**国标《白光LED用荧光粉量子效率测试方法》（送审稿）**

**编制说明**

一、工作简况

1.1立项目的及意义

以LED（Light Emitting Diode，发光二极管）为代表的半导体照明技术因其具有节能、环保、体积小、全固态、使用寿命长等优点，是继白炽灯、荧光灯、高强度气体放电灯之后的第四代光源。国际调研机构LED inside发布的《2017全球LED照明市场趋势》指出，2017年LED照明市场规模已经达到331亿美金。随着半导体照明应用层面的不断创新及新兴市场的崛起，LED市场将进一步扩大。

常见的LED照明获取方式多采用“芯片+荧光粉”的组合，因而荧光粉的性能在很大程度上决定了LED器件的出光效率和照明效果。量子效率是衡量荧光粉性能的最重要指标，能够直接体现荧光粉的质量。目前，国际上已就荧光粉量子效率的测试方法和测试意义达成一致，国际知名LED荧光粉及器件厂商和研究机构均已采用该指标。关于荧光粉量子效率的测定，国内起步虽然相对较晚，但发展速度很快，已经有相关厂商推出了测试设备。不过由于尚未就量子效率的测试标准和方法做出统一标准，其测试数据偏差值较大且公信力较差，因此急需通过与国际研发先进水平接轨，制定相关标准，明确量子效率的测试方法和标准，为提升白光LED用荧光粉的研发水平和产品质量，增强国际市场竞争力，推进我国相关产业的快速健康发展做出贡献。

1.2任务来源

根据稀土标委关于下达的11项稀土国家标准、14项稀土行业标准制修订计划的通知（稀土标委〔2018〕03号），《白光LED用荧光粉量子效率测试方法》国家标准制定计划正式下达，项目编号为20173581-T-469，完成年限为2019年。本标准制定任务由有研稀土新材料股份有限公司牵头起草，参与起草单位为厦门大学、天津东方科捷科技有限公司、广东稀有金属研究所、安徽芯瑞达电子科技有限公司、江门科恒实业股份有限公司和江苏博睿光电有限公司。

1.3起草单位

有研稀土新材料股份有限公司（简称有研稀土）是2001年由北京有色金属研究总院作为发起人，对稀土材料国家工程研究中心进行整体改制而设立的股份公司，是我国最早从事稀土研究开发的单位之一。60年来共取得400多项稀土科技成果，获得省部以上科技奖励159项，其中国家级39项；研究成果50%以上应用于工业生产，全世界生产的60%以上的稀土产品均采用有研稀土的技术，行业影响力不断提升。

近几年，公司利用新开发的技术成果开展科技成果转化27项，其中专利实施许可3项，对外技术转让15项，技术开发4项，技术服务5项，平均每年成果转化9项，向中铝广西有色稀土、甘肃稀土、江苏国盛、赣州天和、乐山有研等数家稀土骨干企业辐射，公司实现技术收入4055万元，同时带动相关企业建立多条高效、绿色、节能的生产线，促进了稀土行业技术进步，为我国稀土工业体系的建立和发展做出了重要贡献。

在稀土光功能材料领域，有研稀土有40余年稀土发光材料研究历史，主要从事高端白光LED荧光粉及其产业化开发。近年来，相继在具有自主知识产权白光LED用铝酸盐荧光粉、氮化物荧光粉常压高温氮化技术、高稳定性氟化物荧光粉可控制备技术等领域取得突破，连续两年获得“高工LED金球奖”，跻身全球知名白光LED荧光粉供应商行列。目前有研稀土已建成年产50吨LED荧光粉生产线，累计销售收入近2亿元，直接带动下游产业超过50亿元，国内中高端市场占有率约20%，铝酸盐系列荧光粉和氮化物红粉成功销往中国台湾和美国、韩国、日本等海外市场，所开发出的多种LED荧光粉打破了日美企业在中国市场的垄断，迫使国外产品价格下降50-90%，为LED荧光粉国产化及下游产业的发展做出重要贡献。

有研稀土拥有诸多一流的实验和分析检测设备，如用于试验和产业化的多台高性能的高温炉、隧道窑、气氛窑、氮化炉和正压炉等20余套，试验室还配备有HORIBA公司的FluoroMax-4 荧光分光光度计、杭州远方光电信息有限公司的HASS-2000光谱辐射分析系统、日本大塚电子photal光致发光量子产率测试仪、双85老化系统、PCT高温高压高湿老化系统、HORIBA LA-300激光粒度分析仪、日立扫描电镜、日本理学X射线衍射仪、X-荧光分析仪、O/N分析仪等先进仪器。

有研稀土白光LED用稀土发光材料研发团队负责人为刘荣辉博士，团队内有17名团队成员，其中8人具有博士学位、8人具有硕士学位、3人具有正高级职称、3人具有副高级职称，2人入选北京市西城区优秀人才。目前形成了2个高端稀土荧光粉产业化开发小组以及5个稀土发光材料基础研究小组。整个团队成员结构配置合理，拥有从理论指导、技术指导到研发执行等的标准梯队。团队成员稳定、分工明确，基础理论、技术开发和实践应用相互配合、互为补充、互补性强，同时科研及产业化经验可以得到很好的发展和继承，体现了一支优秀研发团队应有研究关联性和互补性。

依托以上团队和设施，有研稀土起草或参与制定了数项稀土发光材料国家及行业标准，如表1所示。

表1 有研稀土起草并参与制定的标准清单

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 性质 | 标准名称 | 编号 |
| 国家标准 | 白光LED灯用稀土黄色荧光粉试验方法  第1部分：光谱性能的测定 | GBT 23595.1-2009 |
| 国家标准 | 白光LED灯用稀土黄色荧光粉试验方法 第2部分：相对亮度的测定 | GB/T 23595.2-2009 |
| 国家标准 | 白光LED灯用稀土黄色荧光粉试验方法 第3部分：色品坐标的测定 | GB/T 23595.3-2009 |
| 国家标准 | 白光LED灯用稀土黄色荧光粉试验方法 第4部分：热稳定性的测定 | GB/T 23595.4-2009 |
| 国家标准 | LED用稀土氮化物红色荧光粉 | GB/T30075-2013 |
| 行业标准 | 半导体发光二极管用荧光粉 | SJ/T11397-2009 |

在量子效率测试标准方面，有研稀土牵头编制的半导体发光二极管用荧光粉（SJ/T11397-2009）行标中涉及到量子效率测试方法。为进一步完善我国LED用荧光粉量子效率测试标准，有研稀土于2012年在国内首家引进日本大塚电子photal光致发光量子产率测试仪，并先后与大塚电子、NIMS、杭州远方、中为光电等国内外量子效率设备制造企业，三菱化学、韩国LG、瑞丰电子、聚飞光电等国内外荧光粉制造和应用巨头以及北京大学、厦门大学等科研高校多次交流探讨，目前已形成一套业界普遍认可的LED用荧光粉量子效率测试方法。

1.4工作进度安排

根据任务落实会议精神，有研稀土组建了白光LED用荧光粉量子效率测试方法制定小组，主要由LED荧光粉生产部门、研发部、质管办、市场部等相关人员组成。具体时间安排如下：

（1）征求意见稿： 2019年 03 月 31 日

（2）预 审 稿： 2019年 04 月 20 日

（3）送 审 稿： 2019年 06 月 30 日

（4）审定会时间： 2019年 07 月 31 日

接到任务后，通过广泛调研、深入了解了目前市售和在用LED荧光粉的量子效率测试方法情况。走访了国内LED荧光粉主要研制和生产的科研院所和大型企业，根据目前行业认可的LED荧光粉量子效率方法，起草了白光LED用荧光粉量子效率测试方法标准(草案)，形成了标准征求意见稿。

二、编制原则和依据及标准主要内容

2.1 编制原则和依据

标准负责起草单位在任务落实会上广泛地征求了与会专家和代表的意见，确定了制定方案；确定了标准起草原则、主要内容框架和依据：

* 依据国家相关的法律、法规；
* 查询相关标准和收集国内外客户的相关技术要求，积极向相关国际标准、世界领头企业的技术标准要求靠拢，做到标准的先进性；
* 根据目前国内白光LED用荧光粉量子效率测试的具体情况，结合用户的要求及应用技术的发展趋势，力求做到标准的合理性、实用性，与时俱进；
* 按照GB/T 1.1，稀土标准和国家标准编写示例的要求进行格式和结构编写。

2.2 标准主要内容

本标准规定了白光LED用荧光粉量子效率的定义、测试方法及对测试设备的要求。本标准适用于白光LED用荧光粉外量子效率、内量子效率的定量测试。本标准适用于在LED芯片激发时发射400 nm-800 nm波段范围的荧光粉。

本标准按照国内外生产和科研实际需求，根据市售量子效率测试仪器的类别，规定了量子效率测试装备的关键组成、仪器维护、测试方法步骤以及最终量子效率数据处理。

三、主要技术内容说明

1 、主要技术指标确定的依据

根据目前我国市售量子效率测试装备的类别、关键组成、测试原理、测试方法步骤而制定了《白光LED用荧光粉量子效率测试方法》标准，其主要内容说明如下：

——提供了术语外量子效率、内量子效率、参比样、样品池、白色扩散板的定义。

——规定了量子效率测试装置组成。常见量子效率测试装备由光源系统、样品系统、检测系统和信号处理系统组成。其中光源系统由激发光源和激发单色仪组成，样品系统由积分球和样品池组成，检测系统由入射光学系统、分光镜、检测器（光电倍增光和CCD）、放大器等组成，信号处理系统是分离测试所需的信号，实现光信号于电信号之间转换，并将每个测量波长的光强度转换为光子数，执行数据处理。

——规定了量子效率测试装置仪器溯源验证、校准和维护和测试环境温、湿度。

——规定了量子效率测试方法、测试步骤、结果表述以及报告组成。其中测试步骤包括：

——制样

将适量参比样或者待测粉装入样品池中，用平面玻璃压平，使表面光洁、平整。并将盖玻片和盖帽盖于样品盘上。要求每次装入样品后，样品的发光测试面平整而且高度统一。

——激发光子数测试

将白色漫反射板或者参比样放入样品架上，用设定的激发光照射，测试获得激发源到达样品的总光量子数La和荧光波段的背景数据Ea。当使用白色漫反射板时需将相同的盖玻片盖在样品上，当使用样品池时，参比样和待测粉需用相同规格的样品池和盖帽。

——吸收和发射光子数测试

将待测样品盘放入样品架上，设定一定波长的光激发，点击测试获得所测样品的吸收后的激发光总量Lc以及荧光波段Ec的数据，随后计算获得外量子效率、内量子效率、吸收率等结果。

2 、标准讨论会、预审会和审定会

全国稀土标准化技术委员会于2018年1月14-15日在浙江桐乡召开了关于《白光LED用荧光粉量子效率测试方法》等国家标准的落实会，来自国内30余家稀土生产企业、科研院所共50名代表，对原来的碳酸铈标准需修订的方案进行了认真的讨论，确定了修订的进度。

2018年4月23-25日稀土标委组织召开了“2018年第三次稀土标准工作会议”，与会专家对《白光LED用荧光粉量子效率测试方法》国家标准修订提出以下建议：1）本标注起草要参照红粉标准中提及的量子效率，并与国外相关标准对标，2）仪器限定必须采用外量子效率测试仪，可列出常用仪器厂家（如滨松、大塚、东方科捷等），但不限于这些厂家，3）标准内容需包括仪器的规范性使用操作及步骤，4）溯源样品及其测试过程确定需要进一步商量达成共识。会后起草单位根据会议纪要，认真落实，对报批稿做了相应修改，形成征求意见稿。

2018年12月3-5日稀土标委组织召开了“2018年第四次稀土标准工作会议”。与会专家对《白光LED用荧光粉量子效率测试方法》国家标准修订提出以下建议：1）标准草案中引用了日本工业标准，牵头单位落实我国国标是否具有引用国外标准引用权限，2）标准中所使用的盖玻片等玻璃器皿，需要明确其材质，3）设备工作运行环境建议更改为25±2℃，4）关于测试方法的合理性，会议讨论决定以江门科恒制备的标准粉为测试粉，分发给相关参与单位测试，验证方法的合理性。会后起草单位根据会议纪要，认真落实，对报批稿做了相应修改，形成征求意见稿，并向相关企业单位和科研院所广泛征求意见，根据意见回函做了相应修改形成预审稿。

2019年05月29-31日在新疆乌鲁木齐市参加了由全国稀土标准技术委员会举办的“2019年第三次稀土标准工作会议”。稀土标委会副主任委员姚南红主任与宋冠禹工程师以及各位专家对《白光LED用荧光粉量子效率测试方法》预审稿进行了详细讨论，并对标准内容、格式等进行仔细审核并提出了6条修改意见：1）建议删掉4.2-4.4以及5.1内容，主体内容参考GB/T 20170.1-2006稀土金属及其化合物物理性测试方法稀土化合物粒度分布的测定标准修改；2）统一样品（试验样品）除YG-535、YG-560之外再补充三款包括边界粉在内产品，试验样品共计5款；3）统一样品由江苏博睿、厦门大学、有研稀土三家单位进行测试，并提供仪器设备产家型号，及其测量范围；4）重复限性按照不同量子效率值分阶梯分布列出；5）添加表头标题，附录内容标题改成A1、A1.1……。会后有研稀土根据会议要求，认真落实，对预审稿做了相应修改，形成送审稿。

四、标准水平分析

本标准与日本工业标准JIS R 1697-2015《用于白色发光二极管荧光粉的积分球内量子效率绝对测量方法》进行了对标，并根据目前我国市售白光LED用量子效率装备类别和常用测试方法而制定，属于我国第一项关于白光LED用荧光粉量子效率测试方法的国家标准。

五、与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性

量子效率是衡量荧光粉性能的最重要指标，能够直接体现荧光粉的质量水平。本标准制定不但为国内LED荧光粉生产企业和研制单位提供科学合理的量子效率测试方法标准，而且可以充分反映当前国内各荧光粉生产企业的技术水平，便于生产，宜于应用。另外，本标准也可为白光LED用荧光粉产品贸易提供仲裁的依据。

六、是否涉及专利及知识产权的说明

本文件制定过程中没有检索到专利和知识产权问题。

七、重大分歧意见的处理过程

本标准属于有色金属领域专业基础标准，编制组根据编写前确定的编制原则进行标准编制，在标准制定稿征求意见过程中未发生重大分歧意见。

八、作为强制性、推荐性国家标准的建议

建议本标准作为推荐性国家标准发布实施。

九、贯彻标准的要求和措施建议

制定后的标准颁布实施后，需要国家有关部门组织大力宣传和贯彻，主办各种形式的培训班，才能让荧光粉制造企业及相关贸易单位充分认识和理解本标准条款，进而加以应用。

十、废止现行有关标准的建议

本标准为我国第一项关于白光LED用荧光粉量子效率测试方法标准，无废止其他标准建议。

十一、其他应予以说明的事项

无其他应予以说明的事项。

十二、推广应用的预期效果

本标准明确了白光LED用荧光粉量子效率的测试方法和标准，将为提升我国白光LED用荧光粉的研发水平和产品质量，增强LED荧光粉国际市场竞争力，推进我国白光LED等相关产业的快速健康发展做出重要贡献。

此外，本标准制定将会带来技术进步的竞争局面，对国内LED荧光粉生产企业及相关行业的技术进步将产生积极的推动作用，对白光LED荧光粉产品的质量指标控制具有重要指导意义。另外，本标准制定还有利于规范我国白光LED用荧光粉的生产和销售，建立良性市场竞争环境，促进我国稀土发光材料档次和附加值的升级，增强国内稀土行业在全球的核心竞争力。

有研稀土新材料股份有限公司

二〇一九年八月二十日