



Article [www.geminterest.com](http://www.geminterest.com) :  
Site Internet dédié à la gemmologie et à  
l'étude des pierres.

## Une méthode simple permettant la distinction entre des spinelles rouges naturels et des spinelles rouges synthétiques obtenus par dissolution anhydre.

J.-M. ARLABOSSE<sup>1</sup>\*, D. GRAVIER<sup>2</sup>.

### Introduction :

Le procédé de synthèse dit « par dissolution anhydre » ou « flux » appliqué à la fabrication de spinelles donne généralement de beaux cristaux très purs.

Leurs propriétés physiques comme par exemple l'indice de réfraction, le comportement au polariscope ou la densité, sont très semblables à celles de leurs contreparties naturelles (tableau I).

Une étude minutieuse des inclusions, quand elles sont présentes, pourra permettre de distinguer la synthèse du naturel.

Cependant la distinction sera extrêmement plus délicate en présence de pierres pures (img2).



*Img 1 : Cristaux de spinelles rouges. En haut à droite, spinelle synthétique obtenu par dissolution anhydre « flux ». Les trois autres cristaux sont des spinelles naturels du Myanmar (ex Birmanie).*



*Img 2 : Lot de spinelles rouge-rosé naturels de Tanzanie, ne présentant aucune inclusion caractéristique. Photo DG*


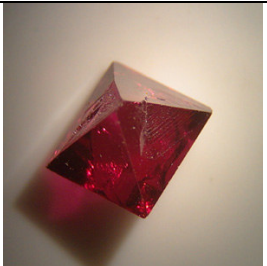
Observations / Mesures		Spinnelle rouge naturel	Spinnelle rouge synthétique « flux »
Exemple de Couleur / Cristaux			
Indice de réfraction		1.710 à 1.735 [2], 1.719 [3], 1.718 [mesuré 8 échantillons]	1.716 à 1.722 [2], 1.719 [mesuré 1 échantillon]
Comportement au polariscope		Isotrope : Possibilité d'une biréfringence anormale faible à moyenne [2]	Isotrope : Possibilité d'une biréfringence anormale faible à moyenne [2]
Densité		3.57 à 3.70 [2], 3.55 à 3.63 [3], 3.56 à 3.63 [mesuré 14 échantillons]	3.58 à 3.63 [2], 3.54 [mesuré 1 échantillon]
Fluorescence	UVL	De forte à faible : rouge ou orange [2, observée].	Forte : Rouge, Rouge-pourpre à rouge légèrement orangé [2, observé].
	UVC	Nulle à faible : Même couleur que pour UVL (mais plus faible) [2].	De forte à faible : Même couleur que pour UVL (mais plus faible) [2]
Inclusions		Octaèdres isolés ou en « empreinte digitale », cristaux de pyrite, calcite, dolomite, apatite, cernes de tensions autour de cristaux, givres liquides assez peu fréquents (libelles/bulles rares) [2,3, observé]	Résidus de fondant « flux » isolés ou sous forme de réseaux, de voiles, « d'asticots », montrant souvent une bulle de retrait [observé]. Inclusions métalliques de platine ou d'iridium en plaquettes (venant très probablement du creuset utilisé pour leur fabrication). [2,3]

Tableau I : Comparatif des observations et mesures pouvant être faites sur des spinelles rouges naturels et des spinelles rouges synthétiques obtenus par dissolution anhydre « flux ».

#### Article antérieur :

##### a) Technique de laboratoire :

F. Notari et C. Grobon montrent dans leur article publié dans La Revue de Gemmologie AFG n° 147 [1] qu'une distinction entre les spinelles rouges naturels et leurs contreparties synthétiques peut être faite de façon diagnostique, par la « microscopie/spectrométrie » de luminescence du chrome III contenu dans ces gemmes. Cet article fait état de l'utilisation d'un appareil spécialement dédié à la mesure précise des raies d'émission (fluorescence) données par les spinelles

rouges (naturels ou synthétiques). Ces mesures peuvent être faites de façon routinière.

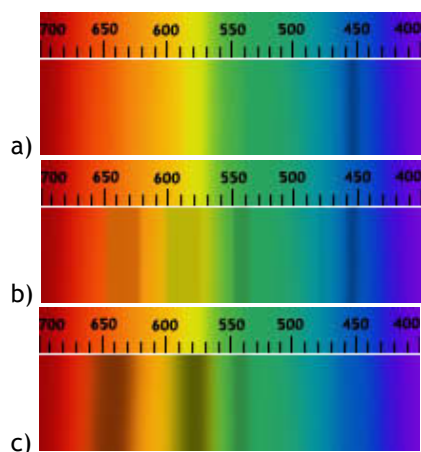
Il est à noter que cet appareil est doté d'une sensibilité très élevée et permet également l'analyse de spinelles 'non rouges' ne contenant que très peu de chrome III.

Le principe de base est le suivant: quand un spinelle rouge est éclairé par une source lumineuse bleue (excitatrice de longueur d'onde ~420 nm), il émet une fluorescence dans le rouge sous forme de bandes dont le nombre, la disposition et les intensités relatives sont révélateurs de la nature synthétique ou naturelle du spinelle ainsi étudié.

b) Technique de « bureau » :

- Les spectroscopes à main (prisme ou réseau diffractant) permettent d'observer les motifs spectraux absorbés et parfois émis par une pierre quand celle-ci est éclairée par une lumière blanche (excitatrice = lumière blanche couvrant la plage du visible de 400 à 700 nm).

Rappelons ici que le spectroscope à main est un outil très puissant pour faire la distinction entre les spinelles bleus naturels et les spinelles bleus synthétiques. Les spinelles naturels bleus, qu'ils montrent une intense couleur bleu roi due au cobalt ou une couleur bleu-vert un peu éteinte due au fer, montrent toujours au moins une ligne d'absorption dans le bleu, vers 450 nm. Cette ligne est due au Fer qui est absent des synthèses colorées au cobalt, qu'elles soient obtenues par fusion (Verneuil) ou par dissolution anhydre (img3).



Img 3 : Représentation de spectres d'absorptions typiques des spinelles bleus naturels et des spinelles bleus synthétiques.

a) Spinel naturel bleu-vert à bleu-gris coloré par le fer ;  
b) Spinel naturel bleu roi coloré par le cobalt ;  
c) Spinel synthétique bleu roi coloré par le cobalt (obtenu par fusion type Verneuil ou par dissolution anhydre).

-L'observation d'un spinelle rouge au spectroscope à main montre des bandes d'absorptions noires, mais aussi des lignes d'émissions rouges provoquées par le chrome III.

Afin de ne percevoir que les lignes d'émission, sans être gêné par la composante rouge du spectre transmis, un filtre bleu peut être placé entre l'excitatrice (lumière blanche) et la pierre.

-Un cristal bleu de sulfate de cuivre pentahydraté ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) jouera pleinement le rôle du filtre bleu et bloquera/absorbera efficacement toute la composante rouge de la lumière blanche excitatrice. Ce sulfate est très facile à synthétiser : cristallisation par évaporation lente d'une solution aqueuse saturée. Bien entendu un filtre bleu interférentiel disponible dans le commerce fera aussi l'affaire.

- Pour bien apprécier les intensités relatives et les dispositions des lignes d'émission, l'utilisation d'un spectroscope à réseau diffractant semble la plus adaptée. Ce type de spectroscope montre, en effet, la zone qui nous intéresse (~650 à 700 nm) de façon plus étendue que son homologue à prisme. Toutefois, pour les pierres ne montrant que faiblement les motifs d'émission, un spectroscope à prisme et fente réglable s'avère être plus sensible.

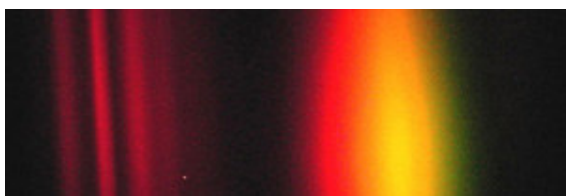
-Sans que cela soit strictement nécessaire, pour voir ces lignes sans être ébloui par la composante bleue/verte du spectre transmis, un filtre rouge pourra être intercalé entre le spectroscope et l'œil.

#### Identification :

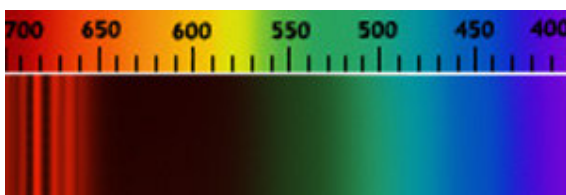
A l'image de la méthode de laboratoire décrite par F. Notari et C. Grobon, l'observation des raies d'émissions du chrome au spectroscope à main, avec filtre bleu (avec ou sans filtre rouge), montre clairement une différence de disposition et d'intensité suivant le type naturel ou synthétique du spinelle rouge étudié (voir page suivante).

### a) Spinelle rouge naturel.

Le spectre d'émission montre une succession de lignes rouges et noires (motif dit en « tuyaux d'orgue ») dont l'intensité croît puis décroît lorsqu'on se déplace de 650 à 700 nm.



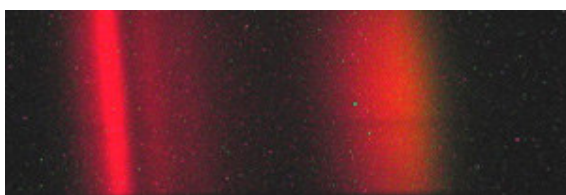
*Img 4 : Photo d'un spectre d'émission (plage ~700 à 600 nm) obtenu avec un spectroscopie à main à réseau diffractant sur des spinelles rouge-rosés (img2) naturels (Tanzanie, 19 échantillons). Un filtre bleu interférentiel a été utilisé pour absorber le rouge de l'excitatrice (lumière blanche) et un filtre interférentiel rouge a été positionné à la sortie du spectroscopie afin d'absorber le bleu (Seule une partie de la composante orange reste visible à droite de la photo). Photo DG*



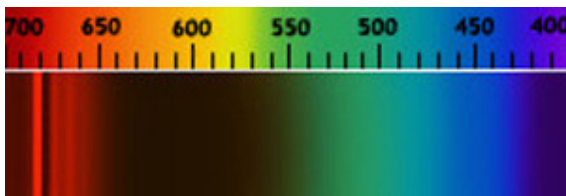
*Img 5 : Représentation d'un spectre d'émission (plage 700 à 400 nm) obtenu avec un spectroscopie à main à réseau diffractant sur des spinelles rouges naturels (Myanmar et inconnu, 8 échantillons). Seul un filtre bleu en sulfate de cuivre penta hydraté (6 mm d'épaisseur) a été utilisé pour absorber le rouge, l'orange et le jaune de l'excitatrice (lumière blanche). Notez que la zone d'absorption du filtre bleu rejoint la zone d'absorption dans le jaune/vert du spinelle.*

### b) Spinelle synthétique rouge obtenu par dissolution anhydre.

Le spectre d'émission montre une intense ligne rouge (en réalité il s'agit probablement d'un doublet mal résolu) et, dans les longueurs d'ondes plus basses, des lignes bien moins intenses.



*Img 6 : Photo d'un spectre d'émission (plage ~700 à 600 nm) obtenu avec un spectroscopie à main à réseau diffractant sur un spinelle rouge synthétique obtenu par dissolution anhydre (flux). Un filtre bleu interférentiel a été utilisé pour absorber le rouge de l'excitatrice (lumière blanche) et un filtre interférentiel rouge a été positionné à la sortie du spectroscopie afin d'absorber la composante bleue transmise (Seule une partie de la composante orange reste visible à droite de la photo). Photo DG*



*Img 7 : Représentation d'un spectre d'émission (plage 700 à 400 nm) obtenu avec un spectroscopie à main à réseau diffractant sur un spinelles rouge synthétique obtenu par dissolution anhydre (flux) Russe. Seul un filtre bleu en sulfate de cuivre penta hydraté (6 mm d'épaisseur) a été utilisé pour absorber le rouge, l'orange et le jaune de l'excitatrice (lumière blanche). Notez que la zone d'absorption du filtre bleu rejoint la zone d'absorption dans le jaune/vert du spinelle.*

#### « Luminescence de transmission » et luminescence aux ultraviolets :

Il est à noter ici que tous les échantillons qui présentaient une luminescence (fluorescence) rouge provoquée par une lumière bleue (luminescence dite « luminescence de transmission »), montraient également une luminescence rouge aux ultraviolets ondes longues (UVL : 366 nm).

Les lignes d'émission observables au spectroscopie étaient d'autant plus intenses que la luminescence aux UVL était forte. La « luminescence de transmission » donnée par une excitatrice bleue semble donc corrélée avec la luminescence donnée par une excitatrice UVL.

#### Conclusion :

La distinction entre les spinelles synthétiques et les spinelles naturels dans les plus intenses tons de rouges peut être réalisée avec un spectroscopie à main.

L'utilisation d'un filtre bleu (avec parfois l'aide d'un filtre rouge) est nécessaire car certains spinelles naturels ne montrent que faiblement les lignes d'émission.

Cette technique, testée ici sur deux échantillons de spinelles synthétiques « flux » et sur 26 échantillons de spinelles naturels (19 Tanzanie, 4 Myanmar et 4 inconnu), est en accord avec les observations réalisées par Notari et Grobon sur un lot plus conséquent de pierres naturelles et synthétiques.

D'autre part, la technique spectroscopique développée par Notari et Grobon s'applique également aux matériaux dits « spinelles synthétiques rouges » obtenus par fusion de type Verneuil.

Il est fort probable que, pour ce rare matériel obtenu par fusion, l'observation des raies d'émissions au spectroscopie à main pourra également être utilisée pour les distinguer.

Cette méthode ne s'appliquera pas à d'éventuels spinelles ne montrant pas ou trop peu de « luminescence de transmission »

#### Bibliographie :

- [1] F. Notari, C. Grobon; 2003; Revue de gemmologie A.F.G.; n° 147, pp.24-30 : Spectrométrie de fluorescence du chrome (Cr3+) dans les spinelles. Identification des spinelles synthétiques produits par dissolution anhydre et des autres matériaux dits "spinelles synthétiques".
- [2] S. Muhlmeister, J.I. Koivula, R.C. Kammerling, C.P. Smith, E. Fritsch, J.E. Shigley; 1993; Gems & Gemology, Vol.29, No.2, pp.81-98; Flux-Grown synthetic red and blue spinels from Russia.
- [3] R. Webster; 1994; Gems: their sources, descriptions and identification; Fifth edition; pp.141-149 & 414-420.

Remerciements : F. Notari /C. Grobon, V. Pardieu

1: [www.geminterest.com](http://www.geminterest.com), [geminterest@hotmail.com](mailto:geminterest@hotmail.com) ; \* Contact relatif à cet article.  
2: GRAVIER & GEMMES, [DGRAVIER@aol.com](mailto:DGRAVIER@aol.com) .