**国标《白光LED用氮氧化物青粉》（审定稿）**

**编制说明**

一、工作简况

1.1立项目的及意义

我国《节能中长期专项规划》将“绿色照明工程”列入十大重点节能工程之一，白光LED照明技术经过十二五和十三五期间的飞速发展和广泛应用，为节能减排作出了突出贡献，同时，市场对白光LED光源性能要求，从最初单纯地追求“高显色、高亮度”转换兼顾考虑光源的安全健康、色彩还原度和饱和度、光谱连续性等性能参数的“高品质”，甚至追求类似太阳光的全光谱照明。高品质、全光谱照明已成为了世界范围内“健康绿色照明”的新趋势。

青色荧光粉是高品质、全光谱照明白光LED不可或缺的关键核心材料，它可以填补常规白光LED器件480nm-510nm波段光谱缺失，实现青光区域光谱连续，同时也是全光谱器件饱和蓝色还原能力和特殊显色指数R12的重要保障。纵观国内外白光LED应用市场，氮氧化物青粉（BaSi2O2N2:Eu2+）已在全光谱照明中得到规模化应用。随着全光谱照明加速渗透，下游产业对BaSi2O2N2:Eu2+需求迅速增加，预计2025年全球需求量将超过10吨。然而由于我国BaSi2O2N2:Eu2+标准尚未建立，导致市售产品色品坐标、亮度、粒度等性能悬殊，产品质量良莠不齐，给下游封装厂商带来极大困扰。

氮氧化物青粉作为新材料领域新产品，符合我国标准制定政策鼓励的范畴。质检总局、工信部、发改委等关于印发《新材料标准领航行动计划（2018-2020年）》的通知，研制新材料“领航”标准，要求推进高纯稀土金属和稀土化合物材料标准研制，促进我国稀土产业改造升级。国务院办公厅关于印发国家标准化体系建设发展规划（2016-2020年）的通知，着重健全战略性新兴产业标准体系，加大关键技术标准研制力度，完善钢铁、有色金属、石化、化工、建材、黄金、稀土等原材料工业标准，重点开展新型功能材料、先进结构材料和高性能复合材料等标准研制，积极开展前沿新材料领域标准预研，有效保障新材料推广应用，促进材料工业结构调整。

综上所述，氮氧化物青粉行业标准的制定，有助于指导和规范我国BaSi2O2N2:Eu2+青粉产品的生产和销售，加速推动我国半导体照明产业的快速健康发展；有助于完善我国关键战略型稀土材料标准体系建设，推动建设制造强国、质量强国。

1.2任务来源

根据稀土标委下达的2021年第一次、第二次全国稀土标准工作会议标准计划任务落实情况的通知（稀土标委〔2021〕24号），《白光LED用氮氧化物青粉》国家标准制定计划正式下达，项目编号为20210959-T-469，完成年限为2023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，参与起草单位为包头稀土研究院、广东晶科电子股份有限公司、佛山市国星光电股份有限公司、深圳斯迈德光电子有限公司、广东省科学院稀有金属研究所、有研稀土高技术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主发起人对稀土材料国家工程研究中心（简称稀土中心）进行整体改制而设立的股份公司。有研稀土及其前身稀土中心、稀土冶金研究所是我国最早从事稀土研究的单位之一。60年来，自主开发了500多项稀土冶炼、分离提纯、稀土金属及合金以及稀土磁、光、催化功能材料等工程化技术，研究成果50%以上应用于工业生产。获得省部以上科技奖励162项，其中国家级奖励40项；向国内外转让稀土冶金及材料先进技术70余项（170余次），为我国稀土工业体系的建立和发展做出了突出贡献。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。

在稀土光功能材料领域，有研稀土用有近50余年稀土发光材料研究历史，目前主要从事高端白光LED荧光粉及其产业化开发，近年来的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”，多次被评为国产LED荧光粉第一品牌，跻身全球知名白光LED荧光粉供应商。目前有研稀土已建设了年产70吨LED荧光粉生产线，累计生产销售LED荧光粉超过120吨、销售收入近3亿元，直接带动下游产业超过100亿元，国内中高端市场占有率约20%，所开发多种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。其中有研稀土铝酸盐系列荧光粉、氮化物红粉和氟化物红粉成功销往中国台湾和美国、韩国等海外市场。

有研稀土职工总数324人，其中科技人员150人，占职工总数的46.30%；大专以上学历科技人员126人，占职工总数的38.89％；院士2人，高级职称以上人员62人。其中，白光LED用稀土发光材料研发团队17名团队成员中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、5人具有副高级职称，2人次入选北京市西城区优秀人才。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。

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 |
| 国家标准 | 稀土长余辉荧光粉 | GB/T 24980-2020 |
| 国家标准 | 稀土长余辉荧光粉试验方法 第1部分 发射主峰和色品坐标的测定 | GB/T 24981.1-2020 |
| 国家标准 | 白光LED用石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉 | GB/T 24982-2020 |
| 国家标准 | 白光LED用荧光粉量子效率测试方法 | GB/T 39492-2020 |
| 行业标准 | 半导体发光二极管用荧光粉 | SJ/T11397-2009 |

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用氮氧化物青粉制定小组，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： 2021年10 月31日

（2）预 审 稿： 2022年03月31日

（3）送 审 稿： 2022年07月31日

（4）审定会时间： 2022年11月30日

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用氮氧化物青粉的具体情况，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

本标准规定了高品质全光谱白光LED用氮氧化物稀土荧光粉的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存及质量证明书。

本标准适用于经高温固相反应、以共沉淀法或燃烧法等液相法制得的氮氧化物稀土荧光粉，该荧光粉在405 nm～480 nm波长的光源激发下发出485nm～505nm青光，以此光与蓝光、绿光、红光、激发源形成白光，主要用于制备由紫光-近紫外LED芯片激发的全光谱白光LED发光器件。

三、主要技术内容说明

1 、主要技术指标确定的依据

根据目前我国市场流通白光LED用氮氧化物青粉产品实际情况制定了《白光LED用氮氧化物青粉》标准，其主要内容说明如下：

——提供了标准荧光粉、相对亮度、色品坐标、激发波长、发射峰值波长、热猝灭性、高温高湿测试、PCT测试和粒度分布的定义。

——规定了白光LED用氮氧化物青粉产品色品坐标、相对亮度、峰值波长等主要性能指标。

表2 白光LED用氮氧化物青粉主要性能指标

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 参考化学组成 | 色品坐标 | | 相对亮度Br/% | 发射峰值波长λem/nm | 密度g/cm3 |
| x | y |
| BaSi2O2N2:Eu2+ | 0.076～0.079 | 0.483～0.488 | ≥40 | 485～505 | 3.5～4.0 |
| (Ba,Sr)Si2O2N2:Eu2+ | 0.079～0.082 | 0.436～0.438 | ≥45 |

——明确了白光LED用氮氧化物青粉产品高温高湿测试、PCT测试、热猝灭性、pH值和电导率参考指标。

表3白光LED用氮氧化物青粉参考指标

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 高温高湿测试（85 ℃,85 %湿度，1000 h） | ∣ΔBd∣/% | ＜5.0 |
| ∣Δxd∣ | ＜0.0050 |
| ∣Δyd∣ | ＜0.0060 |
| PCT测试（121 ℃，100%湿度，2 atm，48 h） | ∣ΔBp∣/% | ＜5.0 |
| ∣Δxp∣ | ＜0.0050 |
| ∣Δyp∣ | ＜0.0050 |
| 热猝灭性(180 ℃，20 min) | ∣ΔBq∣/% | ＜30% |
| ∣Δxq∣ | ＜0.0200 |
| ∣Δyq∣ | ＜0.0800 |
| pH值 | | 7.0±1 |
| 电导率σ/μS/cm | | ＜15.0 |

——规定了色品坐标、相对亮度、发射峰值波长、热猝灭性、pH值、电导率试验方法。

——规定了高温高湿和PCT测定试验方法。

——规定了密度、中心粒度和粒度分布试验方法。

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2021年6月8-10日在杭州召开了2021年第二次稀土标准工作会，会上讨论了[4项稀土国家标准及外文版任务落实项目情况](http://www.cnsmq.com/uploadfile/2021/0518/20210518071709663.docx)和5项待预审稀土国家、行业标准项目情况，其中国标《白光LED用氮氧化物青粉》制定任务正式下达，计划号20210959-T-469。

有研稀土接到任务后，通过广泛调研、深入了解目前市售和在用白光LED用氮氧化物青粉产品情况。调研了氮氧化物青粉主要研制和生产的科研院所和大型企业，根据目前市场流通氮氧化物青粉产品实际现状，起草了《白光LED用氮氧化物青粉》(草案)，2021年10月形成了标准征求意见稿，2022年7月有研稀土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。

2022年7月25日至7月26日，2022年第五次稀土标准工作会议线上召开。根据安排，会议对《白光LED用氮氧化物蓝绿粉》（任务编号20210959-T-469）预审稿逐条进行了讨论，提出了具体的修改意见，主要包括将“白光LED用氮氧化物青粉”修改为“白光LED用氮氧化物蓝绿粉”等语言表述问题；针对PCT的测试条件可能无法表征该种荧光粉的信赖性，制定了补充对比实验计划；细化编制附录A中热衰减实验的说明，分类列支产品性能中的发射峰值波长。根据与会专家的意见，牵头起草单位制定了比对实验计划和实验报告，并于参与单位和稀土标准委员会进行了沟通，达成一致意见，预计2022年11月除完成审定稿。

2022年10月底，江门市科恒实业股份有限公司与江苏博睿光电有限公司、广东省科学院资源利用与稀土开发研究所和包头稀土研究院三家参与单位一同向牵头起草单位提交了资料性附录参数试验报告，有研稀土收集整理，根据试验报告测试结果，修订了附录参数指标，形成了审定稿。

四、标准水平分析

本标准制定将会带来技术进步的竞争局面，对国内生产企业及相关行业的技术进步将产生积极的推动作用；为白光LED用氮氧化物青粉产品贸易提供仲裁的依据；为白光LED用氮氧化物青粉的指标控制提供指导意义。到目前为止，尚未检索到国际上的关于《白光LED用氮氧化物青粉》的标准可以参照。

五、与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性

本标准制定可以充分反映当前国内各荧光粉生产企业的白光LED用氮氧化物青粉技术水平，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用氮氧化物稀土荧光粉标准，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用氮氧化物稀土荧光粉标准，有助于指导和规范我国BaSi2O2N2:Eu2+青粉产品的生产和销售，加速推动我国半导体照明产业的快速健康发展，为我国节能减排提供技术支撑；有助于完善我国关键战略型稀土材料标准体系建设，推动建设制造强国、质量强国。

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

二〇二二年十一月四日