

АО БСКБ «Нефтехимавтоматика»

**Установка для определения активности
микросферических катализаторов крекинга**

***ЛинтеЛ*[®] МАК-10**

Программа и методика аттестации

АИФ 2.779.008 ПМА

Содержание

1 Объект аттестации	1
2 Цели и задачи аттестации	1
3 Программа аттестации.....	1
4 Условия и порядок проведения аттестации	2
5 Требования безопасности.....	2
6 Материально-техническое и метрологическое обеспечение аттестации	3
7 Общие положения	3
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. АТТЕСТАЦИОННЫЕ ТАБЛИЦЫ.....	10

ПРИМЕЧАНИЕ

При работе с данным документом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1 Объект аттестации

- 1.1 Данный документ (версия №1 от 20.08.2026г.) распространяется на установки для оценки активности микросферических катализаторов крекинга при малом времени контакта катализатора с сырьем *ЛинтеЛ*® 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 Программа 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	9.2	Да	Да	Да
Опробование	9.4	Да	Да	Да
Идентификация программного обеспечения	9.5	Да	Да	Да
Проверка температуры катализатора	9.6	Да	Да	Да

Наименование операции	Номер пункта МА	Обязательность проведения операций при аттестации		
		первичной	периодической	повторной
Проверка температуры дозатор	9.7	Да	Да	Да
Проверка дозатора	9.8	Да	Да	Да
Оформление результатов аттестации	10, 11	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°C, 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	Предел погрешности измерения	Назначение	Рекомендуемые СИ
Термометр	от 40 до 60 °C	$\pm 1^{\circ}\text{C}$	Проверка температуры дозатора	Термометр цифровой ТЦМ 9410/М2 с датчиком ТТЦ-01-180
Термометр ¹	от 450 до 550 °C	$\pm 0,3^{\circ}\text{C}$	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	$\pm 0,2$ с за 60 мин	Проверка дозатора	Секундомер «Интеграл С-01»
Весы	от 0 до 1 кг	$\pm 0,01$ г		Весы ОНАУS SPX2202

6.3 Средства измерений должны обеспечивать выполнение требований, указанных в таблице 2.

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 погрешность и диапазон измерения.

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.

7.2 При аттестации установки определяют:

- 1) соответствие метрологических характеристик требованиям нормативной документации, указанных в таблице 3 руководства по эксплуатации АИФ 2.779.008 ПС;
- 2) возможность установки воспроизводить и поддерживать условия испытаний образцов в соответствии с требованиями нормативной документации на методы испытаний, указанных в п.1.1 руководства по эксплуатации АИФ 2.779.008 ПС;
- 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.

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

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 в слое катализатора, °C	$\Delta T = T_{уст} - T_{обр} $	$T_{обр}$ – показания образцового измерителя температуры в слое катализатора (i – точка проверки: верхняя (1), средняя (2) и нижняя (3)) °C; $T_{уст}$ – уставка температура в слое катализатора (482°C по ASTM D 3907), °C. Отклонение не должно превышать $ 1+\alpha $ °C, α – погрешность образцового измерителя температуры.
Температура в дозаторе, °C	$\Delta t = t_{уст} - t_{обр} $	$t_{уст}$ – уставка, °C (40°C по ASTM D 3907); $t_{обр}$ – показания образцового измерителя температуры в дозаторе, °C. Отклонение не должно превышать $ 5+\alpha $ °C, α – погрешность образцового измерителя температуры.
Проверка дозатора	$\Delta \tau = \tau - \tau_{обр} $	τ – 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, β – погрешность образцового секундомера.
Проверка дозатора	$\Delta m = m - m_{обр} $	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

9.2.1 Перечень представляемой эксплуатационной документации:

- 1) ASTM D 3907 Standard Test Method for Testing Fluid Catalytic Cracking (FCC) Catalysts by Microactivity Test;
- 2) Руководство по эксплуатации АИФ 2.782.018 РЭ;
- 3) Паспорт АИФ 2.782.018 ПС;
- 4) Свидетельства о поверке СИ, используемых для проведения испытаний.

9.2.2 При экспертизе устанавливается соответствие приведённых в паспорте на изделие технических характеристик требованиям стандарта на метод испытания. Проверяется наличие в руководстве по эксплуатации описания ошибок, процедуры технического обслуживания.

9.2.3 Средства измерения должны быть поверены (не должен истечь срок поверки).

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 **[X]** 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.

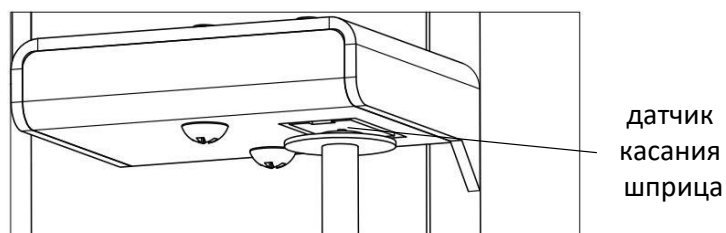


Рисунок 1 – Датчик касания шприца

Технически неисправные установки к аттестации не допускаются.

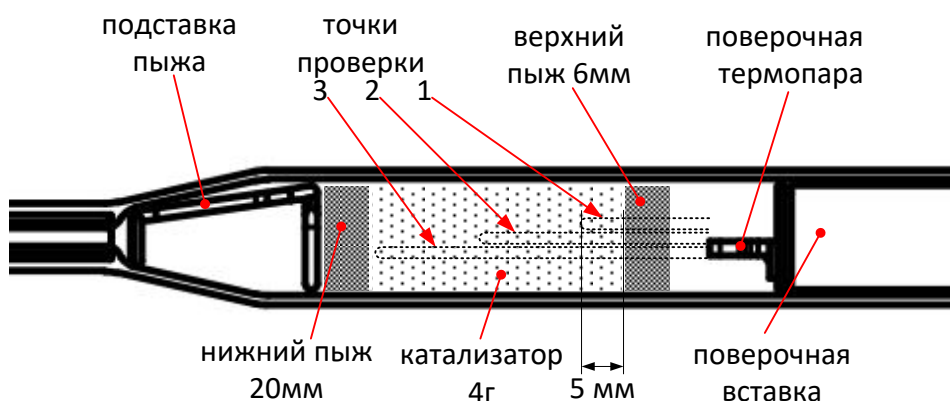
9.5 Идентификация программного обеспечения

- 1) Включить установку.
- 2) После выхода в режим ожидания нажать кнопку **[Настройки]**, затем **[Об установке]**.
- 3) В появившемся окне указаны версия и контрольная сумма программного обеспечения. Они должны соответствовать указанным в паспорте на установку.

9.6 Проверка температуры катализатора

Для проверки печи выполнить следующую последовательность:

- 9.6.1 Загрузить в реактор катализатор, установить поверочную вставку, глубина погружения должна быть такой же, как на рабочей вставке;
- 9.6.2 На поверочной 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);



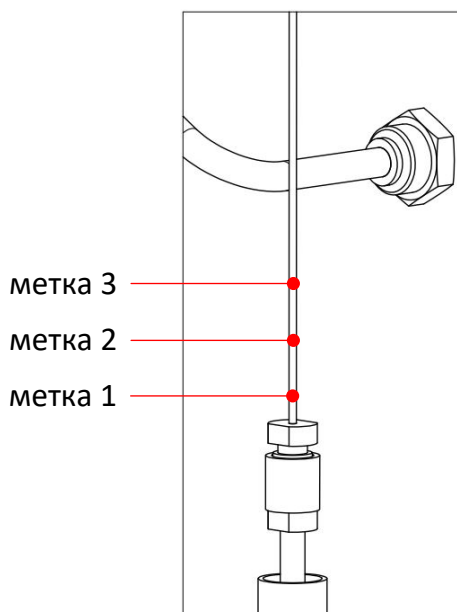


Рисунок 2 – Проверка температуры реактора

9.6.3 Включить установку;

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

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

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

9.6.7 Включить все зоны печи;

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

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

9.6.10 Вычислить отклонение от заданного значения температуры в слое катализатора по следующей формуле:

$$\Delta T = |T_{\text{уст}} - T_{\text{iобр}}|,$$

где: ΔT – отклонение от заданного значения температуры в слое катализатора, °С;

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

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

9.6.11 Отклонение от заданного значения температуры в слое катализатора не должно превышать $(1+\alpha)^\circ\text{C}$, где α – погрешность образцового измерителя температуры.

9.6.12 Результаты проверки занести в таблицу по форме А1, ПРИЛОЖЕНИЕ А, страница 10.

9.7 Проверка температуры дозатора

9.7.1 Плотнo закрыть дверцу дозатора.

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

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

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

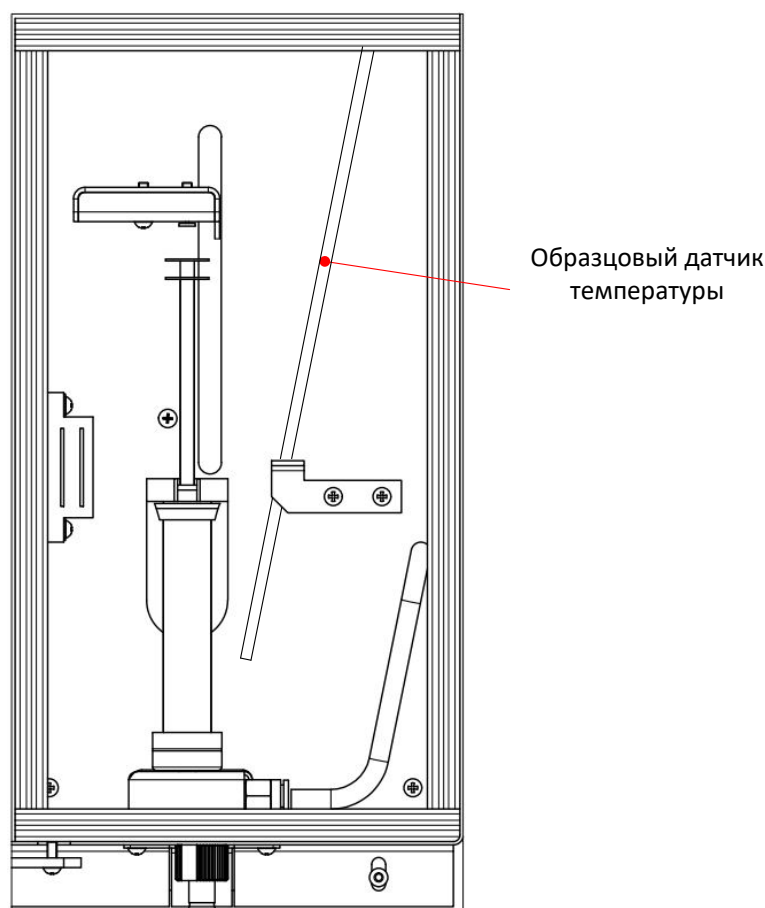


Рисунок 3 – Проверка температуры в дозаторе

9.7.5 Вычислить отклонение от заданного значения температуры дозатора по следующей формуле:

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

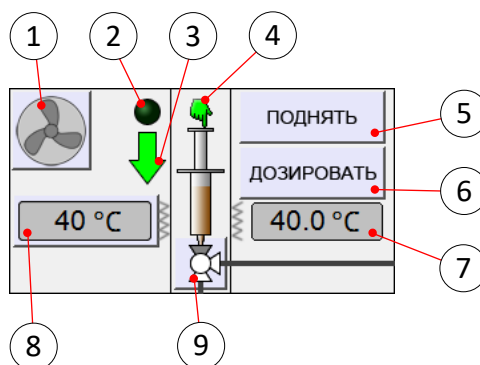
где: Δt – отклонение от заданного значения температуры дозатора, °C;
 $t_{\text{уст}}$ – уставка, °C (40 °C по ASTM D 3907);
 $t_{\text{обр}}$ – показания образцового измерителя температуры, °C.

9.7.6 Отклонение температуры дозатора не должно превышать 5°C.

9.8 Проверка дозатора

Для проверки дозатора выполнить следующую последовательность действий:

- 9.8.1 На панели оператора нажать кнопку **[НАСТРОЙКИ]** для перехода в меню настроек;
- 9.8.2 Задать значение параметра «Режим испытания» = «РУЧНОЙ»;
- 9.8.3 Выбрать программу, для которой требуется проверка дозирования, из списка, открываемого кнопкой **[ПРОГРАММЫ]**;
- 9.8.4 Нажать кнопку **[ДОПОЛНИТЕЛЬНО]** для перехода в меню дополнительных настроек;
- 9.8.5 Задать параметры шприца:
 - «Объём, мл» – объём полностью заполненного шприца,
 - «Ход штока, мм» – разность длин пустого и полностью заполненного шприца.
- 9.8.6 Закрыть меню кнопкой [x] в правом верхнем углу экрана.
- 9.8.7 Включить подогрев дозатора (см. рисунок 4, поз. 8).
- 9.8.8 Отсоединить капилляр от выходного штуцера дозатора.
- 9.8.9 Установить в дозатор шприц с газойлем, выдержать не менее 30 минут для стабилизации температуры газойля.



- | | |
|---|--|
| 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

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

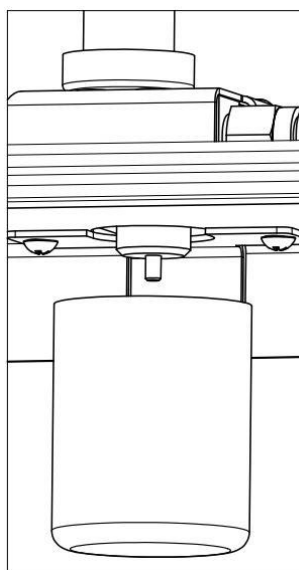


Рисунок 5— Проверка дозатора

9.8.11 Нажать кнопку **[НАЙТИ]** для обнаружения шприца (см. рисунок 4, поз. 6).

9.8.12 После обнаружения шприца нажать **[ДОЗИРОВАТЬ]** и одновременно запустить секундомер.

9.8.13 Сразу после завершения дозирования остановить секундомер; записать показания секундомера в таблицу по форме АЗ, ПРИЛОЖЕНИЕ А, страница 10.

9.8.14 Вычислить погрешность времени дозирования по следующей формуле:

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

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

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

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

9.8.17 Занести полученные результаты в таблицу по форме АЗ, ПРИЛОЖЕНИЕ А, страница 10.

9.8.18 Вычислить погрешность дозирования по следующей формуле:

$$\Delta m = |m - m_{\text{обр}}|,$$

где: Δm – погрешность дозирования, г;

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

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

9.8.19 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 метрологические характеристики соответствуют требованиям ее эксплуатационной документации.

11 Требования к отчётности

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А. АТТЕСТАЦИОННЫЕ ТАБЛИЦЫ

Установка	МАК-10
Заводской №	
Дата аттестации	
Исполнитель	

Программа испытания:

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

Таблица – Форма А1 – Проверка температуры реактора

Температура реактора	Точка проверки температуры катализатора в реакторе		
	Верхняя (1)	Средняя (2)	Нижняя (3)
$T_{уст}, ^\circ C$			
$T_{обр}, ^\circ C$			
$\Delta T, ^\circ C$			
Допустимое отклонение, °C	$1+\alpha^*$		
Соответствует требованиям (да/нет)			

* α – погрешность образцового измерителя температуры

Таблица – Форма А2 – Проверка температуры дозатора

Температура дозатора	Время с момента стабилизации в дозаторе		
	30 минут	45 минут	60 минут
$t_{уст}, ^\circ C$			
$t_{обр}, ^\circ C$			
$\Delta t, ^\circ C$			
Допустимое отклонение, °C	5		
Соответствует требованиям (да/нет)			

Таблица – Форма А3 – Проверка дозирования

Параметр	Время дозирования, с	Масса дозы, г
Уставка		
Фактическое значение	$\tau_{обр} =$	$m_{обр} =$
Отклонение от заданного значения	$\Delta \tau =$	$\Delta m =$
Допустимое отклонение	$1+\beta^*$	2%
Соответствует требованиям (да/нет)		

* β – погрешность образцового секундомера