

宝玉石的检测方法

关于宝玉石和金饰品检测实验室的认可工作

周剑雄

(中国地质科学院矿床地质研究所, 北京 100037)

这几年来, 本人有机会参与或主持某些金制品无损分析标准方法和宝玉石检测方法的制订, 并先后参与了国内七个宝玉石和金饰品检测实验室的全部认可工作, 对这两个领域的工作有了较多的了解。本人曾参与了实验室检测认可和实施细则的制订工作, 现将两方面工作的有关材料提供给大家, 互相切磋, 以推进我国宝玉石和金饰品检测工作的水平。这两个材料都是主要与检测技术能力有关, 而不是认可的全部。

要做好宝玉石和金饰品的检测工作, 不仅仅在人员素质和技术方法上一定要高标准严要求, 更重要的还应在对质量保证体系的运作要有很严格的要求, 即要把实验室的一切活动达到程序化、文件化和规范化的要求。才能把检测工作做好, 与国际接轨。国家技术监督局推行的由中国实验室认可委员会直接主管的实验室认可制度就是一个最为重要的保证。

1 关于宝玉石和金饰品检测实验室检测能力认可的某些问题释疑

改革开放以来, 随着人民生活水平的提高, 金饰品和宝玉石的消费日渐升温。可靠的统计资料表明, 我国黄金年产量已达 120 t, 消费量几乎近 300 t。宝玉石在一些大中城市的中等以上的消费层中逐渐走俏, 其消费额将超过黄金的价值, 这正是“黄金有价, 宝石无价”。面临这样一个达 500 亿元的庞大市场, 加强对宝玉石、金饰品的质量监测, 不仅有利于保护消费者的利益, 更为重要的是可以更好地规范宝玉石、金饰品市场。国家技术监督局推行的金饰品检测实验室的认可制度正是为了使宝玉石和金饰品检测实验室的技术能力真正达到有关标准规定的要求, 高质量地进行这一领域内的检测。实践证明, 由于宝玉石、金饰品检测的特殊性, 实验室认可有其本身的特殊要求, 通过认证, 极大地完善了这些实验室的质量体系, 提高了检测能力和水平, 使我国的这些实验室有了与国际实验室接轨的可能。现仅就宝玉石和金饰品检测实验室检测能力的认可问题作如下释疑。

1.1 宝玉石和金饰品检测实验室的认可现状

宝玉石和金饰品检测实验室的认可是在国家技术监督局领导下进行的, 由中国实验室国家认可委员会直接负责。这一领域的认可始于 1994 年, 已有以下七个实验室经过了认可:

- (1) 国家地质实验分析测试中心黄金无损分析室 (北京百万庄路 26 号, 100037);
- (2) 北京大学宝石检测中心 (北京中关村北京大学地学楼, 100087);
- (3) 外经贸部北京高德珠宝鉴定研究所 (北京东单北大街 30 号, 100005);
- (4) 江苏省黄金饰品检测中心 (南京中山路 534 号, 210016);
- (5) 山东省珠宝玉器产品质量监督检验站 (济南科院路 19 号, 250014);
- (6) 杭州市质监中心珠宝质量公正站 (杭州武林路 139 号, 310006);

(7) 华东理工大学宝石检测中心 (上海梅陇路 130 号, 200237)。

前六个实验室已获中国实验室国家认可委员会的审查批准, 第七个实验室在审批中。

1.2 宝玉石、金饰品实验室认可的准则

宝玉石、金饰品检测实验室认可的评审是依据中国实验室国家认可委员会发布的 CNA-CL101-95《实验室认可管理办法》和 CNACL201-95《实验室认可准则》进行的, 其基本要求亦与 ISO/IEC 导则 25《校准和检验实验室资格的通用要求》的规定完全一致。推行实验室认可制度就是为了全面地加强实验室的建设, 这为国际间实验室相互认可或检测结果相互承认提供了前提条件, 以使我国实验室全面与国际实验室接轨。从这点来看, 实验室认可应是一个大趋势。

1.3 在实验室认可中的标准化文件——ISO/IEC 导则 25, ISO/IEC 导则 25 的主要内容正如它的全称所说的那样, 是 ISO 组织有关校准和检验实验室资格的通用要求。目前世界上许多国家已采用 ISO/IEC 导则 25 作为实验室内建立质量管理体系和承认其资格的基础。我国质量认证工作的主管部门——国家技术监督局已在实验室认可工作中直接或间接采用了这个导则。中国实验室国家认可委员会颁发的 CNACL201-95《实验室认可准则》对实验室的要求与 ISO/IEC 导则 25 的规定完全一致。这为与国际接轨创造了条件, 为国际间实验室的相互认可或检测结果的相互承认提供了前提。

与 ISO/IEC 导则 25《校准和检验实验室资格的通用要求》有关的文件还有以下七个:

ISO/IEC 导则 38《验收检验实验室的基本要求》

ISO/IEC 导则 43《实验室验证试验的建立和实施》

ISO/IEC 导则 45《描述检验结果指南》

ISO/IEC 导则 49《编制检验实验室质量手册指南》

ISO/IEC 导则 54《检验实验室认可制度——验收认可机构的通用建议》

ISO/IEC 导则 55《检验实验室认可制度——实施的通用建议》

ISO/IEC 导则 58《校准和检验实验室认可体系——运作和认可的一般要求》

这些有关实验室建设和认可的导则是我们申请实验室认可必须学习和掌握的。

1.4 实验室认可对实验室的基本要求

简言之, 实验室应满足 CNACL201-95 或 ISO/IEC 导则 25 中提出的有关保证其申请认可能力的各个方面, 包括组织管理, 质量体系及其审核与评审, 人员素质, 设施与环境, 设备与标准物质, 量值溯源和校准, 校准和检验方法, 样品管理, 档案, 证书和报告等。这也就是我们通常说的软硬件。由于实验室认可是严格按照所申请的各种检测标准进行评审, 欲在各个方面较好地达到这些基本要求, 不下一翻苦功夫是极难的。例如, 有关质量体系及其审核与评审在多数未经认可的实验室中都未能得到重视, 即使通过认可的实验室, 也往往有较大的差距。又如, 你欲申请有能力承担 GB/T 16554-1996 钻石分级标准, 承担钻石的分级任务, 那么对多数实验室来说, 从人员、设备、标准物质等方面来看也是较难真正胜任的。

1.5 实验室认可与计量认证的关系

我们平时所说的计量认证, 即是按 JJG1021-90《产品质量检验机构计量认证考核规范》进行评审实验室, 或我们通常说的 50 条。两者评审所依据的文件是不同的, 但两者的目的相近, 就是搞好实验室的建设, 使实验室出具的数据具有科学性、准确性和公正性。目前计量认证和实验室认可正有逐步并轨之势, 例如, 最近中国实验室国家认可委员会对华东理工大

学宝石检测中心的认可与计量认证是同时进行的, 即一次评审完成。

就我个人不太成熟的体会而言, 一般通过实验室认可的, 计量认证就不会有什么大问题。但是反过来说就不行了, 实验室认可在许多大的和小的方面常是计量认证中所缺少的。例如, 实验室认可特别强调质量体系的审核与评审, 这是保证质量体系维持正常运作所必须的过程, 在计量认证中没有这样的概念和要求。又如, 在实验室认可中特别强调验证试验, 通过实验室间的对比来判定实验室的检测工作, 也特别强调实施各种校核方法, 并对校核进行评审, 以进一步确保提供给客户的结果的质量。这些行之有效的质量保证体系中常使用的实际做法, 在计量认证中一般也不涉及的。但在实验室认可中缺少了这些应有的工作就是一个严重的缺陷。

1.6 申请宝玉石和金饰品检测实验室项目

一般来说, 有以下一些项目可以申请:

- | | | |
|--|------------------|---------------------|
| (1) 钻石 | GB/T 16554- 1996 | 《钻石分级》。 |
| (2) 有色宝石 | GB/T 16553- 1996 | 《珠宝玉石鉴定》。 |
| (3) 翡翠和玉石 | GB/T 16553- 1996 | 《珠宝玉石鉴定》。 |
| (4) 有机宝石 | GB/T 16553- 1996 | 《珠宝玉石鉴定》。 |
| (5) 黄金及其制品的无损分析。正在制订的国家标准有: ①黄金及其制品的无损检验规程及方法: ②黄金制品的综合测试方法: ③黄金制品的电子探针定量测定方法: ④黄金制品的扫描电镜 X 射线能谱分析方法; ⑤金镀层厚度扫描电镜的测量方法。 | | |
| (6) 金纯度精确测定 | GB11066. 1- 89 | 《金化学分析法, 火试金法测定含量》。 |
| (7) 密度法测量金等 | GB1423- 78 | 《贵金属及其合金密度测量方法》。 |
| (8) 首饰抽样 | GB/T 16553- 1996 | 《贵金属首饰计数抽样检查规则》。 |
| (9) 首饰中金、银化学分析 | GB9288- 88 | 《首饰含金量分析方法》。 |
| | GB11886- 89 | 《首饰含银量化学分析方法》。 |
| (10) 金镀层分析 | GB12305. 1 | 《镀层厚度测量》 |
| | GB12305. 4 | 《金含量的测定》。 |

1.7 申请宝玉石和金饰品检测实验室认可的内容

希望申请实验室认可的单位应首先向国家技术监督局中国实验室国家认可委员会提出申请意向, 领取有关认可的详细资料 and 文件。然后, 经过认真准备, 正式提交实验室认可的申请书, 申请书的内容包括实验室名称、地址、法律地位、法人等, 实验室认可的能力及其限制范围, 实验室人员一览表, 实验室主要设备一览表, 实验室能力分析一览表以及检测报告的样本等。此外, 还应有一本实验室质量手册, 最好还有一本实验室各种管理性的程序性文件的手册。与申请书一并交给中国实验室国家认可委员会。

1.8 实验室认可的大体过程

一般有以下几个过程:

(1) 申请认可。申请实验室提出申请, 同时亦应表示同意按规定所进行的认可程序。与此同时, 应向各有关方面进行一些咨询, 以便少走弯路。

(2) 评审。认可机构将派 3~ 4 人组成的评审组对所有收集来的材料等进行评审, 对实验室的现场进行取证、考核和作对比试验等评审工作。

(3) 提交评审报告。评审组向认可机构提交一份详细的评审报告及两份有关现场对比试验考核结果和检测原始报告和检测报告等有关材料的评审意见。通常还有一些整改报告等。

(4) 认可机构将作出最终评审。若获通过, 将授予认可证书。

(5) 对已认可的实验室进行多种形式的监督和复审。

1.9 宝玉石和金饰品实验室认可过程中最常见的主要问题

最常见的主要问题有以下几个方面:

(1) 对质量体系的审核与评审理解不深, 试运行不够。有的甚至分不清 审核与评审有什么不同。同时, 按照实验室认可的通常要求, 一般 应按质量体系运作时间在一年以上, 以便现场考核取证时看到实验 室究竟是如何进行实际的审核与评审。

(2) 不重视验证试验, 不重视各种校核。这些都是直接与检测质量有关 的具体措施, 认可实验室必须予以足够的重视。

(3) 缺少检测方法的具体细则。客观原因是目前尚少国标或行业标准, 或有些标准本身有这样或那样的不足。同时, 由于宝玉石和金饰品的分析都是无损分析, 且由于分析的对象往往十分复杂, 然而鉴定结果的重要性十分显见, 因此必须建立各类翡翠的鉴定细则、天然和合成红蓝宝石鉴定细则、包金检测细则、K 金检测细则、铂金属类饰品检测细则等。

(4) 原始记录、检测报告和鉴定证书中常常信息不全, 各种错、漏等 时有发生。

(5) 有关计量方面的问题, 也时有发生。其中包括检测设备的校准, 量 值溯源, 标准物质, 以及某些检测方法有关的检测方法标准所要求 的精度不能一致等。

(6) 许多工作程序缺少文件化和档案化。

2 宝玉石、金饰品检测实验技术能力认可的实施细则 (初稿)

本实施细则主要规定了宝玉石、金饰品检测实验室必须具备的技术能力和基本要求以及认可的有效方式。质量体系的建立并实施等问题原则上不在本实施细则中规定。

2.1 引言

(1) 宝玉石和金饰品, 以及一些其他贵金属制品, 如铂金属类饰品是价格较为 昂贵的消费品, 随着经济的发展, 年消费额巨大。开展宝玉石和金饰品的 检测, 对于规范市场, 保护消费者的利益具有重要意义。

(2) 决定一个检验实验室是否被认可的基本因素是能力大小、是否公正以及人 员设备是否完善等。

(3) 宝玉石和金饰品的检测多数情况下要求进行无损检测, 检测的难度较大, 且鉴定结果的时效性往往达数十年或更久, 因此, 对检验实验室能力的要 求必须极为严格, 以避免差错。

2.2 适用范围

本实施细则的目的是为评定和验收宝玉石和金饰品检验实验室而制定的。重点是规定了有关检测能力评定的实施细则。

(1) 本实施细则规定了一个要被认可为能胜任宝玉石、金饰品进行检测工作的实验室所必须达到的通用要求。

(2) 本实施细则可供检测实验室在建立和实施时使用, 也可供认可机构或其他 机构评审时使用。

2.3 参考文件

ISO/IEC 导则 25, 校准和检验实验室资格的通用要求。

ISO/IEC 导则 2, 1986, 标准化及其相关活动的一般术语及其定义。

GB/T 16553- 1996 珠宝玉石名称。

GB/T 16553- 1996 珠宝玉石鉴定。

GB/T 16554- 1996 钻石分级。

GB11066. 1- 89 《金化学分析法, 火试金法测定含量》。

GB1423- 78 《贵金属及其合金密度测量方法》。

GB/T 16553- 1996 《贵金属首饰计数抽样检查规则》。

GB9288- 88 《首饰含金量分析方法》。

GB11886- 89 《首饰含银量化学分析方法》。

GB12305. 1 《镀层厚度测量》。

GB12305. 4 《金含量的测定》。

正在制订的国家标准, 黄金及其制品的无损分析 (包括其他贵金属):

- (1) 黄金及其制品的无损检验规程及方法。
- (2) 黄金制品的综合测试方法。
- (3) 黄金制品的电子探针定量测定方法。
- (4) 黄金制品的扫描电镜 X 射线能谱分析方法。
- (5) 金镀层厚度扫描电镜的测量方法。

2.4 定义

(1) 宝玉石、金饰品检测实验室 进行宝石、玉石、有机宝石、金饰品以及其他贵金属制品等检测的实体。如宝玉石检测中心、宝玉石质检站、黄金饰品检测中心、黄金饰品质检站等。

(2) 检测方法 为测定宝玉石或金饰品的一种或多种特性而规定的技术程序。

(3) 检测报告 描述试验结果和其他有关检测情况的文件。

(4) 鉴定证书 一个只与被检测试件有关的特殊类型的检测报告, 如宝玉石鉴定书。

(5) 鉴定标签 一种简化了的试件的检测标记, 如黄金饰品标签。

(6) 实验室认可 对有能力进行本细则规定的某项或某类测试的实验室的正式认可。

(7) 认可机构 领导和管理宝玉石、金饰品检测实验室认可制度并授权认可的一个政府或民间机构。目前由国家技术监督局认证司负责, 由中国实验室国家认可委员会直接主管。

2.5 认可的检测范围

要根据宝玉石和金饰品的特点所使用的方法尽可能具体地提出需认可的检测项目。一般是指检测对象是什么, 检测所使用和依据的标准文件是什么。通常有如下几种:

(1) 钻石 GB/T 16554- 1996 《钻石分级》。

(2) 有色宝石 GB/T 16553- 1996 《珠宝玉石鉴定》。

(3) 翡翠和玉石 GB/T 16553- 1996 《珠宝玉石鉴定》。

(4) 有机宝石 GB/T 16553- 1996 《珠宝玉石鉴定》。

(5) 黄金及其制品的无损分析, 正在制订的国家标准: ①黄金及其制品的无损检验规程及方法; ②黄金制品的综合测试方法; ③黄金制品的电子探针定量测定方法; ④黄金制品的扫描电镜 X 射线能谱分析方法; ⑤金镀层厚度扫描电镜的测量方法。

(6) 金纯度精确测定 GB11066. 1- 89 《金化学分析法, 火试金法测定含量》。

(7) 密度法测量金等 GB1423- 78 《贵金属及其合金密度测量方法》。

- (8) 首饰抽样 GB/T 16553- 1996 《贵金属首饰计数抽样检查规则》。
- (9) 首饰中金、银化学分析 GB9288- 88 《首饰含金量分析方法》。
GB11886- 89 《首饰含银量化学分析方法》。
- (10) 金镀层分析 GB12305. 1 《镀层厚度测量》。
GB12305. 4 《金含量的测定》。

2.6 检测实验室技术能力的基本要求

检测实验室承担某项或某类测试的基本要求

(1) 检测实验室应具有明确的法律地位, 所有人员不受来自行政、商业等其他方面的对其工作质量的影响, 以保证检测结果的公正性。严禁由商业机构自办检测实验室。

(2) 检测实验室应具有足够的人员, 这些人员应受过与其所承担测试任务相应的教育、培训, 并有相应的技术知识和经历和必须具备的上岗证, 其中相应工作经历或中高级以上的技术人中应不少于 20%。

(3) 实验室的环境不应影响检测结果的有效性, 并有较为严格的有效隔离措施, 以确保实验室及试件的安全。

(4) 实验室应装备正确进行检测所需的全部设备及其标准物质, 其能力不低于标准方法规定的 95%。

(5) 实验室除了应有设备的使用手册、操作细则、试件的处置和制备等外, 还必须有检测方法的程序性文件。这些文件应按照有关标准规范和准确度的要求来制订。在目前条件下, 应至少制订以下一些检测方法细则: ①天然和合成红蓝宝石的鉴别方法; ②天然、优化和处理翡翠及其他仿制品的鉴别方法; ③K 金首饰的正确测定方法; ④钻石分级的操作细则和要点; ⑤黄金成色的精确测定方法。

(6) 实验室必有严格的质量体系和相应的审核和评审制度, 必须建立完善的验证试验计划和具体的校核措施。

(7) 实验室可将一部分检测工作分包出去, 分包者亦应能满足 ISO/IEC 导则 25 的要求, 并经认可机构同意。

(8) 技术能力还包括检测精度, 以及检测结果的原始记录和报告的质量。

2.7 检测实验室技术能力的评定

评定是根据实验室申请认可的能力及其范围来进行的, 通常使用以下一些方式进行:

(1) 文件评审, 即对实验的认可申请报告、质量手册、程序性文件及有关材料进行评审。

(2) 申请实验室的现场评审, 其主要包括: ①实验室环境与设施、设备与标准物质等硬件检查; ②实验室各类技术档案和原始记录与报告的现场随机抽样检查、取证; ③进行现场验证试验, 根据申请的认可项目作现场对比试验, 以综合评价其实验室的技术能力; ④对实验室人员的现场提问或书面提问, 考核其业务素质和对质量保证体系的了解; ⑤在上述评审的基础上, 对实验室评审报告中提到的十三章五十六条逐一进行评审并提出整改意见。对现场验证试验的结果、现场提问、原始记录和检测报告也分别提出评审意见。

(3) 编写最终评审意见。