

团 体 标 准

T/CI 208—2023

液冷热管理材料高温稳定性及基材兼容性 测试方法

Test method for high-temperature stability and substrate compatibility of liquid
cooling thermal management materials

2023 - 12 - 04 发布

2023 - 12 - 04 实施

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 热管理材料高温稳定性及基材兼容性测试方法	1
4.1 概述	1
4.2 热管理材料高温稳定性测试方法	1
4.3 基材兼容性测试方法	3
5 热管理材料高温稳定性及基材兼容性判定	5
5.1 热管理材料高温稳定性判定	5
5.2 基材兼容性判定	5

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国科学院上海有机化学研究所提出。

本文件由中国国际科技促进会归口。

本文件起草单位：中国科学院上海有机化学研究所、北京化工大学、浙江巨化技术中心有限公司、阿里云计算有限公司、浙江音默森网能科技有限公司、东南大学、欧纷泰化工（上海）有限公司、三明市海斯福化工有限责任公司、浙江辉凯鼎瑞新材料有限公司、常熟市鸿嘉氟科技有限公司。

本文件主要起草人：张伟、张亮亮、张丽君、郑卫琴、王树华、周黎暘、钟杨帆、鲍处谨、张程宾、郑积林、雷志刚、陈建峰、叶鹏飞、龙泽云、林登高、胡政辉、宋明富、陆中晴、胡金波。

液冷热管理材料高温稳定性及基材兼容性测试方法

1 范围

本文件规定了数据中心液冷系统中液冷热管理材料（冷却液）的高温稳定性的测试方法，以及液冷系统中涉及到与液冷热管理材料接触的基材兼容性情况的测试方法。

本文件适用于数据中心液冷系统中液冷热管理材料的选取、使用、维护、测试等环节的技术指导。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 4945-2002 石油产品和润滑剂酸值和碱值测定法（颜色指示剂法）

GB/T 7304-2014 石油产品酸值的测定 电位滴定法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

液冷 liquid cooling

采用冷却液体带走发热器件热量的数据中心冷却技术。

注：适用于需提高计算能力、能源效率、部署密度等应用场景，分为接触式及非接触式两种。

3.2

热管理材料 thermal management materials

帮助数据中心发热器件提高散热效果的液体材料，即冷却液。

4 热管理材料高温稳定性及基材兼容性测试方法

4.1 概述

液冷热管理材料（冷却液）的高温稳定性及基材的兼容性决定了液冷热管理材料的使用寿命及液冷技术的可靠性。

在浸没式液冷环境下，液冷热管理材料长期接触空气、水分以及各种设备基材，可能会发生分解降解，其主要的表现在冷却液材料分子结构的变化、酸值的变化以及氟离子浓度的变化等。

所有浸没在液冷热管理液体材料中的基材（金属、有机材料、无机材料等）与冷却液接触，可能同时发生两种作用，一种是材料吸收液体，另一种是材料中的可溶性组分从材料中溶解析出。其最明显表现就是材料的质量或体积发生变化，即当吸收大于析出时，材料质量或体积增加；或者当析出大于吸收时，材料的质量或体积发生减小。

本方法的液冷热管理材料主要是指全氟醚类、全氟胺类以及全氟烃类等化合物，测试内容包括液冷热管理材料的高温稳定性情况的测试方法；以及浸没式液冷系统中涉及到与液冷热管理材料接触的基材兼容性情况的测试方法。

本方法通过在可控的试验条件下，通过高温加速老化试验法，测试液冷热管理材料的分子结构、酸值以及氟离子浓度变化，判断其高温稳定性。通过加热浸泡法，测量浸泡前后基材样品的质量变化和体积变化来判定冷却液对基材样品的兼容性。

4.2 热管理材料高温稳定性测试方法

4.2.1 方法简述

液冷热管理材料的高温稳定性评价判定采用高温加速老化试验法，在150℃高温、空气环境下，对材料进行模拟加速试验验证，测试材料的分子结构、酸值和氟离子变化情况。

4.2.2 试验条件

液冷热管理材料高温稳定性测试推荐的温度和时间如下表1：

表1 液冷热管理材料高温稳定性测试推荐的温度和时间

测试温度	测试时长
150℃	192小时

4.2.3 测试装置及仪器

4.2.3.1 回流冷凝加热装置

主要由烧瓶、冷凝管、温度计和加热器组成，用于液冷热管理材料的高温加热试验，装置示意图如图1。也可以采用水热反应釜和恒温烘箱装置。

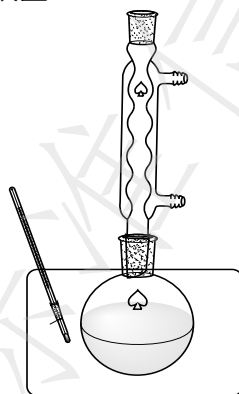


图1 回流冷凝加热装置示意图

4.2.3.2 核磁共振仪

用于液冷热管理材料分子结构的测定，分辨率宜为282MHz (^{19}F NMR) 以上。

4.2.3.3 电位滴定仪

用于液冷热管理材料中酸值的测定，宜采用i-Solvotrode Plug K智能电极，非水相。

4.2.3.4 离子色谱仪

用于液冷热管理材料中氟离子的测定，宜采用Dionex IonPac AS18 阴离子交换柱。

4.2.4 试验样品

液冷热管理材料：30mL。

4.2.5 高温加速老化试验步骤

在空气氛围下，量取液冷热管理液体材料测试样品，加入到回流冷凝加热装置的烧瓶中。将烧瓶放入油浴中，并加热至温度150℃（油浴温度），在此温度下保持192小时。或者将测试样品直接加入水热反应釜中并拧紧密封，之后，水热反应釜放入150℃的恒温烘箱，并保持此温度192小时。液冷热管理液体材料冷却至室温后，进行分子结构、酸值和氟离子的测定。

4.2.6 分析测试方法

4.2.6.1 分子结构测定

核磁共振法（氟谱¹⁹F-NMR）可以对含氟类材料进行定性及定量测定。在核磁管中加入待测液体样品（高温加热前、高温加热后的液冷热管理材料）（约1mL），以CFC1₃为外标（高场为负），放入核磁共振仪中测试。通过核磁共振图谱分析样品高温加速老化试验前、后，分子中的端基和主链结构情况，监测其它分解降解的杂质峰。

4.2.6.2 酸值测定

酸值 acid number（也称总酸值，TAN）：即滴定1g试样到终点时所需要的碱量，以mg KOH/g 表示。

测定高温加热后的液冷热管理材料酸值的方法采用GB/T 7304-2014或GB/T 4945-2002规定的方法，应注意对于含氟类液冷热管理材料，所用到的稀释溶剂应为含氟类溶剂，替代甲苯和异丙醇混合溶剂。

4.2.6.3 氟离子测定

4.2.6.3.1 液冷热管理材料在高温加速老化试验后，可能会发生极微量的分解降解，其主要降解产物是氟离子。因此，采用高灵敏度的检测氟离子含量的方法，可以表明材料本身的稳定性情况。离子色谱法是高效液相色谱的一种，其测定阴阳离子的灵敏度高。

4.2.6.3.2 样品处理：量取5mL的高温加热后液冷热管理材料样品于50mL塑料离心管中，加入超纯水5mL（体积比1:1），快速震荡3分钟，采用台式离心机进行离心萃取分离（离心力10000G），分液后获得水相（a1）。样品中再次加入5mL的超纯水，震荡，离心后，取出水相（a2）。样品中再次加入5mL的超纯水，震荡，离心后，取出水相（a3），合并上述三次分离获得的水相（a1、a2、a3），得到待测水相样品。经过试验验证，材料样品中的氟离子通过三次萃取分液后，能够完全转入水相样品中。

4.2.6.3.3 离子色谱仪参数设置：温度：25度；流速：1mL/min；进样量：25μL；检测器：电导检测器；运行时间：20分钟。

4.2.6.3.4 氟离子标准工作曲线：取氟离子标准液（1000ppm）用超纯水配置成0.1ppm、0.5ppm、1ppm、2ppm、3ppm浓度的氟离子标准溶液，分别进样，按照上述测试条件进行分析测定，绘制标准曲线。

4.2.6.3.5 测试流程：配置氟离子的标准曲线；打开仪器电源，按照操作手册执行至离子色谱仪稳定状态，稳定基线；按照上述的方法处理材料样品，得到待测水相样品；首先进样测试超纯水空白溶液中的氟离子浓度，然后测试水相样品中的氟离子浓度（水相样品的浓度应稀释在标准工作曲线范围内）。每个样品至少进行两次平行试样测试。

4.2.6.3.6 材料样品中氟离子的含量按照下列方式计算：

$$X = 3 \times (C_1 - C_0) \dots\dots\dots (1.)$$

式中：

X ——材料样品中氟离子的含量，单位为ppm；

C₁ ——三次萃取合并水相样品中氟离子的浓度，单位为ppm；

C₀ ——超纯水空白中氟离子的浓度，单位为ppm。

取两次平行样品测试结果的算术平均值作为样品中氟离子含量的测定结果，两次平行样品测试结果的绝对差值不超过0.06ppm。

4.3 基材兼容性测试方法

4.3.1 方法简述

液冷热管理材料（冷却液）对基材的兼容性情况评价采用加热浸泡测试法。加热浸泡法是在特定容器中盛有一定量的液冷热管理材料（液体），并将待测的基材样品浸泡其中，在特定的温度下保持一段时间让其充分反应。待浸泡结束后，测试并记录基材样品的质量变化、体积变化和微观形貌，判断是否满足使用要求。加热浸泡法可以初步快速判定基材材料浸泡在液冷热管理材料（液体）中的兼容性情况。针对有特殊功能要求的部件材料，可在此方法基础上，进一步验证其拉伸强度、硬度变化等功能指标。

4.3.2 试验条件

液冷热管理材料对基材兼容性测试推荐的温度和时间如下表2：

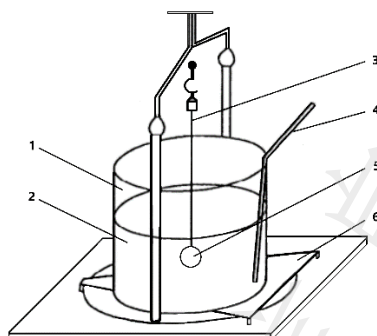
表2 液冷热管理材料高温稳定性测试推荐的温度和时间

基材材料类型	测试温度	测试时长
金属、有机高分子材料、无机非金属材料、其他复合材料等	80℃	96小时

4.3.3 测试装置及仪器

4.3.3.1 分析天平

精度为0.0001g，装有一根尼龙绳，托架上放置盛有蒸馏水的烧瓶，其结构如下图2：



标引序号说明：

- 1——烧杯；
- 2——水；
- 3——尼龙绳；
- 4——温度计；
- 5——试样；
- 6——支架。

图2 带有支架的静水天平装置

4.3.3.2 回流冷凝加热装置

主要由烧瓶、冷凝管、温度计和加热器组成，用于液冷热管理材料的高温加热试验，装置如图1。也可以采用水热反应釜和恒温烘箱装置。

4.3.4 测试样品

基材样品：取长方形基材样品，尺寸为 $(20\text{mm}\pm 1\text{mm}) \times (10\text{mm}\pm 1\text{mm}) \times (2\text{mm}\pm 0.2\text{mm})$ ，或者取圆形材料样品 $(\text{直径}20\text{mm}\pm 1\text{mm}) \times (2\text{mm}\pm 0.2\text{mm})$ 。

如果只有部件成品，则在成品上截取适当尺寸作为测试样品，需保证冷却液的体积至少是基材样品体积的15倍，且冷却液能完全浸没测试样品。

4.3.5 基材兼容性试验步骤

制作基材样品并做好标记，在空中称量试样的质量 (m_1) ，然后在此实验室温度下，采用静水天平装置，称量试样在蒸馏水中的质量 (m_2) ，并记录。

将材料样品在无水乙醇蘸洗干净，确保排除样品上的全部气泡。用滤纸或不起毛的纤维织物将样品擦干。（带孔隙易吸附液体的基材材料，清洗后在40℃烘箱或自然环境下晾干，建议隔30min将试样称量一次，直至连续两次称量之差小于1mg）。测试前对样品外观形貌等进行记录。有功能性要求的材料需测试浸泡前材料的性能，例如材料的硬度，粘度，拉伸强度等。

将基材样品和冷却液放入到回流冷凝加热装置的烧瓶中，进行加热浸泡试验，保持油浴温度80℃，并加热96小时。或者将基材样品和冷却液放入水热反应釜中并拧紧密封，之后，水热反应釜放入80℃的恒温烘箱，并保持此温度96小时。要求冷却液液体的体积至少是基材样品体积的15倍。

达到加热浸泡测试时间后，从容器中取出样品，将其放置在标准实验室室温下。观察外观并记录测试后的冷却液及基材样品。使用滤纸或抽真空等方式将测试样品表面上多余液体清除掉。在40℃烘箱中或恒温环境中干燥至恒重（即每隔60min将试样称量一次，直至连续2次称量之差小于1mg为止）。

在空中称量试样的质量 (m_3)，然后在此实验室温度下，采用静水天平装置，称量试样在蒸馏水中的质量 (m_4)，并记录。某些有功能性要求的部件（基材），浸泡后还需要考察其功能性指标，例如材料的硬度，粘度，拉伸强度等。

4.3.6 分析测试方法

根据上述测试步骤中记录的试样质量，计算基材的质量变化：

$$\Delta M = \frac{m_3 - m_1}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

计算基材的体积变化：

$$\Delta V = \frac{(m_3 - m_4) - (m_1 - m_2)}{m_1 - m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——样品在空气中的原始质量，单位为g；

m_2 ——样品在水中的原始质量，单位为g；

m_3 ——液体浸泡后样品在空气中的质量，单位为g；

m_4 ——液体浸泡后样品在水中的质量，单位为g。

5 热管理材料高温稳定性及基材兼容性判定

5.1 热管理材料高温稳定性判定

经上述高温加热试验及测试后，液冷热管理材料（冷却液）的高温稳定性推荐采用下述的测试指标进行判定，见表3：

表3 热管理材料高温稳定性判定

高温稳定性判定	分级	分子结构（核磁共振法）	酸值（mg KOH/g）	氟离子浓度（ppm）
通过	A类（优秀）	位移值、峰形无变化	≤ 0.04	≤ 1
	B类（良好）	位移值、峰形无变化	$0.04 < X \leq 0.08$	$1 < X \leq 5$
	C类（及格）	位移值、峰形无变化	$0.08 < X \leq 0.15$	$5 < X \leq 15$
不通过	D类（不合格）	位移值或峰形有变化	> 0.15	> 15

5.2 基材兼容性判定

经上述加热浸泡测试后，基材的兼容性推荐采用下述的测试指标进行判定，见表4。

表4 基材的兼容性判定

基材兼容性判定	分级	质量变化（绝对值%）	体积变化（绝对值%）	冷却液情况
兼容	A+ 级	≤ 0.5	≤ 0.5	澄清
	A- 级	$0.5 < X \leq 1.5$	$0.5 < X \leq 1.5$	澄清
	B 级	$1.5 < X \leq 2.5$	$1.5 < X \leq 2.5$	澄清或浑浊
兼容 宜谨慎选用	C 级	$2.5 < X \leq 5$	$2.5 < X \leq 5$	澄清或浑浊
不兼容	D 级	$X > 5$	$X > 5$	澄清或浑浊