

ANNÉE 2014

DIPLÔME D'UNIVERSITÉ DE GEMMOLOGIE

Presenté

Devant l'Université de Nantes

U.F.R. des Sciences et des Techniques

Par

M. Claude DROUIN

LE TRAITEMENT THERMIQUE DES AMÉTHYSTES



Soutenu publiquement le 8 Septembre 2016

au Département des Sciences de la Terre

devant la commission d'examen composée de :

**M. E. FRITSCH
M. B. RONDEAU
M. F. NOTARI
M. S. KARAMPELAS
M. C. EWELS
M. Y. MORIZET
M. B. LASNIER**

**Professeur
Maître de Conférences
Directeur, GemTechLab/GGTL
Chercheur, Gübelin Gem Lab
Chargé de recherches
Maître de Conférences
Professeur émérite**

**Président
Vice-Président
Examineur
Examineur
Examineur
Invité**

Remerciements

Je remercie en premier lieu nos professeurs, Emmanuel Fritsch et Benjamin Rondeau, pour leur encadrement tout au long de cette année de DUG. Leur immense connaissance me fait mesurer combien la gemmologie est une science profonde, que je découvre avec enthousiasme. Je réalise le privilège d'avoir eu de tels enseignants. Je suis reconnaissant à tous les membres du jury pour avoir accepté de lire et de juger ce travail.

Je remercie les intervenants, Frank Notari et Stephanos Karampelas, pour leurs présentations durant cette année, très vivantes et très liées à la réalité économique du laboratoire d'analyses.

A big thank you to all my friends on the other side of the Channel : Gwyn and Tony Green, Paul Phillips, Doug Morgan, Kate Hopley, Kevin Thompson and Tony Warren. You have been so good and patient to deal with this typical Frenchman !

Merci aux deux techniciens du laboratoire de pétrologie, Laurent et Hervé. Grâce à leurs conseils, mes doigts sont restés intacts !

Merci à tous mes camarades de promotion, spécialement à ceux qui m'ont aidé dans les énigmes de l'informatique, avec une mention spéciale pour Annelore Delory oh combien patiente !

Enfin j'embrasse tous ceux qui me sont chers.....

Avant propos

J'ai commencé ma formation en gemmologie il y a cinq ans seulement au coeur du "Jewellery Quarter " de Birmingham. Après la formation du Gem-A, c'est tout naturellement que je me suis tourné vers l'équipe de Nantes pour une formation supérieure. Le sujet " traitement thermique des améthystes " m'a été proposé par mes deux tuteurs lors de la première semaine de cours. Ce sujet a été parfait car il m'a permis de concevoir puis de réaliser des expériences, et de voir les conséquences de mes chauffages. J'avais l'impression d'être un (très modeste) chercheur ! J'ai beaucoup apprécié les cours magistraux de Nantes. J'ai aussi passé de très bons moments avec mes amis anglais , particulièrement lors de l'expérience de la "brouette brésilienne". C'était un dimanche frileux d'Avril. Gwyn enregistrait sur papier les résultats et nous servait régulièrement en "tea and biscuits " en plus d'un somptueux déjeuner copieusement arrosé ! J'espère que ce travail apportera un tout petit peu de lumière sur ce difficile sujet. Au bout d'un an à Nantes, je réalise le long chemin qu'il me reste à faire pour devenir un honorable gemmologue.

Sommaire

Introduction	4
1 Le quartz	6
1.1 Chimie et cristallographie	7
1.2 Propriétés gemmologiques classiques	9
1.2.1 Réfractomètre	9
1.2.2 Masse spécifique	10
1.2.3 Durabilité	10
1.2.3.1 Dureté	10
1.2.3.2 Clivage	10
1.2.3.3 Stabilité	10
1.2.4 Polariscope	11
1.2.5 Luminescence	11
1.2.6 Spectroscopie	11
1.2.7 Autres propriétés physiques	11
1.3 Différenciation entre améthyste naturelle et synthétique	11
2 La couleur	13
2.1 Création d'un centre coloré : l' améthyste	13
2.2 Traitement thermique des améthystes : l'obtention de nouvelles couleurs	14
3 Traitements thermiques	20
3.1 Principes et différentes techniques	20
3.2 Echantillons	23
3.2.1 Petites pierres, gemmologie classique avant chauffage	24
3.2.2 Cristaux d' améthyste , gemmologie classique avant chauffage	26
3.3 Expériences	38
3.3.1 Bec Bunsen	38
3.3.1.1 Première expérience	40
3.3.1.2 Deuxième expérience	43
3.3.1.3 Troisième expérience	44
3.3.1.4 Quatrième expérience	46
3.3.2 Brouette brésilienne	50
3.3.3 Four	56
3.3.3.1 Première expérience	56
3.3.3.2 Deuxième expérience	63
3.3.3.3 Troisième expérience	70
3.4 Gemmologie classique après chauffage	74
4 Gemmologie de laboratoire	77
4.1 Spectroscopie Raman	77
4.2 MEB	79
4.3 UV-Vis-NIR	80
4.4 IR	84
5 Discussion	86
6 Conclusion	87
7 Bibliographie	89
8 Annexes	91

Introduction

L' améthyste est un quartz de couleur pourpre, recherchée pour la beauté et la rareté de sa couleur.

Depuis la plus haute antiquité, l' améthyste a orné de nombreux bijoux. Chez les égyptiens, elle est utilisée sous forme d'amulettes. Elle est liée à Dionysos et à Diane dans la mythologie grecque, et à Bacchus et Diane chez les romains. Au Moyen Age, on lui attribue de nombreuses vertus, entre autre d'être un symbole de la piété et d'encourager le célibat. C'est pourquoi elle prend une importance majeure dans l' église catholique sous la forme de l' anneau pastoral des évêques (O' Donoghue, 2006). Elle est très appréciée à la cour de Catherine de Russie. Plus près de nous, le joaillier Cartier réalise en 1947 un magnifique collier pour la duchesse de Windsor avec de superbes améthystes (*Figure 1*). Voir aussi trois documents en annexe (*Annexe 1a, 1b, 1c*).



Figure 1. Collier signe Cartier 1947, 29 améthystes pesant 158.9 carats, diamants, turquoises et or. Photo Menkes, 1987.

L' améthyste est à la fois la pierre de naissance du mois de février et celle des quarante huit années de mariage. Elle a une valeur économique certaine. On la trouve dans de nombreux pays comme au Brésil, à Madagascar, en Uruguay, en Birmanie, en Inde, au Canada, au Mexique, en Namibie, en Russie, au Sri Lanka et aux Etats Unis (Shigley et al.,1990; Schumann, 2009;). Cependant d' après Cyrille Djankoff, l'un des directeurs de Kariba Minerals, la plus grosse compagnie minière exportatrice mondiale avec une production mensuelle de 100- 120 tonnes, c'est la Zambie qui est la plus grande source d' améthyste au monde. Ses réserves sont estimées à 1.5 millions de tonnes .Le prix de l' améthyste brut varie selon la qualité de \$1.20-2.00 à \$2000 le kilo (Djankoff C. cité dans Odgen,2011).

L' améthyste est prisée pour sa couleur pourpre en joaillerie. Une belle pierre est dépourvue d' inclusions et présente une couleur soutenue. Dans son article daté de 1988, Epstein explique son système d' évaluation sur le terrain de l' intensité de la couleur, par une échelle notée de 1 à 10, 1 étant incolore et 10 noire. Certaines améthystes du Pau d' Arco sont si foncées qu' une pierre d' un carat apparaît noire. Cependant pour des raisons économiques une part importante de la production est soumise au traitement thermique pour l' obtention de gemmes aux couleurs plus rares : la citrine est jaune et la prasiolite est verte. Bien que ce traitement soit pratiqué d' une manière courante dans les pays producteurs comme au Brésil, les temps de chauffage et les températures sont vagues et rarement documentés : secrets de productions ? Selon le temps et la température de chauffage ainsi que les caractères intrinsèques de l' échantillon, les améthystes chauffées perdent leur couleur pourpre pour d' autres couleurs. Après une revue des connaissances actuelles, je souhaite chauffer quelques améthystes et documenter mes résultats de la manière la plus précise possible.

1. le Quartz

Le quartz alpha est le pseudomorphe présent à la pression atmosphérique et stable jusqu' à la température de 573°C. Ce quartz cristallise selon les règles du système rhomboédrique, classe trapèzoedrique (32). (*Tableau 1*) (Dana, 1932; Deer et al.,1966; Wood, 1977; Nassau,1980; Smith, 1991; O'Donoghue, 2006).

	Température en degrés Celsius (°C)	Système de cristallisation
Quartz α Low Quartz.	Température ambiante jusqu'à environ 570.	Rhomboédrique
Quartz β High Quartz	570-870.	Rhomboédrique
Tridymite.	870-1470.	Mono ou Triclinique.
Cristobalite.	1470-1728. Point de fusion.	Quadratique

Tableau 1. différents polymorphes de la silice pure selon la température.

La cristallisation du quartz peut se faire sous forme de petits grains ou de fibres (structure microcristalline ou cryptocristalline) ou sous la forme de cristaux de grosse taille, reconnaissables à l'oeil nu (structure macrocristalline). (*Tableau 2*) (Webster, 1998; Schumann, 2009).

C'est le quartz alpha sous sa forme macrocristalline qui nous intéresse dans cette étude, avec le cristal de roche, l' améthyste, la citrine, la prasiolite et le quartz à la couleur néon-lilas ou blanchâtre-laiteuse.

La classification de l' améthyste est la suivante : classe Silicate (silicium + oxygène +autres éléments chimiques), sub-classe Tektosilicate (composé de tétraèdres reliés entre eux formant une structure en trois dimensions), groupe Silica (SiO₂) quartz, variété améthyste (Sinkankas, 1964).

	Densité.	Indice de Réfraction.	Dispersion.	Biréfringence	Dureté	Transparence.	Polariscope.
Structure Microcristalline.	2.58-264	1.53-1.54	Non.	Non.	6.5	Translucide à opaque.	Reste clair/ 360 ° rotation
Structure Macrocristalline.	2.65	ω =1.544 ϵ =1.553	Faible 0.013	0.009	7	Transparent à translucide.	-4x clair & sombre /360° rotation. -figures d' interférence.

Tableau 2. Propriétés gemmologiques du quartz sous forme micro et

1.1 Chimie et cristallographie

Les silices SiO_2 , sous forme amorphe ou cristalline représentent 12,6% de la lithosphère (Götze 2009). Le quartz est formé par les éléments les plus abondants de la croûte terrestre: le silicium et l'oxygène. D'autres éléments chimiques à l'état d'impuretés peuvent être présents à des concentrations en ppm (Götze, 2009; Lameiras et al., 2009) (Tableau 3). Ces éléments peuvent être intégrés dans la structure cristalline (substitution de l'atome de Si ou présents dans les interstices) ou dans des inclusions solides ou fluides. Cette faible variation chimique n'a pas d'influence sur la densité, constante (2.65). Par contre la présence d'aluminium, de fer et d'eau va influencer la couleur des différentes variétés de quartz. Le quartz est constitué par des tétraèdres : un atome de silicium (tétravalent) entouré de quatre atomes d'oxygène (bivalent). Chaque atome d'oxygène est lié à deux atomes de silicium. L'angle Si-O-Si est de 144° , l'angle O-Si-O de 109.5° , la distance Si-O de 1.61 Angstroms (Å), la distance O-O de 2.65 Å et la distance Si-Si de 3.04 Å (Götze, 2009). Les tétraèdres sont empilés en formant des chaînes hélicoïdales, parallèles à l'axe cristallographique C, axe de symétrie d'ordre trois et axe optique. Le pas de vis de l'hélice a une longueur de 10,8 Angstroms (Nassau, 1980) (Figure 2). Au centre de cette spirale, il y a un canal à six cotés. Cet interstice (I) offre un espace capable d'accueillir des atomes étrangers, dans le cas de l'améthyste, le fer, en coordination tétraédrique (I_4) ou octaédrique (I_6) (Stock & Lehmann, 1977; Henn & Schultz-Güttler, 2012).

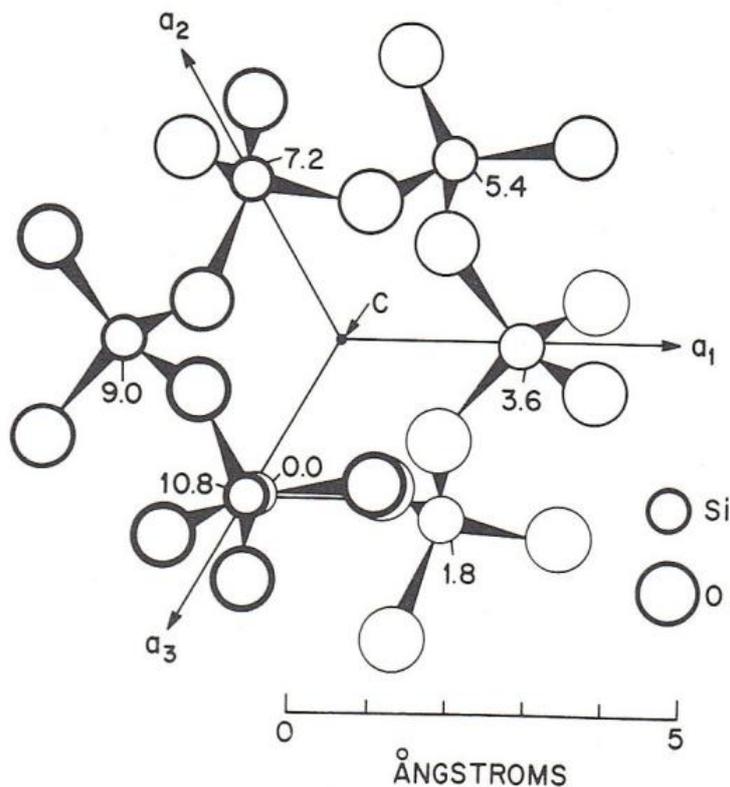


Figure 2. (Nassau, 1980)
Structure cristalline du quartz.
Les chiffres indiquent la hauteur des
atomes de silicium sur le pas de l'hélice.

L'enroulement de la spirale se fait soit dans le sens des aiguilles d'une montre pour une progression en avant à la manière d'un tire bouchon : le cristal obtenu sera alors dit énantiomère gauche. D'une manière similaire, si l'enroulement se fait dans le sens inverse des aiguilles d'une montre, le cristal est appelé énantiomère droit. Les deux cristaux ont une forme identique, symétrique dans un miroir et non superposable. Le cristal de quartz est le plus souvent une combinaison de deux formes. Un prisme hexagonal qui peut être très court dans le cas de l'améthyste et un ou deux rhomboédres aux extrémités du prisme construisant une pyramide pseudo-hexagonale (Shafranovskii I.I., 1973).

Elément Chimique.	N° atomique et symbole Chimique.	Masse de l'élément en % de la croûte terrestre.	-Rôle dans le quartz/améthyste -Concentration en ppm.	Autres commentaires.
Oxygène	⁸ O	41	-Constituant principal	-Un atome d'oxygène peut manquer créant une lacune (vacancy) dans la structure cristalline. -Liaison Si-O-O-Si peroxyde, anomalie de la structure cristalline. -Si-OH, groupe chimique silanol, anomalie de la structure cristalline. -Liaison incomplète Si-O Si, anomalie de la structure cristalline. (Götze, 2009).
Silicium	¹⁴ Si	28	-Constituant principal	-Si peut être substitué par l'aluminium ou le fer. -Tétravalent. -Un atome de Si peut manquer créant une lacune dans la structure cristalline (Götze, 2009).
Aluminium	¹³ Al	8	-A l'état d'impuretés -Quelques dizaines à quelques milliers de ppm -Élément allochromatique -Couleur	-Présent dans tous les quartz. -Atome très proche du Si: taille similaire et couche électronique semblable. -Trivalent.
Fer.	²⁶ Fe	5	-A l'état d'impuretés. -Quelques ppm à une centaine de ppm. -Élément allochromatique. -Couleur	-Concentration importante dans les améthystes. -Atome beaucoup plus gros que le Si (diffusion restreinte et distorsion de la structure cristalline lors de la substitution avec le Si) couche électronique différente par rapport au Si. -Trivalent.
Eléments à l'état de traces.	¹¹ Na, ¹⁹ K, ³ Li, ¹² Mg, ²⁴ Cr, ²⁷ Co et ¹ H.	Na = 3 K = 2.5 Mg = 2	-De quelques ppm à une centaine de ppm. -Équilibre électronique. -Couleur pour O-H.	-Dans les interstices de la structure cristalline. -Dans les inclusions, solides ou liquides.

Tableau 3. (Götze, 2009; Lameiras et al., 2009; Henn & Schultz-Güttler, 2012)
Eléments chimiques présents dans l'améthyste. La répartition des éléments à l'état de trace se fait dans la zone de croissance du cristal et plus particulièrement dans le rhomboèdre positif. L'hydrogène est présent sous la forme d'ions OH⁻ et H⁺ ou moléculaire H₂O. (Henn & Schultz-Güttler, 2012).

Le prisme, plus ou moins long, parallèle à l'axe C, possède six faces notées m ou {1010}. Ces faces sont striées perpendiculairement à l'axe C, caractéristique qui aide à l'identification des cristaux. Il existe trois autres axes

de symétrie d'ordre deux dans un plan perpendiculaire à l'axe C, chaque axe étant séparé par un angle de 120° . Il n'y a pas de centre de symétrie. Les pyramides sont divisées en un rhomboèdre positif (r) ou $\{10\bar{1}1\}$ et négatif (z) ou $\{01\bar{1}1\}$. Les deux rhomboèdres sont orientés à 60° l'un par rapport à l'autre et présentent une même inclinaison de leurs faces. Comme on peut le voir sur la figure 3, le quartz est hémimorphique. Les faces (r) d'une pyramide font face aux faces (z) de la face pyramidale opposée, et vice versa. Les deux extrémités du prisme sont asymétriques. En général, le rhomboèdre positif est plus prédominant que le négatif et présente des faces plus brillantes (O'Donoghue, 2006). La position de la petite face (s) sous le rhomboèdre positif, en haut à gauche $\{2\bar{1}\bar{1}1\}$ ou en haut à droite $\{11\bar{2}1\}$ permet l'identification énantiomère gauche ou droit (Sinkankas, 1964). Une autre petite face peut être présente sous la face (s), la face (x), gauche $\{6\bar{1}51\}$ ou droite $\{51\bar{6}1\}$ (Evans & Davies, 1924; Dana, 1932; Phillips, 1971; Wahlstrom, 1979) (Figure 3).

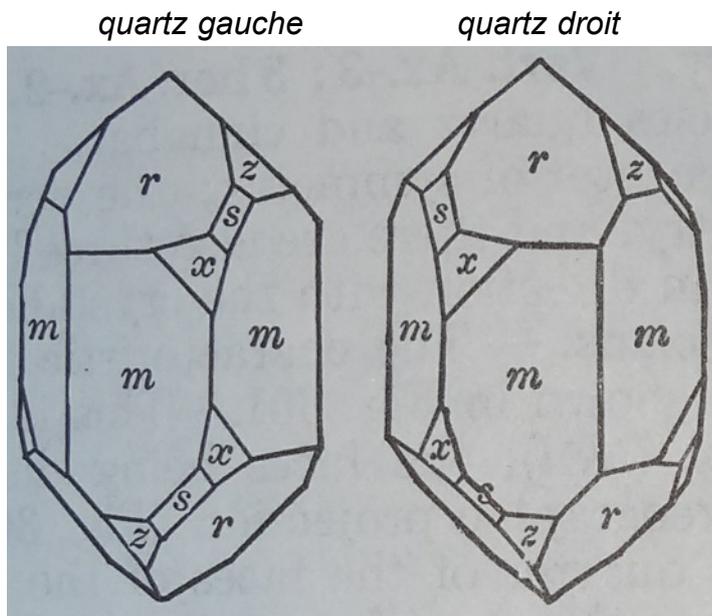


Figure 3. Enantiomère gauche et droit et identification des faces. Pour les symboles, voir le texte. Photo des dessins Dana, 1932.

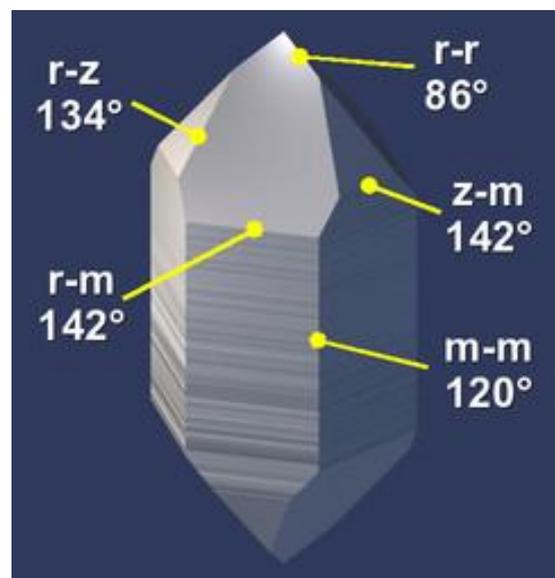


Figure 4. Valeur des angles entre les différentes faces. (Dana, 1932; Notari et al., 2001)

De nombreuses autres formes sont possibles mais leur étude n'est pas le sujet de ce travail. Enfin, si un cristal a un aspect extérieur "torturé" rendant l'identification des différentes faces cristallines délicate, la valeur des angles entre les différentes faces m, r et z reste toujours immuable, dépendante de la structure cristalline interne constante (Figure 4).

1.2 Propriétés gemmologiques classiques

1.2.1 Réfractomètre

L'indice de réfraction du quartz /améthyste est de 1.544 pour la raie ordinaire (ω) et de 1.553 pour la raie extraordinaire (ϵ). Cet indice est relativement constant. La biréfringence est de 0.009. On observe dans le réfractomètre deux lignes: l'une fixe correspondant au rayon ordinaire (ω), l'autre se déplaçant en fonction de la rotation de la pierre sur la table optique du réfractomètre, correspondant au rayon extraordinaire (ϵ) toujours supérieur ou égale à la valeur du rayon ordinaire (ω).

Le quartz est uniaxial positif (importance pour la séparation scapolite bleu-violette/jaune et l'améthyste/citrine). Dans le cas où la surface testée est rigoureusement perpendiculaire à l'axe optique, les deux lignes seront fixes (Deer et al., 1966; Webster 1998; Schumann 2009). L'indice de dispersion est 0.013 (Gem Reference Guide, 1995).

1.2.2 Masse spécifique

La masse spécifique constante du quartz est de 2.65 gram/cm³.

1.2.3 Durabilité

1.2.3.1 Dureté

La dureté, propriété de surface de résistance à l'abrasion, est de 7 sur l'échelle de Mohs. Il existe des petites variations de dureté directionnelle. Les faces du prisme (m) sont plus dures à polir et à couper que les autres faces (r) ou (z) (O'Donoghue, 1987). Il est à noter que la poussière ambiante est constituée de nombreux grains de quartz qui ont un caractère abrasif pour les autres matières possédant un indice de dureté inférieur à 7.

1.2.3.2 Clivage

Le quartz ne présente pas de plan de clivage distinct (fracture directionnelle le long d'un plan de moindre résistance dans la structure cristalline). Les fractures sont conchoïdales.

1.2.3.3 Stabilité

La résistance aux agents physiques et chimiques est bonne:

- Cependant il est conseillé de ne pas laisser les améthystes à la lumière intense au risque qu'elles perdent de leur couleur. (Kane, 1985; O'Donoghue, 2006). Pour d'autres, c'est l'association chaleur modérée et lumière qui atténue la couleur (Nassau, 1984).
- A la chaleur, les améthystes changent de couleur, soit lors d'un traitement thermique volontaire, thème de ce mémoire, (Nassau, 1984), soit d'une manière accidentelle au cours d'un polissage ou d'une réparation en joaillerie.
- Le choc thermique produit des microcraquelures à la surface lors d'un brusque refroidissement dans une solution froide (Nassau, 1984). Si cette solution est colorante, la couleur se concentre alors dans les craquelures.
- Le quartz résiste bien aux solutions chimiques à l'exception du fluorure d'ammonium NH₄F (Gem Reference guide, 1995) et de l'acide fluorhydrique HF (Deer et al., 1966). Cet acide peut être utilisé, méthode destructive, pour révéler la nature gauche-droite énantiomère du cristal (O'Donoghue, 1987). Le quartz est légèrement soluble dans les solutions alcalines surtout à chaud (Gem Reference guide, 1995).

1.2.4 Polariscope

Lors d'une rotation de 360° d'un quartz à structure macrocristalline entre deux filtres polariseurs en position croisée, le cristal est quatre fois éclairé-éteint (anisotrope). L'observation avec une sphère convergente de la région d'iridescence (axe optique) révèle parfois mais pas toujours, une image d'interférence typique du quartz (et de la berlinite) (*voir les photos 25 et 26 page 29, échantillon 43*), (Sinkankas 1964: 224; Wahlsrom 1979: 374-375; Webster 1994: 445; O'Donoghue 2006: 297). Pour les billes ou les perles, la sphère n'est pas nécessaire. Les pointes noires (bras de la croix) ne vont pas jusqu'au centre (mélatope) mais s'arrêtent sur un des cercles concentriques des isochromes. Cette propriété est due à la capacité du quartz à imprimer un mouvement rotatoire au plan de polarisation de la lumière qui le traverse, quand cette lumière est parallèle à l'axe optique.

1.2.5 Luminescence

Le quartz ne montre pas de phénomène de luminescence. Cependant certaines améthystes peuvent présenter une fluorescence locale bleue-verte ou jaunâtre-blanche due à la présence d'inclusions fluides (O'Donoghue 1987: 41-42; Schumann 2009: 134). Lors du frottement de certains cristaux, il peut apparaître des flashes de couleur: c'est la triboluminescence (O'Donoghue 1987: 42)

1.2.6 Spectroscope à main

L'améthyste a une large bande d'absorption entre 520 et 550 nm (vert) mais cette absorption n'est pas visible avec un spectroscope à main (Schuman, 2009; O'Donoghue, 2006).

1.2.7 Autres propriétés physiques

Le quartz a d'autres propriétés physiques qui ne concernent pas le gemmologue

- Pyroélectricité: les cristaux de quartz soumis à des différences de température développent des charges électriques de surface (O'Donoghue, 2006).
- Piézoélectricité: les cristaux de quartz qui subissent une compression dans certaines directions développent aussi des charges électriques de surface. Cette propriété a de nombreuses utilisations dans l'industrie (O'Donoghue, 1987).

1.3 Différenciation entre améthyste naturelle et synthétique

Dans son article datant de 1990, Kurt Nassau mentionne déjà une production annuelle de 1000 tonnes de quartz synthétique, une partie seulement, environ 20 tonnes, étant utilisée pour la confection de gemmes. 70 % des quartz facetés envoyés au GEMLAB laboratory en 2009 étaient des pierres d'origine synthétique (Hainschwang, 2009).

Pour des raisons légales et pour protéger le consommateur, il est obligatoire de révéler lors de la vente l'identité et l'origine naturelle ou synthétique de la pierre (Nassau, 1984). Cette distinction n'est pas facile pour le gemmologue. Des améthystes synthétiques et naturelles peuvent être mélangées dans un même lot. L'améthyste naturelle est relativement peu onéreuse. Par contre les tests de laboratoire sont chers d'une valeur parfois supérieure à la pierre testée, ce qui n'encourage pas à la détection (Notari et al., 2001; Hainschwang, 2009). Le problème de la séparation des améthystes synthétiques /naturelles est donc réel. Le *tableau 4* donne un résumé des différents caractères des améthystes naturelles et synthétiques et les tests employés.

	Améthyste naturelle.	Améthyste synthétique, deux solutions de culture possible: -NH ₄ F Solution presque neutre. -K ₂ CO ₃ solution alcaline. (a),(d),(f),(k)
Spectroscopie Infrarouge (FTIR) Résolution de la sonde scannante 0.5 cm ⁻¹ .	-Pic à 3595 cm ⁻¹ avec une largeur à mi-hauteur de 3.3cm ⁻¹ ±0.6cm ⁻¹ . - Attention, quelques améthystes présentent une absorption totale entre 3800-3000cm ⁻¹ ou une intense large absorption à 3595 cm ⁻¹ -Test non valide pour des améthystes peu colorées. (e), (f)	-Solution NH ₄ F : bandes d'absorption à 3684, 3664 et 3630cm ⁻¹ ⇒ preuve d'origine synthétique. -Solution K ₂ CO ₃ : pas de pic à 3595cm ⁻¹ ou si pic présent alors la largeur à mi-hauteur de 7 cm ⁻¹ ou plus, pas d'absorption totale entre 3800-3000cm ⁻¹ . -forte concentration en eau/naturelle ⇒très intense absorption due à l'eau centrée à environ 3200cm ⁻¹ . (f), (m)
Macles.	-Des macles polysynthétiques de type Brésil presque toujours présentes. Observation // à l'axe C avec filtres polarisants croisés et microscope. -Exception de certaines améthystes naturelles de Namibie et du Brésil. (a),(b),(c),(g),(h),(k)	-Pas de macles d'une manière générale. -Macles possibles si le germe est un quartz naturel maclé. Les macles de type Brésil sont en forme de flamme. (b),(c),(g),(k),(n)
Couleur & Lignes de croissance.	-Couleur concentrée selon les secteurs de croissance surtout le rhomboèdre r, moins le z et encore moins dans le prisme.. -Couleur disposée dans les franges de Brewster (rhomboèdre majeur) striations // à r et parfois a z. -Zonation des couleurs marquée, presque incolore/pourpre.(c),(g),(i)	-Zonation des couleurs moins marquée avec faible contraste de couleur. -Simples nuances de pourpre -Pas de franges de Brewster. -Structure de croissance // au plan du germe {0001} pour NH ₄ F, rare. -germe en général incolore contrastant avec le reste de la pierre pourpre. (g),(j)
Inclusions.	-Différentes inclusions solides. Attention ,certaines inclusions peuvent être présentes dans les naturelles et synthétiques: "nail head inclusions". Ces inclusions sont néanmoins rares dans les pièces de belle qualité .(k), (l)	- Germe si présent. -Inclusions en "miettes de pain", eucryptite, souvent présentes près du germe. -Peu ou pas d'inclusions car cristaux de haute qualité. (a),(k),(f)

Tableau 4.

Références dans le tableau 4:

- (a) Nassau, 1980 ; (b) Nassau, 1990; (c) Nassau, 1984;
(d) O'Donoghue, 1987; (e) Lameiras et al., 2009; (f) Karampelas et al., 2011;
(g) Notari et al., 2001; (h) Schmetzer, 1989; (i) Schmetzer, 1989
(j) Schmetzer, 1989; (k) Hainchwang, 2009; (l) Schmetzer, 1989;
(m) Balitsky et al., 2004b; (n) Koivula & Fritsch, 1989.
(voir aussi les photos 27,28,29 et 30 des franges de Brewster en page 33).

2. La Couleur

2.1 Création d'un centre coloré : l' améthyste.

Le quartz pur SiO_2 est incolore. Il est constitué de tétraèdres $[\text{SiO}_4]^{4-}$. Le cristal de roche, SiO_2 avec des impuretés de fer ou d'aluminium en ppm est aussi incolore. Pour le fer Fe^{3+} , l'énergie nécessaire pour exciter un électron de son orbitale extérieure correspond à une longueur d'onde de 210nm dans l'ultra violet. Il n'y a pas d'absorption dans le visible et donc pas de couleur produite (Henn & Schult-Güttler, 2012). Il faut une irradiation, naturelle ou artificielle pour créer un centre de couleur. Dans le cas de l'améthyste, l'impureté primordiale est le fer, bien que l'aluminium soit toujours présent. Il se trouve soit en **S**ubstitution à la place d'un atome de Silicium, notation $\text{Fe}(\mathbf{S})$ soit dans le canal central de l'hélice formée par les tétraèdres, **I**nterstitiel, notation $\text{Fe}(\mathbf{I})$. Dans ce cas $\text{Fe}(\mathbf{I})$, le fer peut être en configuration tétraédrale, notation (\mathbf{I}_4) ou en configuration octaédrale, notation (\mathbf{I}_6) . Dans l'améthyste, le fer trivalent Fe^{3+} remplace un atome de silicium tétravalent Si^{4+} , formant un nouveau tétraèdre $[\text{Fe}(\mathbf{S})\text{O}_4]^{5-}$. Une charge positive est manquante : c'est un ion alcalin proche qui assure l'équilibre électrique (Henn & Schult-Güttler, 2012). L'irradiation arrache un électron de l'orbitale externe d'un atome d'oxygène.

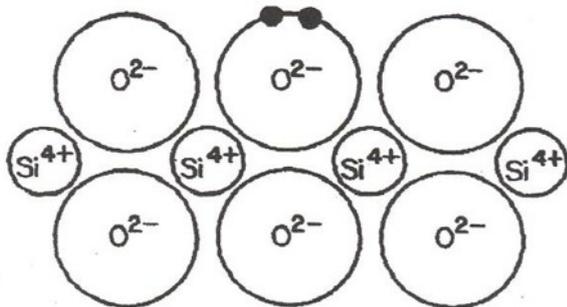


Figure 5. Avant irradiation

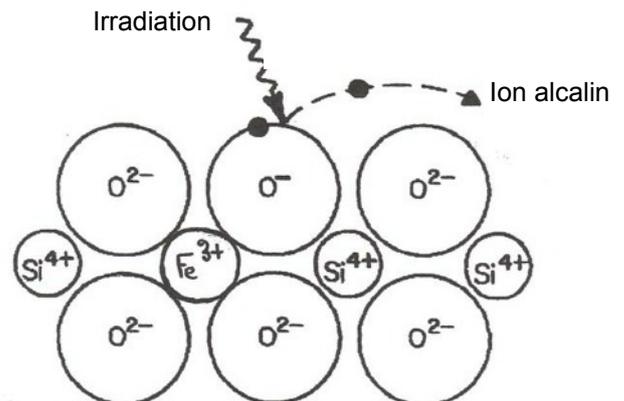


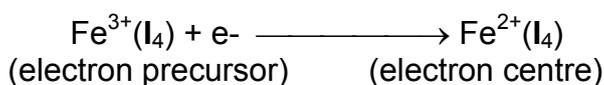
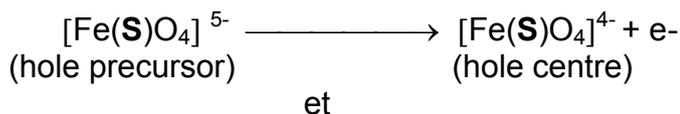
Figure 6. Après irradiation

Représentation schématique, inspirée du dessin de Nassau, 1984

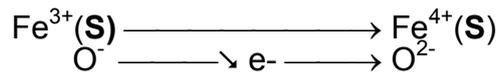
Figure 5: du Quartz pure

Figure 6: du mécanisme de formation de l' améthyste

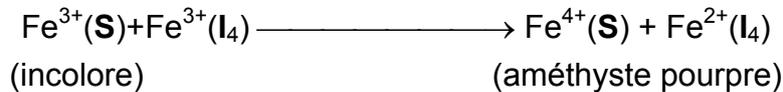
L'électron arraché est capté par le fer interstitiel $\text{Fe}(\mathbf{I}_4)$.



Il s'agit d'un transfert de charge $\text{O}^{2-} - \text{Fe}^{4+}$ (Fritsch & Rossman 1988)



Pour simplifier, (Stock & Lehmann, 1977; Henn & Schulltz-Güttler, 2012)



Le transfert de charge $\text{O}^{2-}/\text{Fe}^{4+}$ absorbe la lumière blanche avec une large bande dans le vert et le jaune, centrée à 545nm, ce qui donne la couleur pourpre de l'améthyste. Ce centre de couleur est stable jusqu'à une température limite supérieure de 350-450°C (Henn & Schulltz-Güttler, 2012). Cette interprétation n'explique pas les problèmes de stabilité de couleur de certaines améthystes (Comm.pers., Fritsch, 2014).

2.2 Traitement thermique des améthystes : l'obtention de nouvelles couleurs.

Le traitement thermique des améthystes donne des résultats différents selon le type d'améthyste chauffée et la température/temps de chauffage utilisés. Le chauffage produit un changement de couleur soit par destruction du centre de couleur (améthyste devenant jaune pâle ou verte) soit par un changement d'oxydation par l'intervention de l'oxygène (améthyste devenant jaune soutenu) (Nassau, 1984). Kurt Nassau (1984) définit sept facteurs théoriques pour un traitement thermique. En pratique, le chauffage des améthystes par exemple au Brésil se fait d'une manière très empirique (Epstein, 1988).

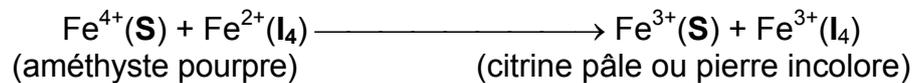
Le chauffage de l'améthyste induit principalement des pierres de deux couleurs, la citrine jaune et la prasiolite verte. Tout dépend du degré d'oxydation du fer avant la création du centre de couleur donc avant l'irradiation. Si le fer se trouve à l'état Fe^{3+} , l'irradiation suivie d'un chauffage va produire la citrine. Si le fer se trouve à l'état Fe^{2+} , l'irradiation va d'abord l'oxyder en Fe^{3+} par perte d'un électron:



Ensuite il y a formation du centre de couleur de l'améthyste. Lors du chauffage consécutif, la pierre devient verte (Nassau, 1984; Henn & Schulltz-Güttler, 2012).

- Citrine. La plupart des citrines sur le marché sont des améthystes chauffées (Nassau, 1984; Schmetzer, 1989). Les citrines issues d'un quartz synthétique et artificiellement irradié, ou détenant leur couleur en partie de l'aluminium, ont une limite de stabilité thermique basse 140-280°C. Cette caractéristique les rend inadaptées à la joaillerie (Nassau, 1984; Schmetzer, 1989). Les améthystes utilisées pour produire des citrines sont sans inclusions qui pourraient réagir lors du chauffage.

---- Lors d'un chauffage modéré entre 350-450°C, il y a atténuation progressive de la couleur pourpre et l'obtention d'une pierre jaune pâle (citrine pâle) ou incolore. C'est la phase de destruction du centre de couleur, suivant le mécanisme inverse cité ci-dessus et la production du tétraèdre initial $[\text{Fe}(\mathbf{S})\text{O}_4]^{5-}$. Ce processus est réversible par irradiation à condition que la température reste inférieure à 450°C.



---- Lors d'un chauffage plus intense entre 400-550°C, la citrine foncée doit sa couleur jaune brun à l'oxyde de fer chauffé. Il y a formation de particules sub-microscopiques d'hématite Fe_2O_3 d'environ 100nm : c'est une exsolution (Stock & Lehmann, 1977). Plus la température est intense, plus foncée sera la couleur (Henné & Sculptez-Goutter, 2012). La précipitation de ces particules est uniforme et homogène dans la structure cristalline : il n'y a pas de pléochroïsme. Ce processus est irréversible (Nassau, 1984).

---- Au delà de 600°C, la couleur jaune est remplacée par une couleur blanche laiteuse. Les structures chimiques silanol $-\text{Si}-\text{OH}$ sont détruites par la chaleur. Les groupements $-\text{OH}$ libérés forment des gouttelettes d'eau qui réagissent avec la lumière en la dispersant. C'est le phénomène de diffusion de la lumière aux longueurs plus petites que la taille des inclusions, travaux de Fritsch 1985, ici les gouttelettes d'eau (Fritsch & Rossman, summer 1988).

■ Prasiolite. Les améthystes de Montezuma, Minas Gerais au Brésil deviennent vertes après chauffage (Cassedanne, 1988a). Les prasiolites issues d'un chauffage naturel sont rares. A la limite de la Californie et du Nevada, à 33km au nord de Reno, un gisement naturel révèle des améthystes, des citrines et des prasiolites dans un rayon de 3 km seulement (Paradise, 1982). La rhyolite proche est la source de la chaleur permettant la transformation de l'améthyste voisine en citrine et prasiolite alors que l'améthyste plus éloignée reste inchangée (Nassau, 1984).

---- Lors du chauffage entre 350-400°C, il y a destruction du centre de couleur de l'améthyste comme pour la citrine et retour au fer $\text{Fe}^{3+}(\mathbf{S})$ et $\text{Fe}^{3+}(\mathbf{I}_4)$. La couleur pourpre disparaît et la pierre devient incolore. A ce stade, cette réaction est réversible.

---- Entre 400-500°C, la couleur verte apparaît. Le fer interstitiel $\text{Fe}^{3+}(\mathbf{I}_4)$ est réduit en Fe^{2+} et passe de la conformation tétraédrale en octaédrale dans un interstice déformé par la grosse taille du fer, $\text{Fe}^{2+}(\mathbf{I}_6)$ (Henn & Schultz-Güttler, 2012; Schmetzer, 1989). La couleur verte reste stable entre 500-600°C.

---- Au dessus de 600°C, la couleur laiteuse turbide apparaît par le même mécanisme que celui de la citrine.

■ "Néon Quartz" (Henn & Schultz-Güttler, 2012).

---- A une température supérieure à 500°C, certaines améthystes perdent leur couleur pourpre, acquièrent une couleur "lilas" et une turbidité laiteuse. La turbidité est due à la présence de gouttelettes d'eau déjà évoquée et la couleur rose-lilas à la présence de centres de couleur de l'améthyste Fe^{4+} non détruits mais en concentration moindre par rapport à leur concentration dans l'améthyste. Ces pierres sont vendues sous l'appellation "néon quartz".

---- Au dessus de 600°C, la couleur lilas disparaît pour la couleur blanche laiteuse turbide.

■Amétrine. C'est une pierre qui montre des zones jaune et pourpre, d'où le nom amétrine dérivant d' améthyste et citrine. La mine Anahi en Bolivie est la source d'amétrine naturelle.

Pour Kurt Nassau, l'amétrine s'obtient de deux manières. Soit par un chauffage contrôlé à 350-400°C. L' apparition de la couleur jaune peut se faire à des températures légèrement différentes suivant l' endroit à l' intérieur même d' un cristal. Soit après un chauffage à 400-450°C. Toute l' améthyste devient citrine jaune. Mais après une irradiation consécutive, seulement certains secteurs redeviennent pourpre (Nassau,1984). Selon Fritsch E., (comm. pers., 2014) cela n'a jamais été reproduit expérimentalement et encore moins fait commercialement.

Pour d'autres auteurs (Henn & Schultz-Güttler, 2012), la couleur pourpre est localisée dans le rhomboèdre positif r et le jaune dans le négatif z. Le rhomboèdre z est riche en eau. Lors d'une irradiation, l'eau est décomposée en H₂ et O₂. H₂ empêche la formation du centre de couleur améthyste Fe⁴⁺ pourpre, alors qu'il apparaît dans le rhomboèdre r.

■Quartz bi-couleur, jaune/incolore transparent.

Des pierres jaunes et incolores nommées "lunasol" sont produites à partir d'améthystes présentant des zones de couleur (Zambie, Bolivie, Brésil Maraba et Brehjinho das Ametistas). A 450°C environ, la zone du rhomboèdre majeur r devient incolore par oxydation du fer Fe⁴⁺ en Fe³⁺ et la zone du rhomboèdre mineur z devient jaune par précipitation du fer sous forme hématite Fe₂O₃ (Henn & Schultz-Güttler, 2012).

■Améthyste du Pau d'Arco (Brésil).

Pour Cassedanne (1986), à 350°C les améthystes virent au gris pourpre. A 450°C, elles deviennent hyalines ou laiteuses avec des taches cognac pâle. Pour Epstein (1988), le chauffage atténue la couleur parfois très soutenue (10 sur son échelle de 1 à 10 pour une pierre de un carat) jusqu'à l'incolore. Pour ce gisement, ces deux auteurs ne mentionnent pas la production de citrine par chauffage.

Tableau récapitulatif des données des traitements thermiques des améthystes pratiqués soit par des mineurs ou dans des laboratoires.

Auteur et origine de l' échantillon	Temps de chauffage	T° de chauffage	Type de chauffage	Produit obtenu
Epstein 1988 Maraba, Brésil.	Temps de chauffage contrôlé par les mineurs à intervalles réguliers.	235-550°C	Bac métallique d' une brouette remplie de sable sur un feu de bois.	Citrine.
Epstein 1988 Pau d' Arco, Brésil.				Seulement atténuation de la couleur foncée jusqu' à l' incolore.
Epstein 1988 Rio Grande do Sul Brésil.	45 minutes à 2 heures. Refroidissement à la T° ambiante pendant plusieurs heures.	450-550°C	Four ferme rempli de sable.	Citrine. Certaines citrines très foncées brun-rouge comparable à du grenat.
Cassedane 1986 & 1988b Pau d' Arco, Brésil.		350°C		Gris-violacé.
		450°C		Décoloration en hyaline ou laiteuse +des taches cognac très pale.
Cassedane 1988a Rio Grande do Sul Brésil.	Chauffage 12 heures et refroidissement 12 heures.	435-475°C	Four à moufle rempli de sable.	Citrine orange à brun orange "Topaze du Rio Grande".
Curren par Koivula & Kammerling 1989 Maraba, Brésil.	Six heures et refroidissement lent jusqu' à la T° ambiante.	525°C	Dans du verre pile.	Citrine couleur orange.
Kane 1985	Plusieurs minutes.		Tube à essai et flamme d' alcool.	Décoloration, jaune, vert, brun, brun-rouge
Nassau 1984	Inspections régulières lors des paliers de T° tous les 25°C.	350-400°C		Amétrine.
		400-450°C		Citrine pale.
		500-575°C		Citrine foncée.
Cassedane 1988a Montezuma ,			Par chauffage Rendement du traitement thermique est d' environ 4 %	Prasiolite ou piridine
Nassau 1984 Montezuma, Brésil principalement		400-500°C		Prasiolite verte.

Tableau 5. Différents temps ,températures et types de chauffage produisant des pierres de couleurs diverses. Les données dans la littérature sont souvent manquantes et imprécises.

	Couleur	Pleochroïsme (si présent alors dichroïque).	Élément chimique et mécanisme de la couleur.	Filtre Chelsea	Macles "brazilian law".	T° supérieure stabilité de la couleur. (en °C) ①: Henn 2012 ②: Nassau 1984
Améthyste	Pâle à intense violet	Pâle pourpre/ pourpre, faible.	Transfert de charge $O^{2-} \longrightarrow Fe^{4+}$	Rose/ rouge	Oui	① 350-450 ② 350-400
Citrine (améthyste chauffée)	Jaune pâle, jaune foncé, orange, brun.	non	Particules sub-microscopiques d' hématite Fe_2O_3 .	Jaune pâle/ rose/ rouge.(b)	Oui ou/et striations brunes.(a)	① 400-600 ② 500-575
Prasiolite (améthyste chauffée)	Vert.	Nuances de vert pâle, Faible.	$Fe^{2+}(I_6)$	Vert	Oui	① 500-600 ② 400-500
Quartz néon lilas (améthyste chauffée)	Blanchâtre lilas turbide..	_____	Fe^{4+} et gouttelettes d'eau, turbidité causée par diffusion de la lumière "adularescence".	_____	Oui	① approx. 400
Citrine naturelle	Jaune, jaune- orange jaune-vert.	Nuances de jaune, peut être assez fort	Centre de couleur avec Al^{3+} comme impureté.	Jaune	non	① 200-300 ② 140-380
Quartz fumé chauffé ou lemon-quartz ou green gold	Jaune -verdâtre	Jaune et jaune verdâtre.	Centre de couleur avec Al^{3+} comme impureté et importante concentration de Li.	_____	non	① 200-300 ② 140-380
Quartz riche en eau irradié	Vert avec un lustre terne	_____	Par irradiation de H_2O et des groupements Si-OH et Si-O, formation d'un centre de couleur NBOHC, non-bonding Oxygen hole centre.	Rouge	_____	① 500

Tableau 6a. (Nassau 1984; Henn & Schultz-Guttler 2012).

Caractéristiques liées à la couleur des améthystes, des gemmes obtenues par chauffage des améthystes (citrine et prasiolite) et autres gemmes. Le fer est l'élément responsable de la couleur des améthystes et de ses dérivés. La citrine naturelle, le quartz fumé et le quartz à forte teneur en eau irradié devenant vert ne font pas partie de notre étude. Cependant les caractéristiques de ces gemmes sont présentées dans ce tableau pour pouvoir les différencier de l'améthyste et de ses dérivées.

(a) Schmetzer 1989.

(b) voir mes commentaires page 74, filtre Chelsea.

	Spectre d'absorption UV-VIS-NIR.	Spectre infrarouge .
Améthyste	Bandes à 357, 545 et 950nm	Pic à 3595cm ⁻¹ pour la discrimination des améthystes naturelles des synthétiques.
Citrine (améthyste chauffée)	Continuum croissant vers les UV.	Non déterminant
Prasiolite (améthyste chauffée)	Bande à 720nm	Bande H ₂ O et Si-OH faible .
Quartz néon lilas (améthyste chauffée)	Epaulement à 545 et 357nm	Non déterminant
Citrine naturelle	Epaulement à 400 nm	Non déterminant
Quartz fumé chauffé ou lemon quartz ou green gold	Bande à 400 et 650nm	Bande Li à 3483cm ⁻¹
Quartz riche en eau irradié.	Bande à 610 nm .	Bande H ₂ O à 1900cm ⁻¹ Bande Si-OH à 1400 et 2200-2400cm ⁻¹ .

Tableau 6b. Valeurs UV-VIS-NIR et spectre infrarouge des gemmes du tableau 6a. (Schmetzer 1989; Notari et al. 2001; Herbert & Rossman 2008; Karampelas et al. 2011; Henn & Schultz -Güttler 2012).

Voir aussi mes courbes UV-VIS-NIR et infrarouge pp 80-85.

3 .Le traitement thermique.

3.1 Principes et différentes techniques.

K. Nassau définit sept facteurs caractérisant le traitement thermique (Nassau, 1984). Dans des conditions idéales d'expérimentation, il serait bon de pouvoir mesurer et contrôler tous les paramètres du chauffage. La nature chimique et la pression de l'atmosphère ne changent pas durant mes expérimentations. C'est la variation de la température et sa valeur maximale qu'il est important de contrôler ainsi que les temps de chauffage.

J'ai utilisé trois techniques différentes se rapprochant le plus possible des techniques décrites dans la littérature : dans un tube à essai sur un bec Bunsen, dans un four électrique, dans un bac à sable sur un feu de bois.

L'expérimentation devrait faire varier un seul paramètre à la fois pour observer les changements de couleur ainsi que toute autre altération. Le tableau 7 présente les sept facteurs de K. Nassau et leurs relations avec les trois techniques utilisées (les sept facteurs sont numérotés de ① à ⑦ dans le tableau). Le tableau 8 donne les avantages et les inconvénients des diverses techniques. Les commentaires dans les deux tableaux sont fondés sur mes observations.

7 Critères de Chauffage (Nassau 1984: 30).	① Température Maximale atteinte.	② Temps de chauffage à température maximale.	③ Paliers/ Temps de chauffage pour obtenir la température maximale.	④ Paliers/ Temps de refroidissement.	⑤ Pression. ⑥ Nature chimique de l'atmosphère, oxydant ou réducteur. ⑦ Matériel en contact avec les pierres.
Méthode bec Bunsen.	- Atteinte très rapidement risque de choc thermique. - Température difficile à maintenir constante, la flamme bouge. - Ecart de température très brusques	- difficile à contrôler car variations importantes de température. - Meilleur contrôle en tenant le tube à essai avec une pince à la main/stand	- Très difficile à contrôler avec un stand fixe. - Meilleur contrôle en tenant le tube à essai avec une pince à la main / stand fixe.	- Refroidissement très rapide jusqu'à la température ambiante. - Pas de contrôle.	⑤ Atmosphérique et constante du moment. ⑥ Constante. Air. ⑦ Constant, verre du tube à essai.
Méthode four électrique.	- Constante. - Parfaitement contrôlable.	- Parfaitement contrôlable.	- Parfaitement contrôlable.	- Parfaitement contrôlable. - Inertie thermique des fours souvent très grande. Refroidissement lent.	⑤ Atmosphérique et constante. ⑥ Constante. ⑦ Constant, creuset en terre cuite ou récipient contenant l'oxyde d'aluminium inerte.
Méthode brouette brésilienne.	- Difficile de maintenir une température constante. - Variations lentes difficiles à corriger.	- Difficilement contrôlable sans mesure de température. La température maximale n'est pas constante.	- Progressif mais difficile à influencer. - Dépend de la quantité de sable et de la distance braises/pierres.	- Inertie thermique du sable. Refroidissement très progressif, lent à très lent suivant si on laisse ou non la casserole sur les braises qui s'éteignent.	⑤ Atmosphérique et constante. ⑥ Constante. ⑦ Peut varier durant mon expérience : mon sable mouillé devenant sec.

Tableau 7. Les sept facteurs du traitement thermique de K. Nassau et leur contrôle lors des trois différents types d'expériences que j'ai employé. Ces commentaires sont personnels.

	Avantages.	Inconvénients.	Contrôle du changement de la couleur.
Méthode Bec Bunsen.	-Rapide. -Facile à mettre en oeuvre.	Pierres de bonne qualité à haute valeur économique car : -Méthode onéreuse en main d'oeuvre et énergie. -Une petite pierre taillée à la fois. -Risque de choc thermique donc pierres sans inclusions.	-Contrôle de la variation de la couleur de visu.
Méthode Four Électrique.	-Bon contrôle de tous les paramètres de chauffage. -Bonne inertie thermique des fours ce qui permet l'ouverture sans variation importante de la température.	-Petite chambre de chauffage. -Onéreux en appareillage et énergie.	-On peut contrôler les échantillons à intervalles réguliers mais on ne peut pas observer le changement de couleur de visu (sampling).
Méthode Brouette Brésilienne.	-Très peu chère -Artisanale, empirique et très simple. -De grosses quantités de matériel brut peuvent être chauffées . -Chauffage et refroidissement très progressif, grande inertie thermique réduisant le choc thermique.	-Les paramètres temps et température de difficilement contrôlables. - C'est une méthode très empirique basée sur l'expérience de mineurs.	-On ne peut pas observer les variations de couleur . -Prélèvements aléatoires des pierres pour inspection (sampling).

Tableau 8. Avantages et inconvénients des différents procédés expérimentaux pour obtenir un changement de couleur à partir d'une améthyste. On comprend alors les raisons pour lesquelles les différentes techniques sont utilisées par différents types de personnes pour des raisons économiques. Par exemple, les mineurs du Brésil vont utiliser " La brouette brésilienne", méthode très simple, empirique , de grande capacité et très peu onéreuse.

3.2 Les échantillons.

Pour analyser mes échantillons, mon matériel de gemmologie classique se compose (Photo 3)

- des balances Sartorius gem GP600S (Max=600ct) (Photo 1) à Birmingham et MettlerToledo (Laboratory & weighting technologies Switzerland, XS104, Max=120g) à l'IMN (Photo 2)
- d'un réfractomètre et de liquide de contact (IR~1.778)
- d'un polariscope avec sa source lumineuse et de sphères convergentes de tailles variables
- d'un dichroscope London Gem-A
- d'un filtre Chelsea Gem-A
- d'une loupe de gemmologie (x10)
- d'un microscope de gemmologie
- d'un appareil photo numérique
- d'une lampe à lumière blanche et d'une lampe tungstène.
- d'une source lumineuse à intensité variable composée de deux fibres optiques.



Photo 1
Balance Sartorius, Birmingham.



Photo 2
Balance Mettler Toledo, IMN. Cette balance d'une grande précision a été très commode pour mesurer la masse spécifique par méthode hydrostatique.



Photo 3
Quelques-un de mes instruments gemmologiques. Source lumineuse fibre optique, filtre Chelsea Gem-A, London dichroscope Gem-A, polariscope et sphère convergente, réfractomètre et liquide de contact.

3.2.1 Petites pierres, gemmologie classique avant chauffage.

- Echantillons

J'ai eu accès à deux lots de petites pierres taillées provenant d'un stock d'une ancienne manufacture de bijoux à Birmingham/Angleterre. L'un est constitué de pierres taillées de diverses formes , principalement navette et ovale mais aussi coeur, baguette, ronde et carrée (*Photo 4 & 5*). L' autre est constitué de pierres taillées de forme ovale , légèrement plus grosses que les pierres du lot précédent (*Photo 4 & 5*). Toutes les pierres des deux lots sont relativement homogènes en apparence, poids et taille (*Tableau 9*). L' origine géographique est inconnue . Ces pierres peuvent être synthétiques ou naturelles. De plus on ne connaît pas l' orientation de leur taille par rapport à la structure rhomboédrale majeure/mineure ou l' axe C.



Photo 4 Petites pierres taillées en forme navette, lumière blanche (en mm) Photo 5



Photo 6 Pierres ovales plus grosses, lumière diffuse par transparence (en mm) Photo 7

•Gemmologie classique avant chauffage.

-Ces pierres utilisées dans l'industrie ont une couleur assez soutenue. La distribution de la couleur à l'oeil nu paraît relativement homogène car elles sont petites mais à la loupe $\times 10$, le zonage et les inclusions sont présentes.

-Elles sont transparentes, test de la ligne parfaitement visible (*Photos 8 & 9*).

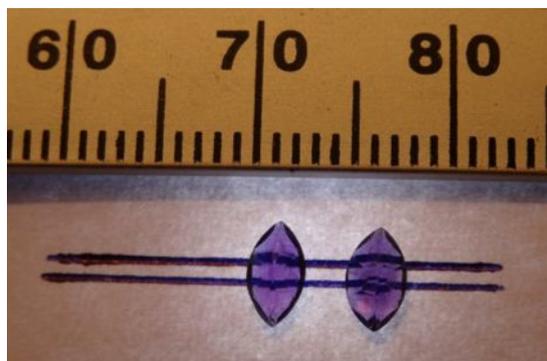


Photo 8 Pierres navettes

Test de transparence, lumière diffuse, échelle en mm.



Photo 9 Pierres ovales

-Le dichroïsme est faible, pourpre pâle/pourpre (London dichroscope, GEM-A Instruments Ltd) (*Photos 10 & 11 pierres forme navette; 12 & 13 pierres forme ovale*).



Photo 10

dichroïsme faible, petites pierres forme navette



Photo 11



Photo 12

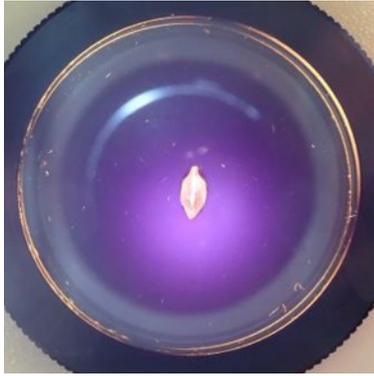
dichroïsme plus marqué que pour les pierres forme navette



Photo 13

Poids en Carats Forme	Taille en mm (moyenne)	IR et Biréfringence.	Masse spécifique	Filtre Chelsea	Polariscope (<i>Photos 14, 15 & 16</i>).
Moyenne effectuée sur 20 pierres similaires hors extrêmes : 0.214. Pierres extrêmes: de 0.141 à 0.387. Taille navette/bateau.	long.: 6.23 larg.: 3.15 épais.: 2.62 (20 pierres similaires hors extrêmes).	IR: 1.545-1.554.	2.645.	Rose soutenu à rouge.	Sombre/clair 4 fois durant rotation 360°. Ces petites pierres sont taillées d'une manière aléatoire par rapport à l'axe C. La recherche des figures d'interférence est difficile.
Moyenne effectuée sur 13 pierres similaires hors extrêmes: 1.138. Pierres extrêmes : de 0.835 à 1.629. Taille ovale.	long.: 8.49 larg.: 6.16 épais.: 4.14 (13 pierres similaires hors extrêmes).	Biréfringence 0.009.			

Tableau 9. Poids, mesures et données gemmologiques des petites pierres et des pierres ovales.



Photos 14

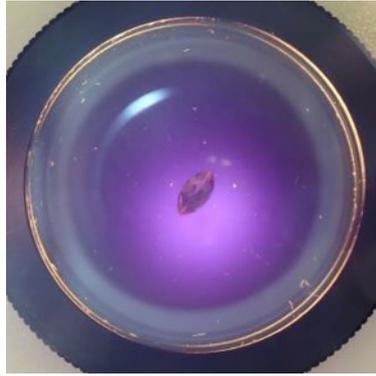


Photo 15

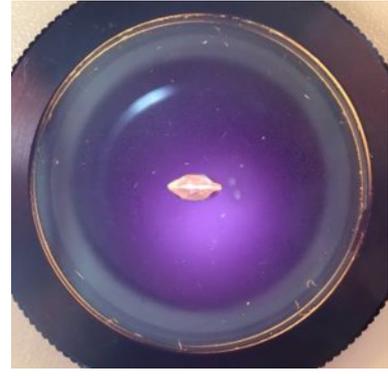


Photo 16

Petites pierres testées au polariscope dans une direction autre que parallèle à l'axe C, filtres polariseur/analyseur en position croisée, montrant une alternance éclairée/sombre/éclairée durant une rotation de 90° (monocristal anisotrope).

3.2.2 Cristaux d'améthystes, gemmologie classique avant chauffage.

•Echantillons

J' ai acheté les cristaux d' améthyste lors d' une exposition vente à Cheltenham en Angleterre. L'origine géographique est inconnue mais l' origine naturelle est assurée et l'orientation par rapport à l'axe C est possible.

- L' échantillon n°10 est une pierre de forme arrondie, percée d'un trou, provenant sans doute d'un collier.

-Les autres améthystes sont 8 cristaux/pointes numérotés n°2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 et 9. Je les ai coupés en lames parallèles au laboratoire de pétrologie (LPGN) . Dans le cristal n°2, j'ai obtenu 6 échantillons numérotés successivement 21, 22, 23, 24, 25 et 26. Le même principe de numérotation s'applique pour les autres échantillons. Les coupes ont été effectuées soit parallèle à l'axe C (série 50, 60, 80 et 90), soit perpendiculaire à l'axe C (série 20, 30, 40 et 70).

-Il y a 33 échantillons en tout numérotés d'une manière discontinue de 10 à 93.

La préparation de mes lames s'est effectuée en trois temps.

— Le sciage : minicut GBROT, 575 rpm avec un disque diamant (pas de dent) et jet d'eau continu. Le quartz n'a qu'une dureté de 7, mais pour couper une face de 85 mm de long de l' échantillon 51, il m'a fallu 45 minutes ! Travail fastidieux!

— Le polissage grossier : disques lapidaires de rodage STUERS de 250mm de Ø de finesse 80, 220, 500 et 1200 avec jet d'eau continu. Sur des échantillons de grandes tailles, il est difficile d' obtenir des surfaces planes (série 50) . La qualité du polissage et la disparition des traces de sciage sont appréciées à l'oeil en asséchant la surface polie par un jet d'air comprimé.

— Le polissage fin : suspension diamantée de 6µ et 3µ sur un drap de polissage GBROT et une rotation de 600 rpm.

-Le *tableau 10* montre les dimensions et poids des échantillons, ainsi que l'orientation de la coupe par rapport à l'axe C.

n° de la pierre	Poids en grammes	Longueur en mm	Largeur en mm	Epaisseur en mm	Orientation de la surface coupée par rapport à l'axe C.
10	1.977	15.5	10.07	8.10	-----
21	0.567	20	13	1.05	Perpendiculaire.
22	0.591	20	16	1.55	
23	2.098	25	20	2.65	
24	5.953	38	25	4.50	
25	3.064	32	28	2.06	
26	15.796	34	26	Talon épais	
31	1.409	17	15	4.05	Perpendiculaire.
32	1.838	19	17	4.20	
33	1.928	21	19	3.20	
34	2.988	23	21	3.80	
35		26	24	2.15	
36	1.524	27	26	1.48	
37		27	25	1.47	Perpendiculaire.
41	0.224	14	6	2.93	
42	0.803	18	11	2.96	
43	1.607	24	16	2.93	
44	11.607	32	26	10.08	Parallèle
51		85	21	épais	
52	2.999	31	21	2.85	
53	3.17	44	20	1.80.	
54	8.467	76	24	3.37	Parallèle.
61	24.328	58	21	Talon épais	
62	18.84	56	21	Talon épais	Perpendiculaire.
71	2.754	25	20	Talon 8.70	
72	1.686	26	21	2.08	
73	2.174	27	27	2.30	Parallèle.
81		32	20	Talon	
82	2.597	34	24	2.30	
83	8.748	36	25	Talon	Parallèle.
91		27	24	Talon	
92	0.948	20	20	2.00	
93	4.479	27	21	Talon	

Tableau 10. Numérotation, poids, mesures et orientation des coupes dans le cristal pour l'obtention de lames minces par rapport à l'axe C.

•Gemmologie classique avant chauffage

-La masse spécifique : elle a été mesurée à Nantes sur une balance Mettler Toledo à la température ambiante de 19°C (*Photo 2*). Les valeurs extrêmes sont 2.627 (n°53) et 2.652 (échantillons n°82 et n°93). La plupart des mesures sont comprises entre 2.64 et 2.65.

-L'indice de réfraction a été mesuré sur mon réfractomètre avec un liquide de contact montrant une ligne à 1.778 (*Tableau 11*).

n° de la pierre.	IR & Biréfringence	Mouvements des 2 lignes	Orientation de la surface testée/ axe C.	Commentaires.
10	1.55	_____	Impossible à déterminer.	“Distance vision” seulement possible petite pierre ronde opaque.
21,22,23 24,25,26	1.545-1.554 0.009	2 lignes constantes.	Perpendiculaire à l’axe C.	Pierres 23, 24, 24 avec lecture difficile.
31,32,33 34,35,36 37	1.545-1.554 0.009	2 lignes constantes.	Perpendiculaire à l’axe C.	Pierre 36 avec lecture difficile: impuretés ou mauvais polissage ?
41,42 43,44	1.546-1.555 0.009	2 lignes constantes.	Perpendiculaire à l’axe C.	Bonne lecture.
51,52 53,54	1.545-1.554 0.009	Ligne inférieure constante. Ligne supérieure variant , allant jusqu’à toucher la ligne inférieure ⇒ uniaxial positif.	Parallèle à l’axe C.	Lecture très claire pour pierres 51, 52 et 54 mais leur grande taille rend la rotation difficile sur la table. Pierre 53 lecture difficile due à la grande surface polie non parfaitement plane.
61,62	61: RI \approx 1.55 62: 1.545-1.554,0.009			Pierre 61 approximation seulement possible. Pierre 62 bonne lecture.
71,72,73	1.545-1.554 0.009	2 lignes constantes.	Perpendiculaire à l’axe C.	Bonne lecture.
81,82,83	1.545-1.554 0.009	Même commentaire que pour les pierres 51,52...	Parallèle à l’axe C.	Bonne lecture.
91,92,93	1.545-1.554 0.009			

Tableau 11. Données gemmologiques IR, biréfringence et mouvements des lignes en fonction de l’orientation de la surface testée par rapport à l’axe C, appréciation de la qualité de la lecture.

-J’ ai aussi effectué la mesure de l’indice de réfraction en utilisant l’appareil mesurant l’angle de Brewster (*Photos 17 & 18*). La loi de Brewster s’applique pour une surface plane, polie, d’une matière non métallique. Un rayon de lumière monochromatique incident qui rencontre cette surface, optiquement plus dense, va être réfléchi et réfracté. Lorsque l’angle formé entre le rayon réfléchi et le rayon réfracté est de 90° alors le rayon réfléchi est uniquement composé de lumière polarisée dans le même plan que la surface réfléchissante. A cette position, l’angle incident est appelé angle de Brewster (*Figure 7*)(Wahlstrom, 1979).

Une table en fonction de la longueur d’onde de la lumière incidente donne l’indice de réfraction par rapport à l’angle incident mesuré. Un liquide de contact n’est pas nécessaire. On peut mesurer de grands indices de réfraction comme celui du diamant. Mon expérience est que l’utilisation pratique n’est pas si facile. Dans l’ oeilleton de l’appareil, on observe un cercle divisé en deux, une partie claire et une sombre, similaire à l’image observée lors d’une lecture à distance dans un réfractomètre classique. Le tambour gradué sur le coté donne la valeur de l’angle. Il n’y a qu’une ligne (donc pas de biréfringence) et l’ appréciation de sa position exacte, donc de la valeur de l’angle, est très approximative. La longueur d’onde de la lumière monochromatique utilisée par cet appareil est de 670nm. Pour une lumière monochromatique de longueur d’onde de 670 nm, la valeur observée pour le quartz est de 57.0- 57.1(Annexe 2).



Photo 17. Appareil mesurant l'angle de Brewster avec le tambour gradué externe.



Photo 18. Le couvercle est retiré montrant la chambre de testage

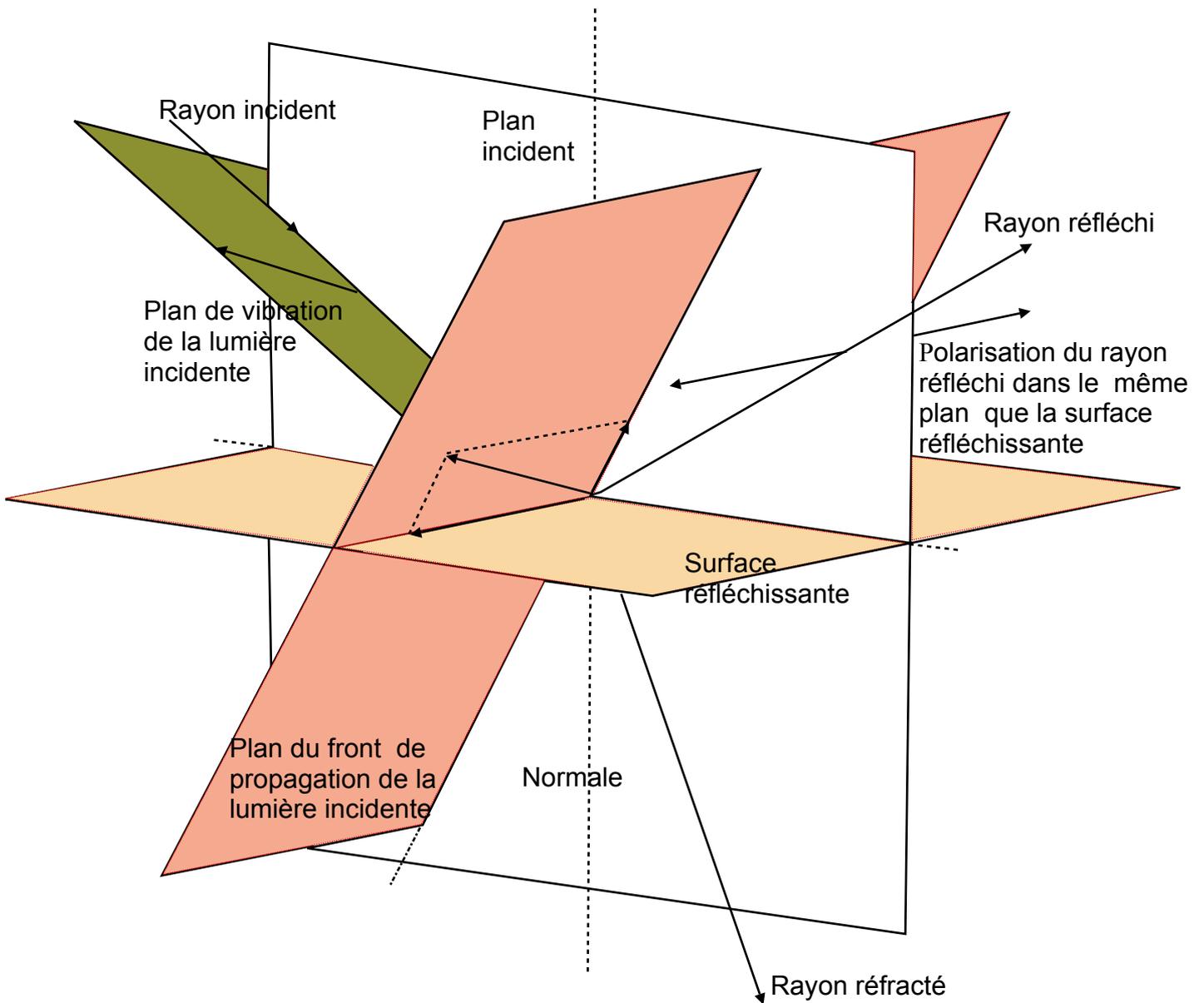


Figure 7. Lorsque l'angle entre le rayon réfléchi et le rayon réfracté est de 90° , alors l'angle entre la normale et le rayon incident est appelé angle de Brewster. Schéma inspiré de Wahlstrom E.E., 1979.

-Tous les échantillons ont été testés au polariscope, polariseur et analyseur en position croisée. Pour les échantillons des séries 50, 60, 80 et 90 avec la surface testée dans le même plan que l'axe C, on observe quatre fois clair/sombre durant une rotation de 360°: monocristal anisotropique (Photos 19, 20 & 21, échantillon 92). Pour les échantillons des séries 20, 30, 40 et 70 avec une surface coupée testée perpendiculaire à l'axe C, la pierre reste éclairée durant la rotation de 360° (Photos 22, 23 & 24, échantillon 32).

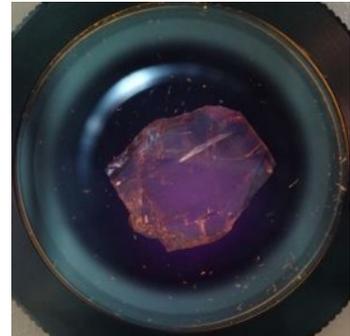
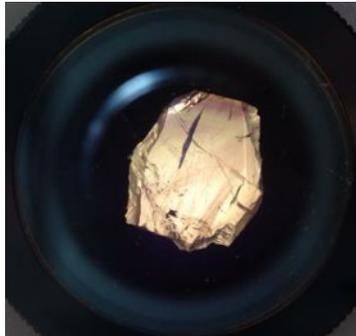
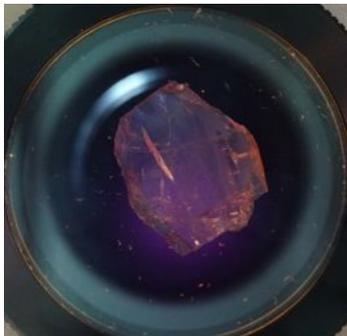


Photo 19

Photo 20

Photo 21, échantillon 92

L'axe C est dans le même plan que la surface testée. Rotation de 90°

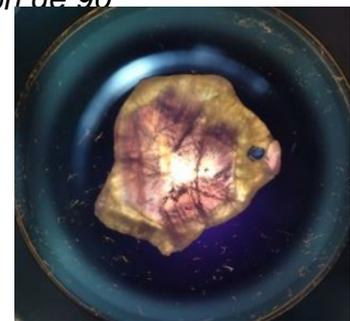
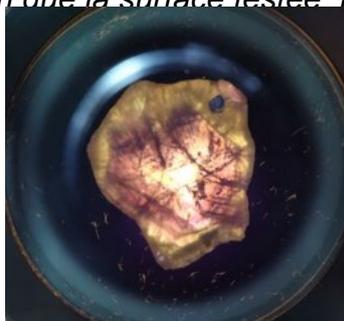
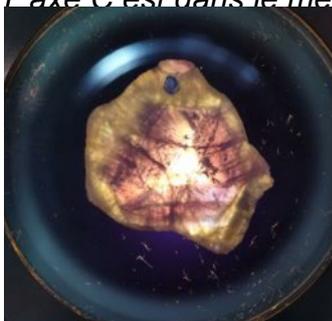


Photo 22

Photo 23

Photo 24, échantillon 32

L'axe C est perpendiculaire à la surface testée. Rotation de 90°.

S'il est très difficile d'observer les figures d'interférence sur les tranches de mes échantillons/lames des séries 50, 60, 80 et 90, par contre elles sont évidentes pour les séries 20, 30, 40 et 70. En se déplaçant avec la sphère convergente à la surface de l'échantillon n°43, on observe à la fois la figure "bull's eye" caractéristique du quartz et la figure en croix typique d'un cristal uniaxial (Photo 25 & 26, échantillon 43).

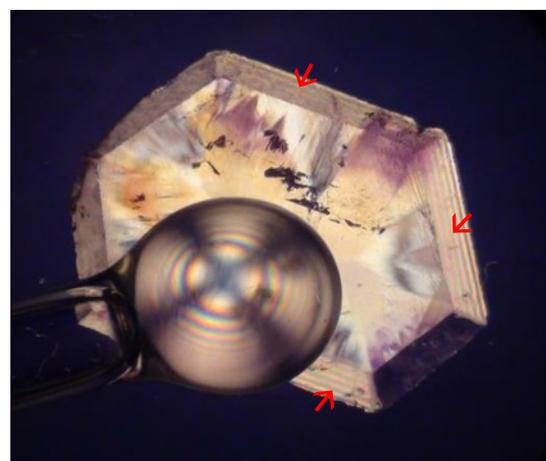
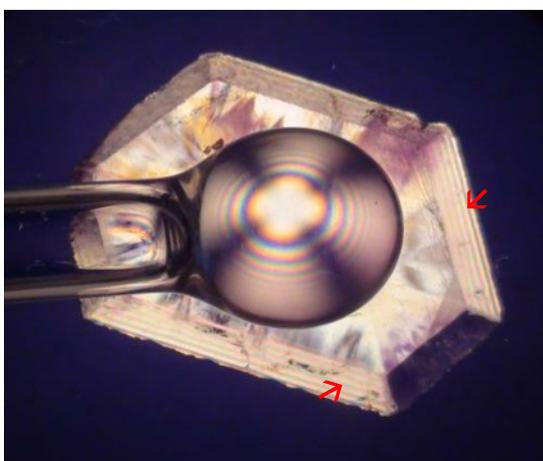


Photo 25. Figure "Bull's eye"
Echantillon 43.

Photo 26. Figure en croix et la spirale
d'Arny dans les zones maclées.
Echantillon 43.

Sur les faces r et z du cristal sur les photos 25, 26, 26e & 26f on observe des franges de couleurs d'interférence qui suivent la morphologie de l'échantillon (flèches rouges). Ce phénomène d'optique est dû à la lumière blanche traversant deux faces non parallèles. D'après les valeurs des angles de la figure 4, l'angle de la face basale et des faces r ou z est de 52° ($142^\circ-90^\circ$). J'ai reproduit ce phénomène avec une lame de quartz à deux faces non parallèles mais dont l'angle est de quelques degrés : les spectres sont beaucoup plus étalés (Photos 26a, 26b, 26c & 26d). J'ai réalisé l'expérience avec deux dispositifs différents : l'un avec mon polariscope (Photos 26a, 26b & 26c), l'autre avec deux film-filtres et une lampe tungstène recouverte d'une feuille de papier blanche faisant office de diffuseur de la lumière (Photo 26d). Ce phénomène d'optique s'observe aussi bien sur mes améthystes naturelles (Photos 25, 26, 26e & 26f) que sur des améthystes synthétiques (Notari et al., 2001) (Photo 26g).

J'ai recherché les macles polysynthétiques pour différencier les améthystes synthétiques des naturelles. Pour trouver les couleurs d'irridescence et donc l'orientation de l'axe C, j'ai utilisé mon gros polariscope. Ensuite, j'ai observé les effets des macles avec mon petit polariscope pliable Gem-A (les filtres étant constamment en position croisée) posé sur la platine d'un microscope. J'ai eu accès à des échantillons d'améthystes synthétiques pour pouvoir observer la différence avec mes améthystes naturelles. J'ai observé des plages de couleurs brisées dans les naturelles et des plages de couleur uniformes pour les synthétiques.

Pourquoi avec mes améthystes naturelles des photos 25, 26, 26e & 26f, en regard des faces cristallographiques correspondant au rhomboèdre majeur, lieu des macles polysynthétiques, je n'observe pas des lignes brisées ?



Photo 26a Polariscopes avec filtres en position croisée, règle avec graduations en cm et pouces, lame de quartz avec deux faces non parallèles et support métal noir.



Photo 26b Spectre observé avec le polariscope.

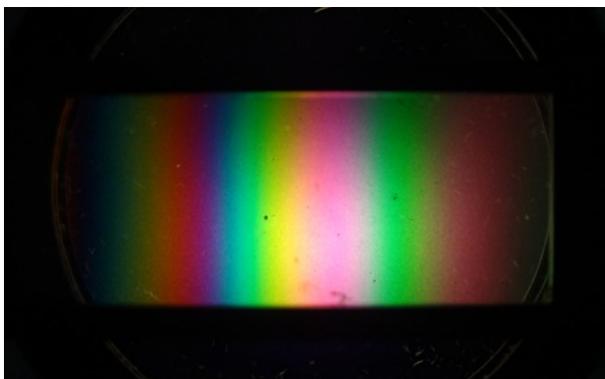


Photo 26c spectre observé, vue de détail.

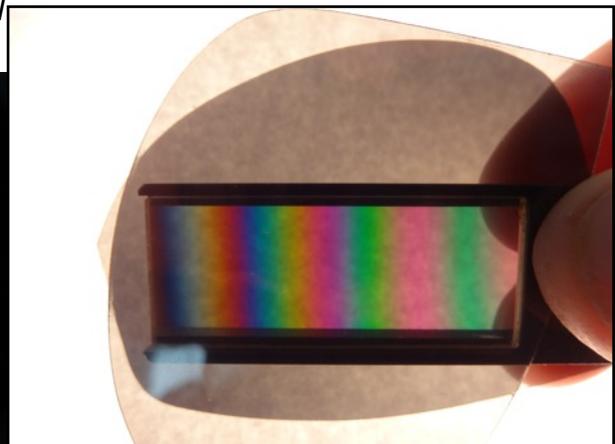


Photo 26d Montage plus simple. Lame de quartz à faces non parallèles entre deux filtres film positionnés à 90° l'un par rapport à l'autre. Le tout est tenu entre mes doigts au dessus d'une lampe tungstène recouverte d'une feuille de papier blanche produisant une lumière blanche diffuse.

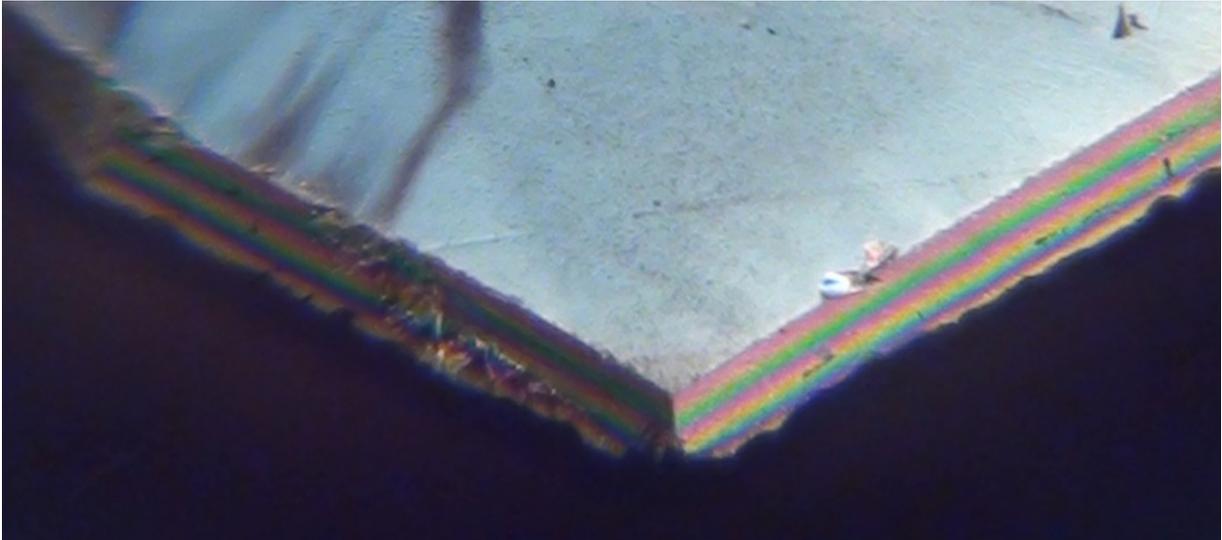
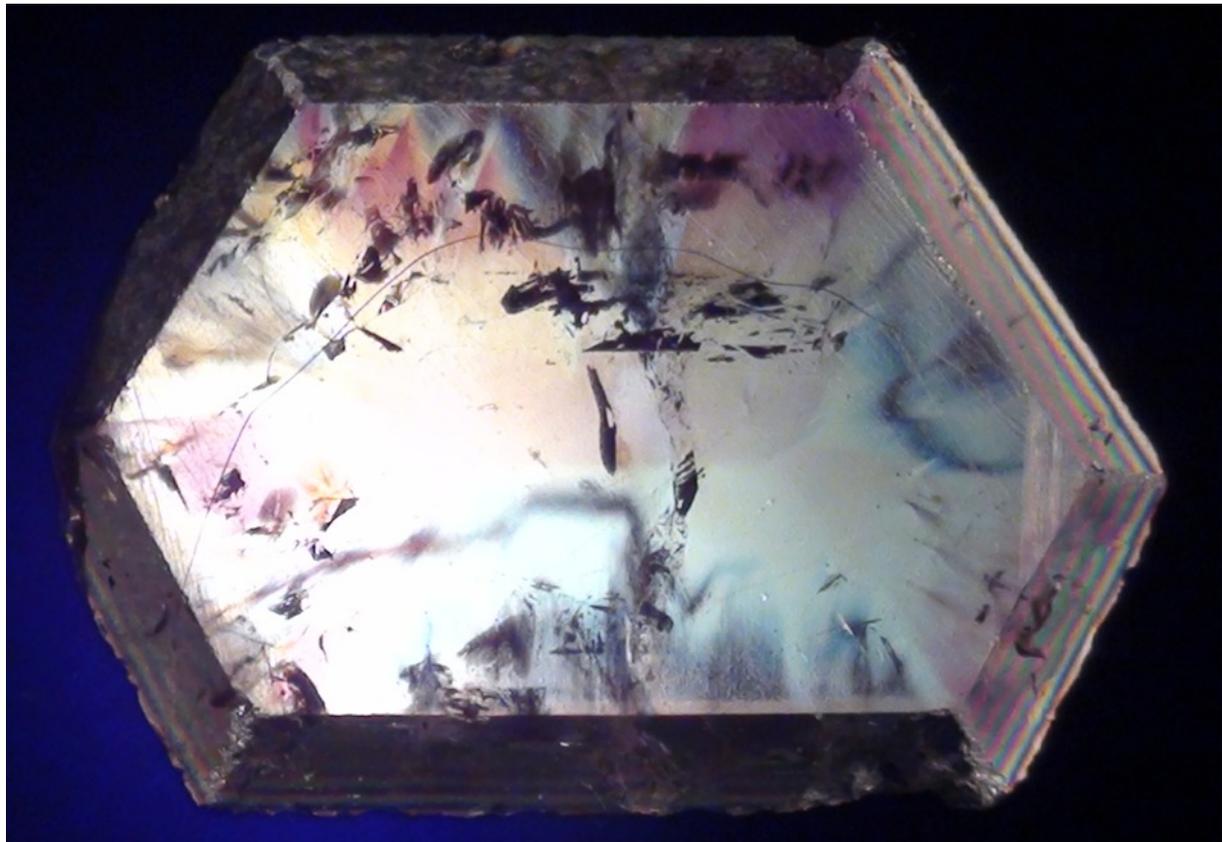


Photo 26e échantillon 22 Sur les faces r et z du cristal, les fines bandes de couleurs d'interférences.



Ci dessus, Photo 26f échantillon 43 Bandes de couleurs visibles sur toutes les faces du prisme, en regard du rhomboèdre majeur comme mineur, suivant la morphologie de la pierre.

*A droite, Photo 26g Photo d'un quartz synthétique
Courtoisie de Notari F.(Notari et al., 2001, fig.9).*

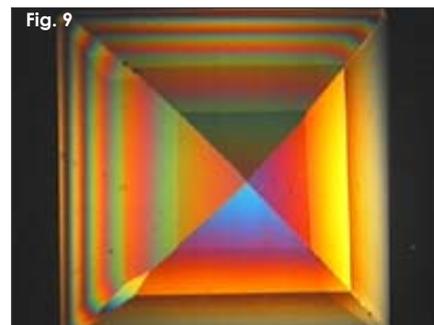


Fig. 9

Sur les échantillons 72 et 73, j'ai observé les franges de Brewster présentes dans le rhomboédre majeur r (Photos 27, 28 & 29, échantillon 73. Photo 30 échantillon 72). Certaines sont indiquées par les flèches rouges .

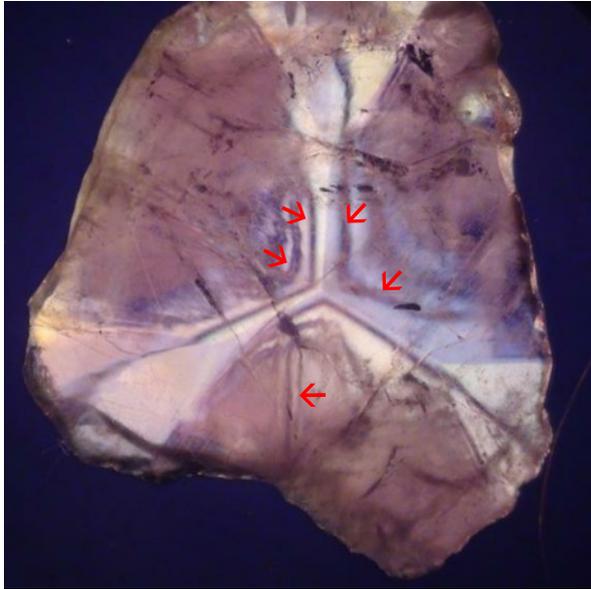


Photo 27, échantillon 73 polariseur.

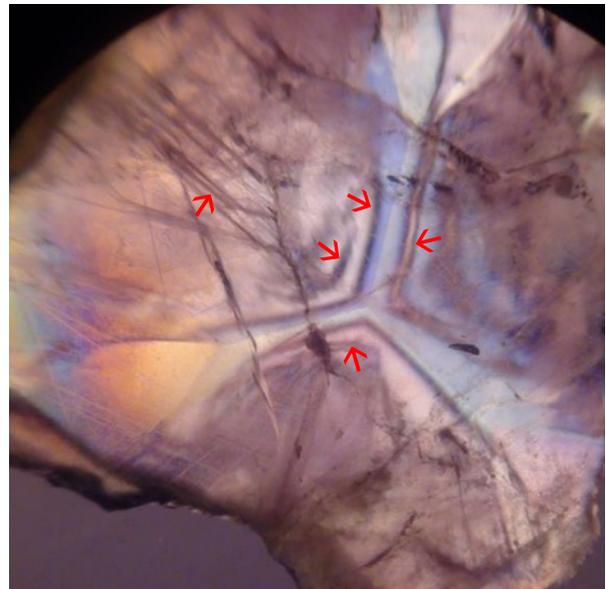


Photo 28, échantillon 73 avec loupe x10 entre polariseur et analyseur.

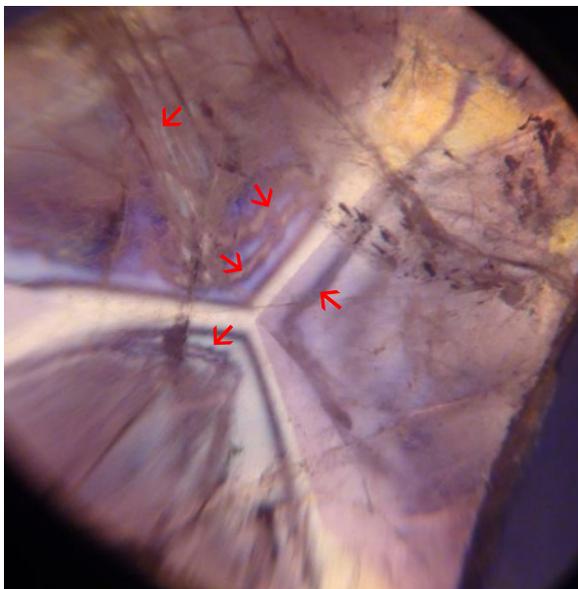


Photo 29, échantillon 73 avec loupe x10 entre polariseur et analyseur.

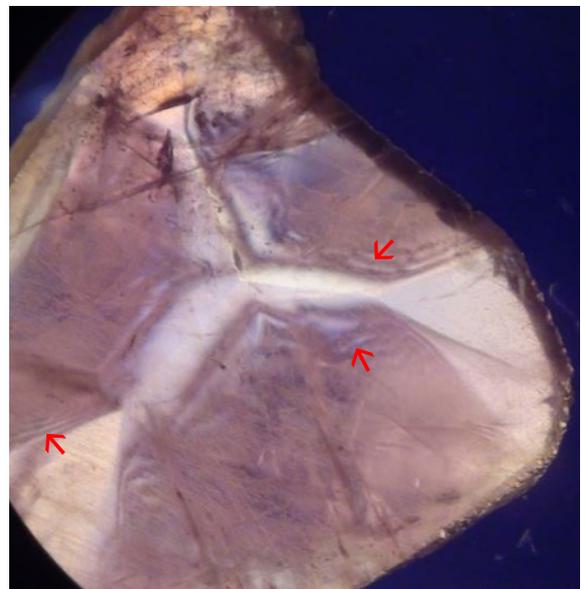


Photo 30, échantillon 72 polariseur.

-La couleur varie en intensité et distribution.

. Intensité _ selon les pierres, le pourpre est plus ou moins foncé

dans une même pierre, on observe des zonations très franches soit la sous forme de chevrons avec alternances pourpre et incolore (Schumann, 2009)(Photo 31, échantillon 52 & 53, Photo 32, échantillon 54) soit sous la forme de bandes alternant pourpre foncé et plus clair parfois presque incolore (Photo 33 & 34 échantillon 91).



Photo 31, échantillon 52 & 53
Lumière blanche (en mm).



Photo 32, échantillon 54
Lumière blanche et tungstène.



Photo 33, échantillon 91
Lumière blanche (en mm).



Photo 34, échantillon 91
Lumière blanche et tungstène.

.Distribution: la couleur est très variable long de l'axe C. Pour mes échantillons, la base du cristal est pas ou peu colorée alors que la pointe concentre la couleur pourpre (Photos 35 & 36, échantillon 61).



Photo 35, échantillon 61
Lumière blanche (en mm).



Photo 36, échantillon 61
Lumière blanche et diffuse.

Dans les coupes perpendiculaires à l'axe C, on observe que:

- _ la couleur est surtout présente dans le rhomboèdre majeur et bien moins dans le rhomboèdre mineur.
- _ la couleur apparaît soit en secteurs limités par des lignes nettes suivant les faces cristallographiques (Photo 37, échantillon 23; Photo 38, échantillon 43), soit sur l'entière surface de la coupe (Photo 39, échantillon 37).
- _ la surface colorée peut être moins importante que la surface incolore (Photo 37, échantillon 23).
- _ la symétrie du cristal, au centre d'ordre trois puis passage à une symétrie apparente d'ordre six. (Photos 38a & 39a, échantillon 33; Photo 40, échantillon 34).



Photo 37, échantillon 23 Lumière blanche.
Distribution hétérogène de la couleur surtout concentrée dans certains secteurs suivant les faces cristallographiques. Echelle en mm.



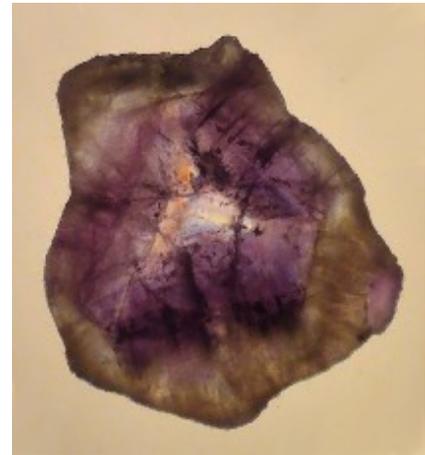
*Photo 38, échantillon 43
Coloration surtout dans le secteur du rhomboèdre majeur, correspondant avec les faces cristallographiques. Lumière blanche.*



*Photo 39, échantillon 37
Coloration sur toute la surface de la coupe. Lumière blanche (en mm).*



*Photo 38a, échantillon 33
Symétrie d'ordre trois au centre (triangle) puis symétrie apparente d'ordre six en périphérie (hexagonale) Lumière blanche.*



*Photo 39a, échantillon 33
Observation entre polariseur et analyseur en position croisée dans le polariscope qui montre mieux la symétrie.*

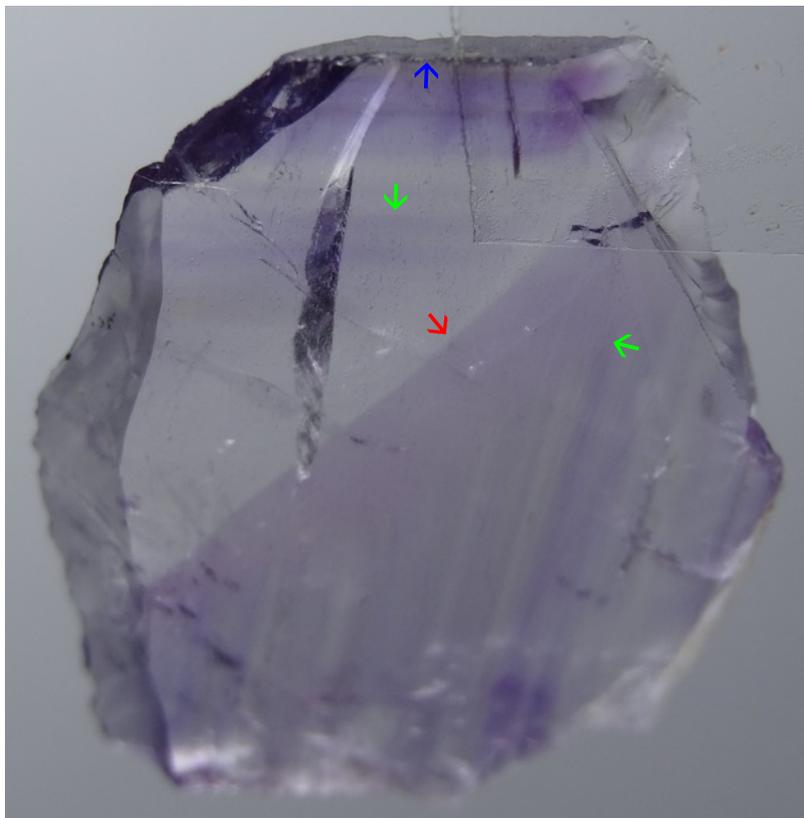


Photo 40, échantillon 34

Noter l'inversion de la distribution de la couleur dans le triangle central entre l'échantillon 33 (Photo 38a) et l'échantillon 34 (Photo 40), pourtant contigus (coupes successives). Lumière blanche.

Lors de coupes parallèles à l'axe C, on observe
 _des lamelles de couleur parallèles à la surface de la pointe du cristal. Elles sont séparées par des lamelles transparentes incolores.
 _ces lamelles sont plus distinctes dans la pointe du cristal.
 _ces lamelles sont symétriques de chaque côté de l'axe C à la manière des arêtes de poisson (Photos 41 échantillon 82; Photo 42, échantillon 92).

*Photo 41 échantillon 82 Lumière blanche
 Distribution hétérogène de la couleur.
 Alternance de lamelles incolores et colorées d'intensité variable parallèles aux deux faces cristallographiques (flèches bleues).
 Il y a une symétrie gauche/droite par rapport à une ligne parallèle à l'axe C (flèche rouge) partant de la pointe du cristal donnant une image à la manière d'arêtes de poisson. Les lamelles du côté gauche sur la photo sont plus colorées que celles du côté droit (flèches vertes).*



*Photo 42 échantillon 92
 Ligne de symétrie (flèche rouge) parallèle à l'axe C partant de la pointe du cristal, et les lamelles disposées en arêtes de poisson (flèches vertes). La face cristallographique est la surface plane en haut de la photo (flèche bleue).*

3.3 Les expériences

3.3.1 Bec Bunsen

Toutes ces expériences ont été réalisées dans une classe de chimie de la Loughborough Grammar School, East Midlands (LGS), Angleterre (*Photo 43*). J'ai respecté les mesures de sécurité en vigueur dans l'établissement : hôte aspirante, lunettes de protection, gants résistants à la chaleur/feu, et blouse blanche résistante au feu. L'équipement est constitué : d'un testeur électrique TECPEL DTM-305C K d'une capacité de température maximale de 1372°C muni d'un thermocouple Type K-01 nickel/chrome pour l'électrode positif et nickel/aluminium pour l'électrode négative, gaine en teflon (*Photo 44*), d'un autre testeur électrique Rapid 328 DMM de capacité maximale de 1000°C et d'un thermocouple cuivre/nickel (*Photo 46*), d'une montre/chronomètre à quartz casio F-91W, d'une loupe grossissement 10 fois, d'un pied de chimie avec une pince en métal pour tenir un tube à essai au dessus de la flamme, d'un bec Bunsen, d'un tube à essai en pyrex de 25 mm de \varnothing et 15 cm de longueur, de petits sacs plastique et d'étiquettes. J'ai effectué l'introduction et le retrait des pierres du tube à essai très chaud grâce à un petit instrument de dentiste. En lui imprimant une rotation de 90°, la spatule coudée m'a permis soit de pousser les pierres au fond du tube, soit de les retirer séparément au moment opportun (*Photos 44 & 45*). J'ai effectué le contrôle de la précision des thermocouples soit en mettant les sondes dans ma bouche (37°C), soit en comparant lors de certaines expériences la concordance des températures lues sur le cadran des deux appareils.

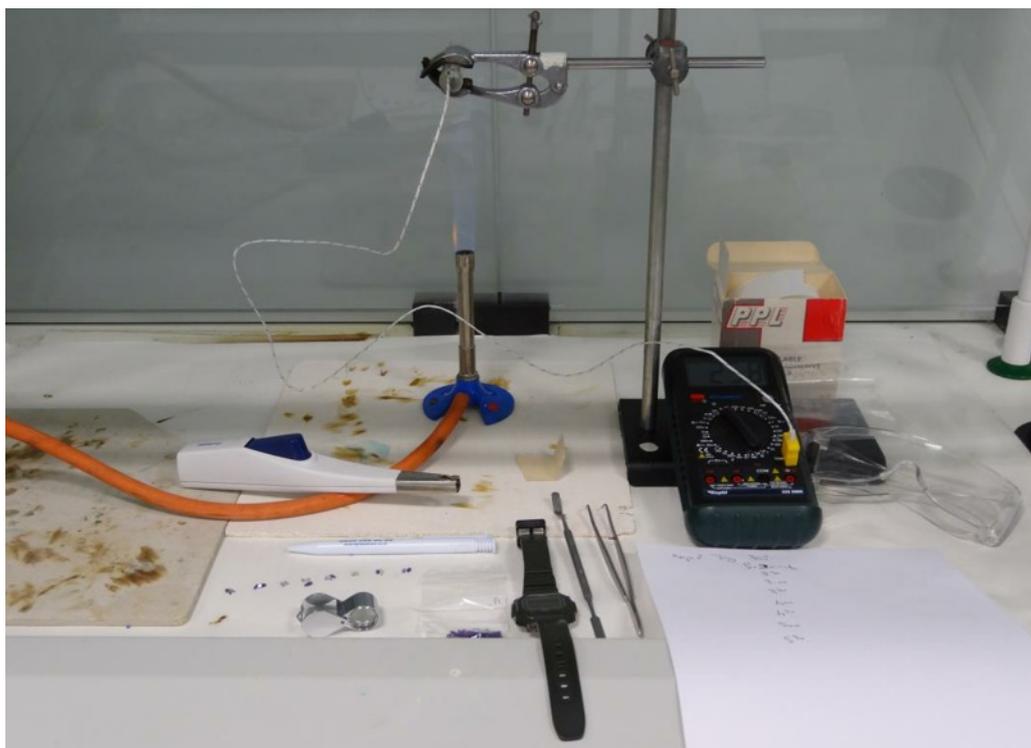


Photo 43 Expériences de chauffage par Bec Bunsen réalisées sous une hôte aspirante à la LGS.



Photo 44 & 45 Testeur électrique sur lequel on branche le thermocouple et tube à essai. La spatule du petit instrument de dentiste est tournée de 90° ce qui permet de comprendre la manipulation des pierres à l'intérieur du tube à essai.



Photo 46 Testeur électrique avec prise jaune de branchement du thermocouple.

3.3.1.1 Première expérience

■ But : Mesurer le temps au bout duquel on observe des changements de couleur d'une pierre soumise brutalement à une température déterminée. Faire une photo des pierres avant chauffage. Température ambiante de 22°C. Introduire deux petites pierres dans le tube à essai maintenu à une température déterminée. Observer toutes variations (physique et couleur) et noter les temps d'apparition des changements. Faire une photo après chauffage. Les pierres sont introduites rapidement à l'aide de l'instrument de dentiste dans le tube à essai tenu par un pied de chimie à une hauteur fixe au dessus de la flamme.

■ Résultats:

Température en °C	-Temps au bout duquel il y a un changement de couleur. -n°1 : pierre 1, changement d'aspect physique (cassée ou intacte) / couleur obtenue (diverses nuances de pourpre et jaune et incolore). -n°2 : pierre 2, même commentaire que pour la pierre 1.
~750	-2-3 secondes. -n°1 : se casse en un gros fragment/ incolore. les petits fragments volent en éclats et sont perdus. -n°2 : se casse en un gros fragment/ jaune très pâle. Les petits fragments volent en éclats et sont perdus.
~640	-8 secondes. -n°1 : intacte/ incolore. -n°2 : se casse en un gros et de nombreux petits fragments/ tous incolores
~500	-18 secondes. -n°1 : se casse en un gros et un petit fragment/ tous les deux incolores. -n°2 : se casse en un gros fragment et deux petits fragments/ tous pourpre pâle.
~450	-46 secondes. -n°1 : intacte/incolore. -n°2 : intacte/incolore.
~400	-2 minutes. -n°1 : intacte/ jaune très pâle. -n°2 : se casse en un gros fragment / jaune pâle. le petit fragment est perdu.
~370	-5 minutes 28 secondes. -n°1 : intacte/ incolore. -n°2 : se casse en un gros et un petit fragment/ tous les deux pourpre pâle.
~350	-5 minutes. -n°1 :se casse en un gros fragment et un petit fragment/ tous les deux jaune pâle. N°2 : se casse en un gros fragment/ jaune pâle et un petit fragment/ pourpre
~300	J' arrête l' expérience après 30 minutes car elle n'a plus de sens. N°1 : intacte/ pourpre, peu ou pas de changement de couleur. N°2 : intacte/ pourpre pâle.

Tableau 12. Résultats de la première expérience.

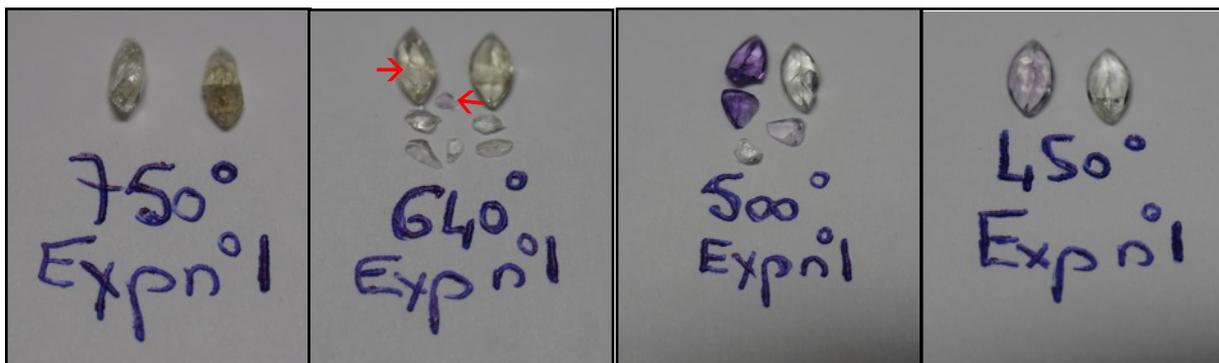


Photo 47

Photo 48

Photo 49

Photo 50

Photos individuelles des échantillons pour chaque température. Noter la couleur légèrement pourpre d'un petit fragment à 640° C alors que le gros fragment est incolore (flèches).

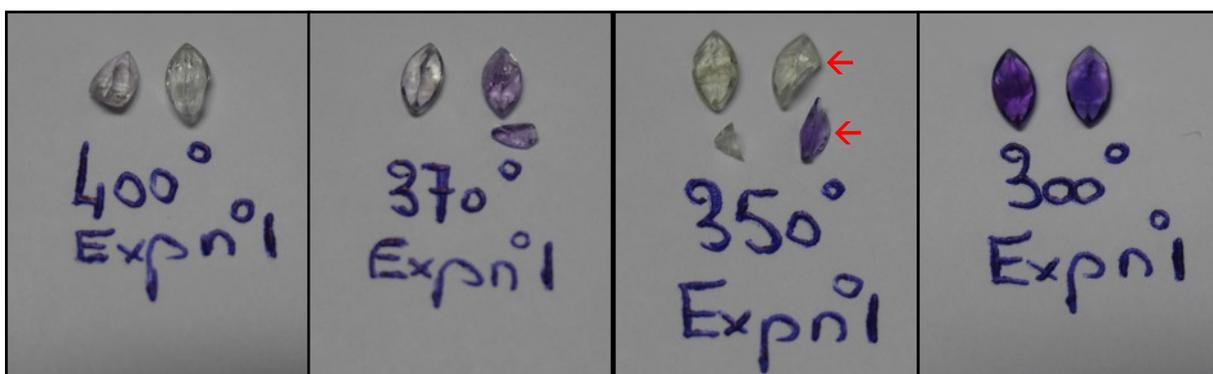


Photo 51

Photo 52

Photo 53

Photo 54

Photos individuelles . Noter qu'à 300°C, les pierres sont intactes et le changement de couleur s'il existe est faible. Noter qu'à 350°C, la pierre sur la droite a une couleur différente que son fragment (flèches).

■ Problèmes , commentaires et conclusion.

--Température constante très difficile à contrôler : écarts de température de 30-50 °C en quelques secondes lorsque la flamme bouge sous le tube à essai notamment lors de l'introduction des pierres.

--Difficultés à juger les changements de couleur. Quand faut-il retirer les pierres ? Lorsqu'il y a atténuation de la couleur pourpre, apparition de la couleur jaune ou incolore ? Pour les températures supérieures ou égales à 500°C , il semble que le changement de couleur se fasse en même temps que l'éclatement, très rapidement . Y a-t-il à plus basse température dissociation du choc thermique et du changement de couleur ? Je n'ai pas été assez vigilant durant l' expérience pour noter ce fait.

--Une majorité des pierres se cassent(9/16), (T 750, 640, 500, 370 et 350°C). L'éclatement est parfois très violent avec perte des fragments (T 750 et 400°C). La taille des fragments est variable. Les fragments d'une même pierre peuvent avoir des couleurs différentes (pierres n°2 à 640°C et 350°C) !!! Les pierres se cassent-elles par choc thermique ou par la présence de petites inclusions fluides ?

-- Au bout de 30 minutes à 300°C, je n' observe ni changement de couleur, ni cassure. Cette température semble être la température en dessous duquel rien ne semble se passer.

--Maintenir un tube à essai au dessus d'une flamme pour une durée de plus de 30 minutes n' a pas de sens économique. J' arrête l' expérience.

--Méthode non applicable pour un traitement de masse, faible contenance des tubes à essai. Méthode coûteuse en temps et énergie.

Pour une même température et un temps de chauffage identique, on obtient des résultats différents sur les deux pierres. Ceci suppose une variabilité des gemmes non traitées.

Cette expérience montre le temps au bout duquel on observe un changement de couleur avec ou non simultanément une cassure sur des petites pierres de qualité gemmologique en fonction de la température. Le tracé ci dessous (*Figure 8*)

illustre cette corrélation. Pour des raisons pratiques, je n'ai pas échelonné l'axe du temps sur 30 minutes (1800 secondes) d'autant plus qu'à 30 minutes, il n'y avait toujours pas de changement de couleur, donc pas de point à représenter.

Température (°C)

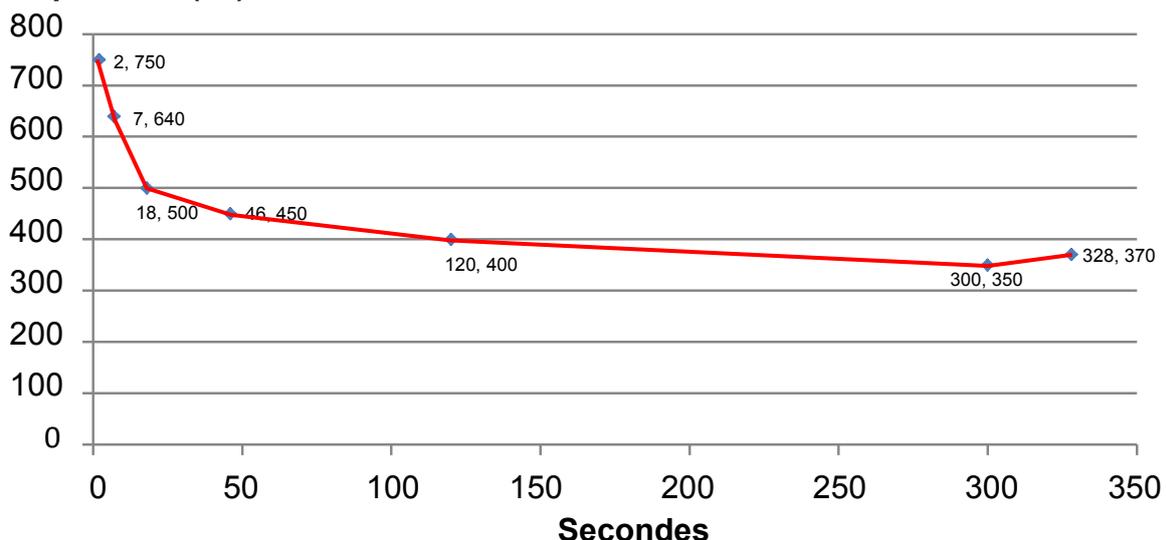


Figure 8. Temps au bout duquel on observe un changement physique/couleur.

A 750°C, 640°C, 500°C, la cassure semble concomitante au changement de couleur. Aux températures plus basses, je n'ai pas été assez vigilant pour répertorier les deux événements indépendamment.

Conclusion : la plage de températures relativement basses de 350-400°C semble être la plus favorable pour ce type de chauffage. Au dessus de 500°C, tout ce passe trop vite.

3.3.1.2 Deuxième expérience

■ But : Observer les changements physiques et de couleur d'une pierre soumise à une température constante et un temps de chauffage variable. Faire une photo des pierres avant chauffage . Temperature ambiante de 22°C. Dans un tube à essai maintenu à une température de 350°C, introduire rapidement dix pierres puis les retirer une à une à intervalles réguliers toutes les 30 secondes (1 minute, 1 minute 30 secondes, 2 minutes...). Noter les changements physiques et de couleur. Faire une photo des pierres après chauffage.

■ Résultats: *Tableau 13 et Photos 55, 56, 57 et 58 des échantillons après chauffage.*

Temps de chauffage. Minute/ Seconde.	-nombre de pierres testées/retirées. -cassée ou intacte/ couleur après chauffage.
1'00	-1 -intacte/ pourpre, pas de changement évident de couleur.
1'30	-2 -une pierre intacte/ atténuation du pourpre. -une pierre cassée et son fragment perdu/ pas de changement évident de la couleur
2'30	-1 -intacte/ pourpre très pâle/incolore.
3'00	-6 -2 pierres intactes / zonation pourpre très pâle. -1 pierre intacte/ incolore. -1 pierre cassée avec fragment/ zonation pourpre très pâle. -2 cassées avec fragments perdus/ incolore.



Photo 55

Photo 56



Photos individuelles des échantillons après chauffage au bout d'un temps donné.

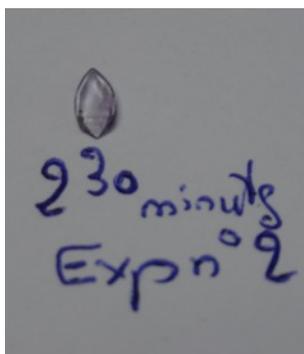


Photo 57

Photo 58



■ Problèmes et commentaires

-- Cette expérience n'a pas été pratique à réaliser tout seul. Retirer une pierre toutes les 30 secondes n'est pas facile.

-- La température varie beaucoup avec le mouvement de la flamme lors des manipulations des pierres à l'intérieur du tube à essai (introduction et retrait). Je l'ai arrêtée au bout de 3 minutes alors que je pensais aller jusqu'à 5 minutes 30 secondes.

-- Tout semble changer très rapidement en quelques secondes autour de 2-3 minutes à cette température. La variation de la couleur est brutale.

-- Une forte proportion de pierres se cassent (4/10).

-- Quelques pierres à 3 minutes présentent une zonation de couleur pourpre pâle / l'incoloro très nette. Le changement de couleur se fait d'une manière hétérogène à l'intérieur d'une pierre sans doute car la pierre était déjà hétérogène à l'état non chauffé.

A la suite des difficultés rencontrées durant cette expérience, je l'ai recommencée avec un protocole différent. C'est la troisième expérience.

3.3.1.3 Troisième expérience

■ But : Observer les changements physiques et de couleur d'une pierre soumise à une température constante et un temps de chauffage variable. Faire une photo des pierres avant chauffage. Température ambiante de 22°C. Dans un tube à essai maintenu à une température constante de 360°C, introduire deux/trois petites pierres à la fois et les laisser un temps déterminé. Faire une photo après chauffage. Noter les changements physiques et de couleur des pierres. Cette expérience reprend la précédente avec deux/trois pierres pour chaque temps de chauffage. Elle évite les manipulations dans le tube à essai, donc permet un meilleur contrôle de la température.

■ Résultats: Photos individuelles et tableau des résultats (*Tableau 14*).

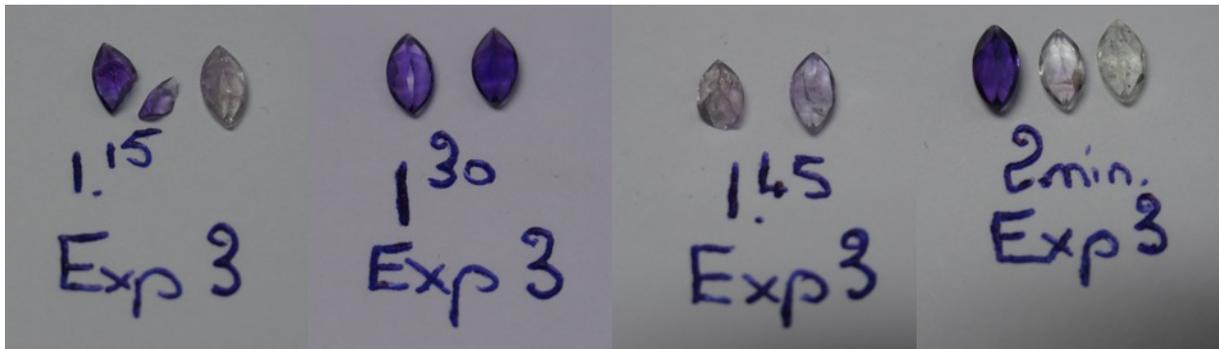


Photo 59

Photo 60

Photo 61

Photo 62

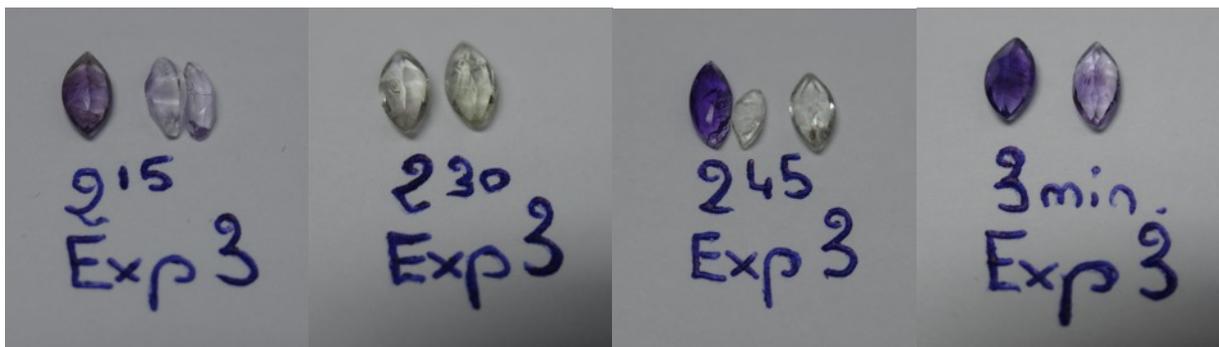


Photo 63

Photo 64

Photo 65

Photo 66

Photos individuelles en fonction du temps de chauffage.

Temps de chauffage Minute/ seconde.	-Nombre de pierres testées. -Pierre n° 1, 2 ou 3 : changement d'aspect physique / couleur.
1'15	-2 n°1 : intacte/ incolore avec zone pourpre pâle. n°2 : cassée avec un fragment/ atténuation du pourpre, plus pâle.
1'30	-2 n°1 : intacte/ atténuation du pourpre, plus pâle. n°2 : intacte, pourpre sans changement de nuance.
1'45	-2 n°1 : cassée/ pourpre pâle. n°2 : intacte/ incolore avec zone pourpre pâle.
2'00	-3 n°1: cassée, incolore. n°2: intacte/ incolore avec zone pourpre pâle. n°3: Intacte/ pourpre sans changement de nuance.
2'15	-2 n°1: intacte/ atténuation du pourpre et zone incolore. n°2: cassée avec un fragment/ incolore et zone pourpre très pâle.
2'30	-2 n°1 : intacte/ incolore/jaune très pâle ? n°2 : intacte/ incolore et pourpre très pâle en un point.
2'45	-2 n°1 : cassée avec un fragment/ atténuation du pourpre et fragment incolore. n°2 : intacte/ incolore.
3'00	-2 n°1 : intacte/ atténuation du pourpre, plus pâle ? n°2 : intacte/ pourpre très pâle.

Tableau 14. Résultats de la troisième expérience.

■ Problèmes et commentaires :

-- Cette manipulation a été beaucoup plus aisée à réaliser que la précédente. La température était plus constante, sans variations importantes.

-- Les pierres se cassent toujours (5/17). Il faudrait peut-être les monter plus doucement en température dans une masse thermique.

-- La variation/changement de couleur semble apparaître très rapidement en quelques secondes, difficilement jugeable de visu.

-- Certaines pierres semblent ne pas changer de couleur (n°2 à 1'30, n°1 à 2'00, n°1 à 3'00). D'autres deviennent complètement incolores. On obtient des résultats imprévisibles.

-- Pour une température fixe et un temps de chauffage graduellement plus long, on devrait obtenir une atténuation progressive de la couleur pourpre jusqu'à l'incolore. L'expérience montre que ce n'est pas le cas. Le changement de couleur dépend de facteurs intrinsèques à chaque échantillon. Les pierres ne sont pas toutes identiques même si elles ont un aspect similaire.

3.3.1.4 Quatrième expérience

.But : les trois expériences précédentes ont été effectuées dans un tube à essai ayant déjà une température élevée déterminée lors de l'introduction rapide des pierres. Dans beaucoup de cas, même à des températures modérées de 300 à 400°C, les pierres se sont cassées par choc thermique.

La nouvelle approche est de faire un chauffage progressif de la température ambiante jusqu'à 350°C pendant quatre minutes, suivi d'un chauffage pour maintenir une température constante à 350°C pendant six minutes. Neuf pierres ont été testées. J'ai abandonné le pied de chimie utilisé lors des expériences précédentes pour maintenir à l'aide d'une pince et des gants le tube à essai au-dessus de la flamme. Température ambiante 24°C. Faire une photo des pierres avant chauffage. Noter toutes les variations physiques et de couleur durant et à la fin de l'expérience. Faire une photo après chauffage.

.Matériel (Photo 67)



Photo 67 Matériel pour la quatrième expérience. Le tube à essai est maintenu au-dessus de la flamme par une pince, tenue avec un gant résistant à la chaleur.

Résultats

Pierre testée n°	-Intacte ou cassée/ nombre de fragments et taille/ à quel moment minute et seconde/ à quelle température ? - Changement de couleur
n°1	-Cassée/ un petit et un gros fragment/ 5'30/ 350°C. -Zone pourpre pâle et incolore.
n°2	-Cassée/ un gros et trois petits fragments/ 3'00/ 300°C. -Atténuation du pourpre pour le gros fragment, pourpre très pâle pour les petits fragments.
n°3	-Cassée/ un gros et trois petits fragments/ 4'30/ 350°C. -Atténuation du pourpre et coloration en zone pour le gros fragment, pourpre très pâle pour les petits fragments.
n°4	-Cassée/ un gros et un très petit fragment/ 4'00/ 350°C. -Atténuation et forte zonation du pourpre.
n°5	-Cassée/ un gros et trois petits fragments/ 3'30/ 330°C. -Atténuation et forte zonation du pourpre pour le gros fragment, pourpre pâle/incolore pour les petits fragments.
n°6	-Intacte -Atténuation de la couleur ? forte zonation nuance de pourpre et blanc.
n°7	-Cassée/ un gros et quatre petits fragments/ 4'30/ 350°. -Atténuation et forte zonation du pourpre pour le gros fragment, incolore pour les petits fragments.
n°8	-Cassée/ un gros et un petit fragment/ 4'00/ 350°C. -Atténuation et zonation du pourpre pour le gros fragment, pourpre pâle pour le petit fragment.
n°9	-Cassée/ un gros et deux petits fragments/ 3'30/ 330°C. -Atténuation et zonation du pourpre pour le gros fragment, pourpre pâle pour les petits fragments.

Tableau 15. Résultats de la quatrième expérience.



Photo 68 avant Photo 69 après
Pierre 1 (en mm))

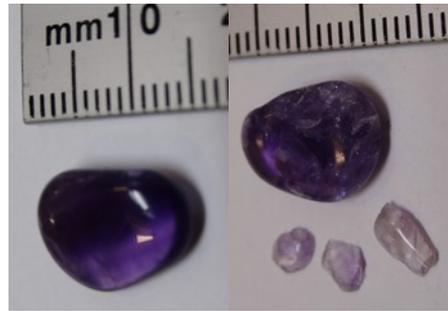


Photo 70 avant Photo 71 après
Pierre 2 (en mm)



Photo 72 avant Photo 73 après
Pierre 3 (en mm)



Photo 74 avant Photo 75 après
Pierre 4 (en mm)



Photo 76 avant Photo 77 après
Pierre 5 lumière diffuse par transparence.



Photo 78 avant Photo 79 après
Pierres 6&7, lumière diffuse par transparence
(en mm).



Photo 80 avant (en mm).



Photo 81 après
Pierres 8 & 9

■ Problèmes et commentaires:

--Le contrôle de la température lors de la montée progressive ou tout au long de la phase constante était excellent et facile. Il convient donc d'éviter le pied de chimie. Il vaut mieux tenir le tube à essai avec une pince à la main.

--Les pierres se cassent (8/9), soit durant la montée progressive de la température en dessous de 350°C et en moins de 4 minutes (n°2, n°5, n°9), soit lors du plateau à 350°C et plus de 4 minutes de chauffage (n°1, n°3, n°4, n°7, n°8).

--D'une manière générale, il y a atténuation de la couleur pourpre sur les gros fragments et une coloration très pâle/incolore sur les petits fragments. On observe toujours une distribution de la couleur en zone, non uniforme.

--Cette expérience n'a pas permis de produire des pierres incolores ou jaunes. Les pierres étaient relativement plus grosses que lors des expériences précédentes. La dimension/masse a-t-elle une influence sur la cinétique du changement de couleur ?

3.3.2 Technique de la " brouette brésilienne".

■But : essayer de reproduire les conditions expérimentales de chauffage utilisées artisanalement au Brésil : un bac de brouette contenant du sable où sont ensevelies les améthystes est chauffé par un feu de bois. Lors de cette expérience, j'ai placé les améthystes dans des tubes à essai remplis de sable très fin pour pouvoir reconnaître les fragments de pierres en cas de fractures. J'ai retiré les tubes à essai à intervalles réguliers et noté les changements physiques et de couleur. La température est contrôlée par le thermocouple planté dans le sable au milieu des tubes. Le feu est entretenu en rajoutant régulièrement du charbon de bois et en attisant la combustion en soufflant sur le foyer (J'ai éprouvé des douleurs de brûlure dans la gorge le soir, aspect nocif pour la santé des personnes qui pratiquent de telles techniques).

■Matériel : un incinérateur de jardin percé de trous à la base assurant une bonne ventilation me sert de foyer. Le charbon de bois repose sur un grillage posé sur des briques réfractaires. La température est contrôlée par le testeur électrique TECPEL DTM-305C K-Type et un thermocouple précédemment décrits. Pour donner de la rigidité au câble et pour éviter une influence de la température du foyer, le câble a été enroulé dans une gaine de papier d'aluminium. Deux grosses casseroles en aluminium de 20 cm de diamètre remplies de 12cm d'épaisseur de sable très fin contiennent les tubes à essais. Les pierres sont placées à 3-4 cm du fond du tube. Les tubes à essai en pyrex de 15 cm de long et 18 mm de diamètre contiennent un gros échantillon placé à 3-4 cm du fond. Divers petits instruments et entonnoirs sont utilisés pour remplir de sable les tubes à essai. Des longues pinces servent à retirer les tubes à essai des casseroles. Papeterie, un chronomètre, deux petites tables, des chaises sont nécessaires pour enregistrer les résultats. Et des collaborateurs enthousiastes ! (Photos 82, 83, 84, 85, 86, 87 et 88)



Photo 82 Incinérateur de jardin. Pour assurer une bonne ventilation par dessous : trous latéraux et grillage posé sur des briques.

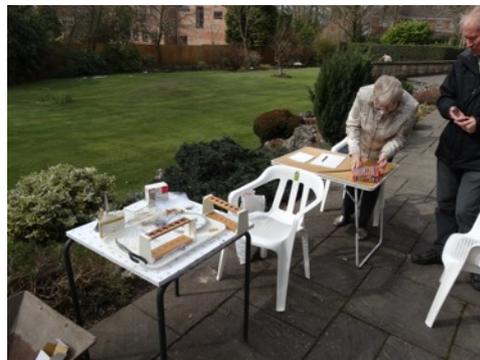


Photo 83 Les deux tables de travail : une pour la préparation des échantillons, l'autre pour enregistrer les résultats.



Photo 84 Préparation des tubes à essai. Noter les petites améthystes dans la coupelle et les grandes pinces pour retirer les tubes à essai.



Photo 85 Remplissage des tubes à essai. Noter le tassement du sable très fin avec le petit instrument de dentiste.



Photo 86 Testeur électrique et le thermocouple déjà décrits . Le câble du thermocouple a été entouré d'un papier d'aluminium pour donner de la rigidité et le protéger.



Photo 87 Vue d'ensemble de l'expérience. La grosse casserole contient les tubes à essai avec les petites pierres, la petite casserole les fragments de la pointe cassée.



Photo 88 Vue de détail. La grosse casserole avec 26 tubes à essai, la petite casserole avec 7 tubes. Cette photo a été prise au milieu de l'expérience et certains tubes ont déjà été retirés. Pour obtenir une température voisine de 350-400°C, les casseroles ne sont pas en contact avec les braises mais posées au dessus.

■Echantillons:

--Deux petites pierres dans un petit tube à essai (sauf tube 12 avec 4 pierres). Vingt-six tubes à essai en tout, numérotés de 1 à 26.

--Un large fragment d'une pointe colorée pourpre d'un cristal d'améthyste cassé au marteau dans un tube à essai de 15 cm de long. Sept échantillons en tout, numérotés de A à G. Au bout de 4 heures et 5 minutes de chauffage, constatant seulement l'atténuation de la couleur pourpre de l'échantillon G, je l'ai remis dans le tube à essai pour un chauffage supplémentaire de 7 heures. Je n'ai pas contrôlé la température ni réalimenté le foyer, posant directement la casserole sur les braises.

■Résultats tableau et photos

■ Résultats, tableaux et photos, grande et petite casserole.

n° tube	Temps de chauffage Heure/minute	Temp en C°	Commentaires sur les deux petites pierres, couleur et aspect physique.
1	0'20	390	Inchangées.
2	0'35	402	Couleur inchangée. Petit éclat sur une pierre.
3	0'50	380	Inchangées.
4	1'05	360	Inchangées.
5	1'20	400	Inchangées.
6	1'35	412	Une cassée plus pâle ? L'autre pas de changement.
7	1'50	389	Inchangées.
8	2'05	300	Plus pâle sur les bords pour les deux pierres ?
9	2'55	400	Une cassée plus pâle, l'autre intacte inchangée.
10	3'00	429	Les deux plus pâle ?
11	3'10	443	Une plus pâle, l'autre inchangée .
12	3'25	432	Quatre pierres incolores/jaune très pâle. Deux cassées
13	3'25	432	Une plus pâle, l'autre incolore et petit éclat.
14	3'30	422	Les deux plus pâles.
15	3'40	402	Une plus pâle, l'autre pourpre très pâle/incolore.
16	3'45	388	Plus pâle, l'une plus que l'autre.
17	3'50	365	Une pourpre très pâle, l'autre incolore/ verdâtre ?
18	3'55	341	Une pourpre pâle, l'autre pourpre très pâle/incolore.
19	4'00	338	Les deux incolores/nuance vert très pâle ? Une cassée.
20	4'05	307	Une jaune très pâle, l' autre incolore/verdâtre ?
21	4'07	295	Inchangées.
22	4'10	300	Une pourpre pâle, l'autre pourpre très pâle/incolore.
23	4'15	309	Incolores/jaune très pâle.
24	4'20	327	Incolores/jaune très pâle.
25	4'25	347	Incolores/jaune très pâle.
26	4'30	336	Une incolore/jaune très pale, l'autre pourpre très pale.

Tableau 16. Résultats du chauffage des petites pierres dans la grosse casserole.



Photo 89, tube 1



Photo 90, tube 2



Photo 91, tube 3



Photo 92, tube 4



Photo 93, tube 5



Photo 94, tube 6



Photo 95, tube 7



Photo 96, tube 8



Photo 97, tube 9



Photo 98, tube 10



Photo 99, tubes 11



Photo 100, tube 12



Photo 101, tube 13



Photo 102, tube 14



Photo 103, tube 15



Photo 104, tube 16



Photo 105, tube 17



Photo 106, tube 18



Photo 107, tube 19



Photo 108, tube 20



Photo 109, tube 21



Photo 110, tube 22



Photo 111, tube 23



Photo 112, tube 24



Photo 113, tube 25



Photo 114, tube 26

Photos individuelles pour chaque tube à essai avec les petites pierres dans la grosse casserole. Cette page de photos montre le changement de la saturation du pourpre jusqu' à l'incolore avec le temps de chauffage.

Pierre	Temps de chauffage Heure/minute	Temp. en °C	Commentaires	Poids en carats
A	3'25	432	Pourpre plus pâle, coloration en zone.	11.71
B	3'40	402	Pourpre plus pâle, coloration en zone.	14.22
C	3'45	402	Pourpre plus pâle, coloration en zone.	11.33
D	3'50	365	Pourpre plus pâle, coloration en zone.	7.05
E	3'55	341	Pourpre plus pâle, coloration en zone.	7.26
F	4'00	338	Coloration en zone très marquée avec pourpre inchangé et pourpre pâle.	13.43
G	4'05	323	Pourpre plus pâle, coloration en zone. Remise au chauffage pendant sept heures Supplémentaires : incolore et jaune.	10.83

Tableau 17. Résultats du chauffage des fragments de la pointe d'améthyste.



Photo 115, pierre A



Photo 116, pierre B



Photo 117, pierre C



Photo 118, pierre D



Photo 119, pierre E



Photo 120, pierre F



Photo 121, Pierre G. Cette pierre a été exposée à 7 heures de chauffage supplémentaire

Photos individuelles du fragment d'améthyste après chauffage dans un tube à essai dans la petite casserole.

■ Problèmes et commentaires

- Il y a peu de pierres cassées lors de cette expérience (5/54 pour les petites pierres, 0/7 pour les fragments de la pointe). Une montée de la température progressive, les pierres contenues dans le sable qui agit comme un tampon thermique et une température n'excédant pas 443°C sont certainement les facteurs responsables.

- Cette expérience a été facile à mettre en oeuvre. Cependant la température a été difficile à maintenir constante, avec des grandes variations sur de longues périodes (température minimale 295°C, température maximale 443°C).

- Les échantillons étant enfouis dans le sable, on ne peut pas juger du changement de la couleur.

- Graduellement la couleur pourpre des petites pierres s'atténue et elles deviennent incolore/jaune pâle après un long temps de chauffage. On le constate en regardant les photos 92 à 117. Cependant aucune pierre ne devient jaune.

Pour les fragments de pointe, il y a seulement atténuation de la couleur pourpre et aucun, après 4 heures de chauffage, ne devient incolore. Par contre après sept heures de chauffage supplémentaire, l'échantillon G est devenu incolore/jaune avec une très nette ligne brune/orange (*Photo 121a*).

Ce changement de couleur est dû soit au temps de chauffage supplémentaire soit à une température plus haute atteinte en posant directement la casserole sur les braises, soit les deux. Cette fourchette de température, 295-443°C, a permis une destruction du centre de couleur avec atténuation du pourpre jusqu'à l'incolore/jaune pâle mais pas l'obtention de jaune.

- En fait, je ne crois pas que mon expérience ait reproduit ce qui se passe au Brésil.

J'ai voulu maintenir une température constante autour de 350°C. Pour cela, j'ai placé les casseroles au-dessus et non en contact du lit de braises. Au Brésil, la cuvette de la brouette est posée sur les braises et les échantillons sont soumis à une température plus élevée, nécessaire pour l'obtention du jaune/brun.

- Les petites pierres navettes deviennent incolores alors que les fragments beaucoup plus gros ne subissent qu'une atténuation de la couleur, pour les mêmes conditions de chauffage. Le poids/taille/forme sont des caractères spécifiques aux échantillons influençant sûrement le changement de couleur.



Photo 121a Après 7 heures de chauffage supplémentaire, l'échantillon présente une coloration hétérogène : une zone incolore, une zone jaune pâle et une zone brune/orange. Cette variation de couleur est sans doute due à une distribution de la coloration pourpre hétérogène avant chauffage.

3.3.3 Chauffage par fours électriques

Birmingham City University (BCU), au coeur du “jewellery quarter” a mis à ma disposition trois fours électriques. J’ai effectué deux expériences sur les pierres déjà décrites. J’ai observé les “health and safety procedures” avec Mrs Karen Barlett. La troisième expérience a été réalisée à l’ université de Nantes.

3.3.3.1. Première expérience (BCU 9/4/2013 première expérience)

■But : Faire une photo avant chauffage. Chauffer progressivement des pierres mises dans un creuset en terre cuite, de la température ambiante (22°C) jusqu’à une température déterminée durant une heure. Ensuite maintenir ce chauffage constant et retirer les creusets contenant les pierres à intervalles réguliers. Observer les changements physiques et de couleur. Faire une photo après chauffage.

■Matériel : trois fours électriques de la marque Kilncare (*Photo125*), pouvant atteindre une température maximum de 1000°C. La sélection et l’affichage de la température se fait par affichage digital pour le four numéro deux (*Photo 126*) ou avec un bouton manuel pour les fours 1 et 3 (*Photo127*). Le réglage de la rampe de montée en température ou “rate of climb”, (gros bouton blanc sur les photos règle l’augmentation progressive de la température) se fait pour mes expériences entre 2.5 et 3.5 (*Photo 124*). La chambre de chauffe est de 160mm de longueur, 150mm de profondeur et 70mm de hauteur(*photo 122*). Il y a un trou dans la porte de 2cm de diamètre ce qui me permet de faire passer mon câble de mon thermocouple (*Photo 123*). Je contrôle la précision des températures affichées des fours avec mon thermocouple. Des creusets en terre cuite de 37mm de diamètre, 7mm de profondeur et 25mm de hauteur (*Photo 129*). Des longues pinces pour retirer les creusets chauds des fours, un appareil photo et une lampe lumière blanche pour prendre les photos (*Photo 128*).



*Photo 122
Four n° 2
montrant la
chambre de
chauffage.*



*Photo 123
Four n° 2, porte
fermée. Noter le
trou dans la porte
me permettant de
passer ma sonde
thermocouple.*



*Photo 124 Bouton de contrôle du
“climb of rate” utilisé lors de la montée
progressive de la température au début
de l’ expérience. (palier progressif croissant)*



*Photo125 Les trois fours sur la pailleasse.
De gauche à droite, les fours n°1, 2 et 3.*

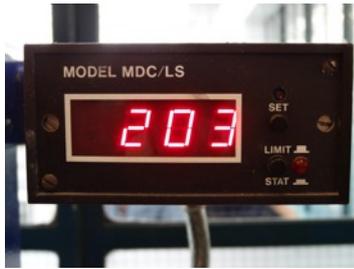


Photo 126
Affichage
digital de la
température
du four n° 2.

Photo 127
Contrôle de la
température
par un bouton
manuel pour
les fours
n° 1 et 3.



Photo 128 Lampe lumière blanche
pour les photos. Grande pince pour
retirer les creusets des fours.



Photo 129 Pierres dans les creusets,
et identifications des échantillons
lors de la prise de la photo.

■ Echantillons : Les petites pierres, 3 à 5 par creuset. Cinq creusets dans le four n°2, six creusets dans les fours n°1 et n°3.

■ Chauffage progressif des échantillons. Pour éviter les cassures dues au choc thermique, j'ai effectué un chauffage graduel de la température ambiante jusqu'à la température finale désirée. Cette opération a été plus au moins précise, à l'aide du bouton "rate of climb" par essai/erreur. Le temps de chauffage réel par rapport au temps de chauffage théorique a été noté entre parenthèses dans le *tableau 18*.

	T° 0 minute	T° 15 minutes	T° 30 minutes	T° 45 minutes	T° 60 minutes T° finale
Four 3	Ambiante 22°C	100°C	250°C (en 25 minutes)	400°C (en 47 minutes)	550°C (en 65 minutes)
Four 1	Ambiante 22°C	100°C	200°C (en 27 minutes)	325°C (en 41 minutes)	450°C (en 66 minutes)
Four 2	Ambiante 22°C	160°C	200°C	316°C	400°C

Tableau 18. Protocoles des paliers de chauffage progressif des pierres jusqu'à la température constante. Le protocole est différent pour les trois fours. La recherche du "rate of climb" s'est faite par tâtonnements.

- Photos de groupe réalisées après 3, 3'30, 4, 5, 6 & 7 heures de chauffage à une température constante spécifique pour chaque four: four 1 à 450°C, four 2 à 400°C, four 3 à 550°C.

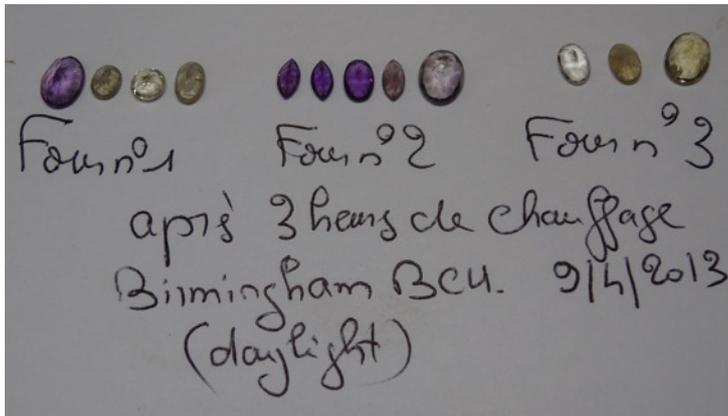


Photo 130 Echantillons après 3 heures de chauffage à une température déterminée constante suivant le four.

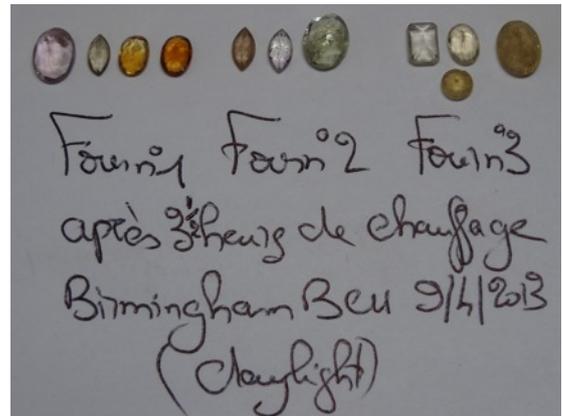


Photo 131 Echantillon après 3 heures 30 de chauffage. Noter la grande variété des couleurs.

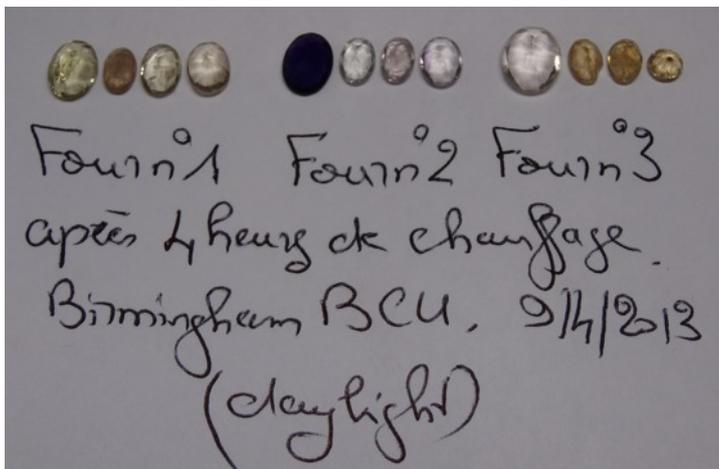


Photo 132 Echantillon après 4 heures de chauffage.

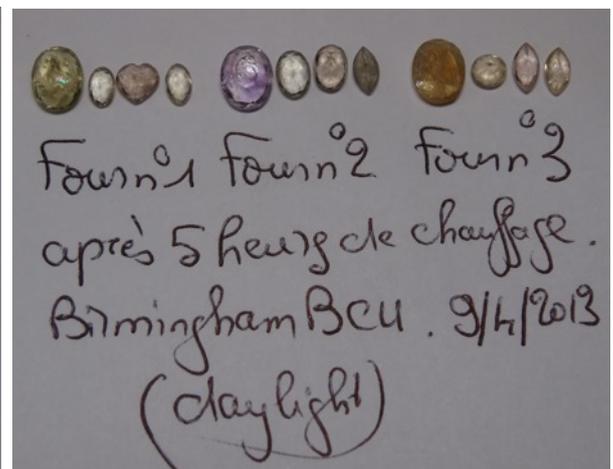


Photo 133 Echantillon après 5 heures de chauffage.

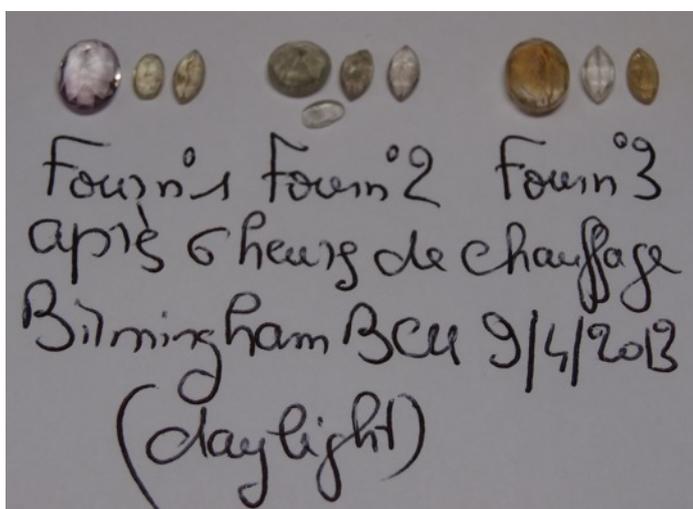


Photo 134 Echantillon après 6 heures de chauffage.

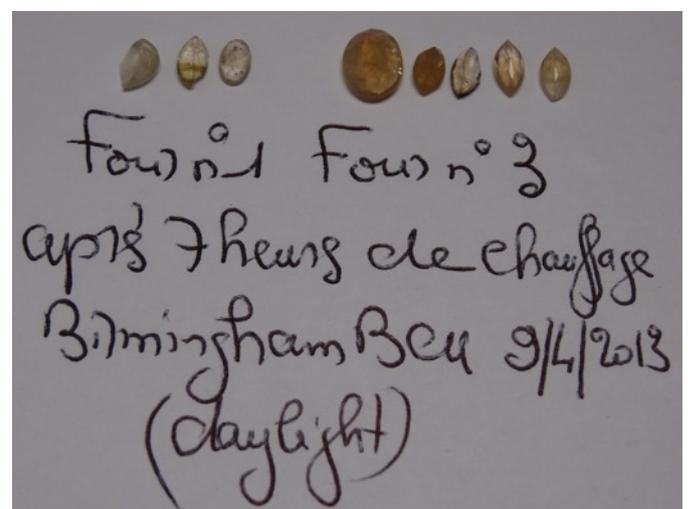


Photo 135 Echantillon après 7 heures de chauffage. Je n'avais pas de creuset dans le four 2, donc pas de résultats.

■Résultats

Température T°C/ Temps de chauffage	T 400°C (C) pour cassée	T 450°C (C) pour cassée	T 550°C (C) pour cassée
3 heures	-pourpre pâle x2 -pourpre atténué x3	-pourpre atténué x1 -incoloré x1 -jaune pâle x2, (C)x1	-incoloré x1 -jaune zone x1 -jaune pâle x1
3 heures, 30 minutes	-pourpre très pâle x1 -verdâtre x1 -brun pâle x1	-pourpre pâle x1 -orange brun x1 -incoloré x1 -jaune orange zone x1	-incoloré x2 -jaune brun x2, (C)x1
4 heures	-pourpre inchangé x1 -pourpre pâle x2 -incoloré x1	-incoloré x2 -jaune brun pâle x1 -jaune vert x1	-incoloré x1 -jaune brun x3, (C)x1
5 heures	-pourpre pâle zone x1, (C)x1 -incoloré x1 -jaune pâle x1 -verdâtre pâle x1	-jaune vert x1 -incoloré x2 -brun pâle x1	-jaune orange zone x1 -jaune très pâle x2 -pourpre très pâle x1
6 heures	-incoloré x1 -verdâtre pâle x1 -jaune brun pâle x1, (C)x1	-pourpre pâle zone x1 -verdâtre pâle x2	-jaune brun zone x1 -jaune brun x1 -incoloré x1
7 heures	Pas de pierres testées.	-jaune brun zone x1, (C)x1 -incoloré x2, (C)x1	-jaune brun x2, (C)x1 -jaune brun pâle x2 -incoloré x1

Tableau 19. Ce tableau montre les cassures des pierres et surtout la grande variation des couleurs obtenues.

■Commentaires

-- Expérience très facile à réaliser. Paramètres contrôlables sauf les paliers de chauffages qui ne sont pas très précis (problème inhérent à ce modèle de fours).

-- J' ai été très surpris de voir une pierre pourpre sombre inchangée après 4 heures de chauffage constant à 400°C. J'ai refait un IR pour confirmer l' identité améthyste . La lecture du réfractomètre montrait une ligne fixe à 1,541, l'autre variable de 1,550 à 1.541, résultat consistant d'une améthyste, gemme uniaxial positif. Par contre ma recherche des figures d' interférence a été infructueuse.

--Toutes les autres pierres testées ont subi une variation de couleur, soit en atténuation du pourpre, soit en changement incolore ou jaune, brun, orange, verdâtre. La grande diversité des couleurs obtenues dans un même creuset, notamment dans le creuset du four 1 à T 450°C au bout de 3 heures 30 minutes (*Photo 131*), montre que cette variation de couleur est intrinsèque aux pierres et non aux variations des conditions de chauffage.

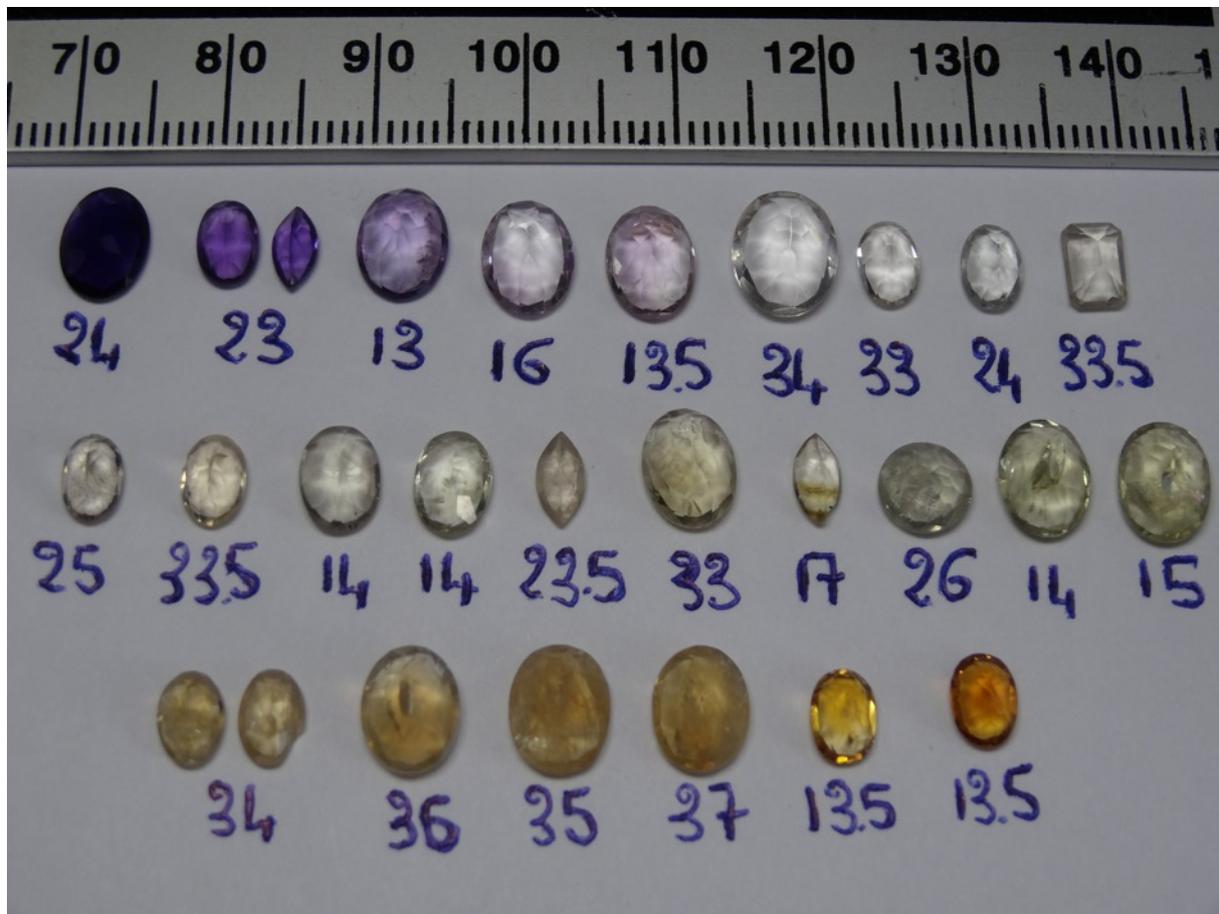


Photo 136. Photo de groupe montrant toutes les nuances de couleurs obtenues lors de cette expérience. La numérotation des pierres sur la photo est la suivante : le chiffre des dizaines correspond au numéro du four 1, 2, et 3 ; le chiffre des unités au temps de chauffage, 3 pour 3 heures, 3.5 pour 3 heures et demi, 4 pour 4 heures... (four 1 à 450°C, four 2 à 400°C, four 3 à 550°C).

J'ai classé les pierres de la couleur pourpre inchangé, pourpre atténué, pourpre pâle, incolore, jaune-vert pâle, jaune-vert, brun-orange pâle, brun-orange et brun-orange soutenu . Cet ordre correspond à l'apparition des couleurs lors du chauffage progressif en température et temps.

Le changement de couleur est due

– à des facteurs extrinsèques aux échantillons, facteurs de chauffage, principalement temps de chauffage et température maximale.

– à des facteurs intrinsèques aux échantillons : composition chimique, croissance du cristal, taille/poids de l'échantillon peut être....(Photo 131).

A partir de cette expérience, j'ai essayé de représenter graphiquement cette variabilité de couleur par un tableau visuel. (Tableau 20).

Par convention, j'ai choisi quatre couleurs, pourpre, incolore, vert-jaune, brun-orange et trois intensités/saturations de la couleur, pâle, atténuée-moyenne et soutenue La couleur et sa saturation sont représentées pour un cercle coloré de trois tailles différentes (Photos 137, 138, 139 et 140).

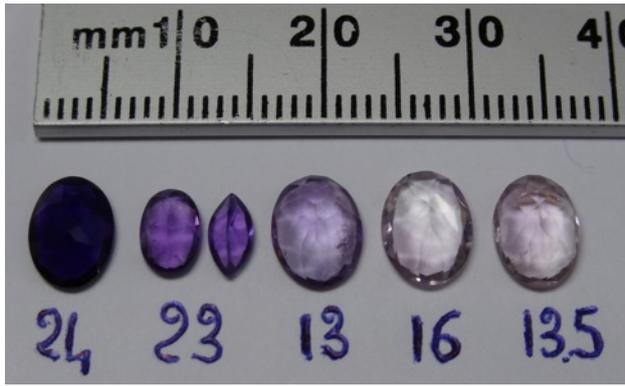


Photo 137 Ces pierres montrent l'atténuation progressive de la couleur pourpre. Les trois cercles ci dessous représentent ce dégradé : le gros cercle la couleur soutenue de la pierre 24, le cercle moyen la couleur atténuée des pierres 23 13, le petit cercle le pourpre pâle des pierres 16 et 13.5.

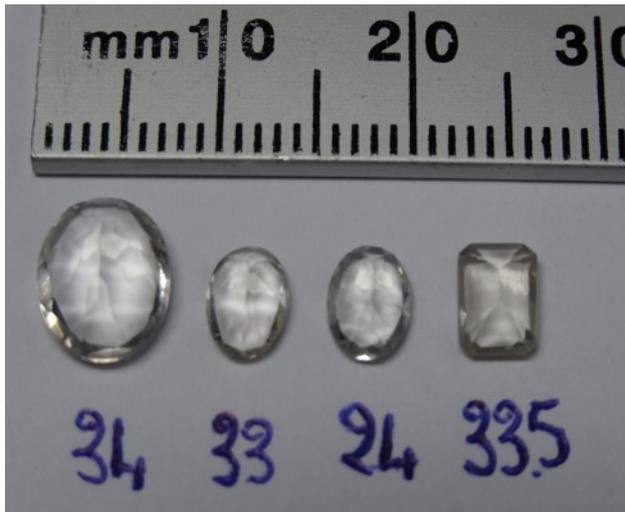
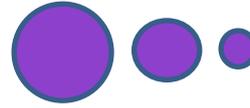


Photo 138 Ces pierres sont incolores. Le petit cercle blanc représente les pierres incolores.(pas de saturation)



Photo 139 Ces pierres ont une nuance jaune ou vert plus ou moins soutenue . La pierre 17 montre une zonation jaune. Les pierres 14 et 15 sont verdâtres. La taille des cercles représente cette variation de couleur.

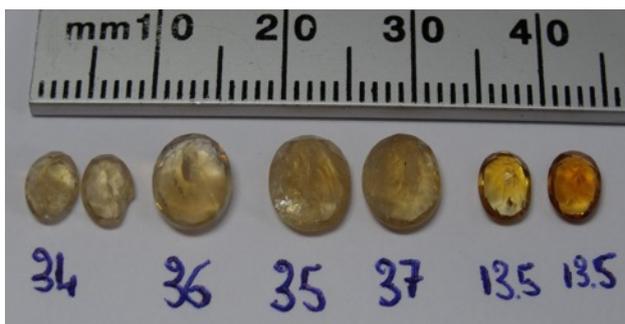
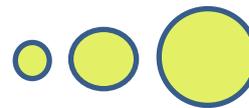


Photo 140 Ces pierres sont brun orange. Le petit cercle représente la couleur pâle des pierres 34 et 36, le cercle moyen les pierres 35 et 37, le gros cercle la couleur soutenue des pierres 13.5.

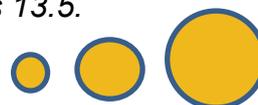
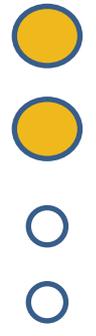
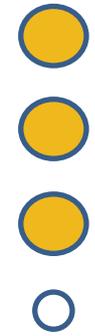
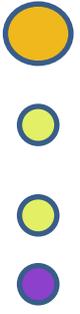
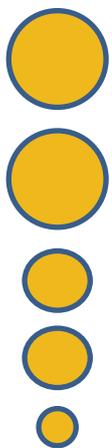
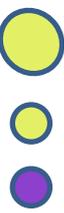
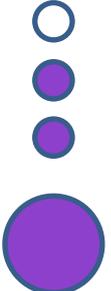


Tableau 20

Tentative de représentation visuelle du changement de couleur en fonction du temps de chauffage (en heures) et de la température maximale constante (T °C).

<p>T 550°C</p>  <p>Direction de changement</p>						
<p>T 450°C</p>  <p>Direction de changement</p>						
<p>T 400°C</p>  <p>Direction de changement</p>						<p>Pas de pierres</p>
T°C/Temps	3:00	3:30	4:00	5:00	6:00	7:00

-Les quatre couleurs retenues après chauffage dans cet ordre: pourpre, incolore, jaune-vert, orange-brun.



-La taille du cercle représente l'intensité de la couleur : cercle petit/pâle, cercle moyen/moyenne, cercle gros/soutenu.

Les pierres incolores sont représentées par un petit cercle blanc.



3.3.3.2. Deuxième expérience (BCU 11/4/2013 deuxième expérience).

■ But : Prendre les photos de tous les échantillons avant l'expérience. Dans les creusets en terre cuite, chauffer progressivement les pierres de la température ambiante jusqu'à la température déterminée. Ensuite maintenir la température constante pendant quatre heures. A intervalles réguliers, sortir les pierres du four pour noter les changements physiques et de couleur. Les photographier si changement significatif. Les remettre dans le four pour un chauffage plus long. A la fin de l'expérience, les photographier.

■ Tableau de chauffage progressif. Température obtenue dans chaque four au bout d'un certain temps de chauffage. Au bout de 60 minutes, la température est maintenue constante pour le reste de l'expérience .

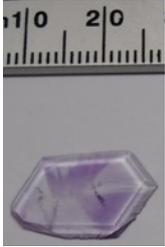
	0 minute	15 minutes	30 minutes	45 minutes	60 minutes
Four 1	Ambiante	100°C	200°C	325°C	450°C
Four 2	Ambiante	100°C	200°C	300°C	400°C
Four 3	Ambiante	125°C	250°C	375°C	550°C

Tableau 21. J'ai été beaucoup plus précis durant cette deuxième expérience avec l'utilisation du réglage "rate of climb". De ce fait j'ai atteint les températures intermédiaires dans les délais désirés. Température ambiante 23°C.

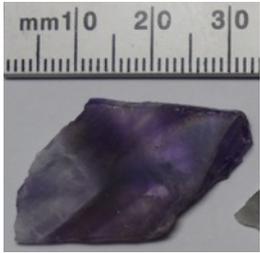
■ Echantillons. Ce sont soit des coupes dans les pointes des cristaux d'améthyste, soit les petites pierres, soit trois perles.

■ Photos des pierres à des temps de chauffage croissant pour une température constante de 400, 450 ou 550°C (pages suivantes).

Echantillons soumis à la température de 450°C. (en mm).

Pierre n° Photo	Photo avant chauffage	Photo après 60 minutes de chauffage	Photo après 240 minutes de chauffage
21 Photos 141 142 143			
24 Photos 144 145 146			
31 Photos 147 148 149			
35 Photos 150 151 152			
37 Photos 153 154 155			
61 Photos 156 157 158			

Echantillons soumis à la température de 550°C. (en mm).

Pierre N° Photos	Photo avant chauffage	Photo après 60 minutes chauffage	Photo après 90 minutes chauffage	Photo après 240 minutes chauffage
52 Photos 159 160 161 162				
53 Photos 163 164 165 166				
82 Photos 167 168 169 170				
81 Photos 171 172 173 174				
91 Photos 175 176 177 178				
Petites pierres Photos 179 180 181	Voir photos 10 et 11.			

Echantillons soumis à la température de 400°C. Les petites pierres sont présentées à la page suivante. (en mm).

Pierre N° Photos	Photo avant chauffage	Photo après 60 minutes de chauffage	Photo après 240 minutes de chauffage
42 Photos 182 183 184			
44 Photos 185 186 187			
73 Photos 188 189 190			
Perles Photos 191 192 193	 Birmingham Beu. 11/4/2013 Daylight		

Les perles sont de même nature que les échantillons de la série 50, en "améthyste quartz", translucente/opaque (Schumann 2009: 134).

Photos des petites pierres soumises à la température de 400°, après 60 minutes (Photo 194), 90 minutes (195), 120 minutes (196), 240 minutes (197).



Photo 194 60 minutes

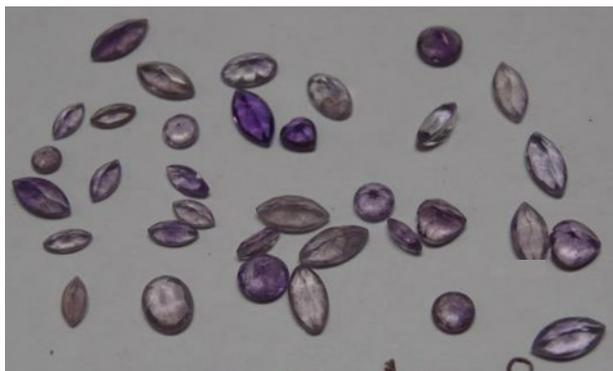


Photo 195 90 minutes

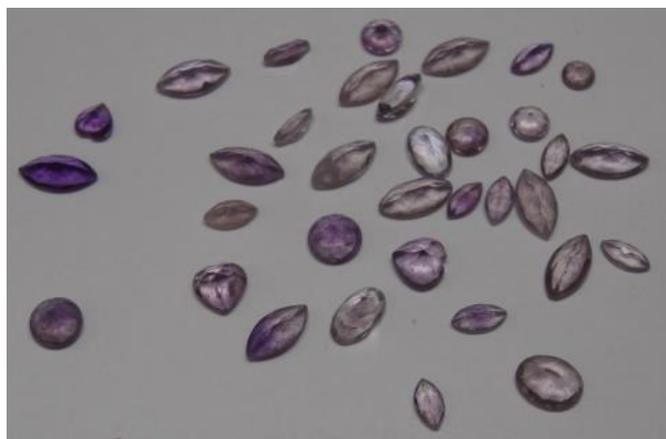


Photo 196 120 minutes



Photo 197 240 minutes

■ Tableau des résultats

	Temps de chauffage. Pierre cassée (C)	60 minutes	90 minutes	120 minutes	240 minutes
T 550°C	52			—	
	53			—	
	82			—	
	81 (C) x4			—	
	91 (C) x 3			—	
	Petites pierres.			—	
T 450°C	21		—	—	
	24		—	—	
	31		—	—	
	35		—	—	
	37		—	—	
	61		—	—	
T 400°C	42		—	—	
	44 (C) x2		—	—	
	73		—	—	
	Perles		—	—	
	Petites pierres.				

Tableau 22. Représentation visuelle du changement de couleur en fonction du temps de chauffage et de la température maximale constante. Noter la pierre 73 ,T 400°C avec une représentation particulière de la partition distincte de la couleur pourpre et jaune (Photo 190).

■ Commentaires.

--Je pensais faire une observation toutes les heures lors du chauffage à température constante. Lorsque j'ai retiré mes échantillons au bout de 60 minutes, j'ai été surpris du changement de couleur déjà très avancé (pourpre atténué, incolore, jaune). J'ai décidé d'observer les pierres 30 minutes plus tard à 90 minutes au lieu de 120 minutes.

-- Le fait d'ouvrir rapidement la porte du four pour prendre les échantillons et les observer ne changeait pas significativement la température du four. Par contre, le fait de sortir les pierres pour les photographier et les remettre dans le four chaud a certainement créé un choc thermique. C'est pourquoi durant l'expérience je n'ai sorti les pierres que s'il me semblait avoir une variation de couleur significative, à 90 et 120 minutes. De ce fait, je n'ai que les pierres à 550°C et les petites pierres à 400°C en photo à 90 minutes et les petites pierres à 400°C à 120 minutes. J'ai contrôlé les échantillons à 180 minutes mais je n'ai pas jugé bon de prendre des photos. Toutes les pierres ont été photographiées après 4 heures de chauffage.

- Il y a seulement trois pierres cassées, n° 44, 81 et 91.

- Pour une température de 400°C, on observe principalement une réduction de la couleur pourpre après 60 minutes de chauffage. Seules les perles changent en jaune/verdâtre. L'échantillon 73 est bicolore avec trois plages pourpres, triangulaires, disposées à 120° l'une de l'autre, respectant ainsi la symétrie trigonale du cristal. Cet échantillon montre que la destruction de la couleur pourpre ne se fait pas uniformément dans le cristal. Cette pierre bicolore est-elle en accord avec l'hypothèse de K.Nassau évoquée en page 16 ? Voir aussi le commentaire de Fritsch E. à la même page.

La majorité des petites pierres restent pourpres. La continuation du chauffage jusqu'à 4 heures ne change pas fondamentalement la couleur. Comme pour les expériences précédentes, la température de 400°C apporte une destruction de la couleur pourpre pour de l'incolore mais pas de couleur jaune/ brun-orange.

- Pour une température de 450°C, tous les échantillons à 60 minutes ont changé de couleur. Jaune pour les échantillons n°31 et 37, orange-brun pour les autres échantillons. Au bout de 4 heures de chauffage, l'échantillon n°31 semble inchangé par rapport à 60 minutes et le n°37 vire au orange/brun. Pour le n°21, on observe la coloration dans le rhomboèdre majeur.

Les n°24 et 61 montrent une intensification importante de la couleur orange/brun.

La température de 450°C est nécessaire pour obtenir la coloration orange/brun. De plus, un temps de chauffage plus long renforce cette couleur.

- Pour une température de 550°C, il n'y a guère de différence entre 1 et 4 heures de chauffage.

Les couleurs sont beaucoup moins soutenues qu'à 450°C . A cette température, y aurait-il déjà un blanchiment des couleurs ?

En conclusion, -à 400°C, il y a atténuation de la couleur pourpre et obtention de l'incolore.

-à 450°C, obtention de la couleur brun/orange, devenant plus intense si le chauffage est prolongé.

-à 550°C, blanchiment des couleurs ?

3.3.3.3. Troisième expérience

Cette expérience a été réalisée dans les laboratoires de l' université de Nantes.

■But : Faire une photo de chaque échantillon avant chauffage. Chauffer très progressivement, dans une poudre d'oxyde d'aluminium inerte (Al_2O_3 , 99.99%), de la température ambiante 24°C à la température de 350°C en 4 heures pour éviter les fractures dues au choc thermique. Maintenir cette température constante pendant 4 heures. Laisser refroidir le four sans chauffage par inertie thermique. On estime à 8 heures le retour à la température ambiante. En fait, du fait de la très bonne isolation thermique du four, le retour à la température de 40°C s'est fait en 30 heures. Faire des photos après chauffage. Noter les changements physiques et de couleur des échantillons.



*Photo 198
Four électrique à l'IMN.
très bon contrôle de la
rampe de montée en
température et de tous les
paramètres de chauffage,
sauf de la redescente de la
température estimée à 8
heures mais qui a pris 30
heures.*



*Photo 199
Creuset contenant de la
poudre d'oxyde d'aluminium
et l'échantillon n° 54. La
poudre est inerte à cette
température et sert de
masse thermique.*

.Tableau des résultats

Pierre n°	-Cassée/intacte (nombre de fragments). -Changement de couleur.	Poids carats
22	-Intacte. -Pourpre atténué, zonation selon rhomboèdre (majeur) bien visible.	2.84
32	-Intacte. -Pourpre atténué/incolore, zonation respectant la symétrie trigonale.	9.20
36	-Cassée, un gros et un petit fragment. -Pourpre atténué, zonation selon rhomboèdre.	7.62
43	-Intacte. -Pourpre atténué ? zonation selon rhomboèdre bien visible.	8.02
54	-Intacte. -Pourpre atténué, zonation en chevrons blanc/vert pale/ violet pale.	42.30
62	-Intacte. -Pourpre atténué, coloration en zone dans la pointe du cristal.	94.20
72	-Cassée , 3 fragments. -Pourpre atténué, zonation selon rhomboèdre.	8.43
83	-Cassée, 2 fragments. -Pourpre atténué, coloration en zone.	43.73
93	-Cassée, 3 fragments. -Pourpre atténué, coloration en zone.	22.39

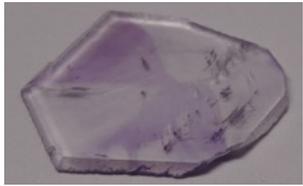
Tableau 23.

Tous les échantillons chauffés proviennent des pointes d' améthystes que j'ai coupées au laboratoire de pétrologie de Nantes.

Pour tous les échantillons, il y a seulement atténuation de la couleur pourpre. Je représente la couleur obtenue par un point



• Photos des pierres.

-Pierre n° -Cassée x -Photo(s)n°	Photo avant chauffage	Photo après chauffage
-22 -200 & 201		
-32 -202 & 203		
-36 -C x2 -204		
-43 -205 & 206		
-54 -207 & 208		
-62 -209		
-72 -C x3 -210		
-83 -C x2 -211		
-93 -C x3 -212		

Photos des pierres avant et après chauffage. Température constante à 350°C pendant 4 heures. Toutes les pierres sont des améthystes naturelles avec une grande disparité de poids et d'épaisseur.

.Problèmes et commentaires

- Cette expérience a été très facile à réaliser. Ce four a permis un contrôle de tous les paramètres de chauffage à l'exception du temps de refroidissement.
- Durant cette expérience, les variations de température ont été très progressives. En plus, j'ai placé les échantillons dans l'oxyde d'aluminium pour augmenter l'inertie thermique. Malgré ces précautions, certaines pierres se cassent durant le chauffage (4/9, n° 36-72-83-93).
- Aucune pierre ne devient incolore ou jaune. Il y a atténuation du pourpre. Le temps de chauffage étant très long, c'est la température de 350°C qui est insuffisante pour l'obtention de l'incolore et de la couleur jaune. Ceci vient en accord avec l'expérience de la " brouette brésilienne ". Après 4 heures de chauffage entre 300 et 400°C, les pierres n'avaient subi qu'une atténuation du pourpre.
- La coloration en zone, dans la pointe et dans le rhomboèdre majeur est toujours visible.

3.4 Gemmologie classique après chauffage.

J'ai refait des tests de gemmologie classique après chauffage pour observer les changements susceptibles d' être intervenus.

--Dichroscope. Si la pierre présente toujours une coloration pourpre, même atténuée, on observe un dichroïsme , soit pourpre/pourpre pâle, soit pourpre/incolore. Les pierres de couleur jaune, orange, brun et verdâtre ne présentent aucun pléochroïsme.

--Polariscope. Avant chauffage, il m'avait été impossible d'observer l'irridescence et les figures d' interférences sur les petites pierres. Sur les douze pierres retestées (T 450°C BCU9/4, après 3, 3.30, 4 heures de chauffage), j'ai trouvé 8 figures d' interférence (figure en croix typique uniaxial ou "Bull's eye") dans des directions différentes (rondiste, facettes du pavillon). Pour les 4 autres pierres, les plus petites, je n'ai pas été capable de trouver les figures d' interférence.

--Filtre Chelsea. Pour les pierres orange-brun, on observe une coloration rose, voir rouge si la coloration brun est très soutenue. Pour les pierres jaune et verdâtre, il n'y a pas de réaction spécifique: Les pierres apparaissent jaune-verdâtre/incolores. Pour les pierres pourpres atténuées, il y a une réaction rose. Cependant lorsque le pourpre est très pâle, il n'y a plus de réaction et la pierre apparaît incolore (*Tableaux 24 et 25*).

T°C et temps de chauffage	Description de la pierre dans le lot	Couleur à'oeil nu.	Couleur observée avec le filtre Chelsea.	
T 450°C 3heures Photo 213	- grosse,ovale -trois, petites, rondes et ovales	-pâle pourpre -jaune pâle	-rose/rouge -jaune pâle/ incolore	→ 
T 450°C 3.5 heures Photo 214	-grosse, ovale -ovale, petite -ovale, petite -petite, navette	-pourpre pâle -orange soutenu -orange mais plus pâle que la précédente -jaune pâle	-rose pâle -ROSE -rose pâle si la pierre est vue dans la longueur la plus colorée -jaune pâle/incolore	→ 
T 450°C 4 heures Photo 215	-4 pierres ovales	-jaune pâle	-jaune pâle/incolore	→ 
T 400°C 5 heures Photo 216	-grosse, ovale -3 petites, ovale et navette	-pourpre pâle -jaune pâle	-rose -jaune pâle/ incolore	→ 
T 550°C 5 heures Photo 217	-grosse , ovale -3 petites, ronde et navette	-jaune -jaune pâle/incolore	-rose pâle -jaune pâle/incolore	→ 
T 550°C 6 heures Photo 218	-grosse, ovale -2 petites, navette	-jaune assez soutenu -jaune, incolore	-rose pâle -jaune pâle/ incolore	→ 
T 550°C 7 heures Photo 219	-grosse ,ovale -petite, navette, cassée -3 petites, navette	-jaune soutenu -jaune soutenu -jaune pâle	-rose pâle -rose pâle -jaune pâle	→ 
BBQG7+ Photo 220	Fragment de pointe. Chauffage brouette brésilienne, voir expérience	-jaune pâle -incolore et une -ligne jaune brun (flèches rouges page suivante)	-jaune pâle -incolore -rose	→ 

Tableau 24. Réaction au filtre Chelsea en fonction de la couleur obtenue après chauffage
Les pierres chauffées viennent de la première expérience des fours électriques BCU 9/4
sauf la dernière BBQG7+ de la "brouette brésilienne".

Discussion/hypothèse : le filtre Chelsea est-peut être un moyen de détection/différenciation pour savoir si la pierre testée a été soumise à une température et un temps de chauffage suffisant pour provoquer le changement de couleur réversible/non réversible. Dans le cas d'une pierre jaune/verdâtre obtenue par chauffage modéré avec destruction du centre de couleur mais réaction réversible, la couleur au filtre Chelsea serait jaune. Dans le cas d'un chauffage provoquant la couleur orange/brune, réaction non réversible avec précipitation du fer sous forme de particules d'hématite, la couleur au filtre Chelsea serait rose/rouge. Le changement de la couleur n'est pas homogène à l'intérieur d'une même pierre (échantillon BBG7+, *Photo 220 agrandie, flèches rouges montrant cette hétérogénéité*), une partie étant incolore, jaune pâle et une fine ligne brun-orange. Au filtre Chelsea, l'échantillon apparaît jaune pâle sauf au niveau de la ligne qui montre une nuance rose. Y a-t-il différents états du fer, trivalent et des particules d'hématite à l'intérieur d'un même échantillon ?



*Photo 220 agrandie Pierre BBQ G7+
Coloration hétérogène après chauffage*

- ①: zone incolore
- ②: zone jaune pâle
- ③: zone brun-orange

Tableau récapitulatif des couleurs observées au filtre Chelsea d'un quartz pourpre, jaune et vert.

Type de quartz observé.	Améthyste non chauffée.	Améthyste chauffée, atténuation de la couleur pourpre.	Améthyste chauffée, Pourpre pâle.	Citrine jaune pâle/verdâtre. Améthyste chauffée. Couleur réversible ?	Citrine brun/orange . Améthyste chauffée. Couleur non réversible ?	Citrine naturelle, Al ³⁺	Prasiolite, Améthyste chauffée, Origine Montezuma (Brésil)	Quartz riche en eau, irradié, produisant un quartz vert.
Couleur observée au filtre Chelsea.	Rose/ Rouge. (a)	Rose/ rouge. (a)	Incolore. (a)	Jaune. (a)	Rose/rouge. (a)	Jaune. (a)	Vert. (b)	Rouge. (b)

Tableau 25. (a) : observations personnelles de mes échantillons.
(b) : Henn & Schultz-Güttler, 2012.

4 Gemmologie de laboratoire.

J'ai effectué des tests de laboratoire sur les machines de l'IMN dans le cadre de ma formation de DUG. Cependant la recherche des facteurs influençant le changement de la couleur lors du chauffage ne fait pas appel à ces instruments. J'ai abordé ce sujet en privilégiant les expériences et en essayant de reproduire les conditions utilisées par les gens de terrain.

Les tests suivants sont présentés à titre d'illustration plutôt qu'à titre de recherche.

4.1 Spectroscopie Raman.

La spectroscopie Raman est une méthode utilisée pour déterminer la nature des inclusions. C'est une analyse ponctuelle. Elle n'est pas essentielle pour moi dans cette étude. J'ai effectué deux mesures sur les échantillons 36 et 43 avant chauffage sur des zones qui me paraissaient homogènes. Les pics obtenus sont similaires aux pics répertoriés (Pinet et al., 1992) (Tableau 26 et Figures 9 et 10). Les échantillons sont testés parallèlement à l'axe C.

<i>Pics répertoriés pour le quartz alpha. (cristal de roche , améthyste, citrine) (Pinet et al., 1992)</i>	128	207	264	355	401	465
<i>Echantillon 36</i>	126	204	absent	354	392	466
<i>Echantillon 43</i>	126	205	absent	352	392	466

Tableau 26. Les pics importants sont en caractères gras.

Photo 221

La machine Raman de l'IMN est une BRUKER-MULTIRAM. Les conditions expérimentales sont : puissance laser 100 milliwat, résolution 4cm^{-1} , 100 scans par point.



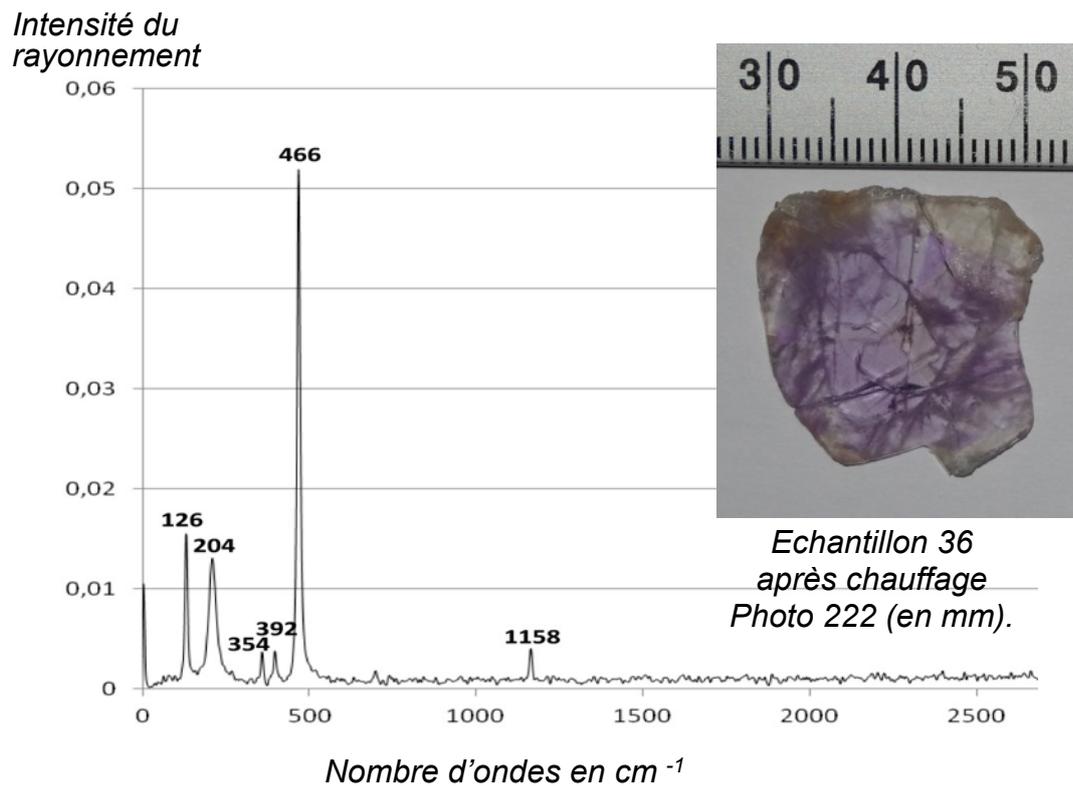


Figure 9. Echantillon 36

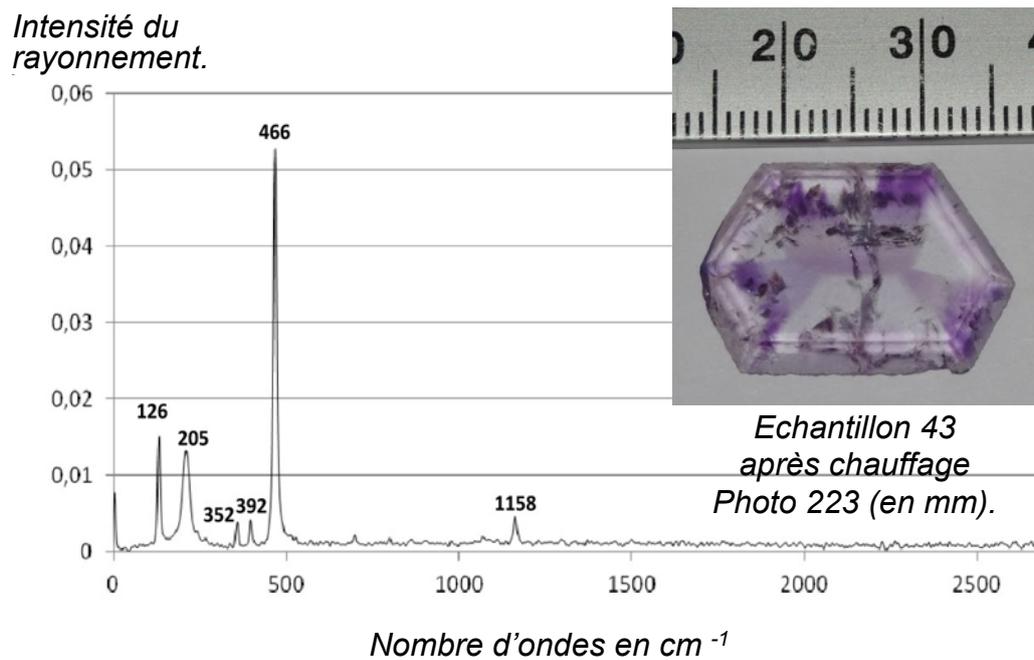


Figure 10. Echantillon 43

4.2 MEB (Microscopie Electronique à Balayage)

Le MEB a plusieurs applications, une entre autres de pouvoir donner une analyse chimique de l'échantillon testé. Chaque élément chimique (s'il a un numéro atomique plus grand que celui du béryllium) est représenté par un ou plusieurs pics sur un graphe.

Nous avons testé l'échantillon 10, après métallisation au carbone. Des pics correspondants au silicium (Si), à l'oxygène (O), à l'aluminium (Al) sont présents. Le fer (Fe) n'apparaît pas. Le fer est l'élément responsable de la couleur pourpre dans l'améthyste à de faibles concentrations de quelques unités à une centaine de ppm. L'aluminium peut se trouver à des concentrations beaucoup plus élevées, en centaines de ppm (Lameiras et al., 2009, Götze, 2009).

Conditions expérimentales : microscope électronique JEOL JSM-5800 LV, courant de 0.3 nano Ampère, tension d'accélération 20 000 Volts, distance sonde-surface échantillon 15-16mm. Une marque ronde au feutre a été dessinée à la surface de l'échantillon pour indiquer l'endroit homogène à tester.

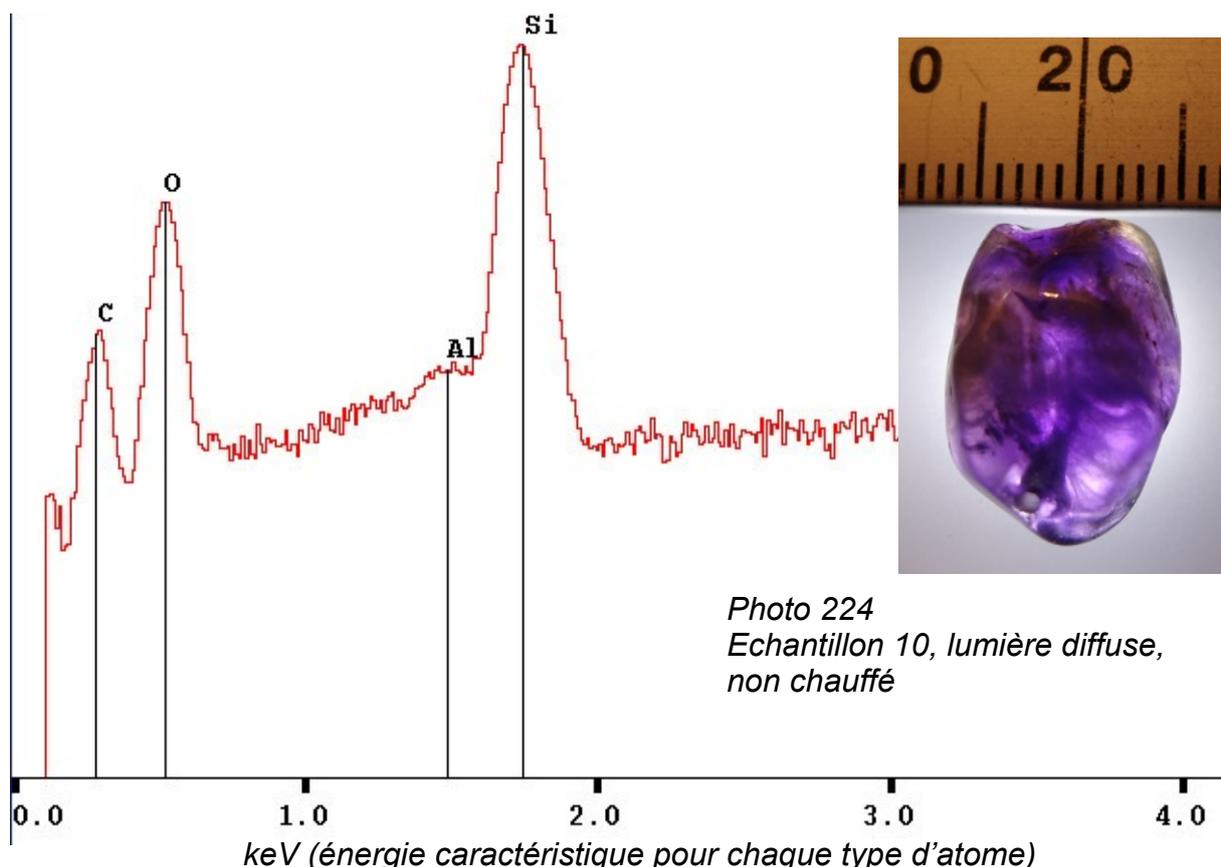


Figure 11. Lors du test, au bout de 60 secondes, on observe uniquement le Si et l'O. A deux minutes de comptage, on a une réduction du bruit, un tout petit peu d'aluminium et pas de fer. Le carbone est dû à la métallisation de l'échantillon.

4.3 UV-Vis-NIR.

J'ai effectué les tests UV-Vis-NIR sur les deux machines de l'IMN (*Photo 225 et 226*). J'ai testé 11 échantillons, tous provenant des cristaux d'améthyste coupés. J'ai testé des échantillons différents, chauffés et non chauffés. J'ai aussi tenu compte de l'orientation du faisceau testant par rapport à l'axe C. Le *tableau 27* résume les caractéristiques des échantillons.

L'améthyste montre une large bande d'absorption centrée autour de 545nm, une bande à 357nm ainsi qu'à 950nm (Henn & Schultz-Güttler, 2012).

La citrine provenant de l'améthyste naturelle chauffée montre un continuum croissant dans l'UV (Henn & Scultz-Güttler, 2012) ou un continuum avec un faible pic à 476 nm (Schmetzer, 1989).

.Résultats.

Toutes mes courbes ont la même forme avec une large bande centrée autour de 545nm et un pic à 357nm, caractéristiques d'un spectre de l'améthyste. Malgré certains échantillons chauffés et jaunes, je n'ai pas observé de continuum typique de la citrine.



Photo 225 Salle à l'IMN avec la machine CARY 5G, UV-Vis-NIR spectrophomètre. Le traitement des données se fait avec l'ordinateur sur la droite.



Photo 226 Machine UNICAM UV/Vis spectromètre UV4.

Tableau 27. Echantillon, chauffage ou non, couleur testée et orientation de l'axe C par rapport au faisceau de la machine.

N° de l' Echantillon.	Orientation du faisceau par rapport à l'axe C.	Echantillon Non chauffé/ chauffé T °C.	Couleur de l' échantillon.
23	Parallèle.	Non chauffé.	Pourpre.
33	Parallèle.	Non chauffé.	Pourpre.
35	Parallèle.	Chauffé , BCU2 ^{eme} expérience T 450°C, 4 heures	Jaune verdâtre.
36	Parallèle.	Chauffé, Nantes. T 350°C, 4 heures.	Pourpre atténué.
42	Parallèle.	Chauffé, BCU2 ^{eme} expérience T 400°C, 4 heures	Pourpre atténué.
43	Parallèle.	Chauffé, Nantes. T 350°C, 4 heures.	Pourpre atténué.
52	Perpendiculaire.	Chauffé, BCU2 ^{eme} expérience T 550°C, 4 heures.	Pâle orange-brun.
72	Parallèle.	Chauffé Nantes. T 350°C, 4 heures	Pourpre atténué.
73	Parallèle.	Chauffé, BCU2 ^{eme} expereince T 400°C, 4 heures.	Pourpre atténué et jaune pâle. Je ne me souviens pas dans quel secteur coloré j'ai effectué le test.
82	Parallèle.	Chauffé, BCU2 ^{eme} expérience T 550°C, 4 heures	Pâle orange-brun.
92	Parallèle.	Non chauffé.	Pourpre.

Toutes les courbes étant similaires, je n'ai imprimé que celles des échantillons 82, 92, 23 et 14 (pages suivantes). Les flèches rouges sur les courbes indiquent les pics d'absorption à 357 et 545 nm.

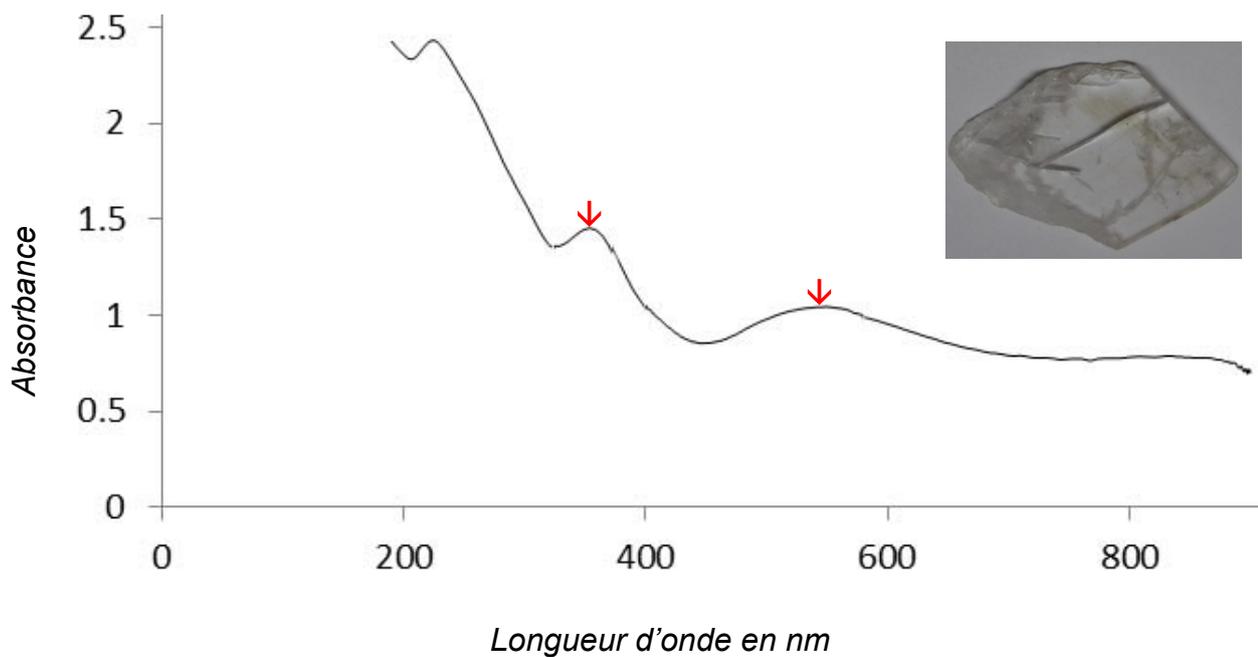


Figure 12. Echantillon 82, Photo 226.

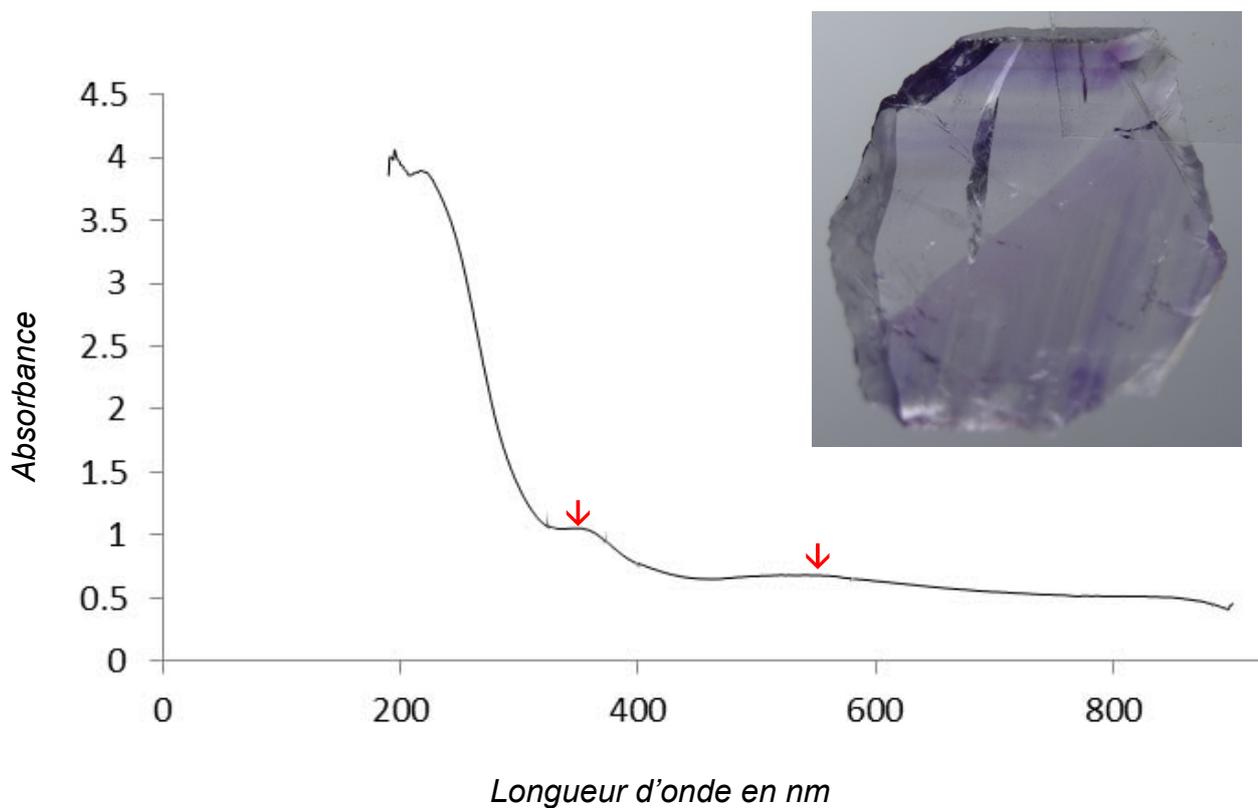


Figure 13. Echantillon 92, Photo 227.

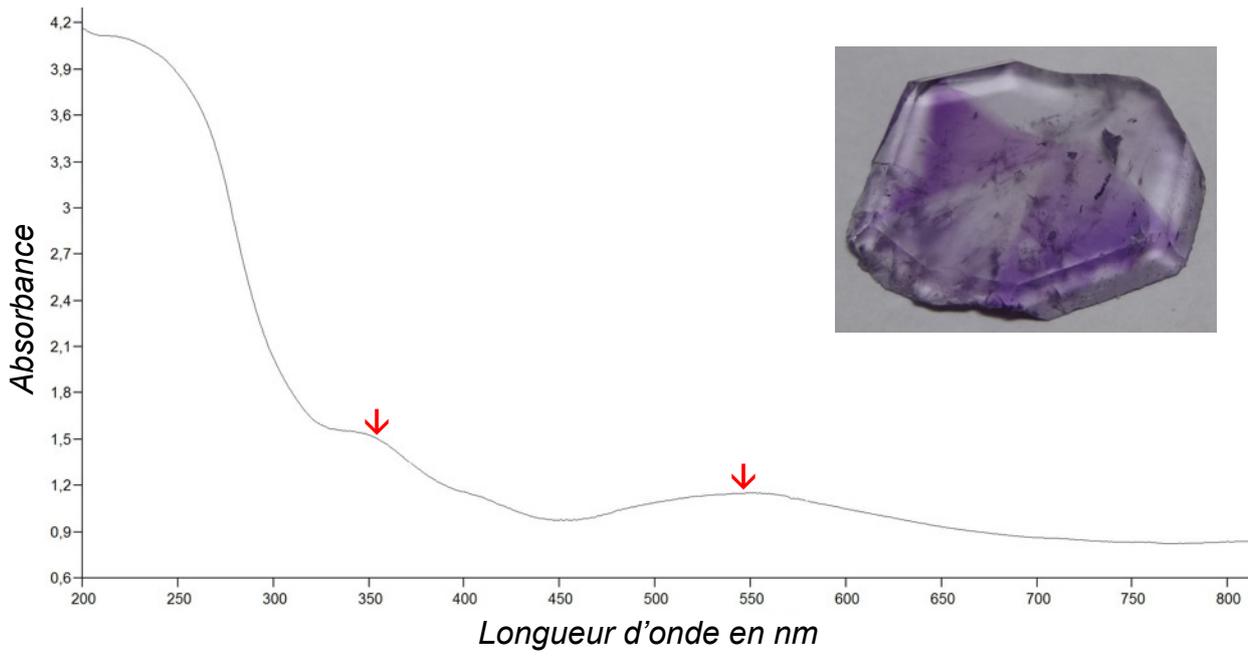


Figure 14. Echantillon 23, Photo 228.

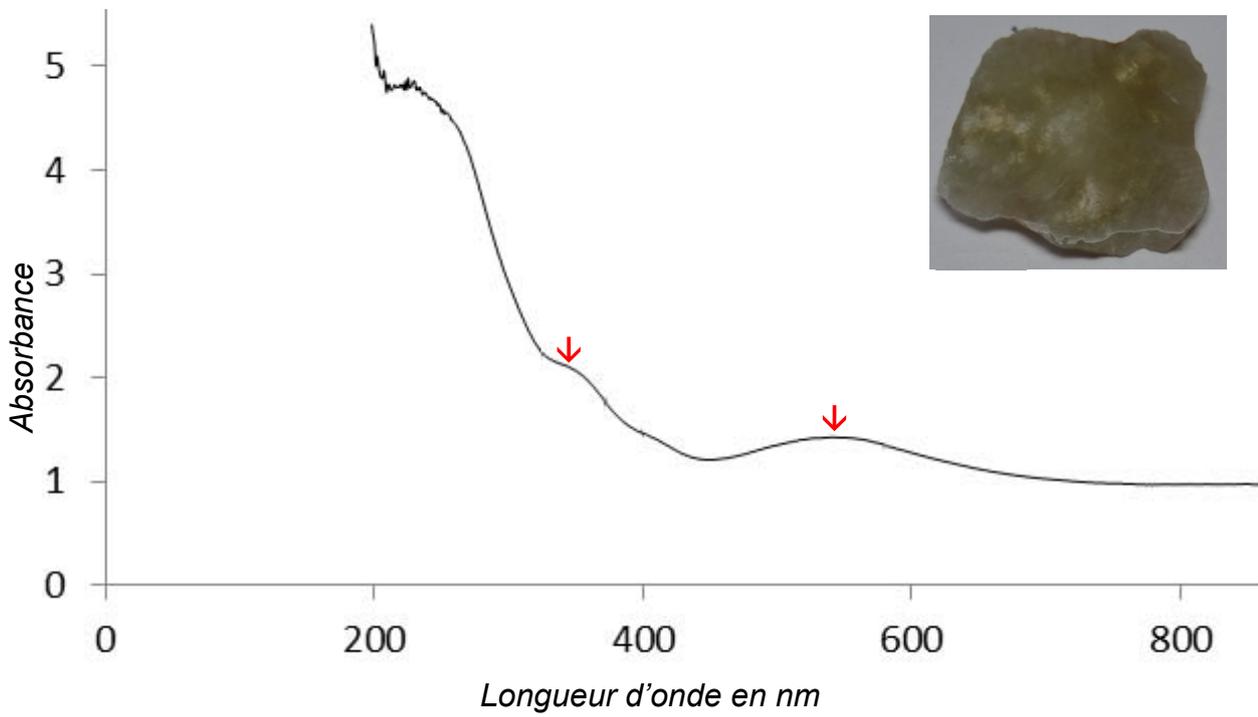


Figure 15. Echantillon 35, Photo 229.

4.4 IR (spectroscopie infrarouge)

La spectroscopie infrarouge est utilisée pour différencier l'améthyste naturelle de la synthétique provenant d'une solution alcaline K_2CO_3 (Karampelas et al., 2011). Voir le *tableau 4* pour les détails.

J'ai utilisé la machine de l'IMN, BRUKER-VERTEX 70 pour tester mes échantillons (*Photo 230*).

Tous mes tests ont révélé une bande à 3595 cm^{-1} caractéristique d'une améthyste naturelle. Cette bande existe avant chauffage, échantillons n° 36 et 72. Après chauffage, elle est présente aussi sur les échantillons n° 21, 43 et 82.

Remarque : je n'ai testé que mes échantillons provenant des pointes coupées donc naturels. Je n'ai pas testé mes petites pierres navettes qui pouvaient être d'origine synthétique.

Conditions expérimentales

Sauvegarde entre 2000 et 4000 cm^{-1} .

Nombre de scans : 100.

Bande passante : 0.5 cm^{-1} .

La mesure de la largeur de la bande 3595 cm^{-1} à mi-hauteur (Full Width at Half Maximum) doit être de $3.3 \pm 0.6\text{ cm}^{-1}$.



Photo 230 Machine de l'IMN Infrarouge.

Voir les résultats pour les échantillons 21 et 43 (figures 16 et 17, *Photos 231 et 232*)

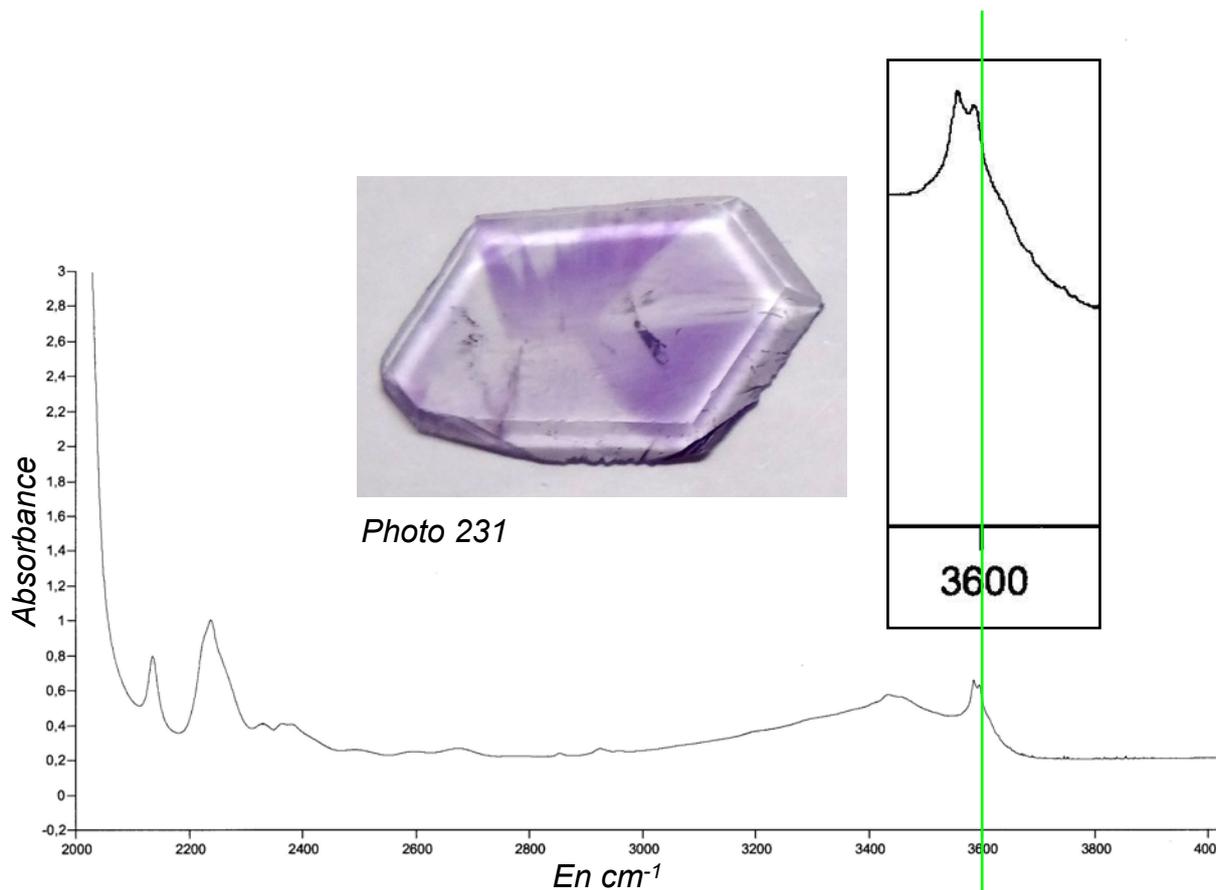


Figure 16. Echantillon 21 Spectre infrarouge. Après chauffage, BCU deuxième expérience, T 450°C, 4 heures.

Pour les échantillons 21 et 43, pic à 3595cm⁻¹ spécifique d'une améthyste naturelle.

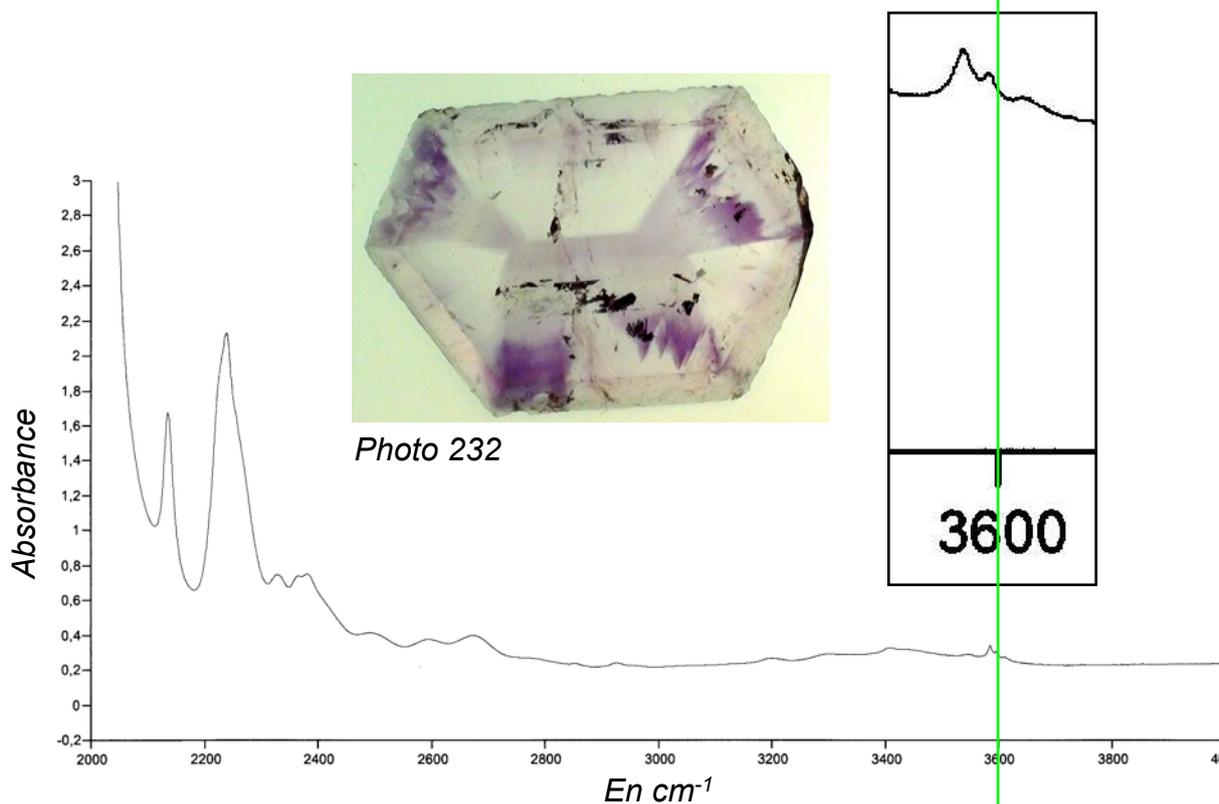


Figure 17. Echantillon 43 Spectre infrarouge. Après chauffage Nantes, T 350°C, 4 heures. Non représentées, les courbes similaires pour les échantillons 36, 72 et 82.

5 Discussion

- Si les facteurs extrinsèques aux échantillons d' améthystes sont facilement contrôlables, particulièrement avec les fours électriques (les sept facteurs de K. Nassau), les facteurs intrinsèques sont difficiles à identifier, quantifier et très nombreux. Dans ces conditions, pourquoi ne pas refaire les expériences sur des améthystes synthétiques : même composition chimique pour tous les échantillons, même vitesse de croissance, distribution homogène de la couleur, pas d' impuretés et mêmes éléments chimiques ou groupements (-OH) à l' état de trace, orientation optique par rapport à l'axe C facile à identifier, pas de macles polysynthétiques donc meilleure homogénéité chimique..... Ainsi, on peut reprendre les expériences en contrôlant les facteurs extrinsèques et intrinsèques, en n'en faisant varier qu'un à la fois.
- Refaire les expériences sur un plus grand nombre d'échantillons pour avoir une interprétation statistique des résultats et une représentation graphique plus juste. Par exemple, pour la première expérience des fours de Birmingham, pour un palier ascendant de températures données, choisir les températures finales à 350, 400, 550, 600°C et les temps de chauffage de 1, 1.30,.....4.30, 5 heures . Tester 10 échantillons d'apparence homogène, comme les pierres ovales, pour chaque cas.
- Refaire les chauffages avec des améthystes de poids variables, de facteur 1, 10 et 100. La forme doit être la même, en forme de bille par exemple pour avoir une même cinétique de pénétration de la chaleur. A la fin de l' expérience, dans chaque échantillon, faire des lames d' épaisseur identique passant par le milieu pour pouvoir comparer l' intensité de la couleur. Cette expérience, en faisant uniquement varier le poids, serait idéalement réalisée sur des échantillons synthétiques.
- Je n'ai pas eu de difficultés à identifier l' atténuation du pourpre, l' incolore et le brun-orange. Par contre la couleur jaune pâle est difficile à définir. C'est une étape intermédiaire entre l'incolore et le brun-orange. Je ne sais pas si le jaune pâle que j'ai observé est dû à un changement d' état du fer (Fe^{3+} , réaction réversible) ou aux particules d' hématite mais en faible quantité (Fe_2O_3 , réaction non réversible) La réversibilité au pourpre après irradiation est le test nécessaire pour définir cette étape. Ce test n'est guère utilisable. D'où peut-être la place du filtre Chelsea ?

6 Résumé

Pour chaque expérience, j'ai observé les caractères principaux suivants :

- Première expérience (Bec Bunsen).
 - La pierre est soumise à une variation brutale de température. Il y a choc thermique et risque de cassure.
 - A 300°C, peu ou pas de changement de couleur pourpre. Cette température semble être la température minimale pour une altération de la couleur.
 - De 350 à 740°C, changement de couleur brutal, atténuation du pourpre ou obtention de l' incolore/jaune pâle avec des temps de chauffage de plus en plus courts.
- Deuxième expérience (Bec Bunsen).
 - A 350°C, changement de la couleur brutal autour de 2³⁰-3 minutes.
- Troisième expérience (Bec Bunsen).
 - A 360°C, pour un même temps de chauffage entre 1¹⁵ et 3 minutes, changement ou non de couleur pourpre pâle/incolore selon les pierres. Mise en évidence des caractères intrinsèques de chaque pierre.
- Quatrième expérience (Bec Bunsen).
 - Augmentation progressive de la température jusqu'à 350°C en 4 minutes et chauffage constant à 350°C pendant 6 minutes. Atténuation de la couleur pourpre seulement. Les échantillons sont bien plus gros ; influence de la taille/poids ?
- Cinquième expérience (Brouette brésilienne).
 - Augmentation très progressive de la température et maintien entre 295-443°C.
 - Atténuation du pourpre progressivement dans le temps jusqu'à l' incolore pour les petites pierres. Importance du temps de chauffage.
 - Atténuation seulement du pourpre pour les pierres beaucoup plus grosses. Influence de la taille/poids ?
 - Obtention sur un gros échantillon de la couleur jaune/brun-orange avec un chauffage supplémentaire de 7 heures et une température supérieure à 443°C. A une température supérieure à 443°C et un temps de chauffage suffisant, obtention de la couleur brun-orange.
- Sixième expérience (four électrique, BCU 1^{ère} expérience).
 - Importance des facteurs intrinsèques. Pour des mêmes conditions de chauffage, obtention de la couleur pourpre atténuée, incolore, jaune et orange-brun.
 - Relation temps de chauffage et température. Pour une température donnée, plus le temps de chauffage est long (dans une certaine limite), plus la couleur est soutenue.
 - Trois zones temps/température de changement de couleur :
 - + du pourpre à l' incolore
 - + de l' incolore au jaune pâle/verdâtre
 - + du jaune pâle/verdâtre au brun-orange
- Septième expérience (four électrique BCU 2^{ème} expérience).
 - A 400°C, atténuation du pourpre et obtention de l' incolore.
 - A 450°C, obtention de la couleur brun-orange, devenant plus intense si le chauffage est prolongé.
 - A 550°C, blanchiment des couleurs ?
- Huitième expérience (four électrique, Nantes).
 - A 350°, atténuation seulement du pourpre et pas d' incolore, malgré un temps de chauffage long. Grosses pierres, importance de la taille/poids ?

Pour simplifier

- Au dessous de 300°C, il n'y a pas de changement de couleur.
- Entre 300 et 350°C, il y a atténuation du pourpre.
- Entre 350 et 550°C, il y a selon la durée de chauffage et les caractéristiques intrinsèques des pierres, des plages de changement de couleurs , incolore (350-400°C), jaune (400-450°C) et orange-brun (450-550°C).
- Au dessus de 550-600°C, il y a production de jaune et surtout de l'incolore.

7 Bibliographie

- Cassedanne J.P. (1986) L'améthyste de Pau d'Arco. *Revue de Gemmologie a.f.g.*, No.89, pp 12-15.
- Cassedanne J.P. (1988a) L'améthyste au Brésil. *Revue de Gemmologie a.f.g.*, No.94, pp 15-18.
- Cassedanne J.P. (1988b) L'améthyste au Brésil. *Revue de Gemmologie a.f.g.*, No.95, pp 3-9.
- Choudhary G., Fernandes S. (2011) Spectroscopic examination of commercially available quartz varieties: a gemological perspective. *Gems & Gemology*, Vol. 47, No.2, pp 146-147.
- Dana E.S. revised by Ford W.E. (1932) *A textbook of mineralogy with an extended treatise of crystallography and physical mineralogy*, fourth edition, New York: John Wiley & sons.
- Deer W.A., Howie R.A., Zussman J. (1966) *An introduction to the rock forming Minerals*, Harlow Essex England: Longman group Ltd.
- Epstein D.S. (1988) Amethyst mining in Brazil. *Gems & Gemology*, Vol. 24 , No.4, pp 214-228.
- Evans J.W., Davies G.M. (1924) *Elementary crystallography*, London: Thomas Murby & Co, pp 109.
- Fritsch E., Rossman G.R. (spring 1988) An update on color in gems. Part 2: Colors involving multiple atoms and color centers. *Gems & Gemology*, Vol. 24, No.1, pp 3-15.
- Fritsch E., Rossman G.R. (summer 1988) An update on color in gems. Part 3: Colors caused by band gaps and physical phenomena. *Gems & Gemology*, Vol. 24, No. 2, pp 81-100.
- Götze J. (2009) Chemistry, textures and physical properties of quartz – geological interpretation and technical application. *Mineralogical Magazine*, Vol.73 (4), pp 645-671.
- Gemmological Institute of America. (1995) *Gem Reference Guide for the GIA, Colored Stones, Gem Identification and Colored Stone Grading Courses*, US: Gemmological Institut of America.
- Hainschwang T. (2009) The synthetic quartz problem. *Gem Market News-Gemguide*, Vol/28, issue 1 pp1-5.
- Henn U., Schulz-Güttler R. (2012) Review of some current coloured quartz varieties. *The Journal of Gemmology*, Vol.33, No.1-4, pp 29-43.
- Herbert L.B., Rossman G.R. (2008) Greenish quartz from the Thunder Bay Amethyst Mine Panorama, Thunder Bay, Ontario, Canada. *The Canadian Mineralogist*, Vol.46, pp 111-124.
- Houran J. (2005) Attractive color-zoned amethyst from Four Peaks. *Gems & Gemology*, Vol. 41, No.1, pp 4.
- Kammerling R.C., Koivula J.I., Kane R.E. (1990) Gemstone enhancement and its detection in the 1980s. *Gems & Gemology*, Vol.26 , No.1, pp 37-38.
- Karampelas S., Fritsch E., Zorba T., Paraskevopoulos K.M. (2011) Infrared Spectroscopy of Natural vs. Synthetic Amethyst; An Update. *Gems & Gemology*, Vol.47, No.3, pp 196-201.
- Kane R.E. (1985) Amethyst, heat-treated. *Gems & Gemology*, Vol.21, No.1, pp 43.
- Koivula J.I., Kammerling R.C. (1989) Gems news, colored stones, visual representation of amethyst to citrine alteration. *Gems & Gemology*, Vol.25, No.2, pp 110.
- Koivula J.I., Fritsch E. (1989) The growth of brasil-twinned synthetic quartz and the potential for synthetic amethyst twinned on the brasil law. *Gems & Gemology*, Vol.25, No.3, pp 159-164.

- Lameiras F.S., Nunes E.H.M., Vasconcelos w.l. (2009) Infrared and chemical characterization of natural amethysts and prasiolites colored by irradiation. *Materials Research*, Vol.12, No 3, pp 315-320.
- Suzy M. (1987) *The Windsor style*, London: Grafton Books, pp 181& 209.
- Nassau K. (1981) induced color in amethyst-citrine quartz, *Gems & Gemology*, Vol.17, No 1, pp37-39.
- Nassau K. (1984) *Gemstone Enhancement*, Kent: Butterworths.
- Nassau K. (1980) *Gems Made by Man*, Pennsylvania: Chilton Book Company.
- Nassau K. (1990) synthetic gem materials in the 1980s, *Gems & Gemology*, vol.26, No 1, pp 50-63.
- Notari F., Boillat P.Y., Grobon C. (2001) Discrimination des améthystes et des citrines naturelles et synthétiques. *Revue de Gemmologie a.f.g.*, Vol.141/142, pp 75-80.
- Nunes E.H.M., Melo V., Lameiras F., Liz O., Pinheiro A., Machado G., and Vasconcelos W. (2009) Determination of the potential for extrinsic color development in natural colorless quartz. *American Mineralogist*, Vol. 94,pp 935-941.
- O'Donoghue M. (1987) *Quartz*, London: Butterworth & Co (Publishers) Ltd.
- O'Donoghue M. (2006) Sixth edition *Gems*, Oxford: Butterworth-Heinemann (Elsevier).
- Odgen J. (2011) Imperial Purple. *Gems & Jewellery*, Vol.20, No. 2, pp8-9.
- Paradise T.R. (1982) The natural formation and occurrence of green quartz. *Gems & Gemmology*, Vol.18, No.1, pp 39-42.
- Phillips F.C. (1971) *An introduction to crystallography*, Harlow Essex England: Longman Group Ltd, pp 129-137.
- Pinet M., Smith D.C., Lasnier B. (1992) Utilite de la microsonde Raman pour l'identification non-destructive des gemmes. *Revue de Gemmologie a.f.g.*, numero hors serie juin 1992, pp 50.
- Shafranovskii I.I. (1973) *Lectures on crystal morphology*, New Delhi: Amerid publishing Co.Pvt.Ltd.
- Schmetzer K. (1989) Methods for the distinction of natural and synthetic citrine and prasiolite. *The Journal of Gemmology*, Vol.21, No.6, pp 368-391.
- Schumann W. (2009) *Gemstones of the world*, NY: Sterling Publishing Co.,Inc.
- Shigley J.E., Dirlam D.M., Schmetzer K., Jobbins A. (1990) Gem localities of the 1980s. *Gems& Gemology*, Vol.26, No 1, pp 4-31.
- Sinkankas J. (1964) *Mineralogy*, NY: Van Nostrand Reinhold Company, pp 55& 437.
- Smith J.R. (1991) *A guide to understanding crystallography*. A special publication of the Rochester Mineralogical Symposium. Fairfax, USA: Library of Congress.
- Stock H.D., Lehmann G. (1977) Phenomena associated with diffusion of trivalent iron in amethyst quartz. *Journal Phys. Chem. Solids*, Vol.38, pp 243-246.
- Wahlstrom E.E. (1979) Fifth Edition *Optical crystallography*, NY: John Wiley & Sons, pp 370.
- Webster R. revised by Read P.G. (1994) Fifth Edition *Gems*, Oxford:Butterworth-Heinemann (Elsevier).
- Webster R. revised by Jobbins E.A. (2008) Seventh Edition *Gemmologist' Compendium*, London: NAG Press.
- Wood E.A. (1977) Second revised editon *Crystals and light. An introduction to optical crystallography*, New York: Dover publications, Inc., pp 55-57.

The Jewels
of the late
Duchess of Windsor

sold for the benefit of
The Pasteur Institute

Days of Sale

Thursday, 2nd April 1987 at 21.00 hours
Friday, 3rd April 1987 at 16.30 hours

Hôtel Beau-Rivage
13, quai du Mont-Blanc, Geneva
Telephone: (022) 31 02 21

*Admission to sale by ticket only.
For tickets please telephone Sandra Spiess, (022) 32 85 85*

SOTHEBY'S

FOUNDED 1744

Sotheby's S.A. Genève
N. C. Rayner (Chairman), S. de Pury, J.-G. Wille, P. Sciclounoff, B. Muheim
13, quai du Mont-Blanc, 1201 Geneva
Telephone: (022) 32 85 85. Telegrams: Abinitio, Geneva
Telex: 429098 spb ch

Par le ministère de M^e Claude Naville, huissier judiciaire

En présence de

M^{es} J.-P. Couturier et R. de Nicolay
Commissaires Priseurs Associés
51, rue de Bellechasse, 75007 Paris

M^{es} O. Rieunier et I. Bailly-Pommery
Commissaires Priseurs Associés
25, rue Le-Peletier, 75009 Paris

Assistés de:

MM. P. Serret, J. Monnaie et E. Portier
17, rue Drouot, 75009 Paris

Annexe 1a. Vente aux enchères à Genève des bijoux de la duchesse de Windsor au profit de l'institut Pasteur. Le collier aux améthystes fait parti de cette vente. Photocopie de l'original détenu par Madame GREEN Gwyn, Birmingham Angleterre.



The Duchess of Windsor wearing the amethyst and turquoise necklace (lot 46) at the Gala Ball, Versailles, in June, 1953.

- 46 **A Gold, Turquoise, Amethyst and Diamond Bib Necklace, by Cartier, Paris, 1947**, the front of lattice design set with step-cut amethysts, brilliant-cut diamonds, and turquoises, with a larger heart-shaped amethyst at the front surmounted by three baguette diamonds, on a chain of Prince of Wales linking, signed on the clasp: *Cartier France*.

SF 24,000-28,000

The following weights are recorded in Cartier's archives: twenty-nine amethysts: 158.9 carats; twenty-three baguette diamonds: 1.82 carats; one-hundred and eighty-eight brilliant-cut diamonds: 8.84 carats; two-hundred turquoises: 33.65 carats.

Annexe 1b. La duchesse de Windsor portant le collier aux améthystes lors d'un gala a Versailles en Juin 1953. Description des pierres utilisées. La façon a été réalisée par Cartier en 1947. Photocopie de l'original détenu par Madame GREEN Gwyn.

SOTHEBY'S

FOUNDED 1744

13 Quai du Mont Blanc, CH-1201 Geneva

Price List

Sale of THE JEWELS OF THE DUCHESS OF WINDSOR

Thursday 2nd/Friday 3rd April, 1987

"WINDSOR"

The prices shown are the hammer prices plus the 10% Buyer's premium.

Currency exchange rates used 2.43 SF = £1 1.50 SF = \$1 US

(Rounded to the nearer £ or \$)

Lot No.	Swiss F.	£ Sterling	US Dollars	Lot No.	Swiss F.	£ Sterling	US Dollars
1	71,500	29,424	47,667	50	110,000	45,267	73,333
2	30,800	12,675	20,533	51	605,000	248,971	403,333
3	71,500	29,424	47,667	52	1,210,000	497,942	806,667
4	82,500	33,951	55,000	53	99,000	40,741	66,000
5	30,800	12,675	20,533	54	71,500	29,424	47,667
6	28,600	11,770	19,067	55	154,000	63,374	102,667
7	28,600	11,770	19,067	56	220,000	90,535	146,667
8	15,400	6,337	10,267	57	2,090,000	860,082	1,393,333
9	33,000	13,580	22,000	58	286,000	117,695	190,667
10	26,400	10,864	17,600	59	1,540,000	633,745	1,026,667
11	15,400	6,337	10,267	60	660,000	271,605	440,000
12	88,000	36,214	58,667	61	1,430,000	588,477	953,333
13	176,000	72,428	117,333	62	275,000	113,169	183,333
14	41,800	17,202	27,867	63	297,000	122,222	198,000
15	660,000	271,605	440,000	64	275,000	113,169	183,333
16	143,000	58,848	95,333	65	1,100,000	452,675	733,333
17	275,000	113,169	183,333	66	231,000	95,062	154,000
18	71,500	29,424	47,667	67	451,000	185,597	300,667
19	88,000	36,214	58,667	68	77,000	31,687	51,333
20	66,000	27,160	44,000	69	45,100	18,560	30,067
21	52,800	21,728	35,200	70	1,540,000	633,745	1,026,667
22	61,600	25,350	41,067	71	1,265,000	520,576	843,333
23	35,200	14,486	23,467	72	440,000	181,070	293,333
24	66,000	27,160	44,000	73	121,000	49,794	80,667
25	48,400	19,918	32,267	74	561,000	230,864	374,000
26	451,000	185,597	300,667	75	660,000	271,605	440,000
27	935,000	384,774	623,333	76	528,000	217,284	352,000
28	440,000	181,070	293,333	77	242,000	99,588	161,333
29	231,000	95,062	154,000	78	231,000	95,062	154,000
30	187,000	76,955	124,667	79	1,320,000	543,210	880,000
31	572,000	235,391	381,333	80	825,000	339,506	550,000
32	440,000	181,070	293,333	81	3,190,000	1,312,757	2,126,667
33	176,000	72,428	117,333	82	440,000	181,070	293,333
34	220,000	90,535	146,667	83	220,000	90,535	146,667
35	220,000	90,535	146,667	84	1,650,000	679,012	1,100,000
36	33,000	13,580	22,000	85	275,000	113,169	183,333
37	52,800	21,728	35,200	86	385,000	158,436	256,667
38	77,000	31,687	51,333	87	968,000	398,354	645,333
39	198,000	81,481	132,000	88	3,905,000	1,606,996	2,603,333
40	176,000	72,428	117,333	89	297,000	122,222	198,000
41	99,000	40,741	66,000	90	1,320,000	543,210	880,000
42	55,000	22,634	36,667	91	3,410,000	1,403,292	2,273,333
43	132,000	54,321	88,000	92	506,000	208,230	337,333
44	143,000	58,848	95,333	93	429,000	176,543	286,000
45	176,000	72,428	117,333	94	935,000	384,774	623,333
46	907,500	373,457	605,000	95	4,730,000	1,946,502	3,153,333
47	220,000	90,535	146,667	96	170,000	69,959	113,333
48	60,500	24,897	40,333	97	88,000	36,214	58,667
49	132,000	54,321	88,000	98	16,500	6,790	11,000

Annexe 1c. Liste des prix obtenus lors de la vente aux enchères.

Le prix obtenu (lot 46) est montré dans la case de couleur orange: 907.500 Francs Suisses. L'estimation avant la vente (Annexe 1b) était de 24.000-28.000 Francs Suisses. Photocopie du document original détenu par Madame GREEN Gwyn. Voir aussi Menkes 1987.

Gemstone Brewster Angles for a wavelength of 670 nm

Angle	Gemstone
55.0-55.3	Fire opal
55.1	Fluorite
55.4	Opal
56.0	Sodalite
56.0, 58.8	Calcite
56.3	Chrysocolla
56.3	Lapis lazuli
56.3	Moldavite
56.3	Obsidian
56.6, 58.8	Moonstone (orthoclase)
56.6, 56.9	Amazonite
56.8, 57.0	Iolite, oligoclase
56.8	Chalcedony
57.0	Amber, ivory
→ 57.0, 57.1	Quartz
57.0, 57.2	Scapolite - blue, pink, colourless
57.1, 57.4	Scapolite - yellow
57.2	Steatite
57.3	Bowenite
57.3, 57.4	Labradorite
57.4, 57.5	Beryl
57.6, 57.8	Beryl (bixbite)
57.7, 57.8	Beryl (maxixe, morganite)
58.0, 61.2	Rhodochrosite

Angle	Gemstone
58.1, 58.2	Topaz (white, blue, yellow, brown)
58.1, 58.6	Prehnite
58.1-58.8	Turquoise
58.2, 58.5	Tourmaline
58.3	Nephrite
58.3, 58.4	Andalusite
58.3, 58.9	Peridot
58.4	Apatite
58.4, 58.5	Danburite
58.4, 58.5	Topaz - pink, red, orange
58.5, 59.5	Dioptase
58.6-59.2	Jet
58.6, 59.2	Sinhalite
58.7, 59.0	Phenakite
58.7, 59.0	Spodumene
58.8, 58.0	Calcite
58.9, 59.1	Kornerupine
59.0	Jadeite
59.0, 59.1	Enstatite
59.1, 59.5	Diopside
59.2, 59.3	Zoisite
59.5-59.6	Idocrase
59.5-59.8	Spinel (natural)
59.6, 59.9	Kyanite
59.7, 59.8	Taaffeite

Angle	Gemstone
59.8-60.0	Spinel (synthetic)
59.8, 60.1	Rhodonite
59.9, 60.0	Chrysoberyl
59.9-60.1	Grossular garnet
60.0-60.4	Pyrope garnet
60.2, 60.7	Benitoite
60.3, 60.4	Corundum
60.4-60.9	Almandine garnet
60.6-61.4	Zircon (low)
60.8-61.0	Spessartite garnet
61.2	Yttrium aluminium garnet
61.4, 63.0	Sphene
61.8	Andradite garnet
61.8	Uvarovite garnet
62.0, 63.0	Zircon (high)
62.3, 62.4	Scheelite
62.9	Gadolinium gallium garnet
63.5-63.7	Cubic zirconium (blue, green)
64.8-65.1	Cubic zirconium (colourless)
65.6, 66.2	Lithium niobate
66.5-66.9	Strontium titanate
67.4	Diamond
68.2, 70.2	Rutile
69.0, 69.3	Synthetic moissanite
70.0, 71.0	Hematite

Gemmological Instruments Ltd

27 Greville Street (Saffron Hill), London EC1N 8TN

Tel: 020 7404 3334

Fax: 020 7404 8843

e-mail: gagtl@btinternet.com

Internet: www.gagtl.ac.uk/gagtl

Annexe 2. Pour une source de lumière monochromatique de 670 nm, tableau des valeurs de l'angle de Brewster pour chaque gemme. Photocopie de l'original détenu par Madame Green Gwyn.