cette présence récurrente de carbone dans la topaze MP6 ou la calcédoine MP1 est gênante. A partir de quel pourcentage ne doit-on pas en tenir compte?

2 – La métallisation réussit-elle à toutes les pierres ?

Il faut faire attention aux pierres poreuses : une turquoise en a fait les frais, au sortir de la chambre du MEB, elle avait troquée sa robe bleue pour une verte.

3 – Certaines inclusions sont-elles sensibles aux électrons ?

Dans le quartz MP13 une inclusion entrée verte dans la chambre à vide du MEB est ressortie rouge, les faisceaux d'électrons ont changé sa couleur...

4 – Et les éléments atomiques légers ?

Comme nous l'a enseigné le Docteur Benjamin Rondeau, le MEB les ignore.

### III - Le Raman

- 1 La position de l'échantillon par rapport au faisceau lumineux, est-elle importante ?
   On obtient des résultats légèrement différents en fonction de l'orientation de l'échantillon en fonction de son axe cristallographique.
- 2 Est-il facile de repérer l'inclusion ?

Non, si l'inclusion est de petite taille ou trop profonde on a des difficultés à la localiser d'abord et à " taper " dedans ensuite.

- 3 Après obtention du spectre Raman, est-il facile de trouver l'identification?
  Il y a une grande difficulté à se repérer dans cet ensemble de signaux.
  Les banques de données ne sont pas suffisantes et très variables d'un auteur à un autre. De plus, les directions de polarisation du laser ne sont pas toujours précisées.
- 4 La diffusion Raman peut-elle être "cachée"?

La luminescence de certaines pierres est plus intense que celle de la diffusion Raman, donc il est impossible de lire quoique ce soit, comme dans le spinelle MP19.

5 – La diffusion Raman donne-t-elle toujours une réponse ?

Non. L'inclusion qui se cache dans le péridot MP12, refuse de se dévoiler.

L'identification est impossible faute de données.

### IV – Résultats Raman et MEB sont-ils toujours complémentaires ?

Non : dans le cas des aventurines bleues, MP3 et MP4, il n'y a pas " harmonie totale " entre les résultats des compositions chimiques obtenues par le MEB et ceux donnés par les spectres Raman

### VIII - Conclusion

Deux instruments de laboratoire complètent les limites des outils de gemmologie classique dans l'étude des inclusions solides.

Le Microscope Electronique à Balayage, MEB qui permet de connaître la composition chimique du cristal étudié et le pourcentage de chacun de ses composants en s'intéressant à la surface affleurante et plane de l'inclusion.

Le spectre Raman dont les vibrations donnent les signaux d'une inclusion ni trop petite ni trop profonde, qui sont matérialisées par un spectre à comparer à une banque de données.

### 1 – Les identifications du laboratoire confirment la gemmologie classique.

- Dans la calcédoine MP1, des sels de cuivre semblaient évidents, mais lesquels?, une analyse chimique a permis de les identifier.
- Epidote et actinolite sont des inclusions relatives classiques dans un quartz (MP14) et la confirmation a été donnée à la fois par le MEB et le Raman.
- Dans la topaze MP15, les analyses chimiques ont permis de préciser la nature de ces longues inclusions noires.

### 2 – Les identifications du laboratoire révèlent l'identité du cristal étudié.

- Les observations et tests de gemmologie classique ne permettent pas de différencier une obsidienne jaune clair d'un verre libyque (MP7). Seul le spectre Raman peut le faire.
- Les fibres roses dans la rhodonite MP11 ont été identifiées par le MEB.
- La nature du mica présent dans le quartz MP17 a également été donnée par le MEB bien que le pourcentage atomique d'aluminium soit un peu trop élevé pour une chamosite.

### 3 – Les instruments de laboratoire révèlent la complexité de certaines inclusions.

L'hétérogénéité de l'inclusion sombre de la topaze MP6 ne peut être connue qu'à travers un travail précis au MEB.

### 4 – Les identifications de laboratoire donnent des résultats surprenants.

- Le MEB confirme la présence d'une chalcopyrite de forme particulière dans une fluorite MP2 bien que le pourcentage atomique du soufre soit un peu faible par rapport à ceux du cuivre et du fer.
- MEB et Raman proposent tous deux une fluorite de forme bien surprenante dans une topaze incolore MP5.

### 5 – Les identifications restent difficiles malgré les instruments de laboratoire.

- Le spectre Raman de l'aventurine MP4 donne une dumortiérite, alors que la chimie signale la présence de potassium.
- Celui de l'inclusion rose de la spessartite MP9 donne une lépidolite, mais il n'y a pas de manganèse dans la composition chimique pour expliquer cette couleur.
- Quelle est la nature de la tourmaline bleue incluse dans la phénacite MP10 alors que spectre Raman et MEB ne sont pas d'accord ?

### 6 – Des identifications impossibles.

Deux pierres gardent leur secret :

- Le spinelle mauve MP19 dont la forte luminescence masque le signal Raman de l'inclusion, et au contraire,
- l'inclusion du péridot MP12 qui ne montre aucun signal.

Tous les résultats ne sont pas déterminants.

Certaines conclusions ne sont pas pertinentes ou demandent un complément d'informations ou d'études pour affirmer leur identité.

Donc, malgré des instruments scientifiques de haute précision, le gemmologue se trouve quelquefois dans l'impossibilité de donner un nom précis à une inclusion.

# IX – REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

### Les livres:

BARIAND P. CESBRON F. et GEFFROY J. (1978) - Les MINERAUX, leurs gisements, leurs associations – Minéraux et fossiles - 3 volumes – 489 pages – (pp.284)

BARIAND P. et POIROT J.P. (1985 et 1998) - Larousse des pierres précieuses – Larousse – 1<sup>ère</sup> édition – Larousse Bordas – 284 pages – (pp.98, pp.158)

CARION A., GALOISY L., BOULLIARD JC. et de la TULLAYE R. (2007) Fulgurites et verres naturels. Pierres de foudre, de feu et de choc – 33 pages - Collection des minéraux de l'université de Pierre et Marie Curie Le verre libyque (pp.29 à 33) L'obsidienne (pp.12 à 16)

CASSEDANNE J., LE CLEAC'H J.M, LEBRUN P. – Juin 1996 – Tourmalines – Minéraux et Fossiles – Hors-série N°3 – 87 pages (pp.22 – références Faye et al. 1974; Dunn et al., 1977; Leckebusch, 1978)

CHALAIN J-P. (1992) – DUG Nantes - Vers une gemmologie de laboratoire – 228 pages -

DEMANGE M. (2009)- Les minéraux des roches, caractères optiques, composition chimique, gisement - Presses des Mines - 194 pages -

DUDA R. et REJL L. (1987)- La grande encyclopédie des minéraux – Gründ – 520 pages –

FAULQUES E. (1998), Mémoire de DUG, Université de Nantes - Les tectites et leurs signatures spectroscopiques –

FISCHESSER R. (1970) - Données des principales espèces minérales — Société de l'Industrie Minérale - 682 pages (pp.48)

FLEISCHER M. (2008) - Glossary of Mineral species – Tenth Edition - 343 pages –

GÜBELIN E.J. et KOIVULA J.I. (1986), Photoatlas of inclusions in Gemstones. Volume 1 - ABC Edition, Zurich – 532 pages – (pp.280)

GÜBELIN E.J. et KOIVULA J.I. (2005), Photoatlas of inclusions in Gemstones. Volume 2 – Opinio Publishers, Basel, Switzerland – 829 pages – (pp.314) (pp.734 et 735) (pp.591) (pp.593) (pp.638) (pp.738) (pp.536)

GÜBELIN E.J. et KOIVULA J.I. (2008), Photoatlas of inclusions in Gemstones. Volume 3 – Opinio Publishers, Basel, Switzerland – 672 pages – (pp.559) (pp.582) (pp.741) HYRSL J. et NIEDERMAYR G. (2003) Magic world : Inclusions in Quartz – Bode 240 pages – (pp.178)

JOHNSEN O. (2002) - L'encyclopédie des minéraux – Delachaux et Niestlé – 438 pages – (pp. 363 à364) (pp.345)

KOIVULA J.L. (2000) - The Micro World of Diamonds - Gemworld International, Inc – Northbrook, IL, USA - 157 pages -

LULZAC Y. (2003) - Manuel de détermination des pierres taillées – Nantes – 109 pages -

POIROT J-P. (2004) - Minéralia – Minéraux et pierres précieuses du monde – Artémis - 224 pages –

SCHUBNEL H-J (1981) - Larousse des minéraux – Larousse - 364 pages – (pp.236) (pp.261)

TARDY et DINA LEVEL (1980) - Les Pierres Précieuses – 21, rue des Boulangers 75005 PARIS - 504 pages -

WEBSTER R. (1994) – Their sources, descriptions and identification - Butterworth Heinemann - Fifth edition - 682 pages -

### Les articles :

BETTETINI E. (2<sup>ème</sup> trimestre 1975) - Au Cœur des Gemmes - Le Monde et les Minéraux

DANET F. Cat's-eye Phenakite – Gem & Gemology, Vol. 45, N°3 (pp.223)

KOIVULA J. I. et RENFRO N. Colorless cat's-eye Phenakite – Gem & Gemology, Vol. 45, N°4 (pp.291)

Mazziotti S., Macri M., Stellino S., Maras A. (2010) – Departement of Earth Sciences – University of Rome "La Spienza" – Gems & Gemology, Vol. 46 N°1 - (pp63)

La microsonde Raman en Gemmologie (1992) - AFG – Numéro hors série

Mazziotti Tagliani S., Macri M. Stellino S., Maras A. - University of Rome - "Churrasco quartz" with tourmaline and chamoisite inclusions from Brazil. Gem & Gemology – Spring 2010-p.63

### Les sites internet :

Geminterest.com pour la chamosite, la weloganite, - septembre 2010

Wikipédia pour tridymite et cristobalite – décembre 2010 WWW.gia.edu/research-ressources/gems-gemology/indexes/29-year

http://rruff.info/, pour les spectres raman et la composition chimique des pierres

- albite juin 2010 Annexe 2
- orthoclase septembre 2010 Annexe 3
- cristobalite juin 2010 Annexe 1
- chamosite mai 2010 –
- dravite juin 2011 –
- chromite octobre 2011 -

### http://mindat.org Minéral index

- aegirine septembre 2010-
- siderophyllite octobre 2010
- lepidolite avril 2013
- Mindat.org/Isaac Lea on Inclusions in Gems and Minerals juin 2011 Proceedings Academy of Natural Sciences of Philadelphia 1869 – p.98-107-Mindat.org/Isaac Lea on Inclusions in Gems and Minerals - Juin 2011
- www.dst.unisi.it/geofluids/raman/spectrum\_frame.htm tridymite
- <a href="http://www.dst.unisi.it/geofluids/raman/spectrum-frame.htm">http://www.dst.unisi.it/geofluids/raman/spectrum-frame.htm</a> (Université de Sienne) fluorite (septembre 2011)
- Mineral data: aegyrine avril 2013