

ANNEE 2019

DIPLÔME D'UNIVERSITE DE GEMMOLOGIE

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

par
Mme Fabienne THEVENET GRUAULT

**IDENTIFICATION DE LA COULEUR
TEINTEE
DES PERLES D'EAU DOUCE DE CULTURE
DE CHINE**

soutenu publiquement le 8 mars 2019
au Département des Sciences de la Terre et de l'Univers
devant la commission d'examen composée de :

M. E. FRITSCH	Professeur	Président
M. B. RONDEAU	Maître de Conférences	Vice-Président
M. C. EWELS	Directeur de Recherche	Examinateur
M. S. KARAMPELAS	Directeur de Recherche, Danat	Examinateur
M. C. LATOUCHÉ	Maître de Conférences	Examinateur
M. F. NOTARI	Directeur, Gemtechlab, Suisse	Examinateur
M. B. LASNIER	Professeur émérite	Invité

SOMMAIRE

Introduction	p. 5
Etat des connaissances	p. 6
Matériaux et méthodes	p. 12
Matériaux	p. 12
Méthodes	p. 15
Résultats	p. 16
Observation à la binoculaire	
Réactions aux UV	
Analyses de spectrométrie en réflectance	
Discussion	p. 36
Conclusion	p. 42
Bibliographie	p. 44-45
Annexes	p. 47
Figures	p. 47
Mode d'emploi du spectromètre Perkin Elmer Lambda 1050	p. 57

Nb de pages : 64

INTRODUCTION

Les enjeux du marché de la perle ont poussé la Chine à développer l'implantation de fermes de culture de perles d'eau douce. Des quantités produites croissantes, des couleurs naturelles de plus en plus attrayantes, une qualité du produit de mieux en mieux maîtrisée, une amélioration des techniques de coloration, font de la production chinoise une véritable concurrence pour les autres régions productrices.

La production chinoise a démarré dans les années soixante (avec le mollusque « *Cristaria plicata mussel* » jusqu'à atteindre une production d'environ 80 tonnes dans les années 1980. Cette production était alors absorbée par les négociants japonais.

Au début des années 1990, les chinois développent l'élevage des mollusques « *Hyriopsis cumingii mussel* » et parviennent à avoir des récoltes de perles semi-rondes de 3 à 6 et 7 mm. Les perles de Chine deviennent alors un produit alternatif aux perles akoya dont les 6-7 mm sont les plus produites pour le marché international (Gems & Gemology, 2007, vol 43).

Ces perles se vendent alors entre 10 % et 30% de moins que le prix des akoyas. Durant ces années 1990, le gouvernement chinois met en place un contrôle des exportations de cette production.

En 1995 on estime la production de perles de culture chinoises à 500 tonnes, et atteint 1000 tonnes en 1997 (Strack, 2006).

En 2004, la production atteint 1500 tonnes, soit 2 milliards et 140 millions de perles (Shor, 2007). Les perles obtenues peuvent être de bonne qualité, de forme ronde, et peuvent atteindre une taille de 8 mm, ce qui concurrence toujours les akoyas mais aussi les perles des Mers du Sud. Pourtant, en pourcentage, elles ne représentent que 2% de la production en perle ronde ou quasi-ronde, et, une seule sur 500 000 est de qualité exceptionnelle (Shou Jian Guang, pers. Comm. et Russel Shor, Gems & Gemology, 2007).

Depuis les années 2000, les perles de culture de Chine dominent le marché : 95% des perles que l'on trouve sont des perles d'eau douce cultivées en Chine dans des *Hyriopsis cumingii* (Stefanos Karampelas, 2008).

Les perles de culture d'eau douce de couleurs naturelles ont donc conquis le marché de la perle aux côtés des perles teintées, voire irradiées.

Ces différents traitements sont utilisés pour améliorer les perles de couleur de mauvaise qualité. Le fait d'améliorer leur apparence permet ainsi d'augmenter leur valeur. Les enjeux commerciaux sont bien sûr importants. Ainsi la qualité grandissante des perles produites (tant en taille, forme, qualité de surface) et celle des traitements appliqués, compliquent leur identification.

L'intérêt que le marché montre pour les perles de couleurs fait que l'on cherche à reproduire ces couleurs par traitements (notamment les couleurs des perles de culture de mers, qui se vendent plus cher sur le marché : « chocolat, gold, bronze, peacock, aubergine, blanches, ou, les perles noires de Polynésie).

Or la couleur d'une perle, qu'elle soit d'origine naturelle ou qu'elle soit teintée, est une donnée qui influe sur la valeur de la perle. D'où le besoin grandissant, à fortiori pour l'avenir, de pouvoir expertiser l'origine naturelle ou traitée de la couleur.

L'objet de cette étude est de déterminer la nature de la couleur dans les perles de culture d'eau douce de Chine.

Les échantillons retenus ont été choisis parmi des perles issues d'élevages de mollusques en eau douce. Nous ne connaissons pas de façon certaine dans quels mollusques les perles qui composent cette étude se sont développées. Cependant, pour les productions les plus récentes, il s'agit plus sûrement de perles qui se seraient développées dans le mollusque *Hyriopsis Cumingii*. Nous disposons d'un ensemble de 21 échantillons-perles de culture d'eau douce de Chine pour étudier leur couleur. A savoir, certains ont été choisis pour leur couleur naturelle, et d'autres pour être

colorés artificiellement. Pour ces derniers, ils peuvent avoir été colorés par procédé de teinture (agents colorants ajoutés), ou, avoir reçu un traitement d'un autre ordre : une irradiation.

Pour ce faire, nous allons étudier leurs propriétés de luminescence aux lampes UV courts et longs, et leurs propriétés en spectrométrie d'absorption UV-Vis-PIR (dans l'ultraviolet, le visible et le proche infra-rouge).

Nous nous sommes concentrés sur l'étude de spectrométrie en réflectance diffuse pour essayer de préciser la relation entre la couleur de l'échantillon, la présence des pigments et la nature de ceux-ci (naturels ou artificiels).

Ainsi, il serait intéressant de pouvoir différencier grâce aux spectres, les perles de couleurs naturelles des perles de couleurs non-naturelles, dans les perles de culture d'eau douce de Chine.

ETAT DES CONNAISSANCES

Formation et constitution des perles :

La biologie des mollusques a été étudiée et est la base des connaissances (Strack, 2005) pour la compréhension de la formation de la nacre et des perles.

Pour définition générale, une perle est une concrétion calcaire (CaCo_3) sphérolitique secrétée par le manteau de certains mollusques. Ceux qui nous intéressent sont les unios (famille des Unionidae), que l'on trouve en lacs et rivières, dites aussi moules d'eau douce ou mulettes (Bariand et Poirot., 1998 ; Zivcovic et al., 2012).

Celles-ci sont composées essentiellement d'aragonite et de matière organique (conchyoline), de calcite, et plus rarement de vatérite. La perle est un produit organique.

Des mécanismes biologiques concourent à la formation des perles. Ils sont responsables du dépôt de matières (nacre/conchyoline), de son rythme, de la longueur et de l'épaisseur des « marches » ou « pavage », et de la sécrétion des pigments.

La nacre et les perles intègrent des paramètres du milieu extérieur. Un « orient », fruit d'une régularité du dépôt de nacre, les irisations dues aux interférences lumineuses sur l'épaisseur du dépôt des couches de nacre, sont déterminés aussi par la constance des conditions de vie des organismes producteurs (Doumenge, Toulemont et al., 1992). Ce sont autant de données qui participent à l'esthétique des perles.

Techniques de culture des perles d'eau douce :

Depuis le début des années 1990, l'utilisation du mollusque *Hyriopsis Cummingii* (dit aussi : *sankaku mussel* ou, *triangle shell*) s'est généralisée. Auparavant la culture de perles en eau douce, en Chine, se faisait essentiellement avec le mollusque *Cristaria Plicata* (dit : *karasu mussel*) (Strack, 2006).

Depuis l'adoption et la généralisation de l'élevage de *Hyriopsis Cummingii*, on a pu constater une amélioration de la qualité de la perle de culture (Strack, 2006), ceci, tant du point de vue des formes que des couleurs. D'autres auteurs parlent de l'utilisation dès la fin des années 1990 d'une autre espèce, importée du Japon : *Hyriopsis Schlegelii* (Fiske et Shepherd, 2007). Ils publient aussi que les fermiers chinois producteurs de perles de culture d'eau douce ont créé un mollusque hybride à partir de *H. Cummingii* et de *H. Schlegelii* qu'ils utilisent pour produire des perles à partir uniquement d'un greffon de tissus mantellique, mais aussi, d'expérimentation de production de perles avec un nucléus.

Quant aux nutriments absorbés, la littérature (Abrams et al., 2001) mentionne l'ajout de substances organiques (engrais) et inorganiques (chaux) afin d'améliorer la croissance des mollusques.

Se pose aussi la question des changements de milieux pour les mollusques.

Il semble qu'un certain nombre de fermiers pratiquent une migration organisée de leur stock de moules d'eau douce au cours de leur croissance, pendant la saison hivernale durant laquelle leur métabolisme est ralenti. Ainsi la future récolte change de lac et poursuit sa croissance dans un autre milieu lacustre.

Ce changement détermine-t-il alors une modification de la couleur des perles en gestation ? Effectivement, l'on peut considérer comme possible qu'un changement environnemental peut avoir un impact, tant sur la croissance de la structure interne des perles cultivées que sur un changement de couleur issu d'une croissance démarrée dans un étang puis poursuivie dans un autre (Scarratt et al., 2000).

Origine de la couleur naturelle de la nacre et des perles :

Les perles de culture d'eau douce de couleurs naturelles, toujours de meilleure qualité depuis les années quatre-vingt-dix, ont conquis le marché de la perle aux côtés de perles teintées, voire traitées.

Avant d'aborder, à proprement parler, la couleur des perles, nous pouvons dresser un inventaire des couleurs de la nacre de ce coquillage, c'est-à-dire, les couleurs générées naturellement lors de la croissance du mollusque (figure 1).

Quant à la couleur des perles, certaines sont obtenues, comme pour la coquille, tout à fait naturellement. Le blanc et l'orangé, le rose, apparaissent comme des couleurs assez courantes dans les perles de culture d'eau douce, dont la genèse par le mollusque semble issue d'un processus naturel (figure 2).



Figure 1 : couleurs et lustre de la nacre d'un mollusque *Hyriopsis cumingii*.
(Photographies : Shigeru Akamatsu et al., 2001, *Gems & Gemology*).



Figure 2 : couleurs et lustre de perles issues de culture du mollusque *Hyriopsis cumingii*.

Il apparaît que dans la littérature le choix du vocabulaire nommant une couleur (sur les perles d'eau douce de Chine) n'est pas généralisé. Par exemple, les uns utilisent les adjectifs de couleurs : blanc, gris, brun-jaune, « bronze », orangé, « violet », « rose violacé », rose (Strack, 2006). D'autres auteurs décrivent les couleurs naturelles rencontrées avec d'autres adjectifs, tels : « lavande », « pourpre », « pêche », « doré », « bleu », et « blanc » (Fiske et Shepherd, 2007). En troisième exemple, le LFG (Laboratoire Français de Gemmologie, à Paris) emploie : blanche, blanc-crème ou, blanc-crème doré (tandis que cette dernière est citée « orange » par d'autres), grise et n'emploie pas l'adjectif « noire », même si la couleur est très foncée. Le tableau 1 regroupe un certain nombre de ces adjectifs de couleurs relevés dans la littérature.

E. Strack, 2006	Fiske et Shepherd, 2007	S. Karampelas, 2008	Le L.F.G Paris, France	Liping et Zhonghui, 2001 ; autres
blanc	blanc	blanc	blanc	
			Blanc-crème	
			Blanc-rosé	
			Bleu-vert	vert, peacock
gris	bleu	Grise-bleu		
		grise	grise	
		noire	grise	
		Grise-noire		
Brun-jaune				
bronze	doré	crème		golden
orange	pêche	orange	Blanc-crème-doré	
violet	lavande			
rose-violacé	pourpre	pourpre		
rose		rosé	rose	

Tableau 1 : relevé des adjectifs nommant les couleurs dans la littérature (par auteurs).

En ce qui concerne l'origine de la couleur dans les perles (des perles de culture d'eau douce ou des perles de culture de mer), celle-ci n'est pas encore comprise de façon complète.

La recherche sur les perles d'eau de mer (de mollusques et gastéropodes) a montré que les pigments carotènes interviennent dans la coloration de certaines espèces ; certaines autres espèces contiendraient des porphyrines.

La recherche sur la nature des pigments intervenant dans la couleur des perles d'eau douce a avancé à travers les travaux de Karampelas. Des études ont été menées sur les différentes couleurs observées et leurs caractéristiques spectroscopiques.

Les perles de culture d'eau douce, contrairement aux hypothèses précédentes, ne seraient pas colorées, par les pigments appelés « carotènes »

Karampelas a démontré que les perles d'eau douce contiennent des pigments constitués de molécules dites « polyènes - simples -ou- non substitués » qui seraient générateurs de leurs couleurs. (Karampelas, 2007). Ainsi, ce serait la présence de ces pigments et leurs proportions respectives qui produisent une certaine couleur, ou nuance.

Par ailleurs, pour répondre à un autre questionnement sur l'origine de la couleur de la nacre, une étude sur la structure physique des polyènes synthétisés dans les plumes de perroquets a été réalisée (Stradi et al., 2001) et rapportée par Karampelas (2008). Celle-ci permet de supposer qu'à priori, il n'y aurait pas de lien direct entre la couleur des plumes des perroquets, comme celle de la nacre des mollusques d'eau douce et, la nourriture ingérée par les animaux cités. En effet, « *les polyènes ne sont pas des pigments présents dans le régime alimentaire* ».

La question de la variation de couleur selon la position de la perle dans le coquillage :

D'autres couleurs (et notamment les couleurs plus intenses) seraient obtenues par un choix judicieux d'un emplacement précis pour l'implantation et le développement de la future perle.

Ce choix se ferait au niveau des cellules épithéliales du manteau (Strack, 2006).

Toujours selon cette auteure, les nouveaux procédés de culture développés depuis la fin des années quatre-vingt-dix ont permis d'obtenir cette évolution des couleurs, et de les fixer.

On parle d' « implantation » dans la littérature et de « procédure d'implantation » d'une pièce de tissus mantellique à l'intérieur du mollusque hôte (Hänni, 1999) pour la production des perles (en l'occurrence des perles de culture en eau douce).

Ainsi la couleur des perles dépendrait de trois conditions principales :

- des cellules épithéliales composant la pièce de tissus mantellique implantée (greffon) ;
- de l'emplacement de la future perle à l'intérieur du mollusque
- des nutriments et des éléments chimiques présents dans l'eau et absorbés par le mollusque.

Il a été relevé qu'en Chine, on implante principalement dans le manteau.

Si l'on parle de « fixer » les couleurs, doit-on envisager qu'un choix pertinent de l'emplacement d'un implant a été fait dans un endroit précis du manteau épithélial ? Ce qui permettrait de récolter une perle de telle ou telle couleur ?

La question peut se poser, d'autant qu'il faut prendre en compte qu'il peut y avoir d'une vingtaine à une cinquantaine de perles dans un même mollusque. Il est dit que le nombre idéal est de 7 à 10 implantations de tissus épithélial, tout au plus. Il est courant d'en compter 15 à 20 sur les deux faces du manteau. C'est-à-dire qu'à la récolte, on les trouve sur chacune des deux valves de la coquille (figure 3). Il a pu être constaté que ce nombre est souvent dépassé (Strack, 2006).

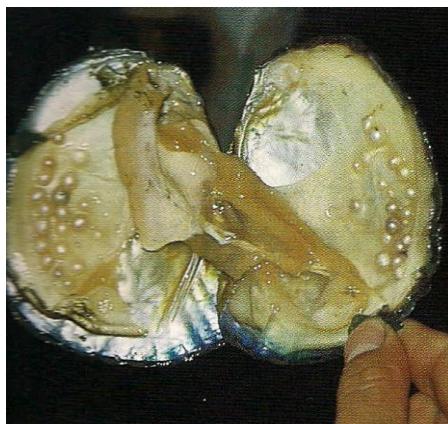


Figure 3 : *Hyriopsis cumingii*. Perles logées sur les deux valves de la coquille : vue des deux faces du manteau. Photographie : Elisabeth Strack, 2006, Pearls.

Par ailleurs, à la lecture ou à l'écoute des diverses techniques d'implantation, l'emplacement ne paraît pas minutieusement anticipé.

Selon les propos recueillis auprès de M. Pascal Verhoeven, nombre de fermiers ne pratiquent « aucune implantation ». Sauf pour certaines perles baroques ou formes définies (« croix », « barrettes », « coin pearls »...). M. Verhoeven nous fait entendre que certains exploitants n'utilisent aucun greffon mantellique, ni aucune implantation sélective (d'une implantation spatiale dans le manteau du mollusque). Ils n'effectueraient qu'une opération de « piquage » dans la chair du mollusque. Cette blessure par piqûre entraînerait la production d'une goutte de liquide biologique interne qui s'échapperait (de la même manière qu'une goutte de sang) par le trou de la piqûre et déclencherait le mécanisme de sécrétion.

Ce serait bien le manteau épithélial du mollusque hôte et l'emplacement à l'intérieur de celui-ci où se développe la perle qui serait déterminant, de par ses sécrétions, pour la couleur de celle-ci.

Selon Karampelas (2007), les pigments sont probablement synthétisés par le tissu mantellique.

En effet, plusieurs perles se développent les unes près des autres, ceci dans un même mollusque, durant une même période. La constatation est qu'elles n'auront pas la même couleur selon l'endroit où elles se logent, quoique se développant dans le même mollusque, et souvent proches les unes des autres. Par ailleurs l'emplacement choisi pour la/les future(s) perle(s) serait plutôt empirique que déterminé précisément par le fermier.

Couleurs artificielles obtenues par traitements : teinture, irradiation : Pour certaines autres perles, la teinture est évidente : de couleurs criantes, elles sont facilement identifiables à l'œil nu. Il faut noter l'évolution depuis les « rice crispies » aux couleurs intenses (perles de culture de *Cristaria Plicata*, de petites tailles, de forme allongées, à la surface plissée, boursouflée faisant penser à un grain de riz soufflé ; voir figure 4) des années 1960-70. Depuis les années 1990, une amélioration des techniques de traitement par la couleur ont rendu certaines teintures plus difficiles à déceler.



Figure 4 : perles de culture d'eau douce de Chine obtenues à partir du mollusque *Cristaria plicata*. Photographie : Maha Tannous (2001), Gems & Gemology.

On sait que le marché de la perle d'eau douce présente de grandes quantités de perles de culture de couleurs artificielles.

Que les teintures soient intenses ou plus raffinées, nous n'avons cependant quasiment pas de détails sur les agents chimiques utilisés. Quant aux pigments organiques qui peuvent être utilisés, peu de travaux en parlent. L'éosine est citée pour les tons rosés ; les sels de cobalt évoqués, mais pas de certitude quant à leur emploi.

Ces couleurs artificielles peuvent être obtenues par des teintes minérales (exemple du nitrate d'argent ou, nitrate d'argent mélangé à de l'ammoniaque), des teintes organiques, ou par irradiation. Selon l'étude des auteurs Liping et Zhonghui (2001), on a pu rencontrer le terme de « lasered » qui nomme ainsi un procédé de teinture par immersion dans une solution organique. On obtient des teintes telles que : noir, pourpre (sombre), vert « peacock », bronze.

Ces mêmes auteurs ont aussi cherché à observer ce que pouvaient devenir les pigments (provoquant les couleurs naturelles) lors d'opérations de modification de la couleur (par teinture).

Ainsi, pour les perles d'eau douce cultivées et colorées, des analyses opérées en spectroscopie Raman à résonance, ont pu montrer que les pics de pigments naturels (pigments présents dans les perles de culture d'eau douce de couleurs naturelles) restaient présents sur les spectres, mais, avec une intensité faible. Ainsi, une intensité de pics moins forte comparée à ce que la couleur exprime, fera tendre vers l'hypothèse d'une couleur par teinture. De plus, si ces pics sont en présence d'autres pics (dits « additionnels »), c'est que ces derniers mettent en évidence des couleurs ajoutées artificiellement.

D'autre part, une FWCP (FWCP signifie : perles de culture d'eau douce) traitée par irradiation ou par chauffage, aurait pour caractéristique de ne plus faire apparaître (en spectroscopie Raman à résonance) les pics typiques des pigments polyéniques : pics intenses situés vers 1133 cm^{-1} et 1512 cm^{-1} (Karampelas, 2008).

Le SSEF (Institut Suisse de Gemmologie) a conduit une expérience en collaboration avec Elisabeth Strack, résumée dans la revue *Facette* n°19 (page 21) de janvier 2012, publiée par le SSEF.

Il est cité dans l'article que les FWCPs ont été teintées et chauffées pour l'expérience. En spectroscopie Raman, ces mêmes perles ont alors montré des bandes, non seulement inhabituelles dans ce type de perles mais, supplémentaires. Le SSEF conclut que ces bandes pourraient être dues aux pigments utilisés pour la teinture, ainsi qu'à l'opération de chauffage qui a accompagné celle-ci.

Le SSEF nous informe que dans cette expérience, les teintes sont issues d'un nuancier de teintures pour cheveux. (Facette, SSEF, n°19, January 2012, p. 21).

Ce renseignement est intéressant car il recoupe le témoignage (2011) de M. Verhoeven (Sté Perlève). Il a effectivement cité l'utilisation de ces teintures dans les fermes perlières où il détient des parts de la production de perles.

M. Verhoeven n'a pas confirmé l'hypothèse du chauffage (se référer aux perles issues de sa production dans l'étude présente (* voir en annexes, page 47)).

Sur les méthodes de teinture utilisées, nous n'avons que peu de renseignements, même si l'on peut citer (Strack, 2006):

- la coloration par diffusion : l'agent colorant pénètre dans la perle lors de l'immersion de celle-ci dans une solution. Selon la solution colorante choisie, l'immersion peut durer quelques jours, quelques semaines, ou une douzaine de mois. C'est jusque dans la conchyoline que la couleur est absorbée. On nomme aussi cette méthode : « the outer ».
- la coloration par introduction de l'agent colorant par le trou de perçage. Plus souvent utilisée dans le cas de présence d'un nucléus. L'agent colorant se réparti dans la couche de conchyoline, entre le nucléus et les couches perlières. Méthode dite aussi « the inner ».

Toujours quant à l'identification des couleurs teintées, la gemmologie s'est tournée vers l'observation des perles d'eau douce sous les lampes à Ultra-violets. On peut ainsi dresser les propriétés de luminescence de ces perles. Selon les diverses recherches antérieures, les perles de couleurs naturelles fluorescent de façon intense ou assez intense aux U.V longs (366 nm). L'intensité est atténuée aux U.V courts (254 nm).

Les perles teintées ne montrent pas de fluorescence sauf en cas de distribution irrégulière de la couleur.

Pour les perles qui ont subi des colorations au nitrate d'argent (« sels d'argent » (AgNO_3)), cette teinture efface la fluorescence ou, dans d'autres cas, des fluorescences verdâtres faibles ou jaunâtres faibles ont été observées aux UVL.

Lorsqu'une perle a été mal teintée dans la totalité de sa surface, des tâches plus claires avec une fluorescence bleue indiquent une perle blanche à l'origine (résultats aux UVL). Aux UV courts, une très légère fluorescence verdâtre est souvent relevée (Strack, 2006). A noter que sur des perles (FWCPs) teintes en noir, des traitements de recouvrement de surface par un film de polymère transparent ont été observés. Le but est d'améliorer le lustre des perles. Ces perles « noires » ont des tons pourpres/violets /verts. Ces perles ont alors une fluorescence vert-jaune faible aux UVL, et, une fluorescence de même couleur aux UVC avec un aspect « poudreux » (Strack, 2006).

Pour décrire la couleur dans les perles, il est intéressant d'utiliser les propriétés d'absorption en spectrométrie aux UV-Vis-PIR des perles d'eau douce. Cette méthode permet de relever les bandes et pics d'absorptions qui sont l'expression spectrale des composantes de la couleur de la perle que l'on pourra comparer à la couleur physique de celle-ci.

Cependant, cette technique – si elle établit l'origine spectrale de la couleur – n'établit pas, à priori, l'origine naturelle ou teintée de cette couleur physique des perles.

Ainsi, sélection de l'espèce, situation géographique et conditions environnementales, caractéristiques biologiques et métabolisme du mollusque hôte, ainsi que les transformations dues à une intervention de l'homme sont autant de questions (liste non exhaustive) qui se posent pour la compréhension de la couleur des perles, et en l'occurrence, des perles de culture d'eau douce.

Il y a bien des besoins à préciser et identifier l'origine de la couleur dans les perles de culture de Chine dans le contexte d'un marché toujours plus large, et, d'une amélioration des techniques de teinture et de la qualité des teintes.

MATERIAUX ET METHODES

MATERIAUX :

Cette étude porte sur 20 échantillons de couleurs variées et 1 échantillon supplémentaire de couleur blanche servant de base-témoin. Soit 21 perles au total.

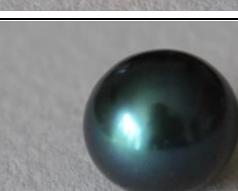
Nous avons essayé d'être le plus sobre possible dans la description des couleurs de l'étude menée ci-dessous. Ainsi, nous avons employé les termes suivants : blanc, rose, rose-violacé, rose-pourpre, pourpre, orangé clair, gris, gris moyen, gris foncé, jaune doré et jaune foncé.

Ces échantillons ont pour origine plusieurs sources. Certaines sont issues du fond d'échantillons du CRG de Nantes (entrées dans le stock en 2001 et procurées chez M. Genot, négociant en perles), d'autres sont prêtées par le LFG Paris (date du prêt : 2011). Une autre série est issue d'un fond constitué (en décembre 2011) auprès de M. P. Verhoeven, négociant en perles sur une récolte récente. Une dernière (FTG17) est issue de la filière HBJO (Sté Jacobs, Versailles, France).

Certains groupes de couleurs seront plus étoffés afin de permettre de définir, pour des nuances très proches, si ces couleurs sont naturelles ou artificielles (dans ce second cas, les perles sont traitées).

Nous allons procéder à des analyses en spectrométrie UV-Vis et infra-rouge en réflectance dans le but de mettre en évidence la présence d'agents colorants ou de confirmer une composition de la couleur uniquement par des pigments naturels.

N° Echantillon	Nature de la couleur	date d'acquisition	source d'acquisition	couleur	distribution de la couleur	dimensions (mm)	masse en ct	forme	photo de l'échantillon
FTG 01	teintée	2001	Univ Nantes/ Genot grossiste	bleu profond	non homogène	2,6x4	0.968	baroque	
FTG 02	teintée	2001	Univ Nantes/ Genot grossiste	bleu ciel	non homogène	2,7x3,6	1.032	baroque	
FTG 03	teintée	2011	Sté Perlève	jaune doré	homogène	4,7x5,4	1.966	semi-ronde	
LFG 04	teintée	années 2000	LFG Paris	gris couleur secondaire : vert, rose	homogène	5x7,5	3.692	baroque	

FTG 05	teintée	2011	Sté Perlève	jaune foncé	homogène	4,8x5,4	2.635	semi-ronde	
LFG 06	teintée	années 2000	LFG Paris	rouge brun	non homogène	5x6,3	3.129	baroque	
FTG 07	teintée	2011	Sté Perlève	gris foncé couleur secondaire : bleu-vert	homogène (hétérogène à la binoculaire)	8,6x8,6	11.193	ronde	
LFG 08	teintée	années 2000	LFG Paris	gris foncé	non homogène	6,8x9,1	8.378	ovale	
FTG 09	nat	2011	Sté Perlève	orangé clair	homogène	4,5x9,1	3.620	goutte	
FTG 10	nat	2011	CRG Nantes/ Tucson	orangé clair	homogène	5x5,9	3.366	quasi-ronde	
FTG 11	nat	2011	GRG Nantes/ Tucson	gris moyen couleur secondaire rose violacé	non homogène	5x5,2	3.125	quasi-ronde	
FTG 12	nat	2011	Sté Perlève	gris moyen couleur secondaire : rose violacé (+pourpre-vert)	non homogène	6,1x8,1	5.693	ovale	
FTG 13	nat	2001	Sté Perlève	rose couleur secondaire : pourpre clair	non homogène	10,54 x 10,84	12.324	baroque	
FTG 14	teintée	2001	Univ Nantes/ Genot grossiste	rose pourpre vif	non homogène	1,9x2	0.324	baroque	

FTG 15	teintée	2011	Sté Perlève	pourpre	non homogène	4,4x6,2	2.251	baroque	
FTG 16	teintée	2001	Univ Nantes/ Genot grossiste	rose clair	homogène	2,5x4,2	1.022	baroque	
FTG 17	Non définie : nat ou teintée ?	2011	Sté Jacob Grossiste bijoux	gris moyen mat	homogène	9x9,2	5.885	quasi-ronde	
FTG 18	nat	2011	CRG Nantes/ Tucson	gris clair	homogène	7x7,7	3.063	quasi-ronde	
FTG 19	Non définie : nat ou teintée ?	2011	Sté Perlève	gris clair	homogène	9,1x10,2	6.681	ovale	
FTG 20	teintée	2011	Sté Perlève	gris moyen	homogène couleurs secondaires nombreuses irrigations (pourpre-vert)	8x10,43	8.163	baroque	
FTG 21	nat	2011	CRG Nantes/ Tucson	blanc	homogène	7,5x7,6	3.346	quasi-ronde	

Tableau 2 : Caractéristiques physiques des échantillons :

Description des échantillons étudiés:

(En tableau 2 : photographies réalisées avec un appareil canon EOS 550, en mode macro ; Objectif : 18-55 mm; perles à une distance moyenne de 11cm de l'objectif).

METHODES :

Les 21 échantillons ont été observés préalablement à l'œil pour décrire leur couleur.

Techniques de base pour une observation de gemmologie classique, ceci permettait d'appréhender les échantillons d'un point de vue visuel.

Nous avons eu recours à la loupe ou la binoculaire pour observer quelques détails (de surface, ou autour du trou de perçage), sans que cela ait été général à tous les échantillons. Nous ne nous sommes pas attardés à une description fine des détails de surface avec la binoculaire, l'objet de l'étude étant de dépasser le diagnostic visuel et de trouver d'autres caractéristiques pouvant aider à qualifier l'origine de la couleur des perles d'eau douce de Chine.

Il nous était utile de répertorier les réactions en luminescence des échantillons afin d'établir des concordances entre échantillons de couleur naturelle ou de couleur traitée.

Les échantillons ont été testés en luminescence aux UV longs (365 nm) et aux UV courts (254 nm), sous une lampe UV VL-6.LC 12 watts, à l'IMN Université de Nantes.

Il était ensuite nécessaire d'utiliser une autre méthode afin de relever des informations sur les causes des couleurs de nos perles. La spectrométrie Ultraviolet-visible-Proche Infrarouge (Uv-Vis-PIR) est la méthode de laboratoire désignée pour relever les détails de l'absorption de la lumière qui est la cause de la couleur. Ce matériel a été utilisé afin d'identifier les caractéristiques d'absorptions associées aux couleurs de nos 21 échantillons.

Nous avons utilisé la spectrométrie en réflectance diffuse sur un spectromètre d'absorption UV-Vis-PIR, modèle Perkin Elmer lambda 1050-150 mm-InGaAs Int. Sphere. Le spectromètre en UV-Vis-PIR fonctionne avec deux lampes : une pour les UV au deutérium, une autre pour le Vis-PIR qui est une lampe à filament en tungstène.

Les mesures ont été effectuées:

-entre 250 nm et 800 nm.

-vitesse de scan (scan rate) : 110.11 nm/mn (calculé par le logiciel)

-Pas d'échantillonnage : Intervalle (data sampling interval) : 1 nm

-largeur de la bande passante (spectral bandwidth) : (slits PMT) : 4 nm

(L'intervalle entre les mesures=data sampling interval : tous les 1 nm ; et, la largeur de la bande passante : de 4 nm, permettent d'avoir des graphes de résolution moyenne)

- le changement de lampe se fait à 319.20 nm. L'artefact qui lui est lié est décelé sur les spectres à 319 nm. Pour une lecture plus fluide des spectres, ceux-ci ont été, pour la majorité d'entre eux, corrigés, afin de diminuer l'effet de cette anomalie dans l'enregistrement des spectres.

-les mesures sont exprimées en pourcentage de réflectance. L'ingénieur chargé du *Perkin Elmer In Ga As Int Sphere* nous a proposé d'installer des optiques afin de focaliser le faisceau et que celui-ci touche uniquement la surface des perles (ceci pour remédier au fait que, sur les premières mesures une grande partie du faisceau lumineux n'était pas focalisé sur l'échantillon). Le choix s'est fait sur : un iris, et, deux lentilles convergentes.

On peut noter que tous les composants optiques sont censés introduire une polarisation additionnelle. Cette ou ces polarisation(s) peut/peuvent être présente(s) sous forme de pics dits « artefacts » dans les spectres. Nous pensons que le décrochement observable sur la plupart de nos spectres à 380 nm constitue un second artefact. Toutefois nous n'avons pu vérifier que cet artefact soit l'emprunte des optiques installées.

D'autre part, pour positionner correctement la perle à la sortie de la chambre noire (ou « sphère ») dans l'alignement du faisceau et en s'assurant que cet espace reste hermétique, nous avions le choix entre plusieurs « réducteurs » de diamètre différents. Finalement, nous avons choisi de travailler

avec un réducteur de même diamètre pour tous les échantillons, et de pratiquer un alignement sur chaque échantillon avant prise de spectre.
Cette installation a permis que le signal recueilli provienne uniquement de la réflexion de la perle.
(Un mode d'emploi « personnalisé » a été placé en fin des annexes).



Figure 5 : vue du matériel dans son ensemble.
Spectromètre d'absorption UV-Vis-PIR,
modèle Perkin Elmer Lambda 1050.
Institut des Matériaux, Université de Nantes.

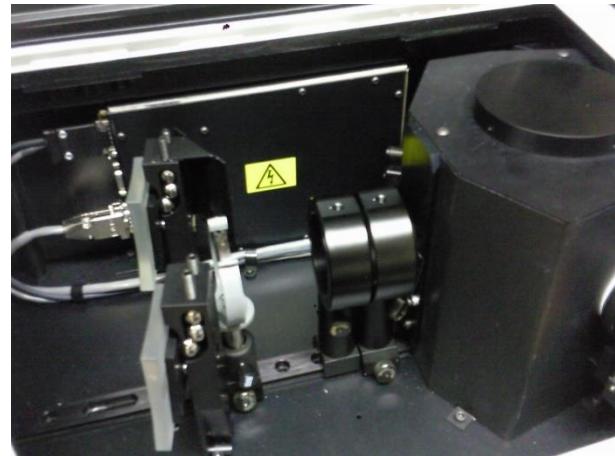


Figure 6 : vue du compartiment intérieur :
placement de deux optiques sur la trajectoire
du faisceau lumineux ; à droite : la « sphère ».

RESULTATS

I) OBSERVATION DE CERTAINS ECHANTILLONS A LA BINOCULAIRE :

Nous nous sommes penchés à nouveau sur l'observation en gemmologie classique de deux des échantillons.

Tout d'abord, l'échantillon FTG11. L'observation à la loupe (grossissement x 10) n'a pas été satisfaisante. Reprise à la binoculaire (grossissement x 20), elle n'a pas permis d'avoir de certitude. Dans un premier temps, par le trou de perçage de la perle nous avons aperçu une ligne sombre qui aurait pu être : un cerne de teinture, une couche de conchyoline, suite à une reprise de croissance ? Les couches de nacre observées autour de l'un des trous de perçage de FTG11 ont mis le doute quant à sa qualification de couleur naturelle. En effet, une couleur, sans qu'elle soit fortement visible, aurait pu être appliquée : cet échantillon pourrait avoir été teinté, ne serait-ce que légèrement.

Pour le FTG12: l'observation de l'échantillon à la loupe (grossissement x 10) ainsi qu'à la binoculaire (x20), laisse apparaître une nacre avec des nuances de couleurs, une transparence qui apparaît comme naturelle. Pas de traces suspectes à la surface de la perle ou autour du trou de perçage. Par contre, même observation que pour l'échantillon FTG11 : un cerne sombre est aperçu par le trou de perçage à « quelques couches » de nacre sous la surface. Notons que nous ne nous sommes pas procurés ces deux échantillons chez le même fournisseur : ils ont été achetés, l'un à Tucson, février 2011 (FTG11), l'autre en décembre 2011 à Paris, Sté Perlève (voir tableau 1 des échantillons).

Nous avons demandé une observation de cette ligne sombre par radiographie en trois dimensions au LFG (Laboratoire Français de gemmologie).

L'analyse faite sur un équipement Desktom X-Ray micrographie-tomographie (co-développé par le LFG et R.X Solutions-Chavanol-France) décèle une couche très régulière à l'intérieur des perles FTG11 (figure 7a) et FTG12 (figure 7b).

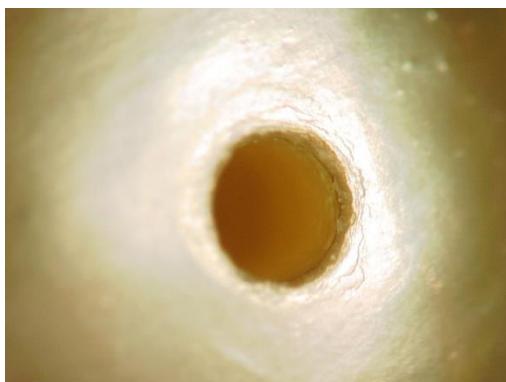


Figure 7a: FTG11 : trace sombre visible par le trou de perçage. (x130)

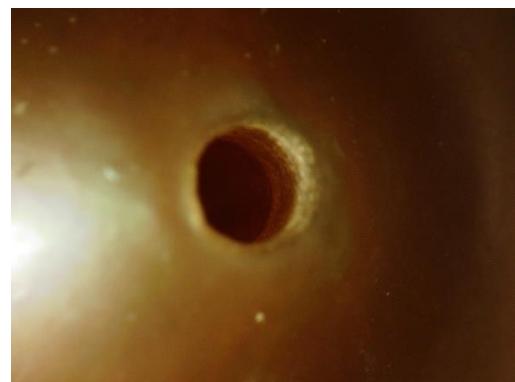


Figure 7b : FTG12 : zone sombre assez épaisse visible par le trou de perçage. (x85)

Nous pourrions donc avancer la déduction qu'il y aurait eu reprise de la croissance sur l'une comme sur l'autre de ces deux perles. Une reprise possible de croissance suppose un dépôt de conchyoline qui pourrait expliquer la présence de ce cerne de couleur foncée.

II) REACTION AUX UV DES ECHANTILLONS :

La fluorescence (luminescence) observée sous les UV (figures 8b, 8c) des échantillons référencés dans le tableau 3 (en page 20) montre que celle-ci est assez forte, surtout aux UV longs, que les échantillons soient de couleur naturelle ou non. Elle est plus faible aux UV courts.

Les couleurs de luminescence les plus courantes sont : blanc-bleu (couleur dominante aux UVL) à une couleur généralement plus laiteuse aux UVC, dont bleu-laiteux.

Ainsi, on observe que :

-Les perles de couleurs claires (naturelles ou traitées) ou les perles qui ne présentent pas sur l'ensemble de leur surface de pigments trop sombres, montrent une émission forte. C'est le cas des 14 échantillons suivants: FTG01, FTG02, FTG03, FTG09, FTG10, FTG11, FTG12, FTG13, FTG14, FTG16, FTG18, FTG19, FTG20 et FTG21 (hors photographie).

- les luminescences les plus faibles concernent des échantillons de couleur physique sombres ou foncés (et, dans tous ces cas, il s'agit d'échantillons traités): LFG04, FTG05, LFG06, FTG07, LFG08, FTG15, FTG17.



Figure 8a : photographie en lumière du jour

Figures 8a, 8b, 8c : photographies de 20 échantillons sur 21.

Disposition des échantillons sur 5 rangs de : en haut à gauche à en bas à droite.

FTG01, FTG02, FTG03, LFG04, FTG05, LFG06,
FTG07, LFG08,
FTG09, FTG10, FTG11, FTG12,
FTG13, FTG14, FTG15, FTG16,
FTG17, FTG18, FTG19, FTG20.
(FTG21 : hors photographie)



Figure 8b : photographie aux UVL

Photographie montrant la diversité des réactions, autant du point de vue de la couleur (blanc-bleu et autres couleurs) que de l'intensité de la réaction.

(Appareil photo Canon EOS 550D ; focale : 10 (mm) ; Iso : 200 ASA ; temps de pose : 5 sec.)

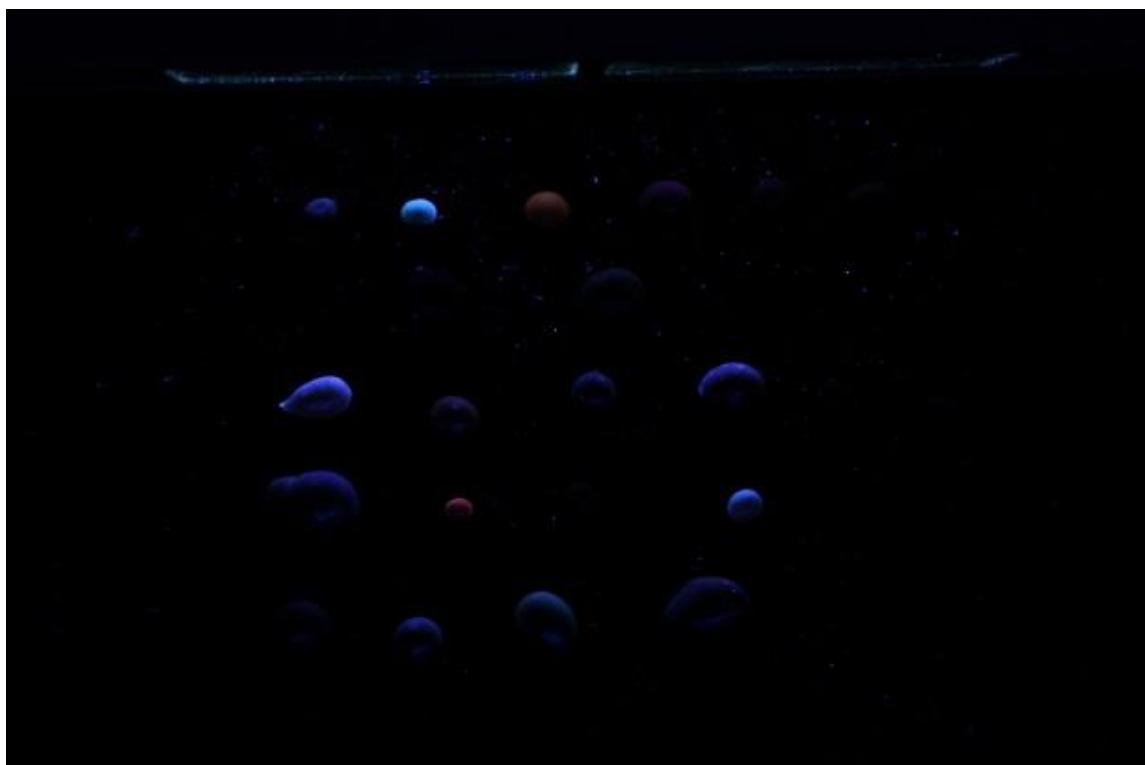


Figure 8c : photographie aux UVC

Photographie des mêmes 20 échantillons aux UVC, montrant l'atténuation des réactions : émissions typiquement plus faibles qu'aux UV longs.

(Appareil photo Canon EOS 550D ; Focale non précisée ; Iso : 200 ASA ; temps de pose : 2 sec.)

N° Echantillon	Couleur	UVL Intensité couleur	UVC Intensité couleur	Distribution de la couleur aux UV
FTG 01	bleu profond	fort blanc bleu	moyen bleu laiteux	non homogène
FTG 02	bleu ciel	très fort blanc	fort bleu laiteux	homogène
FTG 03	jaune doré	très fort jaune	fort jaune orange	homogène
LFG 04	gris (coul. Sec : vert, rose)	faible pourpre /orange	faible orangé laiteux	homogène
FTG 05	jaune foncé	faible orangé	faible orangé laiteux	homogène
LFG 06	rouge/brun	faible brun	faible orangé laiteux	homogène
FTG 07	gris foncé (coul. sec : bleu-vert)	très faible pourpre sombre	Inerte pourpre sombre	homogène
LFG 08	gris foncé	très faible brun/stries jaune faible	très faible jaune	homogène
FTG 09	orangé clair	fort & pointe de la perle très forte bleu	fort bleu-blanc laiteux	non homogène tacheté blanc
FTG 10	orangé clair	fort jaune orangé / blanc	moyen laiteux	homogène
FTG 11	gris moyen -rose violacé	moyen blanc-gris	moyen laiteux	homogène
FTG 12	gris moyen -rose violacé	fort bleu	moyen bleu laiteux	non homogène tacheté
FTG 13	rose -pourpre clair	fort blanc-bleu-jaune	moyen bleu laiteux	non homogène cerclage : blanc
FTG 14	rose pourpre vif	intense rose	intense orange	non homogène
FTG 15	pourpre	faible laiteux (sur coupe : blanc-bleu intense)	inerte sombre (sur coupe : non pris)	non homogène
FTG 16	rose clair	intense bleu	fort bleu laiteux	homogène
FTG 17	gris moyen mat	très faible blanc	Inerte bleu laiteux	homogène
FTG 18	gris clair	fort bleu	moyen bleu laiteux	non homogène
FTG 19	gris clair	fort vert laiteux	moyen vert laiteux	homogène
FTG 20	gris moyen (irisations)	fort bleu	moyen bleu laiteux	non homogène
FTG 21	blanc	fort bleu-blanc	fort bleu laiteux	homogène

Tableau 3 : Réactions des échantillons aux UVL et UVC
(En caractères gras : les échantillons dont les fluorescences sont les plus vives).

III) ANALYSES DE SPECTROSCOPIE EN REFLECTANCE :

Le point de départ de notre étude a été de relever à quelles longueurs d'ondes nous observions des pics ou bandes d'absorption dans chacun de nos échantillons.

Nous avons décelé plusieurs caractéristiques spectroscopiques communes à l'ensemble des spectres. Ceci, quelle que soit la couleur de surface des perles.

Ces caractéristiques sont ainsi relevées dans la figure 9 qui suit, pour exemple.

-une absorption à 498 ou 499 nm,

-une absorption à 599 ou 600 nm, généralisée (*échantillons teintés et non teintés*) : FTG01-FTG03-FTG05-FTG06-FTG07-FTG08-FTG11-FTG12-FTG14-FTG16-FTG17-FTG18-FTG19-FTG20 à 600nm et FTG02-LFG04-FTG09-FTG10-FTG13 (à 598 nm) ; FTG19 et FTG21 à 599 nm. Il n'y a que pour FTG15 qu'elle se situe plutôt à 596 nm.

-une bande d'absorption à 280 nm où l'on peut voir une baisse significative de la réflectance diffuse, générale à tous les échantillons à 280 nm et/ou à des valeurs proches.

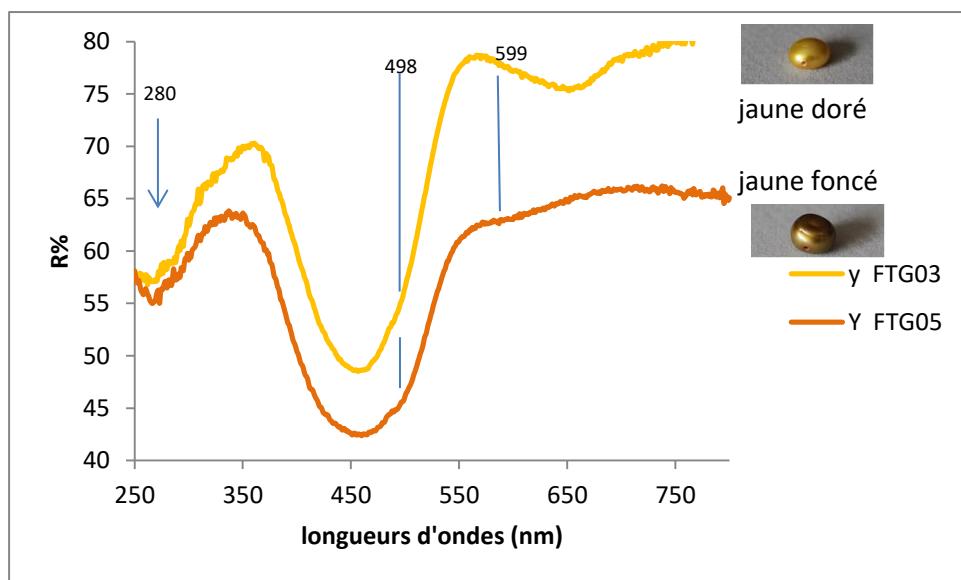


Figure 9 : pics ou bandes d'absorptions relevés dans tous les échantillons de l'étude.

Pour ces deux échantillons, les spectres correspondent à leur couleur physique. Une large bande d'absorption, dès 350 nanomètres pour FTG05 et dès 390 nm pour FTG03, jusque 550 nm, couvre l'indigo-bleu-vert. Pour cet échantillon FTG03, l'absorption intense (R%) couplée à une bande de transmission majeure essentiellement dans le jaune (entre 565 et 600 nm) justifie la couleur physique observée (qui est un jaune franc, jaune « doré vif »). De son côté FTG05 montre une transmission légère mais progressive dès 550 nm (vert), puis dans le jaune-orangé-rouge, témoignant d'un ton plus foncé.

En ce qui concerne les signaux à 498-499 nm et 599-600 nm, certains échantillons montrent un pic d'absorption plus marqué que d'autres. Hormis cette différence d'intensité de l'absorption, nous n'avons pas - à ce jour - d'explication sur la nature de cette absorption. Il pourrait s'agir d'artefacts. N'ayant pas de précisions à apporter, nous en ferons abstraction dans l'interprétation des spectres.

La bande d'absorption vers 280 nm, commune à tous les échantillons, présente des variations. Malgré qu'elle se situe hors du domaine du visible et de ce fait en dehors du domaine de la couleur observable à l'œil, cette caractéristique nous a paru intrigante. Nous allons approfondir cette observation pour chacun des échantillons.

L'ensemble des pics les plus notables relevés sur les 21 échantillons a été compilé dans le tableau 4.

Tableau 4

N° d'éch	naturelle/ teintée	Couleur	Abs UV (nm)	autres absorptions (nm)																
															498		511	515	520	
FTG01	teintée	bleu profond	280; 290													498		511	515	520
FTG02	teintée	bleu ciel	280				418		431							499		511		520
FTG03	teintée	jaune doré	272-280		407		418	420			452	456			489	498	501			
LFG04	teintée	gris; couleur sec ^{d'aïre} : vert rose	280; 377-379	403	407	412	416			452	455-456			489	498	501	512		520	
FTG05	teintée	jaune foncé	269; 273; 280-285; 378; 382; 385; 391	403	407	412		420	433	451	456			489	498		511	516	520 538	
LFG06	teintée	rouge-brun	268; 284-285; 389	403		412	418	421	433	451	456	461		490	498		512		520 538	
FTG07	teintée	Gris foncé; coul. secondaire : bleu-vert foncé	268-304	404					433	438			465			498	502	511		519 533
LFG08	teintée	gris foncé	268-280-294	404		412	418		433	439			460		485;488	498	501	511		519 533
FTG09	naturelle	orangé clair	280			411			433		455	468	476			499	506			520
FTG10	naturelle	orangé clair	280			413			433		455	468	478			498	506			520
FTG11	naturelle	gris moyen rose violacé	280	403					434	451						499			516	534
FTG12	naturelle	gris moyen rose violacé	280	404					433	451						498			516	533
FTG13	naturelle	rose pourpre clair	280				418		436				460			498				519
FTG14	teintée	rose pourpre vif	280				415	422								499			515	536
FTG15	teintée	pourpre	280	404			416	424	433							498			515	520 533
FTG16	teintée	rose clair	280			412	416	421;424					475			498		511	515	520 534
FTG17	teintée ? à déterm	gris moyen mat	280	404					430		456	464				498	502	509	-516	-519
FTG18	naturelle	gris clair	284	404		411								478		498		511	516	
FTG19	naturelle ? à déterm	gris clair; couleur sec ^{d'aïre} : vert	280	404	408	413		421	433				466			499	502	511		519
FTG20	teintée	gris moyen	268; 273; 276; 280-284; 386; 391	404		413		421	433			465	474			498	503	511	516	
FTG21	naturelle	blanc	280-290			412		420								498		510		520

autres absorptions (nm)																				
	572		597	600	608			665	670;674										FTG01	
	570		593	599		642		665	670-675			698	702					745	758	FTG02
				600			655	665	671-674		678			717	721-722				FTG03	
		587	593-597	599			655	665	670;674		681				711-714-717	721-722	737			LFG04
				600			655	665	670		680			717					FTG05	
556	570	587		600			655	665			680			717	722	737			LFG06	
	570			600	-608	620		650	665					704					FTG07	
	570			600		618		650	664					701-704					LFG08	
	570			599					671							739	745		FTG09	
	570			599					671							739	743-745		FTG10	
555	570			600		621			674			698			722					FTG11
555-565	570			600		621			674					714	722				FTG12	
554	570-572		593	598				667	670-671			697	701-704		720-721	739				FTG13
555-564	571-572		592-593	600		645														FTG14
555-565	570		592-596	-	608	620														FTG15
554	570;572		592	600	608			665	674		684		698	701	714	720	742	745	758	FTG16
558	570			599-600	608	621		665	674	677	684	690		701-704			740			FTG17
558;561	570		593	600	608	621			674			690	698	701-704			740			FTG18
561	570			599	609	621		665-668	674	677		691		701			740			FTG19
558;561	570			599-600	608	620						698	704	714	721	739-740				FTG20
555;561	570			599	608	621		665	671		692			714	721	739-740	745	758	FTG21	

Tableau 4 : Absorptions perles de culture d'eau douce de Chine

Nous pouvons ajouter que les relevés d'absorption de notre tableau 4 ont été croisés (sur un nombre partiel d'échantillons) avec l'étude de Karampelas « Roles of polyenes in the coloration of cultured pearls, table 3 », 2009. Nous avons relevé les absorptions sur les mêmes longueurs d'ondes dans le domaine du visible. A ce jour, la comparaison (avec valeurs nanométriques des échantillons FTG notés en gras dans le tableau 4) a été faite sur quelques échantillons:

- SK58-59-83 : à : 430/432/433 ; 455/458 ; 477/478 ; 497/498/500 ; 518/520 ; 670 ; 740 ; et FTG09-10 (couleur naturelle) : 433 ; 455 ; 478 ; 498/499 ; 520 ; 671 ; 739.
- SK60-61-86 : 405 ; 430/432/435 ; 453/457/458 ; 477/478/480 ; 517/518/520 ; 535/537 ; 555 ; 570/572/572 ; 625 ; 670 ; et FTG11-12-13-14 (couleur naturelle et teintée) : 403/404 ; 433/434/436 ; 451/460 ; 515/516/519 ; 533/534/536 ; 554/555 ; 621 ; 670/671/674.
- SK84-85-87-88-117: 405/408 ; 430/432/433/434/435 ; 514/515/517/518 ; 535/537/538/540 ; 553/555/558 ; 565/568 ; 570/575 ; 595 ; 625 ; et FTG15 (couleur teintée) : 404 ; 433 ; 515/520 ; 533 ; 555 ; 565 ; 570 ; 592 ; 620.

Ces relevés mettent en évidence la présence de certains pigments (ou, la combinaison de certains pigments) dans la genèse des couleurs.

A) DES PICS D'ABSORPTION, DES PIGMENTS, DES COULEURS :

Le premier volet de cette étude se concentre sur la transcription de la couleur dans le spectre du visible. Quant à l'expression de la couleur, elle est dépendante des absorptions révélant la présence de pigments.

A-1) Cohérence entre couleur spectrale et couleur apparente : combinaisons de pigments et couleur physique de la perle:

LFG04, FTG05, LFG06 (perles de couleurs foncées), auxquelles on peut ajouter FTG03, présentent de larges bandes d'absorptions dès 390 nm jusque vers 530 nm, avec des maximums d'absorptions à 452 nm et à 456 nm (figure 10). Ces bandes d'absorptions couvrent les zones des UV au vert, laissant s'exprimer les tons vert et rosé (LFG04) ; des tons plus jaune et jaune-orangé pour FTG03 et FTG05. FTG03, LFG04 et FTG05 montrent un épaulement (transmission) dans la zone du vert/vert-jaune et l'on remarque qu'il est plus particulièrement marqué pour LFG04. L'échantillon LFG06 a une absorption centrale du spectre encore plus large avec une émission qui s'exprime à partir de la région des 680 nm (perle foncée ; tons rouge-bruns).

Ces 4 échantillons, tous teintés, ont des niveaux de réflectances qui sont cohérents avec leurs couleurs physiques. Pour exemple, citons à nouveau LFG04, qui est gris avec des couleurs secondaires : vert et irisations rosées.

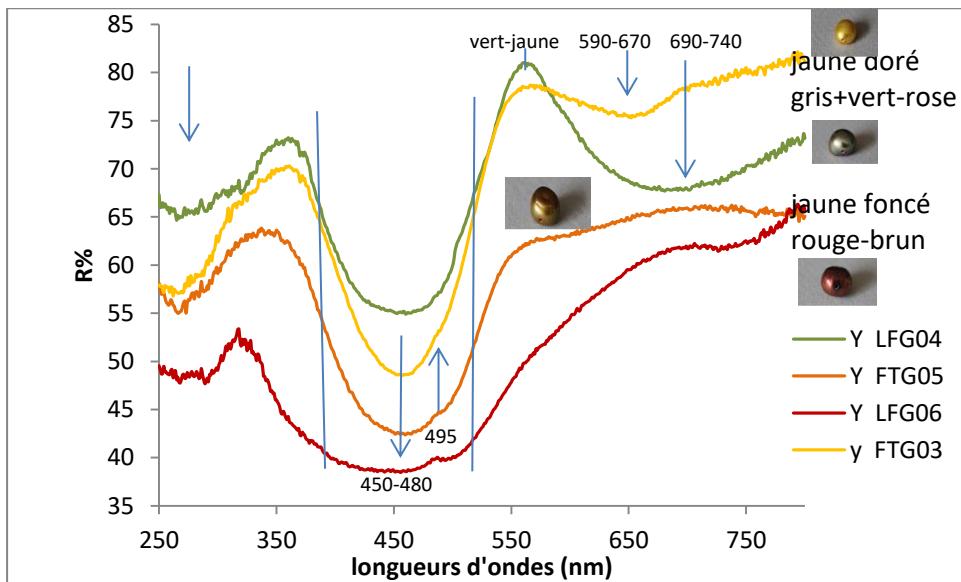


Figure 10 : Spectres avec chute de la réflectance dans les U.V. Absorption commune et marquée dans la zone des 390 nm à 530 nm (violet-bleu-vert). Transmission pour ces 4 courbes sur les longueurs d'ondes de valeurs proches de 495 nm, puis transmission générale après 533 nm.

Les pics d'absorptions (ou/et bandes d'absorptions) et les transmissions, selon qu'ils sont communs ou qu'ils diffèrent (d'un échantillon à l'autre), se traduisent par des couleurs différentes en terme de couleur dans la masse. Ceux-ci peuvent aussi influencer une différence de ton, de saturation de la couleur (exemple : FTG03 et FTG05 en figure 10).

Le panel des résultats dépend des pigments ajoutés lors des opérations de teintures et couvrant les pigments des teintes naturelles initiales (non connues).

Pour poursuivre le travail d'observation des relevés de pics d'absorption, en réflectance diffuse, parmi des perles de couleurs physiques proches, nous avons sélectionné d'autres échantillons.

Par exemple : observons les échantillons FTG09 et FTG10 (figure 11), deux perles de couleurs (naturelles) très proches, dites « orangé clair ». Nous pouvons constater que les principaux pics d'absorption relevés sont communs (tableau 4, pp.22-23). Parmi ceux-ci, les plus significatifs (une dizaine de pics ont été répertoriés) seraient : 455nm - 468nm - 476/478 nm - 505/506 nm - 520 nm - 671 nm - 739nm - 743-745 nm.

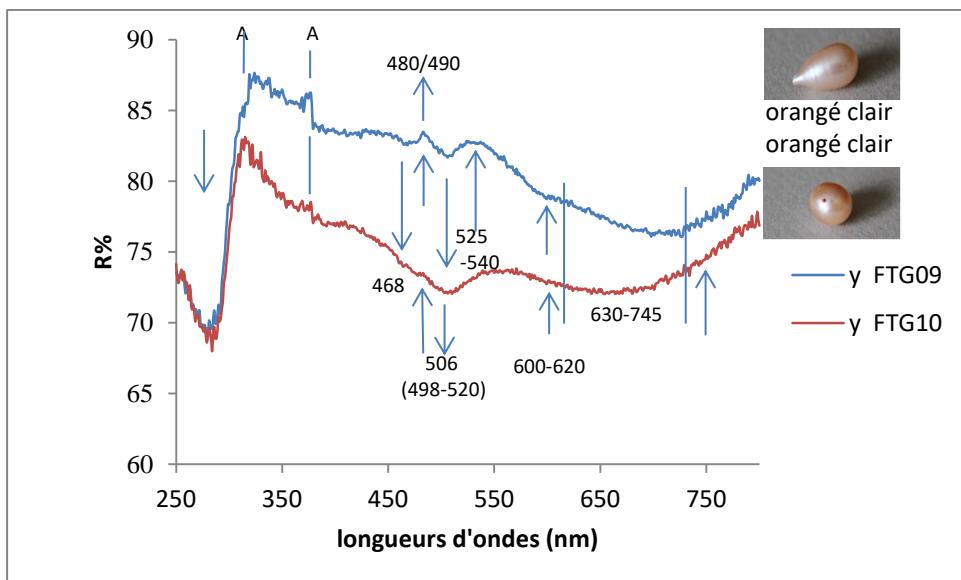


Figure 11: mise en évidence de la présence de pigments similaires par des absorptions communes et une couleur physique apparente proche.

Absorptions notables : à 468, de 498 à 520 (avec un maximum en 506), puis, de 630 à 745 nm (garder en mémoire l'absorption dans la zone des 280 nm). Les émissions (se référer aux flèches dirigées vers le haut) : entre 480/490 nm, de 525 à 540 puis, entre 600 et 620 nm. Zone d'émission après 750 nm. A : pour artefact (à 320 nm et, 380 nm).

Par ailleurs, si l'on rapproche ces deux échantillons clairs, orangés, de l'échantillon FTG21, blanc, nous pouvons constater que parmi les pics les plus souvent relevés, un certain nombre d'entre eux sont en commun, malgré une couleur physique différente. Il y a jusque 6 pigments principaux et communs (sur les 9 pics les plus souvent marqués et hors à 498 nm et 599 nm) entre ces échantillons orangés clairs et l'échantillon blanc. On relève les pics (voir tableau 4, pp.22-23) : à 412/411/413-520-570-671-739-745 nanomètres.

Certains autres sont très distincts : FTG09 et FTG10 révèlent (en nm) : 433-455-505 ; FTG21 (figure 21 p.36) en révèle d'autres : 510-621-665.

La présence de certains pics d'absorption apparaissant sur le spectre révèlerait bien l'existence de certains pigments. Nous pourrions considérer que si la combinaison des pigments est sensiblement la même, la couleur physique exprimée sera (sensiblement) la même.

Effectivement, si l'on se réfère à deux autres échantillons de l'étude, de couleur bleue, tous deux teintés, les absorptions relevées vont dans le sens d'une cohérence entre couleur physique et couleur spectrale (voir figure 12 : FTG01 et FTG02). Pour ces deux échantillons, l'absorption dans le jaune-orange-rouge s'accentue en intensité (%R) ; cette absorption relative permet de faire ressortir la transmission dans les bleus. Ainsi les bandes d'absorptions entre 570 et 670 nm seraient issues du/des pigment(s) bleu(s).

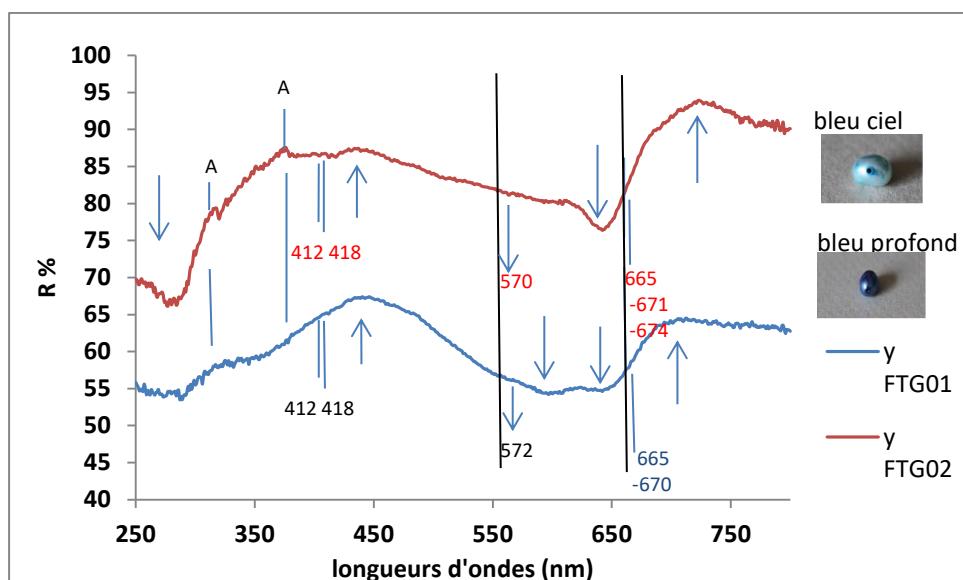


Figure 12: mise en évidence de la présence de pigments proches ou identiques par les absorptions et de la correspondance entre le spectre et la couleur apparente (couleur dans la masse) des échantillons FTG01 et FTG02 qui sont tous deux de couleur teintée, bleue.

Nous pouvons citer un autre exemple de cohérence entre la couleur physique (couleur dans la masse) et la couleur exprimée en réflectance diffuse : les échantillons teintés que sont FTG14 et FTG15 (pourpres - voir en figure 13), ou, FTG20 (voir en figure 14, p.27), délivrent des informations sur la couleur (à la lecture du spectre) qui correspondent à la perception de la couleur observée à l'œil.

Pour les deux échantillons concernés ici, l'absorption la plus importante en valeur comme en intensité se trouve dans le vert et jaune, quoique décalées l'une par rapport à l'autre

FTG 14 montre une plage d'absorption centrée sur le vert de 498 à 593 nm, ainsi que des zones d'émissions, qui favorisent l'expression de la couleur rose-pourpre. Comparée à FTG15, la couleur

de cette perle est plus claire (rose-pourpre vif) ; son spectre est plus intense en réflectance que FTG15.

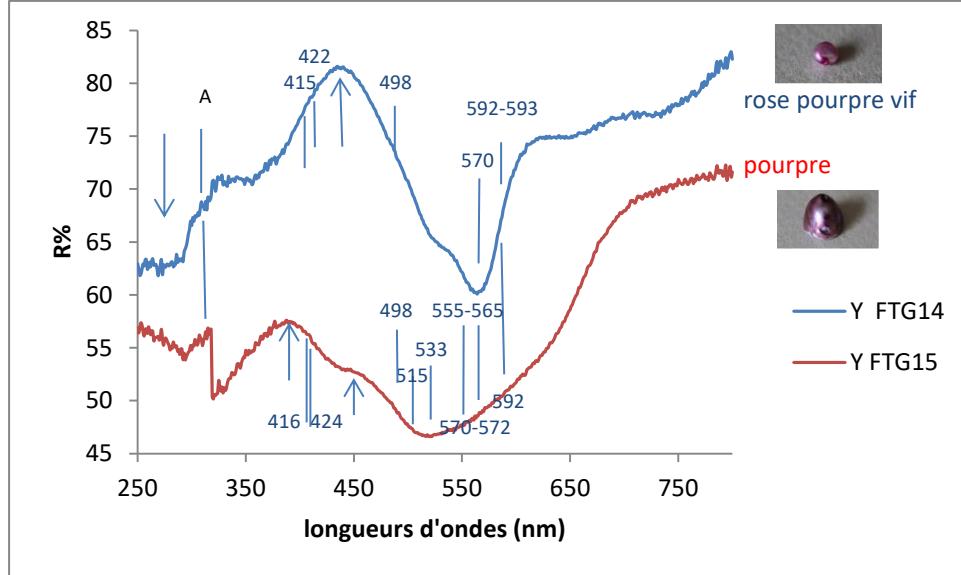


Figure 13: observation de spectres en réflectance diffuse et correspondance avec la couleur physique (ou « apparente ») de ces deux échantillons rose pourpre vif pour l'un (FTG14) et, pourpre pour l'autre (FTG15).

Pour FTG15, c'est entre 420 et 620 nm que l'on observe une plage d'absorption importante : absorption la plus intense (en R%) dans le vert-jaune-orangé (max. vers 520 nm) ; l'absorption dans le vert-jaune en particulier (498-571 nm à 592 nm) peut expliquer la couleur rose pourpre de cet échantillon. Les émissions étant détectées dans les UV ainsi qu'au-delà de 650 nm dans les rouges, ceci explique sa couleur pourpre plus sombre : pourpre violacé.

C'est un ensemble de pics d'absorption qui serait ainsi nécessaire pour l'expression d'une couleur. Les valeurs des pics d'absorption relevées, soit identiques, soit proches, pourraient démontrer qu'un ensemble de pigments est en présence. Une combinaison de pics d'absorption produirait une couleur donnée.

Quant à d'autres échantillons, l'on observe une couleur « dans la masse » à laquelle s'ajoute une « couleur secondaire ». Les échantillons suivants, FTG12 FTG20, présentent cette particularité.

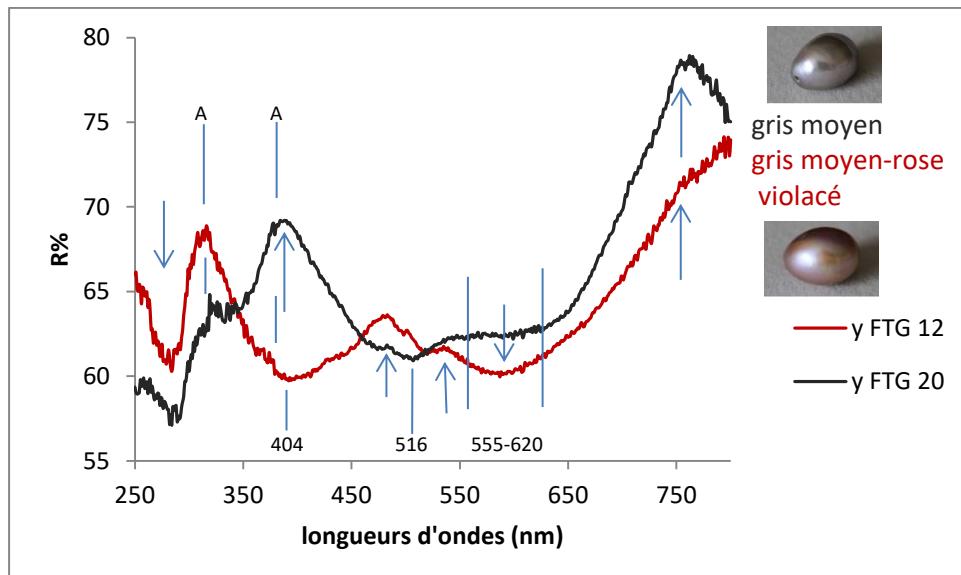


Figure 14 : comparaison entre spectres (couleurs spectrales) et couleurs physiques apparentes de deux échantillons dont la couleur dans la masse est proche, et, dont les couleurs secondaires ont une

incidence sur le spectre (FTG12 : rose violacé ; FTG20 : pourpre-vert), que les échantillons soient teintés ou de couleurs naturelles.

Ces deux échantillons ont des spectres de réflectance moyenne qui correspondent à leur couleur gris moyen.

Chacun d'entre eux a des couleurs secondaires qui orientent l'expression de leur spectre sur des longueurs d'ondes différentes.

Leurs principales absorptions communes sont : 433-516-555/565-570-620-714-721 nm, tandis que, les absorptions de FTG20 distinctes de FTG12 sont situés à : 413-421-465-474-503-511-608-698-704-739/740 nm. On observe que celui de FTG20 est décalé vers le rouge. L'absorption principale sur FTG20 se remarque comme étant quasi continue dans le visible du violet jusqu'au rouge, avec absorption centrale dans le vert et jaune qui peut favoriser l'expression d'une couleur tendant vers le pourpre. Les transmissions (dès 393 nm jusque 430 ; dans zone de 490 nm ; entre 530 et 550 nm ; après 710 nm) peuvent être la conséquence de pigments intervenant dans la couleur de la perle en faveur de tons pourpre-vert. Pour mémoire : FTG20 a pour couleurs secondaires : du pourpre et du vert.

FTG 12 : couleur : rose-violacé. Cet échantillon a une première absorption assez marquée dans les UV-vis entre 390 et 460 nm, dans les violets ; une seconde entre 555/565 et 620 nm (vert-jaune-orangé) qui peut donner du rosé. Par ailleurs, les transmissions dans les bleus et proche-I-R ont pour conséquence de faire exprimer une couleur rose-violacée.

L'échantillon FTG12 est globalement cohérent, quoique la transmission vers 460/480 nm et 550 nm surprenne (nous reviendrons sur le cas de l'échantillon FTG12 dans le paragraphe A-2, suivant). Pour l'échantillon gris FTG20 à couleurs secondaires (pourpre-vert), il y a cohérence entre couleurs physiques apparentes et couleurs spectrales.

A l'observation de ces échantillons, ici aussi nous pourrions considérer que les pics d'absorption dans le visible expriment la présence de certains pigments, et que, selon leur combinaison, ceux-ci donnent une couleur semblable.

Ce sont les pics d'absorption supplémentaires qui traduiront, la présence, d'autres pigments et qui feront la variété des couleurs physiques : couleurs dans la masse, présence de couleurs secondaires. La couleur physique dépendrait bien de la combinaison de ces pigments, que les échantillons soient, semble-t-il, de couleur naturelle ou de couleur teintée artificiellement.

A-2) Réflectance diffuse et lecture de « couleurs » non décelées à l'œil :

Parmi nos échantillons, l'observation a révélé des couleurs spectrales dont la couleur physique ne laissait pas présager.

Pour cette perle FTG11, une large absorption « centrale » est observée entre 420 nm à 704 nm environ (absorption continue du bleu au rouge). C'est l'absorption la plus étendue et la plus importante en intensité. La zone d'absorption la plus importante en termes de niveau de réflectance, se situe dans le vert-jaune (entre 510 et 570 nm, avec maxi à 520 nm), ce qui oriente la couleur vers le rose. Cette dernière absorption est de plus renforcée par une transmission dans les rouges, au-delà de 700 nm (710 à 795 nm). Une autre transmission s'exprime, en considérant le domaine du visible : entre 390 nm et 450 nm environ (zone des violets).

Nous mettons ensuite FTG12 en correspondance avec l'échantillon FTG11 (figure 15). Assez proches en termes de couleur physique, les bandes de transmission observées sur FTG12 semblent effectivement générer une couleur moins grise à cette perle que dans l'échantillon FTG11.

Pour la perle FTG12, et malgré une allure générale du spectre en faveur d'une couleur grise, celui-ci présente des bandes de transmission plus inattendues dans la zone de 460 à 550 nm (voir figure 14a dans les annexes où l'échantillon FTG12 a été mesuré une seconde fois afin de s'assurer qu'il n'y ait pas d'erreur de mesures).

Ces transmissions pourraient permettre de comprendre que cette perle ait une couleur moins grise qu'attendu : voire, permettre ou renforcer la transmission d'une couleur gris-vert à jaune et celle d'une couleur rose-violacé.

Une couleur secondaire peut s'expliquer dans les absorptions du vert-jaune (pour la couleur rose) et la transmission dans le rouge à partir de 700 nm environ. La couleur rose-violacé est observable dans ces deux échantillons. Nous pouvons ajouter que des irisations rose et violacées sont visibles sur FTG12 lorsque l'on fait « filter » la perle (à la lumière du jour).

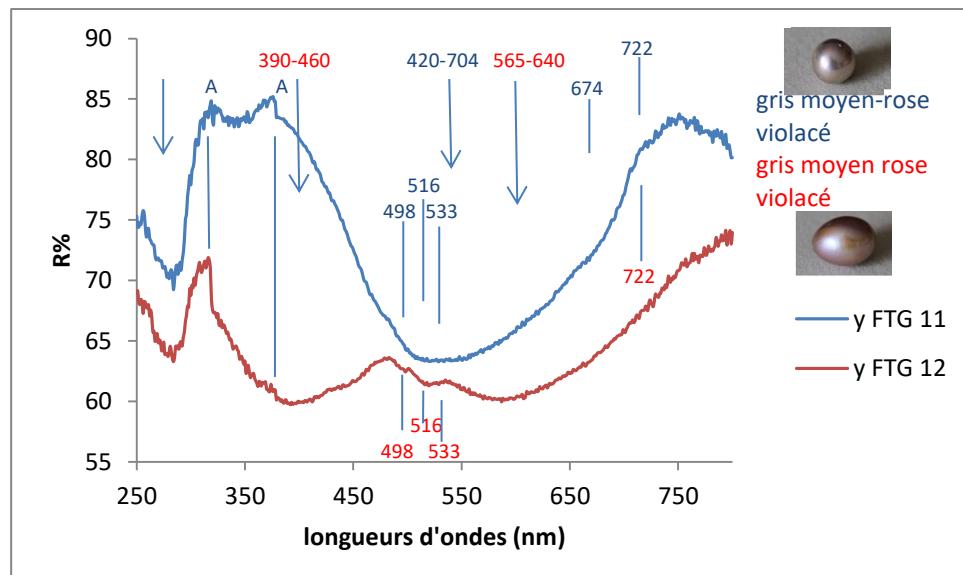


Figure 15 : étude des absorptions de FTG11 et FTG12 (échelle restreinte)

Quoique l'on relève des pics d'absorption sensiblement aux mêmes valeurs, leurs combinaisons donnent deux spectres d'allures différentes.

Il n'est pas exclu qu'il faille prendre en compte, en sus des couleurs secondaires, l'expression des couleurs d'interférences ou irisations à la surface de la perle.

Nous proposons maintenant les échantillons FTG13 et FTG16 (figure 16). Tous deux sont dans les tons rose clair :

FTG13 : rose pourpre clair (dit de couleur naturelle).

FTG16 : rose clair (dit de couleur teintée).

Au regard des spectres dans la zone « du visible » (c'est-à-dire dès 390 nm), les deux courbes sont très décalées l'une par rapport à l'autre.

D'une part, l'on observe un nombre d'absorptions communes (ou proches) : lire respectivement FTG13/FTG16 : 418/416 nm ; 519/520 nm ; 554/554 nm ; 570-572/570-572 nm ; 593/592 nm ; 667/665 nm ; 671/674 nm ; 697/698 nm ; 700/701 nm ; 720/720 nm ; 739/742 nm. Ces absorptions communes se retrouvent surtout dans les infra-rouges (après 700 nm). Ces deux perles ont, toutefois, une absorption dans la zone 554 nm à 572 nm (dans les verts) : absorptions qui peuvent concourir à générer la couleur rose.

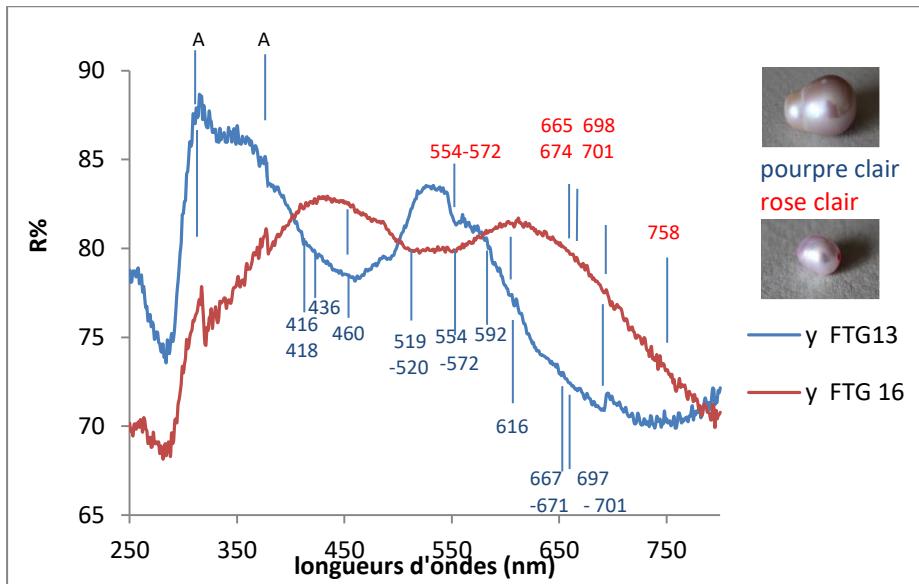


Figure 16: Comparaison entre spectres en réflectance diffuse et couleurs « apparentes » de deux perles roses : FTG13 (couleur naturelle), FTG16 (couleur traitée).

Cependant, les bandes d'absorption ne se placent pas toutes dans les mêmes zones du spectre. FTG13 (couleur naturelle) présente une couleur physique rose clair teintée de reflets pourpres/violacés. Cet échantillon a deux grandes bandes d'absorptions dans les zones de : 450 nm (violet-bleu) et après 593 nm (orange et rouge) : il pourrait donc être plutôt vert-jaune. *On peut se demander pourquoi cette émission dominante dans le vert entre 500 et 570 nm et ce qu'elle produit concrètement pour notre échantillon? A moins que l'absorption entre 554 et 572 suffise à générer la couleur rose ?*

FTG16 montre ses plus grandes plages d'absorption dans le vert-jaune entre 500 et 590 nm puis dans les rouges, au-delà de 670 nm. FTG16 a le profil d'une perle claire avec absorption large et principale vers 550 nm : en faveur de l'expression d'une couleur rose (c'est l'ajout d'un pigment rose qui provoque l'absorption dans cette zone). Pour la perle teintée, la couleur apparente serait due aux pigments présents en surface (« ajoutés » par traitement).

Le spectre de FTG16 avec une absorption large vers 520 à 555-570 nm correspond bien à ce que l'on attend.

Par contre le spectre de FTG13 interpelle car il ne correspond pas à la couleur perçue par l'œil humain : on y remarque la présence d'une bande d'émission notable entre 520 et 570 nm (transmission dans le vert) qui ne se soupçonnait pas à l'observation (à l'œil) de la couleur physique apparente.

Il démontre ainsi qu'il ne rend pas compte uniquement de l'apparence colorée de la perle, c'est-à-dire de sa couleur physique apparente.

Cette transmission non attendue dans cette zone du spectre de l'échantillon FTG13, nous a incités à reprendre les mesures pour infirmer ou confirmer le résultat de l'analyse, affiner les hypothèses (voir spectre de FTG13/FTG13' en figure 16a, page 51 des annexes). Nous pouvons noter qu'en lumière du jour, cette perle rose clair produit quelques irisations jaune-vert et violacées ; ce que ne produit pas l'échantillon FTG16.

Nous sommes, pour cet autre cas, aussi amenés à penser qu'il n'y aurait pas que les pigments qui interviendraient.

A-3) Réflexion moyenne et expression de la couleur grise:

Nous allons passer à l'étude de cas de l'échantillon FTG17. La simple observation à l'œil de la couleur de surface de cette perle grise, d'aspect très mat, pourrait laisser penser que cette perle ait subi un traitement. Cet échantillon n'étant pas caractérisé de façon certaine dans la sélection, nous exprimions une présomption de traitement.

Nous avons donc joint FTG17 à d'autres perles grises afin de faire ressortir des points communs ou divergents et de tenter de mieux les classer.

Il nous reste à noter quelques points à propos de l'échantillon FTG17.

Cette perle montre un niveau de réflectance moyen sans intensité notable, ni dans les absorptions, ni dans les transmissions (figure FTG17 ci-dessous), ce qui est cohérent avec sa couleur physique grise.

Il se trouve que l'on peut observer sur FTG17 et quelques autres échantillons, une absorption à 502 ou 503 nm. Elle peut être légère mais elle existe. Les autres échantillons concernés sont : LFG04, FTG07, LFG08, FTG19, FTG20, FTG03.

Ces échantillons sont tous gris : gris-moyen mat, gris foncé ou gris avec couleur secondaire, sauf le dernier cité (FTG03), qui est jaune doré. Par ailleurs, tous les échantillons cités sont des échantillons teintés.

Par contre, on ne note pas d'absorption spécifique dans ces longueurs d'ondes (501,502 ou 503 nm) pour des échantillons de couleur naturelle gris moyen-rose violacé (FTG11 ou FTG12 en figure 15, p.29), ni dans FTG18 (figure 17) couleur naturelle gris clair. Ci-dessous, sur la figure 17, ont été regroupées les perles de couleurs grises de couleurs dites « non naturelles » (FTG17, 19, 20). Une perle grise de couleur naturelle (FTG18) y a été jointe.

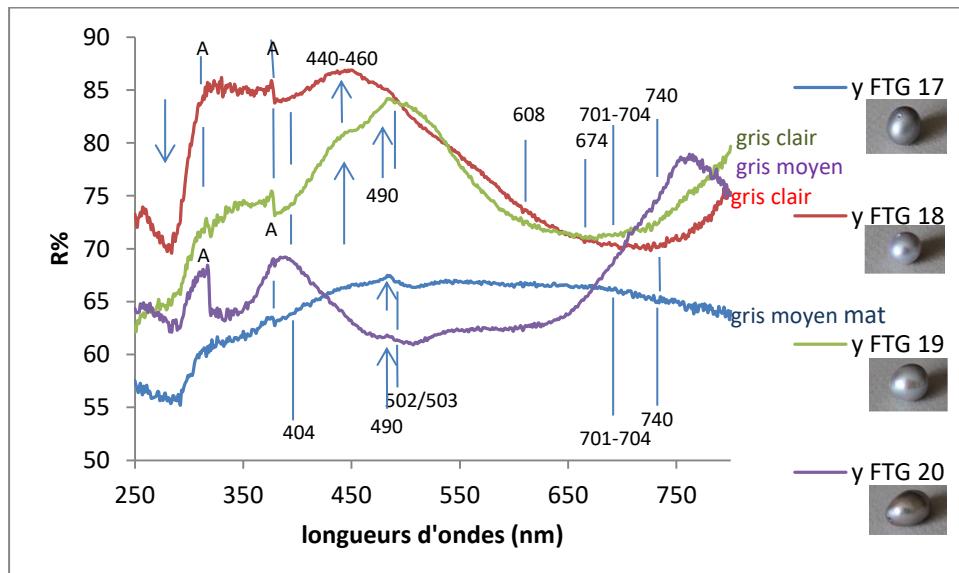


Figure 17 : comparaison entre les spectres de plusieurs perles de couleur physique (apparente) grise.

Dans le domaine du visible, on note :

-une absorption à 404 nm souvent présente dans les échantillons de couleur grise (se référer au tableau 4 ou figures citées ci-après : FTG11-FTG12 (respectivement à 406 et 404 nm (fig.15 p.29) ; FTG17-FTG18-FTG19-FTG20 (fig.17 ci-dessus) ; ainsi que LFG04 (fig.10 p.25) ; FTG07-LFG08 (fig.19). On remarque aussi cette absorption dans les échantillons de couleur orangée : FTG09 et FTG10 (fig.11 p.25).

-une faible absorption présente entre 500 et 519-520 nm (dans le vert), plus particulièrement sur les échantillons FTG17 et FTG20.

-quelques autres pics d'absorptions sont à noter (se réf. Tableau 4) : sur les deux courbes spectrales FTG18 et FTG19, à partir de 498 nm, les deux échantillons présentent un certain nombre de pics

d'absorptions communs. Détail : 498 nm-511 nm-516 nm pour FTG18 et 519 nm pour FTG19-561nm-570 nm- 608/609 nm-621 nm-668 à 674 nm-690/691 nm-701 nm.

-absorption à 501/502 nm : nous observons cette absorption sur 7 échantillons sur 21.

Cette absorption concerne les perles de couleur physique gris moyen mat (FTG17) - gris moyen (FTG20 en 502-503 nm) - gris foncé (LFG04-FTG07-LFG08) - gris avec couleur secondaire (FTG19) ainsi qu'une perle teintée de couleur jaune doré (FTG03). FTG03, LFG04, FTG07, LFG08 sont connues comme étant teintées ; FTG19 pourrait l'être (incertitude posée en début d'étude), et la FTG17 est déclarée « non définie », avec présomption de traitement.

Cette absorption n'apparaît pas sur l'échantillon de couleur physique gris clair, FTG18, qui présente une absorption continue dans cette partie du spectre (FTG18 est une perle dont la couleur est naturelle).

FTG17 a en commun des absorptions avec FTG18-19-20. Cependant on observe une réflectance moindre (à environ 65%R%) et les intensités des absorptions et transmissions sont atténuées sur l'ensemble du spectre. Les faibles absorptions observées expliquent la couleur grise de l'échantillon FTG17.

FTG20 n'est pas en dehors de la norme. Ses émissions dans les zones des 400 nm et avant 750 nm peuvent se justifier par sa couleur secondaire pourpre-vert (les irisations vertes par le léger épaulement vers 500-550 nm).

FTG18, bien décrite comme étant gris clair, présente cependant un spectre qui émet dans les violet-bleus (440-450). Son spectre pourrait bien (comme pour FTG13) révéler l'influence de couleurs secondaires. Effectivement si l'on observe à nouveau l'échantillon à l'œil et que l'on affine la description, sa couleur grise pourrait être décrite comme « légèrement bleutée ».

FTG19, même s'il peut être considéré comme gris clair, présente un spectre qui pose question. L'émission dans la région des 440-450 et jusqu'autour des 520 nm, présente une intensité plus forte qu'attendue. Ne pose-t-elle pas la question de la présence de couleur(s) secondaire(s) correspondant à l'émission constatée dans cette zone du spectre (bleu/vert). Comme précédemment pour FTG12, FTG13, nous avons préféré reprendre les mesures spectrales (voir en annexes : figure 17a) afin de s'assurer que les spectres montraient les mêmes absorptions et transmissions.

Pour détecter un traitement éventuel (par exemple pour FTG17, FTG19) ou le confirmer, on pourrait avoir recours à une analyse en spectroscopie Raman et observer en particulier si les signaux de l'aragonite (à $702-706\text{ cm}^{-1}$ et 1085 cm^{-1}), et ceux des pigments polyènes simples (à 1133 et 1512 cm^{-1}) se trouveraient atténués de façon suffisamment marquée. (D'autre part, toujours en analyses Raman, un traitement au nitrate d'argent peut créer du carbone désordonné. Ce dernier pourrait être détecté par la présence de pics qui lui sont typiques à 1350cm^{-1} et 1600cm^{-1}). Une telle analyse pourrait permettre de confirmer ou d'informer cette hypothèse.

B) COULEUR NATURELLE OU COULEUR TRAITEE :

Nous avons fait le choix pour nos analyses de conserver la lecture des spectres en réflectance diffuse depuis les U.V. à partir de 250 nm jusqu'à la fin du visible.

En effet, au vu de la collecte des 21 spectres et malgré que l'étude ait pour objet de se concentrer sur la partie visible du spectre (390 nm à 780 nm), cette caractéristique spectroscopique relevée aux alentours des 280 nm nous a posé question.

Nous constatons une absorption commune à tous nos spectres dans cette zone, cependant, l'observation met en évidence deux profils de courbe différents (voir figure 18) :

- Une absorption très marquée, avec un profil que nous qualifierons « en cuvette ».
- Une absorption dont le profil spectral est moins marqué, que nous avons qualifié de profil « écrasé ».

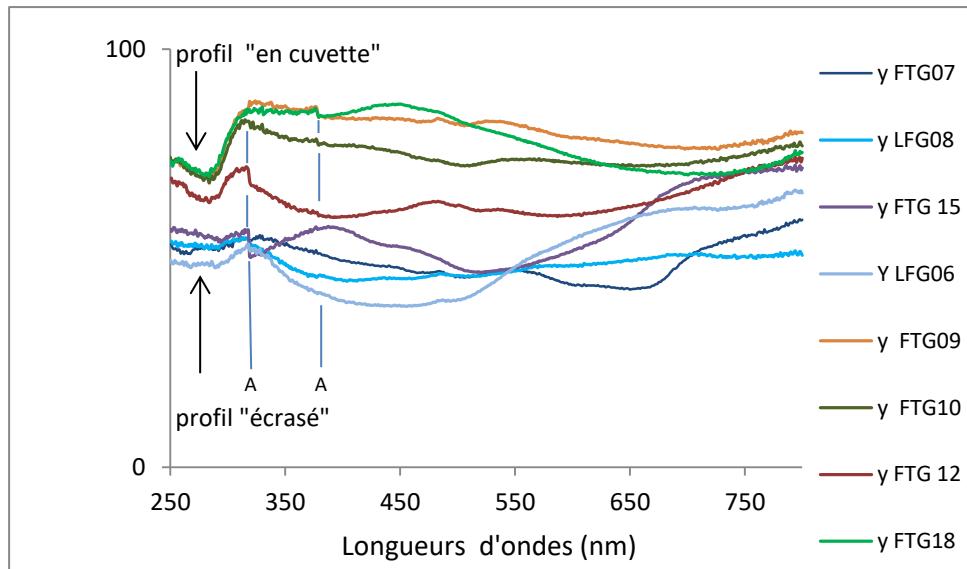


Figure 18 : démonstration d'appartenance des spectres à deux catégories de profils différents observés dans les U.V aux alentours de 280 nm : profils dits : « écrasé » ou « en cuvette ». (A : artefact)

Sur ces 8 échantillons pris pour exemple afin d'illustrer l'observation de profils différents dans les UV, ceux-ci se distinguent en deux ensemble :

- « Profils écrasés » : FTG07, LFG08, LFG06, FTG15 ;
- « profils en cuvette » : FTG09, FTG10, FTG12, FTG18.

B-1) Spectres à profil « écrasé » :

Nous prenons pour exemples, deux échantillons teintés (en figure 19) pour les observer dans la zone remarquée dans les UV, vers 280 nm. On y note bien cette caractéristique d'un spectre que l'on appelle « écrasé ». Cette observation sur les spectres sera à rapprocher à d'autres, dans la zone des 280 nm.

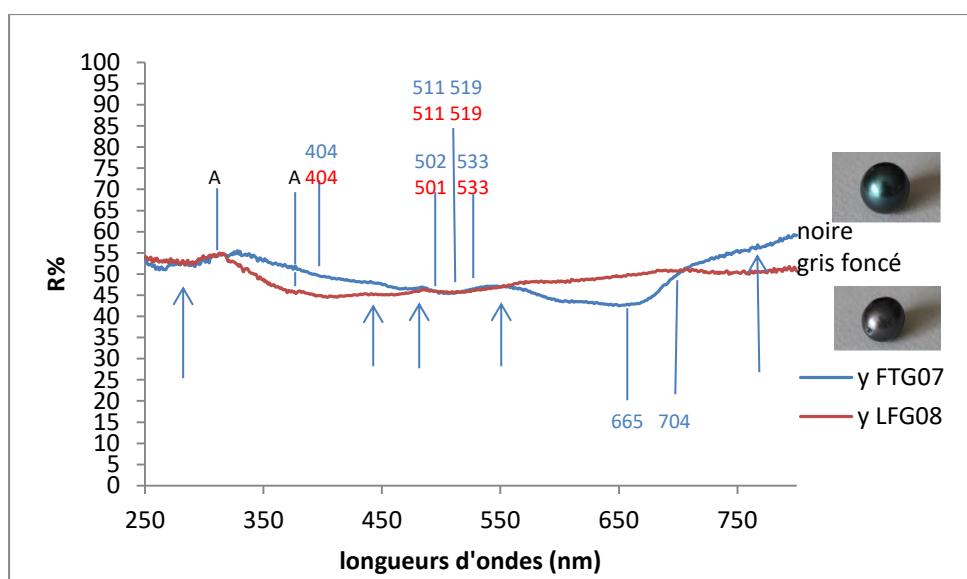


Figure 19: sélection de profils de spectres dits « écrasés » : choix de deux échantillons : FTG07 et LFG08 afin de montrer un exemple-type de spectres « écrasés » dans la zone des U.V vers 280 nm.

Ainsi, un certain nombre de spectres montrent un profil « écrasé » de la courbe dans cette région des U.V. Nous citons :

FTG01, FTG02, FTG03, LFG04, FTG05, LFG06, FTG07, LFG08, FTG14, FTG15, FTG16, FTG17, FTG19, FTG20, FTG21.

Nous reconnaissons à l'énumération de ces échantillons qu'il s'agit des échantillons reconnus comme étant traités (voir tableau 2, pp.12 à 14). Nous constatons qu'à ceux-ci s'ajoute cependant l'échantillon FTG21, échantillon de référence de couleur blanche et dit « de couleur naturelle ». (Nous reviendrons un peu plus loin sur l'étude du cas FTG21, en partie B-3). Nous constatons aussi que le spectre de la perle FTG19 montre un spectre « écrasé », sans être encore classée de façon sûre comme perle de couleur naturelle ou comme perle de couleur traitée.

La question est maintenant posée pour l'échantillon FTG19 : gris clair, il n'a pas été clairement déclaré comme étant, soit de couleur naturelle, soit de couleur traitée (« plutôt naturelle » mais sans certitude).

Nous avons sélectionné une perle de couleur physique (gris clair) très proche de FTG19 pour tenter de faire des rapprochements entre une perle dont nous sommes sûrs que la couleur est naturelle (FTG18) et celle dont la couleur n'était pas clairement établie (FTG19).

En l'occurrence, les perles FTG18 et FTG19 montrent très clairement des absorptions dans la région des 280 nm de profils très différents (fig. 20).

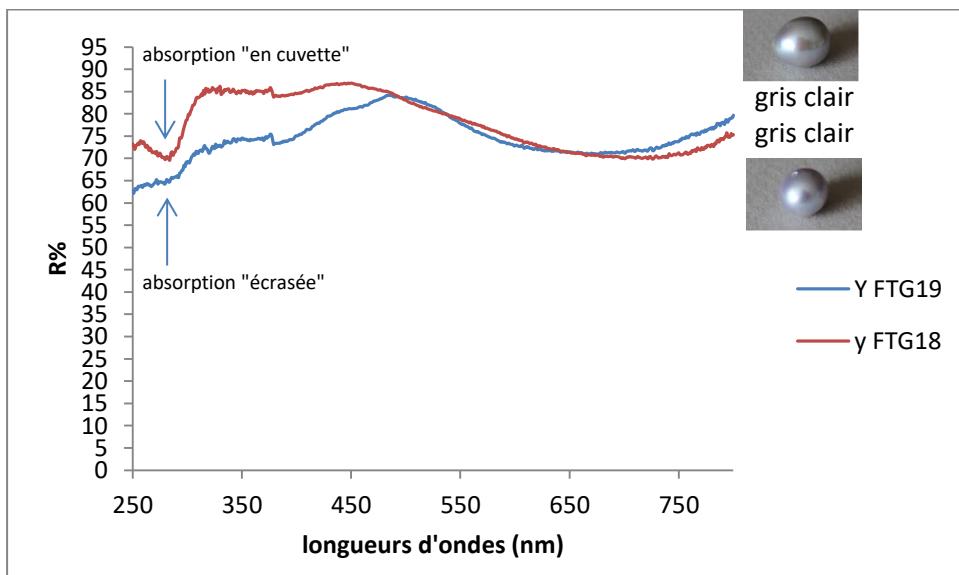


Figure 20: mise en évidence de la différence de profil de la courbe spectrale dans la zone des 280 nm : profil « en cuvette » et profil « écrasé ».

Pour ces deux perles de couleur physique gris-clair :

L'un se dessine comme une « cuvette », mettant en évidence une bande d'absorption significative (FTG18) ;

L'autre (FTG19) montre une absorption continue, plutôt plate ou « écrasée », non marquée par une bande particulière vers les 280 nm.

Nous observons en figure 20 que l'absorption du spectre de FTG19 place cet échantillon dans l'ensemble de ceux qui ont un profil « écrasé ». Or ces échantillons, sont répertoriés comme étant teintés ou traités (voir détail de la description : tableau 4). D'après l'observation de cette caractéristique sur FTG19, pourrait-on alors considérer que cet échantillon ait subi un traitement ?

B-2) Spectres à profil « en cuvette » :

Enumérons ici les échantillons dont le spectre présente un profil « en cuvette » aux alentours des 280 nanomètres.

Ainsi : FTG09-FTG10 (fig.11 p.25), FTG11-FTG12 (fig.15 p.29), FTG13 (fig.16 p.30) et/ou 16a en annexes), FTG18 (fig.20 p.34). Ces échantillons sont répertoriés comme étant de couleurs naturelles.

Cependant, deux de ces échantillons de couleur physique proche, dits gris-moyen-rose violacé (FTG11 et FTG12) avaient retenu notre attention lors de leur présentation et observation à la loupe. L'un comme l'autre ont été déclarés comme étant de couleur naturelle.

La perle FTG11 avait été observée sous la binoculaire, en particulier autour du trou de perçage, pour un doute sur sa couleur dite naturelle (voir en page 17, Fig. 7a).

Rappelons ce qui a été observé aux U.V longs et courts : pour l'échantillon FTG11, la réaction aux U.V montre une luminescence moyenne aux U.V.L et une luminescence un peu plus faible aux U.V.C.

Pour FTG12 : réaction assez forte dans les deux cas (sur cet échantillon, la luminescence présente des tâches plus claires par endroits). Respectivement, aux U.V.L et U.V.C : fort à moyen.

Une luminescence est donc constatée. Il y a une cohérence entre couleur physique et luminescence de ces deux perles de culture.

L'étape suivante a été de relever les absorptions et transmissions du spectre. FTG11 a sa principale absorption entre 430 nm et 630 nm, voire, plus étendue. Or, dans la littérature (thèse de S.Karampelas), il est dit que « dans les perles colorées, les absorptions les plus importantes sont observées du violet au vert-jaune, d'environ 405 nm à 568 nm ».

FTG11 est dite « naturelle ». Cette absorption entre 430 nm et 570 nm, pourrait-elle traduire que nous sommes en présence d'une perle teintée, ou, irradiée ? Cette absorption est-elle significative ? Nous croiserons cette observation avec les autres constatations de la présente étude, dans la discussion.

A l'observation en réflectance, en spectrométrie UV-Vis-PIR, nous nous sommes concentrés dans un deuxième temps, sur cette bande d'absorption autour de 280 nm. Le maximum d'absorption se situe à 284 nm pour les deux : FTG11 : 69.22% de réflectance ; FTG12 : 63.28% de réflectance.

On peut remarquer que FTG11 et FTG12 présentent une absorption semblable dans ces valeurs, et assez prononcée. Pour ces deux échantillons, cette bande d'absorption significative sera dite « en cuvette » (se reporter figure 15 p.29).

Nous pourrions donc souligner, dans cette observation ciblée de ces deux spectres aux environs de 280 nm, que les deux perles présentent un spectre d'absorption semblable de « profil en cuvette » bien marqué.

Cette caractéristique commune pourrait, en particulier sur la question du caractère naturel de leur couleur, nous aider à confirmer ces deux perles telles que déclarées dans la sélection.

B-3) Les pics principaux relevés dans l'échantillon-perle blanche :

FTG21 est une perle de culture d'eau douce blanche, dite naturelle.

Nous avons relevé les pics de l'échantillon FTG21 afin de se donner une base (figure 21).

A l'observation du spectre dans le visible (390 nm à 780-800 nm), toutes les longueurs d'ondes sont transmises. Seules de très faibles absorptions peuvent être relevées : nous pouvons noter sur FTG21, jusqu'à 11 pics principaux : (en nm) : **520, 555, 570, 599, 621, 671, 692, 714, 721, 740, 745** nanomètres. Pour cette perle de couleur blanche, la détection de pigments par la présence de ces

absorptions d'intensités (très) faibles montre qu'ils n'ont pas de rôle dans l'expression de couleurs. La perle FTG21 est blanche, le spectre dans le visible est tout à fait cohérent.

Nous pouvons faire une remarque : la réflectance globale de cette perle blanche n'est pas aussi élevée que sa couleur aurait pu le laisser supposer. Elle aurait pu se situer vers 90% de réflectance, or, elle se situe à environ 15 points en-dessous (Une hypothèse peut être soumise par rapport aux conditions d'analyses : pour prendre les mesures, la perle est fixée sur un support noir, lui-même positionné sur une surface noire. Ainsi la réflectance captée de la perle aurait-elle pu être atténuée par cet environnement noir ?

L'absorption à 280 nm, quoique significative (car la plus marquée sur l'ensemble du spectre), ne montre pas une absorption nette en « cuvette », mais plutôt une absorption progressive ; et selon les observations faites dans les paragraphes précédents, nous pouvons préciser que cette partie du spectre de FTG21 est de type « écrasé ».

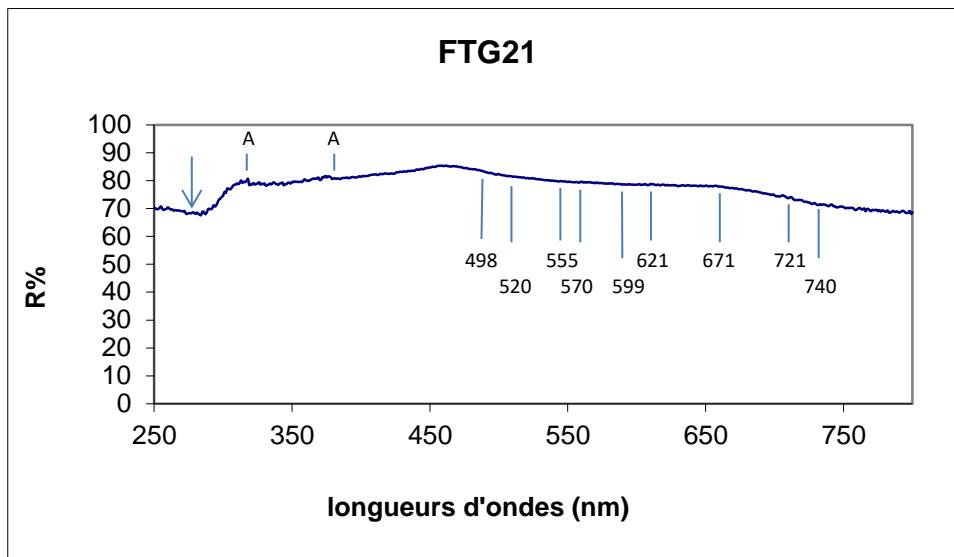


Figure 21: démonstration d'un spectre de perle de couleur blanche, avec des absorptions très légères comme attendu pour une telle couleur dans le domaine du visible. Observation conjointe de l'absorption à 280 nm, où l'on décèle une absorption de type « écrasée ».

DISCUSSION

Les échantillons ont d'abord été soumis à une observation de la luminescence sous lampe UV (résultats de l'observation en figures 8b et 8c, et décrits dans le tableau 3 p.20).

Si nous considérons donc que la luminescence est essentiellement due à la matière organique - conchyoline- (ce seraient les acides aminés, bases constitutantes de la matière organique, qui réagiraient), on pourrait s'attendre à une luminescence relativement homogène des perles. Ce qui n'est pas le cas. En effet, on observe que certaines perles ne présentent pas de luminescence.

Par exemple, l'échantillon FTG17 est de couleur gris-mat (perle « non déterminée » mais à priori teintée). Celui-ci montre des luminescences assez semblables entre les UV longs et les UV courts : ses émissions étant plutôt très faibles à inertes aux UVL, inertes aux UVC.

Un autre échantillon, FTG15, est de couleur pourpre (perle teintée, de couleur foncée). Dans les analyses (voir tableau 3), il ressort que la luminescence aux UVL et UVC de la surface de l'échantillon est faible à sombre, tandis que pour ce même échantillon, la luminescence prise sur la section intérieure de la perle (perle sciée en deux) se révèle intense.

Dans la mesure où ces échantillons de couleur foncée sont ou seraient teintés, la teinture ou les différents pigments utilisés semblent avoir la propriété de réduire la réaction des perles aux UV. Ceci semble d'autant plus vrai lorsque la couleur s'avère très couvrante sur la surface de la perle. C'est le cas pour FTG15, mais aussi pour FTG17. Nous pouvons remarquer le même résultat pour une autre perle gris-foncé et teintée : FTG07 (tableau 3, p.20).

Par ailleurs, nous pouvons ajouter et retenir l'information suivante (Strack, 2006) : que les perles de couleur grise produite par irradiation ne fluorescent pas sous les UV longs.

Par contre, une autre perle, FTG01, malgré une teinture en « bleu profond », montre cependant une luminescence forte. Ceci peut-être parce que ce pigment bleu atténue moins les rayons UV, ou, parce que la teinture est moins « couvrante ». En effet la couleur est inégalement répandue sur la surface de cette perle, et l'on devine sous la teinture que la perle avait pour couleur d'origine, une couleur claire.

Par ailleurs, reprenons des cas de réactions notables aux UV. Par exemple, deux perles de couleurs claires, FTG11 et 12, dites non teintées pour décrire leurs réactions.

Aux UV longs ou courts : l'échantillon FTG12 a réagi assez fortement dans les deux cas: fort à moyen.

Pour FTG11, la réaction aux UVL est moyenne, comme aux UVC (un peu plus faible).

Quant à la perle blanche, FTG21, elle montre une forte fluorescence. Karampelas (J. Raman Spectroscopic. 2007 ; vol 38 : 217-230) note bien qu'il y a une luminescence observée pour les perles blanches, notamment celles issues d'élevage en eau douce (tels les échantillons SK56, SK57, SK120).

Ainsi la non-fluorescence des perles peut être un indicateur de traitement, mais la fluorescence pouvant aussi être observée sur des perles traitées comme elle l'est sur les perles de couleurs naturelles, cet indicateur ne suffit pas pour aider à déterminer s'il s'agit ou non de couleur naturelle pour nos perles de culture d'eau douce.

Dans un deuxième temps de l'étude, nous avons utilisé la spectrométrie UV-Vis-PIR en réflectance.

Nous pouvons ajouter que les relevés d'absorption de notre tableau 4 (pp.22-23) ont été croisés (sur un nombre partiels d'échantillons) avec l'étude de Karampelas « Role of polyenes in the coloration of cultured pearls, table 3 », 2009. Nous avons relevé des absorptions sur les mêmes longueurs d'ondes dans le domaine du visible. La comparaison a été faite sur quelques échantillons (de couleur non blanche) : SK58-59-83 et FTG09-10 (couleurs naturelles) ; SK60-61-86 et FTG11-12-13-14 (couleurs naturelles et teintées) ; et, SK85-87-88-117 et FTG15 (couleurs teintées).

Nous pouvons ainsi nous reporter aux figures 11 (FTG09-10, p.25) et 13 (FTG14-15, p. 27). Pour la première, les échantillons FTG9 et FTG10 sont de couleurs naturelles ; pour la seconde, FTG14 et FTG15 sont de couleurs teintées.

Ces relevés mettent en évidence la présence et la combinaison de certains pigments dans la genèse des couleurs.

Nous voulons revenir sur le sujet des perles de couleur blanche. Dans notre sélection nous n'avons qu'un seul échantillon, FTG21, mais au regard d'autres relevés de pics d'absorptions sur des perles de culture d'eau douce blanches, de diverses origines géographiques, nous pouvons noter une concordance. On note la faible quantité de pigments, leur faible intensité des absorptions, l'allure globale du spectre, et, la couleur blanche de la perle.

Ces mesures ont été reprises dans le tableau 5, où elles sont mises en parallèles avec d'autres perles blanches de culture d'eau douce (notamment issue des études de S. Karampelas (2006 ; 2008).

Dans ces deux études (FTG et SK) qui ont pour échantillons des perles issues des mollusques *Hyriopsis Cumingii* et *Hyriopsis Schlegeli*, nous retrouvons des absorptions communes ou très proches. Nous avons pu effectivement relever que certains pics (9 pics principaux) se retrouvent de manière récurrente. Ainsi nous les trouvons aux valeurs suivantes : 518 ou 520 nm, 555 nm, 570,

572 ou 575 nm, 595 ou 599 nm, 620, 621 ou 625 nm, 670 ou 671 nm, 692 ou 695 nm, 720 ou 721 nm, et 740 nm (pour FTG21 et SK57). Voir tableau ci-dessous.

Ainsi nous avons relevé un certain nombre de ces valeurs communes entre FTG21 et SK120, qui sont des échantillons extraits de culture d'eau douce, quoique de mollusques différents: l'un est (à priori) *H. Cumingii* (en Chine), l'autre *H. Schlegeli* (au Japon). Ceux-ci ont aussi en commun des pics d'absorptions à 518 ou 520 nm, 555 nm, 570 ou 572 nm, 595 ou 599 nm, 670 ou 671 nm, 692 ou 695 nm, 720 ou 721 nm.

Nous retrouvons ici une homogénéité des absorptions relevées dans cette sélection d'échantillons de couleur « blanche » qui permettent de lister les principales absorptions auxquelles on peut s'attendre pour des perles de couleur blanche issues de ces espèces.

Echantillons	Pics d'absorptions (en nm)												
FTG21 H. Cumingi Chine	520		555	570	599	621	671	692	714	721	740		745
SK120 H. Schlegeli Japon	518	542	555	572 575	595	625	670	695		720			
SK56 H. Cumingi Vietnam						620 625	670						
SK57 H. Cumingi Vietnam				575		625	670				740		

Tableau 5 : Comparatif des absorptions sur Perles de culture d'eau douce (FWCPs) de couleur blanche.

Echantillon FTG21 de la présente étude.

Echantillons SK120 blanc-gris clair, tiré de l'étude de Stefanos Karampelas, « Determination by Raman scattering of the nature of pigments in cultured freshwater pearls from the mollusk *Hyriopsis Cumingi* », 2006.

Echantillon SK56 et 57, blancs, de l'étude du même auteur, « Etude du changement de couleur des perles par traitement» (résumé), 2008.

(SK56, 57, et 120, sont aussi répertoriées dans « Role of polyenes in the coloration of cultured pearls », 2009).

Sur d'autres spectres, nous avons pu confirmer la présence des couleurs secondaires. La figure 14 (p.27) a recueilli les spectres de FTG12 et FTG20, tous deux qualifiés de gris-moyen pour leur couleur « dans la masse ». FTG20 présentait une couleur additionnelle, perceptible, rose-violacé. Effectivement, des pics d'absorptions supplémentaires, différents ou absents, ainsi que des transmissions qui divergent, traduisent la présence d'autres pigments, qui apportent des couleurs secondaires à la couleur dans la masse.

Dans l'éventail de ces mesures spectrales, nous avons pu constater que les pics d'absorption des échantillons concordaient, avec leur couleur physique.

L'hypothèse selon laquelle un certain nombre de pics d'absorptions ajoutés, soustraits, ou exprimés à des longueurs d'ondes déplacées de quelques nanomètres, puissent donner d'autres nuances de couleur, pourrait être consolidée. Ainsi, la couleur physique dépendrait bien de la combinaison de ces pigments, que les échantillons soient, semble-t-il, de couleur naturelle ou de couleur artificielle.

Par contre, à propos des échantillons FTG13 et FTG19, l'étude spectrale ne correspondait pas à leur couleur physique apparente. Nous rappelons, par exemple pour FTG13, que l'on relevait dans le spectre une fenêtre de transmission dans le vert, non décelable à l'œil.

Ce qui menait à l'hypothèse qu'il n'y aurait pas que les pigments qui interviendraient.

Certes, la couleur est liée à l'absorption : elle donne la couleur dans la masse. Cependant, l'apparence colorée d'une perle semble due à d'autres phénomènes que l'absorption. On en déduit que même si certaines des perles sont décrites avec des couleurs secondaires, d'autres, semblent posséder des « couleurs secondaires » difficilement décelables à l'œil humain. Iridescentes, orient, dûs aux interférences sur la surface de la perle (de par le phénomène de la diffusion de la lumière), pourraient expliquer ces mesures spectrales inattendues.

Ainsi pour une perle de couleur naturelle comme la FTG13, la couleur apparente serait donnée par les pigments présents auxquels s'ajouteraient des phénomènes physiques multiples : interférences dues à la structure ou état de surface (couleurs secondaires, orient), lustre.

Dans la première partie (A), nous n'avons pas pu mettre en évidence des caractéristiques spectrales générales qui pourraient aider à identifier les couleurs comme étant « naturelles » ou « traitées ».

Nous allons aborder le second point du développement.

Nous constatons une absorption commune à tous nos spectres dans cette zone, cependant, l'observation met en évidence deux profils de courbe différents (voir figure 18, p.33) :

- une absorption très marquée, avec un profil que nous qualifions « en cuvette » ;
- une absorption dont le profil spectral est moins marqué, que nous avons qualifié de profil « écrasé ».

Ces deux profils ont été mis en correspondance avec nos échantillons classés en deux ensembles. L'ensemble des échantillons de couleur naturelle les spectres de profil « en cuvette », tandis que, l'ensemble constitué par les échantillons de couleurs traitées correspondait aux spectres dits « écrasés ».

Nous allons donc reprendre et commenter sur ce point quelques spectres parmi nos échantillons.

Après l'observation de la réflectance en spectrométrie UV-Vis-PIR, si l'on met en concordance les profils de deux spectres FTG11 et FTG12 avec les déclarations préalables sur la nature de leur couleur -soit : perles de couleurs naturelles-, nous pourrions tenter un rapprochement entre allure du spectre et nature de la couleur. Si cette caractéristique « en cuvette » se retrouve sur les spectres des perles dont la couleur est d'origine naturelle, à propos du doute émis sur la nature de la couleur de FTG11, nous pourrions confirmer qu'il s'agit bien d'une perle de couleur naturelle, conformément à la déclaration faite lors de son achat.

Si l'on revient à l'observation de cette zone des 280 nm des spectres d'autres échantillons, comme ceux de la figure 11 page 25 (FTG09 et FTG10, couleurs naturelles), on retrouve cette même caractéristique « en cuvette », sur des perles qui sont déclarées non traitées.

On peut donc se demander, quant aux profils des spectres des perles de culture d'eau douce (de Chine) étudiées dans ce travail, si cette caractéristique « en cuvette » aux alentours des 280 nm pourrait être, à priori, retenue pour caractériser les perles dont la couleur est d'origine naturelle, et, en distinguer ainsi celles de couleur traitées.

Dans la mesure où leur profil « en cuvette » indiquerait que la couleur n'a pas subi de traitement, nous pourrions ainsi confirmer qu'il s'agirait bien de perles de couleurs naturelles comme présentées lors de la sélection (tableau 2 p.12 à 14).

Pour poursuivre sur l'étude de cette caractéristique, il est alors intéressant de prendre, parmi l'ensemble de ces 21 perles, quelques échantillons des deux types de profil différents à 280 nm, et, d'observer quel profil ils présentent.

Ainsi : parmi nos échantillons rose, pourpre et gris moyen-violacé, nous avons deux types d'absorption dans les UV aux environs de 280 nm.

FTG11, 12 (consulter figure 15 p.29) : profil « en cuvette », perles de couleurs naturelles.

FTG13 : profil « en cuvette », perle de couleur naturelle.

FTG14, 15, 16 : profil « écrasé », perles de couleurs traitées.

Pour un aperçu de ces 4 perles (FTG13-14-15-16) citées ci-dessus, voir la figure 22. Nous y pointons les profils de courbe dans la zone des 280 nm.

Ainsi FTG13, de couleur naturelle, montre nettement un profil en « cuvette » tandis que FTG14, 15 et 16 montrent un profil « écrasé » où la bande d'absorption est beaucoup moins marquée, ou nettement atténuée. Il s'agit, pour ces trois derniers, de l'observation de spectres de perles de couleurs traitées.

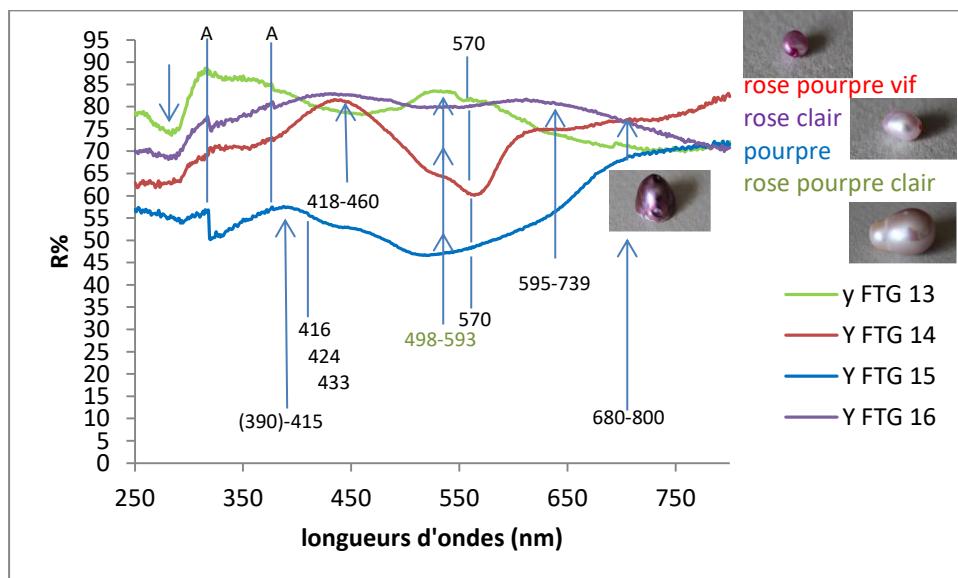


Figure 22 : mise en évidence d'une différence effective des profils des spectres dans la région des 280 nm, entre une perle de couleur naturelle (FTG13) et des perles de couleurs déclarées teintées.

Nous avons sélectionné un autre cas d'étude quant à l'absorption dans cette zone des 280 nm : l'échantillon FTG19. Cette perle gris clair (avec une couleur secondaire verte) n'était pas clairement identifiée à la sélection entre une couleur naturelle ou non. Nous avons vu plus haut (Figure 17 p.31) que l'allure du spectre de FTG19 était proche de celui des échantillons FTG17 ou FTG20, qui ont des spectres à « profils écrasés ». FTG17 était qualifié de manière incertaine dans la sélection. FTG20 est un échantillon répertorié comme étant de couleur traitée (voir détail de la description : tableau 2 p.12-14).

D'après l'observation de cette caractéristique, FTG19 entre alors dans l'ensemble regroupant les échantillons à « profil écrasé ». Selon cette observation, il pourrait être considéré comme ayant subi un traitement de sa couleur (même hypothèse pour FTG17).

La question se pose de savoir si l'absorption constatée sur les spectres, dans la zone des 280 nm, peut nous permettre une interprétation sur la nature de la couleur de la perle : selon que le spectre présenterait un profil « en cuvette » ou « écrasé ».

Ainsi, un écrasement de la courbe pourrait-il signifier que nous sommes en présence d'une perle teintée ou traitée ?

Dès lors, FTG 19 et FTG17 pourraient être classés définitivement dans les perles traitées.

Nous devons revenir sur le cas de l'échantillon FTG21. Cet échantillon FTG21, en donnée de départ, est dit de couleur naturelle

Dans un premier temps nous avons constaté dans nos résultats que celui-ci avait un niveau de réflectance plus bas qu'attendu pour une perle blanche. Dans un deuxième temps, lorsque l'on observe le spectre FTG21 (figure 21 p.36) jusque dans les UV (250 nm à 390 nm), la courbe présente un écrasement dans cette zone des 250 nm à 280 nm.

La partie « écrasée » du spectre nous fait nous reporter aux échantillons de couleurs traitées de l'étude, en opposition aux profils « en cuvette » des échantillons de couleurs naturelles, selon la démonstration faite plus haut dans le cadre de cette étude.

Lorsque l'on observe le spectre FTG21 (figure 21 p.36) jusque dans les UV (250 nm à 390 nm), la courbe présente un écrasement dans cette zone des 250 nm à 280 nm.

Si nous comparons le spectre de notre échantillon à celui du spectre de l'échantillon SK56 (Karampelas, 2008, Role of polyenes in the coloration of cultured freshwater pearls, p.37), on peut remarquer que le niveau de réflectance y décroît davantage pour SK56 et que l'absorption dans cette zone y est plus marquée que dans notre échantillon FTG21.

Par conséquence la question se pose sur cet échantillon FTG21 de savoir s'il a subi un quelconque traitement.

Nous avons voulu vérifier par une autre technique si quelque chose pouvait être décelable afin de confirmer ou d'infirmer cette observation et de pouvoir répondre au questionnement qui en découle. Nous avons fait appel au Laboratoire Français de Gemmologie afin de pouvoir réaliser un spectre Raman de cet échantillon (analyses sur Micro spectromètre à effet Raman, Renishaw InVia, laser argon à $\lambda_0 = 514.5$ nm).

Il s'avère que les pics d'aragonite que l'on peut observer dans les perles vers 705cm^{-1} et 1085cm^{-1} habituellement bien marqués, sont pour ce cas, atténus (voir spectre Raman FTG21, figure 23 en Annexes, p.55).

Une telle constatation fait habituellement conclure que la perle a subi un traitement par teinture et que ce traitement modifie le signal de l'aragonite.

D'autre part, nous pourrions rapprocher cet échantillon d'un échantillon étudié dans la littérature.

Nous nous sommes référés à l'étude de S. Karampelas, citée plus haut, du rôle des polyènes dans la coloration des perles de culture d'eau douce (« Role of polyenes in the coloration of cultured freshwater pearls ») parue en 2008.

Les échantillons blancs de son étude étaient sélectionnés comme étant des perles dont la couleur était naturelle. Ainsi pour exemple, l'échantillon SK56 en analyse Raman montrait de nets pics d'aragonite aux valeurs $702\text{-}706\text{ cm}^{-1}$ et 1085 cm^{-1} d'une intensité attendue.

De ce point de vue notre échantillon FTG21 ne présente pas les mêmes caractéristiques.

En résumé, les renseignements collectés pour FTG21 sont :

-observation d'un « profil écrasé » vers 280 nm (analyse en réflectance diffuse).

-une analyse complémentaire a été effectuée pour observer l'« état » de l'aragonite sur cet échantillon (voir : analyse en spectroscopie Raman, en annexes) : la signature de l'aragonite est atténuee.

Ces constatations nous invitent à poser l'hypothèse suivante : que l'échantillon FTG21 pourrait être une perle traitée, plutôt au sens d'une « décoloration », c'est à dire : un blanchiment.

Un questionnement en découle : dans ce cas, une opération de blanchiment pourrait-elle laisser des traces décelables lors d'analyses en spectrométrie de réflectance, plus particulièrement dans cette zone des UV vers 280 nanomètres ?

Sur la question de la caractérisation du profil dans la région des 280 nm, si ce lien est confirmé, une telle observation pourrait nous permettre de conclure que cette perle, blanche en l'occurrence, a subi, sinon une teinture, du moins un blanchiment. Voire, de généraliser cette observation pour déterminer si la couleur est naturelle ou traitée.

CONCLUSION

Il est apparu lors de cette étude, que le choix du vocabulaire nommant une couleur (sur les perles d'eau douce de Chine) était très nuancé. Nous avons essayé d'être le plus sobre possible dans la description des couleurs de l'étude menée ci-dessus.

L'observation des échantillons sous UVL et UVC permet de constater que les pigments ajoutés peuvent masquer l'émission de la luminescence de façon plus ou moins efficace. La luminescence est présente sur les échantillons blancs et de couleurs claires (même teintés), et est fortement atténuée, particulièrement dans les échantillons teintés d'une couleur foncée.

Par l'étude en spectrométrie UV-VIS-PIR de spectres mesurés en réflectance, sur des perles de couleurs naturelles ainsi que sur des perles de couleur teintées, nous relevons des pics d'absorption supposant la présence de certains pigments naturels (pigments polyènes).

L'hypothèse selon laquelle la couleur physique serait le résultat de la présence de multiples pigments semble se vérifier. La présence ou non de certains pigments, leur proportion, leur arrangement (pics communs ou différents en diverses longueurs d'ondes), donneront des couleurs différentes, mais aussi les nuances d'une même couleur. On peut saisir par cette approche, la complexité du jeu des proportions influant sur la couleur résultante des perles de couleurs naturelles.

L'absorption de la lumière est bien directement liée à la couleur de l'échantillon, conjointement à la fenêtre de transmission qui donne la couleur dominante de l'échantillon. Cependant certaines mesures d'échantillons ont dévoilé des spectres qui ne correspondaient pas à la couleur dominante perçue par l'œil humain.

Il s'agissait de l'échantillon FTG12 de couleur naturelle gris moyen rose violacé, et de FTG13 de couleur naturelle rose pourpre clair, qui paraissaient présenter des erreurs entre courbe spectrale et « couleur apparente ».

Nous avons mesuré à nouveau les spectres FTG12, FTG13. Ils sont ressortis avec des caractéristiques semblables, ce qui a mené à constater que d'autres phénomènes y étaient transcrits. Ces mesures nous confirment que la couleur, en l'occurrence d'une perle non teintée, intègre des absorptions signalant les pigments présents qui produisent la couleur dans la masse (couleur apparente) ; mais pas seulement. Elles semblent aussi intégrer, via les fenêtres de transmissions, la signature de couleurs secondaires apparaissant par d'autres phénomènes physiques.

Ces phénomènes seraient à rapprocher de la construction physique de la perle, de l'état de surface, qui provoque des caractéristiques spécifiques telles que : iridescence/irisations (couleurs secondaires et orient), lustre.

Certaines perles teintées peuvent présenter les mêmes réactions : FTG19 est dans ce cas de figure. Il a fallu prendre en compte ces phénomènes dans la lecture et surtout dans l'interprétation des spectres.

En s'appuyant sur ces observations, si la présence de pics d'absorption dans des analyses en réflectance, traduit en effet la présence de pigments, ces pics relevés ne peuvent suffire à caractériser la nature de la couleur.

Nous nous sommes alors tournés vers la partie du spectre se situant dans les UV, vers 280 nm. A la suite des cas étudiés, nous avons pu faire ressortir deux types de profil de courbe dans l'ultra-violet vers 280 nanomètres.

Ainsi, nous avons vu que la représentation des spectres des échantillons FTG11, FTG12, FTG13 présentait un courbe dite « en cuvette ». Cette caractéristique a été mise en parallèle avec le fait que ces échantillons présentaient le même profil que d'autres échantillons de couleur naturelle.

Dans deux autres cas, qui présentaient au départ une incertitude sur la nature de leur couleur, l'absorption vers 280 nm du spectre de FTG17 et celui de FTG19 place ces échantillons dans l'ensemble de ceux qui ont un « profil écrasé ». Or ces échantillons sont répertoriés comme étant traités. Ceci s'est montré d'autant plus intéressant que FTG19 était déclaré de couleur naturelle, quoique, avec une incertitude (idem pour FTG17). D'après l'observation de cette caractéristique, nous pourrions dire que FTG17 et FTG19 semblent avoir subi un traitement.

Ces deux types différents, que nous avons dénommé « profil écrasé » et « profil en cuvette », nous ont orientés vers une qualification plus précise des perles. Les perles de couleurs dites « teintées ou traitées » présenteraient un « profil écrasé », tandis que le « profil en cuvette » serait observé sur des perles de couleurs naturelles.

Au vu de nos analyses, nous pouvons considérer que l'observation des absorptions et du profil de la courbe vers 280 nm peut constituer un élément à prendre en compte dans l'expertise de l'origine naturelle ou traitée de la couleur.

Pour confirmer ce critère d'expertise, il serait souhaitable d'effectuer des analyses en spectrométrie Raman afin de vérifier l'expression des pigments, leur non altération pour les perles de couleurs naturelles, la présence ou non de carbone désordonné. Ceci permettrait de croiser les données et de pouvoir dire si l'analyse en réflectance pourrait réellement se suffire à elle-même pour ce diagnostic en particulier.

Enfin, nous avons relevé dans la littérature que pour les perles d'eau de mer, la spectrométrie UV-Vis-PIR, en réflectance, prend en compte les absorptions observées autour des 280 nm.

Cette méthode aide à caractériser la couleur naturelle ou traitée des perles de culture d'eau de mer, selon la forme ou l'intensité de ces absorptions.

Les gémologues pourraient-ils appliquer cette méthode pour identifier la couleur teintée des perles d'eau douce de culture ?

REMERCIEMENTS

Je souhaite remercier vivement : M. Pascal Verhoeven pour m'avoir gentiment livré sa connaissance des perles de culture, parlé avec passion, et chez qui j'ai acquis nombre de mes échantillons ;

Le Laboratoire Français de Gemmologie : en la personne d'Olivier Segura, qui m'a fait la gentillesse de me prêter certains des échantillons du LFG, l'accueil et la participation réservés par toute son équipe (Alexandre Droux, Sophie Leblan) quand j'ai eu besoin d'analyses complémentaires.

Je souhaite citer le CRG qui m'a fait le don d'échantillons de sa collection.

M. Florian Massuyeau, Ingénieur à l'IMN de Nantes et en charge du spectromètre « Perkin Elmer » qui m'a assisté techniquement pour exécuter le choix des outils d'analyses.

Mes professeurs, Emmanuel Fritsch et Benjamin Rondeau, pour leur constance, patience en l'attente du mémoire de DUG et, leur humour.

BIBLIOGRAPHIE

- Abrams Harry N., Landman N. H., Mikkelsen P. M., Bieler R., Bronson B. (2001) Pearls: A Natural History. The American Museum of Natural History and the Field Museum, pp. 180-195.
- Akamatsu S., Zansheng L. T., Moses T. M., Scarratt K. (2001) The current status of Chinese Freshwater cultured Pearls. *Gems & Gemology*, Vol 37, n°2, pp. 96-113.
- Bariand P., Poirot J-P. (1998) Larousse des Pierres Précieuses. Editions Larousse Bordas, Montréal. 284 pages, Perles, pp. 203-212.
- Doumenge F., Toulemont A., Simard F., Intes A., Cuif J.-P., Taburiaux J., Branellec J., Coeroli M., Gruet M.-J., Poirot J.-P., Lévi P., Grospiron G., Hargett D., Schiffman C., Nussbaum E., Alcouffe D. (1992) Nacres et Perles. Doumenge F., Toulemont A., Editeurs scientifiques, Bulletin de l'Institut Océanographique, Monaco, Musée océanographique, Numéro spécial 8, pp. 86, 87, 127-135.
- Fiske D., Shepherd J. (2007) Continuity and change in Chinese Freshwater Pearl Culture. *Gems & Gemology*, Vol 43, pp. 138-145.
- Gauthier J-P. (2001) Le traitement des perles. *Revue de Gemmologie A.F.G*, n°141/142, pp. 42-45.
- Gauthier J-P., Karampelas S. (2009) Pearls and corals: “trendy biominerilizations”. *Elements*, Vol.5, n°3, June, p.179-180.
- Hänni H.A. (1999) Sur la formation de nacre et de perles. *Revue de Gemmologie A.F.G*, n°137, pp. 30-35.
- Hänni H.A. (2012) Perles naturelles et perles de culture: le principe de base et ses variations. *Revue de Gemmologie A.F.G*, n°181, pp. 4-9.
- Hänni H.A. (2012) Pearls and cultured pearls: a basic concept and its variations. *The Australian Gemmologist*, Vol 24, n°11, pp.258-266.
- Jonhson M. L., Koivula J. I., editors, & contributing editors (1999) Gem News : White and pastel chinese freshwater cultured pearls. *Gems & Gemology*, Vol. 35, p. 53-54.
- Karampelas S. (2008) Etude du changement de couleur des perles par traitement. Mémoire de thèse de doctorat (résumé), Université de Nantes, Nantes, France. 52 pages.
- Karampelas S., Fritsch E. (2008) Spectroscopie de diffusion Raman des perles: identification de la nature de leurs pigments. *Revue de Gemmologie A.F.G*, n°166, pp. 13-17.
- Karampelas S., Fritsch E., Gauthier J-P., Hainschwang T. (2011) UV-Vis-NIR Reflectance spectroscopy of natural-color saltwater cultured pearls from *Pinctada Margaritifera*. *Gems & Gemology*, Vol. 47, n°1, pp. 31-35.
- Karampelas S., Fritsch E., Mevellec J-Y., Gauthier J-P., Sklavounos S., Soldatos T. (2007) Determination by Raman scattering of the nature of pigments in cultured freshwater cultured pearls from the mollusk *Hyriopsis cumingi*. *Journal of Raman Spectroscopy*, Vol.38, n°2, pp. 217-230.

- Karampelas S., Fritsch E., Mevellec J-Y., Sklavounos S., Soldatos T. (2009) Role of polyenes in the coloration of cultured freshwater pearls. European Journal of Mineralogy, Vol.21, n°1, pp.85-97.
- Kennedy S. (2008) Pearl Treatments. http://www.magigiecp.co.uk/subs/OG7%20Janv%2008/Pearl_Treatments.htm. Consulté et édité sur feuille en janvier 2008.
- Liping L., Zhonghui C. (2001) Cultured pearls and colour-changed cultured pearls : Raman spectra. The Journal of Gemmology, Vol.27, n°8, pp.449-455.
- Scarratt K., Moses T.M., Akamatsu S. (2000) Characteristics of nuclei in Chinese freshwater cultured pearls. Gems & Gemology, Vol. 36, n°2, pp. 98-109 (p101).
- Serrar M., Gutierrez G., Gauthier J-P. (2010) Caractérisation de la couleur physique de la nacre et des perles. GDR ADEQUA (Groupement De Recherche Amélioration de la Qualité de la perle), Paris (17-18 mars 2010).
- Shor R. (2007) From simple source to global free market: the transformation of the cultured pearl industry. Gems & Gemology, Vol.43, pp. 215-217.
- Strack E. (2005) La moule perlière d'Europe. Revue de Gemmologie A.F.G, n°151, pp.17-23.
- Strack E. (2006) Pearls. Edition Rühle-Diebener-Verlag, Stuttgart. 706 pages, pp 420-449.
- Strack E. (2011) Le point sur les perles de culture. Seconde partie : les perles de culture d'eau douce. Revue de Gemmologie A.F.G, n°178, pp. 6-8.
- Strack E. (2012) Treatment of freshwater cultured pearls. Facette, SSEF, n°19 January 2012, p.21.
- Taburiaux J. (1983) La perle et ses secrets. Editeur J. Taburiaux. 252 pages, pp. 109-115 et pp. 192-194.
- Zivkovic A., Gonthier E., Malfay J-P. (2012) Coquilles et coquillages précieux : les bivalves de la gemmologie et de la paléogemmologie. Revue de Gemmologie A.F.G, n°182, pp. 23-26.

ANNEXES

Notes :

*perles issues de la sélection/production de M. Verhoeven (2011), Société Perlèves.

FTG03 ; FTG05 ; FTG07 ; FTG09 ; FTG12 ; FTG13 ; FTG15 ; FTG19 ; FTG20.

*perles prêtées par le LFG, Paris : LFG04 ; LFG06 ; LFG08.

*perles prêtées par le CRG, Nantes : FTG01 ; FTG02 ; FTG10 ; FTG11 ; FTG14 ; FTG16 ; FTG18 ; FTG21.

* perle : don de la Sté Jacobs, Versailles : FTG17.

Figures :

Figure 14a observation d'une divergence entre la couleur spectrale et la couleur physique apparente, [FTG12], (seconde mesure du spectre) p.49

Figure 16a observation d'une divergence entre la couleur spectrale et la couleur physique apparente, [FTG13] (seconde mesure du spectre) p.51

Figure 17a mise en évidence d'une divergence entre spectre et couleur physique apparente : [FTG19] (seconde mesure du spectre) p.53

Figure 23 spectre Raman d'une perle blanche, [FTG21] p.55

Figure 14a [FTG 12]

Le spectre en réflectance diffuse de l'échantillon FTG12 montre trois principales absorptions, d'intensités à peu près équivalentes (entre 59,90% et 62%R) :

1-la première absorption est celle que l'on trouve dans la zone des UV à 280 nm. Il convient de remarquer qu'elle présente un profil « en cuvette » bien marqué.

2-une seconde : entre 390 nm et 460 nm : celle-ci est assez marquée dans les violettes.

3-la troisième absorption entre 560 nm et 640 nm (vert ; jaune-orangé-rouge) ; dont un pic à 600 nm : comme observé (à 599 ou 600 nm) sur la plupart des échantillons dits teintés (tels que : FTG17, FTG19, FTG20, mais aussi FTG01, FTG03, FTG05, LFG06, FTG07, LFG08) ainsi que sur les échantillons de couleur naturelle, FTG12 présente aussi un pic à 600 nm. (Seul FTG15 ne semble pas présenter ce pic à 599 ou 600 nm).

Une absorption dans cette zone peut donner du rosé.

4-on peut remarquer trois absorptions nettes à : 498 nm, 515-516 nm, et 533 nm (dans le vert).

Quant aux transmissions observées sur le spectre FTG12 :

Une bande de 460 à 516-520 nm environ à laquelle s'ajoute la bande 530-550 nm (dans les bleus et verts).

Transmission au-delà de 680 nm dans le PIR (proche-infra-rouge). Ainsi les transmissions dans les bleus et dans le proche-I-R ont, à priori, pour conséquence de faire exprimer une couleur rose-violacée.

Pour FTG12, malgré une allure générale du spectre en faveur d'une couleur grise, ses bandes de transmissions (couvrant la zone de 460 à 550 nm) peuvent donner à cette perle une couleur physique moins grise : couleur rose-violacé observable.

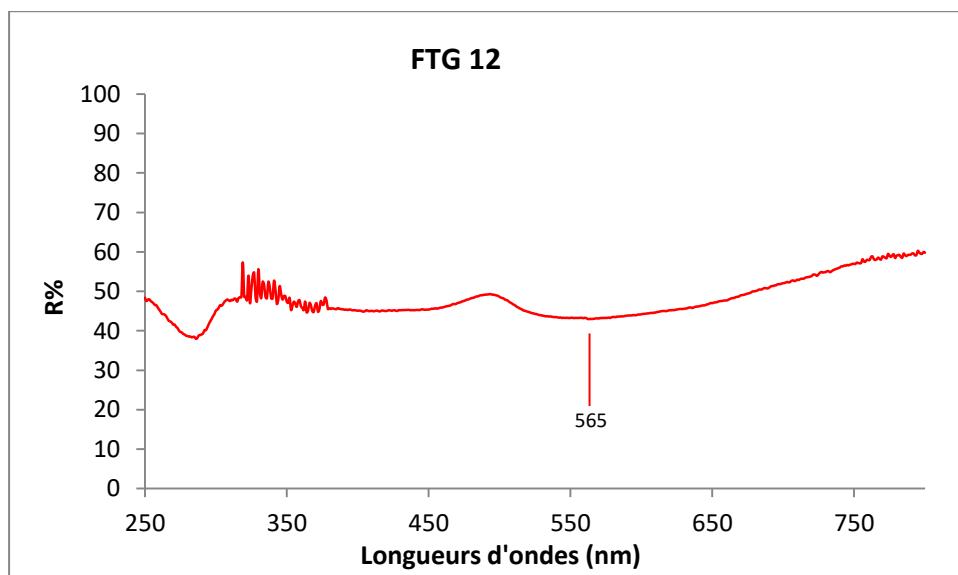


Figure 14a : observation d'une divergence entre la couleur spectrale et la couleur physique apparente : bande de transmission (460-550 nm) non attendue (seconde mesure du spectre de l'échantillon FTG12).

En ce qui concerne FTG12 : transmissions :

- zone de 460 nm à 520 nm et jusque 550 nm
- à partir de 670 nm : dans le bleu, le vert, le rouge.

En l'occurrence, il n'est pas exclu qu'il faille prendre en compte l'expression des couleurs d'interférences ou irisations à la surface de la perle.

Figure 16a [FTG13]

La transmission non attendue dans la zone 520-590 nm (vert-jaune) plutôt que dans les bleus (pour cette perle de couleur apparente rose clair) a initié une seconde mesure de FTG13 (en un autre point de la perle), que nous avons appelé FTG13'.

Ci-dessous la figure 16a regroupe les deux courbes issues de deux mesures en des points différents de la perle FTG13 pour les comparer. Ceci pour écarter le risque d'une erreur de mesure dans le premier spectre.

Les deux mesures de la perle FTG13 et FTG13' de couleur rose clair avec une couleur secondaire pourpre montrent toutes deux cette transmission dans les vert-jaunes. FTG13' s'est révélée comparable à la première mesure FTG13.

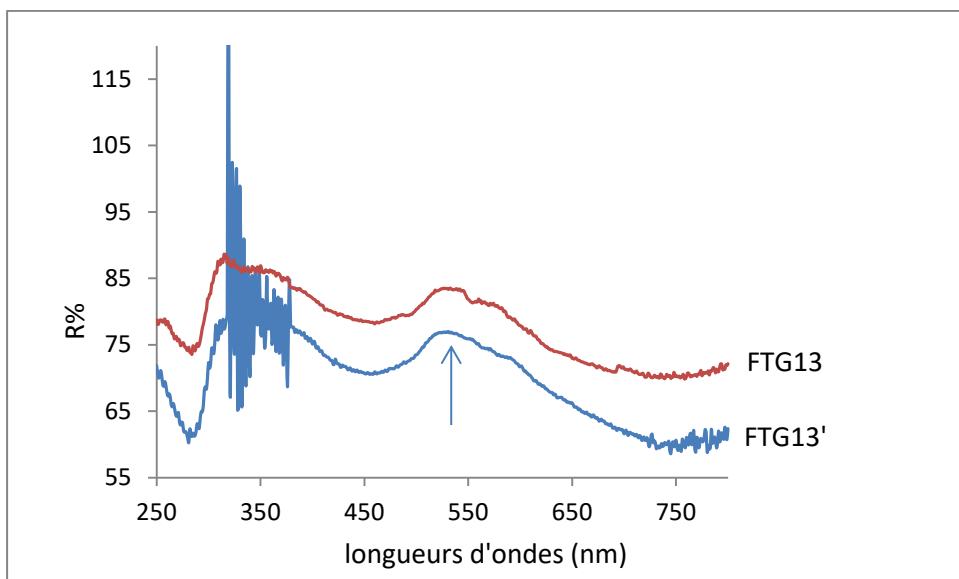


Figure 16a: observation d'une divergence entre la couleur spectrale et la couleur physique apparente [FTG13] : bande de transmission non attendue de FTG13 (seconde mesure du spectre : courbe FTG13').

Par contre, ces mesures, qui montrent que la couleur (en l'occurrence d'une perle non teintée) intègre des absorptions signalant les pigments présents qui produisent la couleur dans la masse (couleur apparente), semblent nous suggérer qu'elles intègrent, via les fenêtres de transmissions, la signature de couleurs secondaires qui apparaissent par d'autres phénomènes physiques : tels que les interférences.

Les pics d'absorption à remarquer dans l'échantillon FTG13 sont les suivants :

-absorption dans les UV à 280-290 nm, d'intensité notable, avec un profil bien formé (« en cuvette »).

-absorption dans les bleus : dès 390 nm jusque 490- 498 nm. L'aspect pourpre peut être dû à cette absorption que l'on voit s'amorcer dans le violet) et qui se poursuit dans le bleu et jusqu'environ 500 nm.

(note : 498 nm (ou 499 nm) est une absorption commune à tous nos échantillons de cette sélection de 21 perles de culture d'eau douce).

-un pic d'absorption (entre 550 nm et 570 nm (dans le vert) malgré une transmission qui l'englobe.

-transmission dans le vert et jaune, entre 520 et 590 nm. En regard de la couleur apparente plutôt rose, on n'attend pas une telle transmission dans cette zone.

-Les petites fenêtres de **transmission vers 580 nm, puis vers 700 nm**, soit du jaune au rouge, peuvent avoir un rôle dans la teinte « violacée » ou « pourpre » (comme cité dans la thèse de doctorat de S. Karampelas, 2008, en p.13 pour le cas SK87).

-après 590 nm : on entre dans une absorption continue, qui se prolonge dans les proches I.R et dont l'intensité se situe à 70% de réflectance). L'intensité des absorptions est relative au regard de l'échelle de réflectance (R%).

Il s'agit d'une perle claire, couleur rose, avec une couleur secondaire « pourpre clair ».

Figure 17a [FTG19]

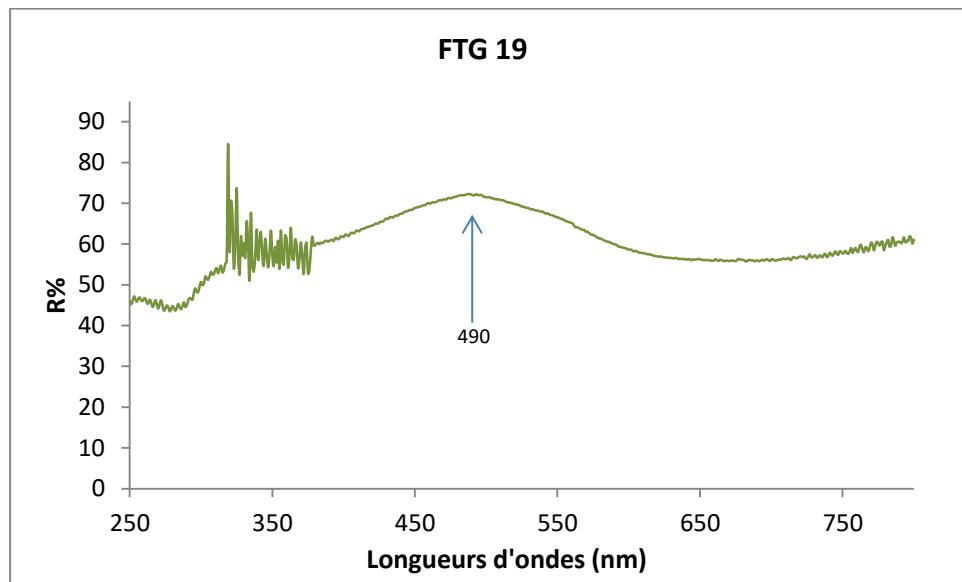


Figure 17a : mise en évidence d'une divergence entre le spectre la couleur physique (apparente) : seconde mesure du spectre pour FTG19 pour contrôle du profil de la courbe.

Figure 23 [FTG21]

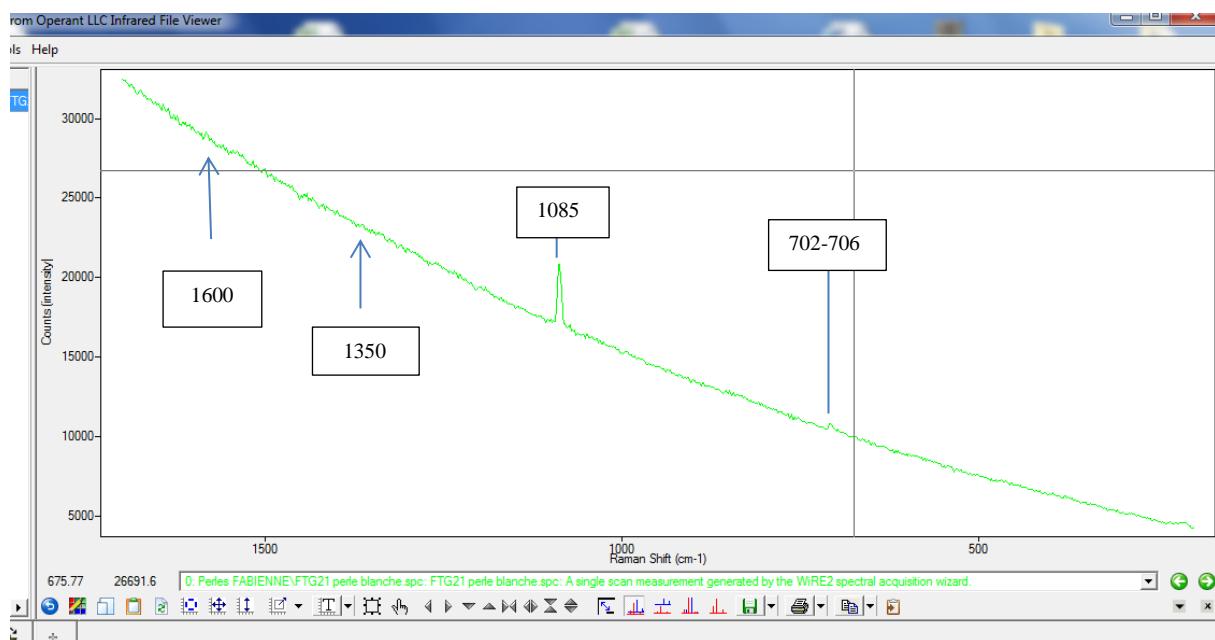


Figure 23 : spectre Raman d'une perle blanche : l'échantillon FTG21

Spectre en Raman FTG21

Indication des pics de l'aragonite en 702, 706 et 1085 cm⁻¹

Indication des pics du carbone en 1350 cm⁻¹ et 1600 cm⁻¹ : nous n'observons pas de pics significatifs marquants le carbone. L'absence de pics qui devraient être plus prononcés, est habituellement la signature de carbone désordonné : caractéristique dans le cas où la perle a subi un traitement.

MODE D'UTILISATION

PERKIN ELMER Lambda 1050
150mm In Ga As Int. Sphere

Université de NANTES, Institut des Matériaux.

XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Le Spectromètre UV-Vis-PIR Perkin Elmer est composé d'un bloc où l'on insère un module correspondant au type d'analyses que l'on veut conduire.

Le module concerné est celui qui permet d'analyser en : transmission (transmittance), ou en réflexion diffuse ou réflexion spéculaire (réflectance).

Dénomination du module : Perkin Elmer 150mm In Ga As Int. Sphere.

Ce module est composé d'un compartiment que le rayon lumineux traverse pour atteindre et pénétrer dans la « sphère intégrante ». Celle-ci récupère toutes les réflexions (diffuses), et les transfère vers le détecteur.

Cet appareil travaille sur la fourchette de longueurs d'ondes suivante : de 200 nm à 2500 nm. L'interrupteur de mise en route du spectromètre est situé sur le dessus du bloc principal cité ci-dessus. Recommandation : bien vérifier que ce soit le bon module qui est installé, sinon, remplacer le module, ceci avant de mettre en route le spectromètre.

Le logiciel utilisé pour réaliser les tests est : L 950

I) DEMARCHEES DE MISE EN ROUTE AVANT ANALYSES:

a) on allume l'ordinateur

-aller sur Poste de W :

utilisateur gemmo
code : guest
public : sur : idefine
gemmo : DUgemmo

-Aller sur le Bureau :

L 950 INIT CT
ouvrir (cliquer sur l'icône)
Mask Test
Form 1:
Cliquer sur : **Initialisation**

C'est à ce moment là que :

b) on allume le spectromètre

on patiente

Quand « ready, ready» s'affiche,
Cliquer sur : STOP + QUITTER

-Retourner sur le Bureau:

Perkin Elmer UV Win lab
ouvrir (cliquer sur l'icône)
Name: « Administrator » « ok »

-Aller dans :

Répertoire UV Winlab Explorer
(le logiciel a son propre explorer :
« methods »- paramètres à enregistrer pour les mesures- et
« tasks »)

- cliquer sur :

Répertoire gemmo
method name : **choix à faire** entre:
“Reflectance Gemmo”
“transmission gemmo”
“transmission jade”
-cliquer sur “reflectance gemmo”

Affichage à l'écran:

schéma sur écran du fonctionnement **du spectromètre** (en réflectance):



Shéma de fonctionnement du spectromètre en UV-Vis-proche IR, en réflectance.

II) MESURES DE REGLAGE:

CHOIX DES PARAMETRES DE MESURES :

a) ALLER dans « accessory » :

se trouve dans le menu qui accompagne le schéma du spectromètre (à gauche du schéma sur l'écran)

REmplir :

réflexion spéculaire

transmission

En réflexion diffuse : **rien à cocher**

Dans « correction »

COCHER choix pour la ligne de base : « baseline correction »

Alwais at task start

Ref 100% (la lumière sera totalement réfléchie pour l'échantillon teflon blanc (le « baseline ») par exemple)

Ref 0% (rien n'est réfléchi, le détecteur ne reçoit rien)

« Internal attenuator »

Dans : rubrique « format de graphe » :

b) ALLER dans « DATA COLLECTION »: « collecting correction » s'affiche à l'écran:

Choisir “niveau” de réflectance :

R% : CBM 100% (correspond à la hauteur de la fente)

Lampe change: 320 nm (déterminé automatiquement)

Method settings remplir selon critères retenus pour notre analyse:

From: 800 nm to 250 nm

Data internal: 1nm

Scan speed: 110,11 nm/mn (calculé par le logiciel)

Slits:

PMT: fixed: 4 nm (largeur de la bande passante)
InGaAs: “servo” néant (autoréglage)

Detectors setting:

PMT gain néant (auto-régulation)

PMT response 0,52 s

In Ga As 12

In Ga As response 0,52 s

c) ALLER dans « out put » : se trouve dans le menu à gauche (du schéma du spectromètre

Cliquer sur « data export » : vérifier où les données sont enregistrées.

Cliquer sur « set up/out put file » : utilisateur : « gemmo »

Cliquer sur « ok »

III) LANCER L'ANALYSE DU TEST: le « baseline » (le blanc) : disque teflon « certified reflectance standard » (Labsphère®)

Positionner l'objet dans le porte-échantillon – chambre noire.
Fermeture aimantée.



Le spectromètre, le module « sphère intégrante » et la « chambre noire » extérieure porte-échantillon.

a) Dans le menu de gauche, « folder list » est ouvert:

Cliquer sur Graphs lancer l'analyse :
Cliquer sur « START » (flèche dans barre des tâches)

Le programme affiche : « graphs »

L'analyse sera effectuée en « collecting » 100% T, puis se fait en « collecting » 0% T

S'affichent dans la barre au-dessus du graphe :

A gauche :

au centre : à droite :

Successivement,

Ldle; Setting up; scanning; collecting: en 100%:
: en 0%:

800 nm %R slit width: 4 nm
800 nm %R slit width : 4 nm

b) Quand terminé :

cliquer sur le bouton « stop » (dans la barre de choix au-dessus du graphe).

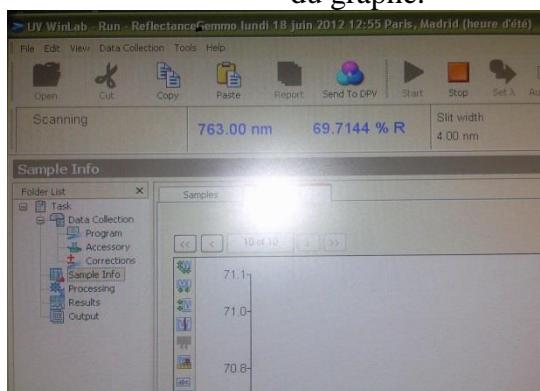


Photo écran : boutons de la barre de travail

IV) ANALYSE(S) ECHANTILLON(S) :

Choisir un « réducteur » pour sphère réflectance avec diamètre adapté à l'échantillon.
Y fixer l'échantillon à analyser (s'aider de pâte rodico par exemple)

Placer l'ensemble dans le porte-échantillon - chambre noire. Fermer le compartiment.
 Note : il est conseillé de refaire un « baseline » à chaque fois que l'on change de réducteur. Pour ce faire, cliquer sur le bouton « autozéro ».



Divers diamètres de réducteurs



Echantillon et réducteur mis en place

a) CHOIX DES NOUVEAUX PARAMETRES DE MESURE:

rubrique « format de graphe » :

note: si il n'y a aucun paramètre à changer par rapport à la « baseline » réalisée, pas besoin de retourner sur la « data collection ». Sinon, y faire les modifications nécessaires.

DATA COLLECTION:

COLLECTING CORRECTION
 Choisir « niveau » de réflectance
 R% : CBM 100%

Attenuators : ne le modifier que si il y a une trop grande réflectance, pour atténuer l'intensité du rayon lumineux arrivant sur l'échantillon.

DETECTOR SETTINGS:

slits PMT fixed: 4 (nm)

In Ga As 12

In Ga As response 0,52 (ici nous avons mis la même

valeur que pour le temps de réponse (PMT), mais peu importe la valeur indiquée, le logiciel n'utilisant pas cette fonction dans notre analyse)

PMT gain néant

PMT response 0,52

METHOD SETTINGS: largeur de spectre choisie:

spectre 800 à 250 nm

data internal 1.00 nm

cycles 1 sec

LAMP CHANGE : le **logiciel** nous **indique** qu'il y aura un **changement de lampe à 319,20 nm**.

b) LANCER L'ANALYSE DES ECHANTILLONS :

aller dans la « folder list » :

aller sur

Sample info

cliquer sur

Samples :

NOMMER L'ECHANTILLON

cliquer sur

Graphs :

lancer l'analyse :

Cliquer sur « START »(flèche dans barre de choix)

le programme affiche : « graphs »

le graphe se construit.

-mode d'emploi de la barre de choix au dessus du graphe :

Start	Stop	Set λ	Auto zéro	Align
-------	------	---------------	-----------	-------

Start: pour démarrer l'enregistrement du spectre

Stop : cliquer à la fin de l'enregistrement du spectre ;

Ne pas cliquer sur stop quand le spectre est en cours de réalisation (les moteurs du spectro sont en plein fonctionnement)

Set λ : Lumière à longueur d'onde fixe

Autozero : pour forcer à refaire une ligne de base

Align : lumière blanche pour voir le trajet lumineux jusque sur l'objet à analyser (pour vérifier que l'objet est bien ciblé pour l'analyse au spectromètre).

Faire systématiquement un « align »

Vérifier alors l'alignement du rayon lumineux dans la « sphère » (en ouvrant le capuchon hermétique).

Cliquer 1 fois : activation du rayon de lumière blanche.

Cliquer 2 fois : rayon désactivé.



Test faisceau sur échantillon.

c) COMMENTAIRE : pour notre analyse, divers essais ont été effectués:

-changements de réducteurs pour les échantillons (réducteurs de diamètres différents) :
Finalement, nous avons choisi de travailler avec un réducteur de même diamètre pour tous les échantillons, et de pratiquer un alignement sur chaque échantillon avant prise de spectre.
-installation « d'optiques ».

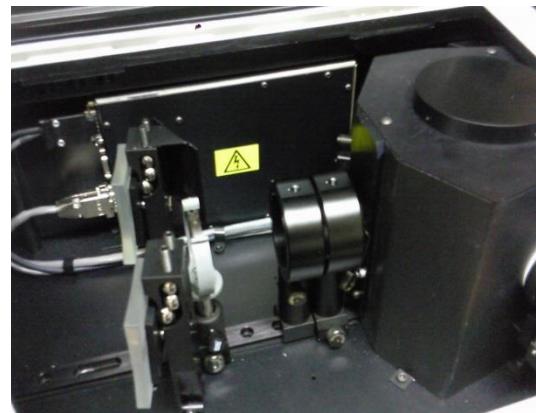
En premier lieu, nous avons constaté que les premières mesures effectuées sur les échantillons-perles et quel que soit leur couleur, donnaient des spectres exprimant une couleur blanche et situés en haut de l'échelle des réflectances, dans les alentours des valeurs des 100%. En effet, une grande partie du faisceau lumineux, qui n'était pas focalisé (en tous les cas, pas suffisamment), arrivait sur le réducteur en téflon et c'est la réflexion de la lumière sur cette surface très blanche que le spectromètre enregistrait.

Le signal de réflexion provenant de la perle était en grande partie masqué.
L'ingénieur chargé du *Perkin Elmer In Ga As Int Sphere* nous a proposé d'installer des optiques. Le choix s'est fait sur : un iris, et deux lentilles convergentes afin de focaliser le faisceau et que celui-ci ne touche uniquement que la surface de l'échantillon (perle).

Cette installation a permis que le signal recueilli provienne uniquement de la réflexion de la perle.



Optique installé : iris



Vues sur l'intérieur du module : 1 iris, 2 lentilles, la « sphère » (bloc noir de droite avec couvercle).



(prise de vue par le haut)

V) POUR FERMER LA PAGE des analyses:

FERMETURE (cocher dans case) : X
SAVE (les analyses vont être sauvegardées)

VI) méthode pour ENREGISTRER LES SPECTRES réalisés :

ALLER sur :

C : utilisateurs
- gemmo : voir dossier du jour (cf dates indiquées) et échantillons nommés.
- Enregistrer sur clé usb.

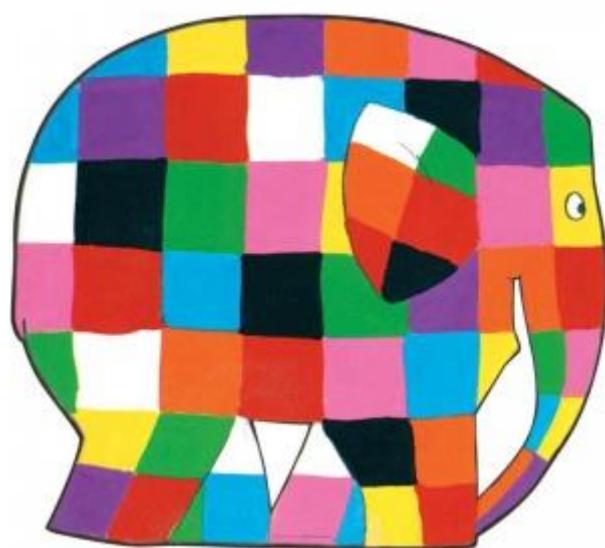
Note : l'opération V) peut être faite avant la VI) et inversement.

Fin des analyses

Page : 8^{ème}/8

Mode d'emploi Spectromètre Perkin Elmer Lambda 1050
FTG (2015)

Clin d'œil sur la couleur...



... Elmer

(« Elmer, l'éléphant multicolore » ; ludibulle.com)
(David McKee.(1995). Ed. Kaléidoscope)