

奈米標章產品驗證制度

奈米耐磨耗潤滑油品驗證規範

文件編號：TN-049

版次：1.0

制定/修正紀錄

版次	日期	制定/修正摘要	審查/核准
1.0	102.08.28	規範制定	技術評議會 102 年度第 3 次會議通過。

前 言


奈米技術產品為一新興科技產品，21 世紀全球各先進國家均積極研發生產，市場上各類型之奈米產品亦日益增多，為提升奈米技術產品之品質與形象，保障民眾消費權益，進而促成國內奈米產業之健全發展，特由經濟部主導，工業局主管，並委由工業技術研究院推動「奈米標章產品驗證制度」。

奈米技術產品均為新興產品，多無相關之產品及檢測標準可供遵循，故由奈米標章專業執行機構敬邀國內相關學者專家，組成工作小組，起草制定產品規範草案，並予以檢測確認。產品規範草案完成後，經「奈米標章技術評議會」評議同意，送請「奈米標章推行審議會」審議通過後公告，作為奈米標章產品檢測確認及審查之依據。

奈米標章對奈米技術產品之驗證，主要重點包括產品的奈米尺寸、奈米功能及其他要求：(1)奈米尺寸：確認為真正之奈米技術產品，其奈米之粒徑尺度需小於 100 nm，或具有奈米結構者；(2)奈米功能：應較原傳統產品增加新功能，或增強原有功能者。如奈米技術潤滑油品添加劑，可能增加耐磨耗功能，或延長潤滑油品使用壽命等功能者；(3)其他要求：包括產品安全仍由主管機關審理。奈米技術產品如係法定管制品者，另需符合相關法規之要求；同時產品耐久性亦需符合產業一般要求。

奈米標章驗證產品規範之制定，主要是針對上述奈米尺寸及奈米功能之品質要求及試驗方法制定之。並為確保產品之品質，依產品規範之試驗方法，將廠商所申請之產品，交由具公信力之檢測機構確認其測試結果符合產品規範之要求。

奈米耐磨耗潤滑油品係於潤滑油內添加耐磨耗添加劑，主要是用於補強一般潤滑油成品的耐久性和抗磨性，以奈米粒子之低摩擦、溫升高與抗極壓的特性，使較一般有機摩擦改進劑和抗磨劑具有更高效能，亦賦予奈米潤滑油成品應用於機械元件具備高耐磨耗之特性。

奈米標章驗證 產品規範	<h2 style="margin: 0;">奈米耐磨耗潤滑油品驗證規範</h2>	編號	TN-049
			
<p>1. 適用範圍</p> <p>本規範為奈米耐磨耗用添加劑加入於潤滑油成品內，應用於各類機械加工或機械元件(不包含車輛潤滑油使用)，使其提高耐磨耗性能，增加機械元件之使用壽命者。</p> <p>2. 參考資料</p> <p>2.1 CNS 17025、ASTM D3720 - 90(2005) Standard Test Method for Ratio of Anatase to Rutile in Titanium Dioxide Pigments by X-ray Diffraction</p> <p>2.2 ASTM-D-2266 Standard Test Method for Wear Preventive Characteristics of Lubricating Grease (Four-Ball Method)</p> <p>2.3 ASTM D2270-93(1998) Standard Practice for Calculating Viscosity Index From Kinematic Viscosity at 40 and 100°C。</p> <p>2.4 ASTM-D-3336 Life of Lubricating Greases in Ball Bearings at Elevated Temperatures.</p> <p>2.5 ASTM D4172-94 Standard Test Method for Wear Preventive Characteristics of Lubricating Fluid。</p> <p>2.6 ASTM D5380 - 93(2003) Standard Test Method for Identification of Crystalline Pigments and Extenders in Paint by X-Ray Diffraction Analysis</p> <p>2.7 ASTM D664-11a Standard Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric Titration</p> <p>2.8 ISO 16700 : 2004(E) : Microbeam Analysis-Scanning Electron Microscopy-Guidelines for Calibrating Image Magnification、ASTM4172-94</p> <p>2.9 H. Y. Chu, W. C. Hsu, J. F. Lin, The anti-scuffing performance of diamond nano-particles as an oil additive. <i>Wear</i>, 2010, 268, 960-967.</p> <p>2.10 Y. L. Hsin, H.-Y. Chu, Y.-R. Jeng, Y.-H. Huang, M. H. Wang, C. K. Chang, In-situ de-agglomeration and surface functionalization of detonation nanodiamond, with the polymer used as an additive in lubricant oil. <i>J. Mater. Chem.</i>, 2011, 21, 13213-13222.</p> <p>2.11 CNS 10723 K5138 : 潤滑基礎油</p>			
公布日期 102年8月28日	奈米標章產品驗證制度印行	修正日期 年 月 日	

3. 用語釋義

- 3.1 奈米耐磨耗潤滑油品用添加劑：含奈米粒子成分之潤滑油品添加劑，其中奈米粒子須能均勻分散於潤滑油品中，不會有凝結、沉降情況產生。
- 3.2 潤滑油品：依據中華民國國家標準 CNS 10723 K5138 潤滑基礎油，適用範圍於摻配潤滑油成品與製造潤滑脂等用之潤滑基礎油。
- 3.3 奈米耐磨耗潤滑油品：使用奈米耐磨耗潤滑油品用添加劑摻配於潤滑油品內者。
- 3.4 磨耗率：在單位滑動或滾動距離所產生之磨損體積或質量。

4. 判定基準

- 4.1 奈米耐磨耗潤滑油品添加劑須符合下列之要求水準，方可取得奈米標章。

項目	特性	要求水準	備註
奈米尺寸	分散於奈米耐磨耗潤滑油成品粒子之奈米成分及尺度	奈米耐磨耗潤滑油品添加劑中奈米粒子成分應確定，其平均粒徑任一維在 100 nm 以下	廠商須提供測試報告或證明
奈米功能	提高耐磨耗性能	四球測試規範磨痕直徑降低 15% 以上。根據美國材料與試驗協會測試規範 ASTM D-2266	
	延長潤滑油品使用壽命	提高原潤滑油品使用壽命 25% 以上。根據美國材料與試驗協會測試規範 ASTM D-3336	
其他要求	奈米耐磨耗潤滑油品添加劑添加後酸價總值變化	奈米添加劑添加後潤滑油品酸價總值增加 $\leq 0.5\text{mg KOH/g}$ 。根據美國材料與試驗協會測試規範 ASTM D664-11a	
	奈米耐磨耗潤滑油品添加劑添加後之含水量變化	奈米耐磨耗潤滑油品添加劑添加後之潤滑油品增加之水分含量 $\leq 0.1\%$ 。根據美國材料與試驗協會測試規範 ASTM D6304	

4.2 說明

申請者必須提供詳實之測試報告，以顯示：

- 4.2.1 奈米粒子的奈米尺寸(檢測儀器名稱與廠牌)、結構(奈米鑽石、奈米碳球、奈米金...等)與添加比率。
- 4.2.2 被添加的潤滑油品的種類與廠牌名稱。

5. 試驗方法

- 5.1 取樣與準備：試驗樣品包含奈米耐磨耗潤滑油品、未添加奈米耐磨耗潤滑油品，此兩種樣本皆應備妥足夠測試體積，以供測試提高磨耗性能、延長潤滑油品使用後壽命、酸價和含水量。
- 5.2 奈米尺寸(詳見附錄 1「奈米耐磨耗潤滑油品成分與尺度試驗方法」)。
- 5.3 奈米功能(詳見附錄 2「奈米功能試驗方法-潤滑脂之極壓性能」以及附錄 3「奈

米功能試驗方法-潤滑脂壽命試驗」)。

5.4 其他要求 (詳見附錄 4「其他功能試驗方法」)

6. 試驗報告

- 6.1 報告內容應符合 CNS 17025 [測試與校正試驗室能力一般要求]第 5.10 節之要求。
- 6.2 對於奈米尺寸、奈米功能及其他要求之試驗報告應包含充分數據資料，必要時附加照片以茲佐證。
- 6.3 奈米尺寸之試驗報告至少應包含以下內容：(1)所鑑定產品所含奈米原料之粒徑大小。(2) 所鑑定產品所含奈米原料之成分。
- 6.4 奈米功能之試驗報告至少應包含以下內容：(1)四球測試磨痕直徑降低比例 (2)潤滑油成品壽命延長比率。
- 6.5 其他要求之試驗報告至少應包含以下內容：原油添加多少比例添加劑後 (1) 酸價增加比率 (2) 水分增加比率。

7. 標示

符合奈米標章之產品應標示下列附加事項：

- (1)認可產品名稱。
- (2)使用之潤滑油成品種類。
- (3)奈米標章及認可之產品功能說明 (降低磨耗率、潤滑油壽命延長)。
- (4)其他相關法規要求事項。
- (5)產品使用應注意事項。

8. 附則

本規範由工作小組制定，經奈米標章技術評議會審議核准後發行，修正時亦同。

附錄 1

奈米耐磨耗潤滑油品成分與尺度試驗方法

1. 奈米耐磨耗粒子成分試驗方法

1.1 奈米粉體

奈米粉體原料成分晶相係以 X-光繞射儀分析。

1.2 設備

X-光繞射儀—參考 ASTM D3720 - 90(2005) Standard Test Method for Ratio of Anatase to Rutile in Titanium Dioxide Pigments by X-ray Diffraction。

1.3 樣品製作

將奈米耐磨耗潤滑油品加入有機溶劑，如丁酮、四氫呋喃稀釋後再離心沉澱，收集足夠量沉澱物後以 300°C 烘乾後，研磨成粉末後備用，將粉體樣品平整地壓填至 X-光繞射儀之樣品固定器上進行檢測。

1.4 操作

操作步驟參考 ASTM D5380 - 93(2003) Standard Test Method for Identification of Crystalline Pigments and Extenders in Paint by X-Ray Diffraction Analysis。測試之 2θ 角由 5~80°，分析之結果是以各繞射峰之 2θ 角值、d-spacing 與訊號強度表示。

1.5 結果分析

鑑定方法參考 ASTM D5380-93。利用 ICDD Alphabetical Index² 之檔案做最初之晶相分析，再利用 Powder Data File³ 做所有繞射峰的檢定。

1.5.1 將所有繞射峰的 d-spacing 與強度，以 d-spacing 由小至大排序列出，若 d-spacing > 3.5Å，則須列到小數第二位，若 d-spacing ≤ 3.5Å，則至少列到小數第三位。

1.5.2 利用 Hanawalt Method、Fink Method 或其他系統化之方法鑑定繞射峰之晶相。由已知或猜測的組成先做比對，可加速所有繞射峰之晶相的鑑定。

註⁽²⁾：Alphabetical Index – Inorganic Phases, Catalog No. A142, ICDD

註⁽³⁾：Powder Diffraction File, Inorganic, ICDD

2. 奈米尺度檢測方法

2.1 穿透式/掃描式電子顯微鏡

2.1.1 參考標準規範

ISO 16700 : 2004(E) : Microbeam Analysis-Scanning Electron Microscopy-Guidelines for Calibrating Image Magnification。

2.1.2 檢測原理

電子顯微鏡是根據電子與物質作用所產生的訊號來提供奈米材料粒徑大小、分布及型態的特性。和其它的分析方法比較起來，電子顯微鏡除了可以直接量取粒徑大小，最大的優點在於擷取的成像可用來判斷粉體的形狀，並可應用於粒徑分布從數奈米至數微米大小的廣泛材質。

2.1.3 檢測注意事項

(1) 本檢測法為乾式量測法，將奈米耐磨耗潤滑油品稀釋後，取部分稀釋液滴在載體或銅網上烘乾後進行分析。

- (2) 系統須抽真空氣壓，易污染真空腔者，應作特殊處理。
- (3) 檢測設備須使用具追溯的標準樣本先行驗證，以確認檢測設備的準確性。
- (4) 有必要可以將樣本鍍金，以增加系統的判讀性。



附錄 2

奈米功能試驗方法-潤滑脂之極壓性能

本試驗方法係當廠商必須提供之奈米耐磨耗潤滑油品及未添加奈米耐磨耗之潤滑油品等兩種樣本後，始需進行檢測。廠商必須表明係何種商業潤滑脂廠牌及型號，並提供 500 ml 之奈米耐磨耗潤滑油品作為實驗組及 500 ml 未添加奈米耐磨耗之潤滑油作為對照組之用。

以下測試標準係比較兩組潤滑脂之抗極壓性能及磨痕大小。

1. 取樣與準備

- 1.1 潤滑脂之極壓性能實驗條件設定是參考美國材料與試驗協會 ASTM-D-2266 Standard Test Method for Wear Preventive Characteristics of Lubricating Grease (Four-Ball Method)的規範，以四顆鋼球來進行試驗，所使用之鋼球材質為 SUJ2，直徑為 12.7 mm。測試的夾治具與上、下球試件等之整體架構如下圖一所示。
- 1.2 新的鋼球須先以有機溶劑(如：丙酮)去除軸承表面的潤滑油品，俟清潔完畢後，將四顆鋼球依照圖二架構置入上、下夾治具中並將油脂填滿於下夾治具中，再將上、下夾治具組裝於磨耗試驗機。
- 1.3 現場實驗室狀態：試驗室環境應盡可能接近標準狀態(溫度 $75 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相對溼度 $\text{RH } 50 \pm 10\%$)來進行試驗，若試驗室無法保持標準狀態時，應附記當時之溫度與濕度。

2. 試驗條件

測試時間	60±1 min
起始溫度與溼度	75±2°C與濕度(盡量接近 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、RH 50 ± 10%，若無法達成，有添加與無添加奈米耐磨耗潤滑油品添加劑的室溫與濕度應維持相同)
轉速	1200±60 rpm
荷重	391±2 N(40±0.2 kgf)

3. 試驗方法

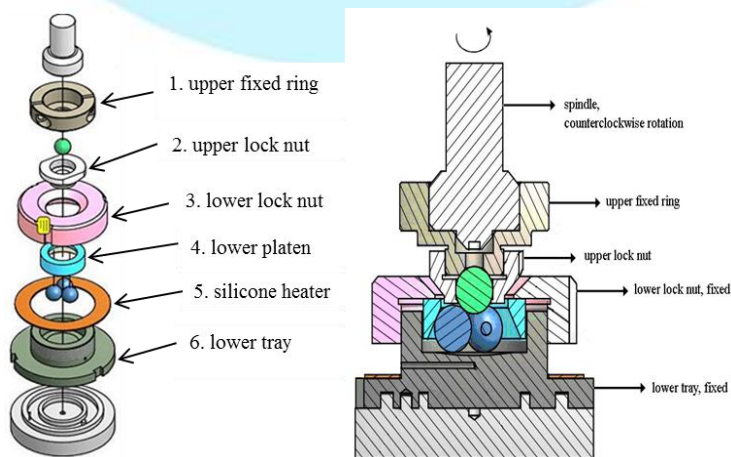
- 3.1 打開多功能磨耗試驗機的電源，並暖機至機台所需之穩定時間之後，設定多功能磨耗試驗機之測試轉速(1200 rpm)。進行磨耗試驗前，需先校正試驗機的摩擦扭矩值、接觸電阻值。
- 3.2 將一顆鋼球放置於上夾具之鎖定螺帽中並旋緊於多功能磨耗試驗機

上端驅動軸上。再將三顆鋼珠放入下治具中，並以下壓盤固定此三顆鋼球，再將油脂填滿治具內，油脂須能使這四顆球的三個接觸點完全沒入。

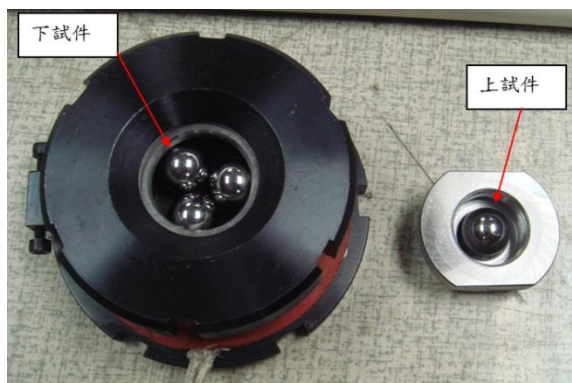
- 3.3 調整測試轉速與荷重治測試所需之條件後，將治具放置於試驗機中，開始進行四球極壓測試，待達到設定之測試時間後，將擷取到的資料存檔，並將實驗後的油脂拍照記錄。
- 3.4 測試完之鋼球經丙酮清洗至完全去油之後，利用光學顯微鏡(Optical Microscope, OM)觀察其下試件之三顆鋼球與上試件鋼球的接觸磨耗點的磨痕表面，拍照並紀錄儲存，並以下面 3.5 節所述之方式估算下試件之三個鋼球的磨耗點之磨痕直徑。
- 3.5 鋼球磨痕量測方式：將 OM 所拍得之磨痕圖印出，並利用直尺將下試件之三顆鋼球之任一顆的磨痕分別量測四條直徑之長度(即成米字)，如圖三所示。將四條直徑所各自量得之四個直徑值予以平均後，再以該 OM 照片的比例尺得到該直徑值之實際的長度(以所量測之磨痕的平均直徑值除以比例尺的長度後再乘以比例尺所代表之真實長度)，即得出其中之一顆鋼球之接觸點磨痕的實際平均直徑值，再將另外兩顆鋼球以同樣的作法分別量出其各別的磨痕直徑值，再將三顆鋼球所量測的數值予以平均，此平均值即為此四球極壓實驗之平均磨痕直徑的大小，圖四所示為一個有添加與未添加奈米耐磨耗潤滑油品添加劑之潤滑油脂四球實驗後之其中一顆下鋼珠磨痕範例圖。

4. 試驗條件

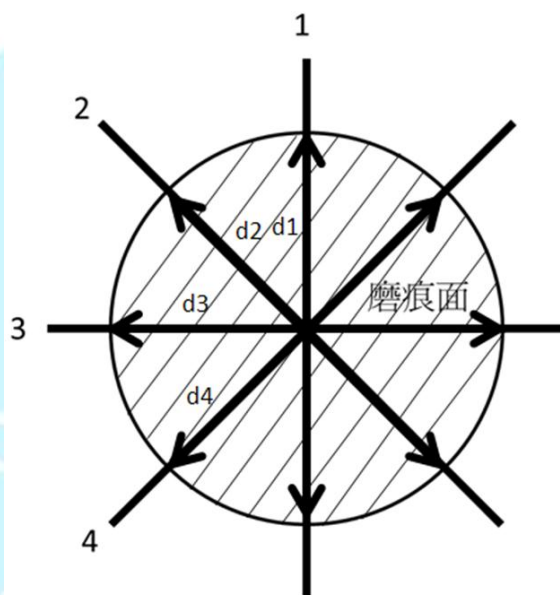
- 4.1 測試紀錄至少應包含：
 - (1) 磨耗試驗機的廠牌與型號
 - (2) 磨耗試驗機之校正與測試資料
 - (3) 試驗室自開始試驗起至結束時的溫度與濕度
 - (4) 試驗需標明使用何種廠牌與何種型號潤滑油脂及添加劑使用比率
- 4.2 測試報告應符合 CNS 17025 [測試與校正試驗室能力一般要求]第 5.10 節之要



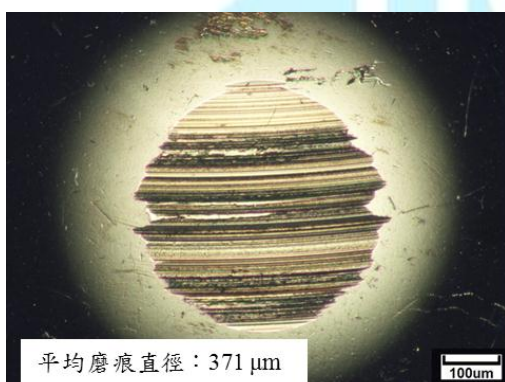
圖一、四球試驗之夾治具整體架構圖



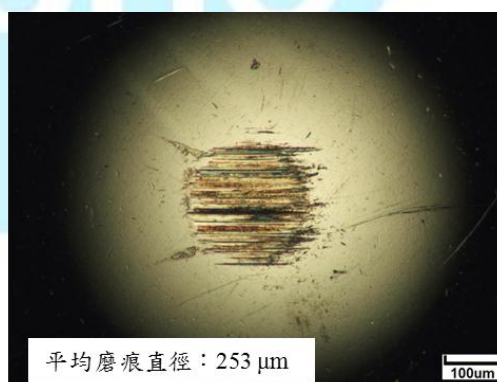
圖二、四球試驗之夾治具與上下試件之位置圖



圖三、四球試驗之量測下試件其中一個鋼球磨痕之示意圖



(a)



(b)

圖四、四球實驗後之其中一顆下鋼珠磨痕範例圖：(a)為未添加奈米耐磨耗潤滑油品添加劑之原潤滑油脂；(b)為經添加 100 ppm 奈米耐磨耗潤滑油品添加劑後之潤滑油脂

附錄 3

奈米功能試驗方法-潤滑脂壽命試驗

本試驗方法係當廠商必須提供之奈米耐磨耗潤滑油品及未添加奈米耐磨耗之潤滑油品等兩種樣本後，始需進行檢測。廠商必須表明係何種商業潤滑脂廠牌及型號，並提供 500 ml 之奈米耐磨耗潤滑油品作為實驗組及 500 ml 未添加奈米耐磨耗之潤滑油作為對照組之用。

以下測試標準係比較兩組潤滑脂之壽命實驗。

1. 取樣與準備

- 1.1 潤滑脂之壽命實驗條件設定是以美國材料與試驗協會 ASTM-D-3336 Life of Lubricating Greases in Ball Bearings at Elevated Temperatures 的規範予以修改參數，係用於滾珠軸承潤滑脂壽命測試，所使用之滾珠軸承為 6204 開放型深溝滾珠軸承。夾治具整體架構及軸承架構如下圖五和圖六所示。
- 1.2 新的 6204 開放型深溝滾珠軸承須先以有機溶劑(如：丙酮)去除軸承表面的潤滑油品，俟清潔完畢後，於該軸承內注入一定量之油脂(如：0.001 g)，注入完畢後，將軸承試件依照圖六之架構組裝至軸承杯內，軸承治具依照圖五之架構組裝於磨耗試驗機的底座中。
- 1.3 現場實驗室狀態：試驗室環境應儘可能接近標準狀態(室溫 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相對溼度 RH $50 \pm 10\%$)來進行試驗，若試驗室無法保持標準狀態時，應附記當時之溫度與濕度。

2. 試驗條件

測試時間	當測試溫升或摩擦扭矩(摩擦係數)大幅上升時即停止測試，並以所經過之測試時間做為油脂壽命之依據
起始溫度與溼度	室溫與濕度(盡量接近 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、RH $50 \pm 10\%$ ，若無法達成，有添加與無添加奈米耐磨耗潤滑油品添加劑的室溫與濕度應維持相同)
轉速	2500 ± 60 rpm
荷重	2934 ± 2 N(299 ± 0.2 kgf)

3. 試驗方法

- 3.1 將待測之油脂置入針筒內填滿，並將其內部之空氣去除。以五位數精密電子量秤量測針筒之重量，並將油脂注入已完全去除潤滑油品的 6204

軸承內部後，再量測針筒重量，以重量差之方式確認所注入之油量達到實驗之所需量。

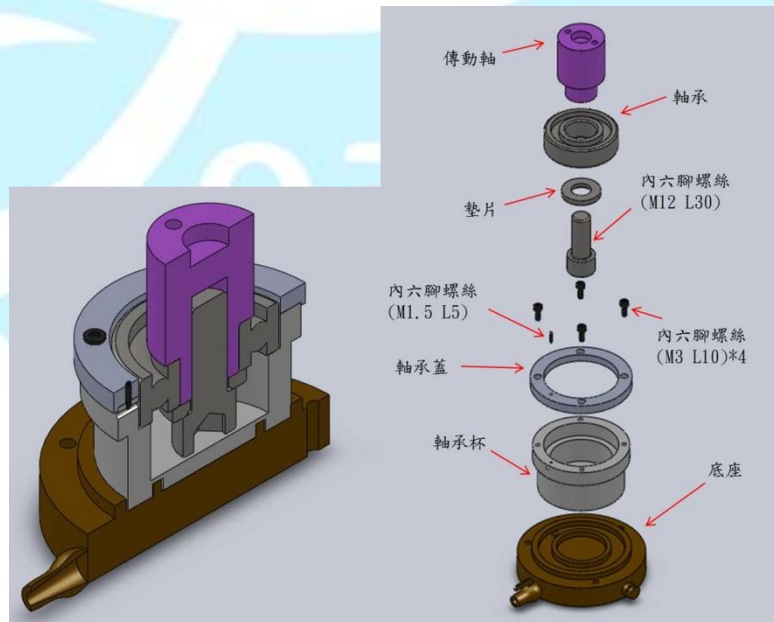
- 3.2 打開多功能磨耗試驗機的電源，暖機至機台所需之穩定時間之後，設定多功能磨耗試驗機之測試轉速(2500 rpm)。進行磨耗試驗前，需先校正試驗機的摩擦扭矩值、接觸電阻值與軸承外環溫度值。
- 3.3 將注入油脂後之軸承鎖緊於傳動軸上，再將旋轉軸與軸承一同放入下治具裡，將軸承蓋蓋上並鎖緊於下治具上，如圖六所示。將驅動用軸銷放置於旋轉軸上，並將下治具裝置於多功能磨耗試驗機上固定後，將負載調整至實驗設定之荷重(2934 N)之後，開啟多功能磨耗試驗機及數據擷取系統擷取測試資料。待達到設定之測試時間後，將擷取到的資料存檔，並將實驗後的軸承拍照記錄。

4. 試驗條件

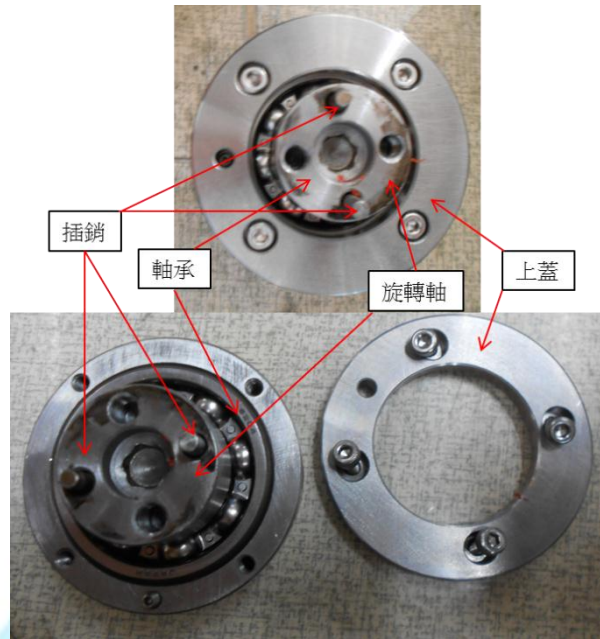
4.1 測試紀錄至少應包含：

- (1) 磨耗試驗機的廠牌與型號
- (2) 磨耗試驗機之校正與測試資料
- (3) 試驗室自開始試驗起至結束時的溫度與濕度
- (4) 試驗需標明使用何種廠牌與何種型號潤滑油脂及添加劑使用比率

4.2 測試報告應符合 CNS 17025 [測試與校正試驗室能力一般要求]第 5.10 節之要求



圖五、左側為夾治具整體架構之剖面圖，右側為系統圖



圖六、夾治具中軸承架構示意圖



附錄 4

其他功能試驗方法

本試驗方法係當廠商必須提供之奈米耐磨耗潤滑油品及未添加奈米耐磨耗之潤滑油品等兩種樣本後，始需進行檢測。廠商必須表明係何種商業潤滑脂廠牌及型號，並提供 400 ml 之奈米耐磨耗潤滑油品作為實驗組及 400 ml 未添加奈米耐磨耗之潤滑油作為對照組之用，比較兩組潤滑油品之酸價和水分之變化。

1. 潤滑油品酸價試驗方法

1.1 設備需求與方法：

自動滴定儀，方法請參考 ASTM D664-11a Standard Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric Titration。

1.2 樣本需求與量測：

送檢廠商需準備足夠體積之兩組潤滑油品，其中一組為添加奈米耐磨耗潤滑油品 200ml，另一組為未添加奈米耐磨耗潤滑油品 200ml 作為測試對照組，依據 ASTM D664-11a 量測酸價總值變化。

1.3 檢測依據：

檢測上述之兩組潤滑油品，將電極放入待測潤滑油品中，利用化學藥劑(如 KOH)與潤滑油品攪拌反應，所測得出的中和每克油品酸性所添加之 KOH 重量(單位為 mg)，此數據就是潤滑油品的酸價值。添加奈米耐磨耗潤滑油品與未添加奈米耐磨耗潤滑油品，油品之酸值變化應小於 0.5mg KOH/g。

2. 潤滑油含水量試驗方法

2.1 設備需求與方法：

使用卡式水分儀依據 ASTM D6304 Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fisher Titration 來進行量測。

2.2 樣本需求與量測：

送檢廠商需準備足夠體積之兩組潤滑油品，其中一組為奈米耐磨耗潤滑油品添加劑的潤滑油品 200ml，另一組為未添加奈米耐磨耗潤滑油品 200ml 作為測試對照組，量測潤滑油品中之水分變化。

2.3 檢測依據：

添加奈米耐磨耗潤滑油品與未添加奈米耐磨耗潤滑油品，油品之水分變化應小於 $\leq 0.1\%$ 。