



Gemmologie de laboratoire

LE CHAUFFAGE DES ZIRCONS : UNE EXPÉRIENCE CULINAIRE SUR UN LOT DE ZIRCONS BRUNS

Boris Chauviré¹ & Thierry Pradat²

n° DOI en cours d'acquisition

Abstract

HEATING ZIRCONS: A CULINARY EXPERIMENT ON A BATCH OF BROWN ZIRCONS

- This study examines the effects of heat treatment applied to brown zircons using a simple and readily accessible furnace, conducting tests at various temperatures, durations, and atmospheres (oxidizing or reducing). The results confirm that zircons begin to lose their color at 325 °C and become colorless above 450 °C, but they also reveal that heating durations, often overlooked in studies on heat treatment, play a role: in this case, discoloration starts at 475 °C for shorter durations. The experiment demonstrates that it is possible to permanently alter the hue and brightness of zircons, transforming them from dark brown to vibrant shades such as orange-pink or colorless, using basic equipment.

Résumé

Cette étude examine les effets du traitement thermique appliqué à des zircons bruns, à l'aide d'un four simple et facilement accessible, en effectuant des tests à différentes températures, durées et atmosphères (oxydante ou réductrice). Les résultats confirment que les zircons se décolorent dès 325 °C et deviennent incolores au-delà de 450 °C, mais révèlent que les durées de chauffage, souvent absentes des études sur le traitement thermique, jouent un rôle : ici, la décoloration commence à 475 °C pour des durées courtes. L'expérience montre qu'il est possible de modifier durablement la teinte et la luminosité des zircons, passant de brun foncé à des teintes éclatantes comme l'orange-rosé ou l'incolore, avec un équipement simple.

¹ GeoGems, Nantes, France.

² Gems-Plus, Bourg-la-Reine, Île-de-France, France.

Image d'illustration de l'article : Lot de zircons acheté par l'un des auteurs en 2022. Photo : Th. Pradat.

Header image: Batch of zircons purchased by one of the authors in 2022. Photo: Th. Pradat.

INTRODUCTION

Le zircon, un silicate de zirconium [$ZrSiO_4$] appartenant au système cristallin quadratique, est un minéral accessoire précieux en géologie, notamment pour la datation des processus. En outre, il possède des propriétés, en tant que gemme, qui le rendent esthétique et apprécié en bijouterie, avec un éclat pouvant aller jusqu'à adamantin, une relativement bonne dureté (entre 6,5 et 7,5 ; hormis l'égrisement assez rapide des arêtes des pierres facettées) et des teintes variées. Une classification des zircons a été proposée en deux principales séries : une série « jaune » et une série « rouge-brun » (Gastil *et al.*, 1967 ; Garver & Kamp, 2002 ; Klinger *et al.*, 2012 ; Kempe *et al.*, 2016). Elles se distinguent bien sûr par leur teinte, et donc par leurs absorptions spécifiques dans le spectre visible (Kempe *et al.*, 2016). Les causes de coloration du zircon sont encore soumises à débat (voir la revue complète dans Kempe *et al.*, 2016), même si certaines absorptions chromogènes sont identifiées ; le centre Y^{3+} , par exemple, peut être considéré comme étant une des causes de la teinte rouge des zircons, comme cela a été présenté par plusieurs auteurs et démontré (Klinger *et al.*, 2012).

Il reste toutefois communément accepté dans la communauté gemmologique qu'une forte saturation de teinte chez les zircons - notamment vert et brun - serait liée à un degré de métamictisation plus élevé. Pour rappel, cette dernière est la destruction graduelle de la structure cristalline pouvant conduire à un minéral totalement amorphe, sous l'action des éléments radioactifs qu'il contient, i.e. uranium et thorium, ou de son environnement (Hamberg, 1914 ; Holland & Gottfried, 1955). Cependant, peu d'articles scientifiques ont démontré cette hypothèse et des études récentes tendent à montrer le contraire (Kempe *et al.*, 2010 ; Klinger *et al.*, 2012 ; Wittwer *et al.*, 2013), sans remettre en cause son impact sur d'autres propriétés comme la baisse de la masse spécifique ou la perte progressive, mais pouvant être totale, de biréfringence (Chakoumakos *et al.*, 1987 ; Murakami *et al.*, 1991 ; Gao & Heide, 2021).

Le bleu est aujourd'hui l'une des teintes des zircons la plus appréciée. Même si cette couleur est très majoritairement induite par un traitement par chauffage pour les gemmes facettées, une origine naturelle n'a jamais pu être exclue avec certitude, mais jamais observée dans le cas de gemmes taillées (Deer *et al.*, 1983 ; Faulkner & Shigley, 1989 ; Wittwer *et al.*, 2013 ; Kempe *et al.*, 2016 ; Zeug *et al.*, 2018). Les effets de la température sur la teinte des zircons ont été bien étudiés (Fielding, 1970 ; Vance & Anderson, 1972 ; Wang *et al.*, 2006 ; Laithummanoon & Wongkokua, 2013 ; Satitkune *et al.*, 2013 ; Zeug *et al.*, 2018 ; Rifkhan *et al.*, 2021 ; Xiao & Guo, 2024) et constituent même une indication permettant de reconstruire l'histoire géologique (gradients thermiques) de certains massifs rocheux (Gastil *et al.*, 1967 ; Garver & Kamp, 2002).

Selon les expériences de laboratoire, le zircon ne subit pas de changement de teinte si le chauffage est inférieur à 325 °C, et pas de décoloration complète avant 450 °C, sans indication de la durée de chauffe appliquée (Gastil *et al.*, 1967).

La majorité des études s'intéresse aux zircons de la série « rouge-brun » et en déduisent que (i) la teinte jaune peut s'obtenir par chauffage vers 500-600 °C pendant 90 minutes sans que le type d'atmosphère - oxydante ou réductrice - soit important (Rifkhan *et al.*, 2021), (ii) la teinte bleue serait obtenue par un chauffage en atmosphère réductrice à 900-1100 °C pour une heure minimum (Laithummanoon & Wongkokua, 2013 ; Satitkune *et al.*, 2013 ; Wittwer *et al.*, 2013 ; Huong *et al.*, 2016 ; Zeug *et al.*, 2018).

Toutefois, tous les zircons chauffés à ces températures et en atmosphère réductrice ne vont pas devenir bleus. Certaines provenances sont connues pour fournir des zircons bleus une fois chauffés, notamment celle de la province cambodgienne du Ratanakiri, ou de la région du bloc Kon Tum dans le Sud du Vietnam (Faulkner & Shigley, 1989 ; Wittwer *et al.*, 2013 ; Huong *et al.*, 2016 ; Zeug *et al.*, 2018).

Le but de cette étude est d'expérimenter le chauffage du zircon, à partir d'un lot important à l'aide d'un simple four disponible dans le commerce, à différentes températures, durées de chauffe et types d'atmosphère, oxydante ou réductrice. Cette expérience montre aussi qu'avec un appareillage "simple", il est possible d'étudier des sujets gemmologiques pouvant être soumis à débat.

MATÉRIAUX ET MÉTHODES

Échantillons

Plus de 900 carats de zircons facettés - dont une partie est montrée en Figure 1 - ont été acquis par l'un des auteurs (TP) en Asie. Leur teinte naturelle est brun foncé, leurs dimensions sont comprises entre 6 et 10 mm de longueur, ils sont de formes diverses, ovale, trillion, marquise, rond et poire, pour une masse unitaire comprise entre 0,80 et 1,80 carat. En très grande majorité, ce lot appartient à la série « rouge-brun ». À l'achat, le fournisseur a indiqué une provenance « Afrique », sans autre précision. Tous sont transparents et sans inclusions. Le doublage des arêtes, exprimant la forte biréfringence, est bien visible à la loupe, indiquant des zircons dits hauts (n'ayant pas subi de métamictisation). Comme attendu, l'indice de réfraction (n) est au-delà de la limite du liquide faisant office de joint optique lors



Figure 1 : Lot de zircons acheté par l'un des auteurs en 2022. Photo : Th. Pradat.

Figure 1: Batch of zircons purchased by one of the authors in 2022. Photo: Th. Pradat.

de l'utilisation du réfractomètre (diiodométhane enrichi en soufre). Leur masse spécifique est comprise entre 4,64 et 4,68 (mesurée à l'aide d'une balance hydrostatique Mettler Toledo JB703-C/FACT) et ils ne présentent aucune réaction aux UV (UV longs et courts, respectivement 365 nm et 254 nm).

ATMOSPHERE	TEMPÉRATURE (°C)	TEMPS (MIN)
Oxydante	300	25
	350	5
	400	15
	450	15
	450	10
	465	15
	475	15
	500	15
	600	15
	700	65
	1050	125
Réductrice	475	45
	500	45
	550	20
	600	45
	700	20
	900	45

Tableau 1 : Conditions de chauffage pour les lots de zircons, selon le type d'atmosphère utilisée.

Table 1: Heating conditions for zircon batches, according to the type of atmosphere used.

RÉSULTATS

Tous les échantillons dont un changement est observé présentent soit un éclaircissement depuis le brun jusqu'à l'incolore, soit un changement de teinte depuis le brun jusqu'au brun-cuivré ou orange-cuivré, soit l'apparition de fractures au-delà d'une certaine température et d'une certaine durée de chauffage (900 °C pendant 45 minutes en atmosphère réductrice, et 700 °C pendant 65 minutes).

Aucun échantillon n'a pris de coloration bleue mais tous deviennent incolores au-delà d'une température de 600-700 °C environ, tant en atmosphère oxydante que réductrice.

Atmosphère réductrice

En atmosphère réductrice, tous les zircons montrent une décoloration dès 475 °C (45 minutes), et une décoloration complète dès 600 °C (45 minutes). Des fractures étaient présentes dans tous les échantillons chauffés à 900 °C (45 minutes).

Atmosphère oxydante

En atmosphère oxydante, aucune décoloration n'est visible avant 400 °C et 15 minutes de chauffage. La décoloration est totale (incolore) au-delà de 700 °C et 65 minutes de chauffage (voir Tableau 3). Seuls deux échantillons ne montrent aucune décoloration (voir Discussion). Il est à noter que des fractures sont apparues dans les échantillons chauffés dès 700 °C et encore plus à 1050 °C.

ATMOSPHÈRE	TEMPÉRATURE TEMPS	AVANT TRAITEMENT	APRÈS TRAITEMENT
Réductrice	475 °C 45 min		
Réductrice	500 °C 45 min		
Réductrice	550 °C 20 min		
Réductrice	600 °C 45 min		
Réductrice	700 °C 20 min		
Réductrice	900 °C 45 min		

Tableau 2 : Effet du chauffage de zircons en atmosphère réductrice. Les photos ont subi un détourage pour mieux observer les gemmes.

Table 2: Effect of heating zircons in a reducing atmosphere. The photos have been cropped to better observe the gemstones.

ATMOSPHÈRE	TEMPÉRATURE TEMPS	APRÈS TRAITEMENT
Oxydante	300 °C 25 min	
Oxydante	350 °C 5 min	
Oxydante	400 °C 15 min	
Oxydante	450 °C 15 min	
Oxydante	450 °C 10 min	
Oxydante	465 °C 15 min	
Oxydante	475 °C 15 min	
Oxydante	500 °C 15 min	
Oxydante	600 °C 15 min	
Oxydante	700 °C 65 min	
Oxydante	1050 °C 125 min	

DISCUSSION

Intrus dans l'expérience

Dans les expériences de chauffage en atmosphère oxydante, deux échantillons ne présentent aucune décoloration ; un lors de l'expérience à 700° C (65 minutes) et un second pour l'expérience à 1050 °C (125 minutes). Les analyses à la suite de ces expériences montrent que le premier était en fait un grenat almandin, et le second un spinelle. Ces deux intrus ont été identifiés grâce aux méthodes de gemmologie classique comprenant le polariscope, une réaction à l'aimant, la masse spécifique et le réfractomètre.

Effet du chauffage

Ces expériences sont en concordance avec ce qui était connu des expériences antérieures : les zircons se décolorent à partir de 325 °C et deviennent totalement incolores au-delà de 450 °C (Gastil *et al.*, 1967 ; Rifkhan *et al.*, 2021). Toutefois, un paramètre important n'a pas été précisé dans les expériences décrites par ces mêmes auteurs : il s'agit de la durée de chauffage. Cela peut expliquer que les expériences présentées ici ne montrent pas de décoloration avant 475 °C car la durée de chauffage a été plutôt brève, quelques dizaines de minutes seulement. En effet, sans avoir une bonne estimation des paramètres thermodynamiques régissant la décoloration, il est difficile de faire une comparaison entre les expériences sans avoir accès aux paramètres température, durée et atmosphère.

CONCLUSION

Les présentes expériences ont démontré qu'il est possible et facile de modifier la teinte des zircons à l'aide d'un petit four peu onéreux avec gestion numérique de la température, de la durée de chauffage et du type d'atmosphère, couramment disponible dans le commerce. Les zircons étudiés dans cette étude sont passés du brun foncé ou du brun-orangé au brun cuivré, orange-rosé, beige-rosé ou à incolore, et ceci de manière durable et permanente. Les teintes ainsi obtenues sont plus éclatantes et agréables à l'œil, notamment dans le cadre d'une utilisation en bijouterie-joaillerie. Afin de mieux contraindre les effets du chauffage, et de prendre en compte tous les paramètres en jeu (température, durée et atmosphère), une étude plus poussée, avec l'appui d'analyses spectroscopiques (notamment UV-Visible) permettrait une vision quantitative et approfondie du processus de traitement thermique.

BIBLIOGRAPHIE

- Chakoumakos B.C., Murakami T., Lumpkin G.R., Ewing R.C. (1987)** Alpha-decay-induced fracturing in zircon: The transition from the crystalline to the metamict state. *Science*, 236, 1556–1559, doi:10.1126/science.236.4808.1556.
- Deer W.A., Howie R.A., Zussman J. (1983)** Rock Forming Minerals: Vol. 1A (Second edition). *Geological Journal*, 18, 277–278, doi:10.1002/gj.3350180308.
- Faulkner M., Shigley T.E. (1989)** Zircon from the Harts Range, Northern Territory, Australia. *Gems & Gemology*, 25, 207–215, doi:10.5741/GEMS.25.4.207.
- Fielding P.E. (1970)** The distribution of uranium, rare earths, and color centers in a crystal of natural zircon. *American Mineralogist*, 55, 428–440.
- Gao S., Heide G. (2021)** Influence of metamictization on the gemological properties of natural zircon: A Raman spectroscopic study of zircons in the gemological collection of Abraham Gottlob Werner. *Journal of Raman Spectroscopy*, 52(1) 71–77, doi:10.1002/jrs.6041.
- Garver J.I., Kamp P.J.J. (2002)** Integration of zircon color and zircon fission-track zonation patterns in orogenic belts: Application to the Southern Alps, New Zealand. *Tectonophysics*, 349(1–4) 203–219, doi:10.1016/S0040-1951(02)00054-9.
- Gastil R.G., Delisle M., Morgan J.R. (1967)** Some effects of progressive metamorphism on zircons. *Bulletin of the Geological Society of America*, 78(7) 879–905, doi:10.1130/0016-7606(1967)78[879:SEOPMO]2.0.CO;2.
- Hamberg A. (1913)** Die radioaktiven Substanzen und die geologische Forschung. *Geologiska Föreningen i Stockholm Förhandlingar*, 36(1) 31–96, doi:10.1080/11035891309449550.
- Holland H.D., Gottfried D. (1955)** The effect of nuclear radiation on the structure of zircon. *Acta Crystallographica*, 8(6) 291–300, doi:10.1107/s0365110x55000947.
- Huong L.T.T., Vuong B.S., Thuyet N.T.M., Khoi N.N., Satitkune S., Wanthanachaisaeng B., Hofmeister W., Häger T., Hauzenberger C. (2016)** Geology, gemmological properties and preliminary heat treatment of gem-quality zircon from the central highlands of Vietnam. *The Journal of Gemmology*, 35(4) 308–318, doi:10.15506/JoG.2016.35.4.308.
- Kempe U., Thomas S.M., Geipel G., Thomas R., Plötze M., Böttcher R., Grambole G., Hoentsch J., Trinkler M. (2010)** Optical absorption, luminescence, and electron paramagnetic resonance (EPR) spectroscopy of crystalline to metamict zircon: Evidence for formation of uranyl, manganese, and other optically active centers. *American Mineralogist*, 95(2–3) 335–347, doi:10.2138/am.2010.3248.
- Kempe U., Trinkler M., Pöpl A., Himcinschi C. (2016)** Coloration of natural zircon. *Canadian Mineralogist*, 54(3) 635–660, doi:10.3749/canmin.1500093.
- Klinger M., Kempe U., Pöpl A., Böttcher R., Trinkler M. (2012)** Paramagnetic hole centres in natural zircon and zircon colouration. *European Journal of Mineralogy*, 24(6) 1005–1016, doi:10.1127/0935-1221/2012/0024-2236.
- Laithummanoon T., Wongkokua W. (2013)** Effect of heat treatment on color of natural zircon. *The Journal of KMUTNB.*, 23(2) 261–267.
- Murakami T., Chakoumakos B.C., Ewing R.C., Lumpkin G.R., Weber W.J. (1991)** Alpha-decay event damage in zircon. *American Mineralogist*, 76(9–10) 1510–1532.
- Rifkhan M.N.M., Jayasinghe R.M.N.P.K., Dharmaratne T.S., Chandrajith R., Malaviarachchi M.A.S.P.K. (2021)** Reddish-brown zircons of Sri Lanka: A detailed study and development of a new technique for yellow to golden yellow colour enhancement. *Journal of the Geological Society of Sri Lanka*, 22(2) 39–45, doi:10.4038/jgssl.v22i2.70.
- Satitkune S., Wanthanachaisaeng B., Won-in K., Wongkokua W., Chantararat P., Leelawattanasuk T., Wathanakul P. (2013)** Heat treatment of zircon samples from Kanchanaburi, Thailand and Ratanakiri, Cambodia. 33rd *International Gemmological Conference*, Hanoi, Vietnam (12–16 Oct), 158–160.
- Sun Y., Schmitt A.K., Häger T., Schneider M., Pappalardo L., Russo M. (2021)** Natural blue zircon from Vesuvius. *Mineralogy & Petrology*, 115(3) 21–36, doi:10.1007/s00710-020-00727-7.
- Vance E.R., Anderson B.W. (1972)** Study of metamict Ceylon zircons. *Mineralogical Magazine*, 38(297) 605–613, doi:10.1180/minmag.1972.038.297.09.
- Wang W., Scarratt K., Emmett J.L., Breeding C.M., Douthit T.R. (2006)** The effects of heat treatment on zircon inclusions in Madagascar sapphires. *Gems & Gemology*, 42(2) 134–150, doi:10.5741/GEMS.42.2.134.
- Wittwer A., Nasdala L., Wanthanachaisaeng B., Bunnag N., Skoda R., Balmer W.A., Giester G., Zeug M. (2013)** Mineralogical characterization of gem zircon from Ratanakiri, Cambodia. *Conference on Raman and Luminescence Spectroscopy in the Earth Sciences*, 2013, 115–116.
- Xiao Q., Guo Y. (2024)** The effect of heat treatment on zircon color and its enhancement mechanism. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 322, 124795, doi:10.1016/j.saa.2024.124795.
- Zeug M., Nasdala L., Wanthanachaisaeng B., Balmer W.A., Corfu F., Wildner M. (2018)** Blue zircon from Ratanakiri, Cambodia. *The Journal of Gemmology*, 36(2) 112–132, doi:10.15506/JoG.2018.36.2.112.