

LA TOPAZE

CARACTERISATION GEMMOLOGIQUE DES TOPAZES NATURELLES ET TRAITEES



**MEMOIRE POUR LE DIPLOME
UNIVERSITAIRE DE GEMMOLOGIE 2008
MARIE-CHANTAL POITOUX-PESERY**

DIRECTEUR DE RECHERCHE
M. GERARD PANCZER

MAITRE DE STAGE
Señor MANUEL LLOPIS LOPEZ
Laboratorio Gemologico MLLOPIS - VALENCIA - Espagne

UNIVERSITE CLAUDE BERNARD -LYON 1
43 RUE DU 11 NOVEMBRE 1918
69622 VILLEURBANNE CEDEX

**DU DE GEMMOLOGIE & LABORATOIRE DE PHYSICO-
CHIMIE DES MATERIAUX LUMINESCENTS
UMR 5620 CNRS**

COUVERTURE :

Topaze « Impériale » 191,16 ct
topaze bleue Traitée 112 ct
topaze Rose traitée 61,65 ct
topaze incolore 96,80 ct
Gemmes MARIK Haute Joaillerie

Photo MC Poitoux

Remerciements à

**Manuel Llopis Lopez
Laboratoire MLlopis - Valencia - Espagne**

**Bruno Sabot
Laboratoire Geokara - 43100 Brioude**

Pour leur aide précieuse....

Sommaire

I. Introduction.....	1
II. Généralités sur la Topaze.....	2
III. Contexte géologique.....	5
A. Carte de localisation des gîtes topazifères.....	9
B. Coupe géologique de gîtes	11
IV. Caractéristiques physiques et optiques de la Topaze	14
V. Propriétés chimiques de la Topaze.....	16
VI. Inclusions de la Topaze	17
VII. Différentes couleurs de la Topaze et ses traitements.....	18
1) Topaze Impériale	19
2) Topaze incolore.....	20
3) Topaze bleu	21
A) Traitement de la Topaze bleue	22
B) Procédés de traitements	23
C) Radioactivité résiduelle.....	24
D) Normes de sécurité.....	26
4) Topaze rose	29
5) Topaze Violette	31
6) Topazes « aqua blue », « mystic » et « azotic ».....	32
7) Topaze verte.....	34
VIII. Méthodes d'identification d'une gemme.....	35
1) Réfractomètre	35
2) Densité	35
3) Polariscope	35
4) Spectromètre	35
5) Lampe UV.....	36
6) Spectroscopie d'absorption.....	36
7) Spectroscopie Raman	36
8) Spectroscopie Infrarouge	36
IX. Analyse des échantillons	37
X. Interprétation des résultats analytiques	46
XI. Conclusion : La Topaze dans l'avenir	52

Références bibliographiques

Annexes :

- Document 1 : Tableau récapitulatif des topazes échantillons
- Document 2 : Comparatifs Raman des topazes échantillons par séries
- Document 3 : Comparatifs Absorbances des topazes échantillons par séries
- Document 4 : Interprétation bandes Raman des topazes échantillons
- Document 5 : Palette de couleurs de la Topaze azotic (US Brevet)
- Document 6 : Décret du 14 janvier 2002 : pierres fines et pierres précieuses
- Document 7 : Copie de Brevet Topazes azotic
- Document 8 : Copies de cinq brevets de traitements des topazes

Préface :

Dès le début de ma formation en gemmologie, à l'évocation même du mémoire de stage, par Monsieur Gérard Panczer, m'est apparu comme évident le sujet de mon mémoire sur la topaze sous le titre : « Caractérisation gemmologique des topazes naturelles et traitées » puisque la topaze était au cœur de mes préoccupations professionnelles d'acheteuse en gemme.

Créateurs de bijoux spécialisés dans les « pierres fines » mises en valeur par un entourage de diamants (destinés aux Emirats arabes unis et Monaco) Marik, Haute Joaillerie Place Vendôme à Paris, notre entreprise travaille beaucoup la topaze. Achetant directement en Thaïlande à Chantabury, afin d'éviter les divers intermédiaires négociants qui multiplie très rapidement les coûts de revient, j'ai été confronté souvent à des doutes et à des problèmes d'identification qui m'ont amené à suivre cette formation en gemmologie. Le stage, en Espagne, de 2 semaines intenses au sein du laboratoire de gemmologie Llopis, spécialisé dans le diamant et les pierres de couleurs naturelles et de synthèse, a été un entraînement, pratique complémentaire, à caractériser les pierres : naturelles, synthétiques et traitées : soit le cœur de ma préoccupation professionnelle.

I - INTRODUCTION

Synthèse des Travaux antérieurs

En entreprenant mes recherches sur la topaze, j'ai été surprise de ne trouver aucun ouvrage consacré à cette gemme .Le web français est, aussi, bien peu bavard sur ce sujet, se bornant à donner quelques indications sur son système cristallin et sa formule chimique. Le Laboratoire Llopis était par chance très riches en Revues professionnelles qui traitaient de la topaze, voir des ses traitements.

La source de documents dans le web anglo-saxon concernant le traitements des topazes parait logique du fait que ce sont deux Sociétés américaines : **Leslie & Co** (leslieandco.com) qui ont déposé un brevet exclusif pour obtenir les couleurs Rouge, Rose, verte et un certain bleu ; et **Azotic**(azotic.us) pour les topazes mystiques azotiques à reflets multicolores. Brevets qu'ils exploitent dans le monde entier, ce qui leur permet de contrôler la diffusion et un niveau de prix relativement élevé dans les cinq continents. Il est cependant regrettable de ne pas trouver leur trace dans la recherche classique française sur le web qui se borne à donner quelques sommaires informations concernant la topaze bleue. A propos de la topaze bleue, très à la mode , que nous rencontrons beaucoup dans les bijouteries depuis quelques années, j'ai eu plaisir à discuter téléphoniquement avec Mr Dominique Robert(ingénieur des mines à la retraite) suite à la lecture d'un article écrit par lui même en 1987 (Revue Gemmology N°91 juin 1987), sur les traitements, par irradiation ,de la topaze bleu, ayant fait lui-même des recherches sur ce sujet avec le C.E.N de Grenoble (Centre d'étude nucléaire) recherches malheureusement abandonnées à l'époque de Tchernobyl qui a choqué les esprits au point d' arrêter totalement les expériences. Recherches d'ailleurs, dont personnes n'a gardé de trace au Centre d'Etude Nucléaire de Grenoble que j'ai consulté pour ce mémoire.

II - GENERALITE SUR LA TOPAZE

La véritable origine de son nom est en fait incertaine. La topaze peut tirer son nom de Topazos une île de la mer rouge ou la topaze a été découverte pour la première fois ; ou de Tupas mot sanscrit qui signifie « feu » ou encore du grec « topos azos » lieu désertique en rapport avec l'île de Zabargos en Mer Rouge.

Depuis des millénaires, l'humanité connaît la topaze.

Dès l'antiquité elle est réservée aux souverains, son éclat orangé étant assimilé à celui du soleil. Ce fut la famille des Tsars de Russie qui s'approprièrent la totalité de la production russe et lui associa l'épithète d' « impériale »

Plusieurs souverains de maisons Européennes portaient eux aussi de la topaze impériale. A cette époque l'Allemagne possédait sur le Schneckenstein (en Saxe) un gisement réputé

Esotérisme : le potentiel ésotérique de ce minéral est également considérable :

Ainsi dans l'Ancienne Egypte, on portait autour du cou des pointes de topazes impériales de couleur dorée comme amulette. Les égyptiens voyaient dans cette pierre l'incarnation du dieu soleil « Râ » la porter les préservait de divers maux. Dans l'Antiquité Grecque et Romaine, on portait la pierre pour aller au combat, car, on lui attribuait la propriété d'accroître le courage du combattant.

Elle trouve aussi, depuis l'antiquité, des explications dans l'art de guérir (dépression, problèmes mentaux, problèmes de fécondité....)

Elle a la réputation d'une pierre positive propageant une énergie puissante et curative. Elle neutralise les liquides empoisonnés.

De nos jours les principaux pays producteurs de topazes sont :

- ✓ Le Brésil
- ✓ La Russie
- ✓ La Birmanie
- ✓ Le Sri Lanka

Mais on trouve aussi des gisements

- ✓ à Madagascar
- ✓ au Pakistan
- ✓ en Australie
- ✓ Usa
- ✓ Mexique
- ✓ Nigeria
- ✓ Zimbabwe

Le 1er producteur reste tout de même le Brésil. Et c'est aux topazes Brésiliennes que je me suis intéressée dans cette étude puisque c'est celle que j'achète.

Cette gemme se présente dans une large variété de couleurs à l'état naturel : Parmi les plus convoitées figure la fameuse topaze impériale que l'on trouve essentiellement au Brésil (Ouro preto) dans sa couleur caractéristique dorée intense à rouge orangée.

Certaines topazes de Russie et du Pakistan s'en rapprochent, mais elles ne méritent l'appellation de « topaze Impériale » que si la couleur dorée intense ou orangée est bien perceptible à l'œil.

Il faut aussi savoir qu'on trouve des topazes bleu clair en :

- ✓ Ecosse
- ✓ Cornouaille
- ✓ Irlande du nord

Puis il y a des variétés de topazes rose, bleu clair, brun, jaune clair, incolore transparente, verte, violette, Rouge magenta... Une véritable palette de couleurs ...

Très appréciée en joaillerie et classée en « pierre fine » elle est souvent traitée pour modifier sa couleur par différents procédés que nous étudierons dans ce mémoire, afin d'améliorer sa couleur ou d'apporter une originalité et un choix toujours renouvelé pour attirer la clientèle des bijouteries.

C'est une gemme qui mérite, par sa rareté (5ct par tonne en qualité gemme) qui mérite qu'on s'intéresse à elle ...

Malgré une certaine rareté de la topaze on a enregistré tout de même des records :

- ✓ Longtemps pris pour un diamant le « Bragance » de 1640 ct qui ornait la couronne portugaise au XVIII^e siècle était en fait une topaze incolore
- ✓ La « princesse brésilienne » est une magnifique topaze verte de 21,005 ct (taillée en coussin carré à partir d'un cristal brut de 34 Kg)
- ✓ Il a été trouvé au Brésil (Minas Gerais) d'énormes cristaux de topaze qualité gemme respectivement de 50,4 Kg et 31,8kg
- ✓ Une autre topaze provenant de Minas Gerais, couleur bleu, taillée en marquise pèse 7033 ct
- ✓ Le musée d'Idar Oberstein en Allemagne présente une belle topaze impériale facettée provenant du Brésil de 418,6 ct .Le Muséum d'histoire naturel lui recèle un resplendissant topaze bleu azur de 377 ct et provenant de l'Oural Russe
- ✓ En 1965 une topaze bleue de 100 Kg fut découverte en Russie
- ✓ Dans les années 90 l'un des records mondiaux fut une énorme topaze de 35 000 ct taillée par un riche collectionneur américain

- ✓ En 1994 un cristal de 350 Tonnes a été signalé de l'Etat d'Espirito Santo au Brésil
- ✓ Récemment un négociant Lyonnais, Gems- tem a fait tailler une splendide topaze bleutée naturelle au Brésil de 2513 ct à partir d'un brut de 2,5 Kg
- ✓ Marik Haute Joaillerie, à Paris, notre entreprise, possède une topaze impériale de 191,16 ct, provenant du Brésil, qu'elle va sertir pour un pendentif destiné aux Emirats Arabes Unis (voir photo ci dessous).

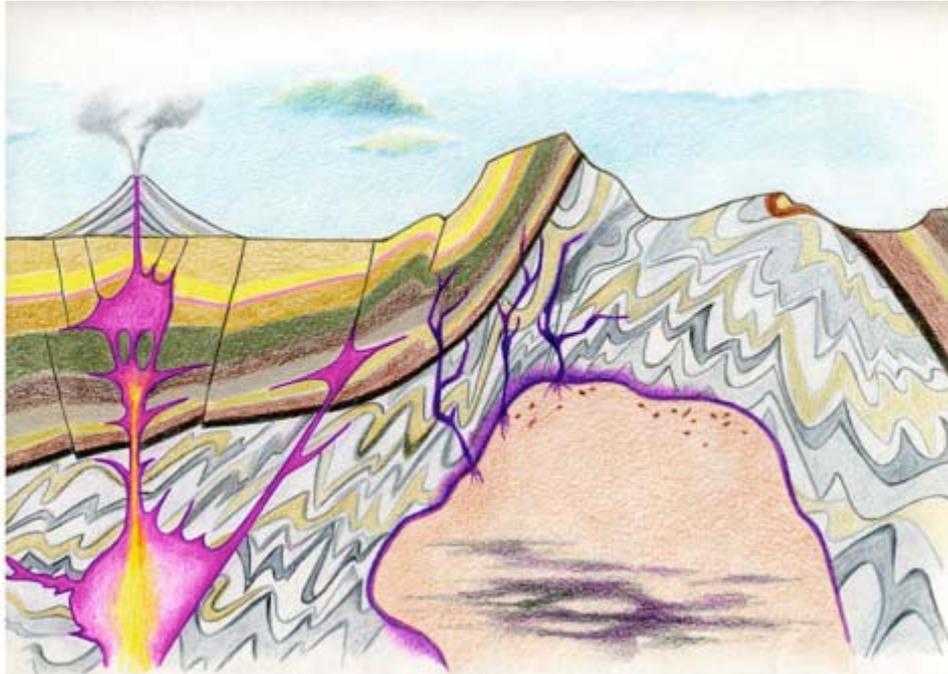


Topaze impériale du Brésil 191,16 ct - Marik Haute Joaillerie - sertie en pendentif pour les Emirats Arabes Unis . Photo MC POITOUX . Echantillon A1

III CONTEXTE GEOLOGIQUE

Les conditions favorables dépendent des processus géologique, qui au cours des temps, modifient l'aspect de la partie superficielle de notre planète ;

Les masses magmatiques qui se refroidissent lentement en profondeur donnent naissance aux roches éruptives dont le représentant le plus répandu est le granite.



Doc 1 : Coupe imaginaire montrant les principaux environnements géologiques

AU CŒUR DES MINERAUX J. DEFERNE

« On distingue un batholite de roches éruptives situé au milieu de roches métamorphiques. Des filons hydrothermaux

S'en échappent et il est bordé par une étroite zone de métamorphisme de contact. Une intrusion

Magmatique atteint la surface de la Terre, formant un édifice volcanique. Des roches sédimentaires

S'empilent les unes sur les autres près de la surface «

Dans les parties marginales des roches éruptives on trouve souvent les pegmatites qui résultent de la cristallisation des fluides les plus solubles. Ces roches sont riches en bore, en fluor, en phosphore, en béryllium, en lithium et divers autres éléments chimiques moins fréquents.



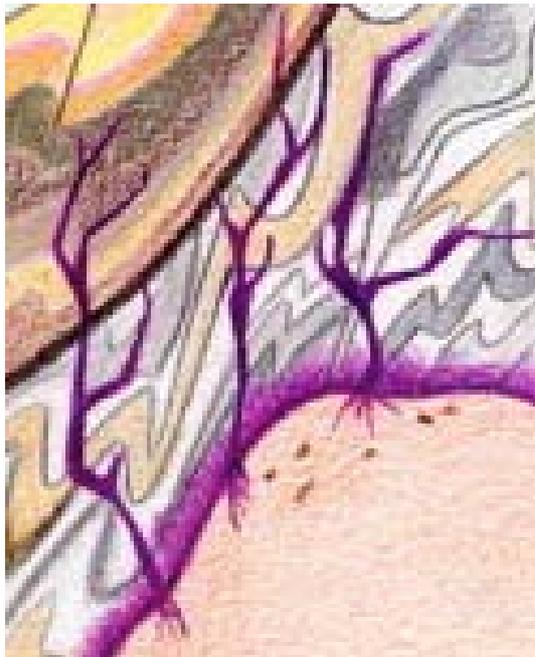
Doc 2 :

Batholite de granite avec zone de ségrégation magmatique

stratiforme, quelques poches pegmatitiques vers la surface et filons hydrothermaux.

AU CŒUR DES MINERAUX J. DEFERNE

On y rencontre souvent des minéraux de grandes tailles.
En plus de ses constituants courants, on y trouve parfois des minéraux occasionnels comme la topaze (aux coté des tourmalines, béryls. ...).
Après la formation des pegmatites, les liquides résiduels s'accumulent sous forme de solutions hydrothermales, solutions aqueuses inférieures à 500°, qui sous l'effet d'une pression élevée s'infiltrent dans les fractures des roches encaissantes



Doc 1 :Photo filons hydrothermaux « aux cœur des minéraux » J.Deferne

Leur pression et leur température diminuent au fur et à mesure qu'elles se rapprochent de la croûte terrestre.

Elles déposent sur les parois des fissures, une succession de minéraux qui constituent les « filons hydrothermaux ».

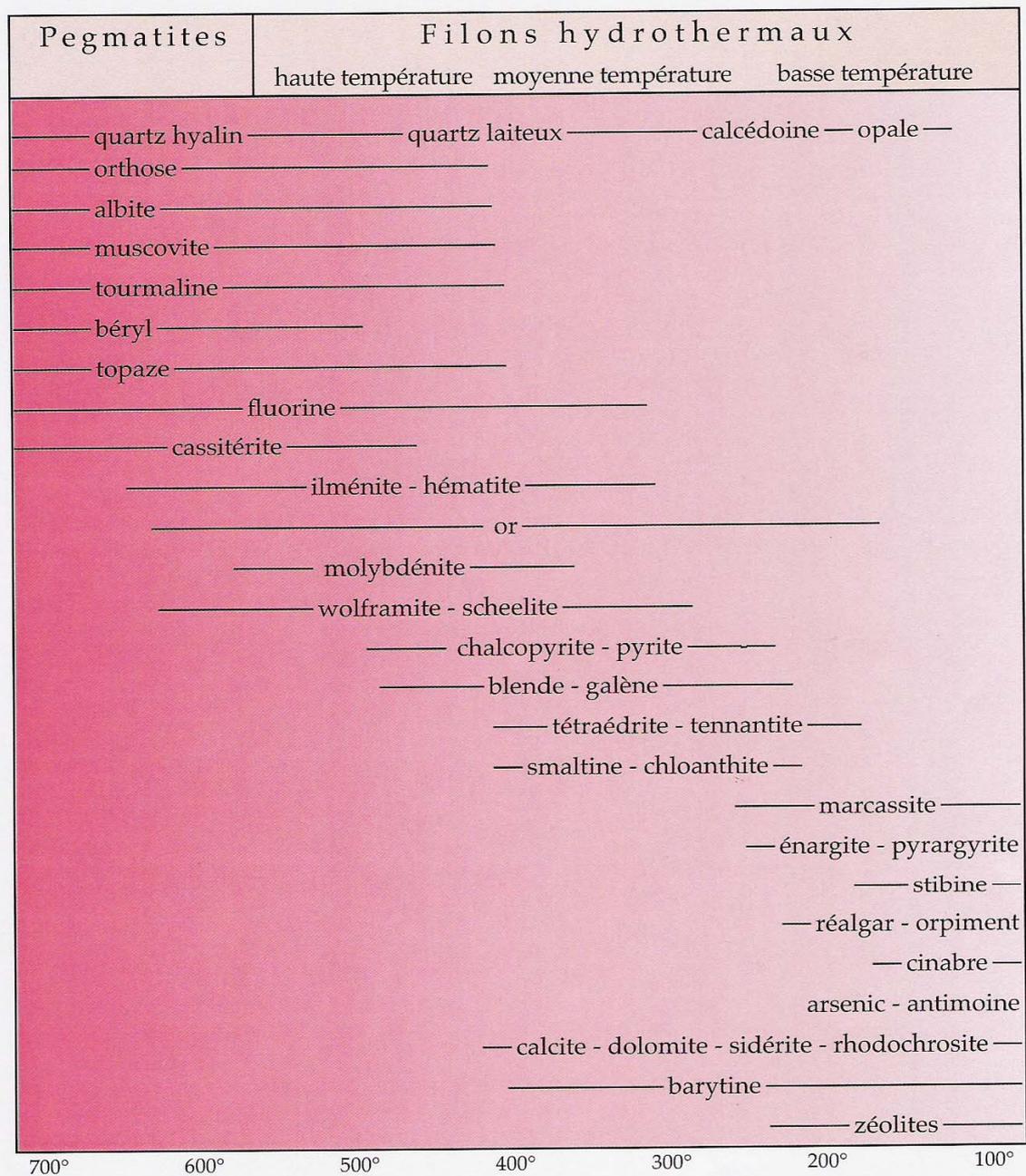
La température de formation des minéraux décroît au fur et à mesure que l'on s'éloigne du massif magmatique originel.

Il n'y a pas de coupures entre les pegmatites et les minéraux filoniens de haute température.

Ainsi, on peut donc trouver aussi dans ces derniers, les mêmes minéraux que dans les pegmatites à savoir des topazes (voir doc P 7).

Au cœur des minéraux

Température de formation des minéraux des pegmatites et des filons hydrothermaux





PHOTOS 1 : BRUT DE TOPAZE euro min
Photo wiki pedia cristal de topaze



photo 2 (à gauche): Magnifique intergrown topaze cristaux bruns de la région de Mogok en Birmanie. 8,5 cm. Élevé. Crystal: William Larson collection; Photo: Jeff Scovil

Photo 3 (à droite) : Une superbe topaze cristal bruns de la région de Mogok en Birmanie. 4,8 cm. Élevé. Crystal: Carl Larson collection; Photo: Jeff Scovil



A) Carte de localisation des gîtes topazifères

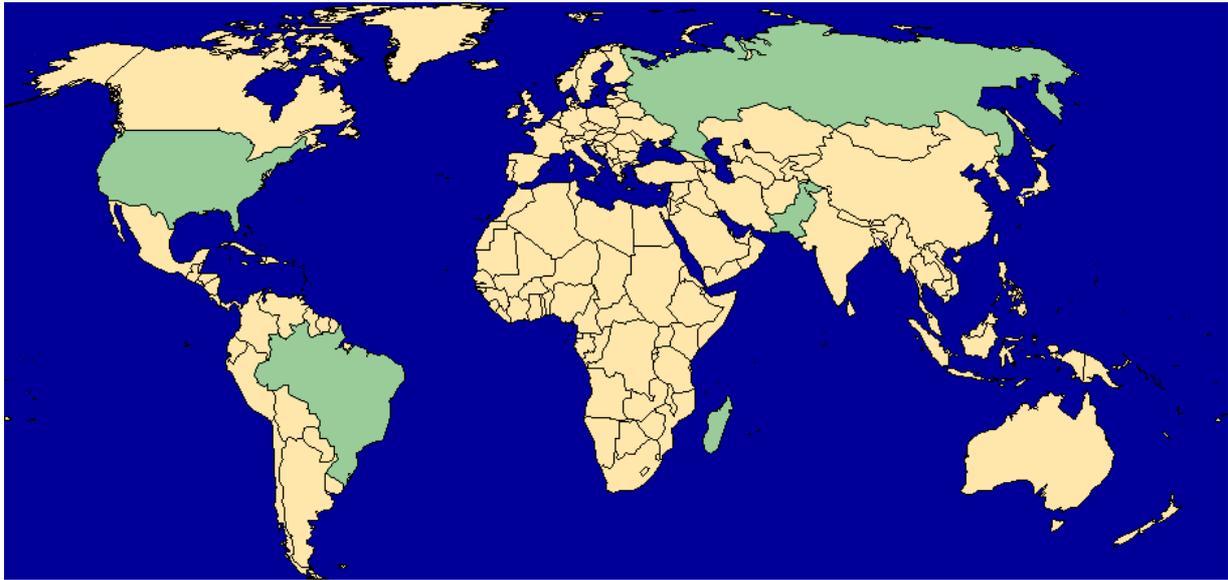


Photo mappemonde des gisements de Topazes (Geminterest)

Il y a encore quelques années, la topaze était extraite en Asie (Pakistan) et en Russie. L'une après, l'autre ces mines cessèrent leur production, car les cristaux de belles couleurs devenaient de plus en plus rares et leur extraction de plus en plus problématique.

Dans le nouveau monde un gisement fut découvert vers 1730.

Cela fait plus de 200 ans que la topaze est extraite au Brésil dans la région d'Ouro Preto.

Depuis lors, cette région s'est affirmée comme la seule qui soit à même d'approvisionner le marché mondial en topaze impériale.

La production totale de pierres pures à l'œil nu est d'environ 100 000 ct par an, ce qui une fois de plus ne fait qu'illustrer clairement la rareté de ce minéral.

Dans la topaze impériale, à l'ouest d'Ouro Preto, on trouve une centaine de kg de ce cristal tellement convoité, mais on n'en taille qu'une petite partie.

Pour obtenir cette quantité de topazes, on extrait plus de 15 000 mètres cubes de stéatites d'aspect jaunâtre à brun rougeâtre.

Ce n'est que dans cet environnement sédimentaire (en profondeur allant de 1 à 8 m) que se situent les couches de kaolin dans lesquelles on trouve la topaze impériale associée à d'autres minéraux (quartz, rutile, hématite...)

Ces topazes tant convoitées peuvent venir :

- ✓ soit des pegmatites de Bahia, Minas Gerais ou Espírito Santo
- ✓ soit des filons hydrothermales de la région d'Ouro Preto

Les gîtes de topazes de la région d'Ouro Preto auraient été découverts entre 1760 et 1772.

Les gîtes de topazes ont tout d'abord été exploités d'une façon artisanale durant tout le XIX^{ème} siècle. Ils produisent en moyenne 350 à 400 Kg de topaze par an, avec un maximum de 900 kg.

Au début du XX^{ème} siècle presque toutes les mines étaient abandonnées car considérés comme épuisés.

Lorsqu' ont été réouvertes les mines de Boa vista ; une partie de celles-ci étaient en alluvions, car on trouve des traces écrites décrivant un lit de gravier minéralisé, à 5,5 m de profondeur.

Entre les 2 guerres mondiales, l'activité minière était en totale léthargie. Après la seconde guerre mondiale, de nombreux garimpos ont été rouverts afin de satisfaire la demande croissante de gemmes

Depuis une dizaine d'années seulement, une mécanisation généralisée des grands gîtes est réalisée par diverses sociétés assurant à ce jour presque toute la production.

Dans ces gisements primaires la topaze se trouve généralement dans une terre argilo-talqueuse ; jaune marron à noirâtre. Il s'agit d'un WAD argileux, de texture variable, toujours altéré, mou au toucher onctueux, salissant les mains.

La fraction sito-argileuse de l'horizon topazifère est formée par 80 à 88 % en poids de mica et de kaolin. La fraction sableuse est essentiellement du quartz pour 11 à 17 %

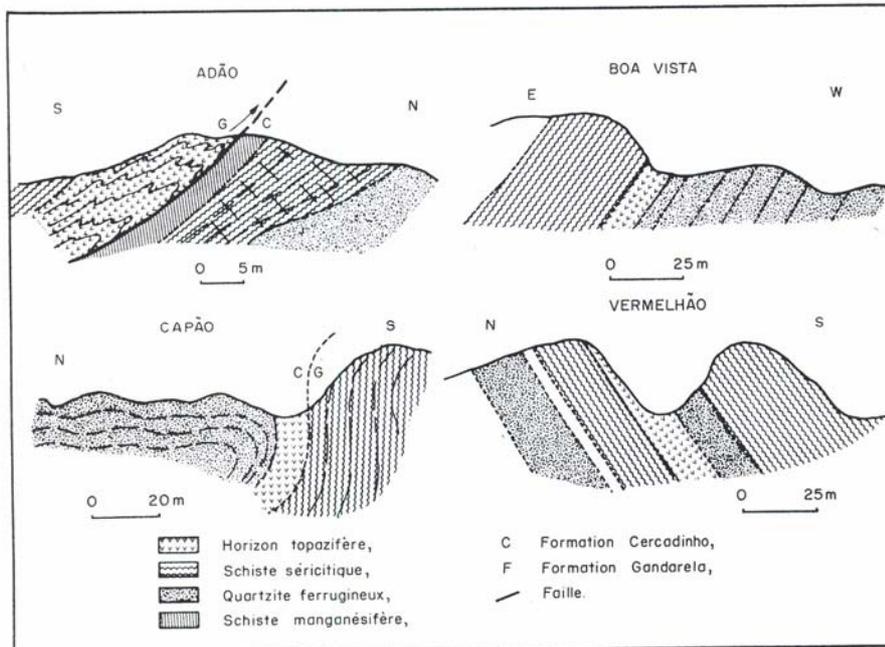
Des analyses chimiques ont démontré l'absence de graphite.

La distribution irrégulière des gisements peut être attribuée soit à un comportement différentiel de l'horizon topazifère durant les déformations, par effet de boudinage, soit à des variations d'épaisseurs originelles, avec amincissements brusques.

Les déformations (il y a eu au moins 3 phases) ont affectés la distribution des gîtes et fracturé de nombreux cristaux de topazes, mais ne seraient pas à l'origine des dépôts.

L'horizon topazifère à une épaisseur allant de 2 à 6 mètres atteignant exceptionnellement 12 mètres (mine d'Adao)

B) Gîtologie des topazes brésiliennes datant de 1983



Les gîtes de topazes de la région d'Ouro preto ont été l'objet de la visite de nombreux chercheurs depuis le siècle passé ; ceux-ci ont formulé une série d'hypothèses relatives à leur formation.

D'une façon très simplifiée, elles se résument en deux tendances.

Les gîtes:

- ✓ soit dérivent de pegmatites profondément altérés et modifiées
- ✓ soit appartiennent à une couche discontinue, en chapelet, interstratifiée.

Cette dernière d'origine très probablement volcanique, riche en fer, a été postérieurement minéralisée, soit à partir de fractures soit par imprégnation par des solutions riches en fluor, potassium et silice, contenant peu de Béryls ; Cette origine hydrothermale est soutenue par les auteurs des recherches les plus récentes (Pires et Al 1983). Pour ces derniers, durant le métamorphisme, s'est d'abord formée une roche péralumineuse riche en fluor, avec quartz et magnétite où une partie du fluor est entré dans la structure de la topaze pendant qu'une partie du (OH) entrainé dans les micas de cet ensemble potassique. L'excès s'est accumulé dans les zones favorables telles que contact entre unités lithologiques et faille, pendant la période de transition entre les phases «pneumatolytique» et «hydrothermales»



Photo 1 Mines de Minas Gerais Brésil



Photo 2 Mines de Minas Gerais Brésil

Les petits gîtes sont encore exploités de nos jours de la même manière archaïques utilisée à l'époque où l'on découvrit les gemmes.

L'abattage de la région topazifère et de ses roches encaissantes se fait manuellement, à la pioche ou à la barre à mines, le matériau abattu étant transporté avec des brouettes ou des couffins (photo 4 et 5).

La roche minéralisée est triée ou lavée sur un tamis grossier, le même traitement est appliqué aux Alluvions qu'aux Eluvions ainsi qu'aux minerais de terrasses avec lesquels parfois ils récupèrent un peu d'or en même temps.



photo 3 : Mine Minas Gerais Brésil

En raison de l'importance du volume à déplacer et à laver, l'abattage est hydraulique ou mécanique. Ailleurs le décapage se fait au bulldozer et au moto-scrapier, des milliers de mètres cubes étant déplacé par mois. La couche minéralisée abattue est transportée par motoscrapier ou camions chargés par une pelle mécanique.

photo 4 Mines Minas Gerais Brésil



photo 5 Mines Minas Gerais Brésil





Photo 6

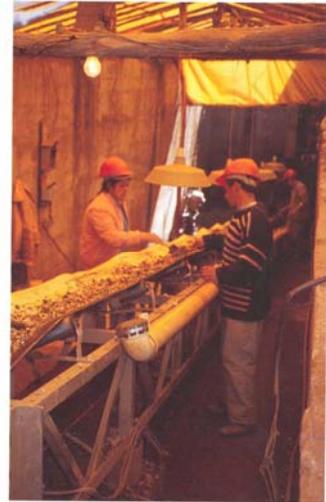


Photo 7

Exploitation des gîtes de Topazes Geminterest.com photo 1,2 4 et 5.
Photos 3, 6 et 7 Daniel A. Sauer (Gems & Gemmologie Winter 1996)

Le tout-venant, accumulé sur une aire dure et plane, ou sur un grizzly au dessus d'une trémie, est ensuite lavé par un jet puissant. Celui ci le dirige vers l'installation de traitement, soit directement, soit sous forme de pulpe, au moyen de longs canaux (photo 6).

Un lavage final est effectué sur un dernier tamis, le triage du concentré obtenu est TOUJOURS manuel, soit directement sur le tamis, soit sur une courroie transporteuse (photo7).

Les rejets sont abandonnés à quelques distances de l'installation de traitement et fréquemment relavés par les « garimpeiros » qui attendent leur sortie de l'usine, dans l'espoir de découvrir quelques grammes ayant échappé au triage.

Je rappellerais que la teneur est très basse : 1 Kg pour environ 100 tonnes de Tout-venant. Une faible partie seulement des Topazes récupérées est de qualité gemme : on compte 5 ct par tonne. Quelques spécimens atteignent jusqu'à 30 cm avec un diamètre oscillant de 5 à 1à cm souvent malheureusement cassés, mais la majorité est de 1 à 4 cm de long avec un diamètre oscillant de 0,5 à 1 cm.

Les cristaux sont presque toujours libres dans la formation topazifère et donc facilement extraits de leur gangue lors du lavage du tout-venant.

Description pour avoir une idée d'une mine :

RANCHADOR : exploitation à ciel ouvert mesure environ 600 X80 m

La Linha a d'abord été exploité par une carrière au fond de la callée de 30 X 60 m , après dans un puit abandonné , suivie par un plan incliné du dénivelé d'environ 30 m . Le fond de l'excavation était large de 20 m en 1981. L'extraction se fait par wagonnet circulant sur une rampe Est-Ouest, du fond jusqu'au dessus du ravin ou est installé le treuil.

IV CARACTERISTIQUES PHYSIQUES ET OPTIQUES DE LA TOPAZE

GROUPE / Silicates – La topaze est un Néosilicates

SYSTEME CRISTALLIN : Orthorhombique (ALPHA = BETA = gamma = 90°)
a ≠ b ≠ de c a = 4,65 Å, b = 8,80 Å, c = 8,40 Å

FORMULE CHIMIQUE : Al₂ SiO₄ (F,OH)₂

COULEURS : incolore, jaune, bleu, rose, brun, vert, violette

FACIES : Prismatique

DURETE : 8 sur l'échelle de Mohs

CLIVAGE : parfait

ECLAT : vitreux

DENSITE : 3,50-3,60 (dépend de sa composition et donc de sa couleur)

Les topazes du Brésil ont une densité + élevée avec un
Minimum de 3,61 et un maximum allant de 3,62 à 3,64

La solution réponse n'existe pas sans analyse. Le propos de la question est relatif à la question de maille élémentaire `paramètre cristallographique a, b, c).

d = m/v d = densité – m = masse – v = volume

densité élevée = masse élevée à volume comparable (a)

densité élevée = masse identique mais volume plus petit (b)

Soit il se pourrait que, pour une maille élémentaire identique, la composition des topazes du Brésil présente une formule plus riche en aluminium et/ou silicium

Ou, si la formule est comparable, c'est que la maille élémentaire est plus petite.

N'ayant pas de données cristallographique ou chimique, on ne peut donner une réponse tranchée.

TRANSPARENCE : transparent à translucide

INDICE DE REFRACTION : 1,62 – 1,64

BIRREFRINGENCE : 0,007 à 0,010

BIAXE

La topaze est allochromatique puisque colorée par des impuretés sinon elle est incolore

Pleocroïsme faible à fort (faible mais bien visible pour les topazes jaunes et bleu et fort pour les topazes Roses et rouges)

La topaze appartient au système cristallin ORTHOROMBIQUE :

Les minéraux orthorhombiques ont trois axes de Symétrie orthogonaux qui coïncident avec les axes de coordonnées.

Elle fait partie de la classe Holoèdre qui comporte 3 plans de symétrie perpendiculaires entraînant la présence de 3 axes de Symétrie d'ordre 2, également perpendiculaires, et d'un centre de symétrie. Chaque axe de symétrie d'ordre 2, situé à l'intersection de 2 plans de symétrie, est perpendiculaire au 3^{ième}.

Le prisme: est un solide de forme géométrique simple possédant (si il est fermé) deux bases de même forme parallèles entre elles, dont les faces latérales sont des parallélogrammes; il est dit "droit" si les faces latérales sont perpendiculaires aux bases (elles sont alors des rectangles ou même des carrés), et "oblique" quant elles sont obliques sur les bases.

Le **prisme orthorhombique** est aussi un prisme droit mais dont les bases et les quatre faces latérales sont des rectangles, la brique actuelle le représente parfaitement.

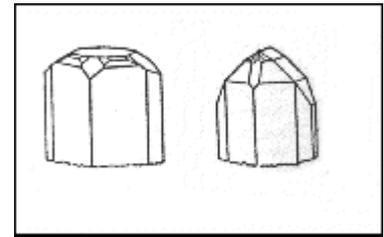
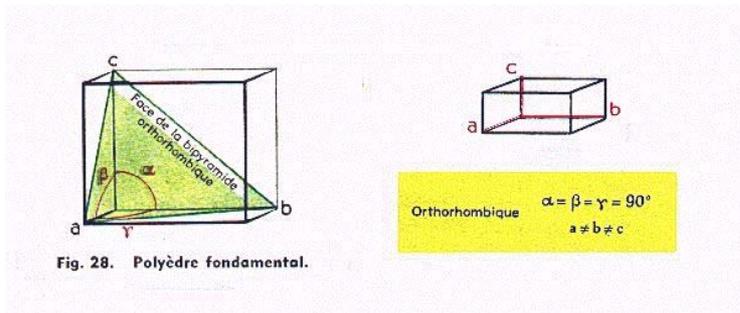


Figure : Cristal de Topaze vu dans le sens d'un ordre de symétrie d'ordre 2

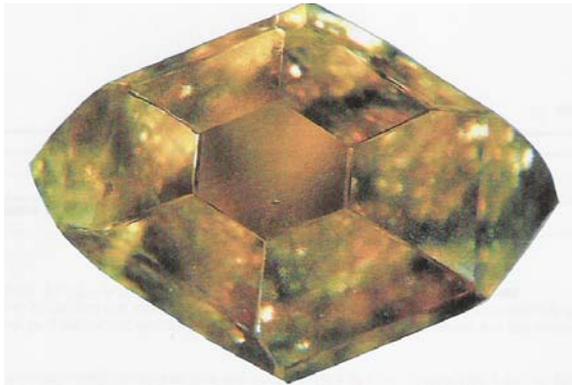


Photo Thomas Range, Utah, USA
Guide des minéraux Delachaux P.42

CRISTALLOGRAPHIE

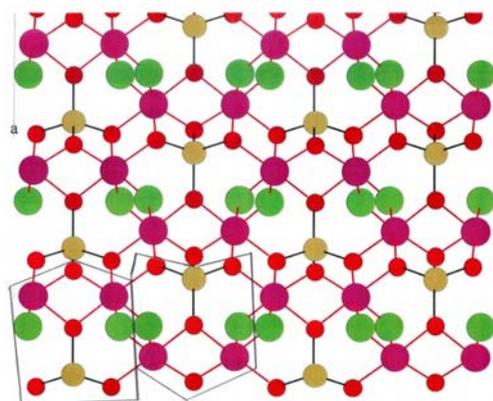
La topaze est un orthosilicate d'hydroxyle et/ou fluoré de métaux trivalent.

Les tétraèdres SiO_4 sont liés avec des chaînes d'octaèdres d'aluminium simplement par leur coin selon les dispositions parallèles à l'axe C du minéral.

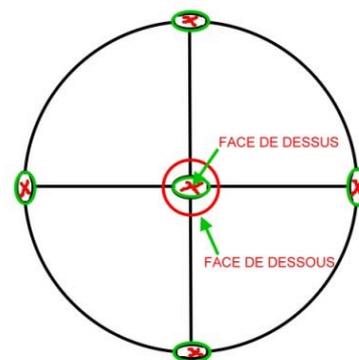
Des cations L^{3+} substituent $1/3$ des sites octaédriques et les cations Si^{4+} $1/12$ des sites octaédriques. Les tétraèdres SiO_4 sont caractérisés par un haut degré de régularité

Les 4 coins des octaèdres AlO_6 sont joints par les tétraèdres SiO_4 , les coins restants sont liés par des ions de Fluor (F^-) ou d'hydroxyle (OH^-).

La longueur de la liaison SiO est de $1,64 \text{ \AA}$ et la distance AlF (fluor) est de $1,79 \text{ \AA}$. La distance AlO est de $1,85 \text{ \AA}$.



Représentation de la maille de la topaze.
Structure faite avec le logiciel CARINE



Représentation des faces d'un cristal
De Topaze ovales = axes d'ordre 2

V PROPRIETES CHIMIQUES DE LA TOPAZE

La topaze $Al_2(SiO_4)(F, OH)_2$ est un silicate d'Aluminium avec du fluor

Les analyses donnent :

24 à 30 % de silice

54 à 58 % d'Aluminium

14 à 17 % de Fluor

Dans les impuretés apparaissent d'autres substances :

- eau
- chrome
- fer
- calcium
- alcalis

Dans les terres rares on trouve trace de :

- Tantale
- Scandium
- Césium
- Manganèse

Avec de fréquentes inclusions de liquide de gaz carbonique (CO_2)

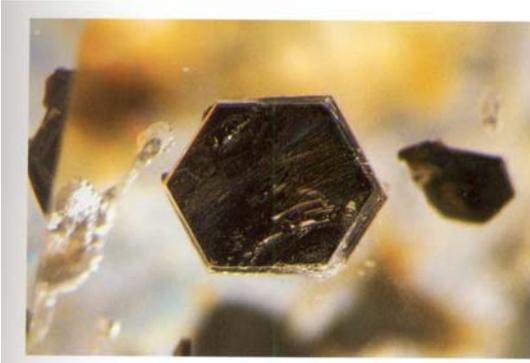
Mr Delesse (chimiste) a trouvé que la plus part des topazes du Brésil contenaient 0,22 d'Azote

Mr Brewster (Chimiste) a indiqué que la topaze du Brésil renferme une infinité de cavités microscopiques remplies de goutte d'un liquide + ou - visqueux.

La topaze est infusible et inattaquable aux acides.

C'est une pierre très fragile, elle se fissure facilement que ce soit en tombant ou en recevant un coup qui donnera une série d'iridescence qui altère la beauté de la pierre.

VI LES INCLUSIONS DE LA TOPAZE



Cristal pseudo exagonal de 5 mm se rencontre dans les Topazes alluviales du Nigéria



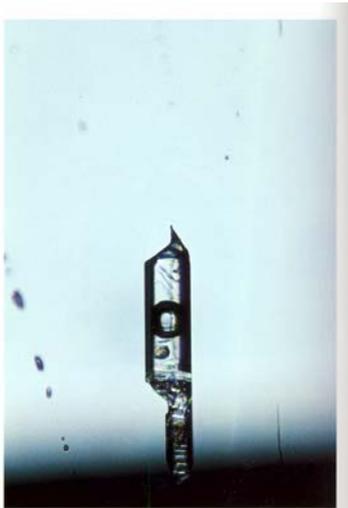
Inclusions de Monazite .peut se rencontrer dans les pegmatites du Brésil



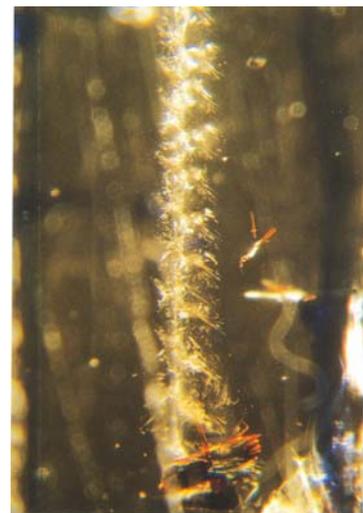
Topazes d'origine pegmatite hydrothermal : inclusions triphasique avec liquides ne se mélangeant pas, cristaux de quartz et gaz



5 inclusions triphasiques (alignées parallèles à l'axe C), de liquides, gaz et cristaux : Zimbawe



Inclusions primaire typique biphasique d'un cristal négatif : avec fluide et bulles de gaz
Topaze bleue : Minas Gerais Brasil



Corrosion d'un cristal de mica formé d'inclusions liquides en forme de spirale croissant autour d un tube ; rare en qualité gemme.

VII LES DIFFERENTES COULEURS DE LA TOPAZE



Topazes - Marik Haute Joaillerie Paris. photo MC Poitoux

1) LA TOPAZE « IMPERIALE »



Topazes impériales du Brésil. Marik Haute joaillerie Paris. Photo MC Poitoux
Echantillons A1,A2, A3 ,A4 ,A5 ,A6, A7 (a priori non traités)

C'est la couleur « classique » lorsqu'on pense à une topaze. Ces topazes sont parfois légèrement chauffées pour amélioration de la couleur.

Au Brésil, au comptoir d'Ouro preto le tarif atteint **375 \$ le ct** pour une pierre entre 15 et 20 ct.

La totalité de la production mondiale de la topaze impériale est extraite uniquement de 2 mines au Brésil :

- la mine de Vermelhao
- la mine de capao

à Ouro Preto .

Ces gisements sont, d'après les experts, presque malheureusement épuisés....

2) LA TOPAZE INCOLORE



Topazes incolores. Marik Haute joaillerie Paris (Echantillon B1, B2, B3 a priori non traités). photo MC Poitoux

Rappelons que cette même pierre magnifiques avait été choisie, au XVIII ème siècle, pour orner la couronne du Portugal : le « Bragance » qui fut longtemps prise pour un diamant

Elle reçoit le nom de « goutte d'eau » au Brésil lorsqu'elle est totalement dépourvue de couleur

Sa Densité est de 3,53

Pas de pléocroïsme, c'est logique.

Indice de réfraction se situe entre 1,609 et 1,617

Réaction aux Rayons X : elle provoque une légère fluorescence jaune claire

Réaction aux rayons cathodiques : elle provoque une faible fluorescence bleu claire

Pierres très chatoyante aux multi reflets, on les trouve avec reflet OR (échantillon B1 de 96,90 ct) ou reflet argent (échantillon B2 de 60,95 ct)

Cette pierre est TRES importante dans le marché de la Topaze aujourd'hui

La demande de plus en plus croissante de pierres colorées et originales a amené les américains à créer des traitements, brevets déposés, à partir de cette pierre que nous allons voir au fur et à mesure.

Au Brésil au comptoir d' Ouro Preto le Tarif est de **2,50 \$** le ct

3) LA TOPAZE BLEU



Topaze bleue
traitee du Brésil
112 Ct – Marik
Haute joaillerie
Paris. Photo MC Poitoux
Echantillon C1

Echantillons topazes
bleu traités – Marik
Haute Joaillerie Paris.
Photo MC Poitoux
**Echantillons
C1,C2,C3,C4,C5,C6,C7
et C8**



La topaze bleu naturelle est TRES rare en qualite gemme



Certaines topazes bleues sont naturelles et leur coloration a été acquise grâce à un environnement radioactif naturel.

Brut de topaze bleu

Photo Banque des savoirs JB Boisseu/collection des minéraux de Jussieu

Topaze provenant de Virgem de Lapa, Minas Gerais, Brésil.

À partir de 1974, les pegmatites de Virgem de Lapa (roche magmatique dont les cristaux granitoïdes de grandes tailles peuvent contenir des éléments rares comme le lithium ou l'uranium) se sont révélées être la meilleure source de topazes bleues. Cette couleur n'est pas vraiment rare, mais la plupart du temps les cristaux présentent de nombreux défauts (inclusions diverses).

Les cristaux de topazes de Virgem de Lapa sont très bien formés, avec une grande terminaison en biseau. Ils sont d'une transparence presque parfaite. Malheureusement, les conditions de récolte ont été déplorables et beaucoup de cristaux sont abîmés.

La couleur bleue est due à l'oxyde de fer.

Sa densité est comprise entre 3,56 et 3,57

Son indice de réfraction se situe entre : 1,609 et 1,617

On rencontre souvent des aiguilles de rutiles dans ses inclusions.

Il ne faut pas perdre de vue que la rareté de cette pierre à l'état naturel, d'un beau bleu, à une valeur qui arrive à dépasser celle de l'aigle marine la plus belle.

Aussi, la plus part des Topazes bleu aujourd'hui serties sont des topazes « traitées ».

Mais qu'entend-on par « traité » ?

A) Les Traitements de la topaze bleu

Le Marché Américain, très friand de cette gemme dans cette couleur, puisqu'elle représente aux USA environ 8% du marché des pierres précieuses de couleur, a créé un vocabulaire particulier pour désigner les différentes teintes de bleu obtenues par traitement de la topaze incolore :



« LONDON BLUE »

Bleu intense très typique pour l'oeil habitué
Echantillon C2 Marik haute Joaillerie - topaze bleue traitée
24 CT. (Topaze incolore chauffée et irradiée).

photo MC Poitoux



« SWISS BLUE »

Moins intense que le précédent, pouvant évoquer d'autres
gemmes de valeur supérieur.

Echantillon C3 Marik Haute Joaillerie - topaze bleue traitée
21,06 Ct (topaze incolore chauffée)

photo MC Poitoux



« GENEVA BLUE »

Teinte particulière assez soutenue bien que relativement
claire ; très séduisante

Echantillon C5 Marik Haute Joaillerie topaze bleue traitée 7,75
Ct - (topaze incolore chauffée et irradiée) photo MC Poitoux



« SKY BLUE »

Bleu ciel comme son nom l'indique

Echantillon C7 Marik Haute Joaillerie - topaze bleue traitée
10,45 Ct - (topaze incolore chauffée et irradiée) photo MC Poitoux

« LIGHT SKY BLUE »

Bleu ciel très pale
Pas d'échantillons.

Les teintes obtenues lors du traitement sont liées directement à la nature de celui-ci.

B) Les procédés de traitements

1) Bombardement neutronique

C'est de loin le plus utilisé car il est le seul à permettre d'obtenir les bleus les plus profonds.

Ce traitement consiste à placer les pierres dans un réacteur nucléaire dont le flux de particules peut atteindre le milliard de neutron au cm²

Des précautions fondamentales doivent être prises :

- a) 1^{ère} précaution : chemisage du conteneur (absolument étanche) par du CADMIUM, métal destiné à filtrer le flux neutronique qui renferme 2 sortes de neutrons :
 - Des Neutrons rapides : qui traversent en modifiant le réseau cristallin pour créer des centres de couleur
 - Des Neutrons Thermiques lents : qui sont responsables de la radioactivité résiduelle s'ils ne sont pas éliminés par un filtre (à savoir le cadmium)
- b) 2^{ème} précaution : Il faut refroidir le conteneur car sinon le bombardement provoquerait un échauffement de plusieurs centaines de °, et cela ferait un effet inverse que celui escompté (problème de réversibilité)

Lors du bombardement neutronique le conteneur est traversé par un rayonnement Gamma, que je vais vous expliquer, et qui devra ensuite être corrigé

Irradiation Gamma : la source est par exemple une grille de plusieurs m² garnie de COBALT 60 dont la radioactivité engendre des rayonnements de 1,17 et 1,35 MeV (méga électron Volts)

Ce procédé permet à la fois le traitement de grosses quantités de gemmes (gain financier) :

Avantage : Il n'engendre AUCUNE radioactivité résiduelle (pratique car on peut profiter immédiatement des gemmes)

Inconvénients :

- on ne peut obtenir des bleus profonds
- il superpose à la couleur bleu une couleur « greyish » composante parasite gris-verdatre peu attrayant qu'il faut ensuite obligatoirement éliminer

2) Le bombardement BETA : (aux électrons)

Il conduit à la teinte « Geneva Blue »

Avantage : il n'engendre AUCUNE radioactivité

Inconvénient : Il fait appel à des accélérateurs de particules et consomme une grande quantité d'énergie (ultra Vide, champs magnétique...)

3) LE CHAUFFAGE

Il s'agit de corriger l'effet parasite de la couleur « greyish » gris-verdâtre qui s'est superposée. Il faut bien doser pour ne pas risquer de perdre la teinte bleue obtenue.

C) Qu'en est-il de la RADIO ACTIVITE RESIDUELLE ?

D'une certaine façon, elle existe.

Le bombardement neutronique peut entraîner une modification du noyau des éléments chimiques :

Résultat on a :

- soit 1 isotope de l'élément si la quantité des protons du noyau n'a pas changé
- soit 1 élément différent si la quantité de protons du noyau a changé

Dans le cas où on a une modification de la masse du Noyau, le nouveau noyau peut être :

- stable
- ou instable

En cas d'instabilité on rencontre alors le problème de radioactivité «artificielle » tant que dure son évolution ; mais le rythme de désintégration d' 1 isotope donné est régi par une loi fondamentale :

Quelque soit les conditions physique extérieur de son état (qu'il soit solide ou non) et les combinaisons chimiques éventuelles avec d'autres éléments : ce pendant une durée appelée « PERIODE « spécifique à chaque isotope

En résumé cela veut dire qu'une gemme peut rapidement cesser d'être dangereuse ou au contraire presque jamais ; et cela selon les éléments chimiques en présence tant dans son réseau cristallin que concernant ses inclusions :

1) Dans son réseau cristallin :

La topaze orthorhombique (pnmb) a pour formule chimique : $Al_2(SiO_4)(F, OH)_2$

On doit se poser comme question si l'Aluminium ; le Silicium, l'Oxygène, le Fluor, et l'Hydrogène conduisent chacun à des isotopes à longue période

Qu'en est-il ? La réponse est négative

Prenons les Un à Un :

A) Le SILLICIUM

29 Si donne 30 Si Ce qui est Stable

30 Si donne 31 Si Ce qui est stable

Période de 2,62 heures

Aucun problème

B) L' ALLUMINIUM

27 Al donne 28 Al

Avec une Période de 2,3 minutes

Aucun problème

C) LE FLUOR

19 F donne 20 F

Avec une Période de 11 secondes

Aucun problème

D) LE FER

56 Fe donne 57 Fe ... stable

57 Fe donne 58 Fe ... stable

58 Fe donne 59 Fe

Avec une période de 45 Jours

Parmi des éléments à l'état de « TRACES » il en va différemment selon la nature et l'abondance des éléments en traces (même si ceux-ci sont pratiquement invisibles). Il faut une précaution très importante dans le choix de l'origine de la topaze :

En effet la vie de certains Isotopes obtenus dépasse 3 mois :

183 Ta (Tantale) avec une période de 115 jrs

46 Sc (scandium) avec une période de 83 jrs

134 Cs (Césium) avec une période de 2 ans

54Mn (Manganèse) avec une période de 312,5 jrs

La liste ne s'arrête pas là. Ce ne sont que des exemples...

Il faut aussi savoir que les radioactivités résiduelles des différents éléments chimiques s'additionnent dans leurs effets ;

Entraînant une augmentation du temps de « refroidissement » c'est-à-dire le moment où la gemme deviendra SANS danger, ce qui parfois peut atteindre des années , mais qui le plus souvent est compris entre 6 mois et 1 an.

Les Topazes du Brésil n'ont pas du tout des caractéristiques identiques en ce qui concerne leurs éléments en trace.

Il faut aussi préciser que dans un même gisement, les gemmes peuvent présenter des différences capitales ; ce qui induit la conclusion suivante :

On doit prendre mille précautions et lors de l'acquisition d'un lot de topazes incolores dont l'origine est inconnue, et dont les gemmes sont destinées à l'irradiation,

Le meilleur conseil : il faudrait tout d'abord effectuer un traitement très court, très insuffisant pour développer la couleur mais qui engendrant une radioactivité très faible, permettant juste le dosage des impuretés :

Ceci permettrait de trier les pierres convenables à traiter et les autres à écarter à cause des risques

Mais je reste très sceptique que ces précautions soient prises à Chantabury lorsqu'ils traitent des milliers de Carats.

En résumé, il faut se méfier principalement des pierres contenant des inclusions visibles à la binoculaire (indépendamment de la perte de valeur pour la gemme)
En faisant l'acquisition d'un lot de topaze, il faudrait vraiment avoir la certitude que les pierres ont été contrôlées une par une.

La radioactivité résiduelle est fonction de la quantité de neutrons mis en jeu (appelé « fluence ») doit être réduite au minimum.

Il est intéressant de préciser que dans un lot de topaze provenant d'un seul et même gisement, on n'obtient pas des couleurs identiques, certaines prennent un bleu plus foncé que d'autres, et pas à la même vitesse, quant à d'autres, malgré le renforcement de fluence, on obtiendra pas de couleurs plus foncée.

D) QU'EN EST-IL DES NORMES DE SECURITE :

Définir la radioactivité d'une gemme veut dire compter, par seconde, le nombre de noyaux désintégrés.

Chaque noyau désintégré engendre l'émission brève de rayonnement collecté par une sonde qui est elle-même reliée à un amplificateur et à un compteur.

On a différentes unités :

1) la CURIE :

37 000 000 000 désintégration /seconde

2) la NANOCURIE :

37 désintégration /seconde

3) le BECQUEREL :

1 désintégration / seconde

On a donc : $1\text{Ci} = 37\text{ Bq}$

Une gemme donnant 75 Becq / gramme (ou 2nCi/g)

Imaginons une gemme de 50 ct (10 gr environ) totalement inerte sauf une inclusion dangereuse située à sa périphérie : elle sera sans danger même si cette inclusion se trouve au voisinage immédiat de la peau car les effets décroissent en raison inverse du carré de sa distance.

N'importe quel détecteur de radiation ne convient pas ; les catalogues de fournisseurs en gemmologie ne proposent que des compteurs qui ne sont pas sérieux :

D'une part :

- La mesure doit mettre la sonde à l'abri de tout environnement parasite
- La sonde doit correspondre au niveau d'énergie des rayons émis par les topazes traitées.

Quel type de compteur peut-on utiliser ?

- Les compteurs à scintillation conviennent pour les particules Alpha et Beta ainsi que pour les rayons Gamma
- Les compteurs semi-conducteurs conviennent pour tous types de rayonnement et particules

Dans les années 80 Le Centre d'Etude Nucléaire de Grenoble, a conçu un trieur automatique pour classer en quantité importante les gemmes selon leur radio activité résiduelle.

Suite aux événements de Tchernobyl, toutes les expériences ont été stoppées et bien malheureusement cette « invention » est restée à l'état de prototype.

J'ai recherché sa trace au CEN de Grenoble personne n'en n'a même de souvenir. Mais j'ai réussi à retrouver Mr Dominique Robert qui a pris sa retraite à Narbonne ; il s'est passionné dans les années 80 pour les traitements de la topaze bleue et a participé aux recherches et expériences avec le CEN de Grenoble avant d'écrire un article très intéressant dans la Revue de gemmologie N° 91 de juin 1987, intitulé « Topazes bleues après traitement ».

Il est important de se pencher sur cette question , car aujourd'hui un joaillier qui veut exporter vers les USA des bijoux sur lesquels sont serties des Topazes bleues traitées, doit fournir un certificat de non radiation pour faire rentrer sa marchandise .

Selon la loi le taux devant être $<$ ou $=$ à 1 nanocurie /gr

Rappelons que l'on considère l'état de trace à partir de 0,01nc/gr

4) LA TOPAZE ROSE



Topaze du Brésil 61,65 Cts – Marik Haute Joaillerie Paris photo MC Poitoux
Echantillon D1 topaze incolore traitée (recouvrement de la culasse)



Echantillons D1,D2,D4,D5 Topazes incolore du Brésil traitées :
(recouvrement de la culasse) – Marik Haute Joaillerie Paris .photo MC. Poitoux

LES TRAITEMENTS DE LA TOPAZE ROSE

Découverte à la moitié du XVIII siècle à Ouro Preto Minas Gérais

Densité : 3,50 à 3,53

Indice de réfraction : 1,629 -1,637

La topaze rose naturelle (couleur due aux impuretés de chrome) existe mais est très rare, son tarif atteint, au Brésil, au comptoir d'Ouro Preto, le prix de **750 \$ le ct !...**

Tout d'abord les traders se sont penchés sur d'autres solutions En chauffant la topaze dorée on obtient une topaze rosée ...il est difficile de distinguer la topaze rose naturelle de celle obtenue par chauffage.

On remarque tout de même un pléocroïsme supérieur pour les topazes chauffées, mais ce n'est pas suffisant pour les distinguer : il faut analyser le spectre d'absorption qui donne dans ces cas une ligne double de fluorescence du chrome à 682 nm pour les Topazes naturelles. L'effet de luminescence peut faciliter la distinction ...

On comprendra facilement qu'aujourd'hui, sur le marché, 90 % des Topazes Roses sont en fait des Topazes Incolore « enrobées » par un film sur le pourtour de la culasse.

Cet enrobage n'est absolument pas visible à l'œil nu, pas toujours visible à la loupe, mais en observant à la binoculaire on repère :



- Soit quelques bulles emprisonnées dans le revêtement (à observer sur photo 1 et 2),

- Soit un minuscule trou blanc (surface non enrobé par oubli ou malfaçon) juste à la pointe de la culasse, invisible à l'œil nu mais visible à la loupe en regardant à travers la table (photo 1).

Echantillon F3 .Photo laboratoire MLLopis Valencia Espagne

Photo 1

Photo 2

Soit des craquelures comme sur cet échantillon montrant un enrobage usé par frottement aux arêtes des facettes (photo 2)

Echantillon D1 Photo Laboratoire MLLopis Valencia Espagne



5) LA TOPAZE VIOLETTE



La topaze Violette existe naturellement, en voici un cristal en photo.

Dans ces 8 dernières années 200 gr seulement ont été trouvés représentant en tout 15 ct en pierres allant de 0,5 ct à 2 ct maximum.....

Au Brésil, son tarif atteint, au comptoir proche de la mine d'Ouro Preto, **1500 \$** le ct pour une pierre entre 15 et 20 ct ...

Cela laisse songeur à propos du prix auquel on pourrait la trouver en France chez un courtier en gemmes...,

cristal de topaze violette du Brésil. Marik Haute joaillerie Paris. Photo MC Poitoux

photo 1

On comprendra donc facilement, que pour répondre à la demande toujours croissante de pierres colorées et originales pour la Joaillerie, 99 % des Topazes violettes que l'on trouve sur le marché (d'ailleurs très rarement) soient traitées. Depuis deux ans que j'exerce en tant qu'acheteuse de gemmes j'en ai moi-même croisée que 3 dont 1 brut naturel (photo ci-dessus) et 2 pierres taillées, traitées, que j'ai d'ailleurs achetées sans avoir pu résister.

Voici les 2 pierres taillées respectivement de 10,70 ct (**échantillon G1** topaze incolore traitée par recouvrement de la culasse) et de 5,15 ct (**échantillon G2** topaze incolore traitées : recouvrement de la culasse) qu'on retrouvera plus tard. (photo 1 et 2)



La culasse ne montre aucun signe de couleur différente de la table.

A la binoculaire seules quelques bulles sont visibles : Ces pierres sont bien traitées : ce sont des topazes incolores dont la culasse est «enrobées»

Photo MC Poitoux

Photo 2

6) LES TOPAZES AQUA BLUE – “AZOTIC” - “MYSTIC”

LES TOPAZES “AQUA BLUE”



LES TOPAZES “AZOTIC”



LES TOPAZES “MYSTIC”



Nul besoin d’une binoculaire pour discerner si ces topazes sont enrobées ou non ; le Traitement subi donne à la culasse un reflet totalement métallique et multicolore visible à l’œil nu même pour un néophyte . Il s’agit là de topazes incolores traitée : culasse enrobée.

A la binoculaire on observe aussi des bulles d’air emprisonnées dans la pellicule de recouvrement de la culasse - Photos MC Poitoux

De nouvelles méthodes de traitement des topazes incolores par diffusion et recouvrement sont apparues aux USA dans les années 1970 environ, la création des noms marketing comme « Topaze mystic », « Topaze Azotic », « Topaze Rainbow » date par contre de ces dernières années.

Deux Sociétés américaines LESLIE & Co (procédé de diffusion) et AZOTIC (Recouvrement) sont les inventeurs de ces procédés de traitements dont le Brevet est déposé et régulent ainsi les tarifs du marché dans le monde.

Ces traitements répondent à plusieurs besoins :

- Aucun problème de radioactivité concernant les topazes bleues
- Manière d'écouler à la vente des stocks de topazes incolores
- Répond à la demande croissante de pierres aux couleurs originales pour l'industrie de la joaillerie, et fait l'enthousiasme des designers américains

Le succès a été tel qu'entre 2004 et 2005 ils ont recouvert 30 millions de carats de topazes et Quartz .Soit environ minimum 15 Millions de carats de topazes incolores écoulées en une année....Devant ce succès, évidemment l'Inde et la Chine s'y sont essayées, mais les contrefaçons illégales dans la plupart des cas ne sont pas permanentes et ont amenés seulement une certaine confusion et des problèmes sur le marché

Voici quelques photos des palettes de couleurs trouvées sur le marché (planche à consulter en fin de ce mémoire dans la partie Annexes : document 5)



Exemple de palette de couleur, méthode par recouvrement, de la Ste AZOTIC : photos Web Azotic.us



Photos des couleurs de topazes Ste LESLIE & co obtenues par **diffusion** : Photos Web Leslieandco .com

Qu'en est-il de ces techniques ?

La diffusion pénètre la topaze de quelques millimètres et assure une constance de la couleur
 Le revêtement : pour les topazes « Azotics » et « Mystic » il s'agit de Déposition par vapeur uniquement sur la culasse de la pierre : La composition chimique du film est Titane, Oxyde de Titane, Zircon, Oxyde de Zirconium, sulfure et carbon (journal of gemmology vol 30 N 1/2 january/april 2006)

Pour les topazes « Aqua Blue » diffusion de cobalt et de fer avec un 2ieme recouvrement thermique d'oxydes métalliques pour modifier la couleur et fixer le film

Pour les Topazes Vertes : ils utilisent un 1^{er} recouvrement avec des particules de topazes. , puis un 2ieme avec un mélange spécial de cobalt + Zinc avec traitement thermique

D'autres couleurs de topaze sont recouvertes d'un film composé d'oxyde et plastique : Il est important de signaler que ces pierres sont vendues avec la seule appellation de « pierres traitées »

7) LA TOPAZE VERTE

La topaze verte naturelle existe, mais elle est tellement rarissime qu'on ne peut compter avec.

Quelques pièces de topazes vertes irradiées ont été trouvées sur le marché, en provenance du Sri Lanka, ce sont des topazes vertes irradiées dans un réacteur nucléaire de l'Université du Texas.

Mais la plus part des topazes vertes aujourd'hui sur le marché sont des topazes incolores traitées : « enrobées » c'est-à-dire recouverte d'un film sur le pourtour de la culasse.

La couleur des topazes vertes des échantillons H1 et H2 (photo 1) a été créée en laboratoire (américain ou asiatique je l'ignore) par traitement « d'enrobage »

A l'inverse des topazes Aqua blue, ou Mystiques et Azotiques, on ne peut observer aucun signe à l'œil nu sur la culasse, aucun reflet métallique interpellant. A la loupe aucun signe sur l'échantillon H2, quelques bulles d'air emprisonnées dans le revêtement par contre de l'échantillon H1 (photo 2).

A la binoculaire voici ce que j'ai pu observer sur l'échantillon H1



Photo 1

Topazes vertes Marik haute joaillerie Paris. Photo MC Poitoux (photo 1)

Echantillons H1 et H2 topazes incolores dont la culasse est enrobée

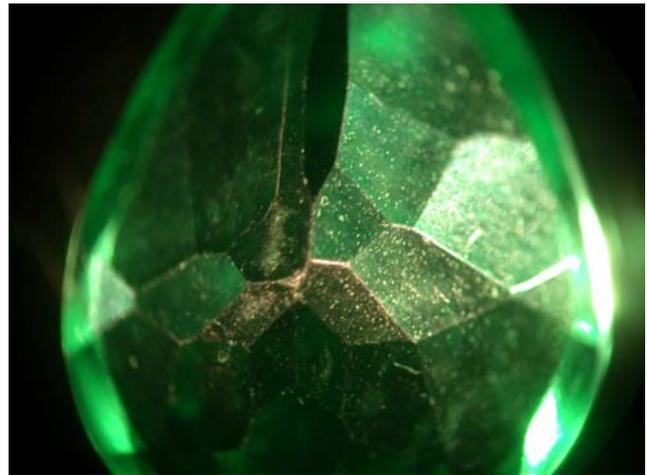


Photo 2

Culasse enrobée. Echantillon H1

Photo prise par la binoculaire de l'université Lyon 1

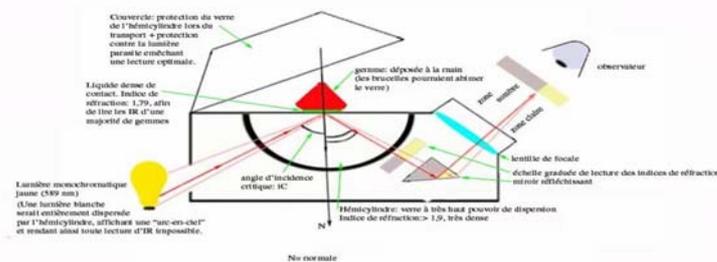
On distingue à la fois :

- des bulles emprisonnées dans le revêtement, (photo 2)
- une marque d'usure du revêtement, par frottement, sur les arrêtes des facettes (photo 2)

VIII METHODES D'IDENTIFICATION D'UNE GEMME

Nous allons à présent identifier un nombre d'échantillons ayant subi divers traitements (chauffage, bombardement, enrobage de culasse..) grâce à l'utilisation, tout d'abord, au sein du laboratoire de l'université Claude Bernard Lyon 1 UMR 560 CNRS, et au sein du Laboratoire MLLOPIS en Espagne, où j'ai eu le plaisir d'effectuer mon stage pratique, de techniques non destructives que nous allons passer en revue :

1) Réfractomètre : pour connaître l'indice de réfraction de la pierre, ce qui permet la première manière d'identifier une gemme



IR de la Topaze
Photo laboratoire MLLOpis

2) La Densité : chaque pierre possède un poids spécifique qui correspond à :

Poids dans l'air

Poids dans l'air – Poids dans l'eau

La densité de la topaze est d'environ 3,56 mais peut changer légèrement tout dépend de sa couleur

3) Le Polariscopie : permet de savoir si la pierre est un cristal anisotrope (autre que cubique, la pierre va s'éteindre et s'allumer 4 fois) ou isotrope (la pierre reste éteinte)

4) Le Spectromètre : la topaze étant allochromatique les éléments qui donnent la couleur sont chromophores comme le chrome dans le cas d'une topaze rose. Seulement les topazes roses peuvent être identifiées avec un spectromètre car dans les autres couleurs elles ne présentent pas de spectre caractéristique.



Ligne 680 nm, absorption du vert et absorption du violet. (Laboratoire MLLOpis)

5) Lampe UV : une preuve supplémentaire, après IR et Densité, pour distinguer trois corindons rose et rouge synthétiques (qui m'avaient malheureusement été vendu comme étant des topaze naturelles), pierres qui présentent une fluorescence intense aux UV longs (photo 2).

Photo de droite : laboratoire MLLopis .Valencia .Espagne

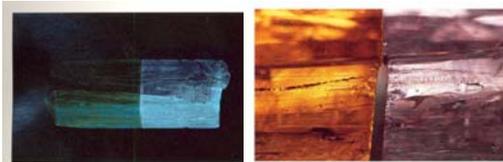


Photo 1

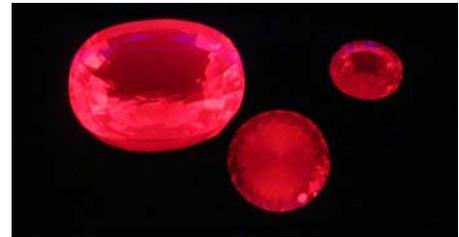


Photo 2

Photo 1: 2 photos D.Sauer. Dans chacune de ses 2 photos la topaze de gauche est traitée thermiquement et détectée aux UV courts

6) Spectroscopie d'absorption (notamment comparaison table et culasse, pour les pierres enrobées)

Cette méthode permet la caractérisation d'éléments colorants ou dopants en fonction de leur capacité à absorber et à retransmettre la lumière.

Cet appareil mesure les fréquences de la lumière de l'ultraviolet à l'infrarouge.

On mesure la différence entre le spectre de la source lumineuse halogène de l'appareil et le spectre de la lumière modifiée par la pierre placée dans une sphère intégrante.

La représentation du résultat se fait sous la forme d'une courbe d'intensité de la lumière en fonction de la longueur d'onde (en nanomètre : nm).

7) Spectroscopie Raman

Le principe de cet appareil consiste à envoyer une lumière monochromatique sous la forme d'un faisceau laser argon vert à 514 nm pour le Renishaw RM 1000 sur l'échantillon à étudier et à analyser la lumière inélastique diffusée en cm^{-1}).

Une des principales utilisations est la caractérisation de la composition et de la structure cristalline d'un matériau. Cela permet de reconnaître un minéral en comparant la courbe obtenue avec une base de donnée établie.

8) Spectroscopie infrarouge (technique que je n'ai pu utiliser malheureusement que pour 1 seul de mes échantillons à causes de la grosseur de ceux non compatible avec l'appareil)

Cette technique permet de mettre en évidence les modes de vibrations des liaisons chimiques des molécules. C'est en fait l'un des outils les plus utilisés pour la caractérisation de la structure atomique des molécules organiques.

On mesure l'intensité moyenne du rayonnement infrarouge absorbé par un échantillon posé sur un cristal de Germanium pour une longueur d'onde donnée. L'échantillon doit posséder une surface plane pour être examiné avec cette méthode mais doit être inférieur à environ 3 ct.

Chaque longueur d'onde est caractéristique des liaisons chimiques. Son usage en gemmologie est particulièrement efficace pour détecter la présence d'huile végétale, résines etc.

IX ANALYSES SPECTROSCOPIQUES (Raman et absorption) D'UNE SELECTION DE TOPAZES ECHANTILLONS, DE DIFFERENTES ORIGINES ET DIVERSEMENT TRAITÉES

Les échantillons de topazes proviennent du Brésil et seront étudiés par série en reprenant le même ordre avec lequel nous avons observé les différentes couleurs de la topaze tout au long de ce mémoire

Rappel :

Topazes non traitées

Série A : topazes « impériales » (a priori non traitées)
échantillons A1,A2,A3,A4,et A5

Série B : topazes incolores (a priori non traitées)
échantillons B1,B2 et B3

Topazes traitées

*** Par irradiation**

Série C : topazes Bleues (chauffées, irradiées, topaze incolore chauffée et irradiée)
échantillons C1,C2,C3,C4,C5,C6,C7 et C8

*** Par recouvrement**

Série D : topazes roses (topazes incolores traitées par recouvrement)
échantillons D1,D2,D4 et D5

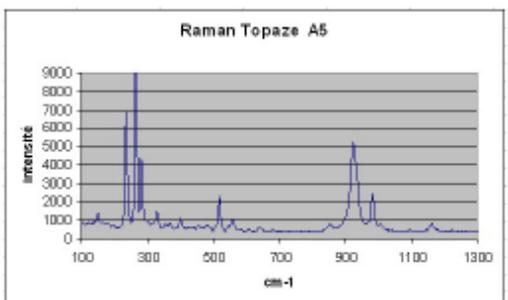
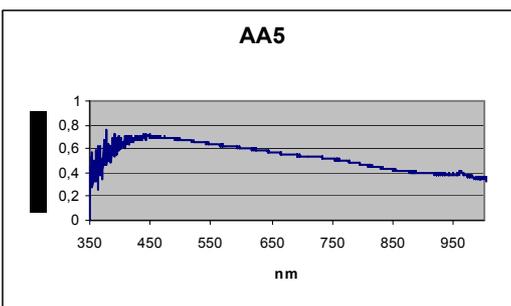
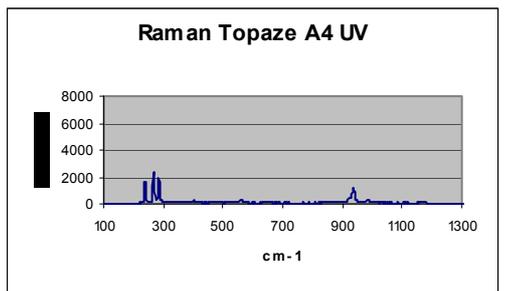
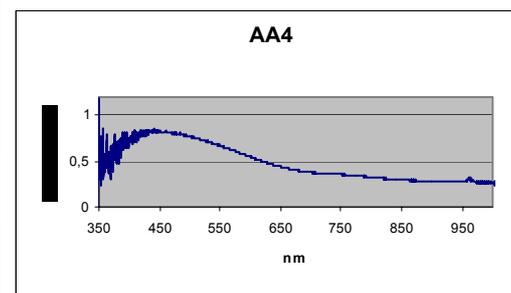
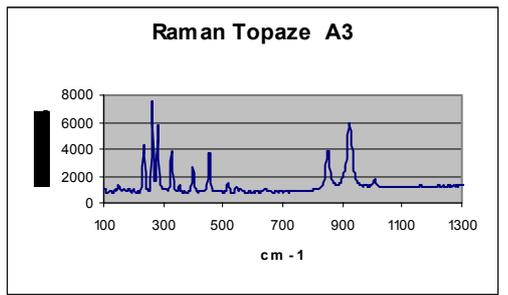
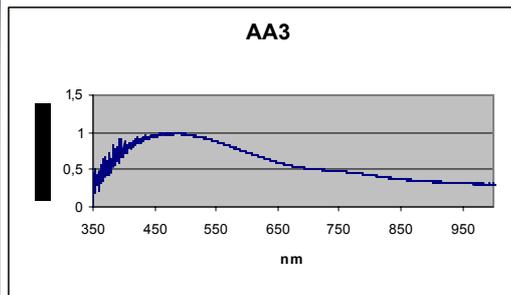
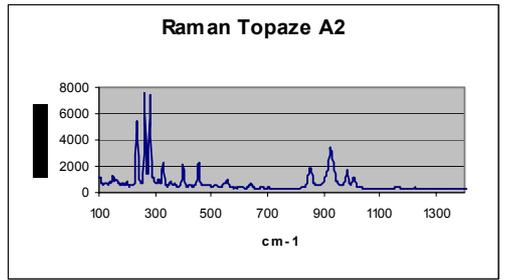
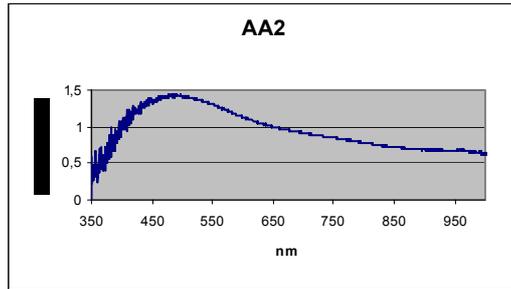
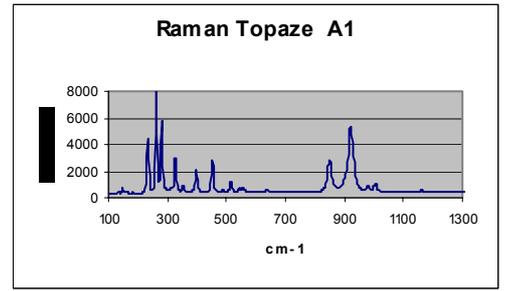
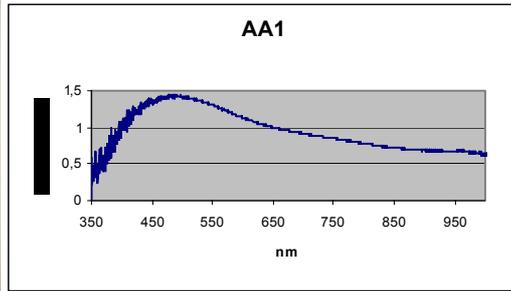
Série E : topazes « Aqua blue » et « azotic » (topazes incolores traitées par recouvrement)
échantillons E1,E2,E3 et E4

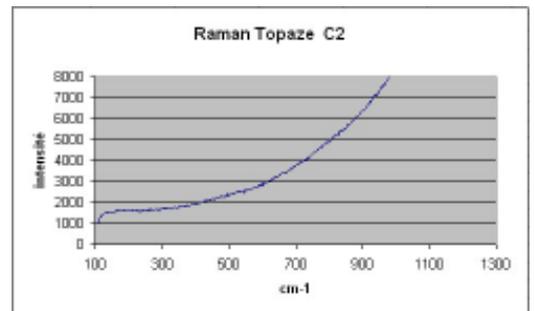
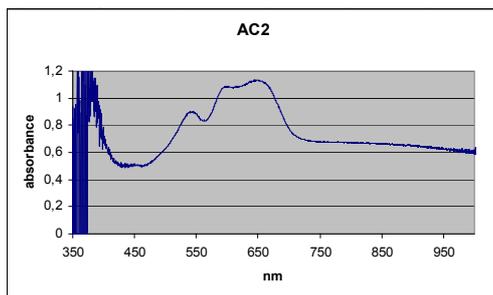
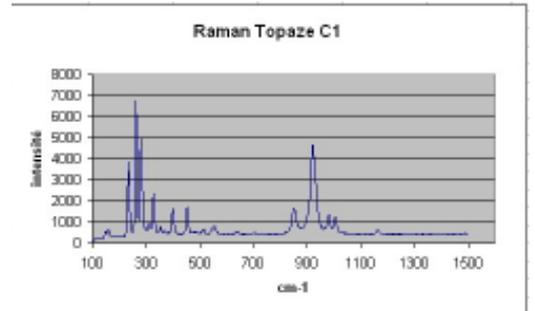
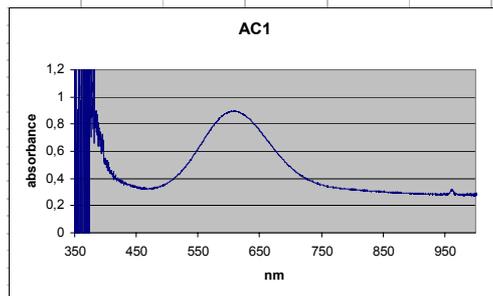
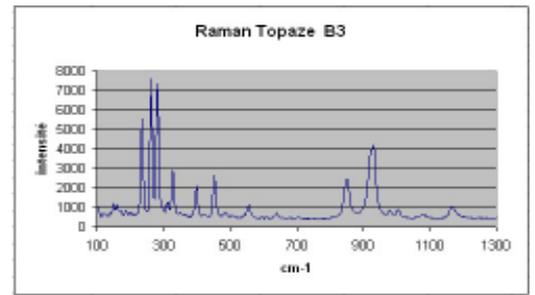
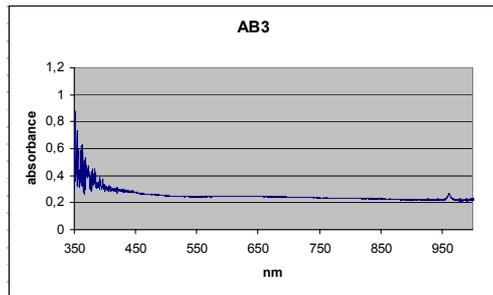
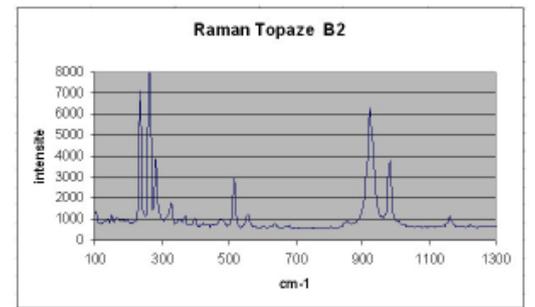
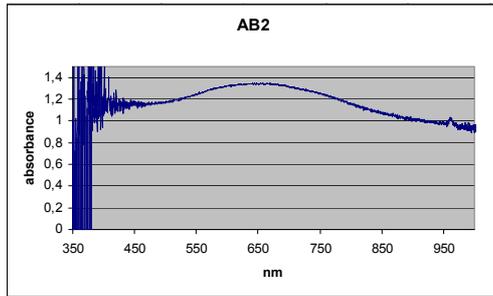
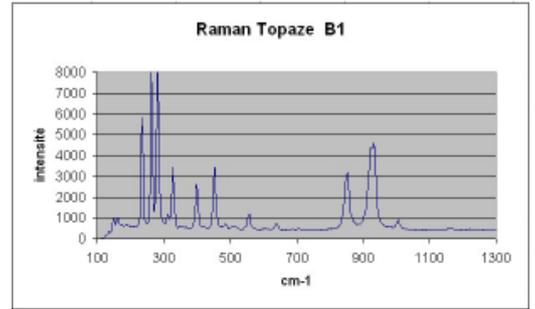
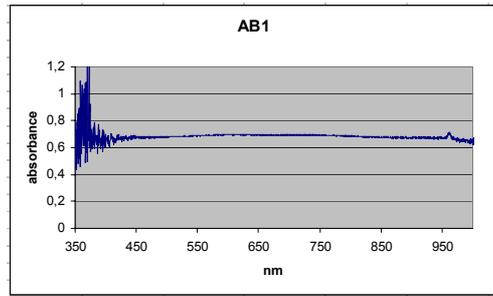
Série F : topazes « Mystic » (topazes incolores traitées par recouvrement)
échantillons F1,F3 et F4

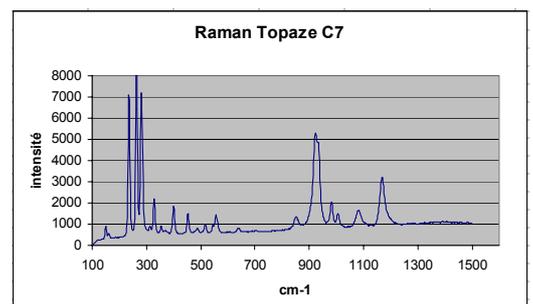
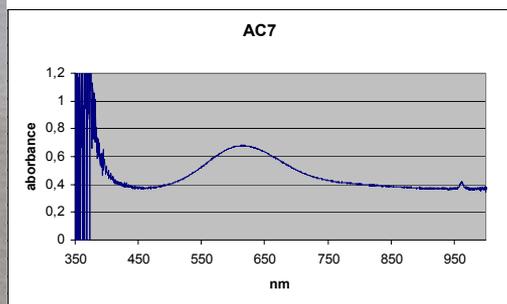
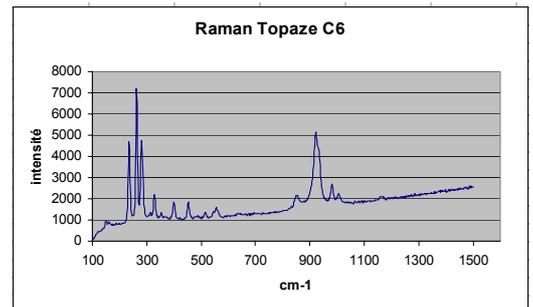
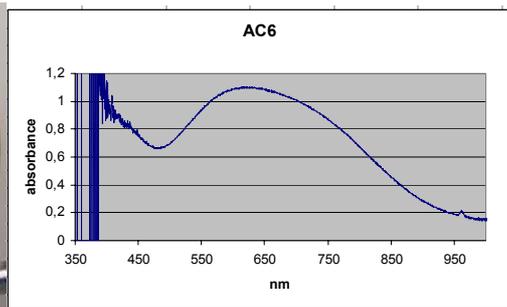
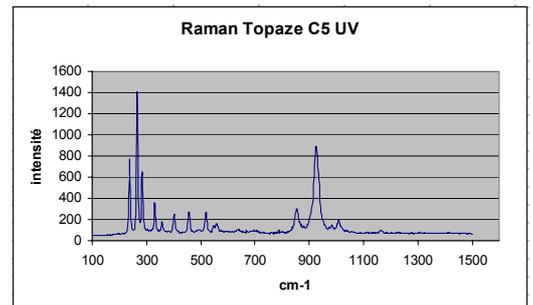
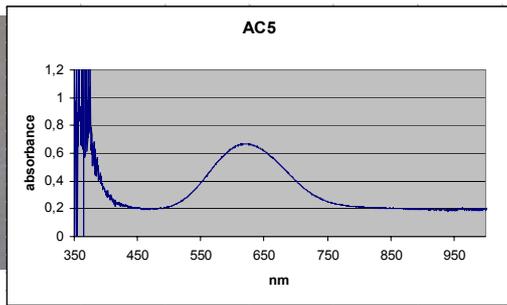
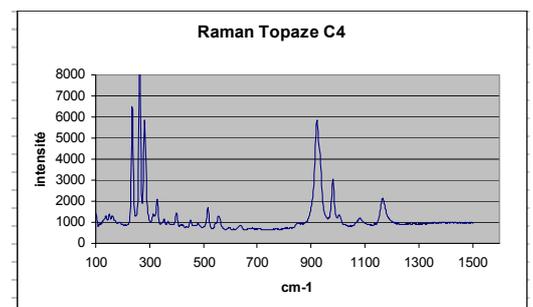
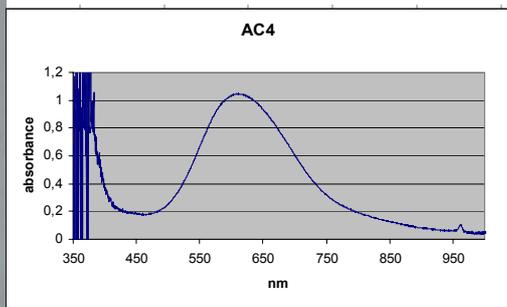
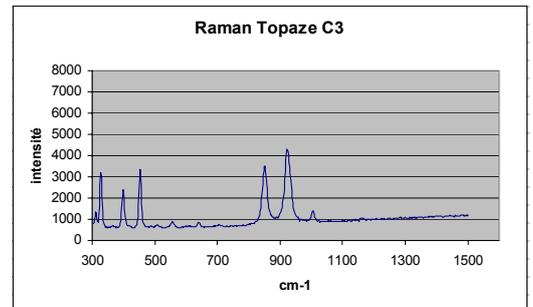
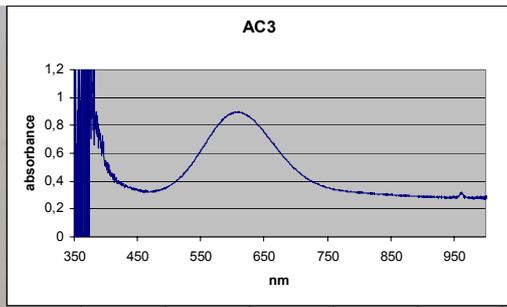
Série G : topazes violettes (topazes incolores traitées par recouvrement)
échantillons G1 et G2

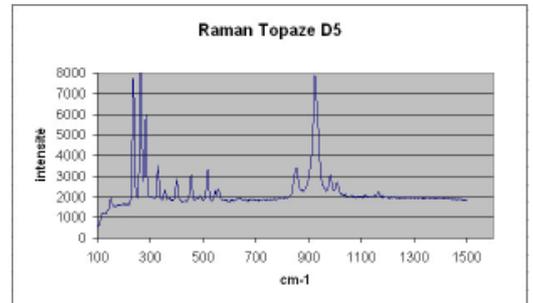
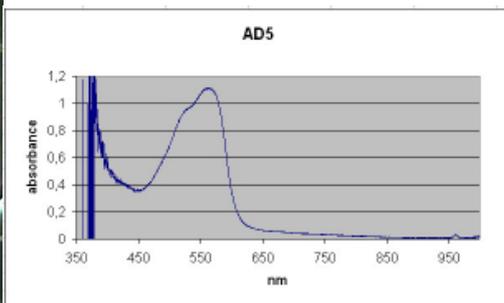
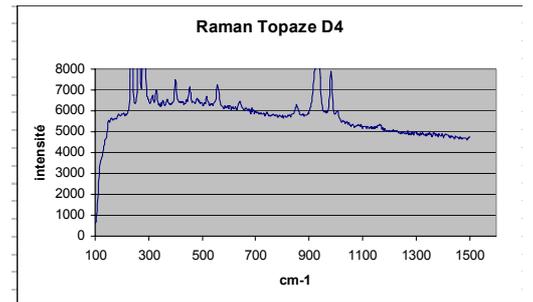
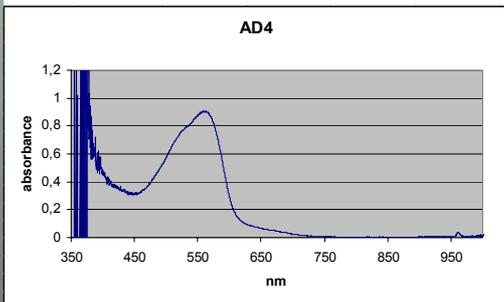
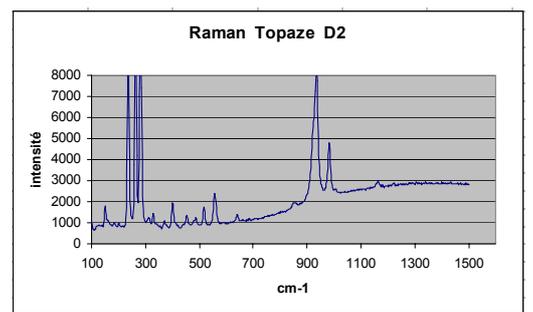
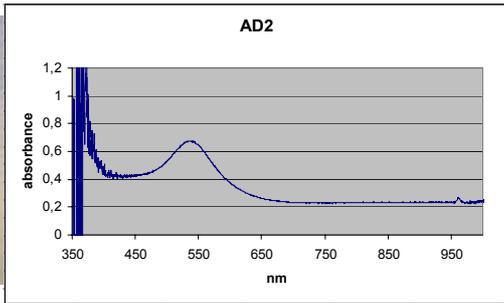
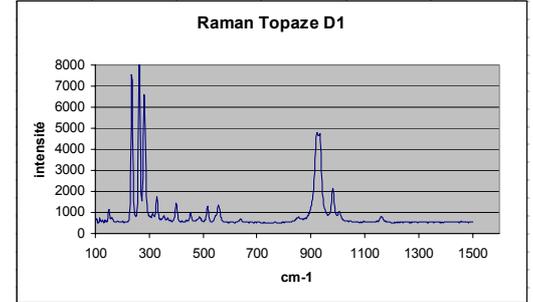
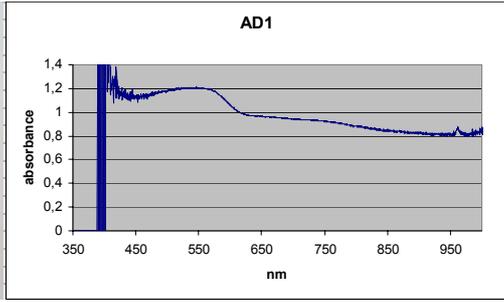
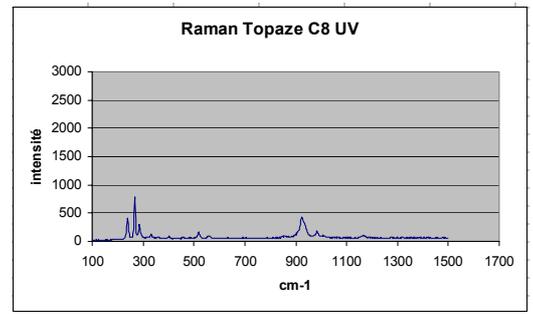
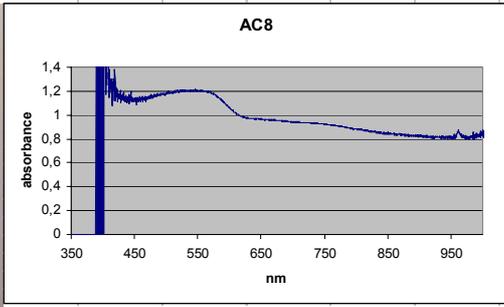
Série H : topazes vertes (topazes incolores traitées par recouvrement)
échantillons H1 et H2

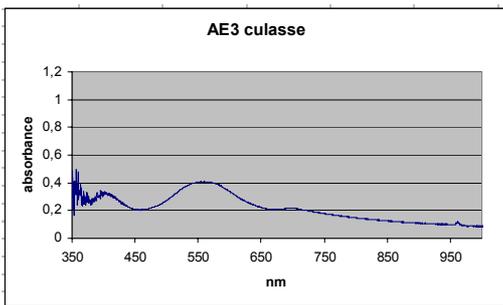
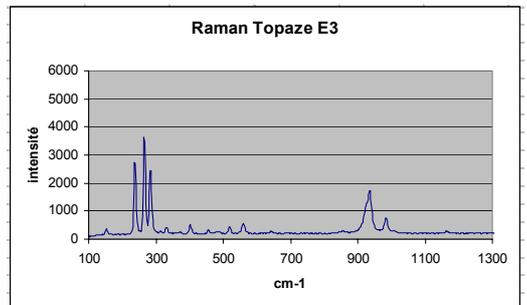
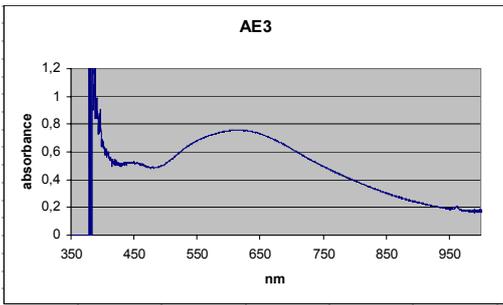
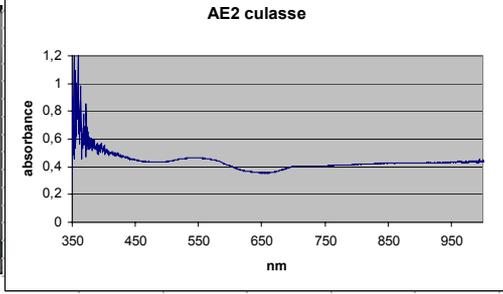
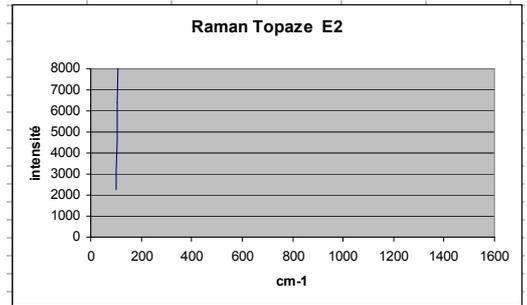
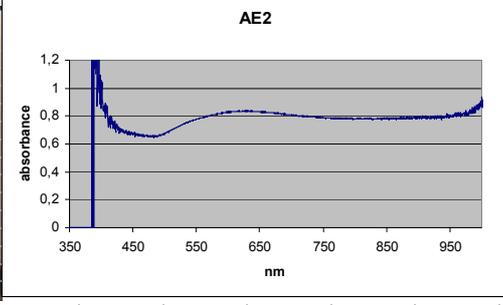
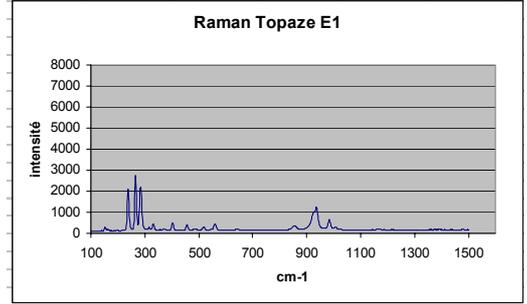
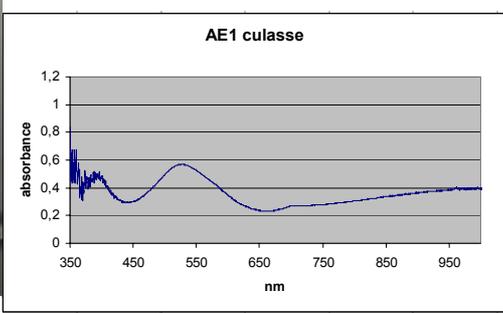
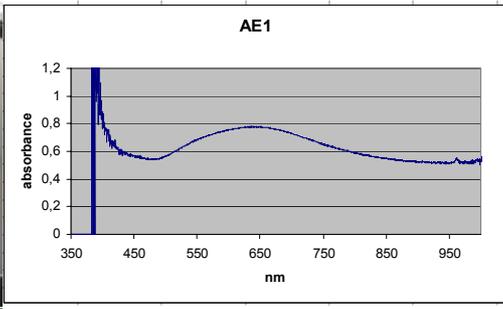
Les échantillons seront présentés par leur photo, puis étudiés spectrométrie Raman et d'absorption. Pour certaines des topazes traitées par enrobage de la culasse se rajoute le spectre Raman de la culasse.

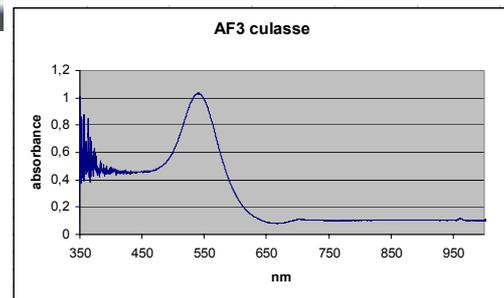
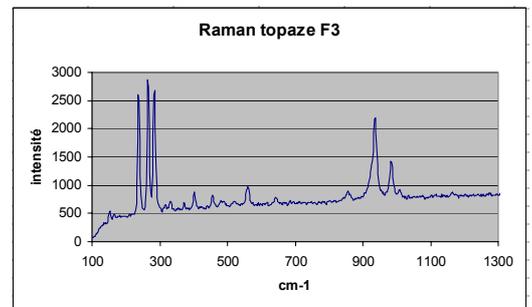
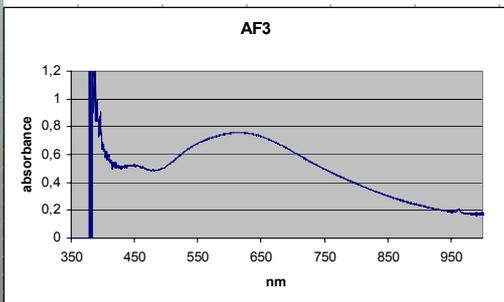
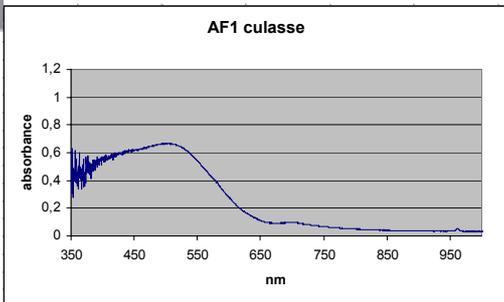
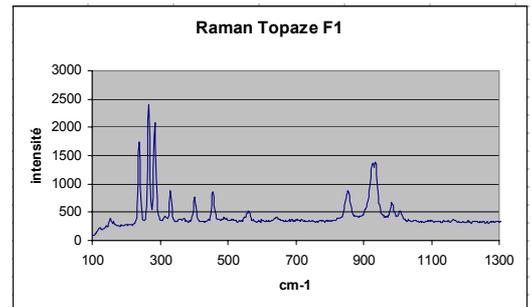
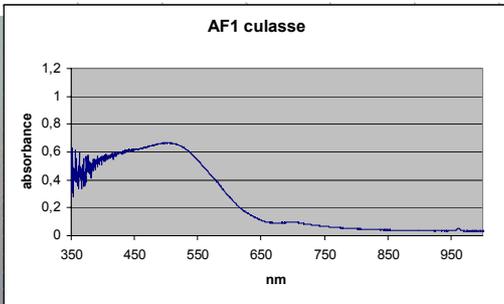
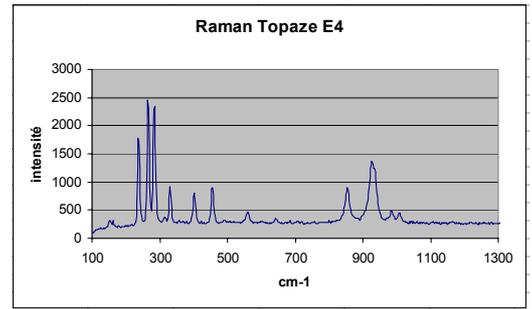
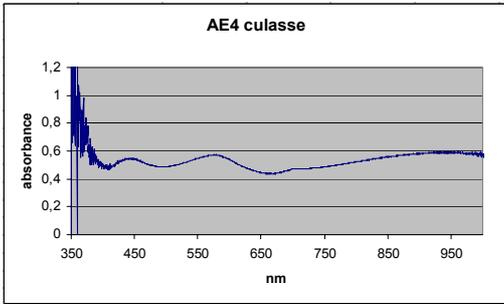
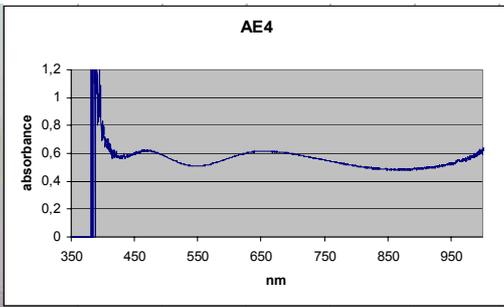


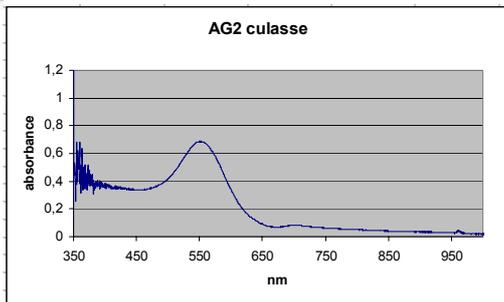
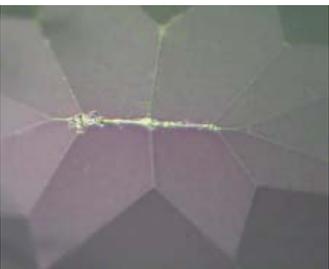
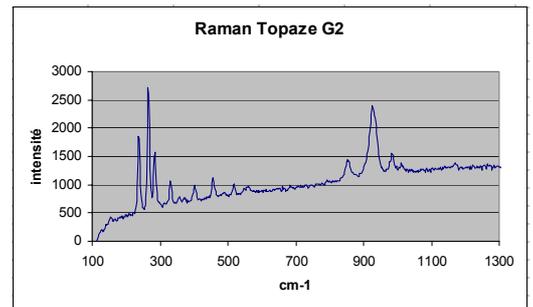
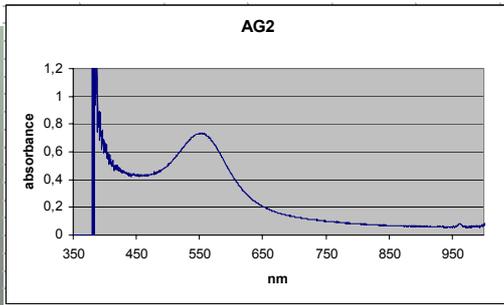
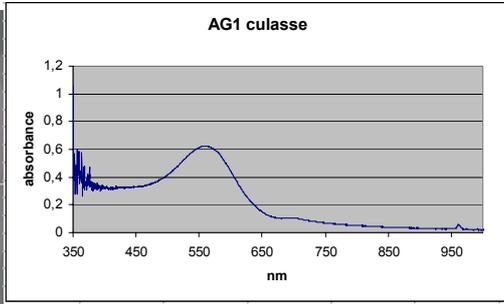
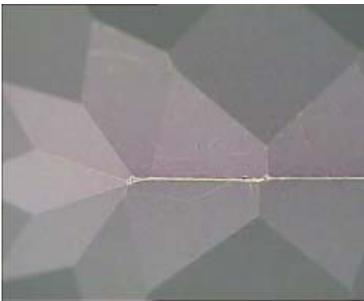
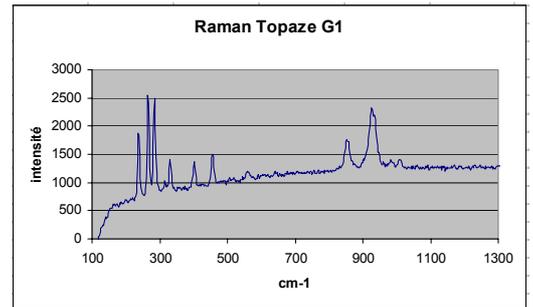
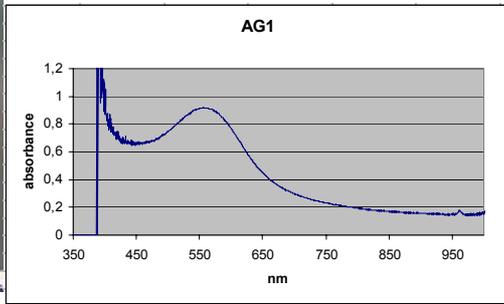
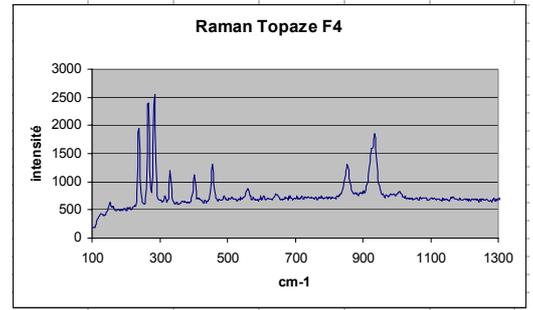
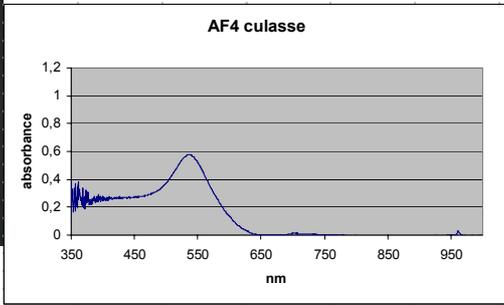
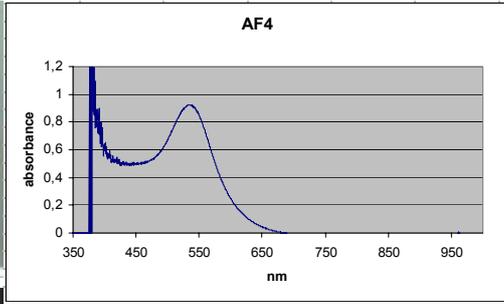


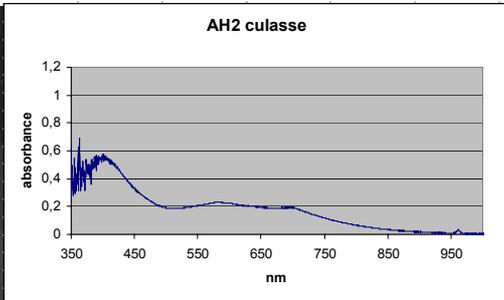
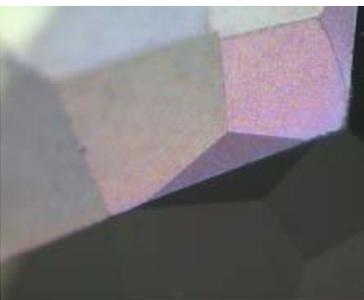
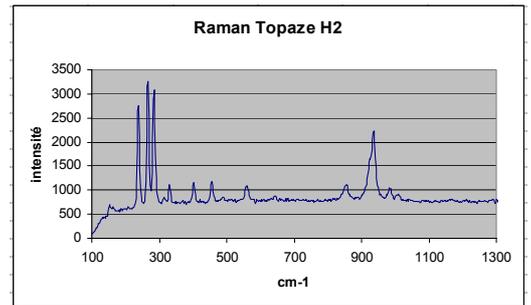
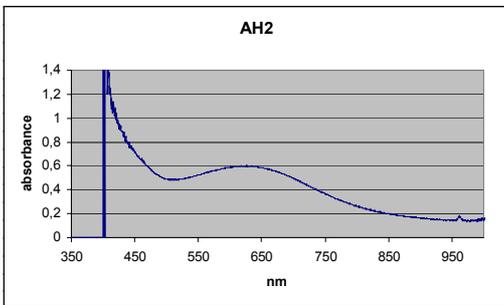
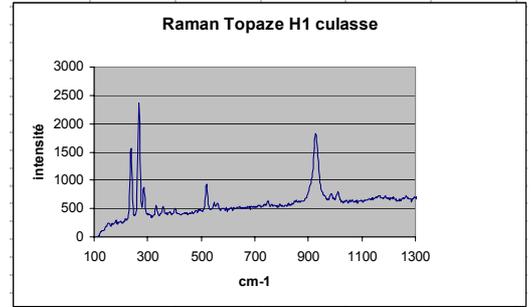
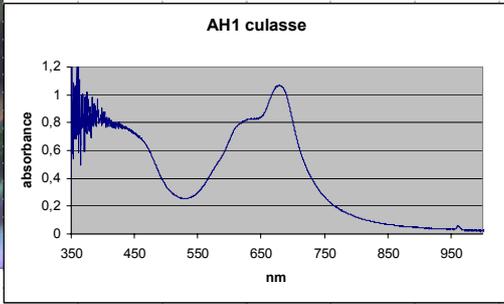
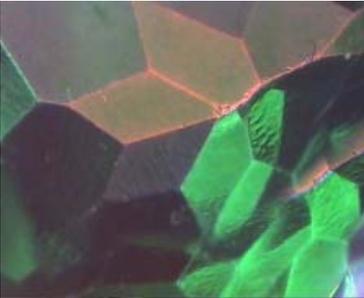
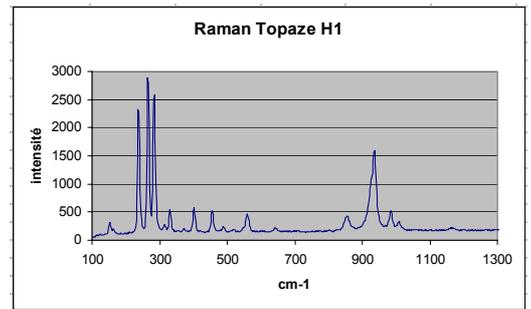
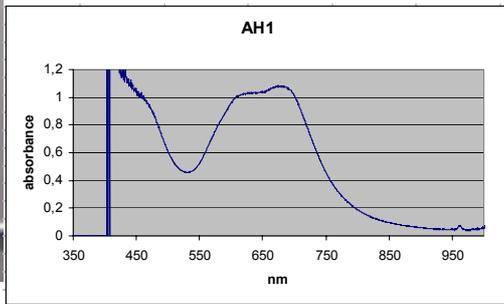












X Interprétation des résultats analytiques.

1. Signification physiques des bandes Raman et des spectres d'absorption.

Le détail des attributions de bandes conformément aux indications trouvées dans la littérature a été mis en annexe à titre d'information pour le lecteur en recherche d'informations scientifiques.

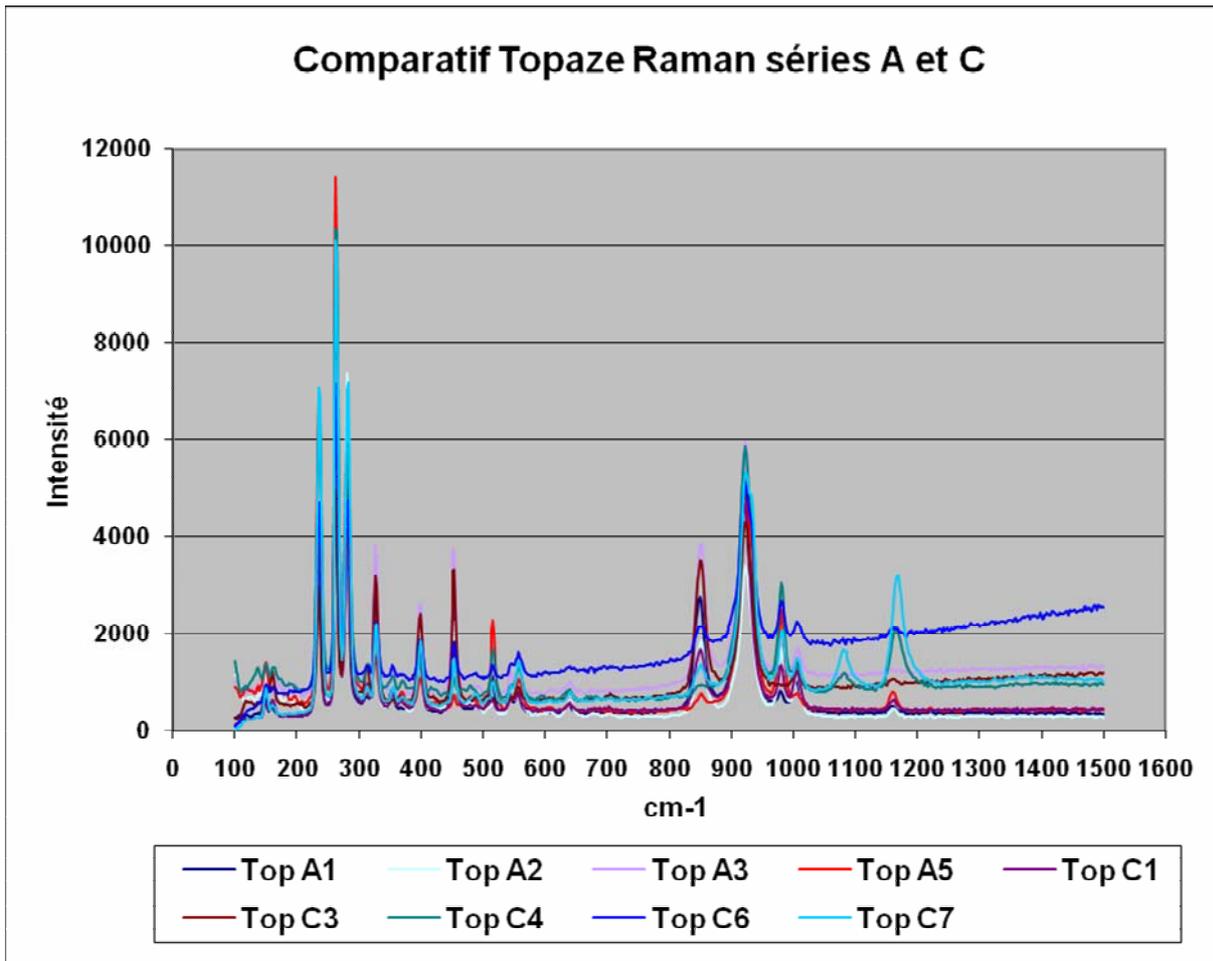
I Comparaison des spectres Raman obtenus.

Les spectres de spectroscopie Raman obtenus lors de mesures montrent des pics répartis de façon caractéristique des topazes. La littérature ne présente pas une attribution précise de l'intégralité des bandes observées et l'objet de ce travail, compte tenu du protocole analytique mis en place ne vise pas à résoudre des attributions de bandes.

Une première approche dans ma démarche a été de considérer des analyses sur tables et culasses des pierres. La non correspondance des spectres obtenues s'explique principalement en raison de mesures effectuées dans des directions cristallographiques différentes des topazes analysées sans pour autant indiquer des contrastes relatifs à des additifs amenés lors des traitements.

- Les modifications d'intensités des bandes ne peuvent être interprétés de façon simple.
- Les fréquences de vibrations pourraient trouver une origine dans la nature des liaisons Al-X et Si-X développées par l'addition des composés (X) apportés lors des traitements.

Un travail ultérieur par dosage des éléments de traitements (EDXRF-MEB ou microsonde électronique) pourrait amener des éléments de réponses assez précis sur la nature réelle de l'enrobage et sur les décalages de fréquences observés sur certaines bandes.



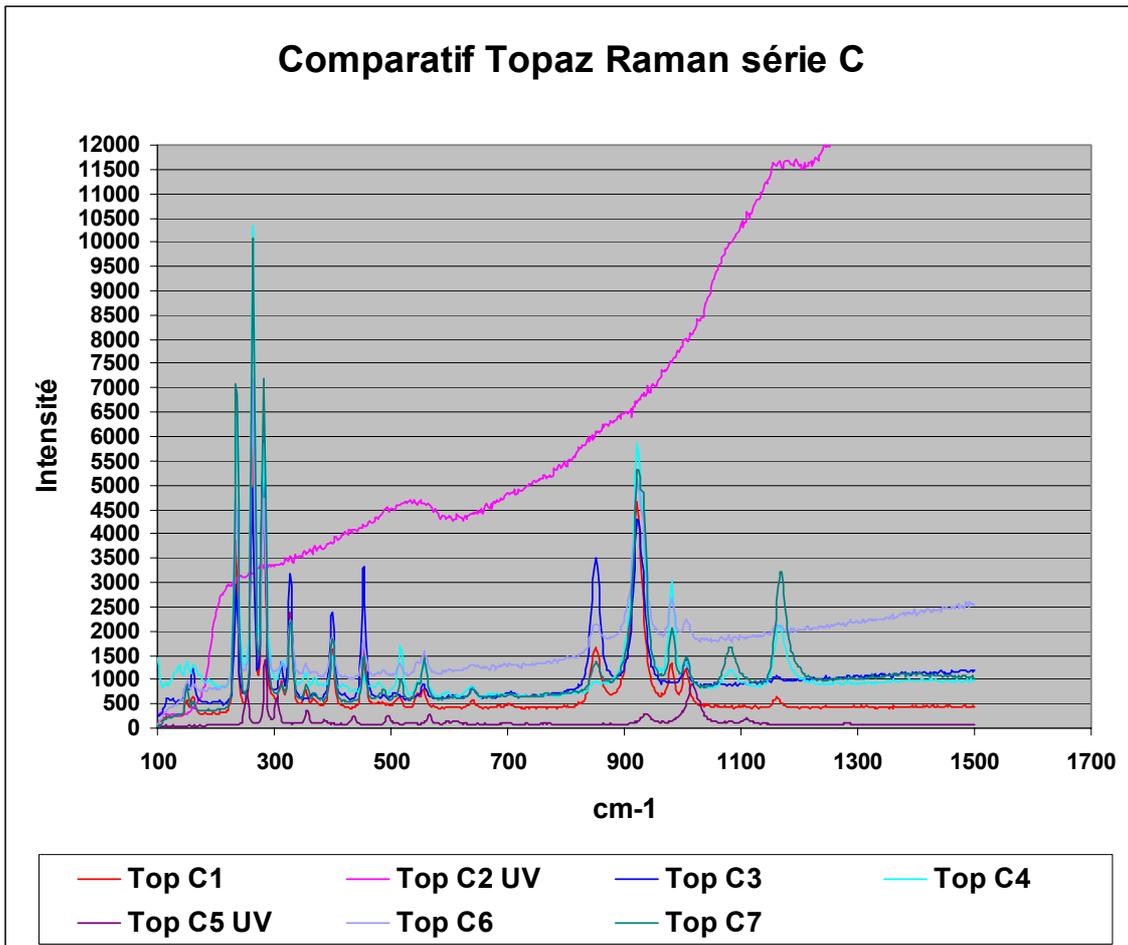
1) Comparaison des spectres Raman des topazes brunes série A(non traitées) et des topazes bleues série C (Traitées) :

On peut constater que les spectres Raman sont identiques. On ne peut rien affirmer sur les variations de l'intensité des bandes Raman en raison de problèmes d'orientation des échantillons.

En revanche on note deux domaines spectraux intéressants. :

- Un premier domaine : **450 CM-1 ET 550 CM-1.**

On constatera que pour les échantillons traités (série C topaze bleues) pour certains présentent le développement d'une bande vers **490 CM-1** en formant un doublet alors que les topazes brunes(série A) ne le montre pas.

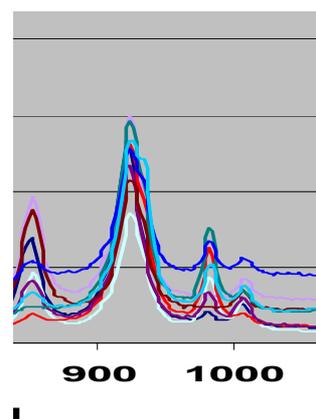
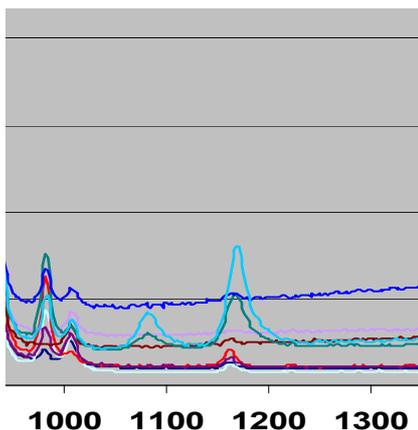


Rappel : Série C Topazes bleues traitées

Un second domaine :

- On constatera que les échantillons de Topazes bleues irradiées montrent le développement d'une bande vers 1160 cm-1 formant un doublet alors que les Topazes brunes ne le montre pas.
- On constate que le que le comportement de ces deux doublets est corrélé.

On constatera également le décalage de fréquence d'une grande bande vers 980 cm-1 ; décalage en fréquence vers les fréquences plus élevées.



Une comparaison des différents spectres obtenus, notamment pour les séries A B et C montre les points suivants :

Les topazes brunes ne présentent pas de liaison AIOH observable en Raman.

Les topazes bleues naturelles ne présentent pas de liaison AIOH observable en Raman.

Les topazes bleues irradiées présentent des liaisons de type AIOH aux fréquences 1085 et 1170 cm^{-1} . Ces observations confirment les travaux de Wunder et al. (B. Wunder, B. Marler, European Journal of Mineralogy. 9 (1997) 1147).

II Comparaison des spectres d'absorptions obtenus.

Je rappellerai les données que l'on trouve dans la littérature (data rassemblée par Fritsch et al. Revue Neues Jahrbuch Fur Mineralogy p.288à302 recherche sur les couleurs des topazes Vol 130 N° 3)

Petrov 1977

Couleur Bleu : Substitution de Al dans les sites Tétraédriques (bandes à 115,1085, 1170 cm^{-1})

Topazes Impériales : Centre coloré jaune et Cr^{3+} en coordination octaédrique

Topazes Roses : Cr^{3+} substitué à Al en coordination octaédrique

Dans Mes échantillons de topazes bleues, je les pensais Tous chauffés, sauf l'échantillon C2 que je savais irradié, et l'échantillon C7 que je pensais ne pas avoir subi de traitement : en fait il semblerait par les analyses des spectres que non seulement l'échantillon C2 a été irradié mais aussi le C4, C5 et le C7 : pas de centre de couleur naturel, **Pic à 1085**, pic à **1170** associé AIOH, AIO4 (AFG Revue N° 43 AOUT 2001)

Aucune interprétation n'est disponible dans la littérature sur l'origine de la couleur pour les centres colorés des topazes azotés.

On sait que les topazes impériales peuvent trouver leur couleur par le Cr et le V : ci dessous les commentaires de Gérard Panczer sur la question : (source M. Gaft et al. /Journal of Luminescence 102–103 (2003) 349–356)

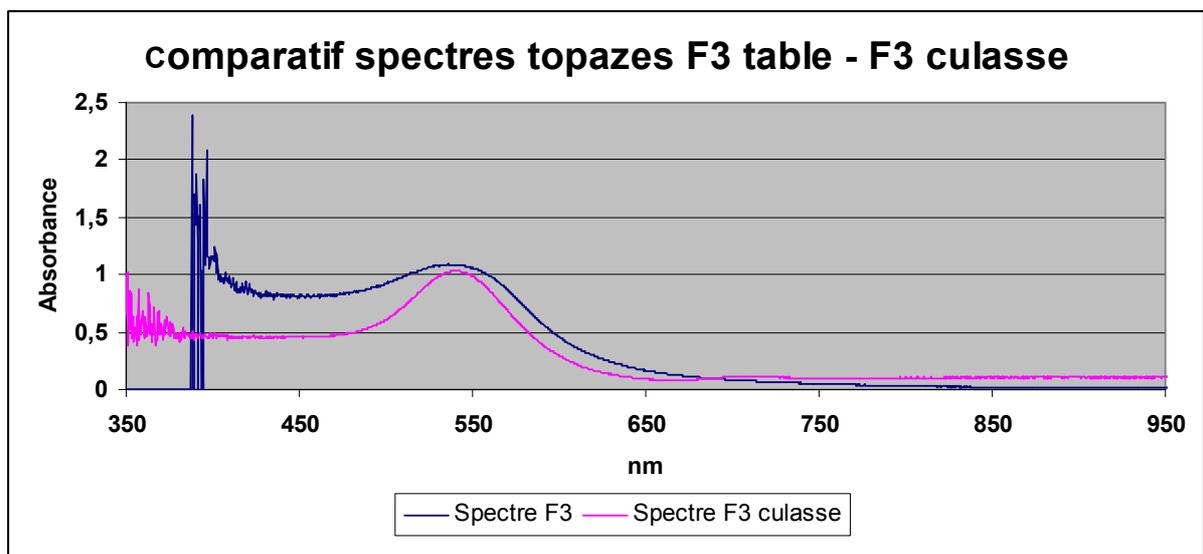
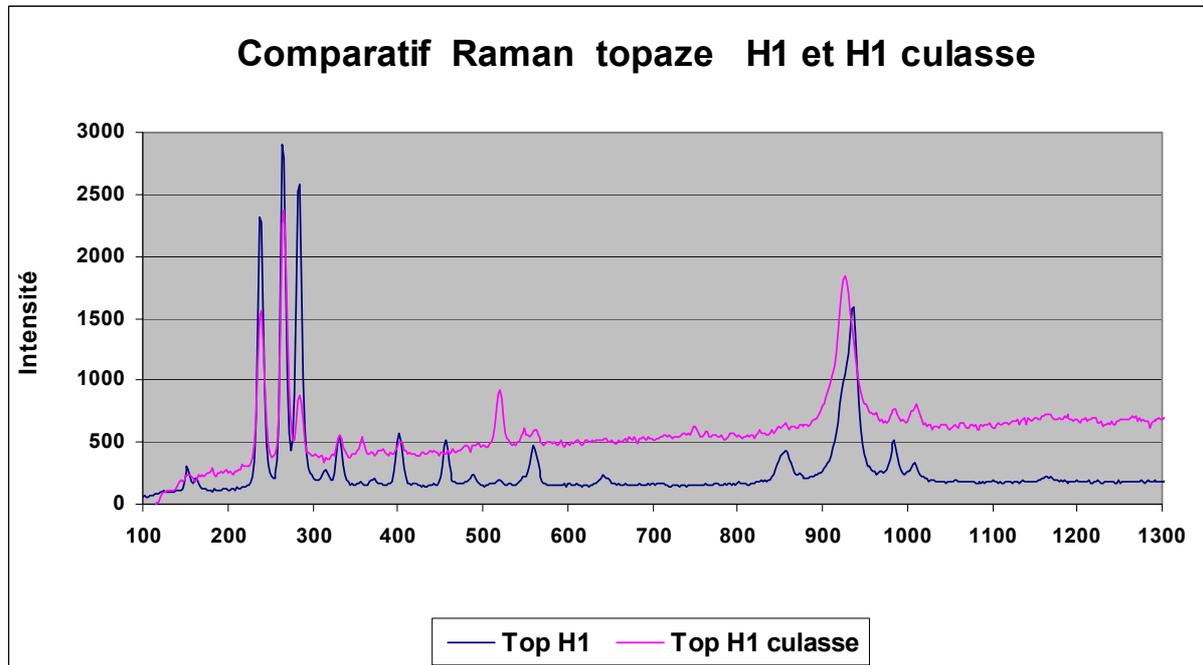
Luminescence properties of Cr^{3+} in topaz

Je reprendrai en résumé une seule phrase : « L'origine de la couleur de la topaze impériale est à mettre en relation avec le Cr comme ion dit "de transition" et une paire d'atome de type (paire de Cr-Cr). Une influence du Mn et V est possible sur le fonctionnement de ce centre coloré. »

Se reporter au tableau de comparaison des topazes brune (série A), incolore (Série B) et bleu traité (série C).

Peut on observer une coloration des échantillons plus forte lorsque les bandes Raman 1085 et 1170 sont les plus intenses ?

COMPARATIF TABLE ET CULLASSE D'UNE TOPAZE TRAITÉE PAR ENROBAGE DE LA CULLASSE



Les spectres Raman montrent des intensités relatives variables et de très légers déplacements de bandes. Ces variations ne peuvent être objectivement discutées puisque les spectres ont été réalisés sur des échantillons non orientés et sous faisceau non polarisé.

Les spectres d'absorption présentent également des variations similaires dues à des causes similaires.

En conclusion sur l'analyse de ces échantillons il est nécessaire de préciser les points suivants :

- en dépit de la simplicité de sa structure de nombreux points d'ombre persistent sur la connaissance fine de l'origine de la couleur dans la topaze.
- la mise en place d'un protocole analytique précis (échantillons naturels orientés non traités d'origine géologique variées, puis soumis à des traitements divers (irradiation, enrobage...) permettrait grandement de faire avancer la question si l'on combinait des analyses chimiques et spectroscopiques.

PETIT RAPPEL: concernant mes échantillons, je suis sûre du caractère traité de la plupart mais je n'ai aucune garantie scientifique sur le caractère non traité des topazes brune, incolore, ou bleu ciel, autre que la bonne foi de mon négociant....

Il me paraît aussi important de soulever une problématique industrielle qui est la mienne : le degré de technicité à mettre en place pour ce type de contrôle est relativement importante au regard d'une pertinence économique qui n'implique pas nécessairement l'usage de ces appareillages lourds.

Concernant la commercialisation de bijoux avec des Topazes, qui je vous le rappelle, IMPOSE un certificat de NON radiation pour l'exportation aux Etats Unis, par exemple, cela oblige un certificat dont le prix de dépasse parfois la valeur de la pierre.

On peut donc se poser des questions ...

Soit sur le tarif des gemmes

Soit sur le tarif des certificats dans beaucoup de laboratoires...

XI CONCLUSION : L'AVENIR DE LA TOPAZE

Les topazes synthétiques vont arriver sur le marché, car en 2000 l'institut expérimental de Minéralogie de Chernogolovka en Russie a expérimenté le Cristal de Synthèse de la topaze. Leur but était une meilleure compréhension de la morphologie de la formation des couleurs et du mécanisme de la cristallisation naturelle des topazes pegmatites :

Voici en résumé leur méthode de croissance, les conditions expérimentales et les propriétés gemmologiques des topazes de synthèse.

Méthode : méthode hydrothermale avec un fluide aqueux de fluorite en condition de graduation thermique directe. L'expérience fut réalisée à température de 500° à 800° et une pression de 20-200 MP.

La durée de l'expérience a été de 20 à 30 jours.

Des cristaux gris clairs et quasi incolores ont été obtenus en dimensions allant de 2,5 à 4 cm de grosseur, de 20,1 à 40,8 cm de long, de 8 cm à 15 cm de large pour un poids de plus de 20 gr

La croissance maximum a été de quelques dixièmes de millimètres par jour.

Résultats de cette expérience :

Indice de réfraction : 1,610 à 1,620

Birefringence : 0,010

Densité : autour de 3,57 (légèrement au-dessus de celle de la topaze naturelle)

Spectre Raman : tout à fait similaire à celui de la topaze naturelle

Bande d'absorption dans l'infrarouge : se situe à 2317 cm⁻¹

Avec une petite bande vers 3478 et 3680 cm⁻¹

Avec une petite pique à 4798 cm⁻¹

Et une grande pique à 3970 cm⁻¹

Analyse chimique : par spectrométrie de détection de traces de Fer, Nickel et Germanium

Inclusions : on a observé des inclusions biphasiques.

Pour l'instant la production n'est pas commercialement viable ; mais les investigations continuent dans un affinement de la technique pour trouver les conditions appropriées pour produire les teintes orange et jaune.

(Synthetic Topaz Crystal .Taijin LU Gia research Gems and Gemmology Vol N° 4
P 339 à 341. Vladimir S.Balisky)

BIBLIOGRAPHIE

- Kasuku .ch
- Leslieandco.com
- Azotic.us
- Colored-stone .com
- Geminterest.com
- Imperialtopaz.biz/fr
- Wikipedia
- www.chez.com/pgosse/gem/syscrist.htm
- Springerlink .com
- Brand-jewelry.com
- Geocities.com
- Diamonds.net (the mystic topaz)
- Khulsey.com/jewelry/gemstones_topaz
- Palagems.com.htm (imperialtopaz buying guid by Richardw.Hugues)
- ✓ Au Coeur de mineraux/J.Deferne
- ✓ Le Monde merveilleux des pierres précieuses /J.Deferne
- ✓ Photo Atlas/Guberlin / tom 1 et tom 2
- ✓ "Topacios sintetico "articulo publicado en Gems & Gemology invierno 2001 traducido por Teresa Gasco del laboratorio MLLopis por la Universidad de Barcelona
- ✓ "Topacio irradiado "articulo publicado en Gems & Gemmology invierno 1993 traducido por Tetresa Gasco por la Universidad de Barcelona
- ✓ Fichas de collection de piedras / Laboratorio MLLopis Valencia Espagne
- ✓ Gemologia del siglo XXI /Laboratorio MLLopis Valencia espagne
- ✓ Gemas/Anderson
- ✓ Las otras piedras preciosas /Miguel Angel Pellicer
- ✓ Journal of gemology vol 30 january/April 2006
- ✓ Synthetic Topaz chrystal Taijin lu Gia Research Gems & Gemmology Vol 4 P 339 à 341 Vladimir S.Balisky
- ✓ Revue de gemology Mars 1981 N°66 Fluorescence des topazes /Sérvulo Folgueras Dominguez
- ✓ Revue de gemmology N° 91 Juin 1987 Topazes Bleues après traitement /Dominique Robert
- ✓ Gemologia speranza cavenago Tomo 2 piedras preciosas /Omega
- ✓ OPL a student's guide to spectroscopy by Colin H.Winter FGA,DGA, published by opl Press.
- ✓ B.Winder, B.Marler, Europeen Journal Mineralogy 9(1997)1147)
- ✓ Revue neuesyahrbuch Fur Mineralogy-Recherche sur les couleuyrs des Topazes Vol130 N° 3 P.288à302)
- ✓ Gérard Panczer source M.Gaft et Al/Journal of luminescence 102-103(2003) 349-356
- ✓ Raman microscopic study at 300 and 77 K of some pegmatite mineral from the Iveland-Evje are a, August.Agoler southern Norway. J.Theo K loprogge, Ray L. Frost

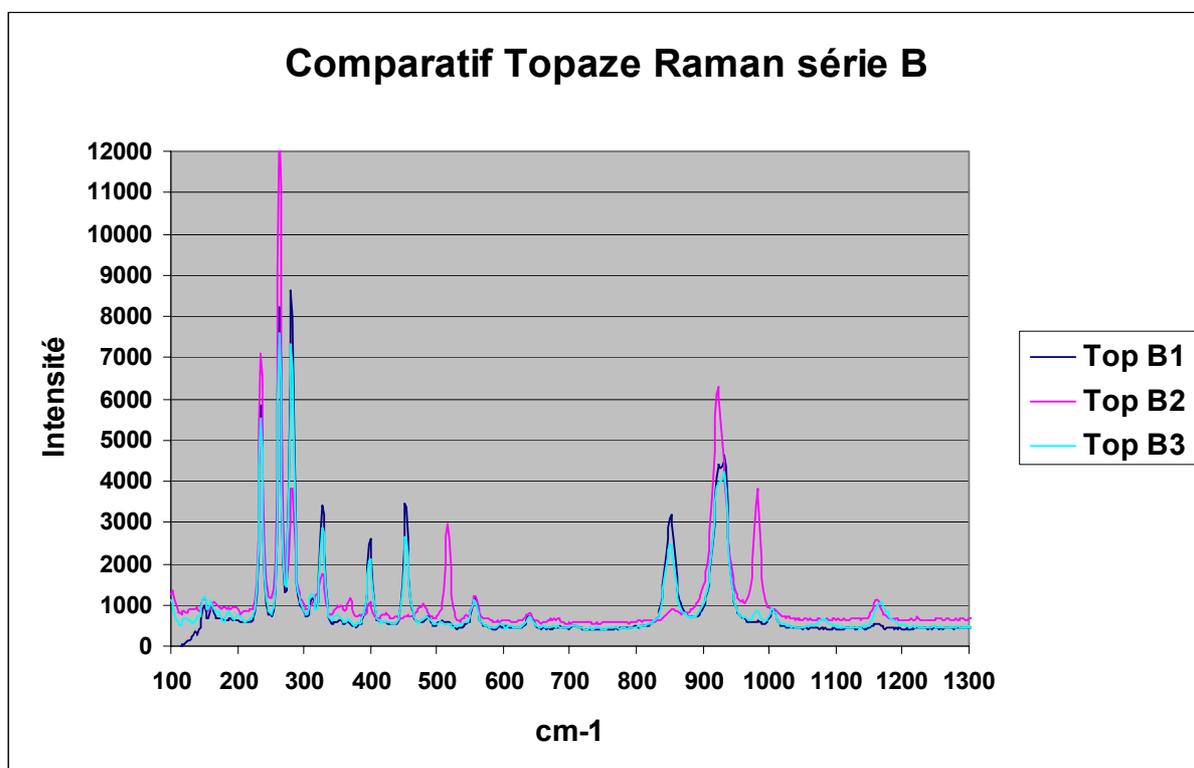
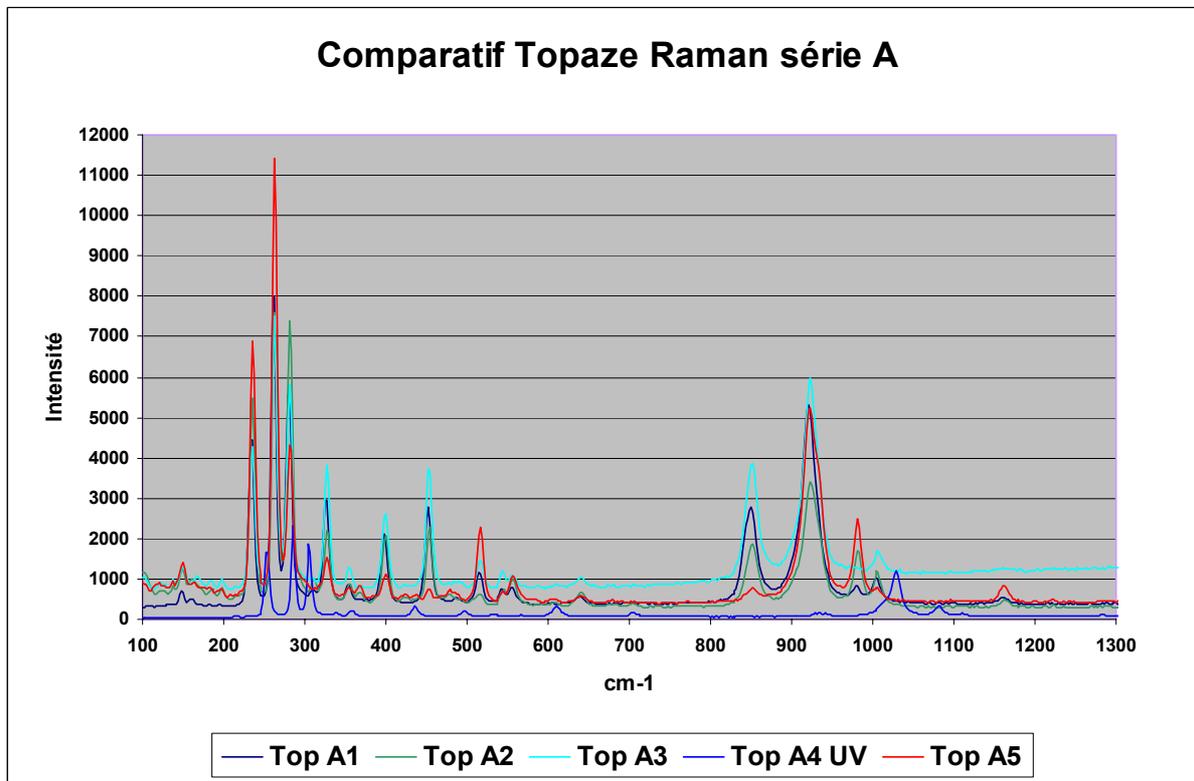
ANNEXES

DOCUMENT 1 : TABLEAU RECAPITULATIF DES TOPAZES ECHANTILLONS (provenance du Brésil)

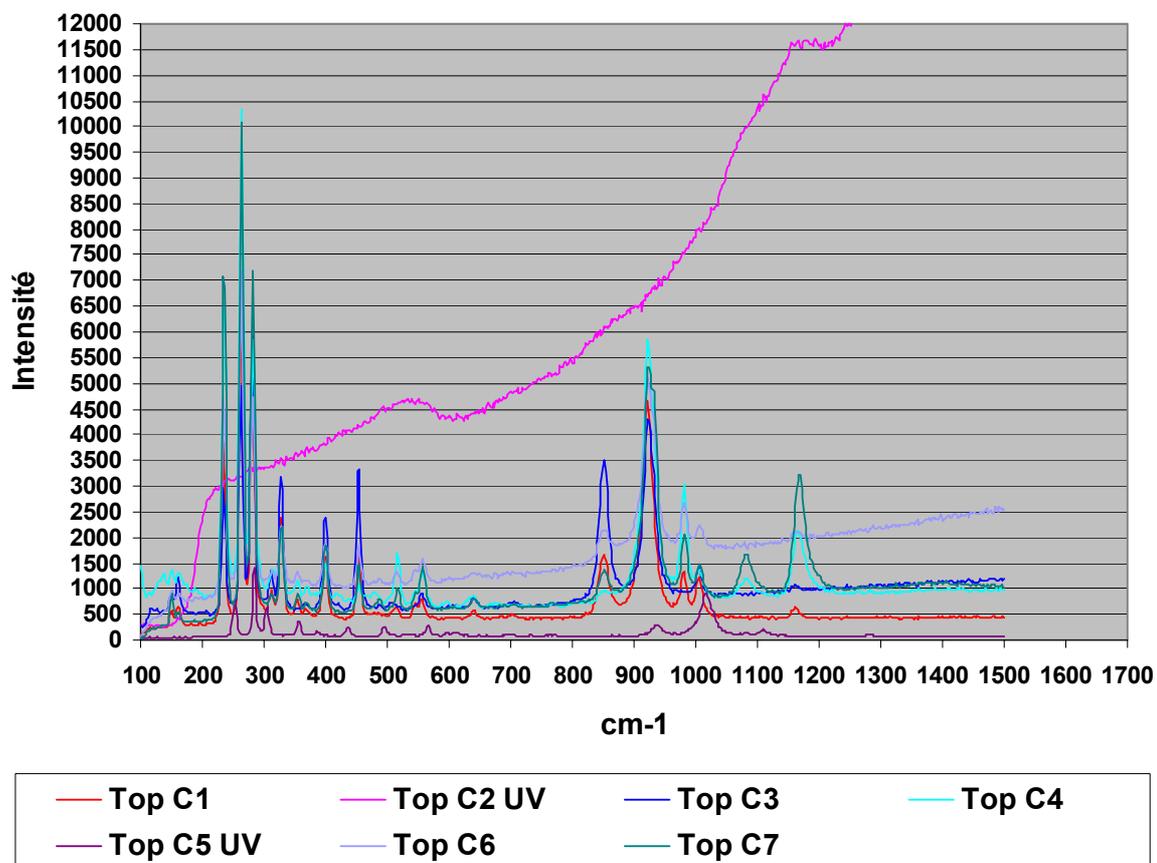
Référence échantillons	Couleur	Poids	Densité	Taille	Réaction à la lampe UV	Traitement	Observation à l'œil nu	Observation à la binoculaire
A1	TOPAZE IMPERIALE MARRON	191,16 CT	3.64	Trion	Non observée	Aucun a priori	Néant	Voile
A2	TOPAZE IMPERIALE MARRON	75,10 CT	3.64	Trion	Non observée	Aucun a priori	Néant	Aucune inclusion
A3	TOPAZE IMPERIALE MARRON	40, 90 CT	3.64	Ronde	Non observée	Aucun a priori	Néant	Aucune inclusion
A4	TOPAZE IMPERIALE MARRON	13, 50 CT	3.61	Poire	Non observée	Aucun a priori	Néant	Aucune inclusion
A5	TOPAZE IMPERIALE MARRON	16, 05 CT	3.64	Trion	Non observée	Aucun a priori	Néant	Aucune inclusion
B1	TOPAZE INCOLORE	96, 90 CT	3,53	Poire	Non observée	Aucun a priori	Néant	Aucune inclusion
B2	TOPAZE INCOLORE	60, 95 CT	3,53	Ovale	Non observée	Aucun a priori	Néant	Aucune inclusion
B3	TOPAZE INCOLORE	24, 40 CT	3,53	Poire	Non observée	Aucun a priori	Néant	Aucune inclusion
C1	TOPAZE BLEUE	112, 15 CT	3.64	Poire	Non observée	Topaze incolore Chauffée	Néant	Aucune inclusion
C2	TOPAZE BLEUE LONDON	24, 05 CT	3.58	Ovale	Non observée	Topaze incolore chauffée + Irradiée	Néant	Aucune inclusion
C3	TOPAZE BLEUE	21, 06 CT	3.54	Ovale	Non observée	Topaze incolore Chauffée	Néant	Aucune inclusion
C4	TOPAZE BLEUE	10, 45 CT	3.54	Coussin	Non observée	Topaze incolore chauffée + Irradiée	Néant	Aucune inclusion
C5	TOPAZE BLEUE	7, 75 CT	3.78	Marquise	Non observée	Topaze incolore Chauffée	Néant	Aucune inclusion
C6	TOPAZE BLEUE	15, 55 CT	3.53	Poire	Non observée	Topaze incolore Chauffée	Néant	Inclusions de MICA
C7	TOPAZE BLEUE	10, 45 CT	3.56	Trion	Non observée	Topaze incolore chauffée + Irradiée	Néant	Aucune inclusion

Référence échantillons	Couleur	Poids	Densité	Taille	Réaction à la lampe UV	Traitement	Observation à l'œil nu	Observation à la binoculaire
D1	TOPAZE ROSE	61, 65 CT	3.60	Poire	Inerte	Culasse enrobée	Néant	Bulle d'air culasse usure sur les arrêtes du revêtement
D2	TOPAZE ROSE	29 CT	3.58	Ovale	Inerte	Culasse enrobée	Néant	Petites bulles d'air dans le revêtement de la culasse
D4	TOPAZE ROSE	9, 24 CT	3,6	Trion	Inerte	Culasse enrobée	Néant	Petites bulles d'air dans le revêtement de la culasse
D5	TOPAZE ROSE	7, 24 CT	3,56	Ronde	Faible rose/orangée	Culasse enrobée	Néant	Petites bulles d'air dans le revêtement de la culasse
E1	TOPAZE AQUA BLUE	17, 96 CT	3,57	Ovale	Inerte	Culasse enrobée	Culasse reflets métalliques	Culasse reflets métalliques
E2	TOPAZE AQUA BLUE	12, 73 CT	3,57	Ovale	Inerte	Culasse enrobée	Culasse reflets métalliques	Culasse reflets métalliques
E3	TOPAZE AZOTIC BLEUE	7, 70 CT	3,57	Ronde	Inerte	Culasse enrobée	Culasse reflets métalliques	Culasse reflets métalliques
E4	TOPAZE AZOTIC VERTE	2, 45 CT	3,6	Ovale	Inerte	Culasse enrobée	Culasse reflets métalliques	Culasse reflets métalliques
F1	TOPAZE MYSTIC	4, 04 CT	3,57	Ovale	Inerte	Culasse enrobée	Culasse reflets métalliques	Culasse reflets métalliques
F3	TOPAZE AZOTIC ROSE	5, 92 CT	3,58	Ronde	Inerte	Culasse enrobée	Culasse reflets métalliques	Culasse reflets métalliques +trou blanc non recouvert à la pointe de la culasse
F4	TOPAZE AZOTIC ROSE	8, 18 CT	3,58	Ovale	Devient violette onde longue 366 nm	Culasse enrobée	Culasse reflets métalliques	Culasse reflets métalliques +petites bulles d'air dans le revêtement de la culasse
G1	TOPAZE VIOLETTE	10, 61 CT	3,56	Ovale	Inerte	Culasse enrobée	Néant	Petites bulles d'air dans le revêtement de la culasse
G2	TOPAZE VIOLETTE	5, 15 CT	3,6	Ovale	Inerte	Culasse enrobée	Néant	Petites bulles d'air dans le revêtement de la culasse
H1	TOPAZE VERTE	6, 47 CT	3,57	Poire	Moyenne	Culasse enrobée	Néant	Bulle d'air culasse usure sur les arrêtes du revêtement
H2	TOPAZE VERTE	5, 19 CT	3,6	Trion	Inerte	Culasse enrobée	Néant	Petites bulles d'air dans le revêtement de la culasse

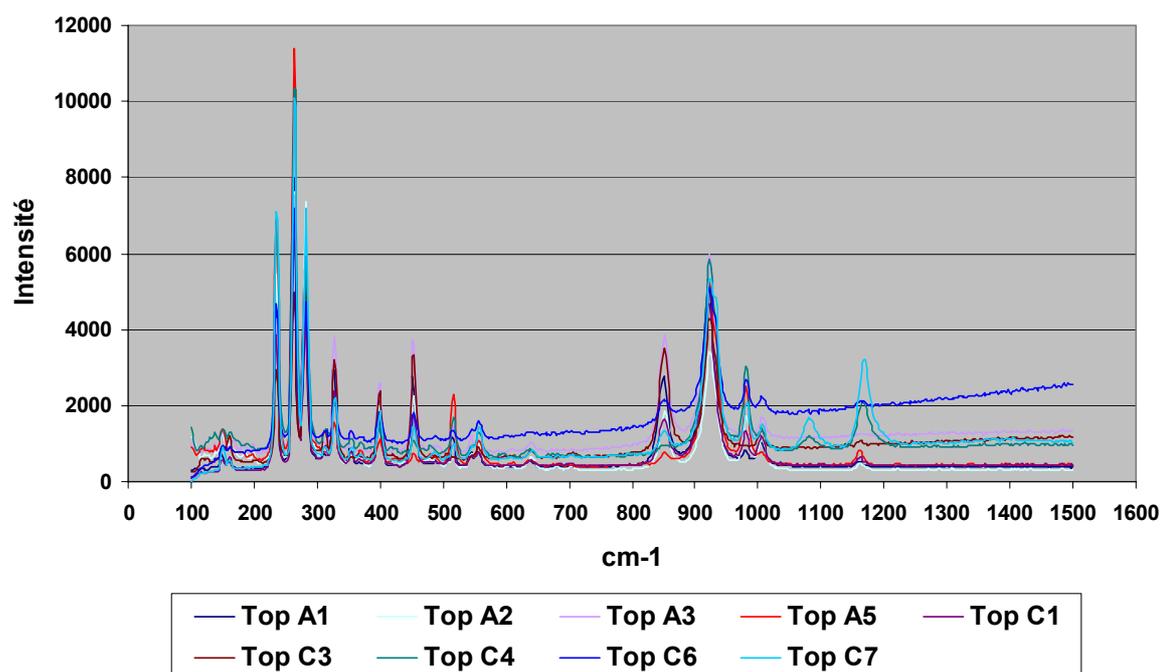
DOCUMENT 2 : COMPARATIFS RAMAN DES TOPAZES ECHANTILLONS PAR SERIE



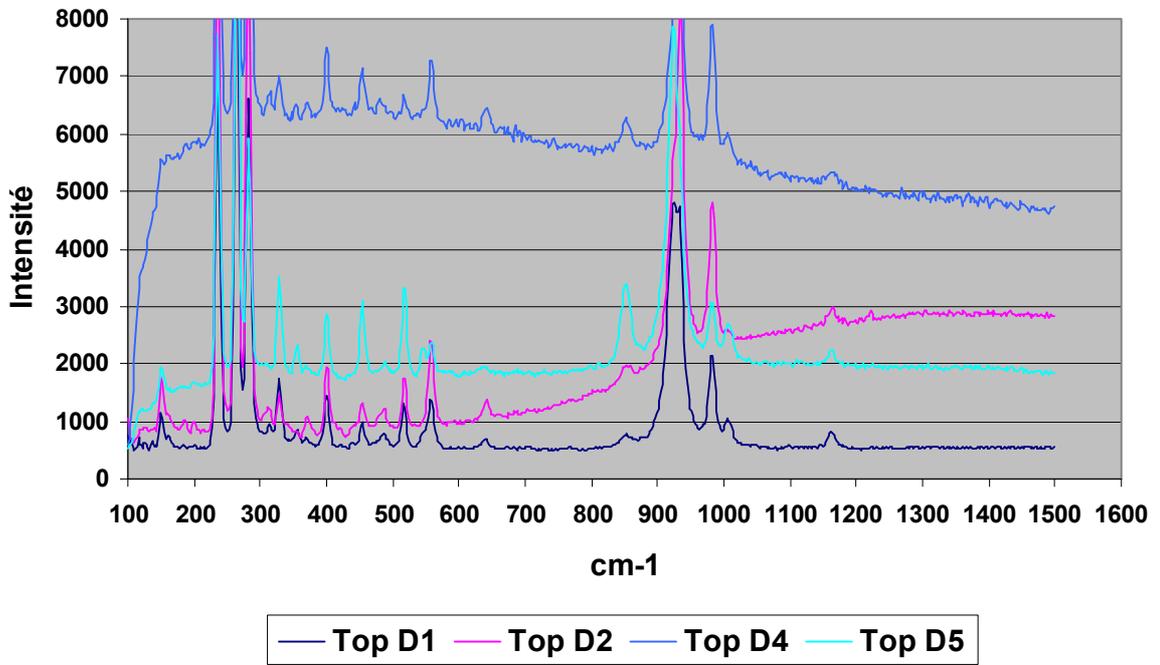
Comparatif Topaz Raman série C



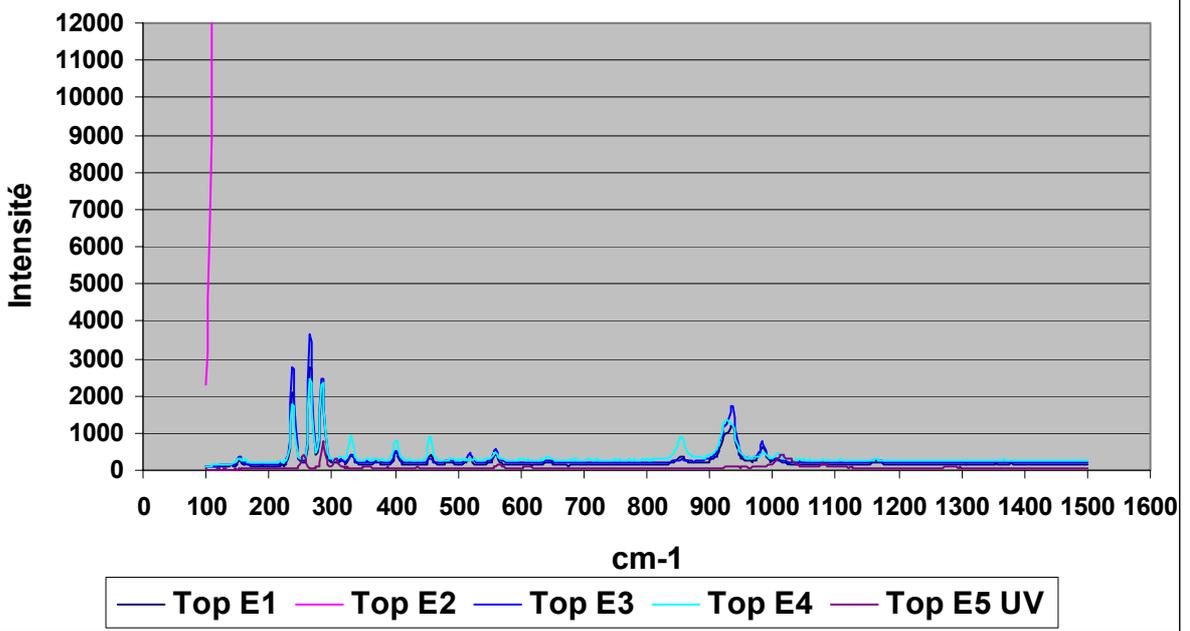
Comparatif Topaze Raman séries A et C



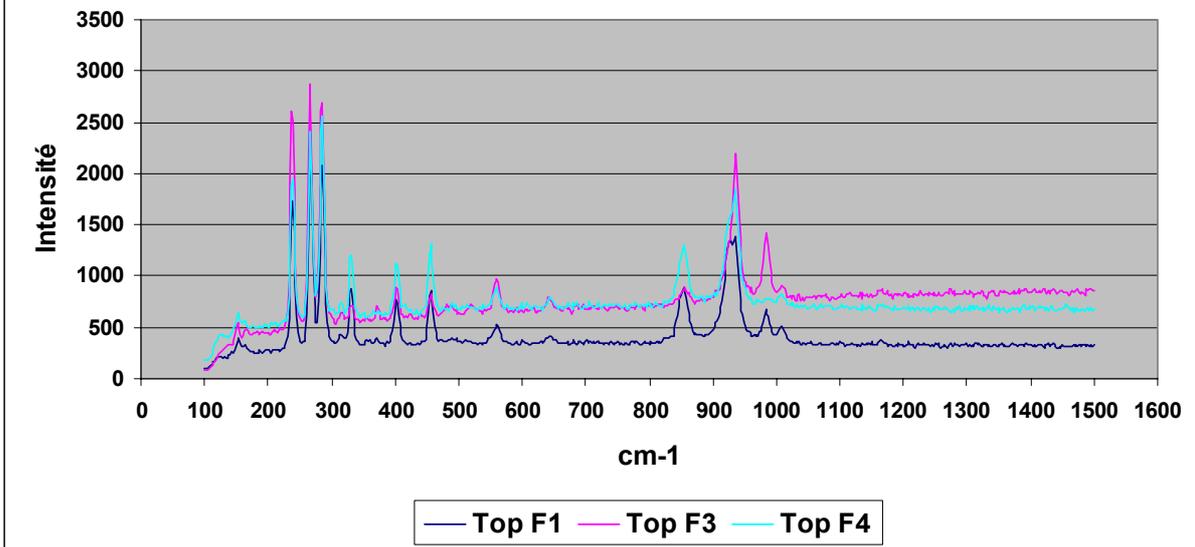
Comparatif Topaze Raman série D



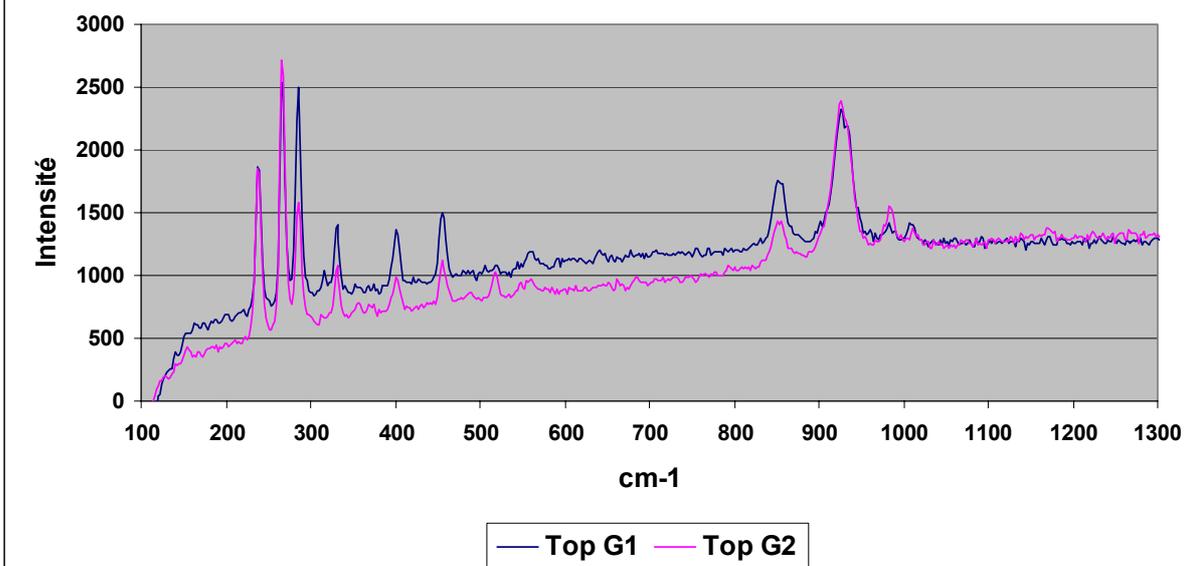
Comparatif Topaze Raman série E



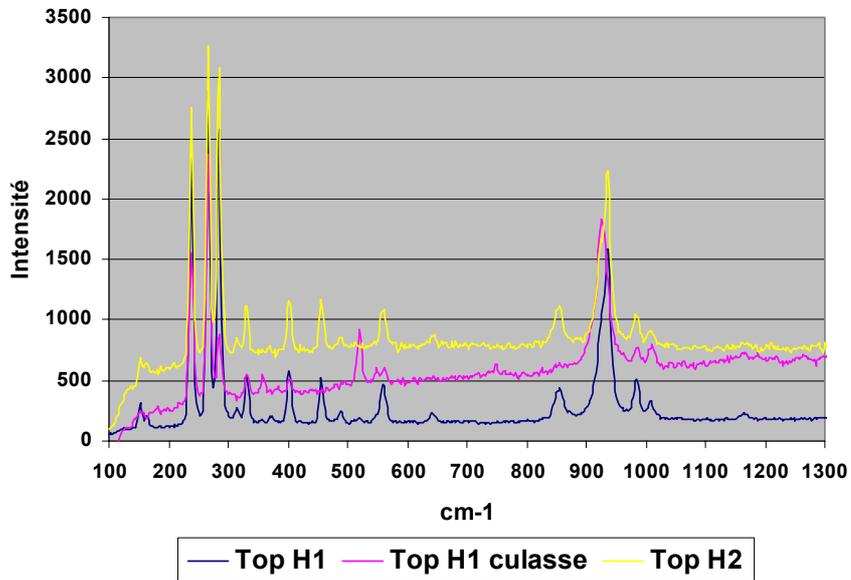
Comparatif Topaze Raman série F



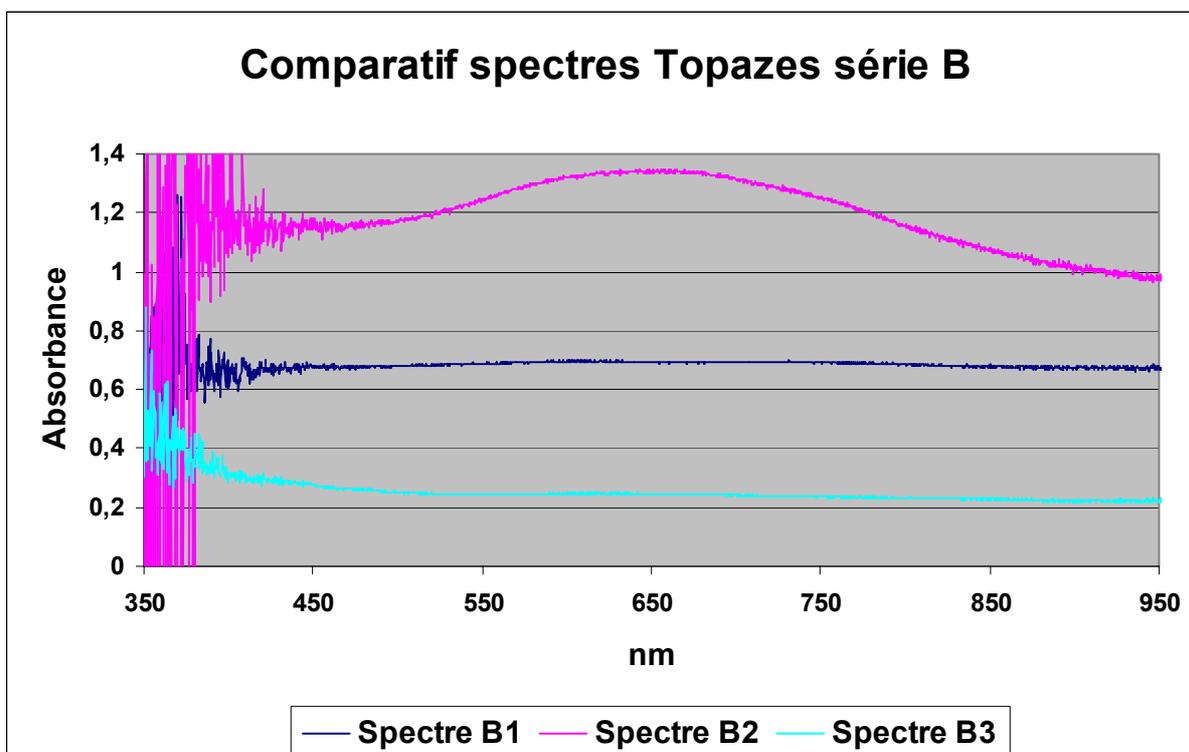
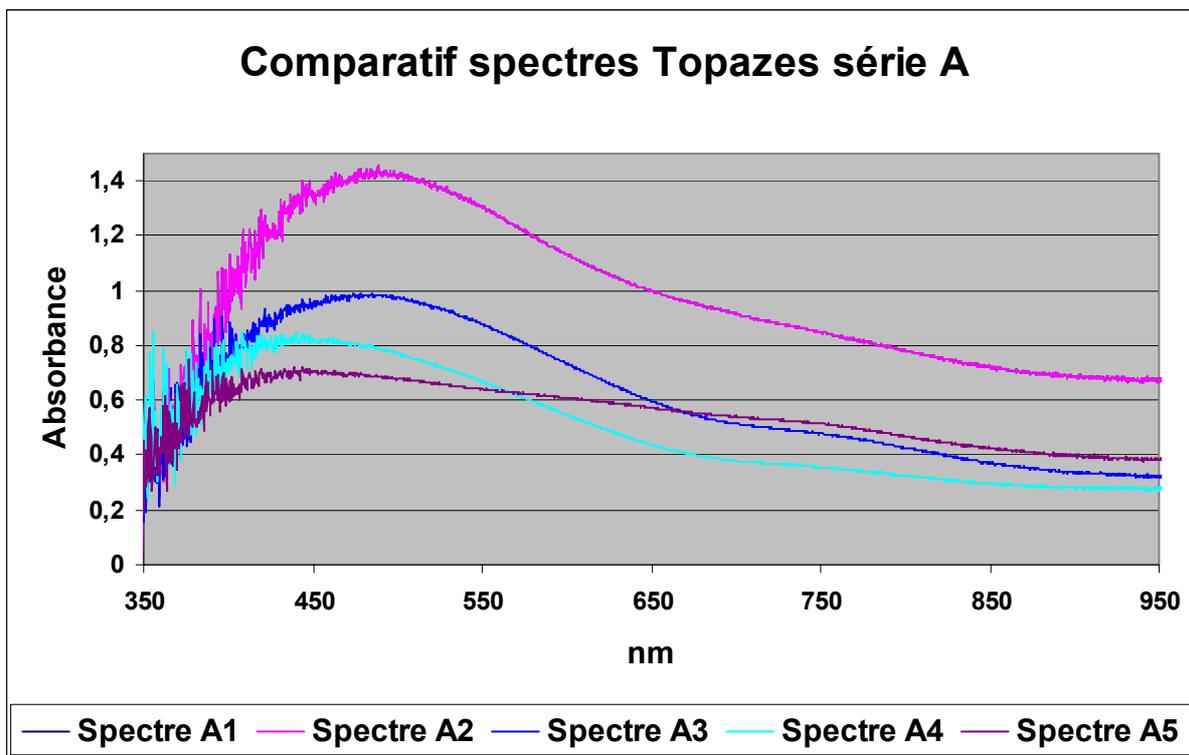
Comparatif Topaze Raman série G



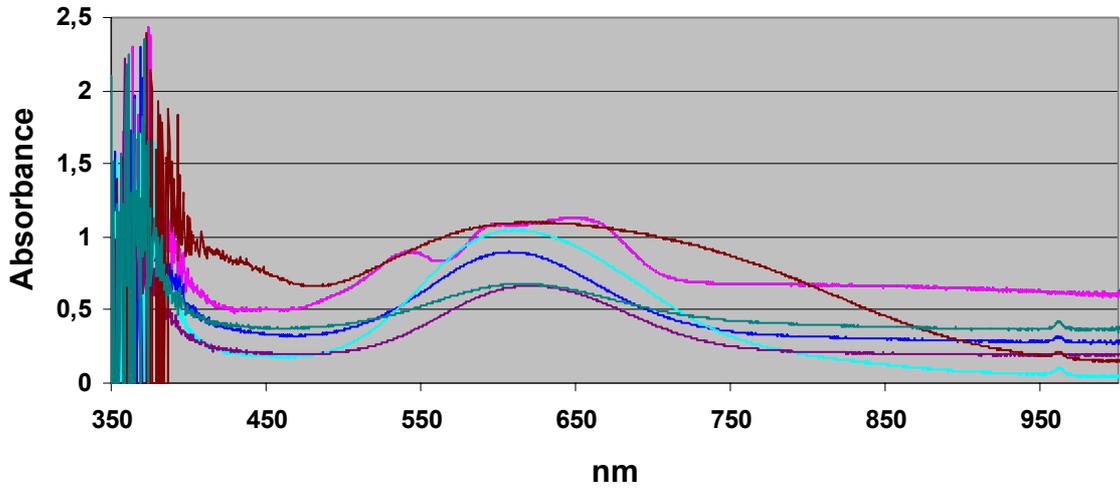
Comparatif Topaze Raman série H



DOCUMENT 3 : COMPARATIFS DES SPECTRES D'ABSORBANCE DES TOPAZES ECHANTILLONS PAR SERIE

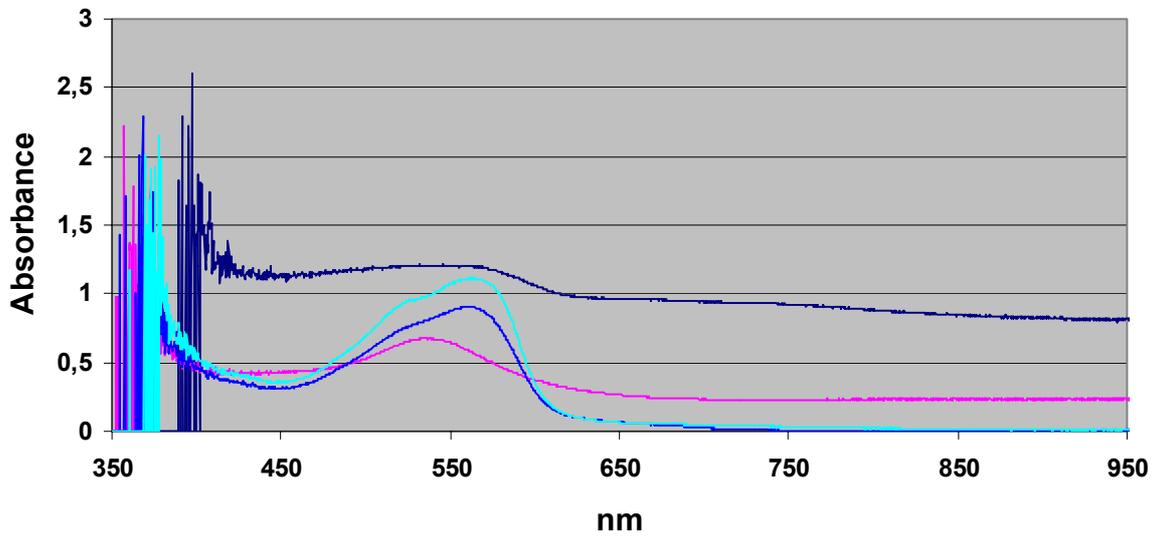


Comparatif spectres Topazes série C



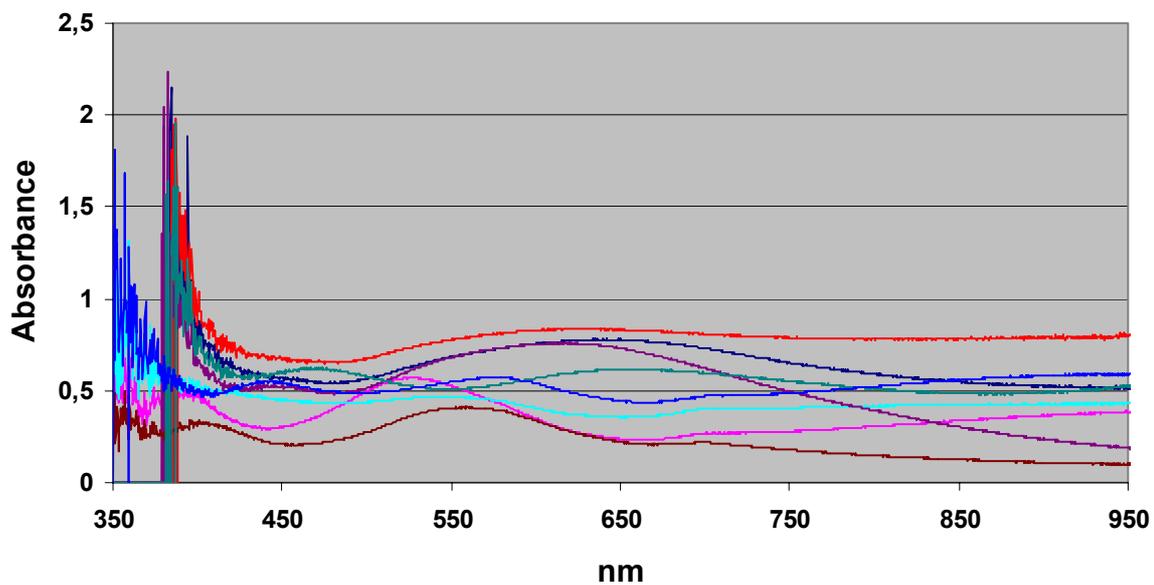
— Spectre C1 — Spectre C2 — Spectre C3 — Spectre C4
— Spectre C5 — Spectre C6 — Spectre C7

Comparatif spectres Topazes série D



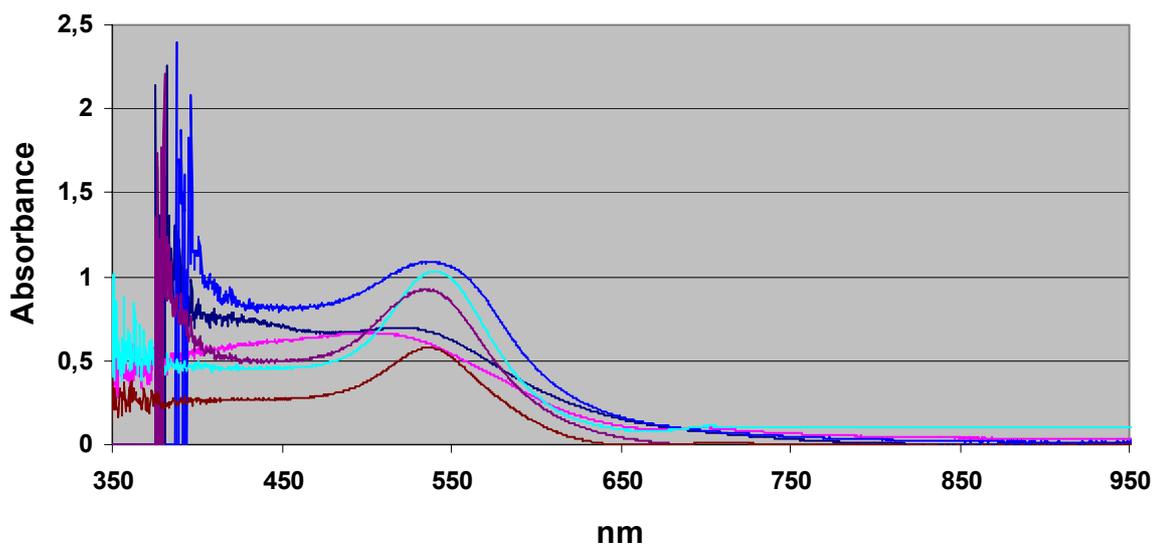
— Spectre D1 — Spectre D2 — Spectre D4 — Spectre D5

Comparatif spectres Topazes série E



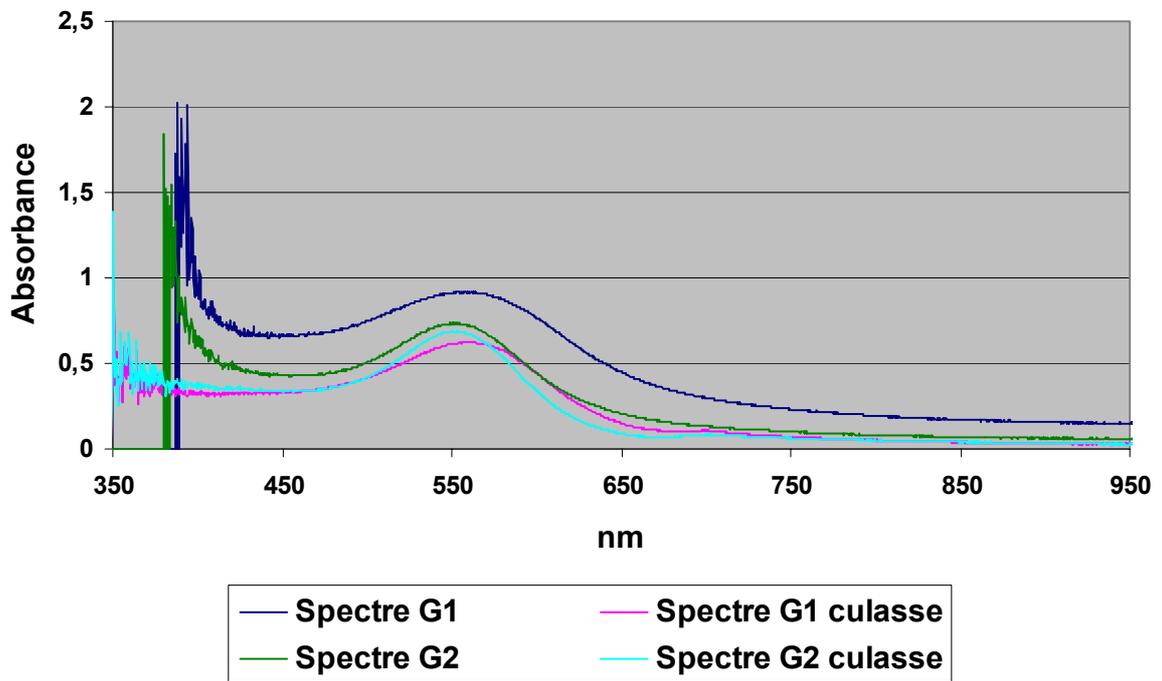
- | | |
|--------------------|----------------------------|
| — Spectre série E1 | — Spectre série E1 culasse |
| — Spectre série E2 | — Spectre série E2 culasse |
| — Spectre série E3 | — Spectre série E3 culasse |
| — Spectre série E4 | — Spectre série E4 culasse |

Comparatif spectres Topazes série F

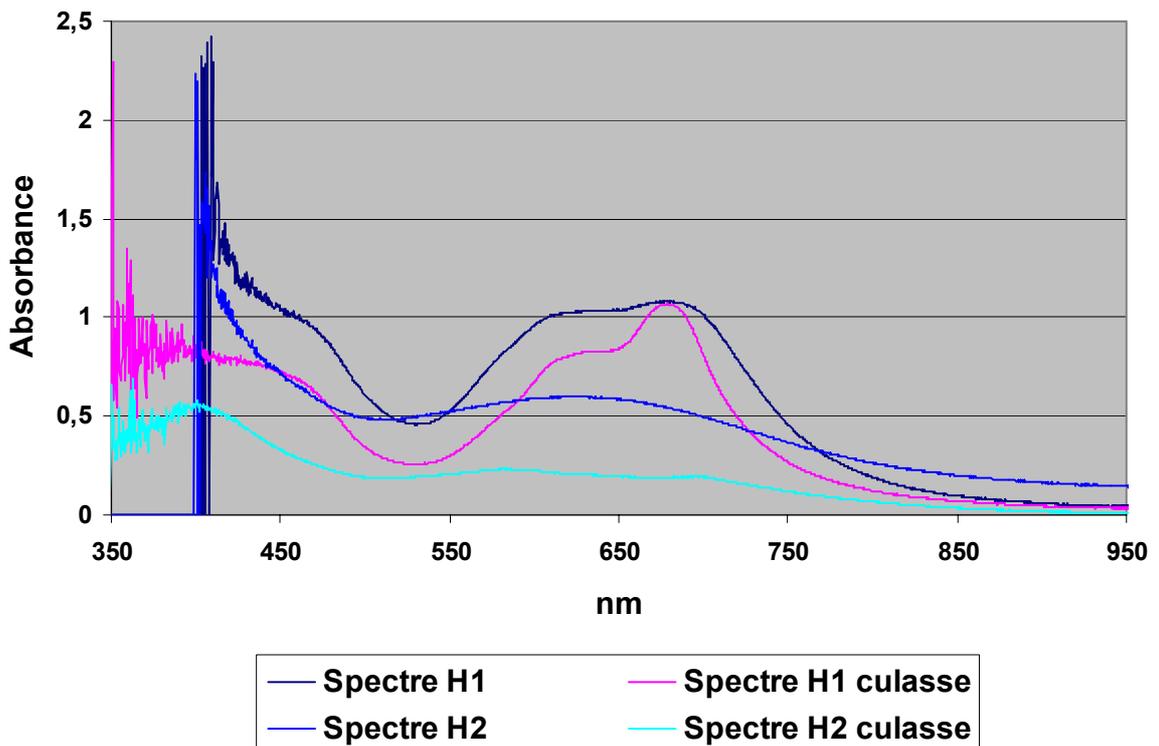


- | | | |
|----------------------|----------------------|----------------------|
| — Spectre F1 | — Spectre F1 culasse | — Spectre F3 |
| — Spectre F3 culasse | — Spectre F4 | — Spectre F4 culasse |

Comparatif spectres Topazes série G



Comparatif spectre série H

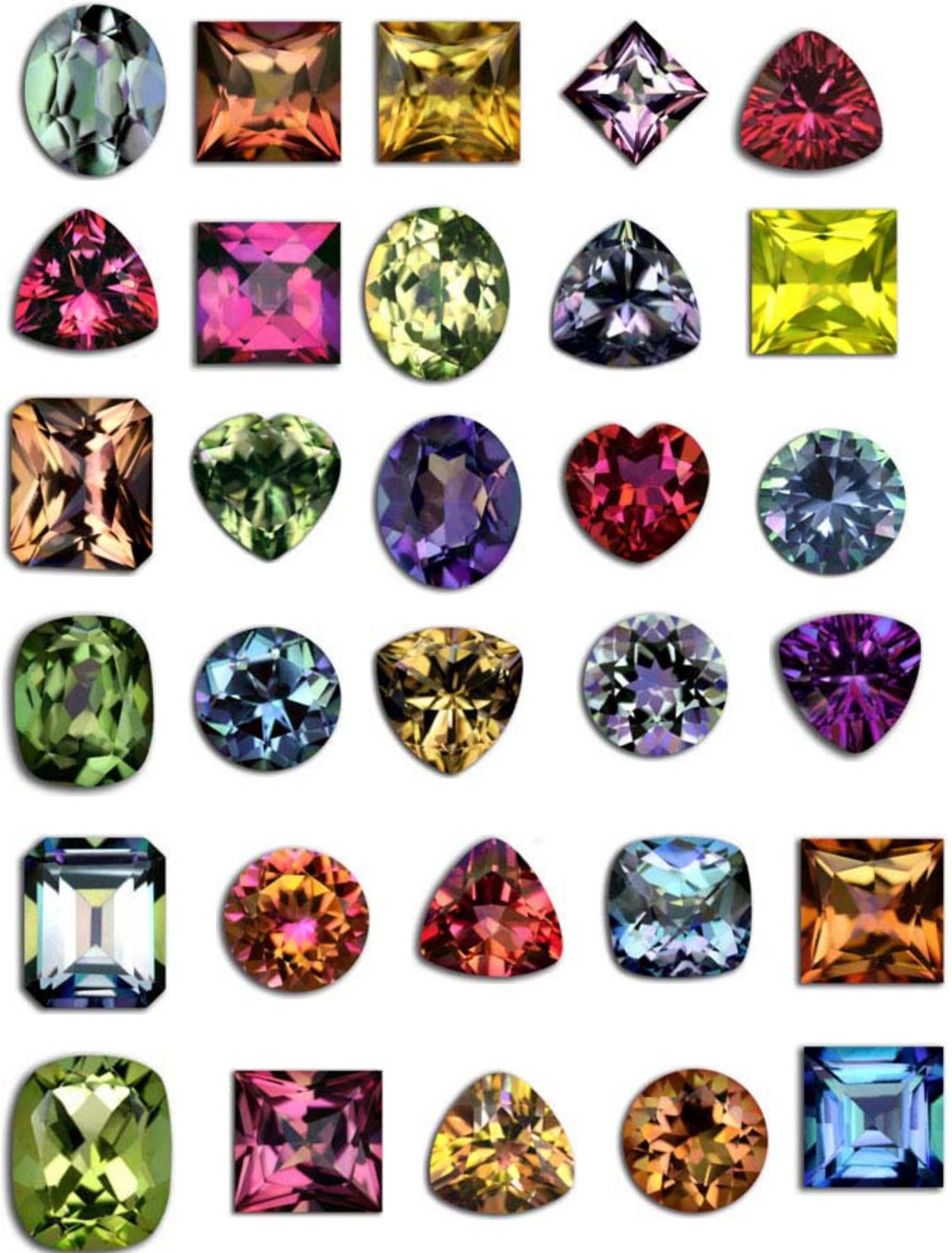


DOCUMENT 4 : INTERPRETATION BANDES RAMAN DES TOPAZES ECHANTILLONS

<i>Interprétation bandes Raman</i>	PICS (cm-1)	A1	A2	A3	A4*	A5	B1	B2	B3	C1	C2*	C3	C4	C5*	C6	C7	D1	D2	D3	D4
	150															150		150		
	234	234	234	234	239	234	234	234	234	234			234	237	234	234	234	234	234	232
	268	262	262	262	266	262	262	262	262	262			262	266	262	262	262	260	260	260
n2 symmetric, bending,scissor O-Si-O	287	281	281	281	284	283	283	283	281	281			283	284	283	283	283	281	277	
	314																			
	334	327	329	327			327		327	329		327	329	331	329	329	329	329	329	329
	361																			
	370																			
	380																			
	402	397	399	399	409		399		399	399		399		402	401	399	401	401	401	401
n1 symmetric,stretching Si-O (IR)	461	452	454	454			454		454	454		454		458	456	454				454
n1 symmetric,stretching Si-O (IR)	486																			
	520					516		516					518	520	560		518	518		
	541																			
n4 anti-symmetric, bending, de formation Si-O-Si	560				563		558		558							558	558	558	558	558
	643																			
	843																			
n3 anti-symmetric,stretching Si-O	854	852	852	852					852	854		852		857	856	856				
	914																			
n1 symmetric,stretching Si-O	925	922	924	922		922		922		922		924	922	927	922	924				922
n3 anti-symmetric,stretching Si-O	935				938		932		932								932	932		
n3 anti-symmetric,stretching Si-O	980		983		987	981		981		983			983		983	985	983	983		983
n3 anti-symmetric,stretching Si-O	1000									1007										
nbendingO-H?	1079															1085				
nin-plane bending OH	1160												1168			1170				
											1494									
<i>ECHANTILLON * / BANDES RAMAN OBTENUES PAR EXITATION UV.</i>																				

Interprétation bandes Raman	PICS (cm-1)	E1	E2	E3	E4	F1	F3	F4	G1	G2	H1	H1C	H2
	150							154					
	234	236	238	238	236	238 EP 242	236	238	238	238	238	238	238
	268	262	266	264	264	266	264	266	264	264	266	266	266
n2 symmetric, bending, scissor O-Si-O	287	283	285	285	233 EP 285	285	285	285	285	285	285	285	285
	314												
	334	329		335	331	331		331	331	331	331		331
	361												
	370												
	380												
	402	401		401	403	403	403	403	403	403	401		403
n1 symmetric, stretching Si-O (IR)	461	454			456	456	456	456	458	456	456		456
n1 symmetric, stretching Si-O (IR)	486												
	520	518		522						520		520	
	541												
n4 anti-symmetric, bending, de formation Si-O-Si	560			562			560	562			560	564	562
	643						647						
	843												
n3 anti-symmetric, stretching Si-O	854	856			856	856	856	856	858	856	856		858
	914												
n1 symmetric, stretching Si-O	925	924			922 EP928				928	928		928	928EP
n3 anti-symmetric, stretching Si-O	935		936	936	936	934	936	634	934		936		936
n3 anti-symmetric, stretching Si-O	980	985		987		985	985			985	985		987
n3 anti-symmetric, stretching Si-O	1000	1000											
nbending O-H?	1079												
nin-plane bending OH	1160												
<i>ECHANTILLON * / BANDES RAMAN OBTENUES PAR EXITATION UV.</i>													

DOCUMENT 5 : PALETTE DE COULEURS DE LA TOPAZE AZOTIC (non exhaustif)



**DOCUMENT 6 : DÉCRET DU 14 JANVIER 2002 RELATIF A L'APPELATION
"PIERRES FINES" et "PIERRES PRECIEUSES"**



Legifrance.gouv.fr
LE SERVICE PUBLIC DE LA DIFFUSION DU DROIT

Mardi 25 mai 2004

J.O n° 13 du 16 janvier 2002 page 872

**Décrets, arrêtés, circulaires
Textes généraux
Ministère de l'économie, des finances et de l'industrie**

Décret n° 2002-65 du 14 janvier 2002 relatif au commerce des pierres gemmes et des perles

NOR: ECOC0100138D

Le Premier ministre,

Sur le rapport du ministre de l'économie, des finances et de l'industrie et de la garde des sceaux, ministre de la justice,

Vu la directive 98/34/CE du Parlement européen et du Conseil du 22 juin 1998 prévoyant une procédure d'information dans le domaine des normes et réglementations techniques et des règles relatives aux services de la société de l'information, et notamment la notification n° 99/0233/F du 10 mai 1999 à la Commission des Communautés européennes ;

Vu le code de la consommation, notamment ses articles L. 214-1 et L. 214-2 ;

Vu le code des douanes, notamment son article 38 ;

Le Conseil d'Etat (section des finances) entendu,

Décrète :

Article 1

Les dispositions du présent décret s'appliquent aux matières et produits suivants :

- pierres gemmes formées dans des gîtes naturels ;
- pierres synthétiques, pierres artificielles et imitations de pierres gemmes ;

- matières organiques d'origine végétale ou animale, traditionnellement utilisées en joaillerie ;
- perles fines ;
- perles de culture ;
- imitations de perles fines et de perles de culture,

quels que soient leur origine, leur provenance et l'emploi auxquels ils sont destinés.

Article 2

Est complétée par la mention « traité » ou par l'indication du traitement, sous réserve des exceptions prévues à l'article 3 ci-après, la dénomination des pierres gemmes, matières organiques, perles de culture et perles fines qui ont subi, selon le cas, un traitement par irradiation, par laser, par colorant, par diffusion en surface, par emplissage, éventuellement à titre de résidu d'un traitement thermique, de matières étrangères incolores solidifiées dans les cavités^S extérieures qui présentent des ruptures de réflexion visibles à la loupe de grossissement 10 fois, ou par toute autre méthode de laboratoire modifiant leur apparence, leur couleur ou leur pureté.

Article 3

L'apposition de la mention « traité » ou l'indication du traitement n'est pas obligatoire pour les pierres gemmes, matières organiques, perles fines et perles de culture ayant subi les pratiques lapidaires traditionnelles suivantes :

- une imprégnation par une substance incolore fluide ;
- un traitement thermique, sous réserve que les éventuels résidus de chauffage en surface ne provoquent pas de rupture de réflexion visible à la loupe de grossissement 10 fois ;
- un blanchiment sans adjonction de produits colorants ou de vernis.

Article 4

Les qualificatifs suivants complètent respectivement la dénomination des matières et produits mentionnés ci-dessous :

- « reconstituée » pour les pierres obtenues par fusion partielle, par agglomération ou frittage de matières naturelles pour former un tout cohérent ;
- « composite » pour les pierres qui sont des corps cristallisés ou amorphes composés de deux ou plusieurs parties assemblées non par la nature mais par collage ou par tout autre procédé. Leurs composants sont soit des pierres naturelles, soit des pierres synthétiques, soit des produits chimiques ;
- « synthétique » pour les pierres qui sont des produits cristallisés ou recristallisés dont la fabrication provoquée totalement ou partiellement par l'homme a été obtenue par divers procédés, quels qu'ils soient, et dont les propriétés physiques, chimiques et la structure cristalline correspondent pour l'essentiel à celles des pierres naturelles qu'elles copient ;
- « artificiel » pour les produits cristallisés sans équivalent naturel connu ;
- « d'imitation » pour les produits artificiels qui imitent l'effet, la couleur et l'apparence des pierres naturelles ou des matières organiques, ou d'autres produits artificiels, sans en posséder les propriétés chimiques ou les propriétés physiques ou la structure cristalline.

L'emploi des termes : « élevé », « cultivé », « de culture », « vrai », « précieux », « fin », « véritable », « naturel » est interdit pour désigner les produits énumérés au présent article.

Article 5

L'emploi des termes : « semi-précieux » et « semi-fins » est interdit pour désigner toutes les matières et produits mentionnés à l'article 1er.

Article 6

Les termes : « perle » ou « perle fine » sont réservés à des concrétions naturelles secrétées accidentellement, sans aucune intervention humaine, à l'intérieur de mollusques sauvages.

Article 7

Sont dénommées « perles de culture » les perles dont la formation dans un mollusque vivant est provoquée artificiellement par l'intervention de l'homme, par quelque moyen que ce soit.

Ces perles de culture sont dites « perles de culture sciées 3/4 ou sciées 1/2 », selon leurs formes, lorsqu'elles ont été sciées ou meulées.

Elles sont dénommées « perles de culture composées » lorsqu'elles résultent de l'assemblage par l'homme de la partie supérieure d'une perle de culture avec une ou plusieurs parties inférieures de même nature ou de toute autre matière.

Article 8

Sont dénommées « perles d'imitation » :

- les perles entièrement ou partiellement fabriquées par l'homme, copiant l'apparence, la couleur et l'effet des perles naturelles ou de culture mais ne possédant pas leurs propriétés physiques ou chimiques ou leur structure cristalline, même si des matières naturelles ont été utilisées ;

- les perles de culture traitées par dépôt d'un enduit quelconque à la surface, notamment d'un vernis plastique ;

- les produits ressemblant à une perle dont les couches extérieures ne sont pas entièrement le résultat d'une sécrétion naturelle intervenue à l'intérieur du mollusque producteur.

Article 9

Il est interdit d'importer, de détenir en vue de la vente, de mettre en vente, de vendre ou de distribuer à titre gratuit les matières et produits mentionnés à l'article 1er sous une dénomination autre que celle prévue aux articles 2 à 8 du présent décret.

Cette dénomination est indiquée sur les étiquettes accompagnant le produit et sur tout document commercial ou publicitaire s'y référant.

Article 10

Pour les produits mentionnés à l'article 2, une fiche d'information décrivant les traitements appliqués, autres que les pratiques mentionnées à l'article 3, leurs effets et les précautions à prendre dans l'entretien de la pierre, de la matière organique ou de la perle est mise à disposition du consommateur préalablement à la vente, puis lui est remise avec la facture.

Pour les produits mentionnés à l'article 3, les consommateurs sont informés, par affichage sur les lieux de vente, que certaines pierres gemmes ont pu faire l'objet de pratiques lapidaires traditionnelles, par utilisation de fluides incolores et chauffage, et que les perles ont pu faire l'objet d'un blanchiment. Cet affichage doit être parfaitement lisible de l'endroit où la clientèle est habituellement reçue. Lorsque ces produits sont proposés au consommateur selon une technique de communication à distance, la même information figure sur l'offre de contrat de vente à distance.

Article 11

Les dispositions du présent décret ne s'opposent pas à la mise sur le marché en France des produits légalement fabriqués et commercialisés dans un autre Etat membre de l'Union européenne ou de l'Espace économique européen qui assure un degré de protection et d'information du consommateur équivalent à celui du présent décret.

Article 12

Le décret n° 68-1089 du 29 novembre 1968 portant règlement d'administration publique pour l'application de la loi du 1er août 1905 modifiée sur la répression des fraudes et des falsifications en ce qui concerne le commerce des pierres précieuses et des perles est abrogé.

Article 13

Le présent décret entrera en vigueur le 1er février 2002.

Article 14

Le ministre de l'économie, des finances et de l'industrie, la garde des sceaux, ministre de la justice, la secrétaire d'Etat

au budget, le secrétaire d'Etat aux petites et moyennes entreprises, au commerce, à l'artisanat et à la consommation et le secrétaire d'Etat à l'industrie sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent décret, qui sera publié au Journal officiel de la République française.

Fait à Paris, le 14 janvier 2002.

Lionel Jospin

Par le Premier ministre :

Le ministre de l'économie,
des finances et de l'industrie,

Laurent Fabius

La garde des sceaux, ministre de la justice,

Marylise Lebranchu

La secrétaire d'Etat au budget,

Florence Parly

Le secrétaire d'Etat

aux petites et moyennes entreprises,

au commerce, à l'artisanat

et à la consommation,

François Patriat

Le secrétaire d'Etat à l'industrie,

Christian Pierret

DOCUMENT 7 : COPIE DE BREVET DES TOPAZES AZOTIC

Inventors:

Starcke, Steven F. (Rochester, MN, US)
Kearnes, Ronald H. (Rochester, MN, US)
Bennet, Kevin E. (Rochester, MN, US)

Application Number:

11/561508

Publication Date:

07/12/2007

Filing Date:

11/20/2006

Assignee:

AZOTIC COATING TECHNOLOGY, INC. (921 - 37th Avenue NW, Rochester, MN, US)

Primary Class:

[63/32](#)

International Classes:

A44C17/00

Attorney, Agent or Firm:

INTELLECTUAL PROPERTY GROUP;FREDRIKSON & BYRON, P.A. (200 SOUTH SIXTH STREET, SUITE 4000, MINNEAPOLIS, MN, 55402, US)

Claims:

What is claimed is:

1. A gemstone having a body with a pavilion bearing a coating that serves as an absorber of certain visible radiation frequencies to provide color so as to impart in the gemstone a desired uniform body color that does not substantially change in hue when viewed at different angles of observation, said coating being born only on the pavilion of the gemstone, said coating including a high absorption layer of film that is highly absorptive of visible radiation such that the desired uniform body color is imparted in the gemstone.

Description:

CROSS REFERENCE TO RELATED APPLICATIONS

The present application is a continuation of U.S. application Ser. No. 11/280,009, filed Nov. 16, 2005, which is a continuation of U.S. application Ser. No. 10/288,401, filed Nov. 4, 2002, now issued as U.S. Pat. No. 6,997,014, the entire teachings of each of which are incorporated herein by reference.

FIELD OF THE INVENTION

The invention provides coatings for gemstones and other decorative objects. More particularly, this invention provides coatings that impart desirable color in gemstones and other decorative objects. The invention also provides methods for producing (e.g., depositing) coatings of this nature, methods of heat treating coated gemstones and other coated decorative objects to enhance color, as well as gemstones and other decorative objects carrying these coatings.

BACKGROUND OF THE INVENTION

The invention relates to methods of altering the appearance of decorative objects, such as gemstones, by coating the decorative objects with thin film coatings that provide color via optical absorption to improve the appearance of the objects.

A number of processes have been developed to improve the appearance of gemstones or to create simulated gemstones. For example, methods of diffusing ions into gemstones (e.g., diffusing ions of titanium and/or iron into sapphire, or diffusing ions of cobalt into topaz) have been disclosed. These diffusion methods, however, traditionally have been limited to specific ions and specific substrates. Moreover, diffusion methods typically involve extremely high temperature, which frequently causes breakage or damage of the gemstones. Diffusion methods characteristically cause the added ions to become part of the crystal surface with no distinct boundary. In fact, diffusion methods commonly leave a gradient of ion concentration in the substrate (e.g., in a gemstone). Diffusion methods typically require long processing times, commonly more than a day. Reference is made to U.S. Pat. Nos. 2,690,630 and 4,039,726.

Nuclear radiation has been used to produce color centers in gemstones, giving a body color that in some cases can be improved with heat treatment. Cyclotrons and neutron bombardment are routinely used to impart blue color in colorless topaz. This method does not involve coating the stone. Rather, it produces color centers throughout the stone. A disadvantage of this method is the requirement for a "cooling off" period to allow the topaz to radioactively decay to a safe level. Traditionally, it has only been possible to obtain shades of blue with this method. Impurities in the gemstone (and the nuclear process used) determine the particular shade of blue that is obtained. Thus, it is difficult to obtain a consistent color on any given lot of gemstones.

Rhinestones and Carnival Glass have reflective coatings layered on one or more surfaces of a clear substrate. The coating is usually silver or some other highly reflective material utilized to apply a mirror coating (usually silver or aluminum) onto the back (e.g., the pavilion) of a faceted glass gem. In such a coating, substantially all of the light is reflected without passing through the coating. U.S. Pat. No. 3,039,280 is representative.

Commonly-assigned U.S. Pat. No. 5,853,826, issued to Starcke et al., discloses desirable coatings for enhancing the optical properties of a decorative object, such as a gemstone. The coatings impart in the decorative object a desirable colored appearance, wherein the color of light reflected from the decorative object to a viewer changes with angle of observation.

Tavelite™ is a product produced by depositing thin multiple layers on a transparent substrate to produce an interference effect. The coating is believed to be deposited, at least in some cases, through a process that involves high temperatures. When gemstones are coated at high temperatures, considerable breakage can occur.

U.S. Pat. No. 6,197,428, issued to Rogers, assigned to Deposition Sciences, Inc., is believed to disclose the coatings and deposition methods that are used for some of the Tavelite™ products. The Rogers patent teaches an optical interference coating that is applied over substantially the entire surface of a gemstone. The coating comprises alternating layers of materials with relatively high and low refractive indices. The coating is said to be composed of materials that are substantially free of absorption of light (i.e., visible radiation). In particular, the optical interference coating is said to impart in the coated gemstone perceived color that is dependent on the angle of incidence and the relative positions of the object and the viewer.

Layered coatings on a surface of a gemstone have been provided to increase the "fire" of the stone. These techniques involve a first coating of a highly refractive material, with respect to the gemstone's index of refraction, followed by a second coating of a different highly refractive material. The layers are designed so that the light reflected at each interface of each layer causes an optical interference effect. Coatings of this nature are described, for example, in U.S. Pat. No. 3,490,250.

Aqua-aura™, a product of Vision Industries, is a surface treatment providing a single moderately saturated color. The surface treatment is proprietary, but is believed to involve a gold-based coating that is deposited by spraying at high temperatures. The Aqua-aura stones have a metallic sheen and a substantial dichroic appearance. For many applications, it is desirable to provide coated stones that do not have a dichroic appearance, as stones of this nature have a particularly natural appearance.

Atmospheric pressure chemical vapor deposition has been used to deposit films of titanium oxide by thermal decomposition of a titanium compound (usually $TiCl_4$) in air.

Colored lacquers have been painted onto the pavilion of gemstones to give the stones a colored appearance. Unfortunately, these lacquers tend to have poor durability, and have been found to come off easily.

It would be desirable to provide durable coatings that can be applied at low temperature to gemstones and other decorative objects to impart in the decorative objects a body color that appears substantially constant at different angles of observation.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

FIG. 1 is a side view of a gemstone carrying a coating on its pavilion in accordance with certain embodiments of the invention;

FIG. 2 is a schematic cross-section-view of a coating in accordance with certain embodiments of the invention;

FIG. 3 is a schematic cross-sectional view of another coating in accordance with certain embodiments of the invention;

FIG. 4 is a side view of a gemstone having a coating over the entire surface of the gemstone in accordance with certain embodiments of the invention;

FIG. 5 is a side view of a gemstone carrying a coating on its crown in accordance with certain embodiments of the invention;

FIG. 6 is a side view of a gemstone carrying a coating on its girdle in accordance with certain embodiments of the invention; and

FIG. 7 is a side view of a gemstone carrying a coating that has a maximum thickness adjacent a culet of the gemstone and that becomes thinner with increasing distance from the culet in accordance with certain embodiments of the invention.

SUMMARY OF THE INVENTION

In certain embodiments, the invention provides a coated decorative object comprising a transparent or translucent substrate having a body and at least one surface bearing a sputtered coating that imparts in the substrate a desired body color that appears substantially constant at different angles of observation. The coating comprises a high absorption layer of film that is highly absorptive of visible radiation such that the desired body color is imparted in the substrate at least in part by absorption of visible radiation that is transmitted through the high absorption layer.

In certain embodiments, the invention provides a method for enhancing properties of a decorative object comprising a transparent or translucent substrate having a body and at least one surface. The method comprises coating the surface of the substrate, while maintaining the substrate at a low temperature of less than about 200 degrees Celsius, with a coating that imparts in the substrate a desired body color that appears substantially constant at different angles of observation. The coating comprises a high absorption layer of film that is highly absorptive of visible radiation such that the desired body color is imparted in the substrate at least in part by absorption of visible radiation that is transmitted through the high absorption layer.

In certain embodiments, the invention provides a method for enhancing properties of a decorative object comprising a transparent or translucent substrate. The method comprises coating a surface of the substrate while maintaining the substrate at a low temperature of less than about 200 degrees Celsius, and thereafter heat treating the coated substrate at an elevated temperature of greater than about 200 degrees Celsius but below that at which there occurs substantial diffusion of material from the coating into the substrate.

In certain embodiments, the invention provides a gemstone having a body and at least one surface bearing a sputtered coating that imparts in the gemstone a desired body color that appears substantially constant at different angles of observation. The coating comprises a high absorption layer of film that is highly absorptive of visible radiation such that the desired body color is imparted in the gemstone at least in part by absorption of visible radiation that is transmitted through the high absorption layer.

In certain embodiments, the invention provides a gemstone having a body with a pavilion bearing a coating that imparts in the gemstone a desired body color that appears substantially constant at different angles of observation. The coating is born only on the pavilion of the gemstone. The pavilion of the gemstone defines a culet and the coating has a thickness that is greatest adjacent the culet and becomes generally thinner with increasing distance from the culet. The coating includes a high absorption layer of film that is highly absorptive of visible radiation such that the desired body color is imparted in the gemstone at least in part by absorption of visible radiation that is transmitted through the high absorption layer.

In certain embodiments, the invention provides a method for enhancing properties of a gemstone. The method comprises sputter coating a surface of the gemstone while maintaining the gemstone at a low temperature of less than about 200 degrees Celsius, and thereafter heat treating the gemstone at an elevated temperature of greater than about 200 degrees Celsius but below that at which there occurs substantial diffusion of material from the coating into the gemstone.

In certain embodiments, the invention provides a method for enhancing properties of gemstones. The method comprises providing a coated gemstone having at least one surface bearing a coating, and heat treating the coated gemstone at an elevated temperature of greater than about 200 degrees Celsius but below that at which there occurs substantial diffusion of material from the coating into the gemstone.

DETAILED DESCRIPTION OF PREFERRED EMBODIMENTS

The following detailed description is to be read with reference to the drawings, in which like elements in different drawings have like reference numerals. The drawings, which are not necessarily to scale, depict selected embodiments and are not intended to limit the scope of the invention. Skilled artisans will recognize that the examples provided herein have many useful alternatives that fall within the scope of the invention.

Various materials have inherent color and reflectivity/transmissivity properties that do not lend themselves well for use as decorative objects. Examples include such low cost transparent gem materials as colorless quartz (SiO_2), topaz ($\text{Al}_2\text{SiO}_4\text{F}_2$), and beryl ($\text{Al}_2\text{Be}_2\text{Si}_6\text{O}_{18}$). To enhance the decorative properties of such gem materials, pigments and dyes (colorant) have been used to provide colors in stones having cracks into which the colorant is made to penetrate. The colorant imparts a color change in the base gem material. The present invention teaches techniques that apply a thin (generally less than about 50,000 Å and preferably less than about 15,000 Å) coating 40 that does not materially change the dimensions, the structure, or the composition of the underlying substrate. The coating provides improved coloration pleasing to the eye of the observer.

The coating serves as an absorber of certain light frequencies to provide color. In certain embodiments, light entering the top (e.g., the crown, including the table) of a gemstone passes through the absorbing coating on the stone. This imparts color in the stone, thereby giving the stone a pleasing appearance and increasing the stone's value. In embodiments where the coating is applied by sputtering, the process is inexpensive and of high yield. Sputtered films provide excellent film qualities, such as desirable mechanical and chemical durability as well as desirable adhesion to the substrate. Coating durability is particularly important for coated gemstones and other decorative objects, as these objects are typically exposed to the ambient environment during use. Further, sputtering allows outstanding control over coating thickness, and sputtered coatings of highly uniform thickness can be deposited repeatedly and reproducibly. It is thus possible to obtain an exceptional degree of color uniformity for the individual stones, not only from a single batch, but also from different batches. In addition, sputtered coatings can provide thickness gradients on desired surfaces, etc., which gradients are difficult, if not impossible, to obtain using other deposition methods. When sputtered, the present coating 40 is preferably deposited while maintaining the substrate at a low temperature (i.e., less than 200 degrees Celsius) such that the coating 40 has a non-splotchy, uniform appearance. Coatings of this nature are especially advantageous.

In contrast, coatings applied by spray coating at high temperatures may have a splotchy, non-uniform appearance. It is postulated that this occurs when particles being sprayed pyrolyze upon impacting the substrate. Thus, the present coating 40 is applied at a low temperature such that it 40 has a non-splotchy, uniform appearance. Further, when the thus coated decorative object is heat treated, as described below, the coated decorative object is given a surprisingly desirable color (e.g., a color that has a surprising hue and/or is surprisingly intense/has a surprisingly high chroma).

Thus, the invention relates to enhancing the appearance of gemstones and other decorative objects. The substrate can be formed of materials that are found naturally in the earth, or from synthetic materials (man-made materials, such as are made in a lab). The methods of the invention enhance the color and brilliance of decorative objects, such as faceted or cabochon cut stones, by the application of coatings having specific absorptive properties. In certain embodiments, the coating is applied only to the back (e.g., the pavilion) of a gemstone. The effect of the coating is to modify the intensity and color of the light reflected from the stone to the eye of the observer.

Thus, the invention provides a decorative object, for example, a glass object, a cut gemstone, or a natural crystal structure, such as a mineral, having at least one surface that is coated to give the decorative object an improved appearance. While the decorative object is a gemstone in certain embodiments, the properties (e.g., color) of a wide variety of transparent or translucent substrates can be altered in accordance with the present invention.

FIG. 1 depicts an embodiment wherein the substrate 10 is a gemstone. The illustrated gemstone 10 is a multifaceted gemstone of the well known "brilliant" cut configuration. The invention, of course, is not limited to cut gemstones, nor is it limited to any particular cut configuration. For example, the gemstone 10 can alternatively be of the well known "step cut" or "Dutch rose cut" configurations, if so desired. The brilliant-cut gemstone of FIG. 1 has a crown 11, a girdle 14, and a pavilion 17. The crown 11 (or "front" or "top") of the gemstone 10 defines a table 12 at its top surface and has a plurality of facets 16. The pavilion 17 (or "back" or "underside") of the gemstone defines a culet 18 at its bottom tip and also has a plurality of facets 16'. Extending between the crown 11 and pavilion 17 of the gemstone 10 is the girdle 14. The embodiment of FIG. 1 involves a coating 40 applied only to the pavilion 17 of the gemstone 10, although this is by no means a requirement. For example, the entire gemstone 10 can alternatively be coated (i.e., the coating 40 can be applied over the entire exterior surface area of the stone 10), as shown in FIG. 4. In another embodiment (not shown), only the crown 11 (including the table 12) of a gemstone 10 is coated as shown in FIG. 5. In still another embodiment, only the girdle 14 of a gemstone 10 is coated, as shown in FIG. 6. Many variations of this nature are anticipated. In any event, the body of the coated object preferably is substantially free of diffused material from the coating. That is, the coating 40 on the decorative object preferably is a discrete coating carried on the surface of the object. Thus, the coating 40 is preferably applied, and optionally heat treated, under conditions that do not cause coating material to diffuse substantially into the substrate, as described below.

FIGS. 2 and 3 depict a substrate 10 bearing a coating 40 in accordance with certain embodiments of the invention. The total thickness of the coating 40 is very thin. Generally, the coating thickness (all thicknesses described herein are physical thicknesses unless specified as being optical thicknesses) is on the order of about 100 Å to about 50,000 Å, and preferably is between about 100 Å and about 15,000 Å. Since the coating is so thin, it is surprising that it 40 produces such desirable color by absorption. Preferably, when the coating 40 is deposited, it 40 comprises film 20 that is highly absorptive of visible radiation (i.e., light). For example, one particular embodiment provides an absorber layer 20 comprising (e.g., consisting essentially of) vanadium oxide. Another embodiment provides an absorber layer 20 comprising (e.g., consisting essentially of) substoichiometric titania. A further embodiment provides an absorber layer 20 comprising (e.g., consisting essentially of) superstoichiometric titania. In certain particularly preferred embodiments, the coating 40 includes at least one film layer that comprises both a dielectric carrier material and a dopant (or "colorant") that is highly absorptive of visible radiation. In FIG. 2, the illustrated coating 40 consists of a single absorbing layer 20. Preferably, this film layer 20 has a different composition (and a different refractive index) than the substrate 10. In the embodiment of FIG. 2, the absorbing layer 20 is deposited directly upon the substrate 10. However, this is not the case in all embodiments of the invention, as described below.

The dielectric carrier material can comprise any desired dielectric material. The term "dielectric" is used herein to refer to any non-metallic (i.e., neither a pure metal nor a metal alloy) compound that includes any one or more metals. Included in this definition would be any metal oxide, metal nitride, metal carbide, metal sulfide, metal boride, etc., and any combination thereof (e.g., an oxynitride). Further, the term "metal" should be understood to include all metals and semi-metals (i.e., metalloids).

In certain embodiments, the transparent dielectric carrier material comprises an oxide, a nitride, and/or an oxynitride. For example, the carrier material can advantageously comprise an oxide, a nitride, and/or an oxynitride of a metal selected from the group consisting of titanium, zirconium, silicon, tantalum, niobium, aluminum, tungsten, tin, cerium, and germanium. These embodiments are particularly desirable.

As noted above, the dopant preferably comprises material that is highly absorptive of visible radiation. For example, the highly absorptive dopant can advantageously comprise a metal selected from the group consisting of chromium, cobalt, cerium, vanadium, praseodymium, manganese, iron, nickel, copper, ruthenium, rhodium, silver, gold, and platinum. Thus, the dopant may be present in the film 20 in the form of a metal or metal alloy. Alternatively, the dopant may be present in the film as an oxide, nitride, boride, or another compound, which is preferably highly absorptive of visible radiation.

In one particular embodiment, the absorber layer 20 comprises (e.g., consists essentially of) silicon oxide, cobalt oxide, titanium oxide, and cesium oxide. In another embodiment, the absorber layer 20 comprises (e.g., consists essentially of) silicon oxide and silver. In still another embodiment, the absorber layer 20 comprises (e.g., consists essentially of) titanium oxide and vanadium oxide. In certain preferred embodiments, the dielectric carrier material is a compound comprising a first metal, the highly absorptive dopant comprises a second metal, and these first and second metals are different.

The absorbing layer 20 (or the "absorber layer" or the "high absorption layer") preferably has an optical thickness of less than about one quarter of a wavelength of visible radiation (i.e., light). Visible radiation occurs in the wavelength range of between about 380 nm and about 780 nm. Thus, the high absorption layer preferably has an optical thickness of less than about 950 Å. In certain embodiments, the high absorption layer has an optical thickness of between about 200 Å and about 950 Å. As is well known in the present art, optical thickness is the product of a film's physical thickness and its refractive index.

In certain preferred embodiments, the high absorption layer 20 is applied directly to the substrate 10. For example, FIGS. 2 and 3 depict embodiments of this nature. It will be understood, however, that the invention provides alternate embodiments wherein one or more films are positioned between the substrate 10 and the high absorption layer 20. In the embodiment of FIG. 2, the coating 40 consists of a single film layer 20 (i.e., the high absorption layer). In the embodiment of FIG. 3, the coating 40 consists of two layers 20, 30, optionally having one or more films (not shown) positioned between these layers 20, 30. In certain embodiments (not shown), the coating 40 comprises a surprisingly large number (e.g., more than 20 layers, more than 100 layers, etc.) of film layers. Thus, in embodiments where the absorber layer 20 is applied directly to the substrate 10, it can be appreciated that one or more films can be provided over the absorber layer 20 (which in such embodiments may be applied directly to the substrate or over one or more films (not shown)). Regardless of its particular layer structure, the coating 40 imparts in the decorative object 10 uniform body color that is (i.e., appears) substantially constant or "solid" (i.e., does not substantially change in hue) at different angles of observation (i.e., at different viewing angles/when moving the decorative object relative to the observer or visa versa).

The coating 40 may produce some optical interference phenomenon. The coating 40 typically has a different refractive index than the decorative object 10. As a consequence, some optical interference is produced. This may impart a slight dichroic effect in the coated decorative object. The coating 40, though, does not have a substantial dichroic appearance (i.e., it has a substantially non-dichroic appearance), and thus has a very natural and "real" appearance. Thus, one aspect of the invention provides a decorative object bearing a coating 40 that imparts (through absorption of visible radiation passing through the coating 40) in the decorative object a solid body color that appears substantially constant at different angles of observation, wherein the thus coated decorative object has a substantially non-dichroic appearance).

As noted above, the coating 40 in certain embodiments comprises a second film layer 30 deposited over the high absorption film layer 20. In these embodiments, the coating 40 is preferably provided at an optical thickness of less than about one quarter of a wavelength of visible radiation (as described above).

In embodiments like that shown in FIG. 3, the second layer 30 can comprise any of the materials described above with reference to the film layer 20. For example, this layer 30 can comprise any of a variety of transparent, translucent, or opaque materials. Examples include metals, metal oxides, nitrides, sulfides, and transparent carbon. Titanium, aluminum, boron, carbon, zirconium, hafnium, niobium, vanadium, tungsten, chromium, and zinc are representative useful metals. Particularly preferred are titanium and titanium oxides, and, zirconium and zirconium oxides. The coating material can be amorphous or crystalline and can be composed of materials generally thought to be opaque but in very thin films are at least translucent. In certain embodiments, the second layer 30 comprises a desirable mechanically and chemically durable material, such as a film comprising titanium (e.g., titanium dioxide, titanium nitride, etc.) and/or silicon (e.g., silicon dioxide, silicon nitride, etc.).

As noted above, certain embodiments provide a gemstone 10 having coating 40 only on a pavilion 17 of the gemstone 10. Faceted gems are usually set in jewelry with the pavilion 17 protected by a setting (not shown). In many cases, the setting protects the coating 40 from mechanical abrasion, which can occur when the gemstone 10 is worn as an ornament. Coating the pavilion 17 selectively is also advantageous in that it results in a highly uniform color being imparted in the gemstone 10. The viewing angle is typically limited by the setting to those angles viewable through the top of the stone, resulting in a particularly natural appearance of the stone 10 since the effect of the coating 40 is viewed through the stone 10. This gives the appearance of the entire stone 10 having the color imparted by the coating 40. Since the top of the gemstone 10 is uncoated in these embodiments, the "luster" or light reflected off the outer surface of the stone remains the same as the original stone since the reflection characteristics of the top of the stone are unchanged. This is especially desirable.

The coating can be applied by various methods. All of these methods employ low temperatures so as not to affect the gemstone or decorative object other than to coat its surface. For purposes of this application, low temperatures are defined as those not substantially affecting the chemical structure of the gemstone or decorative object, such as by melting, decomposing, chemically activating it, diffusing into it, etc. The low temperature is preferably less than about 200 degrees Celsius. Thus, the substrate 10 is preferably maintained at a temperature of less than about 200 degrees Celsius during coating. The coating can thus be formed to have a non-splotchy, uniform appearance. Representative low temperature vapor-coating techniques include:

(1) Sputtering applies energy from a plasma (e.g., argon) to a cathodic target material so as to eject energetic ions, atoms, and/or molecules, a portion of which then land upon and coat a nearby substrate. The ejected material may be produced by positive ions striking the cathodic target to eject the target material. Radio-frequency or direct current glow discharges also directly produce reactive ions, atoms, and/or molecules for coating a substrate. In the present invention, the substrate may be a gemstone and its pavilion can be coated by ions, atoms, and/or molecules sputtered from the bombarded target material. This method is generally employed at subatmospheric pressures and preferably at a near vacuum. In the present invention, the preferred method for coating a surface of a substrate is by reactive sputtering. For this technique, oxygen or other reactive gas (e.g., nitrogen) is added to an inert gas to react with the sputtered target material. When applying plural coats of material on the substrate, the same low temperature coating technique may be applied with a different coating material or by a different coating technique. In the situation of reactive sputtering, a different target and/or a different reaction gas may be used without moving the substrate being coated. The coating 40 can also be deposited by co-sputtering (e.g., reactively) two targets of different material by selecting the respective materials of the targets according to the material desired for the deposited film.

(2) Chemical vapor deposition (CVD) and physical vapor deposition (PVD) involve the passage of an active or reactive gas in an inert carrier gas across the surface of the decorative object being coated. The reaction gas then decomposes or is caused to react with components in the gas or the substrate to coat the substrate.

(3) Arc Source deposition is the use of direct current to ionize coating materials for coating a substrate. At lower currents, a glow discharge is produced and also may be used. The arc may be directly applied by making the substrate a workpiece anode. Alternatively, a plasma jet of excited gases may be applied to the surface of the substrate or gemstone to coat it. For such a coating method, the atmosphere is carefully controlled and usually involves subatmospheric pressure. The gas injected around the arc to be converted into a plasma may be inert, neutral, oxidizing, or reducing, depending on the particular coating desired on the substrate. In evaporation, two or more sources of particles are aimed at a heated substrate, which in a preferred embodiment is the pavilion of the gemstone. In ultrahigh vacuums, a molecular beam epitaxy apparatus may form a single crystal coating layer on the substrate.

(4) Low pressure chemical vapor deposition (LPCVD) involves the placing of the substrate in a vacuum chamber along with the coating material. The coating material is heated, typically by being placed in a heated vessel within the vacuum chamber. Under low pressure, the chemical vapor is evaporated and deposited as a thin film layer on the substrate.

In each of these vapor-coating techniques, the thickness of the coating can be changed easily by modifying certain deposition conditions. For example, when the layer is applied by sputtering, the duration, power, deposition atmosphere, and material being sputtered determine the thickness of the deposited film. When coating the substrate by sputtering, the treatment time will vary depending on the particular apparatus, but generally ranges from about 5 minutes to about 30 minutes. A particularly thin film can even be applied in a matter of seconds.

Adjusting the thickness of the coating directly affects the color and other optical properties of the gemstone or other decorative object. Thus, the method can be used to apply different gem thicknesses to different parts of the gemstone yielding different hues, or different shades of the same hue, within the same coated gemstone.

In one method, a plurality of gemstones are provided. The stones are positioned in a sputtering chamber adapted to apply the desired coating 40 . In one embodiment of this method, the stones are positioned within the chamber in a configuration wherein the pavilion of each stone is oriented toward the cathode(s)/target(s) in the chamber. The cathode(s)/target(s) is then energized, such that material from the target(s) is sputtered onto the pavilions of the gemstones. By sputtering the target(s) while maintaining the gemstones in this configuration, a particularly desirable sputtered coating can be deposited upon the gemstones. In particular, this method has been found to yield a coating on the pavilion of each gemstone that has its greatest (i.e., maximum) thickness adjacent the culet and becomes thinner with increasing distance from the culet, as shown in FIG. 7. This deposition method, and the resulting coating, is particularly advantageous since stronger light (light striking the top of the stone at angles near normal to the top surface of the stone) tends to pass through the thicker coating area (adjacent the culet), while weaker light (light striking the top of the stone at angles further away from normal to the top surface of the stone) tends to pass through the thinner coating areas (further from the culet). This improves the coloration of the gemstone, due to the greater path length of strong light through the absorptive coating 40 .

The invention also provides methods of heat treating coated gemstones and other coated decorative objects. In some embodiments of this nature, the method comprises providing a decorative object having at least one surface bearing a thin film coating. The method further comprises heat treating the coated object to improve the color and/or other properties of the object. In these embodiments, the thin film coating can be of a variety of different types. For example, the heat-treated coating can be one of the coatings described herein (e.g., a sputtered coating, optionally having a thickness of less than 50,000 Å and preferably less than 15,000 Å). However, the invention extends to performing the present methods of heat treating a coated decorative object regardless of the particular type of coating that is born on the decorative object.

The coated decorative object can be heat treated to enhance its properties (e.g., color, durability, etc.) using essentially any oven adapted to reach the desired heat-treatment temperature. Preferably, the oven is adapted to reach and maintain elevated temperatures of at least (e.g., greater than) about 200 degrees Celsius. More preferably, the oven is adapted to reach temperatures of between about 300 and about 600 degrees Celsius (e.g., at least about 400-450 degrees Celsius). In many cases, the oven is capable of reaching and maintaining higher elevated temperatures (e.g., at least up to about 700, 900, or 1150 degrees Celsius). Thus, it can be appreciated that the method may comprise positioning the coated object in an oven, and operating the oven so as to subject the coated object to a desired heat-treatment process.

The coated object can be subjected to a variety of heat-treatment processes. Preferably, the coated object is subjected to a heat-treatment process wherein the maximum temperature is less than that at which there occurs substantial diffusion of material from the coating into the decorative object. Thus, the present heat treatment preferably does not cause coating material to diffuse substantially into the decorative object. Surprisingly, though, the described heat treatment causes a great increase, or a great change, in the color of the coated object. For example, a sputtered film may not impart substantial color, or the desired color, in a gemstone or other decorative object prior to being heat treated, whereas following the described heat treatment the coated decorative object exhibits a great increase, or a great change, in color. It is surmised that the heat treatment advantageously causes the coating material to crystallize (and/or causes existing crystals to exhibit further growth), and thereby improves the intensity of the color (i.e., increases the chroma) and/or reaches a particular hue.

Preferably, the coated object is exposed to an elevated temperature of at least about 200 degrees Celsius, more preferably between about 300-600 degrees Celsius, and optimally between about 400-450 degrees Celsius. Preferably, the heat treatment (e.g., which typically begins with the coated object at room temperature) involves exposing the coated object to an elevated temperature, and raising this temperature to a desired maximum temperature (which is preferably at least about 200 degrees Celsius, more preferably between about 300-600 degrees Celsius, and optimally between about 400-450 degrees Celsius) in a period of between about 1-8 hours, and then decreasing this temperature (e.g., typically back down to room temperature) in a period of between about 1-8 hours. In one particular method, there is provided a gem (e.g., topaz, quartz, etc.) bearing a coating of titanium oxide and vanadium oxide (e.g., a 50-50 mixture). The thus coated gem is heat treated to (e.g., in an oven adapted to reach) a temperature of about 450 degrees Celsius in about 1-8 hours. The heat is then ramped back down to allow the coated gem to cool to room temperature over about 1-8 hours. Given the relatively slow heat-up time, the coated gem is heat treated without breakage. By contrast, an extremely fast heat-up time (e.g., heating a coated gem to such temperature using a torch, as may be done in about 30 seconds) is preferably avoided so as to prevent unacceptable gem breakage.

The coated decorative object desirably is subjected to a heat-treatment process wherein the maximum temperature does not exceed about 1150 degrees Celsius, preferably does not exceed about 900 degrees Celsius, more preferably does not exceed about 700 degrees Celsius, and perhaps optimally is between about 300 and about 600 degrees Celsius (e.g., 400 degrees Celsius or 450 degrees Celsius).

Some of the heat-treatment methods described above comprise coating at least one surface of the decorative object before heat treating the coated object. In these embodiments, the decorative object can be coated using a variety of coating methods. In certain embodiments of this nature, the method comprises vapor coating the decorative object before heat treating the thus coated object. For example, the method may comprise sputter coating the decorative object (e.g., to a coating 40 thickness of less than 50,000 Å, preferably less than 15,000 Å) before heat treating the coated object. As noted above, the decorative object is preferably coated while being maintained at a low temperature of less than about 200 degrees Celsius.

In certain embodiments, the decorative object is a gemstone. Thus, the method may comprise providing a gemstone having at least one surface carrying a thin film coating. The method comprises heating such a coated gemstone to an elevated temperature of at least (e.g., greater than) about 200 degrees Celsius. Preferably, the coated stone is heated to a maximum temperature below that at which there occurs substantial diffusion of material from the coating into the gemstone. In one such method, the coated gemstone is heated to a maximum temperature not exceeding about 1150 degrees Celsius, preferably not exceeding about 900 degrees Celsius, more preferably not exceeding about 700 degrees Celsius, and perhaps optimally being between about 300 and about 600 degrees Celsius (e.g., about 400 degrees Celsius or about 450 degrees Celsius). In some cases, the coated stone is exposed to temperatures exceeding these ranges, but not for so long as to cause substantial diffusion of coating material into the gemstone.

EXAMPLE 1

Faceted white topaz gemstones were cleaned with a 5% solution of Dawn dishwashing detergent in an ultrasonic cleaner for 5 minutes and rinsed with deionized water. The parts were dried and loaded into a sputtering machine with titanium and vanadium targets. Argon and oxygen gas were introduced into the chamber and the topaz gemstones were coated on the pavilion by reactive co-sputtering. The parts were rotated alternately under the titanium and vanadium targets to build up many (more than 20 alternating layers of titania and vanadium oxide). The argon pressure was 10 millitorr and the oxygen pressure was adjusted to maintain the titanium target sputtering a fully oxidized mode. Approximately 25% by volume of oxygen was used compared to the argon. (Insufficient oxygen gives an opaque metallic deposit). A film of approximately 50% Titania and 50% vanadium oxide was produced. The film thickness was approximately 0.3 microns thick. The film was transparent and very light gray in color. The topaz gemstones were then heated in an oven to 450 degrees Celsius over about 1 hour. After reaching 450 degrees Celsius, the oven was turned off and allowed to cool. This required about 1.5 hours. The gemstone color after heat treatment was a uniform yellow body color.

EXAMPLE 2

Faceted white topaz gemstones were cleaned with a 5% solution of Dawn dishwashing detergent in an ultrasonic cleaner for 5 minutes and rinsed with deionized water. The parts were dried and loaded into a sputtering machine with silicon and cobalt targets. The gemstones were sputtered by rotating underneath the silicon and cobalt targets to deposit many (more than 100) layers of silica and cobalt oxide. Argon and oxygen gas were introduced into the chamber and the topaz gemstones were coated on the pavilion by reactive sputtering. The argon pressure was 15 millitorr and the oxygen pressure was adjusted to maintain the silicon target sputtering a fully oxidized mode. The silicon target was powered by a periodic voltage reversal pulsed DC power supply to minimize arcing caused by silica buildup on the target. Approximately 20% by volume of oxygen was used compared to the argon. (Insufficient oxygen gives a dark yellow brown color due to metallic silicon). A film of approximately 90% silica and 10% cobalt oxide was produced. The film thickness was approximately 2.5 microns thick. The film was transparent and colorless. The topaz gemstones were then heated in an oven to 450 degrees Celsius over about 1 hour. After reaching 450 degrees Celsius, the oven was turned off and allowed to cool. This required about 1.5 hours. The gemstone color after heat treatment was a uniform light blue body color.

While preferred embodiments of the invention have been described, it should be understood that numerous changes, adaptations, and modifications can be made therein without departing from the spirit of the invention and the scope of the appended claims. All references mentioned in this application are incorporated by reference.

DOCUMENT 8 : COPIES DE CINQ BREVETS DE TRAITEMENTS DES TOPAZES

BREVET1

Abstract

A process for the irradiation of topaz and the product resulting therefrom is described whereby the colorless or pale-colored topaz is immersed in a high energy neutron environment at an exposure level sufficient to bring some color to the topaz gemstone, then irradiating the topaz gemstone with electrons at an exposure level in the range of approximately 1,000 to 10,000 megarads to produce a remarkable and enhanced "American" blue color. The purpose of such a process is to enhance the value of the preferred relatively "normal" sky-blue topaz gemstone by moderately deepening the blueness of the color of the topaz gemstone to a relatively "rare" and more desirable blue color such as "American Blue" or "Super Sky Blue". A further step of heating the topaz to about a temperature in the range of from 250 to 900 degrees Fahrenheit for periods of from about one to six hours may also be used to further enhance the color of the topaz following electron bombardment.

Patent number: 4749869

Filing date: May 14, 1986

Issue date: Jun 7, 1988

Inventor: Richard Fournier

Assignee: Anil Dholakia

International Classification A21K 2702; A61N 500; C08J 102; G21G 500

What is claimed is:

1. A method for producing color change in topaz by the use of high energy neutron radiation and electron bombardment comprising the steps of:

(a) irradiating colorless or pale-colored topaz in a neutron environment to an exposure level sufficient to produce some color so that when subsequently irradiated with electrons from approximately 1,000 to 10,000 megarads a bright blue color will be obtained; and then, (b) irradiating the neutron bombarded topaz with electrons at an exposure level of from approximately 1,000 to 10,000 megarads until the desired bright blue color is obtained.

2. The method of claim 1 further comprising the step of heating the topaz to a temperature of about 250 degrees Fahrenheit until the desired color is obtained in the topaz.

3. The method of claim 2 wherein the step of heating the topaz to a temperature of about 250 degrees Fahrenheit includes heating said topaz for a period of at least two hours.

4. The method of claim 2 wherein the step of heating the topaz to a temperature of about 250 degrees Fahrenheit includes heating said topaz for a period of time ranging from about one to six hours.

5. The method of claim 2 wherein said temperature is from about 250.degree. to 900 degrees Fahrenheit.

6. The method of claim 5 wherein said temperature is maintained at said temperature from a period of about one to six hours.

7. A method for producing color change in colorless or pale-colored topaz comprising the steps of:

(a) irradiating the topaz in a neutron environment to an exposure level sufficient to change the original color state of the topaz to a steely, dark blue, or gray color; (b) irradiating the neutron bombarded topaz with electrons at an exposure level in the range of from approximately 1,000 to 10,000 megarads until a bright blue color is obtained.

8. A method for producing color change in colorless or pale-colored topaz comprising the steps of:

(a) irradiating the topaz in a neutron environment to an exposure level sufficient to change the original color state of the topaz to a brown, yellow, green, or blue color; (b) irradiating the neutron bombarded topaz with electrons at an exposure level in the range of from approximately 1,000 to 10,000 megarads until an enhanced blue color is obtained.

9. The method of claim 2 further including the step of heating the topaz to a temperature of about 250 degrees Fahrenheit for a period of time ranging from about one to six hours.

10. The method of claim 9 wherein said temperature is from about 250.degree. to 900 degrees Fahrenheit.

11. The method of claim 8 further including the step of heating the topaz to a temperature of about 250 degrees Fahrenheit for a period of time ranging from about one to six hours.

12. The method of claim 11 wherein said temperature is from about 250.degree. to 600 degrees Fahrenheit.

BREVET 2

Abstract

Gemstone quality topaz is produced by a procedure which involves irradiating the topaz with fast neutrons at elevated temperature to an exposure level of at least about 10^{17} cm² followed by irradiation with electrons or gamma rays.

Patent number: 5477055

Filing date: Sep 12, 1994

Issue date: Dec 19, 1995

Inventors: Kurt Skold, Erik Svendsen, William Yelon

Assignee: Ostro Gems

What is claimed is:

1. In a method of producing a blue colored topaz by irradiating the topaz in a fast neutron environment and thereafter irradiating the neutron treated topaz with electrons or gamma rays, the improvement which comprises irradiating the topaz in the fast neutron environment at elevated temperature to an exposure level of at least about 10^{17} cm² to thereby produce a neutron irradiated topaz which does not exhibit a blue coloration and then subjecting the colorless neutron treated topaz to the electron or gamma ray irradiation.

2. The method of claim 1 in which the neutron exposure level is up to about 5×10^{18} cm².

3. The method of claim 1 in which the neutron irradiation temperature is at least about 350.degree. C.

4. The method of claim 3 in which the temperature is up to about 600.degree. C.

5. The method of claim 4 in which the temperature is about 400.degree. to 500.degree. C.

6. The method of claim 5 in which the exposure level is up to about 5×10^{18} cm².

7. The method of claim 6 in which electron irradiation is employed after the neutron irradiation.

8. The method of claim 6 in which gamma ray irradiation is employed after the neutron irradiation.

9. The method of claim 1 in which electron irradiation is employed.

10. The method of claim 1 in which gamma ray irradiation is employed

BREVET 3

Abstract

Color enhanced topaz, beryl, tourmalines, quartz, diamonds and other gem material products, both natural and synthetic, and the process by which they are color-enhanced are described. In this process rough or finished gemstones of virtually any size, in particular very large single pieces weighing approximately one hundred carats up to 10 kilograms, are placed in a very high energy gamma ray field for extended periods of time, on the order of 50 hrs to 1000 hrs, or more, to give total exposures of 400 megarads up to 8000 megarads. The gamma flux used may be in the range of 0.5 MEV up to 30 MEV or more. In particular, the rays will be substantially higher energy than those available from conventional cobalt 60 or cesium 137 and similar sources.

What is claimed is:

1. A method of processing a gemstone to enhance its color comprising:

heating the gemstone to a temperature of between about 150 and 1,100 degrees Centigrade for a period of between about fifteen minutes and fifty hours; and then irradiating the gemstone with gamma rays to give a total exposure of between about 200 and 10,000 megarads.

2. A method according to claim 1 wherein the gemstone is topaz previously irradiated with neutrons, and the topaz is heated to a temperature of between about 300 and 600 degrees centigrade prior to irradiation with about 3 to 25 MEV gamma rays.

3. A method according to claim 1 and further comprising the step of heating the gemstone after gamma ray irradiation thereof to a temperature between about 160 and 1,100 degrees centigrade for a period of between about fifteen minutes and fifty hours.

4. A method according to claim 1 wherein the gamma rays have a flux between about 0.5 MEV and 30 MEV.

5. A method according to claim 1 and further comprising the step of irradiating the gemstone with neutrons prior to gamma ray irradiation.

6. A method according to claim 5 and further comprising the step of irradiating the gemstone with electrons after the neutron irradiation and prior to the gamma ray irradiation.

7. A method according to claim 5 wherein the neutron irradiation is between about 1,000 and 10,000 megarads.

8. A method according to claim 6 wherein the electrons are provided in the form of a beam having a flux of between about 8 and 17 MEV.

9. A method according to claim 1 wherein the gemstone is selected from the group consisting of topaz, beryl, tourmaline, quartz and diamond.

10. A method of processing a topaz stone to enhance its color comprising:

irradiating the topaz stone with neutrons; heating the topaz stone to a temperature of between about 300 and 600 degrees Centigrade; and irradiating the gemstone with about 3 to 25 MEV gamma rays to give a total exposure of between about 200 and 10,000 megarads.

11. A method according to claim 10 wherein the heating takes place for a period of between about fifteen minutes and fifty hours.

12. A method according to claim 10 and further comprising the step of heating the topaz after gamma ray irradiation thereof to a temperature between about 160 and 1,100 degrees Centigrade for a period of between about fifteen minutes and fifty hours.

13. A method according to claim 10 and further comprising the step of irradiating the topaz stone with electrons after the neutron irradiation and prior to the gamma ray irradiation.

14. A method according to claim 13 wherein the electrons are provided in the form of a beam having a flux of between about 8 and 17 MEV.

15. A method according to claim 10 wherein the neutron irradiation is between about 1,000 and 10,000 megarads

BREVET 4

Abstract

A method the electron-beam irradiation of gemstones for uniform color enhancement requiring an electron-beam source having a capacity of 500 kW generating energy of between 3 MeV to 50 MeV. The method requires the gemstones to be moved in and out of the electron-beam path with the electron-beam source also being oscillated but in a direction ninety degrees opposed to the gemstones. Cooling means for the gemstones are also required to prevent heat stress cracking. Gemstones such as beryl, diamonds, quartz, sapphires, tourmaline, dark pearls and other minerals are suitable. More particularly the method relates to the treatment of topaz.

Patent number: 5637878

Filing date: Feb 3, 1995

Issue date: Jun 10, 1997

Inventors: Arnold S. Herer, Thomas M. Knobel, Gregory J. Robb

Assignee: E-Beam Corporation

Primary Examiner: Kiet T. Nguyen

What is claimed is:

1. A method for the electron-beam irradiation of gemstones for color enhancement comprising the steps of:

placing the gemstones in an oscillating means provided with coolant means; circulating a coolant through said coolant means; initiating an oscillating motion along a horizontal y-axis in said oscillating means; directing an oscillating electron-beam produced by an electron-beam source having the power of about 10 kW to about 500 kW onto the gemstones and wherein the oscillating electron beam is along a z-axis; maintaining the circulation of coolant through said coolant means until the gemstones are cooled to ambient temperature; and removing uniformly colored gemstones.

2. The method of claim 1 wherein said gemstones are selected from diamonds, beryl, quartz, tourmaline, sapphire, and dark pearls.

3. The method of claim 1 wherein said gemstone is topaz.

4. The method of claim 1 wherein said electron-beam radiation is produced from an electron-beam source having the power of between 3 MeV to 5 MeV to provide a dosage of between about 4 to 25 gigarads for a period of about 15 to 500 hours.

5. The method of claim 1 wherein the rate of oscillation for said oscillating means is from about 5 to about 20 feet per minutes.

6. The method of claim 1 wherein said cooling means is a fluid.

7. The method claim 6 wherein said fluid is water.

8. A method for E-beam irradiation of topaz stones for color enhancement comprising the steps of:

placing the topaz stones in an oscillating means provided with coolant means; circulating a coolant through said coolant means; initiating an oscillating motion along a horizontal y-axis in said oscillating means; directing an oscillating electron-beam produced by an electron-beam source have the power of 50 kW at between about 3 MeV to 5 MeV to provide a dosage of between 4 to 25 girarads for a period of about 24 hours onto the topaz stones and wherein the oscillating electron beam is along a z-axis; maintaining the circulation of coolant through said coolant means until the topaz stones are cooled to ambient temperatures; and removing uniformly colored topaz stones.

BREVET 5

Abstract

In accordance with the present invention, there are provided methods for enhancing the color of minerals useful as gemstones. Invention methods are relatively inexpensive to carry out, avoid the use of hazardous materials, and require no specialized equipment.

Patent number: 6376031

Filing date: Jan 14, 2000

Issue date: Apr 23, 2002

Inventor: Richard Pollak

Primary Examiner: Deborah Jones

Secondary Examiner: Abraham Bahta

Attorneys: Stephen E. Reiter, Kevin J. Forrestal, Foley & Lardner

Application number: 9/462,977

What is claimed is:

1. A method for enhancing the color of gemstones, said method comprising:

subjecting a combination of a gemstone and at least one non-alumina treating agent, wherein said treating agent comprises a finely divided form of cobalt or cobalt oxide, to a temperature in the range of about 825 C. up to about 1050 C., for a time in the range of about 3 up to about 200 hours.

2. A method according to claim 1 wherein said gemstone is selected from topaz, sapphire, chrysoberyl, quartz, or garnet.

3. A method according to claim 2 wherein said gemstone is topaz or sapphire.

4. A method according to claim 1 wherein said treating agent is cobalt.

5. A method according to claim 1 wherein said treating agent is cobalt oxide.

6. A method according to claim 1 wherein said gemstone is cleaned prior to being subjected to said temperature for said time, wherein said gemstone is topaz.

7. A method according to claim 1 further comprising subjecting said gemstone to a temperature in the range of about 825 C. up to about 1050 C., for a time in the range of about 3 up to about 200 hours, in the absence of said treating agent.

8. A method according to claim 1 wherein said gemstone is cleaned after being subjected to said temperature for said time, wherein said gemstone is quartz.

9. A color enhanced gemstone comprising a gemstone having a color enhancing agent selected from cobalt or cobalt oxide diffused into the outer surface thereof, wherein a combination of said gemstone and at least one non-alumina treating agent is subjected to a temperature in the range of about 825 C. up to about 1050 C., for a time in the range of about 3 up to about 200 hours, wherein said treating agent comprises a finely divided form of cobalt or cobalt oxide.

10. A color enhanced gemstone comprising a gemstone wherein at least the surface thereof has a color enhancing agent selected from cobalt or cobalt oxide chemically bonded thereto, wherein a combination of said gemstone and at least one non-alumina treating agent is subjected to a temperature in the range of about 825 C. up to about 1050 C., for a time in the range of about 3 up to about 200 hours, wherein said treating agent comprises a finely divided form of cobalt or cobalt oxide.

11. A color enhanced gemstone comprising topaz wherein at least the surface thereof has chemically bonded thereto a color enhancing agent selected from cobalt or cobalt oxide, wherein a combination of said gemstone and at least one treating agent is subjected to a temperature in the range of about 825 C. up to about 1050 C., for a time in the range of about 3 up to about 200 hours, wherein said treating agent comprises a finely divided form of cobalt or cobalt oxide.