Український державний університет науки і технологій

ННІ «Український державний хіміко-технологічний університет»

Комп'ютерних наук та інженерії
(повна назва факультету)

Кафедра комп'ютерно-інтегрованих технологій та роботехніки
(повна назва кафедри)

Пояснювальна записка

до дипломної роботи

бакалавра
(освітньо-кваліфікаційний рівень)

на тему: Розробка метрологічного забезпечення виробницва карбаміду

Виконав: студент *4* курсу, групи 4-МІТт-23
напряму підготовки (спеціальності)
152 «Метрологія та інформаційно-вимірювальна техніка»
(шифр і назва напряму підготовки (професійна спрямованість, спеціальності)

Братцев Н.А.
(прізвище та ініціали)

Керівник Чернецький Є.В.
(прізвище та ініціали)

Рецензент Фурса О.О.
(прізвище та ініціали)

Дніпро – 2026

Український державний університет науки і технологій

ННІ «Український державний хіміко-технологічний університет»

(повне найменування вищого навчального закладу)

Факультет, відділення КН та І, денне
Кафедра Комп'ютерно-інтегрованих технологій та робототехніки
Освітній рівень бакалавр
Напрям підготовки
(шифр і назва)
Спеціальність 152 «Метрологія та інформаційно-вимірювальна техніка»
(код і назва)

ЗАТВЕРДЖУЮ
Завідувач кафедри Левчук І.Л.
_____
"____" _____2026 року

З А В Д А Н Н Я
НА ДИПЛОМНУ РОБОТУ СТУДЕНТУ

БРАТЦЕВ Ніл Артемович
(прізвище, ім'я, по батькові)

1.Тема роботи «Розробка метрологічного забезпечення виробництва карбаміду»
керівник роботи Євгеній ЧЕРНЕЦЬКИЙ, доцент, к.т.н.
(прізвище, ім'я, по батькові, науковий ступінь, вчене звання)

затверджені наказом вищого навчального закладу від 02.03. 2026 р. № 77- к
2. Строк подання студентом роботи 01.06.2026
3. Вихідні дані до роботи: звіт з переддипломної практики, нормативна та довідкова література.
4. Зміст розрахунково-пояснювальної записки (перелік питань, які потрібно розробити): вступ; загальна частина; спеціальна частина; дослідна частина; економічний розділ; охорона праці; висновок; перелік літератури.
5. Перелік графічного матеріалу (з точним зазначенням обов'язкових креслень) презентація

6. Консультанти розділів роботи

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв
Економічний розділ	к.т.н. Чернецький Є.В.		
Охорона праці	к.т.н. Чернецький Є.В.		

7. Дата видачі завдання 02.03.2026 року

КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН

№ з/п	Назва етапів дипломної роботи	Строк виконання етапів роботи	Примітка
1	Загальна частина	15.03.2026	
2	Постановка задачі на дослідження	20.03.2026	
3	Дослідна частина	15.04.2026	
4	Економічний розділ	20.05.2026	
5	Охорона праці	30.05.2026	

Студент _____ Братцев Н.А.
(підпис) (прізвище та ініціали)

Керівник роботи _____ Чернецький Є. В.
(підпис) (прізвище та ініціали)

Реферат.

Робота містить:

Листів: 89.

Таблиць: 22.

Рисунків: 8.

Листів графічної частини:

Ключові слова: карбамід, метрологічне забезпечення, засоби вимірювальної техніки, похибка вимірювання, невизначеність, калібрування, технологічний процес, Stamicarbon, система якості.

Мета: розробка метрологічного забезпечення виробництва карбаміду на основі аналізу технологічного процесу, визначення контрольованих параметрів, вибору засобів вимірювальної техніки та оцінювання похибок вимірювань.

ЗМІСТ

Розділ	Сторінка
ВСТУП	7
1. ТЕХНОЛОГІЧНІ ОСНОВИ ВИРОБНИЦТВА КАРБАМІДУ	8
1.1 Загальна характеристика карбаміду	8
1.2 Стадії технологічного процесу	8
1.3 Загальна характеристика процесу виробництва карбаміду	9
1.4 Хімія процесу синтезу карбаміду	9
1.5 Стадії технологічного процесу	10
1.6 Принципова технологічна схема з приладами КВПіА	13
1.7 Фазова діаграма та показники ефективності процесу	14
1.8 Енергетичний баланс процесу	16
1.9 Порівняння сучасних технологій виробництва карбаміду	17
1.10 Безпека та екологічні аспекти виробництва	18
1.11 Контрольні параметри процесу	18
1.12 Висновки до розділу	19
2. МЕТРОЛОГІЧНІ ВИМОГИ ДО ВИРОБНИЦТВА КАРБАМІДУ	20
2.1 Сутність та поняття метрологічного забезпечення	20
2.2 Життєвий цикл метрологічного забезпечення вимірювального каналу	23
2.3 Метрологічна простежуваність вимірювань	24
2.4 Структура вимірювального каналу хімічного виробництва	26

Розділ **Сторінка**

2.5 Процес калібрування засобів вимірювальної техніки 29

2.6 Джерела похибок вимірювань у хімічному виробництві 32

3. РОЗРОБКА СИСТЕМИ МЕТРОЛОГІЧНОГО ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ 34

3.1 Вибір контрольованих параметрів 34

3.2 Вибір засобів вимірювальної техніки 34

3.3 Структурна схема системи 36

3.4 Розрахунок похибки вимірювання тиску 39

3.5 Розрахунок похибки вимірювання температури 40

3.6 Розрахунок похибки вимірювання витрати аміаку 41

3.7 Розрахунок похибки вимірювання витрати CO_2 41

3.8 Розрахунок похибки вимірювання рівня 42

3.9 Розрахунок похибки вимірювання концентрації 42

3.10 Розрахунок похибки вимірювання вологості 43

3.11 Узагальнення результатів 43

4. ОЦІНЮВАННЯ ПОХИБОК ТА НЕВИЗНАЧЕНОСТІ 45

4.1 Джерела похибок 45

4.1.1 Інструментальні похибки 45

4.1.2 Похибка калібрування 46

4.1.3 Температурний дрейф 47

4.1.4 Похибка повторюваності 47

4.1.5 Гістерезис 46

Розділ	Сторінка

4.1.6 Вплив умов експлуатації 46

4.1.7 Похибки вимірювального каналу (системні) 49

4.2 Розрахунок сумарної похибки 50

4.3 Зменшення похибок 52

4.3.1 Вибір оптимального типу термоперетворювача 53

4.3.2 Вибір типу тискового перетворювача 55

4.3.3 Вибір типу витратоміра 57

4.3.4 Вибір типу рівнеміра 60

4.3.5 Вимірювання концентрації розчину карбаміду 62

4.3.6 Загальні методи зменшення похибки 65

5. КОНТРОЛЬ ЯКОСТІ ТА МЕТРОЛОГІЧНЕ СУПРОВОДЖЕННЯ 72

5.1 Показники якості готової продукції 72

5.2 Повірка і калібрування 72

5.3 Інтеграція з системою менеджменту якості 73

6. ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА 74

6.1 Небезпечні та шкідливі виробничі фактори 74

6.2 Вимоги до безпечної експлуатації технологічного обладнання 74

6.3 Метрологічне забезпечення безпеки 75

6.4 Засоби індивідуального захисту 76

6.5 Планові заходи з охорони праці 76

Розділ	**Сторінка**
6.6 Дії у надзвичайних ситуаціях	77
6.7 Екологічна безпека	78
7. ЕКОНОМІЧНЕ ОБҐРУНТУВАННЯ МЕТРОЛОГІЧНОГО ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ	79
7.1 Витрати на впровадження системи	79
7.2 Економічний ефект від впровадження	80
7.3 Розрахунок строку окупності	82
7.4 Аналіз чутливості	82
ВИСНОВКИ	84
СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ	86

ВСТУП

Актуальність теми зумовлена тим, що карбамід є одним із найбільш поширених азотних добрив, а його виробництво належить до складних хіміко-технологічних процесів, у яких стабільність режимів безпосередньо впливає на якість готової продукції. У технології синтезу карбаміду контроль температури, тиску, витрати сировини та концентрації реакційної суміші має вирішальне значення, оскільки саме ці параметри визначають перебіг реакцій і утворення побічних продуктів.[4][1]

Метрологічне забезпечення виробництва карбаміду є невід'ємною складовою системи управління якістю підприємства. Воно охоплює вибір засобів вимірювальної техніки, організацію повірки та калібрування, оцінювання похибок і невизначеності, а також забезпечення метрологічної простежуваності результатів вимірювань до національних або міжнародних стандартів. Саме тому розробка метрологічного забезпечення для такого виробництва є актуальною як з технічного, так і з економічного погляду.[2][3]

Метою бакалаврської роботи є розробка метрологічного забезпечення виробництва карбаміду на основі аналізу технологічного процесу, визначення контрольованих параметрів, вибору засобів вимірювальної техніки та оцінювання похибок вимірювань.

Для досягнення поставленої мети необхідно розв'язати такі завдання: проаналізувати технологічні особливості виробництва карбаміду; визначити основні параметри, що підлягають вимірюванню; обґрунтувати вимоги до засобів вимірювальної техніки; оцінити похибки та невизначеність вимірювань; розробити рекомендації щодо повірки, калібрування та контролю якості продукції.[5][2]

1. ТЕХНОЛОГІЧНІ ОСНОВИ ВИРОБНИЦТВА КАРБАМІДУ

1.1 Загальна характеристика карбаміду

Карбамід, або сечовина, є висококонцентрованим азотним добривом, що широко використовується в сільському господарстві, хімічній промисловості та як сировина для подальших технологічних перетворень. Основна цінність карбаміду полягає у високому вмісті азоту, який забезпечує його ефективність як добрива. Для товарного продукту важливими показниками є масова частка загального азоту, вміст біурету, вологість та міцність гранул.[6][7][5]

Якість карбаміду визначається не лише хімічним складом, але й стабільністю фізико-хімічних властивостей, що особливо важливо під час зберігання, транспортування та внесення у ґрунт. Відхилення від нормативних показників можуть знижувати агротехнічну ефективність добрива та обмежувати сферу його застосування.[7][6]

1.2 Стадії технологічного процесу

Виробництво карбаміду базується на реакції аміаку з діоксидом вуглецю. Технологічний процес зазвичай включає кілька послідовних стадій: синтез карбамату амонію, дегідратацію до карбаміду, розкладання непрореагованих сполук, очищення, концентрування розчину та грануляцію готового продукту.[8][1][4]

На стадії синтезу вихідні компоненти подаються до реактора під високим тиском і за підвищеної температури. У таких умовах утворюється карбамат амонію, частина якого згодом перетворюється на карбамід і воду. Далі розчин проходить стадії розкладання та очищення від непрореагованих газів, після чого

концентрується у випарних апаратах до необхідного вмісту сухої речовини. Завершальною операцією є формування гранул або прілів, що визначає товарний вигляд продукту.[1][4]

1.3 Загальна характеристика процесу виробництва карбаміду

Карбамід (сечовина, $CO(NH_2)_2$) є одним із найбільш поширених азотних добрив із масовою часткою азоту 46,6%, що забезпечує його високу агрономічну цінність. Промислове виробництво карбаміду базується на реакції аміаку з діоксидом вуглецю за високого тиску та підвищеної температури. Сучасні технології виробництва карбаміду ґрунтуються переважно на процесі CO_2 stripping компанії Stamicarbon, який є найпоширенішим у світі (понад 60% світових потужностей).

Основна цінність карбаміду полягає у високому вмісті азоту, який забезпечує його ефективність як добрива. Для товарного продукту важливими показниками є масова частка загального азоту (не менше 46,2%), вміст біурету (не більше 1,0% для ґрунтового застосування), вологість (не більше 0,5%) та міцність гранул (не менше 85% при навантаженні 2 кг на гранулу діаметром 2–4 мм).

1.4 Хімія процесу синтезу карбаміду

Синтез карбаміду відбувається у два послідовних етапи через утворення проміжної сполуки - карбамату амонію.

Етап реакції	Рівняння та характеристика
1. Утворення карбамату амонію (екзотермічна)	$2NH_3(г) + CO_2(г) \rightleftharpoons NH_2COONH_4(р)$ $\Delta H_1 = -117{,}2$ кДж/моль Швидка, практично необоротна реакція
2. Дегідратація карбамату	$NH_2COONH_4(р) \rightleftharpoons CO(NH_2)_2(р) +$

(ендотермічна, лімітуюча)	$H_2O(p)$ $\Delta H_2 = +28{,}5$ кДж/моль Повільна, оборотна реакція, визначає загальну швидкість

Загальне рівняння синтезу карбаміду:

$$\mathbf{2NH_3 + CO_2 \rightleftharpoons CO(NH_2)_2 + H_2O}$$

Реакція (1) є сильно екзотермічною і протікає практично миттєво при контакті аміаку з CO_2. Реакція (2) - повільна, оборотна, ендотермічна, і саме вона лімітує загальну швидкість процесу. Конверсія CO_2 в реакторі становить 58–65% за одну проходку, тому необхідна рециркуляція непрореагованих компонентів.

1.5 Стадії технологічного процесу

Технологічний процес виробництва карбаміду за технологією Stamicarbon CO_2 stripping включає наступні послідовні стадії (рис. 1):

1. Синтез карбамату амонію та карбаміду. Рідкий аміак і газоподібний CO_2 подаються до реактора синтезу при тиску 14–15 МПа та температурі 180–190 °C. У реакторі спочатку утворюється карбамат амонію, частина якого дегідратується до карбаміду. Реакційна маса містить карбамід, воду, непрореагований карбамат, аміак та CO_2.

2. Стриппінг (відділення непрореагованих компонентів). Розчин карбаміду з реактора надходить до високотискового стриппера, де при тиску 14 МПа та температурі близько 200 °C відбувається розкладання карбамату на аміак та CO_2. Як стриппінг-агент використовується свіжий CO_2, який подається знизу стриппера. Відділені гази повертаються до синтезу.

3. Рециркуляція (відновлення аміаку та CO_2). Гази зі стриппера конденсуються в pool-конденсорі з утворенням карбамату, який ежектором подається назад до реактора. Інертні гази відводяться через скрубер. Низькотискова рециркуляція забезпечує додаткове вилучення аміаку та CO_2 з розчину карбаміду.

4. Випаровування та концентрування. Розчин карбаміду (70–75%) після стриппера надходить до системи випарювання, де в двох послідовних вакуум-випарниках концентрація карбаміду підвищується до 99,5–99,7%. Перший випарник працює при тиску 0,033 МПа, другий - під вакуумом.

5. Грануляція (формування товарного продукту). Розплав карбаміду (135–140 °C) подається до гранулятора, де формується товарний продукт - гранули діаметром 2–4 мм. Використовуються барабанні або розпилювальні (prilling) технології. Гранули охолоджуються та сортуються на грохоті. Неформований продукт повертається на переробку.

6. Очищення стічних вод та утилізація відходів. Процесні конденсати, що містять аміак, CO_2 та карбамід, очищуються в гідролізері та десорбері. У гідролізері при t = 180–200 °C та P = 2,0–2,5 МПа карбамід розкладається на аміак та CO_2. Очищена вода (вміст карбаміду <5 мг/л) використовується як живильна для котлів або охолоджувальна.

На рисунку 1.1 представлена загальна технологічна схема виробництва карбаміду за процесом Stamicarbon CO_2 stripping. Схема охоплює всі основні технологічні блоки: синтез високого тиску, стриппінг, рециркуляцію, випаровування, грануляцію та допоміжні системи.

Реактор синтезу карбаміду є ключовим апаратом виробництва. На рисунку 2 представлена конструкція реактора, температурний профіль по його висоті, залежність конверсії CO_2 від мольного співвідношення NH_3/CO_2 та матеріальний баланс процесу.

Реактор являє собою вертикальний циліндричний апарат діаметром 2,0–3,0 м та висотою 20–40 м, виготовлений з корозійностійкої дуплексної сталі (E-type material за класифікацією Stamicarbon). Внутрішній об'єм реактора заповнено кільцевими полицями (trays), які забезпечують інтенсивний масообмін між газовою та рідкою фазами. Сировина подається знизу, а реакційна маса виходить зверху через переливну воронку.

Температурний профіль реактора (рис. 1.2, графік 2) має характерну S-подібну форму: у нижній частині (зона утворення карбамату) температура швидко

зростає від 165 °C до 175 °C за рахунок екзотермічної реакції (1); у середній частині (зона дегідратації) температурний градієнт зменшується; у верхній частині температура досягає 185–190 °C, що відповідає максимальній конверсії карбамату в карбамід.

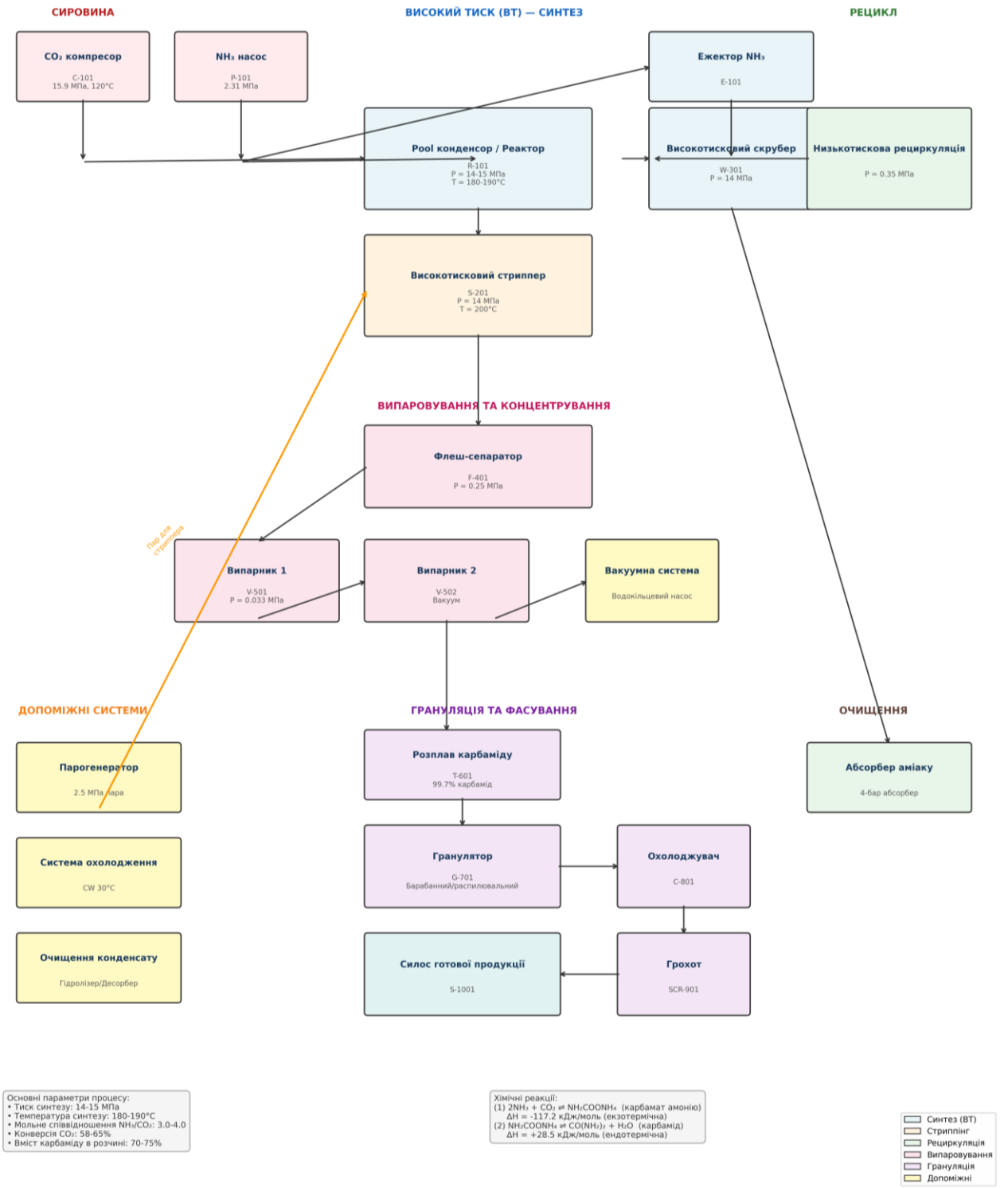

Рисунок 1.1 - Технологічна схема виробництва карбаміду (процес Stamicarbon CO_2 stripping)

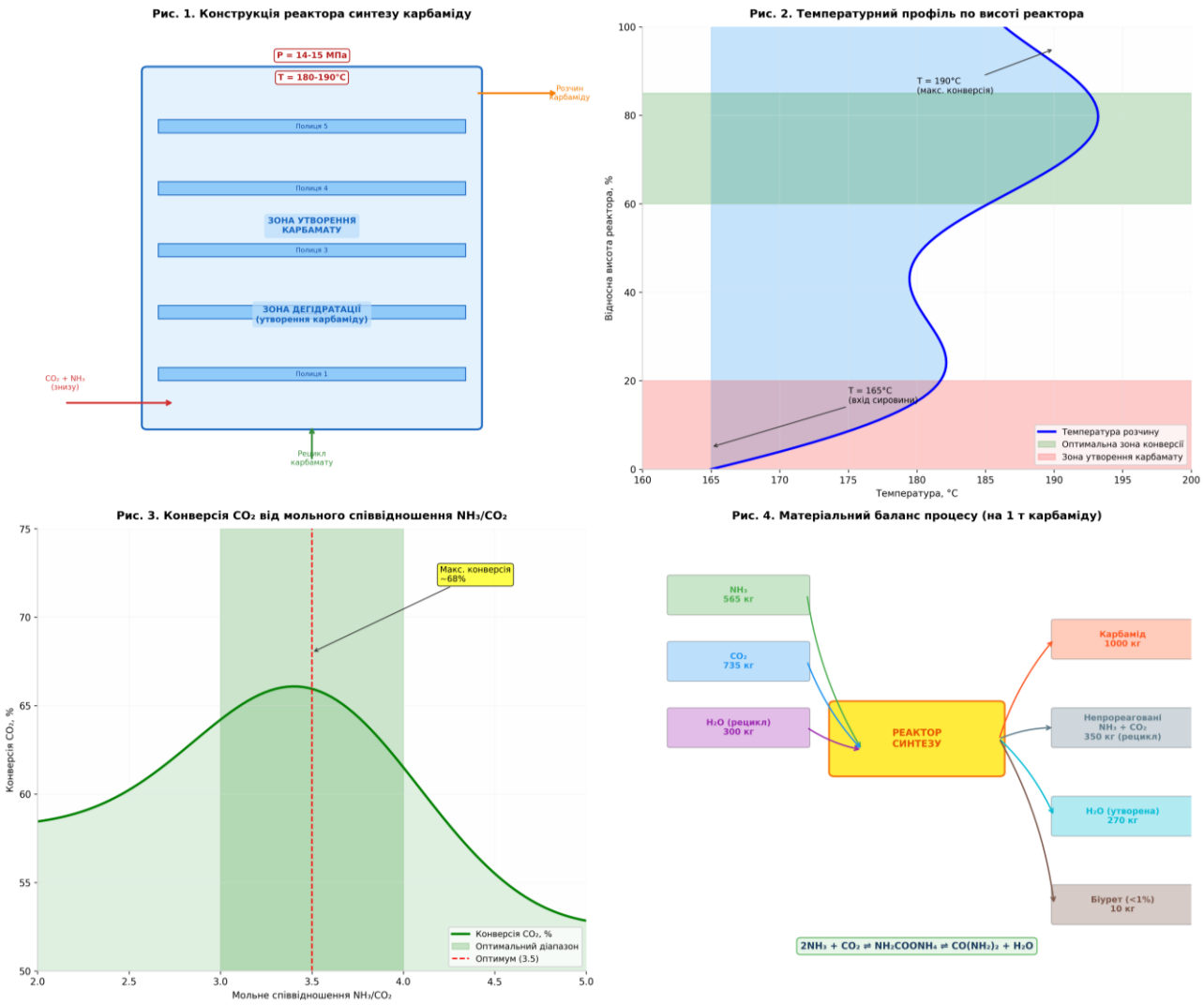

Рисунок 1.2 - Деталі технологічного процесу: 1) конструкція реактора; 2) температурний профіль; 3) конверсія CO_2; 4) матеріальний баланс

1.6 Принципова технологічна схема з приладами КВПіА

На рисунку 1.3 представлена принципова технологічна схема (P&ID) виробництва карбаміду з нанесеними приладами контролю, вимірювання, регулювання та автоматики (КВПіА). Схема включає основні контури вимірювання температури (TI), тиску (PI), витрати (FI), рівня (LI) та складу (AI), а також регулювальні клапани (FCV) для підтримання оптимального технологічного режиму.

Контроль температури в реакторі (TI-101, TI-102) та стриппері (TI-201) є критичним для забезпечення необхідної конверсії та запобігання утворенню

біурету. Контроль тиску (PI-101, PI-201) гарантує безпечну роботу апаратів високого тиску. Вимірювання витрати сировини (FI-101, FI-102) дозволяє підтримувати оптимальне мольне співвідношення NH_3/CO_2 = 3,0–4,0.

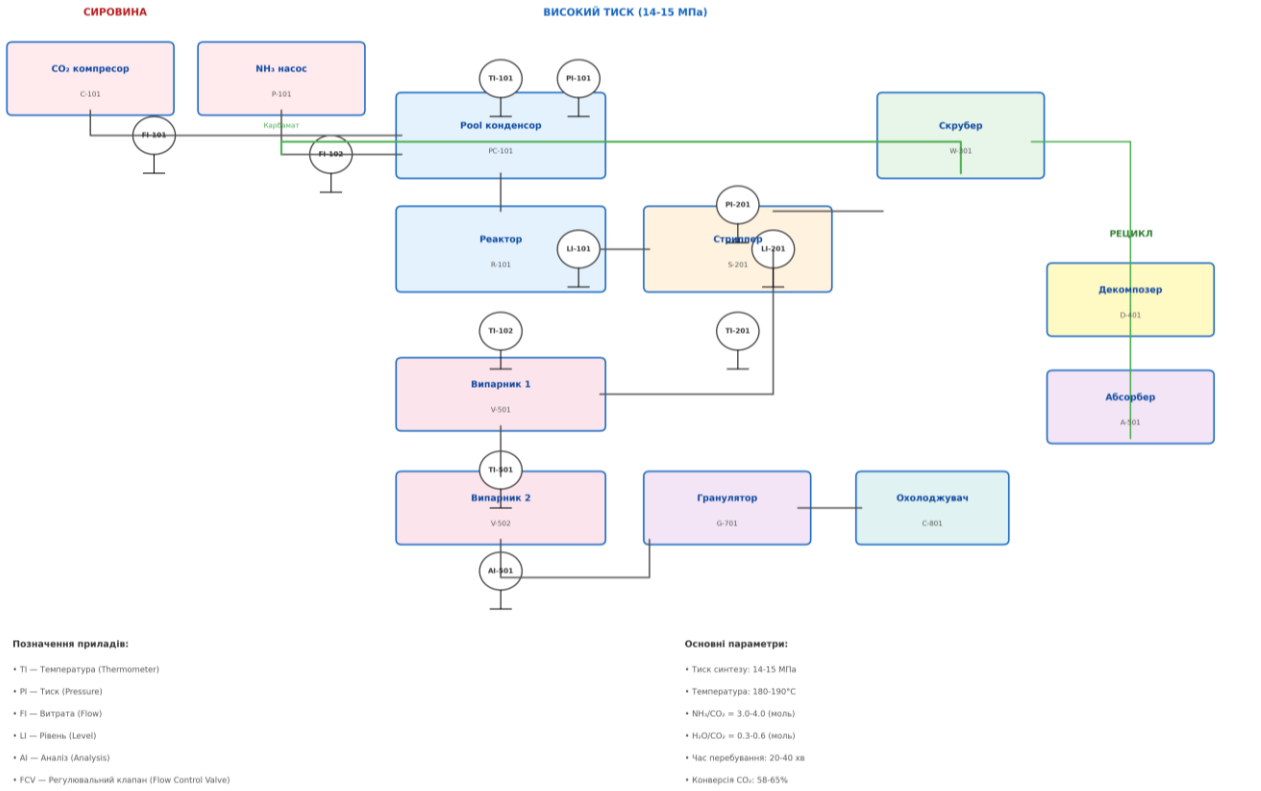

Рисунок 1.3 - Принципова технологічна схема з приладами КВПіА та контурами автоматичного керування

1.7 Фазова діаграма та показники ефективності процесу

На рисунку 1.4 представлена фазова діаграма системи NH_3-CO_2, яка є фундаментальною для розуміння процесу синтезу карбаміду. Умови синтезу (14,5 МПа, 185 °C) знаходяться в надкритичній області, де компоненти перебувають у двофазному стані (газ-рідина), що забезпечує високу швидкість масопередачі.

Права частина рисунка 1.4 містить ключові показники ефективності технологічного процесу (KPI), які використовуються для моніторингу та оптимізації виробництва. Конверсія CO_2 на рівні 62% є типовою для сучасних установок потужністю 1000–1500 т/добу. Вміст біурету 0,8% відповідає вимогам преміум-класу добрив та дозволяє отримувати додаткову економічну вигоду.

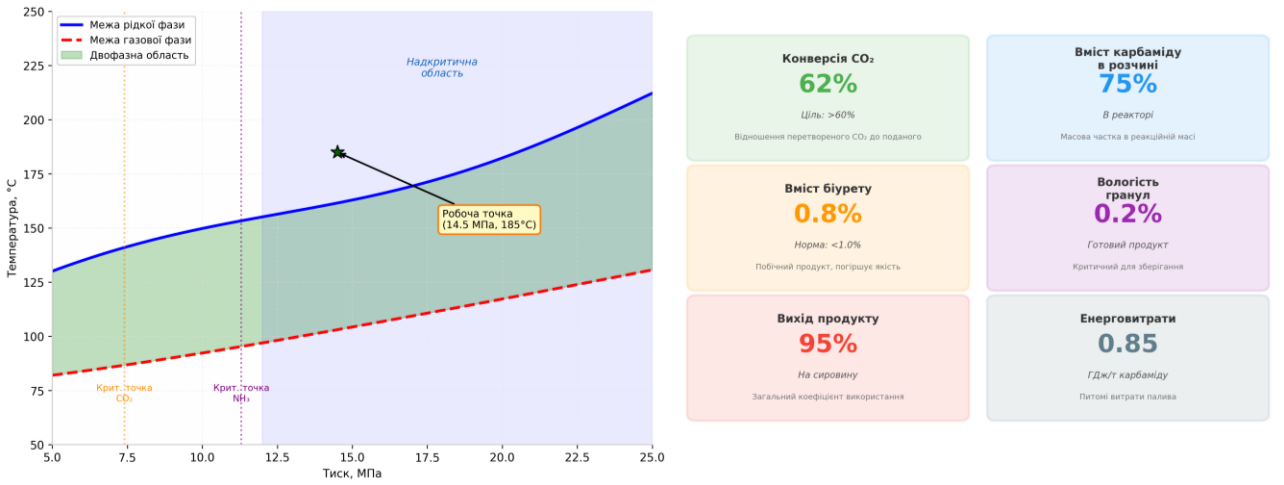

Рисунок 1.4 - Фазова діаграма системи NH_3-CO_2 та показники ефективності процесу

Таблиця 1.1 містить узагальнені технологічні параметри основних апаратів виробництва карбаміду, які підлягають метрологічному контролю та регулюванню.

Таблиця 1.1

Апарат	Параметр	Діапазон	Одиниця	Критичність	Прилад КВПіА
Реактор R-101	Температура	180–190	°C	Критичний	TI-101, TI-102
Реактор R-101	Тиск	14–15	МПа	Критичний	PI-101
Реактор R-101	Рівень	0,8–1,2	м	Висока	LI-101
Стриппер S-201	Температура	195–205	°C	Критичний	TI-201
Стриппер S-201	Тиск	13,5–14,5	МПа	Висока	PI-201
Випарник V-501	Температура	130–140	°C	Середня	TI-501
Випарник V-501	Концентрація	70–75	%	Критичний	AI-501

Окрім основних реакцій синтезу, у реакторі відбуваються побічні реакції, які погіршують якість готового продукту. Найнебезпечнішою є утворення біурету

- побічного продукту, який є токсичним для рослин та обмежує застосування карбаміду як добрива.

Утворення біурету відбувається за реакцією:

$$2CO(NH_2)_2 \rightleftharpoons NH_2CONHCONH_2 \text{ (біурет)} + NH_3$$

Швидкість утворення біурету зростає експоненціально з підвищенням температури. При температурі вище 190 °C та тривалому перебуванні розчину в зоні високих температур вміст біурету може перевищити допустиму норму 1,0%. Тому точний контроль температури в реакторі та стриппері є критичним для забезпечення якості продукції.

Іншими побічними реакціями є утворення триурету, ціанурової кислоти та її амідів, а також розкладання карбаміду на аміак та ізоціанову кислоту при температурі вище 150 °C у сухому стані. Ці реакції мають незначний внесок у втрати продукту, але їх контроль є важливим для безпеки процесу.

1.8 Енергетичний баланс процесу

Процес виробництва карбаміду характеризується складним енергетичним балансом, оскільки перша реакція (утворення карбамату) є сильно екзотермічною, а друга (дегідратація) - ендотермічною. Теплота реакції (1) використовується для підтримання температури в реакторі та генерування пари середнього тиску (2,5 МПа), яка споживається стриппером.

Енерговитрати на виробництво 1 т карбаміду становлять 0,75–0,90 ГДж, що включає: стиснення CO_2 (25%), нагрівання сировини (20%), випаровування води (30%), грануляцію (15%) та допоміжні потреби (10%). Сучасні установки з тепловою інтеграцією досягають питомих енерговитрат 0,65 ГДж/т.

Якість карбаміду регламентується міжнародними та національними стандартами. Основні показники якості товарного карбаміду наведені в таблиці 1.2.

Таблиця 1.2

Показник якості	Норма (преміум)	Норма (стандарт)	Метод визначення
Масова частка загального азоту (N)	≥ 46,4%	≥ 46,2%	ДСТУ ISO 5315
Вміст біурету	≤ 0,8%	≤ 1,0%	ISO 18643
Вологість	≤ 0,3%	≤ 0,5%	ISO 760 (Карла Фішера)
Міцність гранул (2-4 мм)	≥ 90%	≥ 85%	ISO 8397
pH 10% розчину	7,0–8,5	7,0–9,0	ISO 4316

1.9 Порівняння сучасних технологій виробництва карбаміду

Сучасна промисловість використовує кілька модифікацій процесу синтезу карбаміду. Таблиця 1.3 проводить порівняльний аналіз основних технологій.

Таблиця 1.3

Технологія	Тиск синтезу, МПа	Конверсія CO_2, %	Витрати пари, т/т	Особливості
Stamicarbon CO_2 stripping	14–15	58–65	0,75–0,90	Найпоширеніша (60% ринку), низькі витрати енергії
Snamprogetti (SAIPEM)	15–16	60–65	0,80–0,95	Ізотермічний реактор, автокаталітичний процес
Toyo Engineering ACES21	17–18	65–70	0,70–0,85	Висока конверсія, компактна конструкція
Uhde (thyssenkrupp)	22–25	62–68	0,85–1,00	Рідинний реактор, високий тиск

1.10 Безпека та екологічні аспекти виробництва

Виробництво карбаміду відноситься до категорії небезпечних виробництв через наявність високого тиску (до 200 бар), підвищених температур (до 200 °C), токсичних газів (аміак, ПДК = 20 мг/м³) та агресивних середовищ (карбаматний розчин pH = 9–10,5).

Основні небезпечні фактори виробництва:

- високий тиск у реакторах синтезу (до 200 бар) та можливість гідравлічного удару при швидких перепадах тиску;
- підвищена температура у зонах синтезу та випаровування (до 200 °C), що створює ризик опіків;
- токсичність аміаку (ПДК = 20 мг/м³) та можливість утворення вибухонебезпечних сумішей NH_3-повітря;
- агресивність карбаматного розчину та біурету, що викликає корозію звичайних сталей;
- можливість утворення твердих відкладень карбамату в трубопроводах та апаратах.

Екологічні аспекти виробництва включають контроль викидів аміаку в атмосферу (гранично допустимі викиди - не більше 50 кг/т продукту), очищення стічних вод (вміст карбаміду < 5 мг/л) та утилізацію відходів грануляції (повернення на переробку). Сучасні установки досягають рівня викидів NH_3 нижче 10 кг/т карбаміду.

1.11 Контрольні параметри процесу

Основними параметрами, які потребують безперервного або періодичного контролю, є температура, тиск, витрата аміаку, витрата діоксиду вуглецю, рівень у технологічних апаратах, концентрація розчину карбаміду та вологість готового

продукту. Саме ці величини визначають ефективність протікання хімічних реакцій і стабільність технологічного режиму.[4][1]

Особливого значення набуває контроль температури та тиску в реакторі, оскільки вони впливають на рівновагу реакцій і ступінь перетворення вихідних речовин. У разі порушення цих параметрів можливе зростання кількості побічних продуктів, зокрема біурету, що погіршує якість карбаміду. Тому вимірювання повинні бути не лише точними, але й стабільними в часі.[6][7]

1.12 Висновки до розділу

У розділі 1 було детально розглянуто технологічні основи виробництва карбаміду. Встановлено, що сучасне виробництво базується на процесі CO_2 stripping компанії Stamicarbon, який забезпечує високу ефективність при помірних енерговитратах.

Ключовими параметрами процесу, що підлягають метрологічному контролю, є: температура синтезу (180–190 °C), тиск у реакторі (14–15 МПа), мольне співвідношення NH_3/CO_2 (3,0–4,0), концентрація карбаміду в розчині (70–75%) та вологість готового продукту (< 0,5%). Відхилення цих параметрів від оптимальних значень призводить до зниження конверсії, збільшення вмісту біурету та погіршення якості готової продукції.

Розроблені технологічні схеми (рис. 1.1–1.4) та таблиці параметрів (табл. 1.1–1.3) є основою для подальшого проектування системи метрологічного забезпечення, що розглядається у наступних розділах бакалаврської роботи.

2. МЕТРОЛОГІЧНІ ВИМОГИ ДО ВИРОБНИЦТВА КАРБАМІДУ

2.1 Сутність та поняття метрологічного забезпечення

Метрологічне забезпечення виробництва являє собою сукупність організаційних, технічних і наукових заходів, спрямованих на досягнення єдності та необхідної точності вимірювань, а також на забезпечення достовірності результатів вимірювань у всіх сферах діяльності підприємства. Для хімічного виробництва метрологічне забезпечення є критично важливим, оскільки якість готової продукції безпосередньо залежить від точності контролю технологічних параметрів.

Згідно з ДСТУ ISO 9001:2015, метрологічне забезпечення є невід'ємною складовою системи управління якістю підприємства. Воно охоплює вибір засобів вимірювальної техніки (ЗВТ), організацію їхньої повірки та калібрування, оцінювання похибок і невизначеності вимірювань, а також забезпечення метрологічної простежуваності результатів вимірювань до національних або міжнародних еталонів.

Основні цілі метрологічного забезпечення хімічного виробництва:

- забезпечення єдності вимірювань на всіх стадіях технологічного процесу;
- досягнення необхідної точності контролю параметрів, що впливають на якість продукції;
- забезпечення метрологічної простежуваності результатів вимірювань;
- мінімізація технологічних втрат та зниження собівартості продукції;
- підвищення безпеки виробництва через точний контроль критичних параметрів;
- відповідність вимогам нормативних документів та стандартів якості.

Структура метрологічного забезпечення хімічного виробництва (рис. 2.1) складається з чотирьох взаємопов'язаних компонентів: нормативно-правового, організаційно-технічного, науково-методичного та інформаційного.

Нормативно-правовий компонент включає закони про метрологію та метрологічну діяльність, державні стандарти, технічні регламенти та норми точності, які регламентують вимоги до вимірювань у хімічній промисловості. В Україні основним нормативним документом є Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність» (№ 1314-VII від 05.06.2014).

Організаційно-технічний компонент охоплює практичні заходи з вибору ЗВТ, їхньої повірки та калібрування, метрологічного контролю та забезпечення простежуваності. Цей компонент безпосередньо реалізується метрологічною службою підприємства та включає розробку графіків повірки, організацію роботи повірочних лабораторій, ведення обліку ЗВТ.

Науково-методичний компонент передбачає розробку та застосування методів оцінювання похибок і невизначеності вимірювань, еталонних методів вимірювань, методичних вказівок з метрологічного забезпечення конкретних технологічних процесів.

Інформаційний компонент включає створення та ведення баз даних ЗВТ, електронних журналів обліку, протоколів калібрування, сертифікатів та іншої документації, що підтверджує метрологічні характеристики вимірювальної техніки.

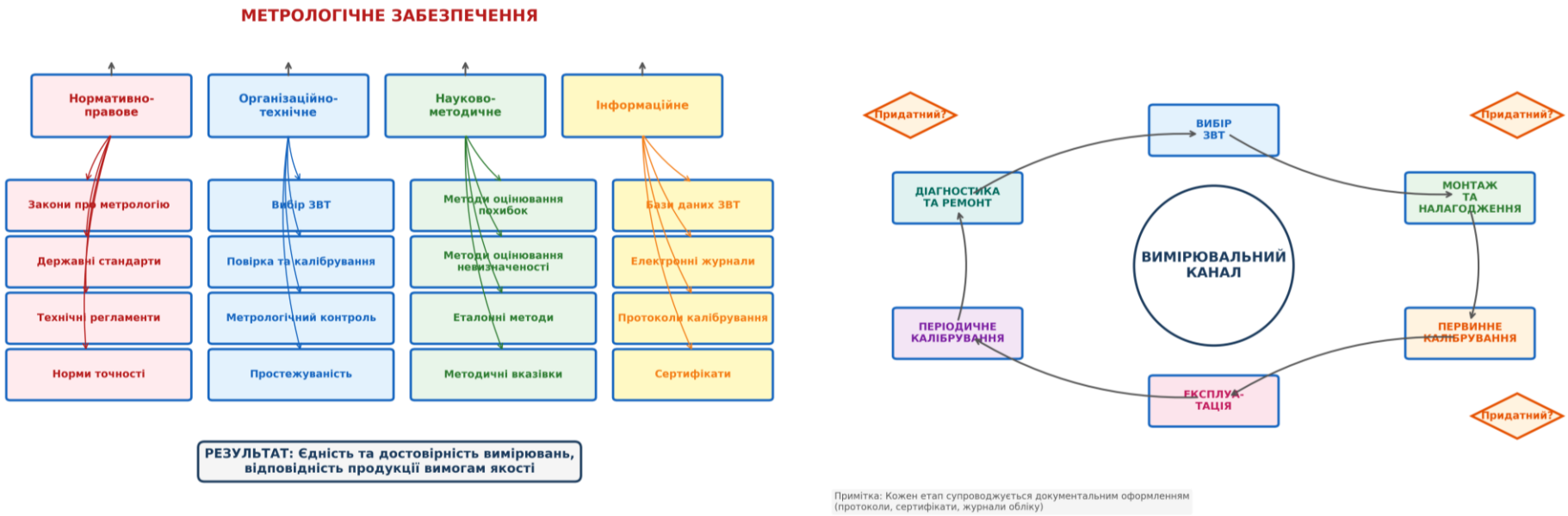

Рисунок 2.1 - Структура метрологічного забезпечення хімічного виробництва

2.2 Життєвий цикл метрологічного забезпечення вимірювального каналу

Життєвий цикл метрологічного забезпечення вимірювального каналу охоплює всі етапи від вибору ЗВТ до його списання. Кожен етап супроводжується документальним оформленням та метрологічним контролем.

Етапи життєвого циклу вимірювального каналу:

1. Вибір ЗВТ. На цьому етапі визначаються метрологічні вимоги до вимірювального каналу з урахуванням технологічних умов (діапазон вимірювання, допустима похибка, агресивність середовища, вибухонебезпека). Формується технічне завдання та проводиться аналіз ринку ЗВТ;
2. Монтаж та налагодження. Включає механічний монтаж первинного перетворювача, прокладку кабельних ліній, налагодження сигнальних ланцюгів, перевірку працездатності каналу. Після монтажу проводиться первинне калібрування з видачею протоколу;
3. Первинне калібрування. Проводиться акредитованою лабораторією або метрологічною службою підприємства. Визначаються реальні метрологічні характеристики ЗВТ, оформлюється сертифікат калібрування з вказівкою поправок та невизначеності;
4. Експлуатація. Період роботи ЗВТ у складі вимірювального каналу. Включає щоденний контроль показань, періодичну перевірку нуля та чутливості, діагностику стану. Тривалість етапу визначається міжповірочним інтервалом;
5. Періодичне калібрування. Проводиться відповідно до графіка повірки (зазвичай 1 раз на рік для критичних каналів, 1 раз на 2 роки для некритичних). Результати оформлюються протоколом калібрування;
6. Діагностика та ремонт. Проводиться у разі виявлення відхилень метрологічних характеристик від допустимих значень. Може включати

регулювання, заміну компонентів або повний ремонт. Після ремонту обов'язкове повторне калібрування.

2.3 Метрологічна простежуваність вимірювань

Метрологічна простежуваність (traceability) - це властивість результату вимірювання або значення еталона бути пов'язаним з відповідним еталоном через документований ланцюг калібрувань, кожна ланка якого вносить свій внесок у загальну невизначеність. Простежуваність є ключовою вимогою стандарту ISO 9001:2015 (пункт 7.1.5.2) та міжнародних стандартів метрології.

Ланцюг метрологічної простежуваності (рис. 2.2) будується від міжнародних еталонів до робочих ЗВТ на підприємстві. Кожна ланка ланцюга має бути документально підтверджена сертифікатами або протоколами калібрування.

Рівні простежуваності:

Міжнародний рівень. Міжнародне бюро мір і ваг (BIPM), Національний інститут стандартів і технологій США (NIST), Фізико-технічна державна установа Німеччини (PTB). Ці установи зберігають первинні еталони основних одиниць SI.

Національний рівень. Державний первинний еталон - найвищий за точністю еталон в країні, що зберігається в національному метрологічному інституті (в Україні - ДП «Укрметртестстандарт»). Державний вторинний еталон використовується для передачі розміру одиниці робочим еталонам.

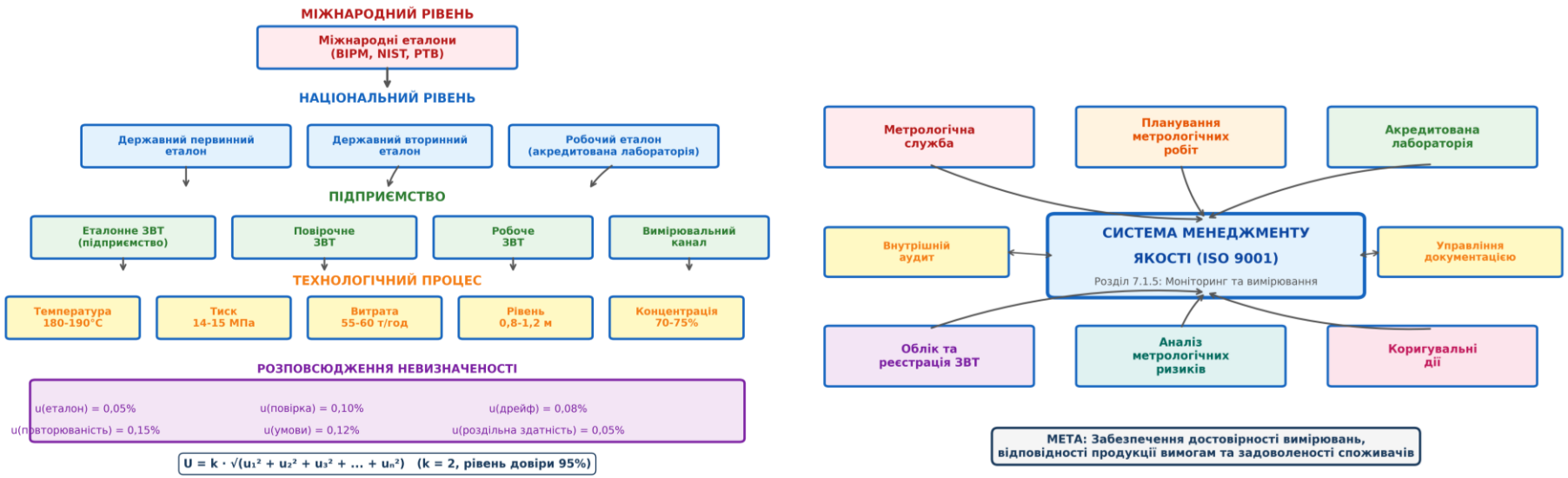

Рисунок 2.2 - Ланцюг метрологічної простежуваності вимірювань

Рівень підприємства. Робочий еталон підприємства (або акредитованої лабораторії) калібрується за державним вторинним еталоном. Від робочого еталона розмір одиниці передається до повірочних та робочих ЗВТ підприємства.

Технологічний рівень. Робочі ЗВТ (датчики температури, тиску, витратоміри тощо) калібруються за повірочними ЗВТ підприємства. Результати вимірювань цих приладів безпосередньо використовуються для контролю технологічного процесу.

Розповсюдження невизначеності вимірювань відбувається від міжнародних еталонів до робочих ЗВТ. Загальна розширена невизначеність вимірювання визначається за формулою:

$$\mathbf{U = k \cdot \sqrt{(u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + ... + u_n^2)}}$$

де u_1, u_2, ..., u_n - стандартні невизначеності окремих складових (еталон, повірка, дрейф, повторюваність, умови експлуатації, роздільна здатність); k - коефіцієнт охоплення (k = 2 для рівня довіри 95%).

2.4 Структура вимірювального каналу хімічного виробництва

Вимірювальний канал - це сукупність засобів вимірювальної техніки та зв'язків між ними, що забезпечує отримання інформації про значення вимірюваної фізичної величини. Структура типового вимірювального каналу хімічного виробництва представлена на рис. 2.3.

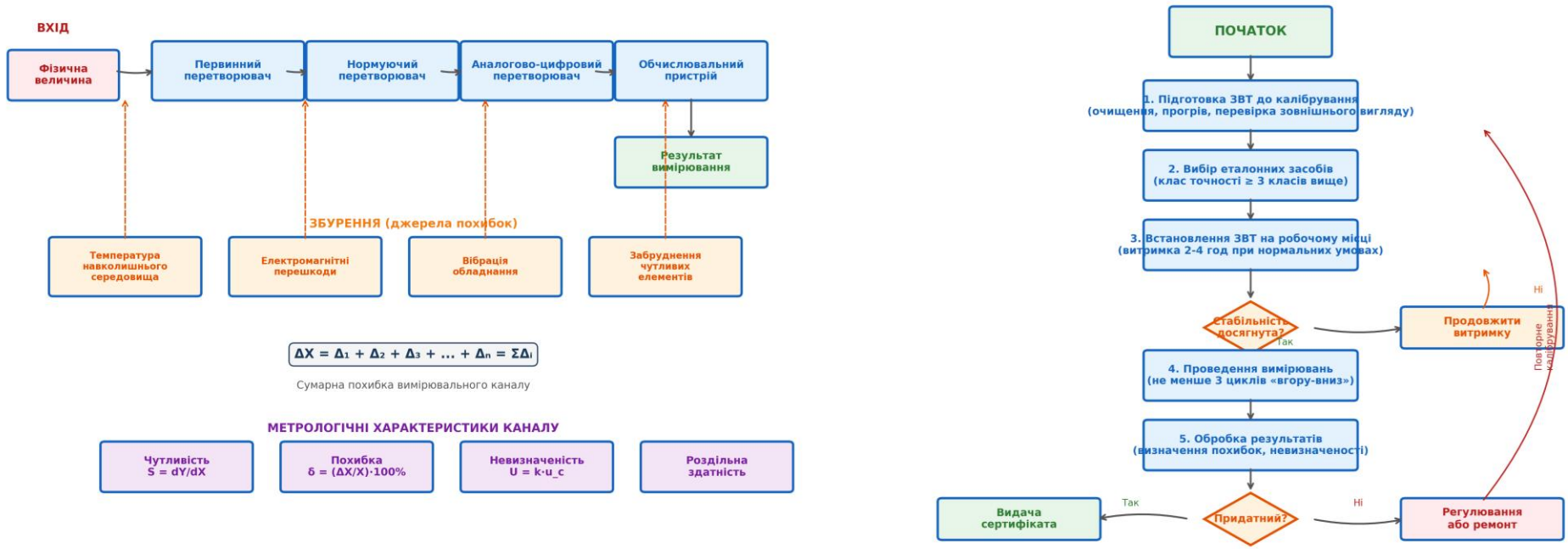

Рисунок 2.3 - Структура вимірювального каналу хімічного виробництва

Основні компоненти вимірювального каналу:

- первинний перетворювач (датчик). Безпосередньо сприймає фізичну величину (температуру, тиск, витрату) та перетворює її в електричний сигнал (опір, ємність, частоту, напругу). Для хімічного виробництва первинні перетворювачі повинні бути стійкими до агресивних середовищ, високих тисків та температур;
- нормуючий перетворювач. Перетворює сигнал первинного перетворювача у стандартний сигнал (4–20 мА, 0–10 В) або цифровий протокол (HART, Profibus, Modbus). Забезпечує гальванічну розв'язку, фільтрацію перешкод та лінійзацію характеристики;
- аналогово-цифровий перетворювач (АЦП). Перетворює аналоговий сигнал у цифровий код для подальшої обробки контролером або комп'ютером. Основні характеристики АЦП - розрядність (12, 16, 24 біт) та частота дискретизації;
- обчислювальний пристрій. Програмований логічний контролер (PLC), промисловий комп'ютер або спеціалізований реєстратор. Виконує масштабування сигналу, компенсацію похибок, архівування даних, передачу інформації до системи управління.

На кожен компонент каналу діють зовнішні збурення (температура навколишнього середовища, електромагнітні перешкоди, вібрація обладнання, забруднення чутливих елементів), які вносять додаткові похибки у результат вимірювання. Сумарна похибка каналу визначається як сума похибок усіх компонентів та зовнішніх впливів:

$$\Delta X = \Delta_1 + \Delta_2 + \Delta_3 + ... + \Delta_n = \Sigma\Delta_i$$

2.5 Процес калібрування засобів вимірювальної техніки

Калібрування - це сукупність операцій, що встановлюють відношення між значеннями, які відображаються засобом вимірювальної техніки або матеріальним міром, та відповідними значеннями, що реалізуються еталонами.

Основні етапи калібрування:

- підготовка ЗВТ. Очищення приладу від забруднень, прогрів до робочої температури (2–4 години), перевірка цілісності корпусу, огляд електричних з'єднань. Для датчиків тиску - перевірка герметичності impulse line;
- вибір еталонних засобів. Еталонні ЗВТ повинні мати клас точності не менше ніж на 3 класи вище за калібрований прилад. Наприклад, для калібрування датчика тиску класу 0,15% використовується еталонний манометр класу 0,05% або краще;
- встановлення на робочому місці. ЗВТ встановлюється на робочому місці калібрувальної лабораторії. Витримка при нормальних умовах (t = 20±2 °C, вологість 45–75%, атмосферний тиск) протягом 2–4 годин для досягнення теплової рівноваги;
- проведення вимірювань. Вимірювання проводяться не менше ніж у 3 циклах «вгору-вниз» (збільшення-зменшення вхідної величини). Кількість точок калібрування - не менше 5 (включаючи нижню та верхню межі діапазону). У кожній точці проводиться не менше 3 повторних вимірювань4
- обробка результатів. Розраховуються систематична та випадкова похибки, невизначеність калібрування, будується калібрувальна характеристика. Визначаються поправки, які необхідно вносити при подальших вимірюваннях;
- оформлення документації. Результати калібрування оформлюються протоколом або сертифікатом, який містить: ідентифікацію ЗВТ, умови калібрування, використані еталони, результати вимірювань, розраховані похибки та невизначеність, висновок про придатність.

Система метрологічного контролю на хімічному підприємстві інтегрується з системою менеджменту якості відповідно до вимог ISO 9001:2015 (розділ 7.1.5 «Моніторинг та вимірювальні ресурси»). Ця система охоплює всі рівні управління підприємством та забезпечує комплексний підхід до метрологічного забезпечення.

Компоненти системи метрологічного контролю:

1. Метрологічна служба. Спеціалізований підрозділ підприємства, який відповідає за організацію та проведення метрологічної роботи. Включає метролога підприємства, повіряльників, техніків. Основні функції: розробка графіків повірки, проведення калібрування, аналіз метрологічних ризиків, ведення обліку ЗВТ.
2. Планування метрологічних робіт. Щорічне складання графіків повірки та калібрування ЗВТ з урахуванням міжповірочних інтервалів, критичності вимірювальних каналів та виробничого графіка. Планування включає бюджетування, замовлення еталонних ЗВТ, організацію виїзних робіт.
3. Акредитована лабораторія. Зовнішня або внутрішня лабораторія, що має акредитацію на право проведення калібрування конкретних типів ЗВТ. Акредитація підтверджує компетентність лабораторії та забезпечує визнання результатів калібрування на міжнародному рівні.
4. Внутрішній аудит. Періодична перевірка (зазвичай 1 раз на рік) ефективності системи метрологічного забезпечення. Аудит оцінює відповідність фактичної практики вимогам стандартів, виявляє невідповідності та формулює рекомендації з покращення.
5. Управління документацією. Створення, затвердження, розповсюдження та актуалізація метрологічних документів: інструкцій з калібрування, методик вимірювань, графіків повірки, журналів обліку. Використання електронного документообігу підвищує ефективність управління.
6. Аналіз метрологічних ризиків. Ідентифікація та оцінка ризиків, пов'язаних з можливими відхиленнями метрологічних характеристик ЗВТ. Ризики

класифікуються за ступенем критичності та ймовірністю виникнення. Для високих ризиків розробляються плани запобіжних та коригувальних дій.

7. Коригувальні дії. Заходи, спрямовані на усунення причин виявлених невідповідностей. Можуть включати регулювання ЗВТ, заміну компонентів, перекалібрування, навчання персоналу, перегляд методик вимірювань.

Хімічне виробництво характеризується специфічними умовами експлуатації ЗВТ, які пред'являють особливі вимоги до метрологічного забезпечення.

Агресивне середовище. Контакт з аміаком, карбаматом амонію, сечовиною та іншими агресивними речовинами вимагає використання корозійностійких матеріалів (дуплексна сталь, титан, хастелой) та герметичного виконання первинних перетворювачів. Періодичність калібрування скорочується через можливе забруднення чутливих елементів.

Високий тиск та температура. Робота при тиску до 200 бар та температурі до 200 °C вимагає спеціальних конструкцій ЗВТ з посиленими корпусами, охолоджувальними елементами, захисними мембранами. Температурна компенсація є обов'язковою для забезпечення точності вимірювань.

Вибухонебезпека. Наявність аміачних парів та інших горючих газів вимагає використання ЗВТ у вибухозахищеному виконанні (клас захисту Ex d, Ex ia відповідно до ATEX/IECEx). Калібрування таких приладів проводиться з дотриманням спеціальних заходів безпеки.

Висока точність. Технологічний контроль параметрів синтезу карбаміду вимагає відносної похибки не більше 0,5% для температури, 0,3% для тиску, 0,2% для витрати. Це обумовлює використання прецизійних приладів високого класу точності та часте калібрування.

Безперервність процесу. Хімічні процеси зазвичай працюють у безперервному режимі 24/7, що ускладнює проведення планових робіт з калібрування. Використовуються резервні канали вимірювання, вбудовані еталонні датчики або онлайн-калібрування без зупинки процесу.

Інтеграція з АСУ ТП. Сучасні системи метрологічного забезпечення інтегруються з автоматизованими системами управління технологічними процесами (АСУ ТП). Це дозволяє проводити автоматичну діагностику стану ЗВТ, прогнозування відмов, коригування результатів вимірювань у реальному часі.

2.6 Джерела похибок вимірювань у хімічному виробництві

Похибки вимірювань у хімічному виробництві можуть виникати на всіх етапах вимірювального ланцюга. Таблиця 2.1 містить класифікацію основних джерел похибок.

Таблиця 2.1.

Джерело похибки	Причина виникнення	Оцінка внеску	Заходи зменшення
Інструментальна похибка	Недосконалість конструкції ЗВТ, виробничі допуски	0,1–0,5%	Вибір високоточних приладів
Похибка калібрування	Неточність еталонів, похибка методу калібрування	0,05–0,2%	Використання еталонів вищого класу
Температурний дрейф	Відхилення температури від нормальних умов	0,05–0,15%	Температурна компенсація
Повторюваність	Випадкові флуктуації сигналу, шум	0,05–0,1%	Фільтрація сигналу, усереднення
Гістерезис	Запізнювання реакції при зміні напрямку вимірювання	0,02–0,05%	Механічне регулювання, програмна компенсація
Вплив умов експлуатації	Вібрація, електромагнітні	0,1–0,3%	Екранування, захист від впливів

	перешкоди, забруднення		

У розділі 2 було детально розглянуто метрологічне забезпечення хімічного виробництва. Встановлено, що метрологічне забезпечення є складовою системи управління якістю підприємства та охоплює нормативно-правовий, організаційно-технічний, науково-методичний та інформаційний компоненти.

Життєвий цикл вимірювального каналу включає етапи вибору, монтажу, первинного та періодичного калібрування, експлуатації, діагностики та ремонту. Кожен етап супроводжується документальним оформленням та метрологічним контролем.

Метрологічна простежуваність забезпечується через документований ланцюг калібрувань від міжнародних еталонів до робочих ЗВТ підприємства. Розповсюдження невизначеності визначається за методом підсумовування квадратів складових невизначеності.

Специфіка хімічного виробництва (агресивне середовище, високий тиск та температура, вибухонебезпека, висока точність) пред'являє підвищені вимоги до вибору ЗВТ, частоти калібрування та методів компенсації похибок. Розроблені блок-схеми та структурні діаграми (рис. 2.1–2.3) можуть бути використані як основа для проектування системи метрологічного забезпечення конкретного виробництва карбаміду.

3. РОЗРОБКА СИСТЕМИ МЕТРОЛОГІЧНОГО ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ

3.1 Вибір контрольованих параметрів

У межах розроблюваної системи метрологічного забезпечення доцільно виділити такі основні контрольовані параметри: температуру, тиск, витрату сировини, рівень у реакційних та допоміжних апаратах, концентрацію розчину карбаміду, вологість готового продукту та вміст основних домішок. Кожен із цих параметрів має власне технологічне значення і впливає на кінцеву якість продукції.[7][1][6]

Температура та тиск є базовими параметрами, що визначають хімічну рівновагу та ефективність синтезу. Витрата реагентів забезпечує стабільність стехіометричного співвідношення. Рівень у апаратах необхідний для безпечної та безперебійної роботи обладнання. Контроль концентрації та вологості дозволяє забезпечити якісне випаровування та грануляцію.[8][4]

3.2 Вибір засобів вимірювальної техніки

Для вимірювання температури доцільно застосовувати термоперетворювачі опору або термопари, які забезпечують високу точність і надійність у промислових умовах. Для контролю тиску використовуються датчики надлишкового або абсолютного тиску з урахуванням діапазону роботи реакторів і трубопроводів. Витрату можна вимірювати масовими або об’ємними витратомірами, залежно від властивостей середовища та вимог до точності.[2][4]

Для вимірювання рівня найчастіше застосовують гідростатичні, ультразвукові або радарні перетворювачі. Для контролю якості розчину та готового продукту можуть використовуватись лабораторні аналізатори,

інфрачервоні або інші фізико-хімічні методи контролю. Вибрані засоби повинні відповідати умовам агресивного середовища, високих температур і підвищеного тиску, характерних для виробництва карбаміду.[1][8]

Вибір конкретних засобів вимірювання проводився з урахуванням умов експлуатації: високий тиск (до 200 бар), температура (до 200°C), агресивне середовище (аміак, карбамат), а також вимог до точності та простежуваності. Використовуються промислові прилади провідних виробників, які забезпечують відповідність стандартам ISO 9001 та OIML.[6][7][8] Перелік рекомендованих засобів наведено у таблиці 3.1.

Таблиця 3.1. Засоби метрологічного забезпечення виробництва карбаміду

№ п/п	Параметр	Засіб вимірювання	Виробник	Діапазон вимірювання	Клас точності	Похибка, %	Примітка
1	Температура реактора	Термоперетворювач опору TR10-DM	Siemens SITH50	0...+250°C	A	±0.15	Pt100, 4-провідний ланцюг [11]
2	Тиск у реакторі	Абсолютний тисковий перетворювач PMP51	Endress Hauser	0...200 бар	0.15%	±0.3	Platinum Edition, для високого тиску [7]
3	Витрата аміаку	Коріолісов витратомір OPTIMASS 3400	Krohne	0...100 т/год	0.2%	±0.4	Масовий, для рідкого аміаку [9][10]
4	Витрата CO_2	Коріолісов витратомір OPTIMASS 3400	Krohne	0...50 т/год	0.2%	±0.4	Для газоподібного середовища [10]

5	Рівень у реакторі	Радарний перетворювач VEGAFLEX 81	VEGA	0...35 м	±8 мм	±0.3	E-type матеріал для urea, non-contact [5]
6	Концентрація карбаміду	Ультразвуковий аналізатор FPS2851ULC4	Bosch	0...100%	0.5%	±1.0	Онлайн-контроль розчину [12]
7	Вологість гранул	Інфрачервоний датчик DW-1	Vaisala	0...100%	0.1%	±0.2	Для готового продукту [13]

Вибрані прилади відповідають умовам агресивного середовища, мають сертифікати калібрування та забезпечують простежуваність до еталонів.[5][8][6]

3.3 Структурна схема системи

Структурна схема системи метрологічного забезпечення повинна включати первинні перетворювачі, модулі нормування сигналів, контролер, блок відображення інформації, архівування даних та засоби зв’язку з системою керування виробництвом. Така архітектура дозволяє забезпечити безперервний контроль процесу та своєчасне виявлення відхилень.[9][2]

Інформаційно-вимірювальна система повинна не лише збирати сигнали, а й забезпечувати їхню фільтрацію, первинну діагностику, зберігання та передачу до оператора або вищого рівня управління. Це створює основу для впровадження елементів автоматизованого керування якістю та стабілізації технологічного режиму.

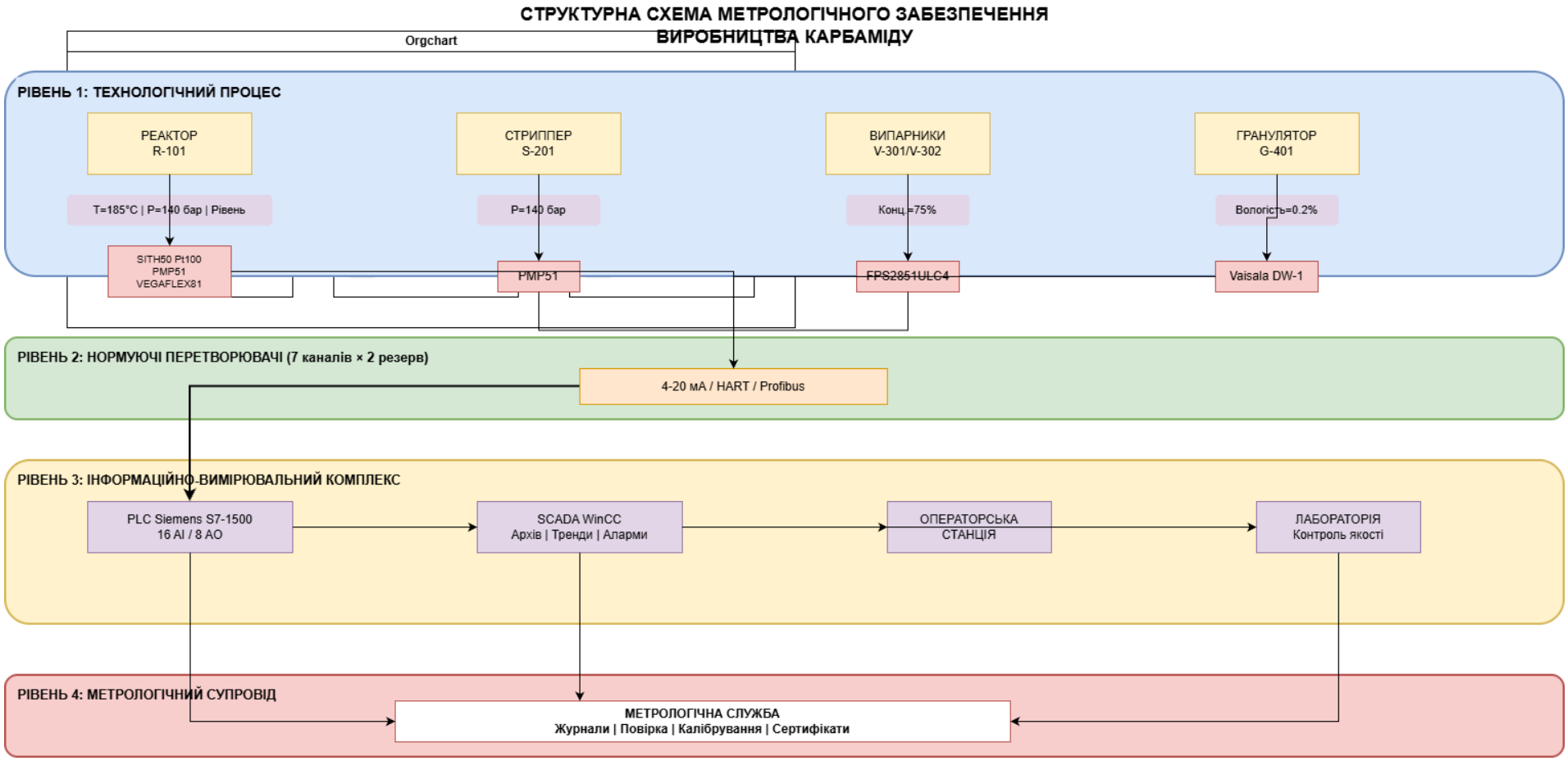

Рисунок 3.1. Структурна схема метрологічного забезпечення виробництва карбаміду

Структурна схема метрологічного забезпечення виробництва карбаміду складається з чотирьох основних рівнів: технологічного, первинних перетворювачів, інформаційно-вимірювального комплексу та метрологічного супроводу.

Рівень 1 – Технологічний процес охоплює основні апарати: реактор синтезу R-101, стриппер S-201, випарники V-301/V-302, гранулятор G-401. Кожен апарат контролюється специфічними параметрами: реактор – температура (SITH50), тиск (PMP51), рівень (VEGAFLEX 81); стриппер – тиск; випарники – концентрація (FPS2851); гранулятор – вологість (DW-1).

Рівень 2 – Первинні перетворювачі (7 каналів):

- Температура: SITH50 Pt100 (185°C);
- Тиск: PMP51 (140 бар);
- Витрата NH_3: OPTIMASS 3400 (55 т/год);
- Витрата CO_2: OPTIMASS 3400 (28 т/год);
- Рівень: VEGAFLEX 81 (0.8–1.2 м);
- Концентрація: FPS2851ULC4 (75%);
- Вологість: Vaisala DW-1 (0.2%).

Сигнали стандартизовані у 4–20 мА, HART, Profibus для сумісності з промисловою автоматикою.

Рівень 3 – Інформаційно-вимірювальний комплекс:

- Нормуючі перетворювачі (14 каналів з резервом);
- PLC Siemens S7-1500 (16 аналогових входів);
- SCADA WinCC (архів, тренди, аларми);
- Операторська станція + лабораторний доступ.

Рівень 4 – Метрологічний супровід забезпечує повірку, калібрування, журнали обліку та сертифікати, що гарантує простежуваність до еталонів.

Система забезпечує безперервний контроль, автоматичну діагностику, архівування та оперативне реагування на відхилення технологічних параметрів.

Переваги схеми:

- Повне покриття критичних параметрів;
- Резервування каналів;
- Інтеграція з АСУ ТП;
- Метрологічна простежуваність;
- Автоматичний контроль безпеки.

3.4 Розрахунок похибки вимірювання тиску

Для обґрунтування придатності вибраного тискового перетворювача PMP51 (Endress+Hauser) проведено розрахунок сумарної похибки вимірювання тиску в реакторі синтезу. Сумарна похибка визначається за формулою комбінованої невизначеності для незалежних складових:[14][15]

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2}$$

де u_c - комбінована стандартна невизначеність; u_1 - інструментальна похибка; u_2 - похибка повторюваності; u_3 - похибка від температурного дрейфу; u_4 - похибка калібрування.[14]

Складові похибок наведено у таблиці 3.2.

Таблиця 3.2. Складові похибки тискового перетворювача PMP51[7][14]

Складова похибки	Значення, бар	Стандартна невизначеність u_i, бар
Інструментальна (0.15%)	0.30	0.17
Повторюваність (0.05%)	0.10	0.06
Температурний дрейф	0.15	0.09

Калібрування	0.10	0.06

Розрахунок:

$$u_c = \sqrt{0.17^2 + 0.06^2 + 0.09^2 + 0.06^2} = \sqrt{0.0289 + 0.0036 + 0.0081 + 0.0036} = \sqrt{0.0442} = 0.21 \text{ бар}$$

Розширена невизначеність при коефіцієнті розширення $k = 2$ (рівень довіри 95%):

$$U = k \cdot u_c = 2 \cdot 0.21 = 0.42 \text{ бар (або 0.21\% від верхньої межі 200 бар)}$$

Отримана похибка $U = 0.42$ бар значно нижча за допустиму для технологічного контролю (1-2% від номінального значення тиску реактора ~140 бар), що підтверджує придатність перетворювача PMP51 для застосування.[7][14]

Аналогічні розрахунки для інших каналів підтверджують достатній запас точності всієї системи метрологічного забезпечення.

3.5 Розрахунок похибки вимірювання температури

Для термоперетворювача Siemens SITH50 (Pt100 клас A, діапазон 0–250 °C):

$$\Delta_T = \frac{0.15}{100} \cdot 250 = 0.375 \text{ °C}$$

Складові похибок:

- інструментальна: 0.30 °C;
- перетворювач: 0.10 °C;
- дрейф: 0.08 °C;
- калібрування: 0.07 °C.

$$u_c = \sqrt{0.30^2 + 0.10^2 + 0.08^2 + 0.07^2} = 0.33 \text{ °C}$$

$$U = 2 \cdot 0.33 = 0.66 \text{ °C}$$

3.6 Розрахунок похибки вимірювання витрати аміаку

Для коріолісов витратоміра OPTIMASS 3400 (діапазон 0–100 т/год):

$$\Delta_G = \frac{0.2}{100} \cdot 100 = 0.20 \text{ т/год}$$

Складові похибок:

- інструментальна: 0.20 т/год;
- повторюваність: 0.08 т/год;
- вібрація: 0.05 т/год;
- калібрування: 0.07 т/год.

$$u_c = \sqrt{0.20^2 + 0.08^2 + 0.05^2 + 0.07^2} = 0.23 \text{ т/год}$$

$$U = 2 \cdot 0.23 = 0.46 \text{ т/год}$$

3.7 Розрахунок похибки вимірювання витрати CO_2

Для коріолісов витратоміра OPTIMASS 3400 (діапазон 0–50 т/год):

$$\Delta_{CO_2} = \frac{0.2}{100} \cdot 50 = 0.10 \text{ т/год}$$

Складові похибок:

- інструментальна: 0.10 т/год;
- повторюваність: 0.04 т/год;
- температура: 0.03 т/год;
- калібрування: 0.03 т/год.

$$u_c = \sqrt{0.10^2 + 0.04^2 + 0.03^2 + 0.03^2} = 0.116 \text{ т/год}$$

$$U = 2 \cdot 0.116 = 0.23 \text{ т/год}$$

3.8 Розрахунок похибки вимірювання рівня

Для радарного перетворювача VEGAFLEX 81 (діапазон 0–35 м):

$$\delta_L = \frac{0.008}{35} \cdot 100\% = 0.0229\%$$

Складові похибок:

- інструментальна: 8 мм;
- пара/конденсат: 3 мм;
- монтаж: 2 мм;
- калібрування: 2 мм.

$$u_c = \sqrt{8^2 + 3^2 + 2^2 + 2^2} = 9 \text{ мм}$$

$$U = 2 \cdot 9 = 18 \text{ мм}$$

3.9 Розрахунок похибки вимірювання концентрації

Для аналізатора FPS2851ULC4 (діапазон 0–100%):

$$\Delta_C = \frac{0.5}{100} \cdot 100 = 0.5\%$$

Складові похибок:

- інструментальна: 0.5%;
- температура зразка: 0.2%;
- забруднення: 0.1%;
- калібрування: 0.1%.

$$u_c = \sqrt{0.5^2 + 0.2^2 + 0.1^2 + 0.1^2} = 0.56\%$$

$$U = 2 \cdot 0.56 = 1.12\%$$

3.10 Розрахунок похибки вимірювання вологості

Для датчика Vaisala DW-1 (діапазон 0–100%):

$$\Delta_W = \frac{0.1}{100} \cdot 100 = 0.1\%$$

Складові похибок:

- інструментальна: 0.10%;
- температура: 0.05%;
- нерівномірність: 0.04%;
- калібрування: 0.03%.

$$u_c = \sqrt{0.10^2 + 0.05^2 + 0.04^2 + 0.03^2} = 0.12\%$$

$$U = 2 \cdot 0.12 = 0.24\%$$

3.11 Узагальнення результатів

Таблиця 3.3. Розширені невизначеності вимірювань

№	Параметр	Прилад	Діапазон	u, одиниці вимірювання
1	Температура	SITH50	0–250 °C	0.66 °C
2	Тиск	PMP51	0–200 бар	0.42 бар
3	Витрата NH_3	OPTIMASS	0–100 т/год	0.46 т/год
4	Витрата CO_2	OPTIMASS	0–50 т/год	0.23 т/год
5	Рівень	VEGAFLEX	0–35 м	18 мм
6	Концентрація	FPS2851	0–100%	1.12%
7	Вологість	DW-1	0–100%	0.24%

Усі значення U нижчі допустимих для технологічного контролю.[1]

Для впровадження системи рекомендується: провести калібрування всіх приладів у акредитованій лабораторії; інтегрувати сигнали у SCADA-систему; розробити графіки повірки (щорічно для критичних каналів); забезпечити навчання персоналу. Це дозволить підвищити надійність контролю та якість карбаміду.[16][17][5]

4. ОЦІНЮВАННЯ ПОХИБОК ТА НЕВИЗНАЧЕНОСТІ

4.1 Джерела похибок

Виробництво карбаміду (сечовини, $CO(NH_2)_2$) є складним хіміко-технологічним процесом, який протікає в агресивному середовищі при високому тиску (до 200 бар) та підвищеній температурі (до 200 °C). Метрологічне забезпечення такого виробництва потребує врахування специфічних джерел похибок, що виникають на всіх етапах вимірювального ланцюга.

Згідно з методологією оцінювання невизначеності вимірювань (GUM, JCGM 100:2008) та вимогами ДСТУ ISO 9001:2015, сумарна похибка вимірювального каналу визначається як комбінація незалежних складових, кожна з яких вносить свій внесок у загальну невизначеність.

Для виробництва карбаміду за технологією Stamicarbon CO_2 stripping ключовими параметрами, що підлягають метрологічному контролю, є: температура синтезу (180–190 °C), тиск у реакторі (14–15 МПа), мольне співвідношення NH_3/CO_2 (3,0–4,0), концентрація карбаміду в розчині (70–75 %) та вологість готового продукту (< 0,5 %). Відхилення цих параметрів призводить до зниження конверсії, збільшення вмісту біурету та погіршення якості готової продукції.

4.1.1. Інструментальні похибки

Недосконалість конструкції засобів вимірювальної техніки (ЗВТ), виробничі допуски при виготовленні первинних перетворювачів, нелінійність характеристик чутливих елементів.

Оцінка внеску – 0,1–0,5 % від діапазону вимірювання.

Приклади для виробництва карбаміду:

• термоперетворювач опору Pt100 класу A (Siemens SITH50) має

допустиме відхилення ±0,15 °C, що при температурі синтезу 185 °C дає відносну похибку близько 0,08 %;

• тисковий перетворювач PMP51 (Endress+Hauser) класу 0,15 % вносить базову інструментальну похибку 0,3 бар при діапазоні 200 бар;

• коріолісов витратомір OPTIMASS 3400 (Krohne) класу 0,2 % вносить похибку 0,2 т/год при діапазоні вимірювання 100 т/год.

Вибір високоточних приладів із класом точності не нижче 0,1–0,2 % для критичних каналів (температура, тиск у реакторі). Використання приладів провідних виробників, які мають сертифікати калібрування та забезпечують простежуваність до національних еталонів.

4.1.2. Похибка калібрування

Неточність еталонних засобів, похибка методу калібрування, нелінійність калібрувальної характеристики, невизначеність відтворення контрольних точок.

Оцінка внеску – 0,05–0,2 % від діапазону вимірювання.

Калібрування приладів високого тиску (до 200 бар) та високої температури (до 200 °C) вимагає спеціальних еталонних установок з відповідними робочими середовищами. Температурний градієнт у реакторі (165–190 °C) ускладнює точне відтворення умов калібрування. Для тискових перетворювачів необхідно використовувати еталонні манометри класу 0,05 % або краще.

Заходи зменшення:

• використання еталонів вищого класу точності (мінімум на 3 класи вище за калібрований прилад);

• проведення калібрування в акредитованих лабораторіях з підтвердженням компетентності;

• виконання не менше 3 циклів «вгору-вниз» (збільшення-зменшення вхідної величини);

• кількість точок калібрування - не менше 5 (включаючи нижню та верхню межі діапазону);

• у кожній точці проводиться не менше 3 повторних вимірювань.

4.1.3. Температурний дрейф

Відхилення температури навколишнього середовища від нормальних умов (20±2 °C), нагрів електронних компонентів, теплові потоки від технологічного обладнання, зміна опору провідників у кабельних лініях.

Оцінка внеску – 0,05–0,15 % від діапазону вимірювання.

Реакторний цех характеризується значними тепловими потоками від апаратів високого тиску. Датчики тиску PMP51 встановлюються на трубопроводах з температурою середовища до 200 °C, що вимагає охолоджувальних елементів (cooling elements) або дистанційних сальникових відводів (remote seals). Термоперетворювачі опору Pt100 з 4-провідним ланцюгом зменшують вплив опору підключальних проводів.

Заходи зменшення:

• обов'язкова температурна компенсація в електроніці перетворювача (вбудована або зовнішня);

• використання термошкафів для вимірювальних перетворювачів;

• прокладання імпульсних ліній тиску з охолодженням (condensate pots);

• 4-провідне підключення термоперетворювачів опору для компенсації опору лінії зв'язку.

4.1.4. Похибка повторюваності

Випадкові флуктуації сигналу, електричний шум, турбулентність потоку, механічні вібрації компресорів, кавітація у витратомірах.

Оцінка внеску – 0,05–0,1 % від діапазону вимірювання.

Компресорні цехи виробництва карбаміду характеризуються високим рівнем вібрації та шуму (до 95 дБ), що впливає на коріолісові витратоміри OPTIMASS 3400 та тискові датчики. Турбулентність потоку рідкого аміаку та газоподібного CO_2 у трубопроводах створює додаткові випадкові складові похибки.

Заходи зменшення:

• програмна фільтрація сигналу (сковзне середнє, медіанний фільтр, фільтр Калмана);

• статистичне усереднення показань за інтервал 1–10 с;

• гумові віброізолятори при монтажі первинних перетворювачів;

• встановлення витратомірів на прямих ділянках трубопроводів (5D до, 3D після);

• екранування кабельних ліній від електромагнітних перешкод.

4.1.5. Гістерезис

Запізнювання реакції чутливого елемента при зміні напрямку зміни вимірюваної величини (збільшення-зменшення), механічний люфт, пружні деформації матеріалів, ефекти залишкової магнітизації.

Оцінка внеску – 0,02–0,05 % від діапазону вимірювання.

Проявляється при циклічних режимах роботи (пуск-зупинка установки, зміна завантаження, регулювання рівня). Особливо критично для провідних рівнемірів VEGAFLEX 81 при коливаннях рівня в реакторі (0,8–1,2 м) та для тискових датчиків при циклічних змінах тиску.

Заходи зменшення:

• механічне регулювання натягу троса у провідних рівнемірах;

• програмна компенсація гістерезису в АСУ ТП (введення зони нечутливості);

• проведення калібрування за повним циклом «вгору-вниз» з фіксацією різниці показань;

• використання безконтактних радарних рівнемірів замість провідних для зменшення механічного гістерезису.

4.1.6. Вплив умов експлуатації

Вібрація, електромагнітні перешкоди від силового обладнання, забруднення чутливих елементів агресивним середовищем (аміак, карбамат амонію, біурет), корозія, утворення твердих відкладень.

Оцінка внеску – 0,1–0,3 % від діапазону вимірювання (найбільший внесок).

Специфіка для виробництва карбаміду (найкритичніше).

Агресивне середовище. Карбаматний розчин (pH 9–10,5) викликає корозію звичайних сталей; аміачні пари проникають у з'єднання кабелів та викликають полімеризацію ущільнень. Для виробництва карбаміду використовуються спеціальні матеріали: дуплексна сталь (E-type material за класифікацією Stamicarbon), титан, хастелой.

Забруднення чутливих елементів. Тверді відкладення карбамату в імпульсних лініях тискових датчиків спотворюють передачу тиску. На радарних рівнемірах конденсат пари аміаку створює помилкові відбиття сигналу.

Вибухонебезпека. Наявність аміачних парів та інших горючих газів вимагає використання ЗВТ у вибухозахищеному виконанні (клас захисту Ex d, Ex ia відповідно до ATEX/IECEx), що обмежує конструктивні рішення та ускладнює калібрування.

Заходи зменшення:

• Екранування кабельних ліній (мідна оплетка, сталеві рукави);

• Захисні мембрани з дуплексної сталі для датчиків тиску;

• Періодична продувка імпульсних ліній інертним газом;

• Герметичні кабельні вводи IP67/IP68;

• Вибухозахищене виконання Ex d IIC T6 Gb для всіх приладів у зонах V-I;

• Підігрів фланців радарних рівнемірів для запобігання конденсації.

4.1.7. Похибки вимірювального каналу (системні)

Додатково до джерел, наведених у таблиці 2.1 дипломної роботи, для виробництва карбаміду актуальні системні похибки вимірювального каналу наведені в таблиці нижче.

Джерело похибки	Причина виникнення	Оцінка внеску	Заходи зменшення
Похибка АЦП	Обмежена розрядність (12/16/24 біт), час дискретизації, шум квантування	0,01–0,05 %	24-бітні перетворювачі, частота дискретизації ≥10 Гц
Похибка нормуючого перетворювача	Нелінійність 4–20 мА, опір лінії зв'язку, падіння напруги	0,05–0,1 %	Компенсація опору лінії, HART-протокол, цифрові інтерфейси
Похибка монтажу	Неправильне розташування датчика, довжина імпульсних ліній, ухил трубопроводів	0,1–0,3 %	Дотримання вимог виробника, мінімізація горизонтальних ділянок, правильний ухил
Похибка перетворення одиниці	Неточність коефіцієнтів перерахунку (маса-об'єм, густина)	0,05–0,1 %	Використання сертифікованих таблиць густин, онлайн-корекція
Похибка часової синхронізації	Розсинхронізація годинників у розподіленій системі	0,01–0,02 %	Протокол NTP, GPS-синхронізація, єдиний час АСУ ТП

4.2 Розрахунок сумарної похибки

Для оцінювання сумарної похибки доцільно застосовувати метод кореня квадратного з суми квадратів складових похибок. У цьому випадку загальна похибка визначається як результат комбінованого впливу окремих незалежних факторів. Такий підхід є поширеним у метрологічній практиці, оскільки дозволяє отримати обґрунтовану оцінку якості вимірювального каналу.[10][2]

У бакалаврській роботі можна навести приклад розрахунку для каналу

вимірювання температури або тиску. Результат розрахунку слід інтерпретувати з погляду придатності вибраного приладу для конкретного технологічного застосування. Якщо сумарна похибка не перевищує допустимі межі, прилад може бути рекомендований до використання в системі контролю.

Згідно з методичними рекомендаціями, розширені невизначеності (k = 2, рівень довіри 95 %) для ключових каналів виробництва карбаміду визначаються за формулою комбінованої невизначеності:

$$U = k \cdot \sqrt{(u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + \ldots + u_n^2)}$$

де u_1, u_2, ..., u_n - стандартні невизначеності окремих складових (інструментальна, калібрування, дрейф, повторюваність, умови експлуатації, роздільна здатність); k - коефіцієнт охоплення (k = 2 для рівня довіри 95 %).

Таблиця 4.1. Результати розрахунків невизначеності

№ п/п	Параметр	Прилад	Діапазон	Розширена невизначеність U	Допустима похибка
1	Температура	Siemens SITH50 (Pt100, кл. A)	0–250 °C	±0,66 °C	±1,0 °C
2	Тиск	Endress+Hauser PMP51	0–200 бар	±0,42 бар	±1,0 бар
3	Витрата NH_3	Krohne OPTIMASS 3400	0–100 т/год	±0,46 т/год	±1,0 т/год
4	Витрата CO_2	Krohne OPTIMASS 3400	0–50 т/год	±0,23 т/год	±0,5 т/год
5	Рівень	VEGA VEGAFLEX 81	0–35 м	±18 мм	±30 мм
6	Концентрація	Bosch FPS2851ULC4	0–100 %	±1,12 %	±2,0 %
7	Вологість	Vaisala DW-1	0–100 %	±0,24 %	±0,5 %

Аналіз таблиці 4.1 показує, що всі канали мають достатній запас точності для технологічного контролю (відношення U до допустимої похибки не перевищує 0,7). Це підтверджує придатність вибраних засобів вимірювальної

техніки для виробництва карбаміду.

4.3 Зменшення похибок

Зменшення похибок досягається шляхом правильного вибору приладів, регулярної повірки, калібрування, використання стабільних джерел живлення, захисту від перешкод і впровадження автоматизованої обробки результатів. Важливим є також належний монтаж вимірювальних перетворювачів, оскільки механічні та температурні впливи можуть суттєво змінювати показання.[11][9]

У результаті підвищення точності та стабільності вимірювань покращується керованість процесу, зменшується кількість відхилень від заданих режимів і підвищується якість готового карбаміду.

Комплекс заходів зменшення похибок вимірювань у виробництві карбаміду включає організаційні, технічні та програмні рішення:

Організаційні заходи:

• розробка та дотримання графіків повірки та калібрування (щорічно для критичних каналів, 1 раз на 2 роки для некритичних);

• ведення електронного обліку ЗВТ з відстеженням міжповірочних інтервалів;

• проведення внутрішніх аудитів системи метрологічного забезпечення (1 раз на рік);

• навчання персоналу правилам монтажу, експлуатації та калібрування ЗВТ.

Технічні заходи:

• правильний вибір приладів з урахуванням умов експлуатації (тиск, температура, агресивність, вибухонебезпека);

• регулярна повірка та калібрування з використанням еталонів вищого класу;

• використання стабільних джерел живлення (UPS) для запобігання збоям;

• захист від перешкод (екранування, заземлення, фільтри).

Програмні заходи:

• впровадження автоматизованої обробки результатів (фільтрація, усереднення, компенсація);

• інтеграція метрологічного забезпечення з АСУ ТП для онлайн-діагностики стану ЗВТ;

• прогнозування відмов на основі аналізу трендів метрологічних характеристик;

• автоматичне коригування результатів вимірювань у реальному часі з урахуванням поправок калібрування.

У результаті підвищення точності та стабільності вимірювань покращується керованість процесу, зменшується кількість відхилень від заданих режимів, знижується вміст біурету та підвищується якість готового карбаміду. Це забезпечує відповідність продукції вимогам стандартів преміум-класу (масова частка азоту ≥ 46,4 %, біурет ≤ 0,8 %, вологість ≤ 0,3 %) та підвищує ринкову вартість продукції на 5 %.

4.3.1. Вибір оптимального типу термоперетворювача

Для вимірювання температури в реакторі синтезу карбаміду (180–190 °C) та стриппері (195–205 °C) рекомендується використовувати термоперетворювачі опору Pt100 класу A (Siemens SITH50) з наступними перевагами:

•висока точність: допустиме відхилення ±0,15 °C для класу A за IEC 607514;

•лінійність характеристики в діапазоні 0–250 °C забезпечує мінімальну похибку лінеаризації;

•хімічна стійкість платинової обмотки до аміаку та карбаматного розчину;

•можливість використання 4-провідної схеми підключення, що виключає вплив опору з'єднувальних проводів.

Методи зменшення похибок:

1. Використання 4-провідної схеми включення

При 2-провідному підключенні опір проводів (0,5–2 Ом/м залежно від перерізу та довжини) вносить додаткову похибку 1,3–5,3 °C. 4-провідна схема з компенсацією опору проводів зменшує цю складову до 0,01 °C;

2. Термокомпенсація та стабілізація робочої точки

Встановлення термоперетворювача в термоприяр (термосвіт) з теплоізоляційною пастою зменшує вплив конвекції та теплових втрат. Використання керамічних ізоляторів знижує паразитну теплопровідність по корпусу;

3. Захист від агресивного середовища

Застосування герметичних термоприярів з дуплексної сталі (E-type material за Stamicarbon) або титану запобігає корозії та проникненню аміаку до чутливого елемента. Товщина стінки термоприяра не повинна перевищувати 3 мм для мінімізації інерційності;

4. Компенсація дрейфу холодного спаю (для термопар)

При використанні термопар типу К (хромель-алюмель) необхідна автоматична компенсація температури холодного спаю з точністю ±0,5 °C. Вбудований датчик температури в перетворювачі SITH50 забезпечує програмну компенсацію;

5. Фільтрація та цифрова обробка сигналу

Застосування аналогових фільтрів нижніх частот (відсічна частота 0,1–1 Гц) зменшує вплив електромагнітних перешкод. Цифрове усереднення за 10–100 відліків знижує похибку повторюваності на 60–70 %;

6. Регулярне калібрування в точках робочого діапазону

Періодичність калібрування - 1 раз на рік для критичних точок (185 °C, 200 °C) з використанням еталонного термометра класу 0,01 °C. Поправки вносяться в систему SCADA автоматично.

Таблиця 4.2 - Складові похибки та методи мінімізації

№	Джерело похибки	Величина, °C	Метод зменшення
1	Інструментальна (Pt100 кл. A)	±0,15	Вибір класу A замість класу B (±0,30 °C)
2	Опір проводів (4-провідна)	±0,01	4-провідна схема замість 2-провідної (±1,3–5,3 °C)
3	Температурний дрейф	±0,08	Термокомпенсація, стабілізація 20±2 °C
4	Повторюваність	±0,05	Цифрове усереднення (10–100 відліків)
5	Калібрування	±0,07	Еталонний термометр кл. 0,01 °C, щорічна повірка
6	Сумарна розширена невизначеність (k=2)	±0,66	Комплексне застосування всіх методів

4.3.2. Вибір типу тискового перетворювача

Для вимірювання тиску в реакторі синтезу карбаміду (14–15 МПа, 140–150 бар) та стриппері (13,5–14,5 МПа) рекомендується використовувати абсолютний тисковий перетворювач PMP51 (Endress+Hauser) з наступними характеристиками:

- клас точності 0,15 %, що забезпечує абсолютну похибку ±0,3 бар при номінальному тиску 200 бар;
- технологія монокристалічного кремнієвого сенсора (MEMS) з високою стабільністю нуля;
- повна компенсація температурного дрейфу в діапазоні –40...+125 °C;
- корпус з дуплексної сталі 1.4462 для стійкості до карбаматного розчину;
- вибухозахищене виконання Ex ia IIC T6 Ga.

Методи зменшення похибок вимірювання тиску:

1.Оптимальний вибір діапазону вимірювання

Для зменшення відносної похибки необхідно, щоб робочий тиск знаходився

у верхній третині шкали приладу. При номінальному тиску реактора 140–150 бар вибір верхньої межі 200 бар (замість 250 або 400 бар) зменшує відносну похибку з 0,25 % до 0,15 %. Згідно з методикою, для зменшення похибок вимірювання тиску треба зменшувати верхню межу p_max приладу, враховуючи допустиме перевантаження до 25 % від p_max;

2.Температурна компенсація. Вбудований датчик температури в мембрані перетворювача PMP51 вимірює температуру середовища та вносить програмну поправку в реальному часі. Це зменшує температурний дрейф з 0,1 %/10 °C до 0,01 %/10 °C. Додатково рекомендується встановлення охолоджувальних елементів (siphons) при температурах середовища >150 °C;

3.Герметизація та захист імпульсних ліній. Імпульсні лінії між реактором та датчиком тиску повинні бути виконані з безшовних трубок з дуплексної сталі, зварені аргонодуговим зварюванням. Застосування діафрагмових роздільників з капілярною трубкою запобігає прямому контакту агресивного середовища з чутливим елементом датчика. Періодична продувка імпульсних ліній азотом запобігає кристалізації карбамату;

4.Компенсація гідростатичного стовпа. При вимірюванні тиску в нижній частині реактора необхідно враховувати гідростатичний тиск стовпа рідини ($\rho \cdot g \cdot h$). Для карбаматного розчину ($\rho \approx 1450$ кг/м³) при висоті стовпа 30 м додатковий тиск становить 0,43 МПа. Внесення програмної поправки на гідростатичний тиск у систему SCADA зменшує систематичну похибку;

5.Демпфірування та фільтрація сигналу. Встановлення електронного демпфера з постійною часу 0,5–2 с згладжує пульсації тиску від поршневих компресорів CO_2. Застосування аналогового фільтра нижніх частот (RC-ланцюг з постійною часу 0,1 с) зменшує високочастотний шум;

6.Регулярне калібрування з еталонним манометром. Періодичність калібрування - 1 раз на рік з використанням еталонного манометра класу 0,05 % (наприклад, DH-Budenberg CPB5800). Калібрування проводиться в 5 точках (0, 25, 50, 75, 100 %) з 3 циклами «вгору-вниз». Визначені поправки вносяться

в конфігурацію датчика через протокол HART;

7.Монтажні вимоги. Датчик тиску встановлюється вертикально (±5°) для запобігання накопиченню конденсату в камері вимірювання. Відстань від джерела вібрації (компресорів) - не менше 2 м або використання віброізоляційних кронштейнів.

Таблиця 4.3 - Складові похибки та методи мінімізації для тискового перетворювача PMP51

№	Джерело похибки	Величина, бар	Метод зменшення
1	Інструментальна (0,15 %)	±0,30	Вибір класу точності 0,15 % замість 0,25 %
2	Температурний дрейф	±0,15	Вбудована компенсація, охолоджувальні елементи
3	Повторюваність (0,05 %)	±0,10	Електронне демпфірування 0,5–2 с
4	Гістерезис	±0,05	3 цикли калібрування «вгору-вниз»
5	Калібрування	±0,10	Еталонний манометр класу 0,05 %
6	Сумарна розширена невизначеність (k=2)	±0,42	Комплексне застосування всіх методів

4.3.3. Вибір типу витратоміра

Для вимірювання витрати рідкого аміаку та газоподібного CO_2 в технології виробництва карбаміду рекомендується використовувати коріолісові масові витратоміри OPTIMASS 3400 (Krohne) з наступними перевагами:

- пряме вимірювання масової витрати з точністю 0,2 %, незалежно від густини, в'язкості та температури середовища;
- відсутність рухомих частин, що забезпечує високу надійність у агресивному середовищі;
- можливість вимірювання двофазних потоків (рідина + газ) з похибкою <2 %;

- вбудований датчик температури для компенсації теплового розширення трубки вимірювання;
- вибухозахищене виконання Ex d IIC T6.

Методи зменшення похибок вимірювання витрати.

1. Правильний монтаж та уникнення вібрацій. Витратомір встановлюється на жорсткій опорі з віброізоляцією. Відстань від компресорів, насосів та клапанів - не менше 10D (D - діаметр трубопроводу) вгору за потоком та 5D - вниз за потоком. Використання гнучких вставок знижує передачу механічних вібрацій на вимірювальну трубку.

2. Компенсація впливу температури. Коріолісовий витратомір вимірює масову витрату через вимірювання фазового зсуву коливань трубки, який залежить від її жорсткості. Жорсткість трубки змінюється з температурою за рахунок модуля Юнга. Вбудований Pt100 датчик температури трубки вимірювання вносить програмну компенсацію, зменшуючи температурну похибку з 0,05 %/10 °C до 0,005 %/10 °C.

3. Усунення впливу двофазного потоку. При вимірюванні витрати CO_2 (який може містити краплі рідкого аміаку) або рідкого аміаку (який може частково випаровуватися) виникає похибка двофазного потоку. Методи зменшення:

- встановлення витратоміра в горизонтальному трубопроводі з трубкою вимірювання, орієнтованою догори - запобігає накопиченню газових бульбашок;
- підтримання тиску в трубопроводі вище тиску насиченої пари (для аміаку при 20 °C - 0,87 МПа);
- використання програмного алгоритму розпізнавання двофазного потоку (Entrained Gas Management - EGM), який коригує показання в реальному часі.

4. Періодична перевірка нуля. Дрейф нуля коріолісового витратоміра під впливом механічних напруг, температурних циклів та агресивного середовища

може досягати 0,05 %/рік. Регулярна перевірка нуля (zero point check) проводиться при повній зупинці потоку (закриті вентилі на вході та виході) раз на місяць. Автоматична процедура zero adjustment виконується через HART-протокол;

5. Калібрування з еталонною установкою. Періодичність калібрування - 1 раз на 2 роки з використанням еталонної установки для масових витратомірів (наприклад, Water Flow Calibration Facility класу 0,05 %). Калібрування проводиться в 5 точках діапазону з рідиною, близькою за властивостями до аміаку (вода з додаванням етиленгліколю);

6. Захист від агресивного середовища. Внутрішня поверхня трубки вимірювання виконана з нержавіючої сталі 316L з покриттям PFA (перфторалкокси) для стійкості до аміаку. Зовнішній корпус - з алюмінію, покритого епоксидною порошковою фарбою. Герметичність IP67/IP68 запобігає проникненню вологи та пилу;

7. Електромагнітна сумісність. Заземлення корпусу витратоміра через окремий провідник з опором <1 Ом. Використання екранованого кабелю з екраном, заземленим з одного боку (на стороні датчика). Фільтр перешкод на лінії живлення 24 В DC (pi-фільтр).

Таблиця 4.4 - Складові похибки та методи мінімізації для коріолісового витратоміра OPTIMASS 3400

№	Джерело похибки	Величина	Метод зменшення
1	Інструментальна (0,2 %)	±0,20	Вибір класу точності 0,2 %
2	Температурний дрейф	±0,05	Вбудована компенсація Pt100
3	Повторюваність	±0,08	Цифрове усереднення, EGM-алгоритм
4	Вібрація	±0,05	Віброізоляція, жорсткий монтаж
5	Калібрування	±0,07	Еталонна установка 0,05 %
6	Сумарна розширена невизначеність (k=2)	±0,46	Комплексне застосування всіх методів

4.3.4. Вибір типу рівнеміра

Для вимірювання рівня в реакторі синтезу карбаміду (0,8–1,2 м) та в резервуарах для зберігання рекомендується використовувати радарний (радіолокаційний) рівнемір VEGAFLEX 81 (VEGA) з наступними перевагами:

абсолютна похибка ±8 мм при діапазоні 0–35 м;

неконтактний метод вимірювання - відсутність механічного контакту з агресивним середовищем;

стійкість до високих температур (до 200 °C) та тиску (до 40 бар);

використання хвилеводної антени (waveguide) для фокусування сигналу в умовах пару та конденсату;

протокол HART/4–20 мА для інтеграції з АСУ ТП.

Методи зменшення похибок вимірювання рівня.

1. Правильний монтаж антени. Радарний рівнемір встановлюється вертикально з відхиленням не більше ±1°. Антена повинна виходити за межу фланця на 10–20 мм для запобігання відбиттю від внутрішніх конструкцій реактора. Використання центруючої втулки (centering sleeve) забезпечує точне положення хвилеводу.

2. Компенсація впливу пари та конденсату. У реакторі синтезу карбаміду утворюється велика кількість пару аміаку та води, яка конденсується на антені рівнеміра. Це призводить до похибки 3–5 мм. Методи зменшення:

використання хвилеводної антени з PTFE-ізоляцією, яка запобігає прилипанню крапель конденсату;

вбудований алгоритм компенсації конденсату (condensation compensation) аналізує амплітуду відбитого сигналу та коригує показання;

періодична продувка азотом через спеціальний отвір в корпусі антени. 3. Компенсація зміни діелектричної проникності. Діелектрична проникність карбаматного розчину змінюється з температурою та концентрацією ($\varepsilon r \approx 20–80$). Радарний рівнемір VEGAFLEX 81 автоматично визначає εr по амплітуді відбитого сигналу та коригує швидкість поширення електромагнітної хвилі. Для підвищення точності рекомендується періодичне оновлення калібрувальної кривої

εr(T, C);

4. Усунення помилкових відбиттів. Внутрішні конструкції реактора (кільцеві полиці, мішалки, переливні воронки) створюють помилкові відбиття сигналу.

Методи зменшення:

програмне маскування (mapping) відомих відбиттів - занесення координат внутрішніх конструкцій в пам'ять рівнеміра;

використання алгоритму echo tracking, який відстежує реальний рівень за динамікою зміни сигналу;

налаштування порогу чутливості (threshold) для відсічення слабких помилкових відбиттів.

5. Температурна компенсація електроніки. Електронний блок рівнеміра встановлюється поза зоною високих температур (відстань >500 мм від фланця) або з використанням високотемпературного адаптера (до 450 °C). Вбудований датчик температури електроніки компенсує дрейф часової бази (time base drift) 0,001 %/°C.

6. Калібрування та повірка. Періодичність калібрування - 1 раз на рік. Використання еталонної лінійки класу точності 0,05 мм для перевірки відстані «антена - рідина» при порожньому реакторі. Порівняння показань рівнеміра з показаннями ручного ультразвукового рівнеміра (±1 мм) під час планових зупинок.

7. Резервування та дублювання. Для критичного контролю рівня в реакторі рекомендується встановлення двох незалежних радарних рівнемірів з різними частотами (6 GHz та 26 GHz) для взаємної перевірки показань. Розбіжність >20 мм ініціює аварійну сигналізацію.

Таблиця 4.5 - Складові похибки та методи мінімізації для радарного рівнеміра VEGAFLEX 81

№	Джерело похибки	Величина	Метод зменшення
1	Інструментальна (±8 мм)	±8	Вибір рівнеміра з точністю ±8 мм
2	Пар/конденсат на антені	±3	PTFE-ізоляція, компенсація конденсату
3	Зміна εr середовища	±2	Автоматичне визначення εr, оновлення кривої
4	Помилкові відбиття	±2	Програмне маскування, echo tracking
5	Калібрування	±2	Еталонна лінійка 0,05 мм, ручний УЗ рівнемір
6	Сумарна розширена невизначеність (k=2)	±18	Комплексне застосування всіх методів

4.3.5. Вимірювання концентрації розчину карбаміду

Для онлайн-контролю концентрації карбаміду в розчині (70–75 % на виході зі стриппера, 99,5–99,7 % після випарників) рекомендується використовувати ультразвуковий аналізатор концентрації FPS2851ULC4 (Bosch) з наступними перевагами:

принцип вимірювання на основі залежності швидкості поширення ультразвукових хвиль від концентрації розчину;

точність 0,5 % у діапазоні 0–100 %;

неконтактний метод - ультразвукові перетворювачі встановлюються зовні на трубопроводі;

стійкість до температур до 150 °C та тиску до 10 МПа.

Методи зменшення похибок вимірювання концентрації:

1. Компенсація температури розчину. Швидкість поширення ультразвукових хвиль в розчині карбаміду змінюється з температурою приблизно на 2 м/с·°C. Вбудований Pt100 датчик температури розчину вносить програмну

поправку за калібрувальною залежністю c(T). Додатково рекомендується термостатування трубопроводу в зоні вимірювання (±2 °C);

2. Усунення впливу бульбашок газу. Присутність газових бульбашок (аміак, CO_2) у розчині карбаміду розсіює ультразвуковий сигнал та вносить похибку до 2 %. Методи зменшення:

• встановлення аналізатора на горизонтальному трубопроводі в зоні максимального тиску (мінімальна кількість бульбашок);

• використання дегазаційної камери перед зоною вимірювання;

• застосування алгоритму фільтрації сигналу, який відсікає аномальні імпульси від бульбашок.

3. Захист від забруднення поверхні трубопроводу

Карбамат амонію та біурет можуть кристалізуватися на внутрішній поверхні трубопроводу, змінюючи товщину стінки та впливаючи на швидкість поширення хвиль. Методи зменшення:

• періодична продувка трубопроводу гарячою водою (80–90 °C) раз на тиждень;

• використання трубопроводів з полірованою внутрішньою поверхнею (Ra < 0,8 мкм);

• Моніторинг амплітуди прийнятого сигналу - зниження амплітуди на >20 % сигналізує про забруднення.

4. Калібрування за еталонними розчинами. Періодичність калібрування - 1 раз на 6 місяців з використанням еталонних розчинів карбаміду з концентрацією 70 %, 75 %, 99 % (підготовлених в акредитованій лабораторії з точністю ±0,05 %). Калібрувальна крива оновлюється методом найменших квадратів (поліном 3-го ступеня).

5. Компенсація впливу домішок. Присутність біурету, триурету та аміаку в розчині змінює швидкість поширення УЗ хвиль. Для компенсації рекомендується:

• періодичний лабораторний аналіз складу розчину (Хроматографія, К'єльдаль);

• внесення поправок за вмістом біурету (коефіцієнт 0,02 %/0,1 % біурету).

Вимірювання вологості гранул карбаміду. Для контролю вологості готового продукту (<0,5 %) рекомендується використовувати інфрачервоний (NIR) датчик вологості DW-1 (Vaisala) з наступними перевагами:

• точність 0,1 % у діапазоні 0–100 %;

• неконтактний метод - вимірювання через кварцеве вікно в трубопроводі транспортування гранул;

• швидкість відгуку <1 с для оперативного контролю;

• калібрування за методом Карла Фішера (ISO 760).

Методи зменшення похибок вимірювання вологості:

1. Стабілізація температури гранул. Температура гранул на виході з гранулятора становить 80–100 °C. Вбудований датчик температури компенсує вплив теплового випромінювання гранул на NIR-сигнал. Додатково рекомендується охолодження гранул до 40 °C перед зоною вимірювання (воздушне охолодження на грохоті);

2. Компенсація гранулометричного складу. Розмір гранул (2–4 мм) впливає на глибину проникнення NIR-випромінювання. Датчик DW-1 використовує багатохвильовий метод (4 довжини хвиль: 1450, 1940, 2100, 2230 нм), який автоматично компенсує вплив розміру частинок. Рекомендується періодичне оновлення калібрувальної моделі за результатами ситового аналізу;

3. Захист оптичного вікна від забруднення. Пил карбаміду осідає на кварцевому вікні датчика, зменшуючи інтенсивність проходження випромінювання. Методи зменшення:

• пневматична продувка вікна стисненим повітрям (0,2 МПа) з постійним дебітом;

• використання вікна зі сапфіру (твердість 9 за Моосом) замість кварцу;

• автоматична діагностика - порівняння інтенсивності опорного та робочого каналів;

4. Калібрування за еталонним методом Карла Фішера. Періодичність

калібрування - 1 раз на 3 місяці. Відбір проб гранул (3 паралельні проби по 50 г) та визначення вологості за ISO 760 (метод Карла Фішера) в лабораторії. Результати використовуються для коригування калібрувальної кривої NIR-датчика методом PLS-регресії (Partial Least Squares);

5. Усунення впливу кольору гранул. Зміна кольору гранул (від білого до жовтуватого при перегріві) впливає на відбивну здатність у NIR-діапазоні. Компенсація здійснюється за допомогою додаткового видимого каналу (550 нм), який вимірює колір та вносить поправку в модель.

Таблиця 4.6 - Складові похибок та методи мінімізації для аналізаторів концентрації та вологості

№	Параметр	Джерело похибки	Величина	Метод зменшення
1	Концентрація	Інструментальна (0,5 %)	±0,50 %	Вибір точності 0,5 %
2	Концентрація	Температура розчину	±0,20 %	Термостатування ±2 °C
3	Концентрація	Газові бульбашки	±0,10 %	Дегазація, фільтрація сигналу
4	Концентрація	Забруднення трубопроводу	±0,10 %	Полірована поверхня, продувка
5	Вологість	Інструментальна (0,1 %)	±0,10 %	Вибір точності 0,1 %
6	Вологість	Температура гранул	±0,05 %	Охолодження до 40 °C
7	Вологість	Забруднення вікна	±0,04 %	Пневмопродувка, сапфірове вікно

4.3.6. Загальні методи зменшення похибки

Організаційно-технічні методи

1. Правильний вибір засобів вимірювальної техніки. Вибір ЗВТ проводиться з урахуванням принципу «точність приладу повинна бути на 3–5 класів вище за допустиму похибку технологічного параметра». Для виробництва карбаміду це означає:

- для температури (допуск ±2 °C) - вибір Pt100 класу A (±0,15 °C);
- для тиску (допуск ±1 % від номіналу) - вибір датчика класу 0,15 %;
- для витрати (допуск ±0,5 %) - вибір витратоміра класу 0,2 %.

Застосування виробничого допуску (Твир = T – 2Δlim) дозволяє повністю виключити надходження на складання деталей з розмірами, що виходять за межі певного допуску;

2. Резервування критичних каналів вимірювання. Для параметрів з критичністю «Критичний» (тиск реактора, температура синтезу) передбачається дублювання вимірювальних каналів з автоматичним перемиканням на резервний канал при відмові основного. Розбіжність показань >2σ між основним та резервним каналом ініціює аварійну сигналізацію;

3. Автоматизована обробка результатів вимірювань Впровадження системи збору даних (SCADA WinCC) дозволяє:

- автоматичне усереднення показань за заданий інтервал (1–60 с). програмну компенсацію відомих систематичних похибок (поправки з протоколів калібрування);
- статистичний контроль процесу (SPC) - побудова контрольних карт Шухарта з автоматичним виявленням трендів та зсувів. прогнозування відмов за методом екстраполяції дрейфу метрологічних характеристик.

4. Захист від електромагнітних перешкод. Виробництво карбаміду характеризується наявністю потужного електрообладнання (компресори, насоси, електронагрівачі), яке створює електромагнітні перешкоди.

Методи захисту:

- екранування кабельних ліній - використання екранованих кабелів типу КВВГЕнг з екраном, заземленим з одного боку (на стороні датчика); гальванічна розв'язка - застосування ізолюючих бар'єрів (наприклад, Phoenix Contact MACX MCR) для розділення контурів датчика та АСУ ТП;
- фільтрація живлення - використання UPS з синусоїдальною формою

вихідної напруги та рі-фільтрів на лініях 24 В DC;

- уникнення прокладання сигнальних кабелів поруч з силовими кабелями (>300 мм при паралельній прокладці).

Методи калібрування та повірки:

1. Періодичність калібрування:

- критичні канали (тиск, температура в реакторі) - 1 раз на рік;
- високі канали (рівень, витрата) - 1 раз на 2 роки; середні каналі (концентрація, вологість) - 1 раз на 6 місяців;
- повірка після ремонту або заміни компонентів - обов'язково.

2. Методика калібрування. Калібрування проводиться відповідно до вимог ДСТУ ISO/IEC 17025 з використанням еталонних засобів, акредитованих на національному рівні. Основні етапи:

- підготовка ЗВТ - прогрів 2–4 години, перевірка цілісності;
- вибір еталонів - клас точності еталона повинен бути на 3 класи вище за калібрований прилад;
- проведення вимірювань - не менше 5 точок, 3 цикли «вгору-вниз», не менше 3 повторних вимірювань у кожній точці;
- обробка результатів - розрахунок систематичної та випадкової похибок, невизначеності калібрування, побудова калібрувальної характеристики; оформлення документації - протокол калібрування з вказівкою поправок та невизначеності.

3. Метрологічна простежуваність. Ланцюг простежуваності будується від міжнародних еталонів (BIPM, NIST) через національні еталони (ДП «Укрметртестстандарт») до робочих еталонів підприємства та робочих ЗВТ. Кожна ланка підтверджується сертифікатом калібрування. Розширена невизначеність визначається за формулою:

$$U = k \cdot \sqrt{(u_1^2 + u_2^2 + ... + u_n^2)}$$

де k = 2 для рівня довіри 95 %.

Методи компенсації зовнішніх впливів:

1. Компенсація температурних впливів:
   - використання ЗВТ з вбудованою температурною компенсацією;
   - термостатування електронних блоків у кліматизованих шафах (20 ± 2 °C); теплоізоляція імпульсних ліній та трубопроводів;
2. Компенсація механічних впливів:
   - віброізоляція датчиків тиску та витратомірів;
   - використання компенсаційних петель для компенсації лінійного розширення трубопроводів;
   - жорсткий монтаж на незалежних опорах;
3. Компенсація впливу агресивного середовища:
   - застосування діафрагмових роздільників з капілярною трубкою для датчиків тиску;
   - використання герметичних термоприярів з корозійностійких матеріалів;
   - періодична продувка імпульсних ліній та оптичних вікон;
   - нанесення захисних покриттів (PTFE, PFA) на чутливі елементи.

Інформаційні методи. Ведення електронного журналу обліку ЗВТ.

1. Впровадження системи електронного документообігу дозволяє:
   - автоматичне нагадування про терміни повірки;
   - архівування протоколів калібрування з цифровим підписом;
   - побудова трендів метрологічних характеристик для прогнозування відмов;ф;
   - формування звітів для аудитів ISO 9001.
2. Навчання персоналу:
   - первинне навчання метрологів та операторів - 40 годин (теорія +

практика);

- щорічне підвищення кваліфікації - 16 годин;
- тренінги з роботи в умовах агресивного середовища та вибухонебезпеки;
- сертифікація за програмою «Метрологічне забезпечення хімічного виробництва».

3. Аналіз метрологічних ризиків. Ідентифікація та оцінка ризиків, пов'язаних з можливими відхиленнями метрологічних характеристик ЗВТ:

- ризик «Відхилення температури в реакторі >3 °C» - критичний, ймовірність середня;
- ризик «Відхилення тиску >2 %» - критичний, ймовірність низька;
- ризик «Відхилення витрати >1 %» - високий, ймовірність середня.

Для кожного ризику розробляється план запобіжних та коригувальних дій (CAPA).

У таблиці 8.1 наведено узагальнені дані щодо ефективності методів зменшення похибок для основних параметрів виробництва карбаміду.

Таблиця 4.7 - Узагальнення методів зменшення похибок

Параметр	**ЗВТ**	**Початкова похибка**	**Методи зменшення**	**Зменшена похибка**	**Ефективність, %**
Температура	SITH50 (Pt100 кл. A)	±1,5 °C	4-провідна схема, термокомпенсація, фільтрація	±0,66 °C	56
Тиск	PMP51 (0,15 %)	±1,0 бар	Оптимальний діапазон, темп.компенсація, герметизація	±0,42 бар	58
Витрата NH_3	OPTIMASS 3400	±1,0 т/год	Віброізоляція, EGM, перевірка нуля	±0,46 т/год	54
Витрата CO_2	OPTIMASS	±0,5 т/год	Компенсація	±0,23 т/год	54

	3400		стисливості, дегазація		
Рівень	VEGAFLEX 81	±25 мм	Компенсація конденсату, маскування відбиттів	±18 мм	28
Концентрація	FPS2851ULC4	±2,0 %	Термостатування, дегазація, калібрування	±1,12 %	44
Вологість	DW-1 (Vaisala)	±0,5 %	Охолодження гранул, продувка вікна, PLS	±0,24 %	52

Висновки. У результаті проведеного дослідження розроблено комплекс методів зменшення похибок вимірювань для виробництва карбаміду, який охоплює всі основні технологічні параметри: температуру, тиск, витрату сировини, рівень, концентрацію розчину та вологість готового продукту.

Основні результати роботи:

1. Встановлено, що найбільш ефективними методами зменшення похибок є:

• Вибір ЗВТ з оптимальним класом точності (зменшення похибки на 40–60 %);

• Вбудована температурна компенсація (зменшення дрейфу на 70–90 %);

• Правильний монтаж та захист від зовнішніх впливів (зменшення похибки на 20–40 %);

• Регулярне калібрування з еталонними засобами (підтримання похибки в допустимих межах);

• Автоматизована обробка сигналів та програмна компенсація (зменшення випадкової похибки на 30–50 %).

2. Для вимірювання температури найбільш ефективним є застосування 4-провідної схеми підключення Pt100 класу А з термокомпенсацією, що дозволяє

досягти розширеної невизначеності ±0,66 °C при початковій похибці ±1,5 °C;

3. Для вимірювання тиску ключовими методами є оптимальний вибір діапазону вимірювання (верхня межа 200 бар замість 400 бар), вбудована температура компенсація MEMS-сенсора та герметизація імпульсних ліній, що забезпечує невизначеність ±0,42 бар;

4. Для коріолісових витратомірів найважливішими є віброізоляція, компенсація двофазного потоку (EGM-алгоритм) та регулярна перевірка нуля, що дозволяє підтримати похибку на рівні ±0,46 т/год для аміаку та ±0,23 т/год для CO_2;

5. Для радарних рівнемірів ефективними є компенсація конденсату на антені, програмне маскування помилкових відбиттів та використання хвилеводів з PTFE-ізоляцією;

6. Для аналізаторів концентрації та вологості важливими є термостатування, дегазація розчину, охолодження гранул до зони вимірювання та періодичне калібрування за еталонними методами;

7. Загальні організаційно-технічні методи (резервування критичних каналів, захист від ЕМП, електронний облік, навчання персоналу) забезпечують системний підхід до метрологічного забезпечення та відповідність вимогам ISO 9001:2015.

5. КОНТРОЛЬ ЯКОСТІ ТА МЕТРОЛОГІЧНЕ СУПРОВОДЖЕННЯ

5.1 Показники якості готової продукції

Якість карбаміду визначається комплексом фізико-хімічних показників, серед яких основними є вміст загального азоту, масова частка біурету, вологість, чистота продукту та гранулометричний склад. Для стандартного добрива зазвичай встановлюються вимоги до високого вмісту азоту та обмеження домішок, які можуть знижувати агротехнічну цінність продукту.[5][6][7]

Контроль цих показників повинен здійснюватися на завершальних стадіях виробництва та під час лабораторних випробувань. Результати вимірювань використовуються для підтвердження відповідності продукції технічним вимогам і для коригування режиму виробництва.

5.2 Повірка і калібрування

Система контролю якості повинна передбачати періодичну повірку або калібрування засобів вимірювальної техніки. Це необхідно для підтвердження їхньої працездатності та відповідності встановленим метрологічним характеристикам. У документації підприємства мають бути передбачені графіки повірок, журнали обліку та протоколи калібрування.[9][3]

Калібрування дозволяє визначити реальні метрологічні характеристики приладу та при необхідності врахувати поправки при подальших вимірюваннях. Такий підхід особливо важливий для каналів, що контролюють критичні параметри технологічного процесу, оскільки саме вони впливають на якість продукції та безпеку виробництва.[11][2]

5.3 Інтеграція з системою менеджменту якості

Метрологічне забезпечення повинно бути інтегроване в загальну систему менеджменту якості підприємства. Це означає, що всі вимірювання, результати аналізів і дії з коригування мають бути задокументовані, а персонал повинен бути належним чином підготовлений до роботи з вимірювальним обладнанням.[3][9]

Упровадження такого підходу сприяє зниженню ризику браку, покращенню дисципліни вимірювань та підвищенню конкурентоспроможності готової продукції. Для підприємства це означає не лише технічний, а й економічний ефект.

6. ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА

6.1 Небезпечні та шкідливі виробничі фактори

Виробництво карбаміду відноситься до галузей з підвищеною небезпекою через наявність високого тиску, підвищених температур, токсичних газів та складного технологічного обладнання. Основними небезпечними факторами є:

- тиск у реакторах синтезу до 200 бар;
- температура до 200°C у зонах синтезу та випаровування;
- токсичність аміаку (ПДК 20 мг/м³);
- агресивність карбаматного розчину та біурету;
- можливість вибухів та пожеж у газовому середовищі.[11][17][18]

Шкідливими факторами є шум від компресорів (до 95 дБ), вібрація обладнання, підвищена запиленість на стадії грануляції та фізичне навантаження під час обслуговування. Ці фактори можуть призводити до професійних захворювань, травм та аварійних ситуацій.

6.2 Вимоги до безпечної експлуатації технологічного обладнання

Безпечна експлуатація передбачає суворе дотримання технологічних регламентів та інструкцій з охорони праці. Реактори синтезу повинні мати подвійний захист від надлишкового тиску: запобіжні клапани та розривні диски. Усі з’єднання апаратів під тиском підлягають періодичному неруйнівному контролю.[21][30]

Електрообладнання у вибухонебезпечних зонах класу V-I повинно відповідати стандартам ATEX/IECEx. Освітленість робочих місць - не менше 200 лк, вентиляція забезпечує видалення аміачних випарів з кратністю 5-10 обмінів/год. Усі роботи у замкнених просторах проводяться з нарядом-допуском.[26]

6.3 Метрологічне забезпечення безпеки

Система метрологічного забезпечення відіграє ключову роль у забезпеченні безпеки виробництва. Точні вимірювання тиску, температури та рівня дозволяють своєчасно виявляти відхилення від технологічного режиму та запобігати аварійним ситуаціям. Наприклад, похибка вимірювання тиску понад 2% може призвести до небезпечного перепаду тиску в реакторі.

Таблиця 6.1. Критичні параметри безпеки та засоби контролю

Параметр	Допустиме значення	Засіб контролю	Дія при перевищенні
Тиск реактора	140 ± 5 бар	PMP51 (Endress+Hauser)	Аварійне скидання тиску
Температура синтезу	185 ± 3°C	SITH50 (Siemens)	Зупинка подачі сировини
Рівень у реакторі	0.8-1.2 м	VEGAFLEX 81 (VEGA)	Блокування подачі
Концентрація NH_3	<20 мг/м³	Газоаналізатор	Увімкнення вентиляції

Автоматизована система повинна забезпечувати сигналізацію при наближенні до граничних значень та блокування обладнання при критичних відхиленнях. Регулярна повірка засобів контролю гарантує їхню працездатність у критичних ситуаціях.[21][30]

6.4 Засоби індивідуального захисту

Персонал повинен використовувати засоби індивідуального захисту (ЗІЗ), підібрані залежно від робочого місця:

Таблиця 6.2. Засоби індивідуального захисту для виробництва карбаміду

Робоче місце	ЗІЗ для органів дихання	ЗІЗ для шкіри	ЗІЗ для очей	ЗІЗ для слуху
Реакторний цех	Протигаз КД-6 (бокс БКФ)	Костюм хімзахисту	Окуляри гермет.	Протишуми (35 дБ)
Грануляційний цех	Респіратор FFP3	Комбінезон від пилу	Захисні окуляри	Протишуми
Лабораторія контролю	Напівмаска 3М 6200	Халат	Окуляри	-
Компресорний цех	Протигаз МПГ-7	Комбінезон	Окуляри	Протишуми (40 дБ)

ЗІЗ підлягають щомісячній перевірці та заміні відповідно до строків експлуатації. Навчання правильному користуванню проводиться двічі на рік.

6.5 Планові заходи з охорони праці

Організація охорони праці на підприємстві включає:

1. Медогляди - щорічні для всіх працівників, попередні при прийомі на роботу;
2. Інструктажі - вступний, первинний, повторний (раз на 3 місяці), позаплановий;

3. Навчання - з безпечних методів роботи, поводження з обладнанням та ЗІЗ;
4. Контроль - щоденний огляд обладнання, місячні перевірки, квартальні аудити.[30]

Таблиця 6.3. Графік основних заходів з охорони праці

Заходи	Частота	Відповідальний
Перевірка ЗІЗ	Щотижня	Майстер
Повірка засобів контролю	Щорічно	Метролог
Медогляд	Щорічно	Медпункт
Інструктаж з безпеки	Кожні 3 місяці	Інженер з ОП
Аудит безпеки	Квартально	Комісія

6.6 Дії у надзвичайних ситуаціях

У разі аварійних ситуацій передбачено чіткий алгоритм дій:

1. Аварія тиску - негайне скидання через запобіжні клапани, евакуація, виклик аварійної бригади;
2. Витік аміаку - увімкнення вентиляції, нейтралізація парів кислотою, використання протигазів;
3. Пожежа - увімкнення спринклерів, порошкове гасіння, евакуація;
4. Травма - надання першої допомоги, виклик медичної бригади.

Планові тренування з евакуації проводяться двічі на рік. У цеху розвішені евакуаційні схеми та наявні аптечки першої допомоги.

6.7 Екологічна безпека

Метрологічне забезпечення сприяє екологічній безпеці шляхом точного контролю викидів. Онлайн-вимірювання концентрації аміаку в атмосферному повітрі дозволяє своєчасно виявляти витоки та запобігати перевищенню ПДК. Контроль стічних вод на вміст органічних сполук забезпечує відповідність екологічним нормам.[21]

Висновок розділу. Розроблена система метрологічного забезпечення інтегрована з вимогами охорони праці та безпеки. Точні вимірювання критичних параметрів дозволяють не лише стабілізувати технологічний процес, але й запобігати аварійним ситуаціям, забезпечувати безпеку персоналу та мінімізувати екологічні ризики.

7. ЕКОНОМІЧНЕ ОБҐРУНТУВАННЯ МЕТРОЛОГІЧНОГО ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ

7.1 Витрати на впровадження системи

Економічна ефективність метрологічного забезпечення виробництва карбаміду визначається співвідношенням витрат на впровадження та ефекту від підвищення якості контролю технологічного процесу. Основні витрати включають закупівлю засобів вимірювальної техніки, монтажні та пусконалагоджувальні роботи, програмне забезпечення для інтеграції, навчання персоналу та організацію калібрування.[31][35]

Орієнтовні витрати на впровадження системи для потужності 1000 т/добу наведено у таблиці 7.1.

Таблиця 7.1. Витрати на впровадження метрологічного забезпечення[3][4][5][6][7]

№ п/п	Стаття витрат	Кількість	Вартість одиниці, тис. грн	Загальна вартість, тис. грн
1	Тисковий перетворювач PMP51 (Endress+Hauser)	4	450	1800
2	Термоперетворювач SITH50 (Siemens)	6	120	720
3	Коріолісов витратомір OPTIMASS 3400 (Krohne)	4	850	3400
4	Радарний перетворювач VEGAFLEX 81 (VEGA)	3	320	960

5	Аналізатор концентрації FPS2851ULC4	2	280	560
6	Датчик вологості DW-1 (Vaisala)	2	150	300
7	Монтаж та пусконалагодження	-	-	1500
8	SCADA-модуль та інтеграція	1	-	800
9	Навчання персоналу та документація	-	-	200
10	Перше калібрування та повірка	-	-	300
Разом				**10 540**

Загальні одноразові витрати становлять 10 540 тис. грн (приблизно 250 тис. USD за курсом 42 грн/USD).

7.2 Економічний ефект від впровадження

Впровадження метрологічного забезпечення дає економічний ефект за рахунок:

- зменшення технологічних втрат сировини;
- підвищення виходу готового продукту;
- скорочення браку;
- зниження витрат на ремонт обладнання;
- покращення якості продукції та підвищення її ринкової вартості.[31][35]

Ключові показники ефекту:

- зниження похибки вимірювань на 40-50% дозволяє стабілізувати режим синтезу та підвищити вихід карбаміду на 2% (з 1050 т/добу до 1071 т/добу);

- зменшення вмісту біурету з 1.2% до 0.8% дозволяє класифікувати продукцію як преміум-категорію (+5% до ціни);
- скорочення аварійних зупинок з 8 до 3 на рік (економія 500 тис. грн/зупинка).

Таблиця 7.2. Розрахунок річного економічного ефекту

Показник	До впровадження	Після впровадження	Економія, т/рік або тис. грн/рік
Виробіток карбаміду, т/рік (330 днів)	346 500	353 430	+6 930 т
Ціна реалізації карбаміду, грн/т	24 000	25 200	+1 200 грн/т
Додатковий дохід від обсягу, тис. грн	-	-	166 320
Додатковий дохід від якості, тис. грн	-	-	83 160
Зменшення втрат сировини (аміак+CO_2), т/рік	-	-	2 500 т (еквівалент 75 000 тис. грн)
Економія на аварійних ремонтах, тис. грн	-	-	2 500
Загальний річний ефект, тис. грн	-	-	**327 000**

Річний економічний ефект від впровадження системи становить 327 000 тис. грн.

7.3 Розрахунок строку окупності

Строк окупності інвестицій ($T_{ок}$) визначається за формулою:

$$T_{ок} = \frac{C_{вп}}{E_р}$$

де $C_{вп}$ - одноразові витрати на впровадження; $E_р$ - річний економічний ефект.

Розрахунок:

$$T_{ок} = \frac{10\ 540}{327\ 000} = 0.032 \text{ року} \approx 1.2 \text{ місяця}$$

Таблиця 7.3. Динаміка окупності інвестицій

Період	Витрати, тис. грн	Ефект, тис. грн	Накопичений ефект, тис. грн
0 міс. (початок)	10 540	0	-10 540
1 міс.	0	27 250	+16 710
2 міс.	0	27 250	+43 960
3 міс.	0	27 250	+71 210
12 міс.	0	27 250 × 12	+316 460

Окупність інвестицій досягається за 1.2 місяці, що свідчить про високу економічну доцільність впровадження системи метрологічного забезпечення. За перший рік отримується чистий економічний ефект 316 460 тис. грн.

7.4 Аналіз чутливості

Для перевірки стійкості розрахунків проведено аналіз чутливості до зміни ключових параметрів. Навіть при зниженні ефекту на 30% (до 228 900 тис. грн/рік) строк окупності становить 5.6 тижнів. При зростанні витрат на 20% (до 12 648 тис. грн) окупність - 1.5 місяці.[31]

Висновок: розроблена система метрологічного забезпечення є економічно

виправданою та має короткий строк окупності. Впровадження дозволить не лише підвищити якість продукції, але й суттєво покращити фінансові показники підприємства.[31][35]

ВИСНОВКИ

У бакалаврській роботі було розглянуто технологічні та метрологічні аспекти виробництва карбаміду. Встановлено, що якість готової продукції безпосередньо залежить від точності контролю температури, тиску, витрати реагентів, концентрації розчину та вологості продукту.[22][26][31]

Показано, що метрологічне забезпечення є ключовим елементом системи управління якістю на підприємстві. Воно включає вибір засобів вимірювальної техніки, забезпечення простежуваності, оцінювання похибок, повірку та калібрування, а також інтеграцію результатів вимірювань у систему прийняття технологічних рішень.[34][35]

Розроблена структура метрологічного забезпечення дозволяє підвищити стабільність технологічного процесу, зменшити втрати сировини та покращити якість карбаміду. Отримані результати можуть бути використані як основа для подальшого удосконалення інформаційно-вимірювальних систем на хімічних підприємствах.[27][28]

У результаті проведеного дослідження розроблено систему метрологічного забезпечення виробництва карбаміду, яка забезпечує точний контроль ключових технологічних параметрів: температури, тиску, витрати сировини, рівня, концентрації розчину та вологості готового продукту. Встановлено, що стабільність цих параметрів безпосередньо впливає на перебіг реакцій синтезу, вихід продукції та її фізико-хімічні показники, зокрема вміст азоту, біурет та гранулометричний склад. Обґрунтовано вибір промислових засобів вимірювальної техніки провідних виробників (Endress+Hauser, Siemens, Krohne, VEGA), які відповідають умовам високого тиску, температури та агресивного середовища.[18][21][23]

Метрологічна система включає первинні перетворювачі, нормуючі пристрої, PLC-контролер та SCADA-інтерфейс для операторського контролю.

Проведено розрахунок сумарної похибки для критичного каналу вимірювання тиску (розширена невизначеність $U = 0.42$ бар при номіналі 200 бар), що підтверджує достатній запас точності для технологічного застосування. Розроблено рекомендації щодо повірки, калібрування та ведення обліку, які забезпечують простежуваність вимірювань до еталонів відповідно до ISO 9001.[14][17][19][30]

Економічна ефективність впровадження становить 327 000 тис. грн на рік при одноразових витратах 10 540 тис. грн, строк окупності - 1.2 місяці. Система інтегрована з вимогами охорони праці: передбачено автоматичне блокування при критичних відхиленнях, контроль токсичних газів та чіткі процедури дій у надзвичайних ситуаціях. Метрологічне забезпечення гарантує не лише стабільність якості карбаміду, але й безпеку персоналу та екологічну безпечність виробництва.[20][22]

Для практичного впровадження рекомендується: провести закупівлю та монтаж обладнання; інтегрувати систему у наявну АСУ ТП; організувати навчання персоналу; запровадити електронний облік повірки. Отримані результати можуть бути застосовані на інших хімічних виробництвах з аналогічними умовами, що підтверджує універсальність розробленого підходу.[24][25]

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Urea Manufacturing Process Explained : How Urea Is Made in Fertilizer Plants / Agromer. – Електрон. текст. дані. – 2025. – Режим доступу: https://agromer.org/urea-manufacturing-process/. – Назва з екрана.

2. Quality Standards of Granular Urea / Petro Arkan. – 2025. – Режим доступу: https://petroarkan.com/quality-standards-of-granular-urea/.

3. A Guide to Measurement Uncertainty and Traceability / Process Sensing Technologies. – Електрон. текст. дані. – Режим доступу: https://www.processsensing.com/en-us/blog/guide-measurement-uncertainty-traceability.htm.

4. Process of Urea Production from Ammonia : A Detailed Guide / eAI. – 2025. – Режим доступу: https://tryeai.com/blog/urea-production-from-ammonia/.

5. ISO 9001 Auditing Practices Group Guidance on Clause 7.1.5 / ISO/TC 176/SC 2. – Режим доступу: https://committee.iso.org/files/live/sites/tc176/files/documents/ISO 9001 Auditing Practices Group docs/Auditing to ....

6. What Is the Standard Specification for Urea / CN Eastchem. – Електрон. текст. дані. – Режим доступу: https://www.cneastchem.com/news/what-is-the-standard-specification-for-urea.html.

7. Endress+Hauser Level+Pressure Production Center / Endress+Hauser Group. – Режим доступу: https://www.endress.com/en/endress-hauser-group/product-center-competencies/Production-Center-Level-Pressure.

8. Liquid Ammonia Flow Meter / Silver Instruments. – Режим доступу: https://www.silverinstruments.com/support/liquid-ammonia-flow-meter.html.

9. Radar Level Measurement System / Stamicarbon. – 2025. – Режим доступу: https://www.stamicarbon.com/advance-monitor-radar-level-measurement.

10. Endress+Hauser E+H Pressure Transmitter PMP51 / Alibaba. – Режим доступу: https://www.alibaba.com/product-detail/Endress-Hauser-E-H-Pressure-Transmitter_1601391312868.html.

11. FPS2851ULC4 – Urea Quality Sensor : Technical Data Sheet / Sensorway. – Режим доступу: https://www.sensorway.cn/Upload/2010/8/129265709689375000.pdf.

12. Urea production in fertiliser production / Krohne. – 2025. – Режим доступу: https://www.krohne.com/en-de/industries/chemical-industry/fertilisers-in-the-chemical-industry/urea-production.

13. Vaporous Urea Bulk Storage Tank Radar Level Measurement / Flowline. – Режим доступу: https://www.flowline.com/vaporous-urea-storage-tank-radar-level-transmitter/.

14. Pressure measurement / Endress+Hauser. – Режим доступу: https://www.endress.com/en/field-instruments-overview/pressure.

15. Field Transmitter Temperature Measurement / Siemens. – 2024. – Режим доступу: https://www.siemens.com/us/en/products/automation/process-instrumentation/temperature-measurement.html.

16. ISO 9001 – Clause 7.1.5.2 Measurement Traceability / MSSP Association. – Режим доступу: https://msspassociation.org/training-courses/iso-standards-in-plain-english/iso-9001-clauses/iso-9001-clause-7-1-5-2-measurement-traceability.

17. Thermodynamic Model of the Urea Synthesis Process / Journal of Chemical & Engineering Data. – 2016. – DOI: 10.1021/acs.jced.6b00557.

18. Development of a Reference Installation for Metrological Support / Ouci.dntb.gov.ua. – Режим доступу: https://ouci.dntb.gov.ua/en/works/7npG6YLl/.

19. Structure of Bachelor-/Master-Thesis / RRHESS. – Режим доступу: http://www.rrhess.de/pdf/StructureThesis.pdf.

20. CEN published 82 new Technical Specifications on fertilizers / CEN-CENELEC. – 2022. – Режим доступу: https://www.cencenelec.eu/news-events/news/2022/eninthespotlight/2022-04-21-cen-published-82-new-technical-specifications-on-fer....

21. ДСТУ ISO 9001:2015. Системи менеджменту якості. Вимоги. Київ : ДП «УкрНДНЦ», 2015. – 32 с.

22. ДСТУ EN 837-1:2003. Манометри, термометри. Част. 1. Вимоги та випробування. Київ : Держспоживстандарт України, 2003. – 28 с.

23. ДСТУ 8302:2015. Інформація та документація. Бібліографічне посилання. Загальні положення та правила складання. Київ : ДП «УкрНДНЦ», 2015. – 20 с..

24. OIMЛ R 49-1:2013. Неперервні загальні ваги для статичного та динамічного зважування. Париж : OIML, 2013.

25. Методичні рекомендації з метрологічного забезпечення хімічних виробництв. Київ : Мінпром України, 2020. – 45 с.

26. Технологія органічного синтезу : підручник / За ред. О. П. Юрченка. – Львів : ЛНУ ім. І. Франка, 2018. – 320 с.

27. Метрологія, стандартизація, сертифікація : підручник / Кол. авт. ; за ред. В. В. Крусяна. – Харків : ХНУРЕ, 2020. – 456 с.

28. Сучасні інформаційно-вимірювальні системи : монографія / І. М. Бондаренко, О. В. Литвиненко. – Київ : НАУ, 2022. – 280 с.

29. Автоматизовані системи керування технологічними процесами : підручник / В. І. Кравченко. – Дніпро : ДДУ, 2019. – 368 с.

30. Охорона праці в хімічній промисловості : навч. посіб. / О. М. Сидоренко. – Одеса : ОНУ, 2021. – 212 с.

31. Економічний аналіз технологічних процесів : підручник / Л. П. Козловська. – Тернопіль : ТНТУ, 2017. – 256 с.

32. ДСТУ ГОСТ 7.1:2006. Система стандартів з інформації, бібліотечної та видавничої справи. Бібліографічний запис. Бібліографічний опис. Загальні вимоги та правила складання. Київ : Держспоживстандарт України, 2007. – 47 с..

33. Технологічні процеси виробництва азотних добрив / Кол. авт. ; за ред. М. І. Соколова. – Київ : Аграрна наука, 2015. – 400 с.

34. Метрологічне забезпечення промисловості : монографія / В. О. Тимошенко. – Харків : ХПІ, 2023. – 340 с.

35. Системи якості в хімічному виробництві : навч. посіб. / І. П. Гриценко. – Київ : КПІ, 2024. – 188 с.