

**АО БСКБ «Нефтехимавтоматика»**

**Установка для определения активности микросферических  
катализаторов крекинга**

*ЛинтеЛ*<sup>®</sup> МАК-10

**Руководство по эксплуатации  
АИФ 2.779.008 РЭ**

## **АО БСКБ «Нефтехимавтоматика»**

### **Современные аппараты для контроля качества нефтепродуктов**

Благодарим Вас за приобретение и использование *ЛинтеЛ*<sup>®</sup> МАК-10 – установки для оценки активности микросферических катализаторов крекинга.

АО БСКБ «Нефтехимавтоматика» с 1959 г. производит и поставляет аппараты для контроля качества нефтепродуктов в лаборатории заводов, аэропортов, предприятий топливно-энергетического комплекса.

Наши аппараты реализуют СТАНДАРТНЫЕ МЕТОДЫ, прошли метрологическую аттестацию, включены в МИ 2418-97 «Классификация и применение технических средств испытаний нефтепродуктов» и соответствующие ГОСТы как средства реализации методов контроля качества.

В аппаратах предусмотрены специальные решения, позволяющие реализовывать кроме стандартных методов и методы для выполнения исследований, что особенно важно при разработке новых видов продукции. АО БСКБ «Нефтехимавтоматика» применяет новейшие технологии и компоненты для обеспечения стабильно высокого качества аппаратов, удобства их эксплуатации, с целью сокращения затрат времени на испытания и повышения эффективности Вашей работы.

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>1 СПИСОК ПРИНЯТЫХ СОКРАЩЕНИЙ</b> .....	<b>2</b>
<b>2 ОПИСАНИЕ И РАБОТА</b> .....	<b>2</b>
2.1 Назначение .....	2
2.2 Технические характеристики .....	2
2.3 Устройство и работа .....	3
<b>3 ПОДГОТОВКА К ЭКСПЛУАТАЦИИ</b> .....	<b>6</b>
3.1 Требования к месту установки .....	6
3.2 Внешний осмотр.....	7
3.3 Опробование .....	7
<b>4 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ</b> .....	<b>8</b>
4.1 Дополнительное оборудование и материалы .....	8
4.2 Эксплуатационные ограничения .....	8
4.3 Подготовка пробы .....	9
4.4 Подготовка устройства к проведению испытания .....	9
4.5 Проведение испытания .....	15
4.6 Обработка результатов испытания.....	19
4.7 Завершение работы .....	20
4.8 Перечень возможных неисправностей .....	20
4.9 Действия в экстремальных ситуациях .....	21
<b>5 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ</b> .....	<b>22</b>
5.1 Дополнительное оборудование и материалы .....	22
5.2 Общие указания и меры безопасности .....	22
5.3 Перечень операций.....	22
5.4 Очистка дисплея .....	22
5.5 Очистка установки .....	22
5.6 Слив рассола, промывка газометра.....	22
5.7 Очистка реактора и приемника .....	22
5.8 Очистка вставки реактора.....	23
5.9 Очистка капилляра .....	23
5.10 Очистка клапана-распределителя .....	23
<b>6 ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ</b> .....	<b>23</b>
6.1 Хранение .....	23
6.2 Транспортирование.....	23
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А. НАСТРОЙКА ПЕЧИ</b> .....	<b>24</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Б. ПРОВЕРКА ДОЗАТОРА</b> .....	<b>26</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ В. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЪЕМА АЗОТА В ГАЗОМЕТРЕ</b> .....	<b>28</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Г. ЗАМЕНА ШПРИЦА</b> .....	<b>30</b>

Руководство по эксплуатации содержит сведения о конструкции, принципе действия, характеристиках установки ЛинтеЛ® МАК-10 и указания, необходимые для его правильной и безопасной эксплуатации.

## 1 СПИСОК ПРИНЯТЫХ СОКРАЩЕНИЙ

Установка – установка ЛинтеЛ® МАК-10.

ПК – персональный компьютер.

ПБИ – подсистема беспроводного интерфейса.

УЗО – устройство защитного отключения.

## 2 ОПИСАНИЕ И РАБОТА

### 2.1 Назначение

2.1.1 Установка является испытательным оборудованием напольного типа и предназначена для оценки активности микросферических катализаторов крекинга при малом времени контакта катализатора с сырьем в соответствии со стандартом ASTM D 3907 Standard Test Method for Testing Fluid Catalytic Cracking (FCC) Catalysts by Microactivity Test<sup>1</sup>.

### ВНИМАНИЕ

Не рекомендуется использовать газойли с высокой степенью коксуетности, так как это может привести к закупориванию капилляра.

### 2.2 Технические характеристики

2.2.1 Эксплуатационные характеристики установки указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Эксплуатационные характеристики

№ п/п	Характеристика	Единица измерения	Значение
Рабочие параметры			
1.	Тип испытываемого катализатора		микросферический
2.	Высота слоя катализатора	мм	до 80
3.	Объем дозируемого газойля	мл	от 1 до 5 <sup>2</sup>
4.	Время дозирования газойля	сек	от 10 до 240 <sup>2</sup>
5.	Температура в дозаторе	°С	от 40 до 60
6.	Рабочая температура реактора	°С	от 450 до 550
7.	Регулирование расхода азота	мл/мин	от 10 до 60 <sup>3</sup>
8.	Рабочее давление азота на входе установки	кПа	от 100 до 1000
9.	Объем газа, собираемый в газометре	мл	до 800
Параметры питания			
10.	Напряжение питания установки	В	от 187 до 253
11.	Частота напряжения питающей сети	Гц	от 49 до 51
12.	Потребляемая пиковая мощность, не более	В·А	3500
13.	Потребляемая средняя мощность, не более	В·А	1000
Параметры рабочей среды			
14.	Температура окружающей среды	°С	от +10 до +35
15.	Относительная влажность при температуре +25 °С, не более	%	80
16.	Атмосферное давление	кПа	от 90,6 до 106,6

<sup>1</sup> Стандартный метод тестирования катализаторов каталитического крекинга в псевдооживленном слое (FCC) с помощью тестирования микроактивности;

<sup>2</sup> Не гарантируется обеспечение температурного режима при больших объемах газойля и малом времени дозирования;

<sup>3</sup> Регулирование газа обеспечивается при давлении на входе регулятора газа 26,7кПа±20%.

2.2.2 Массо-габаритные характеристики установки указаны в таблице 2.

Таблица 2 – Массо-габаритные характеристики

Характеристика	Единица измерения	Значение
Масса установки, не более	кг	150
Габаритные размеры установки (глубина x ширина x высота)	мм	600x1000x1750
Масса установки в упаковке, не более	кг	200
Габаритные размеры установки в упаковке (глубина x ширина x высота)	мм	660x1200x2050

2.2.3 Точностные характеристики установки указаны в таблице 3.

Таблица 3 – Точностные характеристики

Характеристика	Единица измерения	Значение
Погрешность дозирования газойля	%	$\pm 2^1$
Погрешность времени дозирования	сек	$\pm 1$
Точность поддержания температуры дозатора	°С	$\pm 5$
Градиент температуры в слое катализатора, не более	°С	$\pm 1$
Отклонение температуры в слое катализатора от заданной, не более	°С	$\pm 1$
Погрешность измерения температуры газойля на выходе капилляра	°С	$\pm 1$
Стабильность температуры газойля на выходе капилляра	°С	$\pm 5^2$

2.2.4 Перечень автоматизированных функций установки следующие:

- 1) поддержание заданной температуры в дозаторе для подогрева газойля;
- 2) поддержание заданной температуры по зонам печи;
- 3) поддержание заданной температуры газойля на выходе капилляра;
- 4) регулирование расхода азота;
- 5) продувка реактора азотом в течение заданного времени;
- 6) дозирование газойля с заданными массой и временем дозирования;
- 7) испытание по стандарту ASTM D 3907;
- 8) испытание по пользовательским программам (пользователем задаются температура в дозаторе и в реакторе, расход азота и время предварительной и завершающей продувки, количество газойля и время дозирования);
- 9) диагностика неисправностей и ошибок оператора.

Предприятие-изготовитель гарантирует неизменность точностных характеристик, подтвержденных при первичной аттестации после транспортировки.

## 2.3 Устройство и работа

### 2.3.1 Комплектность поставки

- 1) Установка ЛинтеЛ® МАК-10 АИФ 2.779.008.
- 2) Эксплуатационные документы:
  - Руководство по эксплуатации АИФ 2.779.008 РЭ;
  - Паспорт АИФ 2.779.008 ПС;
  - Программа и методика аттестации АИФ 2.779.008 МА.
- 3) Комплект принадлежностей.

<sup>1</sup> 0,03 г при массе дозы 1,33 г;

<sup>2</sup> При скорости подачи газойля 1,33 грамма за 75 секунд.

### 2.3.2 Общий вид

Общий вид установки представлен на рисунке 1.

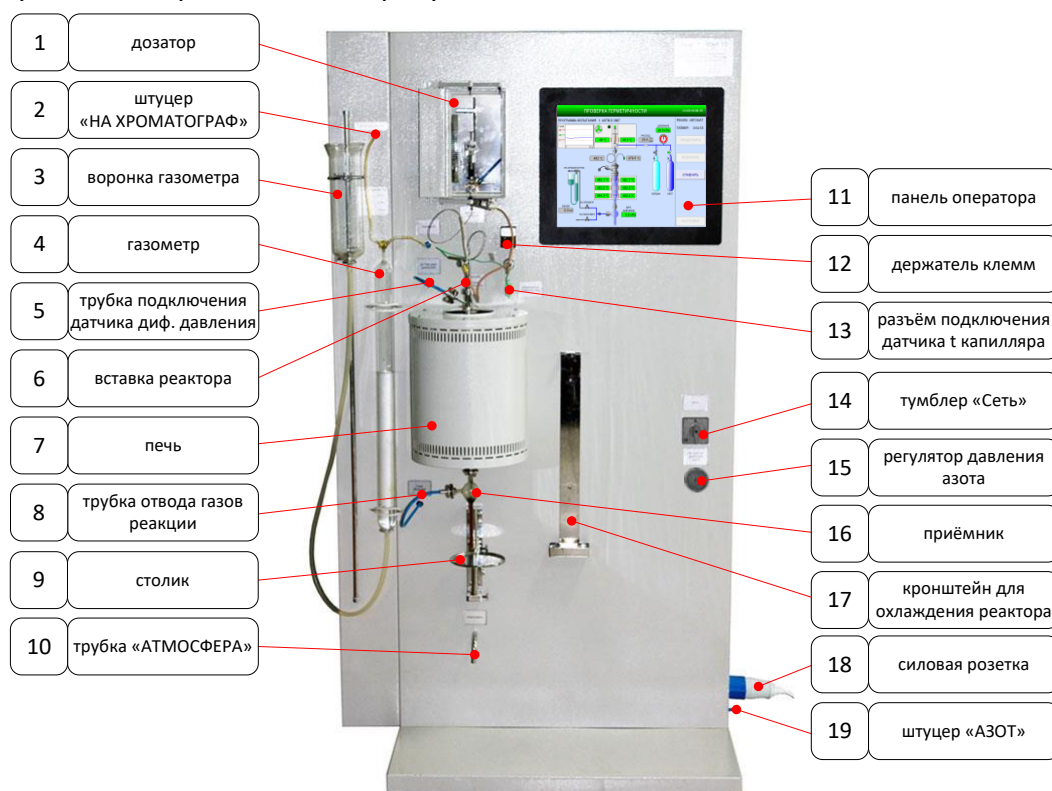


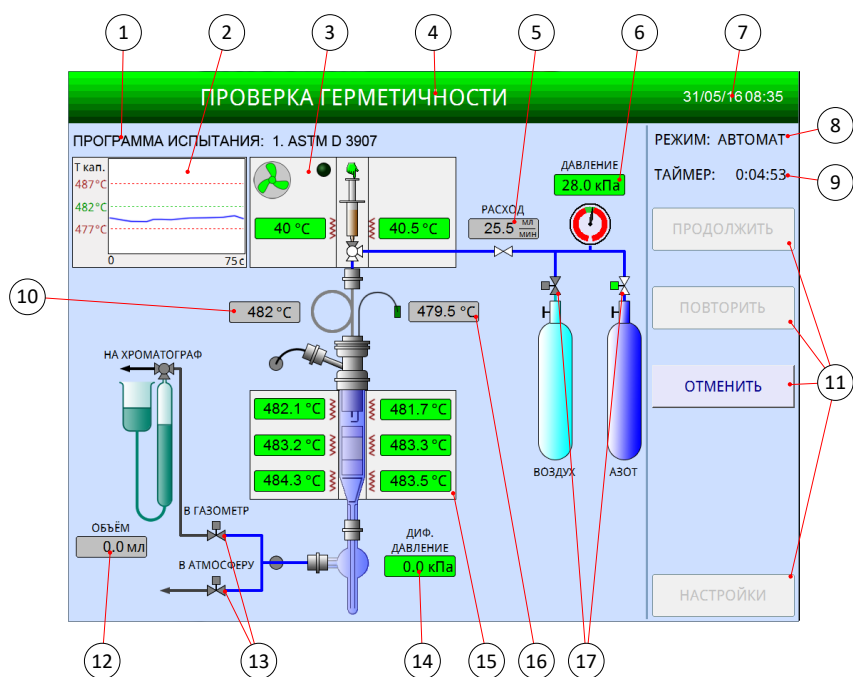
Рисунок 1 – Общий вид установки

Установка подключается к сети ~230В через розетку (18); включение осуществляется тумблером «Сеть» (14).

Шприц с газойлем устанавливается в подогреваемый дозатор (1). Реактор с катализатором, вставкой реактора (6) (далее по тексту вставка) и приёмником (16) устанавливается в трёхзонную печь (7). На столик (9) устанавливается сосуд со льдом для охлаждения приёмника и конденсации продуктов реакции. Через трубку «АТМОСФЕРА» (10) отводится газ при предварительной продувке. Газы реакции поступают в газометр (4), заполненный рассолом (насыщенный водный раствор поваренной соли); рассол при этом вытесняется в воронку (3). Давление газа в установке регулируется вручную регулятором давления азота (15). В автоматическом режиме продувка осуществляется только азотом, подключаемым к штуцеру «АЗОТ» (19). В ручном режиме возможна продувка атмосферным воздухом, подаваемым встроенным насосом, давление воздуха не регулируется. На панели оператора (11) отображается мнемосхема установки, на которой выводятся показания датчиков и дополнительная информация о текущем состоянии установки. Над газометром расположен штуцер «НА ХРОМАТОГРАФ» (2) для подключения газоанализатора (в комплект поставки не входит). Кронштейн (17) предназначен для охлаждения реактора после испытания.

### 2.3.3 Мнемосхема

На панели оператора во время работы установки отображается мнемосхема состояния узлов и датчиков установки (см. рисунок 2, страница 5).



- |  |  |
|--|--|
| 1. Программа испытания                 | 10. Уставка/ тест капилляра                        |
| 2. График температуры капилляра        | 11. Кнопки управления                              |
| 3. Дозатор                             | 12. Объем газа                                     |
| 4. Состояние установки                 | 13. Выходные клапаны                               |
| 5. Расход газа                         | 14. Давление в реакторе                            |
| 6. Давление газа                       | 15. Печь (слева уставка, справа текущие показания) |
| 7. Дата и время (нажать для коррекции) | 16. Температура капилляра                          |
| 8. Режим испытания                     | 17. Входные клапаны                                |
| 9. Таймер состояния                    |  |

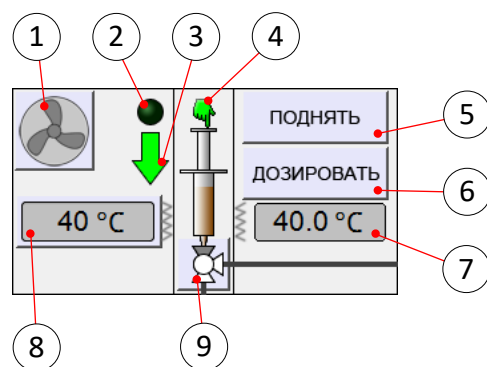
Рисунок 2 – Мнемосхема установки

Таблица 4 – Цветовая сигнализация элементов мнемосхемы

Цвет элемента	Значение
серый	выключен
зелёный	включен / значение в допуске
жёлтый	промежуточное состояние
красный	неисправность / значение вне допуска

Таблица 5 – Обозначения элементов мнемосхемы

Обозначение	Описание	
распределитель «ГАЗ-ШПРИЦ»		в положении «ГАЗ»
		в положении «ШПРИЦ»
клапан		закрит
		открыт
входное давление		не в допуске
		в допуске
нагреватель		отключен
		включен, выход на режим
		включен, режим стабилен



- |   |  |
|---|--|
| 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 3 – Дозатор

### 3 ПОДГОТОВКА К ЭКСПЛУАТАЦИИ

#### 3.1 Требования к месту установки

3.1.1 Установка напольного типа. В месте ее расположения допускается вибрация частотой от 5 до 25 Гц с амплитудой не более 0,1 мм.

3.1.2 Минимальное расстояние от стен 0,5 м, место подключения установки к электрической сети должно быть легкодоступным на случай пожара.

3.1.3 Подключить установку к однофазной электрической сети переменного тока 230 В 50 Гц с заземлением через розетку (см. рисунок 1, страница 4, позиция 18). Проводка сети должна быть рассчитана на мощность 3,5 кВт (см. рисунок 4).



Рисунок 4 – Подключение шнура питания

3.1.4 Заземлить установку подключением шпильки заземления (крепление на резьбу М6, шпилька расположена под розеткой) к контуру заземления.

3.1.5 К штуцеру «АЗОТ» (рисунок 1 на странице 4, позиция 19) подвести линию азота с давлением от 0,1 до 1 МПа. Шланг (в комплект поставки не входит) зафиксировать хомутом 12-20 мм.

3.1.6 К трубке «АТМОСФЕРА» с внешним диаметром 12 мм (рисунок 1 на странице 4, позиция 10) подвести шланг вытяжной вентиляции (в комплект поставки не входит).

3.1.7 Установить газометр (рисунок 1 на странице 4, позиция 4), воронку газометра (рисунок 1 на странице 4, позиция 3), соединить их шлангом.



### 3.2 Внешний осмотр

Перед началом эксплуатации:

- 1) освободить установку от упаковки;
- 2) проверить комплектность поставки;
- 3) выполнить внешний осмотр установки на наличие повреждений;
- 4) проверить наличие сопроводительной документации.

На все дефекты составляется соответствующий акт.

### 3.3 Опробование

#### **ВНИМАНИЕ**

После внесения в отапливаемое помещение из зоны с температурой ниже 10°C, выдержать установку в упаковке не менее 4 ч.

3.3.1 Установка включается тумблером «СЕТЬ» на передней панели установки. После начальной загрузки на экране установки отображается мнемосхема.

3.3.2 Если установка работает в автоматическом режиме, автоматически включатся нагреватели дозатора и печи, на панели оператора в строке состояния выводится статус «**ТЕРМОСТАТИРОВАНИЕ**» (рисунок 5).

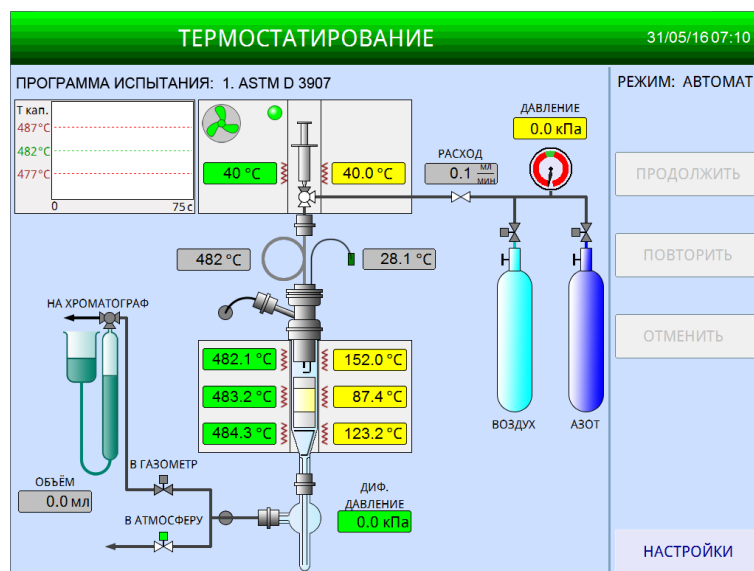


Рисунок 5 – Установка в автоматическом режиме

3.3.3 Если установка работает в ручном режиме работы, нагреватели не будут включены автоматически, в строке состояния выводится статус «**ОЖИДАНИЕ**» (рисунок 6, страница 8).

3.3.4 В ручном режиме переключение нагревателей, клапанов, привода дозатора выполняется вручную кнопками на соответствующих элементах мнемосхемы (кнопки отображаются только в ручном режиме, когда действие доступно).

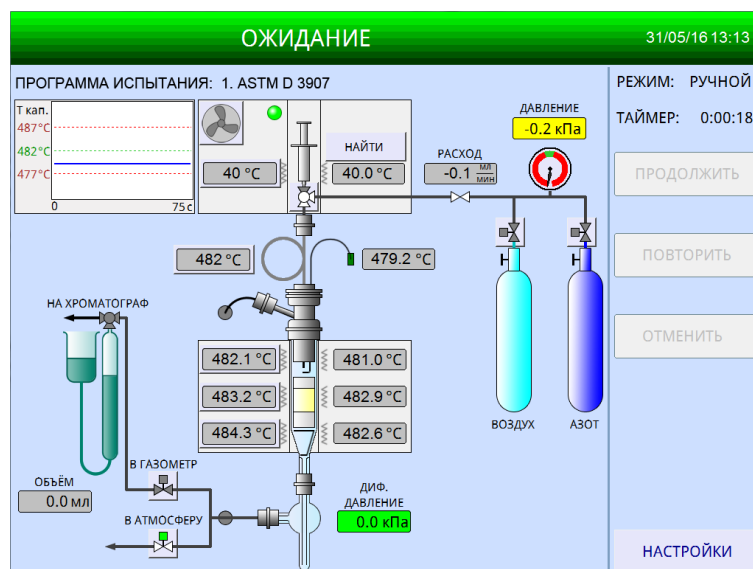


Рисунок 6 – Установка в ручном режиме

3.3.5 Переключение режима работы установки выполняется в меню «НАСТРОЙКИ», параметр «Режим испытания» (п.4.5.1 настоящего руководства).

## 4 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ

### 4.1 Дополнительное оборудование и материалы

Оборудование, материалы и методика подготовки проб указаны в стандарте ASTM D 3907. Дополнительное оборудование для работы устройства указано в таблице 6.

Таблица 6 – Дополнительное рекомендуемое оборудование

Оборудование	Назначение
Устройство паростабилизации катализатора в атмосфере водяного пара ЛинтеА® УПСК-10	подготовка катализатора (паростабилизация катализатора)
Весы с пределом измерения 1 кг с погрешностью не более $\pm 0,01$ г	взвешивание чистого приёмника, жидких продуктов реакции
Газовый хроматограф, соответствующий требованиям ASTM D 2887. Рекомендуемые производители: Agilent, Мета-Хром, Хроматэк	анализ жидких продуктов реакции

Дополнительные материалы для работы устройства указаны в таблице 7.

Таблица 7 – Дополнительные материалы

Материалы	Назначение
Салфетка хлопчатобумажная	очистка уплотнительных колец, выходного штуцера подогреваемого дозатора, штуцера капилляра, вставки реактора от загрязнений
Нефрас	
Ацетон	промыть реактор, приёмник

### 4.2 Эксплуатационные ограничения

- 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 включать установку при снятой задней крышке;
- 5) запрещается подключать установку к сети ~230В, не оборудованной заземлением;

- 6) запрещается включение установки после попадания жидкостей или посторонних предметов внутрь корпуса или печи, до их извлечения;
- 7) запрещается эксплуатация установки со снятым кожухом;
- 8) во время работы установка должна быть заземлена подключением к клемме заземления;
- 9) после подключения капилляра расстояние от него до любых предметов по всей длине должно быть не менее 5 см: капилляр нагревается до высокой температуры;
- 10) при работе с установкой обслуживающий персонал должен выполнять правила техники безопасности при работе с электрическими установками с напряжением до 1000 В;
- 11) 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;
- 12) дозирование газойля через капилляр выполнять только после стабилизации температуры всех нагревателей;
- 13) дверцу дозатора открывать на минимальное время во избежание отклонения температуры от заданного значения;
- 14) после выключения установки переключить кран газометра в положение «проток».

### 4.3 Подготовка пробы

Отбор проб выполняется в соответствии со стандартом ASTM D 3907.

### 4.4 Подготовка устройства к проведению испытания

#### 4.4.1 Включение установки

Включить установку согласно п.3.3 настоящего руководства.

#### 4.4.2 Общая информация

Клемму нагревателя капилляра после отсоединения от вставки реактора устанавливать на держатель клемм (см. рисунок 7).



Рисунок 7 – Хранение клемм

#### 4.4.3 Очистка от нефтепродуктов

4.4.3.1 Чистой тканевой салфеткой, смоченной нефрасом, очистить от загрязнения:

- 1) уплотнительные кольца;
- 2) выходной штуцер подогреваемого дозатора;
- 3) штуцер капилляра;
- 4) вставку реактора.

4.4.3.2 Промыть ацетоном:

- 1) реактор;
- 2) приёмник.

#### 4.4.4 Подготовка газометра

Перед началом работы с установкой заполнить газометр рассолом (насыщенный водный раствор поваренной соли):

1) открыть кран газометра (рисунок 8):



Рисунок 8 – Кран газометра открыт

2) ослабить винты крепления воронки, опустить воронку в самое нижнее положение и заполнить её рассолом. Если в газометре уже есть рассол, воронку опускать медленно, чтобы рассол не перелился через её край (рисунок 9):



Рисунок 9 – Воронка опущена

3) поднять воронку таким образом, чтобы заполнить газометр. При необходимости долить рассол в воронку (рисунок 10):



Рисунок 10 – Воронка поднята

Воронку поднимать медленно, чтобы рассол не потёк через кран газометра.

При заполненном газометре в воронке должно оставаться достаточно места для сбора газов реакции во время дозирования газойля и азота при завершающей продувке (суммарный объём газов реакции и азота в газометре составляет примерно 600 мл для метода ASTM D 3907); в противном случае возможен перелив рассола через край воронки (чем выше установлена воронка, тем лучше).

На воронке по уровню мениска нанести метку – она понадобится, если требуется определить объём газов в газометре после завершения испытания.

4) зафиксировать воронку винтами и закрыть кран газометра (см. рисунок 11).



Рисунок 11 – Кран газометра закрыт

**ПРИМЕЧАНИЕ**

Затвор крана газометра всегда должен быть чистым и смазанным неагрессивной смазкой. Рекомендуется силиконовое масло ПМС-200.

При переключении крана следует проявлять внимательность во избежание потери герметичности.

## 4.4.5 Подготовка катализатора к испытанию

Подготовить катализатор в соответствии с ASTM D 3907. Для подготовки катализатора рекомендуется использовать ЛинтеЛ® УПСК-10 – установку для паростабилизации катализаторов.

## 4.4.6 Характеристика применяемого сырья

4.4.6.1 Для испытания катализатора используется стандартное сырье ASTM, которое можно получить через комитет ASTM D-32 по катализаторам.

## 4.4.7 Подготовка реактора с катализатором

4.4.7.1 Тщательно промыть реактор и приемник продукта ацетоном и просушить. Если это необходимо, выжечь остатки кокса, осевшие в реакторе, путем нагревания в печи перед промыванием.

4.4.7.2 Установить в реактор подставку пыжа, затем пыж из кварцевой или боросиликатной стекловаты высотой около 20 мм. Для установки пыжа воспользоваться трамбовкой из комплекта поставки. Засыпать в реактор катализатор в количестве  $4,0 \pm 0,05$  г (при замене подставки пыжа или изменении количества катализатора в пользовательских программах испытания выполнить калибровку печи согласно ПРИЛОЖЕНИЮ А, страница 24). Во избежание налипания катализатора на стенки реактора рекомендуется засыпать его через длинную соломинку, вставленную до пыжа. Слегка встряхнуть реактор постукиванием для равномерной укладки катализатора (не уплотнять). Установить над слоем катализатора пыж высотой около 6 мм. Пыжи не должны быть чрезмерно плотными во избежание закупоривания паров газойля в реакторе.

4.4.7.3 Поместить вставку с установленной прокладкой  $\varnothing 7 \times 18$  h3 в реактор и закрутить гайку от ручки, сильно не затягивая. Расстояние от выхода капилляра до верха укладки катализатора должно составлять от 10 до 50 мм. Для регулировки положения вставки ослабить фиксирующие винты (см. рисунок 12).

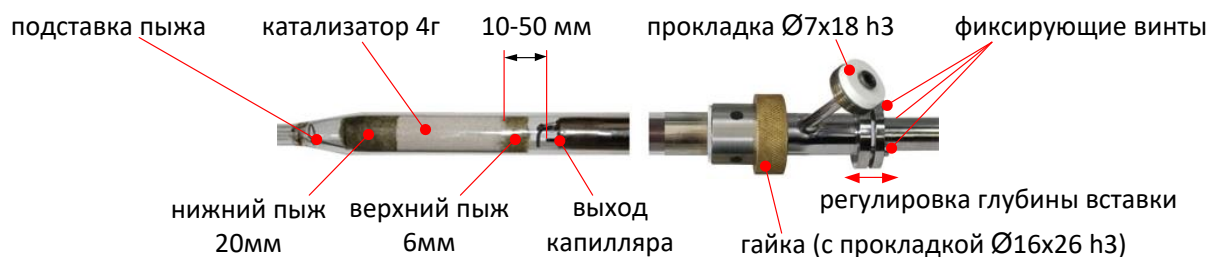


Рисунок 12 – Реактор в сборе

4.4.7.4 После регулировки высоты винты затянуть с небольшим усилием. При соединении вставки и реактора затяжку гайки осуществлять от руки, не прилагая больших усилий: утечки обычно возникают из-за повреждения прокладки или её загрязнения.

#### ПРИМЕЧАНИЕ

При плотной укладке перепад давления на слое катализатора во время дозирования может превышать 13,3 кПа (параметр «ДИФ. ДАВЛЕНИЕ» в нижней части мнемосхемы). В этом случае рекомендуется просеять катализатор для удаления из него частиц размером менее 325 мкм и повторить испытание. Наиболее типичные значения диф. давления находятся в диапазоне от 4,0 до 8,0 кПа.

#### 4.4.8 Предварительное взвешивание

Взвесить чистый приемник жидких продуктов реакции на весах с точностью  $\pm 0,01$  г.

#### 4.4.9 Подключение реактора

Установить собранный реактор в печь и подключить его к установке (рисунок 13).

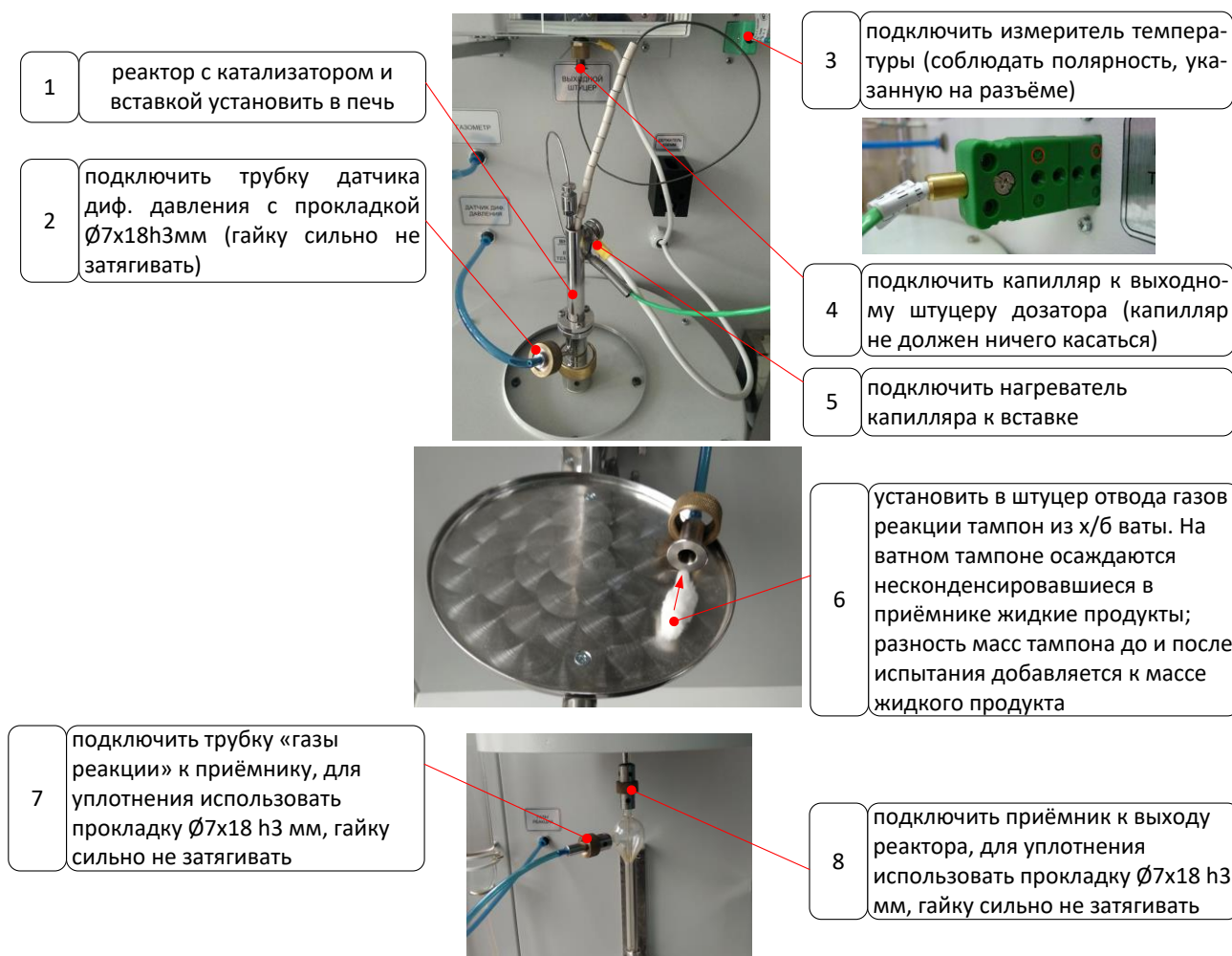


Рисунок 13 – Подключение реактора и приемника

---

**ВНИМАНИЕ**

Устанавливать реактор в разогретую печь следует аккуратно во избежание его разрушения.

При подключении капилляра (рисунок 13, страница 12: операции 4, 5) обеспечить надёжный электрический контакт – зажим вставить до упора, гайки затянуть с небольшим усилием, – это необходимо для нормальной работы нагревателя капилляра.

Расстояние от любых предметов до капилляра по всей его длине должно быть не менее 5 см.

При подключении реактора (рисунок 13, страница 12: операции 2, 4, 7, 8) контролировать целостность и чистоту прокладок и поверхностей штуцеров, гайки сильно не затягивать.

---

**4.4.10 Установка стакана со льдом**

4.4.10.1 Заполнить стакан из комплекта поставки льдом с горкой (рисунок 14).

4.4.10.2 Ослабить регулировочные винты и опустить столик в нижнее положение (рисунок 14).

4.4.10.3 Установить на столик стакан и поднять столик вверх настолько, насколько это возможно, погрузив приёмник в лёд.

4.4.10.4 Зафиксировать столик регулировочными винтами.



регулировочные винты

Рисунок 14 – Охлаждение приёмника

**4.4.11 Установка шприца**

4.4.11.1 Заправить в шприц газойль без образования пузырьков воздуха в количестве, достаточном для проведения испытания.

---

**ПРИМЕЧАНИЕ**

Не следует подогревать ёмкость с газойлем в левой части дозатора, так как это приведёт к нарушению циркуляции воздуха и изменению температуры шприца.

Дозатор не может выдавить весь газойль из шприца, поэтому следует заправлять газойль в шприц с запасом. Для поставляемых шприцев остаток составляет примерно 1 мл.

---

4.4.11.2 Установить шприц (рисунок 15, позиция 3) в дозатор.



Рисунок 15 – Установка шприца в дозатор

4.4.11.3 При установке носик шприца должен плотно входить в распределитель (4), обеспечивающий подачу азота при продувке реактора или газойля при дозировании (рисунок 15).

4.4.11.4 Дверцу дозатора закрыть для равномерного нагрева шприца с газойлем; в закрытом состоянии дверца фиксируется магнитной защёлкой (рисунок 15).

4.4.11.5 К штуцеру дозатора (5) подключается капилляр вставки реактора (рисунок 15).

4.4.11.6 Кронштейн (2) предназначен для фиксации образцового датчика температуры при проверке температуры дозатора (рисунок 15).

4.4.11.7 Датчик касания шприца (1) обеспечивает защиту от поломки шприца в случае закупорки капилляра (рисунок 15).

---

#### **ВНИМАНИЕ**

*Шток шприца при дозировании должен упираться в датчик касания (рисунок 16); в противном случае возможна поломка шприца и привода дозатора.*

*При поломке шприца см. ПРИЛОЖЕНИЕ Г, страница 30.*

---





Рисунок 16 – Датчик касания шприца

## 4.5 Проведение испытания

### ВНИМАНИЕ

Во время работы установки печь и капилляр разогреваются до высокой температуры – запрещается прикасаться к ним незащищёнными частями тела и размещать в непосредственной близости горючие материалы.

#### 4.5.1 Параметры испытания

4.5.1.1 На мнемосхеме нажать кнопку **[НАСТРОЙКИ]** в нижнем правом углу экрана – откроется меню «НАСТРОЙКИ» (рисунок 17).

НАСТРОЙКИ	
Программа испытания	
1 <input type="text" value="ASTM D 3907"/>	Режим испытания <input type="text" value="ручной"/>
Температура, °С	
Дозатор <input type="text" value="40"/>	Продувка
Реактор <input type="text" value="482"/>	Расход, мл/мин <input type="text" value="30"/>
Печь верх <input type="text" value="482.1"/>	Начальная продувка, мин <input type="text" value="30"/>
Печь центр <input type="text" value="483.2"/>	Завершающая продувка, мин <input type="text" value="15"/>
Печь низ <input type="text" value="484.3"/>	Дозирование
	Время, с <input type="text" value="75"/>
	Масса, г <input type="text" value="1.33"/>
	Капилляр
	Чувствительность, % <input type="text" value="100"/>
ДОПОЛНИТЕЛЬНО	АО БСКБ "Нефтехимавтоматика" МАК-10-04 Зав. № 1 ПО 0201.0201 119 вкл. 77 час.

Рисунок 17 – Меню «НАСТРОЙКИ»

4.5.1.2 В меню отображается текущий набор параметров испытания – программа (таблица 8, страница 15).

Таблица 8 – Параметры испытания

Параметр	Пояснение
Программа испытания*	наименование выбранной программы испытания (можно ввести до 20 символов)
Дозатор*	заданная температура дозатора для подогрева шприца
Реактор*	заданная температура реактора
Печь верх	уставки по зонам печи, подбираются таким образом, чтобы обеспечить заданную температуру реактора во всём слое укладки катализатора
Печь центр	
Печь низ	

Таблица 8 – Продолжение

Параметр	Пояснение
Расход, мл/мин*	заданный расход азота при продувке реактора
Начальная продувка, мин*	заданная длительность продувки реактора азотом перед дозированием газойля
Завершающая продувка, мин*	заданная длительность продувки реактора азотом после дозирования газойля. Проверка объема азота осуществляется согласно ПРИЛОЖЕНИЮ В, страница 28.
Время, с*	заданная длительность дозирования газойля
Масса, г*	заданная масса дозы газойля
Чувствительность, %	если во время дозирования температура капилляра слишком низкая, следует увеличить значение параметра, если высокая - уменьшить
▼	открыть список программ испытания (содержит 10 программ, первая зарезервирована под метод ASTM D 3907)
Режим испытания	переключиться между автоматическим и ручным режимами испытания
ДОПОЛНИТЕЛЬНО	открыть меню дополнительных настроек (редактирование поправок на показания датчиков)

\* первая программа зарезервирована под метод ASTM D 3907 – для неё доступна только корректировка уставок печи и чувствительность капилляра, остальные параметры фиксированные.

4.5.1.3 При необходимости, можно отредактировать параметры выбранной программы или выбрать другую программу из списка, открываемого кнопкой [▼].

#### **ПРИМЕЧАНИЕ**

*Первая программа зарезервирована под метод ASTM D 3907, поэтому часть параметров не может быть изменена. Значения фиксированных параметров выводятся серым цветом.*

4.5.1.4 Температурные уставки по зонам печи задаются таким образом, чтобы обеспечить равномерную температуру по всему слою укладки катализатора на уровне заданной температуры реактора. Методика настройки уставок приведена в ПРИЛОЖЕНИИ А, страница 24.

4.5.1.5 Фактическая масса дозы газойля зависит от размеров шприца и плотности газойля. Методика проверки дозирования приведена в ПРИЛОЖЕНИИ Б, страница 26, методика настройки параметров шприца – в ПРИЛОЖЕНИИ Г, страница 30.

4.5.1.6 Параметр «**Режим испытания**» определяет, будет ли испытание выполняться в автоматическом режиме или этапы испытания будут запускаться оператором вручную.

4.5.1.7 Кнопка [**ДОПОЛНИТЕЛЬНО**] открывает меню «**ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ НАСТРОЙКИ**», предназначенное для настройки параметров датчиков.

4.5.1.8 Кнопка [**✖**] в верхнем правом углу экрана закрывает меню и выводит на экран мнемосхему установки.

#### 4.5.2 Испытание в автоматическом режиме

4.5.2.1 Перед включением установки должны быть выполнены все подготовительные операции:

- 1) газометр подготовлен согласно п. 4.4.4 настоящего руководства;
- 2) реактор собран и установлен в печь согласно п. 4.4.9 настоящего руководства;
- 3) шприц заправлен и установлен в дозатор согласно п. 4.4.11 настоящего руководства, дверца дозатора закрыта.

4.5.2.2 После включения установка последовательно выполняет следующие этапы:

1) ТЕРМОСТАТИРОВАНИЕ

- нагреватели печи и дозатора включены;
- нагреватель капилляра отключен;
- клапан «**В АТМОСФЕРУ**» открыт, остальные клапаны закрыты;
- распределитель «**ГАЗ-ШПРИЦ**» в положении «**ГАЗ**»;
- регулятор расхода газа отключен;
- шток дозатора в верхнем положении;
- при достижении нагревателями печи заданной температуры появляется мигающая надпись «**НАГРЕВ ВСТАВКИ**»;

Когда термопара капилляра прогреется до заданной температуры реактора  $\pm 50^{\circ}\text{C}$ , проверяется подключение капилляра, затем выполняется переход к следующему этапу.

2) ПОИСК ШПРИЦА

- температура печи и дозатора поддерживается на заданном уровне;
- нагреватель капилляра отключен;
- клапан «**В АТМОСФЕРУ**» открыт, остальные клапаны закрыты;
- распределитель «**ГАЗ-ШПРИЦ**» в положении «**ГАЗ**»;
- регулятор расхода газа отключен;
- шток дозатора опускается из верхнего положения до касания шприца, затем выполняется переход к следующему этапу.

3) ПРОВЕРКА ГЕРМЕТИЧНОСТИ

- температура печи и дозатора поддерживается на заданном уровне;
- нагреватель капилляра отключен;
- клапаны «**АЗОТ**» и «**В АТМОСФЕРУ**» открыты, проверяется возможность установки расхода газа; затем устанавливается максимальный расход, клапан «**АЗОТ**» открывается, остальные клапаны закрыты;
- распределитель «**ГАЗ-ШПРИЦ**» в положении «**ГАЗ**»;
- регулятор расхода газа отключен;
- шток дозатора касается шприца;
- таймер показывает остаток времени проверки герметичности;

---

**ВНИМАНИЕ**

*Стрелка манометра входного давления на мнемосхеме должна находиться в зелёном секторе; при необходимости, подстроить регулятором давления азота (рисунок 1 на странице 4, позиция 15).*

---

- после заполнения реактора закрываются все клапаны, и в течение двух минут контролируется герметичность реактора, затем давление стравливается через клапан «**В АТМОСФЕРУ**» и выполняется переход к следующему этапу.

4) ПРЕДВАРИТЕЛЬНАЯ ПРОДУВКА

- температура печи и дозатора поддерживается на заданном уровне;
- клапаны «**АЗОТ**» и «**В АТМОСФЕРУ**» открыты, остальные клапаны закрыты;
- регулятор расхода газа поддерживает заданный расход;
- шток дозатора касается шприца;

- таймер показывает остаток времени предварительной продувки.

По истечении таймера выполняется переход к следующему этапу.

#### 5) ДОЗИРОВАНИЕ

- температура печи и дозатора поддерживается на заданном уровне;
- температура капилляра поддерживается на уровне уставки реактора;
- клапан «**В ГАЗОМЕТР**» открыт, остальные клапаны закрыты;
- распределитель «**ГАЗ-ШПРИЦ**» в положении «**ШПРИЦ**»;
- за заданное время дозируется требуемое количество газойля;
- таймер показывает остаток времени до завершения дозирования.

По истечении таймера прекращается обновление данных графика температуры капилляра (рисунок 2 на странице 5, позиция 2) и выполняется переход к следующему этапу.

#### 6) ЗАВЕРШАЮЩАЯ ПРОДУВКА

- температура печи и дозатора поддерживается на заданном уровне;
- нагреватель капилляра отключен;
- если давление в реакторе меньше, чем входное давление, клапаны «**АЗОТ**» и «**В ГАЗОМЕТР**» откроются, остальные клапаны закрыты;

---

#### **ПРИМЕЧАНИЕ**

*Если давление в реакторе превышает входное давление, проверьте кран газометра: он должен быть в положении «**ЗАКРЫТ**» (рисунок 11, страница 11).*

---

- распределитель «**ГАЗ-ШПРИЦ**» в положении «**ГАЗ**»;
- шток дозатора поднимается в верхнее положение;
- регулятор расхода газа поддерживает заданный расход;
- объём газа, поступающего в газометр, обнуляется в начале этапа и подсчитывается до завершения;
- таймер показывает остаток времени предварительной продувки.

По истечении таймера выполняется переход к следующему этапу.

#### 7) ИСПЫТАНИЕ ЗАВЕРШЕНО

- температура печи и дозатора поддерживается на заданном уровне;
- нагреватель капилляра отключен;
- клапан «**В АТМОСФЕРУ**» открыт, остальные клапаны закрыты;
- распределитель «**ГАЗ-ШПРИЦ**» в положении «**ГАЗ**»;
- регулятор расхода газа отключен.

Установка ожидает запуск следующего испытания.

---

#### **ПРИМЕЧАНИЕ**

*Если по какой-то причине испытание не может быть продолжено, будет выдано соответствующее предупреждение. Список неисправностей и способов их устранения приведён в п. 4.8 настоящего руководства. Для продолжения испытания после устранения сбоя нажать кнопку **[ПОВТОРИТЬ]** для повторного выполнения этапа или **[ПРОДОЛЖИТЬ]**, если возможно перейти к следующему этапу.*

*Для остановки испытания нажать кнопку **[ОТМЕНИТЬ]** – нагреватели останутся включенными, шток дозатора поднимется в верхнее положение, установка перейдёт в ожидание установки шприца в дозатор; для продолжения испытания нажать **[ПРОДОЛЖИТЬ]**.*

---

### 4.5.3 Испытание в ручном режиме

4.5.3.1 В ручном режиме переключение клапанов и распределителя «ГАЗ-ШПРИЦ», поиск шприца и дозирование выполняются вручную при помощи кнопок на мнемосхеме.

4.5.3.2 Рекомендуется придерживаться последовательности действий, описанной в п. 4.5.2 настоящего руководства.

4.5.3.3 Для проверки подключения капилляра нажать кнопку нагревателя на мнемосхеме (рисунок 3 на странице 6, позиция 8) – после проверки над кнопкой появится надпись результата проверки (рисунок 18).

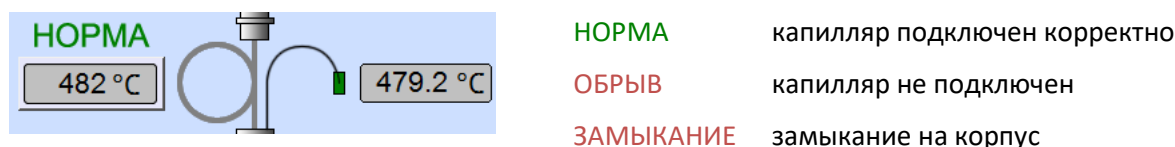


Рисунок 18 – Проверка капилляра

---

### **ВНИМАНИЕ**

*Если капилляр не подключен, установка не сможет поддерживать температуру газойля на выходе капилляра на заданном уровне. Это может привести к закупориванию капилляра и невозможности дозирования газойля.*

---

4.5.3.4 Температура капилляра автоматически поддерживается на уровне уставки реактора при предварительной продувке и во время дозирования.

4.5.3.5 После переключения клапанов в положение, соответствующее предварительной или завершающей продувке, запускается таймер, отсчитывающий время в прямом направлении – решение о переходе к следующему этапу оператор принимает самостоятельно.

4.5.3.6 Во время продувки регулятор расхода газа поддерживает заданный расход автоматически.

4.5.3.7 После запуска дозирования газойля установка в автоматическом режиме выполняет дозирование и завершающую продувку реактора азотом.

## **4.6 Обработка результатов испытания**

### 4.6.1 Определение объёма газов в газометре

Установка автоматически вычисляет объём азота, поступившего в газометр. Для определения полного объёма газов в реакторе необходимо выполнить следующую последовательность:

- 1) после завершения продувки отрегулировать положение воронки таким образом, чтобы уровни рассола в воронке и в газометре совпадали (рисунок 19, страница 20);
- 2) аккуратно отлить из воронки в мерный сосуд рассол и дополнительно отрегулировать положение воронки таким образом, чтобы уровень рассола в воронке оказался точно на метке (п.4.4.4 настоящего руководства) и совпадал с уровнем рассола в газометре; если будет отлито больше рассола, чем требуется, долить обратно из мерного сосуда;
- 3) объём рассола в мерном сосуде соответствует полному объёму газов, поступивших в газометр при дозировании газойля и завершающей продувке азотом (см. рисунок 19, страница 20);
- 4) объём газов реакции в газометре определяется как разность между полным объёмом газов и объёмом азота (рисунок 19, страница 20).



Рисунок 19 – Измерение объёма газов в газометре

#### 4.6.2 Измерение массы продуктов

Для дальнейшей обработки результатов необходимо:

- 1) убрать стакан со льдом из-под приёмника и насухо вытереть приёмник;
- 2) взвесить чистую ватку с точностью  $\pm 0,01$  г;
- 3) отсоединить приёмник от реактора и капилляр от штуцера дозатора;
- 4) ваткой собрать продукт с уплотнительных колец, фланцев приёмника, реактора, выходного штуцера дозатора и капилляра;
- 5) привес ватки записать как массу неконвертированного материала **H**;
- 6) взвесить приёмник с продуктом, привес по отношению к весу приёмника до испытания записать как массу жидкого продукта **L**;
- 7) добавить к массе жидкого продукта **L** привес массы тампона в штуцере отвода газов реакции от приёмника (рисунок 13, страница 12, пункт 6).

#### 4.7 Завершение работы

После окончания работы установку выключить, повернув тумблер «Сеть» в положение «0», расположенного на передней панели установки (рисунок 1, страница 4, позиция 14).

#### 4.8 Перечень возможных неисправностей

Возможные неисправности и методы их устранения приведены в таблице 9.

Таблица 9 – Предупреждающие сообщения

Предупреждение	Метод устранения
ОБРЫВ КАПИЛЛЯРА	Не подключены клеммы нагревателя капилляра.
ЗАМЫКАНИЕ КАПИЛЛЯРА	Подключить капилляр согласно п.4.4.9 настоящего руководства.
НЕДОСТАТОЧНО ГАЗОЙЛЯ	Шприц не установлен в дозатор либо количества газойля в шприце недостаточно для дозирования. Установить в дозатор заполненный шприц.

Предупреждение	Метод устранения
УСТАНОВКА НЕГЕРМЕТИЧНА	1) Давление в реакторе во время проверки герметичности упало более чем на 5% от первоначального – неправильно собран реактор. Собрать реактор согласно п.4.4.9 настоящего руководства. 2) Давление в установке вне допустимых пределов. Обеспечить давление по показаниям манометра на мнемосхеме в зелёном секторе: при открытом клапане «АЗОТ» вращать регулятор расхода азота (см. рисунок 1, страница 4, позиция 15).
СУЩЕСТВЕННЫЕ УТЕЧКИ	Давление в реакторе во время проверки герметичности упало более чем на 2% от первоначального – небольшие неплотности в соединениях. Устранить негерметичность или продолжить – по усмотрению оператора.
ПЕРЕГРУЗКА ШПРИЦА	1) Поршень шприца блокируется из-за температурной деформации. Заменить шприц. 2) Засорился капилляр. Промыть капилляр (п.5.9 настоящего руководства). 3) Засорился распределитель «ГАЗ-ШПРИЦ». Промыть распределитель (п.5.10 настоящего руководства).
ВЕРОЯТНО ЗАСОРЕНИЕ КАПИЛЛЯРА	Не выставляется заданный расход газа: возможно, засорился капилляр. В этом случае необходимо прочистить капилляр в соответствии с п.5.9 настоящего руководства и в дальнейшем применять газойль, не вызывающий отложения сажи в капилляре и не содержащий песок.

При других видах неисправностей обращаться на предприятие-изготовитель (контактная информация указана в паспорте АИФ 2.779.008 ПС).

#### 4.9 Действия в экстремальных ситуациях

4.9.1 При попадании жидкостей или посторонних предметов внутрь установки необходимо:

- 1) выключить установку, повернув тумблер «Сеть» в положение «0»;
- 2) вынуть вилку шнура питания из розетки;
- 3) снять защитный кожух;
- 4) удалить жидкость или посторонние предметы;
- 5) установить кожух на место.

#### **ПРИМЕЧАНИЕ**

*Для удаления жидкости рекомендуется использовать сжатый воздух. Чем быстрее будет удалена жидкость, тем больше вероятность сохранения работоспособности установки. После удаления жидкости выдержать не менее 16 часов перед повторным включением.*

4.9.2 При возгорании установки необходимо:

- 1) обесточить установку, выдернуть шнур питания;
- 2) тушение выполнять согласно принятой инструкции по пожарной безопасности.

## 5 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

### 5.1 Дополнительное оборудование и материалы

Перечень дополнительных материалов для технического обслуживания установки представлен в таблице 10.

Таблица 10 – Перечень дополнительных материалов

Материал	Назначение
Спирт этиловый	очистка дисплея и кожухов установки от загрязнений
Салфетка хлопчато-бумажная	
Нефрас	чистка печи и дозатора, очистка клапана-распределителя
Ацетон	очистка реактора, приемника, вставки реактора, капилляра
Травильная паста StainClean	промыть газометра

### 5.2 Общие указания и меры безопасности

- 1) Общие указания и меры безопасности при проведении технического обслуживания приведены в п. 4.2 настоящего руководства.
- 2) При работе с химическими реактивами необходимо знать правила техники безопасности – применять индивидуальные средства защиты, соблюдать меры личной гигиены, а также соблюдать Методические рекомендации «Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения)» ПНД Ф 12.13.1-03.

### 5.3 Перечень операций

Перечень операций технического обслуживания представлен в таблице 11.

Таблица 11 – Перечень операций

Операция	Пункт	Периодичность
Очистка дисплея	5.4	по мере необходимости
Очистка установки	5.5	по мере необходимости
Слив рассола, промывка газометра	5.6	по мере необходимости
Очистка реактора и приемника	5.7	после завершения испытания
Очистка вставки реактора	5.8	ежедневно, после завершения работы установки
Очистка капилляра	5.9	ежедневно, после завершения работы установки
Очистка клапана - распределителя	5.10	ежедневно, после завершения работы установки

#### **ВНИМАНИЕ**

*Запрещается для чистки панели оператора применять ПАВ и растворители, разрушающие пластик.*

### 5.4 Очистка дисплея

Поверхность дисплея очищать по мере загрязнения салфеткой, смоченной в этиловом спирте.

### 5.5 Очистка установки

Поверхности установки очищать по мере загрязнения салфеткой, смоченной в нефрасе.

### 5.6 Слив рассола, промывка газометра

#### **ВНИМАНИЕ**

*Необходимо соблюдать технику безопасности при работе с кислотами: применять средства индивидуальной защиты и производить работы в проветриваемом помещении.*

*Запрещается сливать травильную пасту в канализацию, т.к. она содержит смесь кислот (азотная кислота, фтороводородная кислота и серная кислота).*

Слить рассол из газометра. Залить воду 100 мл с травильной пастой 30 мл, встряхнуть несколько раз, слить и промыть дистиллированной водой несколько раз.

### 5.7 Очистка реактора и приемника

Тщательно промыть реактор и приемник продукта ацетоном и просушить. Если это необходимо,



выжечь остатки кокса, осевшие в реакторе, путем нагревания в печи перед промыванием. Возможно применение других растворителей в зависимости от химической природы пробы и продуктов реакции.

### 5.8 Очистка вставки реактора

Поверхность вставки реактора очищать по мере загрязнения салфеткой, смоченной в нефрасе или ацетоне.

### 5.9 Очистка капилляра

5.9.1 Отсоединить рабочую вставку от реактора и охладить её до комнатной температуры.

5.9.2 При помощи шприца прокачать через капилляр несколько раз 5 мл ацетона (после очистки ацетон должен свободно проходить через капилляр без изменения цвета).

5.9.3 При невозможности промывки предварительно очистить капилляр нихромовой проволокой (диаметр 0,3 – 0,4 мм); рекомендуется зажать конец проволоки в шуруповёрт.

### 5.10 Очистка клапана-распределителя

5.10.1 Включить установку тумблером «СЕТЬ».

5.10.2 Перевести установку в ручной режим: на панели оператора нажать [НАСТРОЙКИ], параметр «Режим испытания» задать «РУЧНОЙ»; для выхода из меню нажать [X] в верхнем правом углу экрана.

5.10.3 Открыть клапан «ВОЗДУХ».

5.10.4 Установить в дозатор шприц, заправленный нефрасом.

5.10.5 Перевести клапан-распределитель в положение «ШПРИЦ».

5.10.6 Под выходной штуцер дозатора подставить емкость.

5.10.7 Из шприца вручную выдавить 0,5 – 1 мл нефраса через клапан в ёмкость.

5.10.8 Перевести клапан-распределитель в положение «ГАЗ».

5.10.9 Выждать 5 – 10 с.

5.10.10 Повторить промывку не менее пяти раз.

5.10.11 Если требуется перевести установку в режим испытания, открыть меню «НАСТРОЙКИ» и задать параметр «Режим испытания» = «АВТОМАТ».

## 6 ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

### 6.1 Хранение

6.1.1 Условия хранения установки в части воздействия климатических факторов должны соответствовать группе «Л» ГОСТ 15150-69.

6.1.2 Установка должна храниться в закрытых отапливаемых помещениях в упаковке на стеллажах, не подвергающихся вибрациям и ударам.

6.1.3 Установка должна храниться при температуре воздуха от +5 °С до +40 °С и относительной влажности воздуха 80 % при +25 °С.

6.1.4 Хранение установки без упаковки не допускается.

6.1.5 Срок хранения установки 6 лет.

6.1.6 Установка консервируется согласно варианту В3-10 ГОСТ 9.014-78, вариант упаковки – ВУ-5.

6.1.7 Если после распаковывания установка не применялась по своему прямому назначению, то хранить ее необходимо в чехле из полиэтилена ГОСТ 10354-82.

### 6.2 Транспортирование

6.2.1 Условия транспортирования установки в части воздействия климатических факторов должны соответствовать группе условий хранения 5 (ОЖ4) по ГОСТ 15150-69.

6.2.2 Установку разрешается транспортировать всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах (авиационным транспортом в отапливаемых герметизированных отсеках) на любое расстояние.

### ПРИЛОЖЕНИЕ А. НАСТРОЙКА ПЕЧИ

Выполняется перед началом эксплуатации установки, при замене реактора, подставки пыжа, изменении температуры реактора или количества катализатора (в пользовательских программах испытания) для обеспечения постоянной температуры во всём слое укладки катализатора.

Для настройки печи выполнить следующую последовательность:

- 1) загрузить в реактор катализатор, установить поверочную вставку, глубина погружения должна быть такой же, как на рабочей вставке;
- 2) на поверочной термопаре (рекомендуется термометр ТЦМ 9410/М2 ТТЦ11-600 ТЖК(Ј) Ø1,5 мм, L400 мм) маркером поставить метки, соответствующие верхнему слою катализатора (рисунок А1.1, точка 1), среднему (точка 2) и нижнему (точка 3);

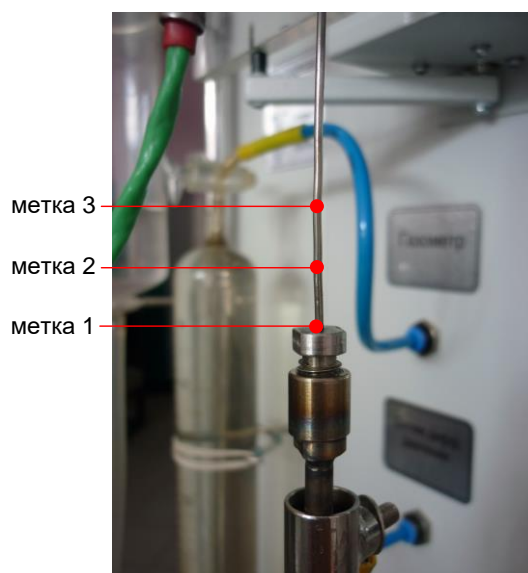
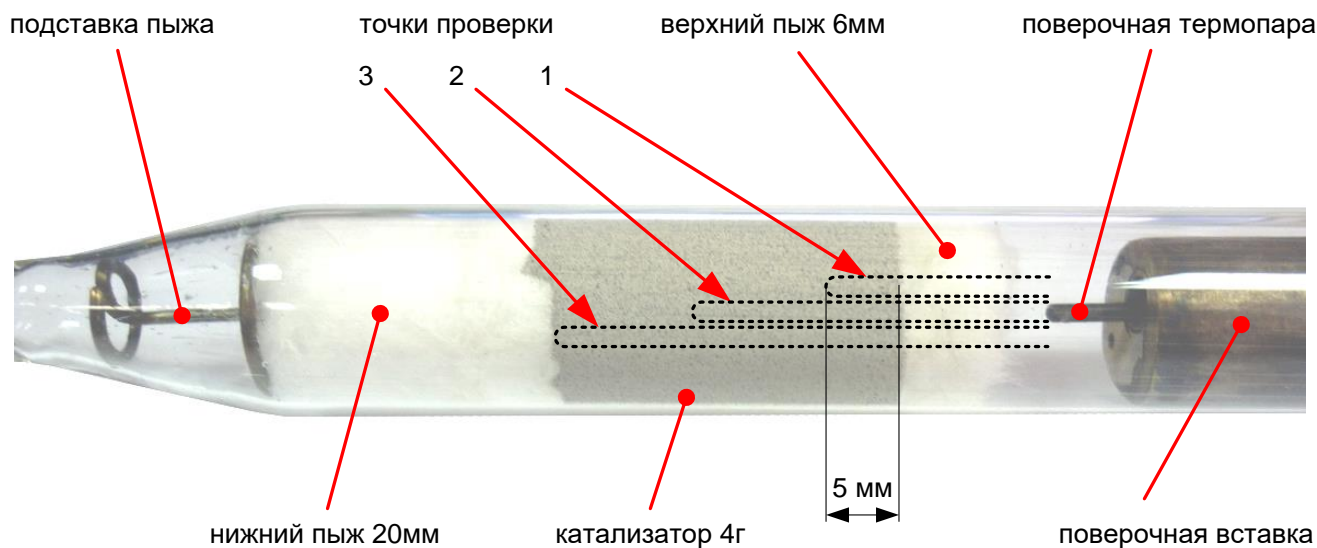


Рисунок А1.1 – Проверка температуры реактора

- 3) включить установку;
- 4) на панели оператора нажать [**НАСТРОЙКИ**], в открывшемся меню нажать [**ПРОГРАММЫ**] и выбрать нужную программу испытания из списка;
- 5) если требуется настроить новый режим печи, задать параметры и название программы (первая программа зарезервирована для метода ASTM D 3907 и часть параметров изменить нельзя);
- 6) задать значение параметра «Режим испытания» = «Ручной»;
- 7) закрыть меню нажатием кнопки [**×**] в верхнем правом углу экрана;

- 8) включить все зоны печи;
- 9) после стабилизации температуры во всех зонах выждать не менее 30 минут;
- 10) измерить температуру для каждой метки; после перемещения термодпары ждать не менее 5 минут;
- 11) для настройки печи при наличии разброса показаний (пока оценивается только равномерность температуры по точкам контроля, абсолютное значение не имеет значения):
  - подобрать уставку верхней и нижней зон печи таким образом, чтобы разброс между точками не превышал  $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ : при расхождении между точками 1 и 2 скорректировать уставку зоны 1 (при расхождении, например, в  $1^{\circ}\text{C}$  изменить уставку на  $5^{\circ}\text{C}$ ); при расхождении между точками 2 и 3 аналогичным образом скорректировать уставку нижней зоны печи; уставку средней зоны не менять;
  - после смены уставок и выхода температуры зон печи на заданный режим выждать не менее 30 минут и повторно промерить температуру в контрольных точках;
  - после того как разброс температур будет снижен до допустимого уровня, изменить уставки по всем зонам на величину отклонения от заданной температуры реактора ( $482^{\circ}\text{C}$ ) и повторно проверить температуру во всех точках через 30 минут после выхода всех зон на заданный режим.

## ПРИЛОЖЕНИЕ Б. ПРОВЕРКА ДОЗАТОРА

Выполняется перед началом эксплуатации установки, при замене шприца, при изменении параметров дозирования (в пользовательских программах испытания), а также для каждой партии газойля.

Последовательность действий:

- 1) на панели оператора нажать кнопку **[НАСТРОЙКИ]** для перехода в меню настроек;
- 2) задать значение параметра «Режим испытания» = «РУЧНОЙ»;
- 3) выбрать программу, для которой требуется проверка дозирования, из списка, открываемого кнопкой **[ПРОГРАММЫ]**;
- 4) нажать кнопку **[ДОПОЛНИТЕЛЬНО]** для перехода в меню дополнительных настроек;
- 5) задать параметры шприца:
  - «Объём, мл» – объём полностью заполненного шприца,
  - «Ход штока, мм» – разность длин пустого и полностью заполненного шприца;
- 6) закрыть меню кнопкой **[X]** в правом верхнем углу экрана;
- 7) включить подогрев дозатора (см. рисунок 3, страница 6, позиция 8);
- 8) отсоединить капилляр от выходного штуцера дозатора;
- 9) установить в дозатор шприц с газойлем, выдержать не менее 30 минут для стабилизации температуры газойля;
- 10) установить под выходной штуцер дозатора чистую ёмкость для сбора газойля; ёмкость предварительно взвесить с точностью  $\pm 0,01$  г (см. рисунок Б1.1);



Рисунок Б1.1 – Проверка дозатора

- 11) нажать кнопку **[НАЙТИ]** для обнаружения шприца (см. рисунок 3, страница 6, позиция 6);
- 12) после обнаружения шприца нажать **[ДОЗИРОВАТЬ]** и одновременно запустить секундомер;
- 13) сразу после завершения дозирования остановить секундомер; допускается отклонение времени дозирования от требуемого не более, чем на  $\pm 1$  с;
- 14) взвесить ёмкость с газойлем, массу газойля определить как привес ёмкости после дозирования с точностью  $\pm 0,01$  г;
- 15) при необходимости зайти в меню «НАСТРОЙКИ» ► «ДОПОЛНИТЕЛЬНО» и скорректировать значение параметра «Плотность газойля, г/мл» по формуле:

$$\rho = \rho' \cdot \frac{m}{m'}$$

где:

$\rho$  - новое значение параметра «Плотность газойля, г/мл»;

$\rho'$  - старое значение параметра;

$m$  - требуемая масса дозы;

$m'$  - полученная масса дозы.

Например, если была указана плотность 0,900 и масса дозы газойля составила 1,40 г вместо требуемой 1,33 г, пересчитать значение плотности как  $0,9 \cdot 1,4 / 1,33 = 0,947$ .

16) после корректировки параметров выполнить повторную проверку дозатора.

---

**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 (методика очистки указана в пп. 5.9 и 5.10 на странице 23 настоящего руководства);*

*неисправен шприц (заменить шприц, см. ПРИЛОЖЕНИЕ Г, страница 30).*

---

## ПРИЛОЖЕНИЕ В. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЪЕМА АЗОТА В ГАЗОМЕТРЕ

Выполняется перед началом эксплуатации установки и при изменении параметров завершающей продувки (в пользовательских программах испытания).

Полученное значение объёма может быть использовано в дальнейшем при обработке результатов.

Последовательность действий:

- 1) войти в меню «**НАСТРОЙКИ**» и задать значение параметра «**Режим испытания**» = «**РУЧНОЙ**»;
- 2) выбрать требуемую программу испытания из списка, открываемого по кнопке [**ПРОГРАММЫ**];
- 3) закрыть меню кнопкой [**×**] в верхнем правом углу экрана;
- 4) закрыть клапаны «**ВОЗДУХ**», «**В ГАЗОМЕТР**», «**АЗОТ**», открыть клапан «**В АТМОСФЕРУ**», распределитель «**ГАЗ-ШПРИЦ**» переключить в положение «**ГАЗ**»;
- 5) подготовить газометр согласно п. 4.4.4 настоящего руководства, вместо рассола заполнить газометр чистой водой (см. рисунок 10);
- 6) маркером поставить на воронке метку по мениску воды;
- 7) подключить реактор, собранный согласно п.4.4.9 настоящего руководства без установки подставки, пыжей и катализатора;
- 8) в меню «**НАСТРОЙКИ**» нажать кнопку [**ПРОГРАММЫ**] и выбрать требуемую программу испытания из открывшегося списка;
- 9) закрыть меню кнопкой [**×**] в верхнем правом углу экрана;
- 10) закрыть клапан «**В АТМОСФЕРУ**», открыть клапан «**АЗОТ**»;
- 11) при необходимости отрегулировать давление азота (см. рисунок 1, страница 4, позиция 2), чтобы стрелка манометра на мнемосхеме находилась посередине зелёной зоны;
- 12) через 3 минуты записать давление в установке и закрыть клапан «**АЗОТ**»;
- 13) если через 2 минуты давление упадёт более чем на 2% от первоначального значения – в реакторе имеются утечки, необходимо их устранить; в противном случае часть газов не попадёт в газометр;
- 14) открыть клапан «**В АТМОСФЕРУ**» и выждать не менее 1 минуты для сглаживания давления;
- 15) закрыть клапан «**В АТМОСФЕРУ**», открыть клапаны «**В ГАЗОМЕТР**», затем «**АЗОТ**» – регулятор расхода газа начнёт поддерживать заданный расход, в нижнем левом углу экрана начнётся подсчёт азота, поступающего в газометр, в верхнем правом углу экрана начнётся отсчёт времени продувки;
- 16) по истечении времени, соответствующего завершающей продувке, закрыть клапан «**В ГАЗОМЕТР**», затем закрыть клапан «**АЗОТ**» и открыть клапан «**В АТМОСФЕРУ**»;
- 17) заметное повышение уровня воды в газометре через 15 с после закрывания клапана «**В ГАЗОМЕТР**» означает негерметичность трёхходового крана, установленного в верхней части газометра; в этом случае необходимо смазать кран консистентной неагрессивной смазкой для обеспечения его герметичности и повторить проверку расхода газа;
- 18) отрегулировать положение воронки таким образом, чтобы уровни воды в воронке и в газометре совпадали (см. рисунок 19);
- 19) аккуратно отлить из воронки в мерный сосуд воду и дополнительно отрегулировать положение воронки таким образом, чтобы уровень воды в воронке оказался точно на метке и совпадал с уровнем воды в газометре; если отлито больше воды, чем нужно, долить в воронку обратно из мерного сосуда;
- 20) объём воды в мерном сосуде соответствует объёму азота в газометре при завершающей продувке; более точно объём воды может быть измерен на весах;

- 21) отклонение измеренного объёма не должно отличаться от показаний в нижнем левом углу экрана более 5%;
- 22) при необходимости корректировки показаний объёма азота в газометре зайти в меню «НАСТРОЙКИ» ► «ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ НАСТРОЙКИ» и в группе параметров «Расход газа, мл/мин» изменить значение параметра «Наклон kF» по формуле:

$$kF = kF' \cdot \frac{V_p}{V_A} ,$$

где:

$kF'$  – старое значение параметра «Наклон kF»;

$V_p$  – вытесненный объём воды, мл;

$V_A$  – показываемый установкой объём азота.

Например, если измеренный объём воды составил 440 мл, а установка показывает 450 мл при значении параметра «Наклон kF» = 1.2345, то новое значение параметра станет  $1.2345 \cdot 440 / 450 = 1.2071$ .

После корректировки параметра «Наклон kF» дождаться прекращения изменения значения расхода газа, после чего скорректировать параметр «Смещение bF» таким образом, чтобы значение расхода стали нулевыми.

- 23) после изменения параметров «Наклон kF» или «Смещение bF» выполнить повторную проверку объёма газа в газометре.

---

#### **ПРИМЕЧАНИЕ**

*При определении объёма газа в газометре продувка азотом может быть заменена продувкой воздухом.*

---

### ПРИЛОЖЕНИЕ Г. ЗАМЕНА ШПРИЦА

Выполняется в случае поломки шприца:

- 1) снять направляющую втулку с неисправного шприца и установить на новый шприц;
- 2) шприц с полностью опущенным штоком установить в дозатор, обеспечив плотную посадку носика в гнездо распределителя;
- 3) переключить установку в ручной режим (меню «НАСТРОЙКИ», пункт «Режим испытания» = «РУЧНОЙ»);
- 4) переключить распределитель в положение «ГАЗ»;
- 5) руками поднять шток шприца на 1 – 2 см, одновременно удерживая шприц для обеспечения плотной посадки его носика в гнезде распределителя и отпустить – шток должен вернуться в исходное состояние;
- 6) если шток шприца не возвращается в исходное положение, значит, соединение носика шприца и штуцера распределителя негерметично либо шток перемещается в шприце недостаточно свободно. Такой шприц к эксплуатации не допускается. Возможно, в гнездо распределителя попал сор, или повреждён штуцер распределителя; в последнем случае необходимо обратиться в предприятие-изготовитель;
- 7) измерить длину шприца с полностью опущенным штоком  $L_0$  с точностью 0,1 мм (см. рисунок Г1.1);
- 8) заполнить шприц водой и измерить длину заполненного шприца  $L_1$  с точностью 0,1 мм;
- 9) вычислить ход штока как разность  $L_1 - L_0$  (см. рисунок Г1.1);
- 10) взвесить воду в шприце с точностью до 0,1 г;
- 11) открыть меню «НАСТРОЙКИ» ► «ДОПОЛНИТЕЛЬНО» и отредактировать параметры «Объём, мл» и «Ход штока, мм» в соответствии с полученными данными (считать, что 1 г воды занимает объём 1 мл).

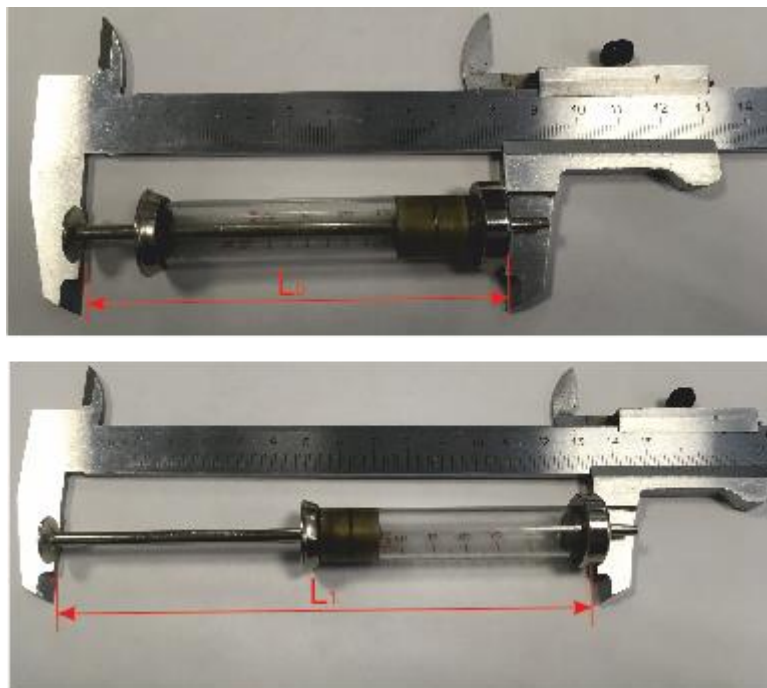


Рисунок Г1.1 – Измерение размеров шприца