**2023年盘锦市危险化学品无机产品质量**

**监督抽查实施细则**

**1 适用范围**

本细则适用于盘锦市危险化学品无机产品质量监督抽查。本细则内容包括产品分类、术语和定义、生产企业规模划分、检验依据、抽样、检验要求、判定原则、异议处理及附则。

**2 产品种类**

2.1产品分类及代码见表1

表1 产品分类及代码

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 产品分类 | 一级分类 | 二级分类 | 三级分类 |
| 分类代码 | 2 | 26 | 261 |
| 分类名称 | 化工 | 化学原料和化学品 | 无机化学原料 |

2.2产品种类

产品种类包括硫酸、硝酸、硫磺共3类。

产品形态包括固体和液体。

产品规格一般分为优等品、一等品和合格品3种，无机产品品种详见表2。

表2无机产品单元及品种

| 单元序号 | 产品单元 | 产品品种 | 规格 | | | | | | | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 硫酸 | 工业硫酸 | 浓硫酸 | | | | | | 发烟硫酸 | | | | | | |
| 优等 | 一等 | | | 合格 | | 优等 | | | | 一等 | | 合格 |
| 2 | 硝酸 | 工业硝酸 浓硝酸 | 98酸 | | | | | | | 97酸 | | | | | |
| 工业硝酸 稀硝酸 | 68酸 | | 60酸 | | | 55酸 | | | 50酸 | | | 40酸 | |
| 3 | 硫磺 | 工业硫磺 液体 | 优等 | | | 一等 | | | | | | 合格 | | | |
| 4 | 硫磺 | 工业硫磺 固体 | A级 | | | B级 | | | | | | C级 | | | |

2.3 术语和定义

下列术语和定义适用于本细则。

2.3.1危险化学品无机产品

无机化工是无机化学工业的简称，以天然资源和工业副产物为原料生产硫酸、硝酸 、盐酸、磷酸等无机酸、纯碱、烧碱、合成氨、化肥以及无机盐等化工产品的工业。本细则所指危险化学品无机产品为列入应急管理部颁发的《危险化学品目录》上的无机化工产品，为工业产品生产许可证发证产品。

2.3.2 其他

其他术语和定义见相应产品标准规定。

**3生产企业规模划分**

根据国家统计局印发的相关管理办法，确定企业规模。

**4 检验依据**

下列文件凡是注明日期的，其随后所有的修改单或修订版均不适用于本细则。凡是不注明日期的，其最新版本适用于本细则。无机产品执行标准和相关标准详见表3。

表3无机产品执行标准和相关标准

| 序号 | 产品单元 | 产品标准名称 | 产品标准号 | 相关标准名称 | 相关标准号 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 硫酸 | 工业硫酸 | GB/T 534-2014 | 化学试剂 砷测定通用方法 | GB/T 610-2008 |
| 2 | 硝酸 | 工业硝酸 浓硝酸 | GB/T 337.1-2014 | / | / |
| 工业硝酸 稀硝酸 | GB/T 337.2-2014 | / | / |
| 3 | 硫磺 | 工业硫磺 第2部分：液体产品 | GB/T 2449.2-2015 | / | / |
| 4 | 硫磺 | 工业硫磺 第1部分：固体产品 | GB/T 2449.1-2021 | / | / |

**5 抽样**

5.1 抽样型号或规格、品种

按照抽查企业生产产品类型，每个类型分别抽取样品一个检样，一个备样。

企业如生产同一产品品种的不同规格产品时，同一品种抽取生产的最高规格的样品。

5.2抽样方法、抽样基数及抽样数量

5.2.1抽样方法

抽样应在生产企业成品贮罐或仓库内进行抽取。原则上应抽取最高等级的样品。

样品应自抽样之日止前12个月内生产的企业自检合格的产品中抽取,抽样时，应有被检企业代表现场确认。不同生产场所应当分别抽取样品。

根据相关产品标准的规定，并按GB/T 6678-2003《化工产品采样总则》、GB/T 6679-2003《固体化工产品采样通则》、GB/T 6680-2003《液体化工产品采样通则》进行随机抽样。

5.2.2抽样基数

按照抽样相关产品标准的规定进行确认。标准无规定的原则上不得少于单批产量的三分之一，连续生产的，不得少于贮罐的三分之一；桶装或袋包装的，总数不得少于50件。

5.2.3抽样量

产品标准有规定的，执行标准。产品标准无规定的，将抽取的样品充分混匀后，固体样品至少取检样和备样各500g,储于清洁干燥的广口玻璃瓶或塑料包装物中；液体样品至少取检样和备样各500mL,储于清洁干燥的细口玻璃瓶或塑料包装瓶中。

本次拟定抽查的无机产品相关的抽样技术要求，详见表4。

表4 抽查的无机产品的抽样技术要求

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 产品名称 | 采样量 | 包装器材 | 采样基数 | 采样方式 |
| 1 | 硫酸 | 1000ml | 清洁、干燥、具有磨口塞的玻璃瓶，密封或耐酸的塑料容器 | 不少于储罐或单批次的三分之一 | 采样按GB/T 6678和GB/T 6680规定进行。样品总量不得少于1000ml。将取得的试样混合均匀，立即装入两个清洁、干燥、具磨口塞的玻璃瓶中。 |
| 2 | 工业硝酸 浓硝酸 | 1000ml | 清洁干燥、棕色玻璃瓶或聚四氟乙烯瓶中，密封。 | 一批次 | 按照GB/T6678，GB/T 6680规定确定采样单元数和液体采样设备。采样时可用玻璃制采样管、铝制采样管或加重型采样器取样。从容器上、中、下部采取均匀试样，取样量不少于500ml。将所采的试样收集于清洁干燥、棕色玻璃瓶或聚四氟乙烯瓶中，密封。 |
| 3 | 工业硝酸 稀硝酸 | 1000ml | 清洁、干燥具磨口塞的玻璃瓶或硬塑料瓶，密封。 | 一批次 | 按照GB/T6678，GB/T 6680规定确定采样单元数和液体采样设备。采样时可用玻璃制采样管、不锈钢采样管取样。从容器的上、中、下部采取均匀试样，取样量不少于500ml。将所采的试样收集于清洁干燥、具塞的棕色玻璃瓶或硬塑料瓶中，密封。 |
| 4 | 工业硫磺 液体产品 | 1000g | 玻璃锥形瓶，橡胶塞密封 | 一批次 | 按照GB/T 6680规定下列方式采样：  在槽车（船）灌注或排出过程中采样，用自动或机械截流的方法，周期性采取点样；  在贮罐中采样，以实装液体硫磺为基准，分别从上、中、下部位装有阀门的采样口采样，等体积混合成平均样品。 |
| 5 | 工业硫磺 固体产品 | 1000g | 塑料编织袋或内衬塑料薄膜袋 | 一批次 | 包装产品采样：  按照GB/T 6678中的规定确定采样单元数。  对于粒状、片状、粉状产品，用采样器插入2/3深处采样。  对于块状产品，用手锤在不同部位敲取块径小于25mm的碎块。  散装产品采样：  产品按照GB/T 6679中的规定确定采样单元（或点）数。  对于粒状、片状产品，用采样器插入0.3m-0.5m的深处采样。  对于块状产品，用手锤在不同部位敲取块径小于25mm的碎块。  采得样品充分混合均匀后缩分成1kg的实验室样品。 |

5.2.3抽样时应注意的问题

5.2.3.1抽样工作要求

抽样前应对参与抽查任务的抽样、检验、报告编制等相关人员进行培训，按照相关规定确定抽样人员，并进行分组分工。抽查工作应采取突击抽查方式，不得预先通知企业。抽样时，抽样人员应当认真核实营业执照等被抽查企业的相关信息，按照规定进行抽样、封样和填写抽样单。通过拍照或录像进行现场取证，并将照片或录像保留48个月。对因转产、停产等原因导致无样品可抽的，需在《未抽到样品企业情况说明表》上签字,并应经当地市场监管部门签署意见，有关材料与总结汇总材料一并上报。对无正当理由不配合或者拒绝监督抽查抽样的，应在《产品质量监督抽查企业拒检认定表》上签字，同时需向抽查任务下达部门报告情况。

5.2.3.2样品交接、核查、盲样制作等工作要求

严格按照监督抽查的相关规定进行样品的接收、传递及处理等，同时做好样品管理全过程的详细记录以及全部证明材料。接收样品时应当检查、记录样品的外观、状态、封样单有无破损及其他可能对检验结果或者综合判定产生影响的情况，并确认样品与抽样文书的记录是否相符，对检验和备用样品按照盲样制作要求，能够遮盖样品的原生产标识，分别加贴相应样品编号及待检标识后入库，按存放要求妥善保管。将入库后的待检样品按照检验任务通知单分配给相应检验人员。完成检验后，将剩余样品再次交还样品管理人员，并登记入库，并标识为已检样品。监督抽查工作期间，质管部应指定监督员对抽样情况的符合性进行监督。

5.3 样品处置

抽样后，对检验样品和备用样品分别包装，样品由抽样人员监督包装，单独封装后加贴封条，在封条上面应加盖抽样单位公章，并由双方人员签字。检验样品由抽样人员自行带回，备用样品可存放在企业的成品库。如样品标签上标明特殊储存要求（如避免阳光直射等条件），样品应按要求进行处置，在运输和存放过程应注意防碰、防潮、防压、防晒、防挥发。

5.4抽样单

应按有关规定填写抽样单，并记录被抽查产品及企业相关信息。同时记录被抽查企业上一年度生产的产品的销售总额，以万元计；若被抽查企业上一年未生产此类产品，则记录本年度已实际生产此类产品的销售总额。对于产品检测、判定所需的技术参数（如规格）等产品信息，需要被抽企业提供，要在抽样现场获取并记录，并经企业确认据此信息对抽查产品检测、判定，企业对信息准确性负责。抽样单应有抽样人员签字和受检企业负责人的签字盖章。

如被检产品执行企业标准，抽样时应向企业索要产品所执行的明示的企业标准文本。

5.5样品购买

样品获取严格按照《产品质量监督抽查管理暂行办法》（国家市场监督管理总局令第18号）要求执行。样品购买费用由抽样单位支付，受检单位开具发票，抽样单位保留付款凭证，所需费用计入监督抽查经费（“材料费”科目）列支。备用样品可暂不购买，封存于受检单位。

当需要启用备用样品进行复检时，若备用样品封存在受检单位，由抽样机构支付备用样品购买费用，所需费用计入监督抽查经费列支。

**6 检验要求**

6.1 检验项目

表5 拟抽查无机产品检验项目

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 产品名称 | 检验项目 | 依据法律法规或标准 | 检测方法 |
|
| 工业硫酸 | 硫酸（浓硫酸） | GB/T 534-2014 | GB/T 534-2014（5.2） |
| 游离三氧化硫（发烟硫酸） | GB/T 534-2014（5.3） |
| 灰分 | GB/T 534-2014（5.4） |
| 铁（发烟硫酸） | GB/T 534-2014（5.5） |
| 砷（浓硫酸） | GB/T 610-2008 |
| 铅（浓硫酸） | GB/T 534-2014（5.7） |
| 汞（浓硫酸） | GB/T 534-2014（5.8） |
| 工业硝酸 浓硝酸 | 硝酸 | GB/T337.1-2014 | GB/T337.1-2014（6.3） |
| 亚硝酸 | GB/T337.1-2014（6.4） |
| 工业硝酸 稀硝酸 | 硝酸 | GB/T337.2-2014 | GB/T337.2-2014（6.3） |
| 亚硝酸 | GB/T337.2-2014（6.4） |
| 工业硫磺 第2部分：液体产品 | 硫 | GB/T2449.2-2015 | GB/T2449.2-2015（6.3） |
| 水分 | GB/T2449.2-2015（6.4） |
| 灰分 | GB/T2449.2-2015（6.5） |
| 酸度 | GB/T2449.2-2015（6.6） |
| 有机物 | GB/T2449.2-2015（6.7） |
| 砷 | GB/T2449.2-2015（6.8） |
| 铁 | GB/T2449.2-2015（6.9） |
| 工业硫磺 固体产品 | 硫 | GB/T2449.1-2021 | GB/T 2449.1-2021（6.2.1） |
| 水分 | GB/T 2449.1-2021（6.3.1） |
| 灰分 | GB/T 2449.1-2021（6.4） |
| 酸度 | GB/T 2449.1-2021（6.5） |
| 有机物 | GB/T 2449.1-2021（6.6.2） |
| 砷 | GB/T 2449.1-2021（6.7） |
| 铁 | GB/T 2449.1-2021（6.8） |

6.2试样制备

所抽取的试样均按照相应的产品标准或相应检验方法标准进行制备，制备好的样品待检。

6.3 检验应注意的问题

6.3.1标准依据

若被检产品明示的质量要求高于本方案中检验项目依据的标准要求时，应按被检产品明示的质量要求判定。

若被检产品明示的质量要求低于本方案中检验项目依据的强制性标准要求时，应按照强制性标准要求判定。

若被检产品明示的质量要求低于或包含方案中检验项目依据的推荐性标准要求时，应以被检产品明示的质量要求判定。

若被检产品明示的质量要求缺少本方案中检验项目依据的强制性标准要求时，应按照强制性标准要求判定。

若有国家标准或行业标准的产品，被检产品明示的质量要求缺少本方案中检验项目依据的推荐性标准要求时，该项目不参与判定，但应在检验报告备注中进行说明。

若没有国家标准或行业标准的产品，强制性检验项目按被检产品相应国家或行业强制性标准要求进行检验并判定，推荐性检验项目按被检产品执行的企业标准或明示的质量要求进行检验并判定，企业标准或明示的质量要求没有规定的推荐性检验项目不检。

6.3.2样品保存与流转

检验用样品应在最短的时间内由抽样人员带回检验机构，并按样品的储藏要求保存。检验机构接收样品应当有专人负责检查、记录样品的外观、状态、封条有无破损及其他可能对检测结果或者综合判定产生影响的情况，并确认样品与抽样单的记录是否相符，对检测样品加贴相应标识后入库。

**7 判定原则**

经检验，检验项目全部合格，判定为被抽查产品所检项目未发现不合格；检验项目中任一项或一项以上不合格，判定为被抽查产品不合格。

**8 异议处理**

对被判定不合格产品进行异议处理时，按以下方式进行：

8.1核查不合格项目相关证据、能够以记录（纸质记录或电子记录或影像记录）或与不合格项目相关联的其它质量数据等检验证据证明。

8.2对需要复检并具备检验条件的，处理企业异议的市场监督管理部门或者指定检验机构应当按原监督抽查方案对留存的备用样品组织复检，并出具检验报告。复检结论为最终结论。

**9附则**

本细则编写单位:大连产品质量检验检测研究院有限公司。

本细则由盘锦市市场监督管理局管理。