

**АО БСКБ «Нефтехимавтоматика»**

**Установка для определения активности  
микросферических катализаторов крекинга**

*ЛинтеЛ*<sup>®</sup> **МАК-10**

**Программа и методика аттестации**

**АИФ 2.779.008 МА**

## Содержание

1 Объект аттестации .....	2
2 Цели и задачи аттестации .....	2
3 Объём аттестации .....	2
4 Условия и порядок проведения аттестации .....	2
5 Требования безопасности .....	3
6 Материально-техническое и метрологическое обеспечение аттестации .....	3
7 Общие положения .....	4
8 Оцениваемые характеристики и расчётные соотношения .....	4
9 Порядок проведения аттестации .....	4
10 Обработка, анализ и оценка результатов аттестации .....	9
11 Требования к отчётности .....	9
ПРИЛОЖЕНИЕ А. РЕЗУЛЬТАТЫ ПРОВЕРКИ .....	10

### 1 Объект аттестации

- 1.1 Данный документ распространяется на установки для оценки активности микросферических катализаторов крекинга при малом времени контакта катализатора с сырьем *ЛинтеА*® МАК-10 (далее – установка).
- 1.2 Комплектность установки при аттестации должна соответствовать её эксплуатационной документации.

### 2 Цели и задачи аттестации

При аттестации установки определяют соответствие технического состояния установки требованиям его эксплуатационной документации и возможность реализовывать метод по ASTM D 3907.

### 3 Объём аттестации

При проведении аттестации должны выполняться операции в последовательности, указанной в таблице 1. Периодичность аттестации установки 1 год.

Таблица 1 - Операции при аттестации

Наименование операции	Номер пункта МА	Обязательность проведения операций при аттестации		
		первичной	периодической	повторной
Экспертиза эксплуатационной документации	9.2	Да	Нет	Нет
Внешний осмотр	9.3	Да	Да	Да
Опробование	9.4	Да	Да	Да
Проверка температуры катализатора	9.5	Да	Да	Да
Проверка температуры дозатор	9.6	Да	Да	Да
Проверка дозатора	9.7	Да	Да	Да

### 4 Условия и порядок проведения аттестации

4.1 Аттестацию необходимо проводить в следующих условиях:

4.1.1 Параметры окружающей среды:

- 1) температура окружающего воздуха, °С: от плюс 10 до плюс 35;
- 2) относительная влажность воздуха при температуре +25°С, не более, %: 80;
- 3) атмосферное давление, кПа: от 90,6 до 106,6.

4.1.2 Параметры питания:

- 1) напряжение от 187 до 253 В;
- 2) частота переменного тока от 49 до 51 Гц.

4.1.3 В месте расположения установки допускается вибрация частотой от 5 до 25 Гц с амплитудой не более 0,1 мм.

4.2 Условия прерывания (прекращения) аттестации указаны в тексте операций.

## 5 Требования безопасности

5.1 При проведении аттестации необходимо выполнять следующие требования безопасности:

- 1) продукты реакции являются легковоспламеняющимися, при эксплуатации установки выполнять требования принятой инструкции по охране труда при работе с легковоспламеняющимися и горючими жидкостями и другими огнеопасными и взрывоопасными веществами;
- 2) запрещается подавать на штуцер «АЗОТ» давление, превышающее 1 МПа во избежание выхода установки из строя; рекомендуемое давление 0,1 МПа;
- 3) запрещается прикасаться незащищёнными частями тела к печи во время работы установки, капилляру во время дозирования и разогретому реактору;
- 4) запрещается включение установки после попадания жидкостей или посторонних предметов внутрь корпуса или печи, до их извлечения;
- 5) во время работы установка должна быть заземлена подключением к клемме заземления;
- 6) после подключения капилляра расстояние от его открытой части до любых объектов должно быть не менее 5 см: капилляр нагревается до высокой температуры;
- 7) при работе с установкой обслуживающий персонал должен выполнять правила техники безопасности при работе с электрическими установками с напряжением до 1000 В;
- 8) запрещается подсоединять и отсоединять капилляр во время продувки и дозирования (при появлении надписи «НАГРЕВ КАПИЛЛЯРА»): перед подсоединением капилляра клапан «АЗОТ» должен быть закрыт, дозирование завершено;
- 9) дозирование газойля через капилляр выполнять только после стабилизации температуры всех нагревателей;
- 10) дверцу дозатора открывать на минимальное время во избежание отклонения температуры от заданного значения;
- 11) после выключения установки переключить кран газометра в положение «проток».

5.2 К аттестации не допускаются установки, не удовлетворяющие требованиям техники безопасности и технически неисправные.

## 6 Материально-техническое и метрологическое обеспечение аттестации

6.1 Средства измерения, применяемые при аттестации, должны иметь свидетельство о поверке (протоколы, клейма) с не истекшим сроком действия.

6.2 Средства измерения, рекомендуемые для применения при аттестации установки, приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Рекомендуемые средства измерения

Оборудование	Диапазон	Точность	Назначение	Рекомендуемые СИ
Термометр	от 40 до 60 °С	±1°С	Проверка температуры дозатора	Термометр цифровой ТЦМ 9410/М2 с датчиком ТТЦ-01-180
Термометр <sup>1</sup>	от 450 до 550°С	±0,3°С	Проверка температуры катализатора в реакторе	Термометр цифровой ТЦМ 9410/М2 с датчиком ТТЦ11-600 ТХА(К) диаметром 1,5мм, L400 мм
Секундомер	от 10 до 240 с	КТ 3	Проверка дозатора	Секундомер СОСпр-26-2-000
Весы	от 0 до 1 кг	±0,01 г		Весы ОНАУС SPX2202

6.3 Средства измерений должны обеспечивать требуемую точность измерения.

6.4 Предельно допустимые погрешности измерений, при всех испытаниях не должны превышать величин, указанных в настоящей методике аттестации.

6.5 Допускается применение других измерительных устройств, обеспечивающих требуемую точность и диапазон измерения.

<sup>1</sup> Термометр цифровой ТЦМ 9410/М2 с датчиком ТТЦ11-600 ТХА(К) диаметром 1,5мм, L400 мм, калиброванный с точностью 0,3°С в тех точках, в которых будет эксплуатироваться установка

6.6 В качестве образцов выбирают продукты, которые используются при эксплуатации установки.

## 7 Общие положения

7.1 Организация и порядок проведения аттестации должны соответствовать требованиям, установленным в ГОСТ Р 8.568-2017.

7.2 При аттестации установки определяют:

- 1) соответствие точностных характеристик требованиям нормативной документации, указанных в таблице 3 руководства по эксплуатации АИФ 2.779.008 РЭ;
- 2) возможность установки воспроизводить и поддерживать условия испытаний образцов в соответствии с требованиями нормативной документации на методы испытаний, указанных в п.2.1 руководства по эксплуатации АИФ 2.779.008 РЭ;
- 3) соответствие внешнего вида, комплектности и технического состояния средств измерений требованиям эксплуатационной документации на них;
- 4) наличие поверки средств измерений, применяемых при аттестации.

7.3 Особенностью при аттестации является то, что проверка температуры в слое катализатора выполняется во всех контрольных точках через 30 минут после выхода всех зон печи на заданный режим.

7.4 Требования по безопасности приведены в п.5.

7.5 К проведению аттестации установок допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности, ознакомившиеся с настоящей инструкцией и технической документацией на аттестуемую установку.

## 8 Оцениваемые характеристики и расчётные соотношения

Оцениваемые характеристики и расчётные соотношения приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Оцениваемые характеристики

Характеристика	Формула расчёта	Используемые показатели
Температура катализатора	$\Delta T = T_{уст} - T_{обр},$ где $\Delta T$ – точность измерения температуры катализатора, °С	$T_{обр}$ – показания образцового измерителя температуры в слое катализатора ( $i$ – точка проверки: верхняя (1), средняя (2) и нижняя (3)) °С; $T_{уст}$ – уставка температура в слое катализатора (482°С по ASTM D 3907), °С. Отклонение не должно превышать $ 1+\alpha $ °С, $\alpha$ – погрешность образцового измерителя температуры.
Температура в дозаторе	$\Delta t = t_{уст} - t_{обр},$ где $\Delta t$ – точность поддержания температуры дозатора, °С	$t_{уст}$ – уставка, °С (40°С по ASTM D 3907); $t_{обр}$ – показания образцового измерителя температуры в дозаторе, °С. Отклонение не должно превышать $ 5+\alpha $ °С, $\alpha$ – погрешность образцового измерителя температуры.
Проверка дозатора	$\Delta \tau = \tau - \tau_{обр},$ где $\Delta \tau$ – точность времени дозирования, с	$\tau$ – уставка, с (75 с по ASTM D 3907); $\tau_{обр}$ – показания образцового секундомера, с. Время дозирования не должно отличаться от уставки более, чем на $ 1+\beta $ с, $\beta$ – погрешность образцового секундомера.
	$\Delta m = m - m_{обр},$ где $\Delta m$ – точность измерения массы дозы, г	$m$ – уставка, г (1.33 г по ASTM D 3907); $m_{обр}$ – показания весов, г. Масса дозы не должна отличаться от уставки более, чем на 2%.

## 9 Порядок проведения аттестации

9.1 Условия проведения аттестации

Выполнить требования п. 4.1.

9.2 Экспертиза эксплуатационной документации

На рассмотрение представляют:

- 1) руководство по эксплуатации испытательного оборудования;
- 2) паспорта на комплектующие изделия;
- 3) свидетельства о поверке СИ, используемых для проведения испытаний.

Содержание работ по рассмотрению документации и методика приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Содержание работ по рассмотрению документации и методика рассмотрения

Содержание работ по рассмотрению представленной документации	Указания по методике рассмотрения
1 Оценка эксплуатационной документации с точки зрения удобства ее использования потребителем	Эксплуатационная документация должна быть составлена в соответствии с ГОСТ 2.601 и ГОСТ 2.610. Проверяют возможность использования документации исполнителем и обслуживающим персоналом. Проверяют наличие в эксплуатационной документации указаний по настройке и устранению возможных неисправностей испытательного оборудования.
2 Предварительная оценка возможности проведения исследований технических характеристик	Проводят оценку метрологического обеспечения испытываемого оборудования, а также определение оптимального интервала времени между периодическими аттестациями.
3 Установление действия свидетельств о поверке	Устанавливают, что срок действия свидетельств о поверке не истек.

### 9.3 Внешний осмотр

Внешний осмотр производят путем визуальной проверки:

- 1) внешнего вида установки и её сборочных единиц;
- 2) наличия комплектности эксплуатационной документации;
- 3) комплектности и маркировки установки в соответствии с эксплуатационной документацией;
- 4) отсутствия явных механических повреждений и дефектов.

### 9.4 Опробование

При опробовании проверяют:

- 1) соблюдение требований безопасности и условий аттестации;
- 2) возможность включения, выключения и функционирования установки;
- 3) работоспособность органов управления. Для этого необходимо:
- 4) включить установку тумблером «**СЕТЬ**»;
- 5) перевести установку в ручной режим: на панели оператора нажать [**НАСТРОЙКИ**], в открывшемся меню задать параметр «**Режим испытания**» = «**РУЧНОЙ**»; для выхода из меню нажать [**✕**] в верхнем правом углу экрана;
- 6) проверить функционирование элементов установки: проверить срабатывание клапанов, движение привода дозатора вверх и вниз, остановка привода во время движения вниз при лёгком нажатии (около 20 г) на тензодатчик (см. рисунок 1, страница 5), включение / выключение нагревателей печи и дозатора: после включения нагревателя в течение 1 минуты показания соответствующего датчика температуры должны начать изменяться в сторону уставки.
- 7) функционирование дисплея.



Рисунок 1 – Датчик касания шприца

Технически неисправные установки к аттестации не допускаются.

### 9.5 Проверка температуры катализатора

9.5.1 Для проверки печи выполнить следующую последовательность:

9.5.2 Загрузить в реактор катализатор, установить поперочную вставку, глубина погружения должна быть такой же, как на рабочей вставке;

9.5.3 На поперочной термопаре (рекомендуется термометр ТЦМ 9410/М2 ТТЦ11-600 ТХА(К) Ø1,5 мм, L400 мм) маркером поставить метки 1, 2, 3, соответствующие положению чувствительной части термопары в верхнем слое катализатора (рисунок 2, точка 1), среднем (точка 2) и нижнем (точка 3);

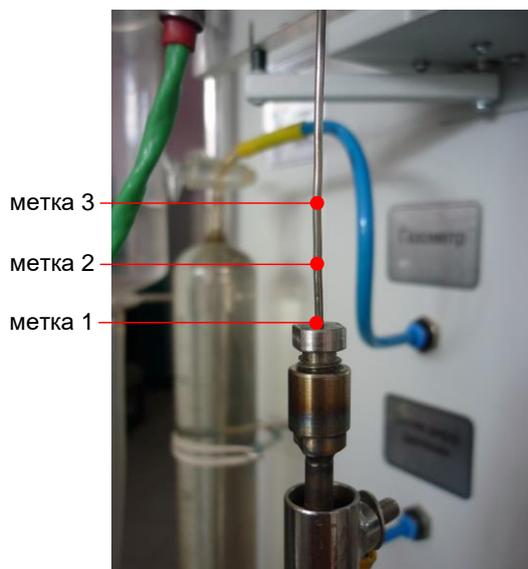
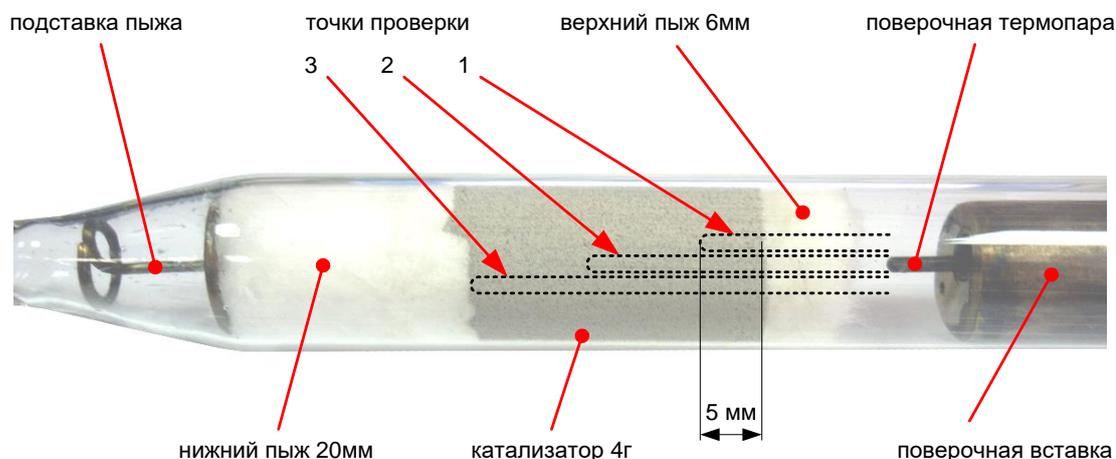


Рисунок 2 – Проверка температуры реактора

9.5.4 Включить установку;

9.5.5 На панели оператора нажать [НАСТРОЙКИ], в открывшемся меню нажать [ПРОГРАММЫ] и выбрать нужную программу испытания из списка;

9.5.6 Задать значение параметра «Режим испытания» = «Ручной»;

9.5.7 Закрыть меню нажатием кнопки [x] в верхнем правом углу экрана;

9.5.8 Включить все зоны печи;

9.5.9 После стабилизации температуры во всех зонах выждать не менее 30 минут;

9.5.10 Измерить температуру для каждой метки и записать в таблицу А1, ПРИЛОЖЕНИЕ А, страница 10; после перемещения термопары ждать не менее 5 минут;

9.5.11 Вычислить точность измерения температуры катализатора по следующей формуле:

$$\Delta T = T_{уст} - T_{iобр},$$

где:  $\Delta T$  – точность измерения температуры катализатора, °С;

$T_{уст}$  – уставка (482°С по ASTM D 3907), °С;

$T_{iобр}$  – показания образцового измерителя температуры (i – точка проверки: верхняя (1), средняя (2) и нижняя (3)), °С.

9.5.12 Точность измерения температуры катализатора не должна превышать  $|1+\alpha|^\circ\text{C}$ , где  $\alpha$  – погрешность образцового измерителя температуры.

9.5.13 Результаты проверки занести в таблицу А1, ПРИЛОЖЕНИЕ А, страница 10.

#### 9.6 Проверка температуры дозатора

9.6.1 Плотнo закрыть дверцу дозатора.

9.6.2 Установить в дозатор образцовый измеритель температуры (см. рисунок 3).



Рисунок 3 – Образцовый термометр в дозаторе

9.6.3 Дождаться стабилизации температуры в дозаторе (поле текущих показаний температуры сменит цвет с жёлтого на зелёный).

9.6.4 Через 30, 45 и 60 минут после стабилизации записать показания образцового измерителя температуры в таблицу А2, ПРИЛОЖЕНИЕ А, страница 10.

9.6.5 Вычислить точность поддержания температуры дозатора по следующей формуле:

$$\Delta t = t_{\text{уст}} - t_{\text{обр}}$$

где:  $\Delta t$  – точность поддержания температуры дозатора,  $^\circ\text{C}$ ;

$t_{\text{уст}}$  – уставка,  $^\circ\text{C}$  (40  $^\circ\text{C}$  по ASTM D 3907);

$t_{\text{обр}}$  – показания образцового измерителя температуры,  $^\circ\text{C}$ .

9.6.6 Отклонение температуры дозатора не должно превышать 5 $^\circ\text{C}$ .

#### 9.7 Проверка дозатора

Для проверки дозатора выполнить следующую последовательность действий:

9.7.1 На панели оператора нажать кнопку **[НАСТРОЙКИ]** для перехода в меню настроек;

9.7.2 Задать значение параметра «Режим испытания» = «РУЧНОЙ»;

9.7.3 Выбрать программу, для которой требуется проверка дозирования, из списка, открываемого кнопкой **[ПРОГРАММЫ]**;

9.7.4 Нажать кнопку **[ДОПОЛНИТЕЛЬНО]** для перехода в меню дополнительных настроек;

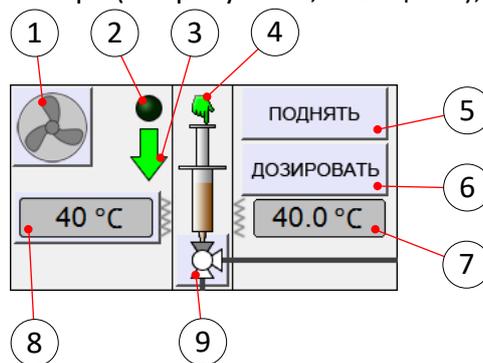
9.7.5 Задать параметры шприца:

«Объём, мл» – объём полностью заполненного шприца,

«Ход штока, мм» – разность длин пустого и полностью заполненного шприца;

9.7.6 Закрывать меню кнопкой [x] в правом верхнем углу экрана;

9.7.7 Включить подогрев дозатора (см. рисунок 4, позиция 8);



- |   |  |
|---|--|
| 1. обдув дозатора и кнопка переключения*; | 6. кнопка поиска шприца / дозирования*;                              |
| 2. индикатор верхнего положения штока;    | 7. текущая температура дозатора;                                     |
| 3. индикатор движения штока;              | 8. заданная температура дозатора и кнопка переключения нагревателя*; |
| 4. индикатор обнаружения шприца;          | 9. распределитель «ГАЗ-ШПРИЦ» и кнопка переключения*;                |
| 5. кнопка подъёма штока*;                 |  |

\* кнопки отображаются только в ручном режиме

Рисунок 4– Дозатор

9.7.8 Отсоединить капилляр от выходного штуцера дозатора;

9.7.9 Установить в дозатор шприц с газойлем, выдержать не менее 30 минут для стабилизации температуры газойля;

9.7.10 Установить под выходной штуцер дозатора чистую ёмкость для сбора газойля; ёмкость предварительно взвесить с точностью  $\pm 0,01$  г (см. рисунок 5);



Рисунок 5– Проверка дозатора

9.7.11 Нажать кнопку [НАЙТИ] для обнаружения шприца (см. рисунок 4, позиция 6);

9.7.12 После обнаружения шприца нажать [ДОЗИРОВАТЬ] и одновременно запустить секундомер;

9.7.13 Сразу после завершения дозирования остановить секундомер; записать показания секундомера в таблицу АЗ, ПРИЛОЖЕНИЕ А, страница 10;

9.7.14 Вычислить точность времени дозирования по следующей формуле:

$$\Delta\tau = \tau - \tau_{\text{обр}},$$

- где:  $\Delta\tau$  – точность времени дозирования, с;  
 $\tau$  – уставка, с (75 с по ASTM D 3907);  
 $\tau_{\text{обр}}$  – показания образцового секундомера, с.

9.7.15 Время дозирования не должно отличаться от уставки более, чем на  $|1 + \beta|$  с, где  $\beta$  – погрешность образцового секундомера (по ASTM D 3907 допускается от 74 до 76 с).

9.7.16 Взвесить ёмкость с газойлем, массу газойля определить как привес ёмкости после дозирования с точностью  $\pm 0,01$  г;

9.7.17 Занести полученные результаты в таблицу А3, ПРИЛОЖЕНИЕ А, страница 10.

9.7.18 Вычислить точность дозирования по следующей формуле:

$$\Delta m = m - m_{\text{обр}},$$

где:  $\Delta m$  – точность дозирования, г;

$m$  – уставка, г (1,33г по ASTM D 3907);

$m_{\text{обр}}$  – масса газойля, измеренная на весах, г.

9.7.19 Масса газойля не должна отличаться от уставки более, чем на 2% (по ASTM D 3907 допускается от 1,30 до 1,36 г).

---

#### **ПРИМЕЧАНИЕ**

*Если при дозировании произойдёт перегрузка тензодатчика, дозирование прекратится, будет выдано соответствующее сообщение.*

*Это возможно в следующих случаях:*

- большая вязкость газойля (шприц не успел прогреться в дозаторе);*
- засорился распределитель или капилляр (см. п. 5 руководства по эксплуатации АИФ 2.779.008 РЭ);*
- неисправен шприц (заменить шприц, см. ПРИЛОЖЕНИЕ Г руководства по эксплуатации АИФ 2.779.008 РЭ).*

---

### **10 Обработка, анализ и оценка результатов аттестации**

Установка считается выдержавшей испытание, если все фактические точностные характеристики соответствуют требованиям ее эксплуатационной документации.

#### **11 Требования к отчётности**

Положительные результаты аттестации оформляются в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.568-2017.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А. РЕЗУЛЬТАТЫ ПРОВЕРКИ

Установка МАК-10-05  
 Заводской № \_\_\_\_\_  
 Дата проверки \_\_\_\_\_  
 Исполнитель \_\_\_\_\_

Программа испытания

Наименование \_\_\_\_\_  
 Температура дозатора, °С \_\_\_\_\_  
 Температура реактора, °С \_\_\_\_\_  
 Уставка верхней зоны печи, °С \_\_\_\_\_  
 Уставка средней зоны печи, °С \_\_\_\_\_  
 Уставка нижней зоны печи, °С \_\_\_\_\_  
 Время дозирования, с \_\_\_\_\_  
 Масса дозы, г \_\_\_\_\_  
 Завершающая продувка, мин \_\_\_\_\_  
 Расход азота, мл/мин \_\_\_\_\_

Таблица А1 – Проверка температуры реактора

Температура реактора	Точка проверки температуры катализатора в реакторе		
	Верхняя (1)	Средняя (2)	Нижняя (3)
$T_{уст}, °C$			
$T_{юбр}, °C$			
$\Delta T, °C$			

Таблица А2 – Проверка температуры дозатора

Температура дозатора	Время с момента стабилизации в дозаторе		
	30 минут	45 минут	60 минут
$t_{уст}, °C$			
$t_{обр}, °C$			
$\Delta t, °C$			

Таблица А3 – Проверка дозирования

Параметр	Время дозирования, с	Масса дозы, г
Уставка		
Фактическое значение	$\tau_{обр} =$	$m_{обр} =$
Отклонение от заданного	$\Delta \tau =$	$\Delta m =$