
LED 用稀土荧光粉试验方法 第 4 部分：高温高湿性能的测定

编制说明（送审稿）

二零二四年九月二十日

国家标准

《LED 用稀土荧光粉试验方法 第 4 部分：高温高湿性能的测定》

编制说明（征求意见稿）

一、工作简况

1.1 任务背景

半导体照明（白光 LED）照明是目前主流照明光源，目前占据国内通用照明市场的 60% 以上。与三基色光源中荧光粉的密闭使用环境不同，白光 LED 光源中的芯片和荧光粉直接暴露在一定温度和湿度环境中，LED 器件寿命除受到自身运行发热外，还受到特殊高温条件和高湿环境中的水汽侵蚀综合作用的影响。因此，高温高湿老化成为白光 LED 器件的不可或缺的评价手段。在应用领域，荧光粉作为 LED 照明关键核心材料，高温高湿老化作为一种温和加速老化方式，已成为 LED 荧光粉的关键性能指标，已被众多荧光粉制造和应用企业所选用。因此，为指导和规范我国 LED 用稀土荧光粉产品的生产和销售，建立良性市场竞争环境，推进我国半导体照明产业的高质量发展。亟需制定关于白光 LED 用稀土荧光粉高温高湿测定国标方法。

LED 用稀土荧光粉高温高湿测定方法，符合我国标准制定政策鼓励的范畴。其中由中共中央、国务院印发《中华人民共和国国民经济和社会发展第十四个五年规划和 2035 年远景目标纲要》、《国家标准化发展纲要》中要求或者鼓励的稀土标准的完善和立项；由国家标准委、科技部等印发，《2022 年全国标准化工作要点》，《2022 年国家标准立项指南》，《“十四五”推动高质量发展的国家标准体系建设规划》等通知，提出推动高质量发展的国家标准体系基本建成，实现国家标准体系实现全域覆盖，国家标准体系结构更加优化，其中就包含稀土领域标准的建立和完善。

本测试国家标准的修订，有助于指导和规范我国 LED 用稀土荧光粉的生产及销售，加速推动我国半导体照明产业的快速健康发展。

1.2 任务来源

2022 年 11 月在厦门全国稀土标准项目论证会上，有研稀土新材料股份有限公司提出了国家标准《LED 用稀土荧光粉试验方法 第 4 部分：高温高湿性能的测定》的立项建议，此部分是针对现行《白光 LED 灯用稀土黄色荧光粉试验方法》国标 GBT 23595-2009 的修订标准，得到了稀土标准化委员会和稀土行业的广泛认可并进行了立项。根据全国稀

土标准化技术委员会 2022 年标准制修订工作安排，《LED 用稀土荧光粉试验方法 第 4 部分：高温高湿性能的测定》由全国稀土标准化技术委员会归口，有研稀土新材料股份有限公司（以下简称“有研稀土”）牵头起草。该项目计划编号为计划号 20231391-T-469，项目计划完成时间为 2025 年 4 月。

1.3 标准编制工作组单位简况

本文件的起草单位有有研稀土新材料股份有限公司、有研稀土高技术有限公司、江门市科恒实业股份有限公司、江苏博睿光电股份有限公司、江西理工大学、包头稀土新材料技术研发中心、包头稀土研究院。

其中有研稀土新材料股份有限公司、江门市科恒实业股份有限公司、江苏博睿光电股份有限公司分别提供部分样品，新材料股份有限公司同时负责统一样品的收集和分发，分析方法的试验研究，样品测试结果的收集和处理，标准文本、试验报告和编制说明的撰写、意见征集及文本修改。有研稀土高技术有限公司、江门市科恒实业股份有限公司、江苏博睿光电股份有限公司、江西理工大学、包头稀土新材料技术研发中心、包头稀土研究院负责对试验报告中的条件试验进行验证，提供精密度测试数据，并对标准文本提出修改意见。

(1) 有研稀土新材料股份有限公司

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。获得省部级以上科技奖励 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。

(2) 江苏博睿光电股份有限公司

江苏博睿光电股份有限公司专业从事新型光电材料的研究、开发和应用工作，是国内 LED 荧光粉领域的龙头企业，也是包括昕诺飞、欧司朗、三星等国际照明企业的荧光粉全球主要供应商之一和战略合作伙伴。公司紧跟半导体技术前沿发展，深度布局高性能稀土发光材料、界面连接材料、高导热陶瓷基板等领域，在第三代半导体封装材料领域，已形成科研开发、规模生产和专业化服务的完整体系。公司为国家重点专精特新小巨人企业、高新技术企业、苏南国家自主创新示范区“瞪羚企业”、江苏省最具成长性高科技企业，是江苏省企业知识产权管理标准化示范先进单位、南京市百强高新技术企业、南京市知识产权示范企业、江宁高新区纳税大户，属于工业稳增长和转型升级成效明显市内企业。

(3) 江西理工大学

江西理工大学分析测试中心是具有独立开展检测业务活动的分析测试机构，自 2003 年成立以来，已拥有总价值约 6,000 万元的先进大中型分析测试仪器，总面积约 2000 平方米，在成分与结构分析方面的仪器设备已基本配套，并于 2006 年通过资质认定(计量认定)，中心具有雄厚的师资力量与技术力量，是为学校教学、科研提供分析测试服务的公共大平台，也是分析测试技术、方法的研发中心和培养高层次人才的重要实验基地。同时它面向社会开放，积极为地方的科研、经济建设服务。

目前，中心拥有等离子体发射光谱仪、等离子体质谱仪、X 荧光光谱仪、场发射扫描电子显微镜、高分辨透射电子显微镜、多晶 X 射线衍射仪、X 射线光电子能谱仪、电子探针 X 射线显微分析仪、单晶衍射仪、热分析系统、激光共焦拉曼光谱、多功能材料物理特性测量系统等 40 余台各类大型分析仪器和试验装置。主要分析测试业务范围包括：无机物和有机物成份与结构分析、表面分析、微区形貌及成份分析、热分析和物性

测定分析以及未知物质和复杂体系的分离、鉴定等分析测试服务。

分析测试中心特别在稀土元素的检测方面，做了大量的工作。能够从开采、提取生产到冶炼，以及后面的稀土新材料，提供全面的检测服务。可以测定微量到超高纯 6N 的稀土元素产品的成分检测和稀土新材料的表面结构、微区分析和磁性能等的检测。特别是超高纯稀土元素的检测，是中心在稀土检测领域首次完成不需分离，直接测定。为稀土光学玻璃、荧光粉等新材料的开发研究，提供了支持。

(4) 江门市科恒实业股份有限公司

江门市科恒实业股份有限公司 1997 年开始涉足稀土发光材料行业，以公司为依托单位组建了“广东省稀土发光材料工程技术研究开发中心”，江门科恒是中国最大的从事稀土发光材料制造的国家级高新技术企业，产品涵盖三基色荧光粉，LED 荧光粉等，年产销稀土发光材料达到 1500 吨。江门科恒自创办之日起，始终专注于产品技术创新，并与多所高校展开产学研合作，多项科研成果通过产品鉴定，获得国家、省、市、区的各级奖励，部分产品列入国家火炬计划项目、星火计划项目。公司为灯用稀土荧光粉国家标准起草单位，生产的节能灯用稀土荧光粉产品为“广东省名牌产品”，公司商标为“广东省著名商标”。

(5) 有研稀土高技术有限公司

有研稀土高技术有限公司成立于 2014-04-17，主要经营有色金属材料的研发、生产、销售；稀土材料的研究、开发、生产、销售；稀土、有色金属的销售；电子元器件制造、销售；稀土全光谱类太阳光、特种 LED 光源系统产品研发生产、销售；与稀土相关材料、设备的研究、开发、生产、销售；稀土技术服务、技术开发、技术咨询、技术交流、技术转让、技术推广；进出口业务。

(6) 包头稀土研究院

包头稀土研究院（以下简称“稀土院”）于 1960 年按照聂荣臻副总理指示筹建，1963 年经国务院批准挂牌成立，直属原冶金工业部。1992 年并入包头钢铁稀土公司（现包钢集团公司），2007 年并入包钢稀土（现北方稀土），2020 年 4 月列入国务院国资委“科改示范”行动名单。

作为全国最大的综合性稀土研发机构，稀土院始终以稀土资源的综合开发、利用为宗旨，以稀土冶金、环境保护、新型稀土功能材料及在高新技术领域的应用及稀土产品

分析检测、稀土行业科技信息服务等为研究重点。建院以来，共承担“863 计划”“973 计划”等各级各类项目 2300 余项，获得包括国家发明一等奖、国家科技进步一等奖在内的省部级以上科技成果奖励 300 余项，获得国际、国内授权专利近 500 项，在稀土选矿、稀土冶金、环境保护、稀土功能材料及应用等领域的研究成果沿用至今。

稀土院建有国家科技部批复的“白云鄂博稀土资源研究与综合利用全国重点实验室”“稀土材料国际科技合作基地”和“北方稀土行业生产力促进中心”、国家工信部批复的“国家新材料测试评价平台——稀土行业中心”等国家级科研平台。建有稀土行业门户网站“中国稀土网”，负责《稀土》《稀土信息》和 China Rare Earth Information 等期刊的出版发行。下设资源与生态环境研究所、金属材料研究所、稀土功能材料研究所、磁性材料研究所 4 个科研主体和中试孵化基地，拥有包头市蒙稀磁业分公司、天津分院、杭州分院 3 个全资子公司，以技术转化方式参股瑞鑫公司、京瑞公司、烟台东星公司，布局参股了国瑞科创稀土功能材料有限公司和稀土新材料技术创新中心，形成了较为完善的稀土科技创新体系。

稀土院始终秉持“开放合作、互利共赢”的研发理念，与国内重点高校、科研院所企业以及美国、日本、德国、法国、英国、俄罗斯、意大利、韩国、蒙古、斯洛伐克等国的研究机构和重点企业进行了卓有成效的合作与交流。为“长征”系列运载火箭、“神舟”系列飞船、“中国探月工程”和“载人航天”等诸多国家重点工程研制生产了关键材料和器件，为我国稀土产业的发展和现代化国防建设做出了重要贡献。迈入新时代，稀土院将以争做两个“稀土基地”建设科技主力军，打造世界一流稀土科研院所为己任，为稀土产业高质量发展做出贡献！

(7) 包头稀土新材料技术研发中心

包头稀土新材料技术研发中心是包头市政府直属的公益一类事业单位，规格相当于正处级，主要职责为：

一、检验检测：负责国家稀土产品质量检验检测中心业务，开展检验检测技术研究，为企业与各创新平台提供从技术研发、质量控制、产品评价到回收利用的全生命周期检验检测技术服务支持。

二、科技研发：开展基础、共性、关键、前沿及未来产业技术研发，借助数字化等手段开展材料研发模式创新，为稀土企业科技创新活动提供技术服务支持。收集整理产业信息、分析研判产业发展趋势，为包头市稀土产业发展提供参考意见建议。

三、标准化研究：负责内蒙古自治区稀土标准化技术委员会运行工作，组织稀土地方、团体标准立项和技术审查，参与国家、行业技术标准制修订，推动稀土产业标准化与科技创新协同发展。

单位的目标定位是充分发挥自身科技研发、检验检测、标准化研究、成果转化等方面的服务能力，提供与企业需求高度契合的创新服务。以建设稀土产业技术创新公共服务平台、创建国内一流稀土产品检验检测中心、完善稀土技术标准体系为发展目标，把中心打造成支撑“两个稀土基地”建设的公共服务平台。

1.4 主要工作过程

有研稀土新材料股份有限公司接到该标准制订任务后，立即组织骨干人员成立了标准编制组，制定了该标准的研究内容、技术路线、任务分工和进度安排。

主要工作过程经历以下阶段：

1.4.1 起草阶段

(1) 任务落实

2024年1月全国稀土标准化技术委员会在珠海召开了2024年第一次稀土标准工作会议，会上对《LED用稀土荧光粉试验方法 第4部分：高温高湿性能的测定》进行了任务落实。确定了由有研稀土新材料股份有限公司负责《LED用稀土荧光粉试验方法 第4部分：高温高湿性能的测定》的起草工作，由有研稀土高技术有限公司、江门市科恒实业股份有限公司、江苏博睿光电股份有限公司、江西理工大学、包头稀土新材料技术研发中心、包头稀土研究院6家单位协助起草，同时确定了样品提供单位、制定计划、时间节点等事项，并形成了任务落实会的会议纪要。

(2) 样品收集及试验研究

根据目前市场应用情况，主流的LED商用稀土荧光粉主要为 Ce^{3+} 激活的铝酸盐黄粉/黄绿粉， Eu^{2+} 激活的氮化物红色荧光粉以及 Eu^{2+} 激活的硅酸盐绿粉，通过这三个体系的验证测试，能反映测试方法的准确性和适用性。其中，铝酸盐和氮化物体系的荧光粉在市场上用量最大，其能覆盖的波段范围也最广，因此，此两个体系，每个体系准备三个水平的样品。相对而言，硅酸盐的用量稍小，此次测试验证提供一个样品。

2024年2月-3月期间由牵头单位有研稀土新材料股份有限公司提供样品三个荧光粉体系共7个样品，送到其他参与单位，所有单位进行测试验证。

2024年6月各验证单位完成验证，本编制组汇总试验结果，经过数据整理分析，以及根据各家单位提供的意见进行修改形成标准文本征求意见稿和编制说明。

1.4.2 征求意见阶段

(1) 本编制组通过发函、在中国有色金属标准质量信息网上公开等形式对《LED 用稀土荧光粉试验方法 第 4 部分：高温高湿性能的测定》标准征求意见稿进行意见征询。

(2) 在标准意见征询阶段，本编制组面向国内主要的 LED 荧光粉生产厂家、用户、科研院所和第三方检测机构广泛征求意见。

1.4.3 预审阶段

2024 年 6 月 13 日在包头市召开稀土标准工作会议，会上对国家标准《LED 用稀土荧光粉试验方法 第 4 部分：高温高湿性能的测定》进行了预审，主审专家为梁超，会上专家讨论建议：

- (一) 增加引言部分，表述系列标准之间的关系。
- (二) 2 规范性引用文件中“GB/T 5838 荧光粉名词术语”修改为“GB/T 5838.1 荧光粉 第 1 部分：术语”
- (三) 2 规范性引用文件中，删除“GB/T 24982 白光 LED 用石榴石结构铝酸盐系列荧光粉”
- (四) 2 规范性引用文件中，删除“CIE-1931 标准色度观察者”
- (五) 3 术语和定义中 3.1，亮度变化改为光功率变化。
- (六) 3 术语和定义中增加色品坐标漂移的定义。
- (七) 5 仪器与装置 5.1 中增加对恒温恒湿试验烘箱的规定“最高工作温度不低于 85°C，最高工作湿度不低于 85%。”
- (八) 5 仪器与装置 5.2 中应规定天平的精确度。
- (九) 5 仪器与装置 5.2 中应规定烘箱的使用温度及精度。
- (十) 5 仪器与装置 5.3 中所规定的培养皿过小，可能存在荧光粉堆积导致受热、受潮不均的问题，改为 100×20 mm，使荧光粉平铺在培养皿中。
- (十一) 5 仪器与装置 5.5 中测试设备“高精度快速光谱辐射计”改为“光谱仪”。
- (十二) 6.2 测试中增加 6.2.1 将样品置于干燥器干燥处理，使样品为干燥无结块的粉末。
- (十三) 6.2 测试 6.2.2 中增加“样品平铺在 100×20 mm 培养皿(5.3)内，盖上罩网，盖上滤纸”

(十四) 6.2 测试 6.2.2 中修改烘干时间 48h 为 12h, 删去“每层放置不超过 9 个培养皿”。增加烘干后对结块样品处理的说明“取出样品, 并与原始样品同时置于烘箱中 60 °C 烘 12 h, 用 74-150 μ m 筛网过筛, 对于团聚的样品, 轻研磨至粉末完全过下筛网。”

(十五) 7 测试结果表述中改成光功率变化幅度, 并给出光功率变化幅度计算公式:

$$\Delta\Phi_h = \frac{\Phi_h - \Phi_0}{\Phi_0} \times 100\%.$$

(十六) 7 测试结果表述中增加: 色品坐标的漂移幅度 $\Delta du'v'$ 分别按公式(4)计算:

$$du'v' = \sqrt{\Delta x_h^2 + \Delta y_h^2}$$

(十七) 8 精密度的表 1 中的光功率、坐标变化、以及色品坐标漂移的值应按荧光粉的体系分类说明。

(十八) 应在文件中加入氮氧化物青粉的测试数据, 另外根据精密度数据的要求, 现有测试样品不够, 需要每个体系样品测试三个不同水平的样品。

1.4.4 重新试验验证

根据预审专家提出的建议, 虽然目前 Eu^{2+} 激活的氮氧化物青粉不如铝酸盐和氮化物在市场上用量大, 但每年使用量也在几百公斤的水平, 是目前实现全光谱 LED 照明不可或缺的部分, 预计未来随着全光谱 LED 的渗透, 氮氧化物青粉的市场用量会不断提升。为了测试方法的数据验证覆盖的更加全面, 本编制组对试验方案进行了修改, 经过再次和参与单位讨论制定了如下试验方案。

表 1 试验样品方案

体系	波段	产品	样品提供单位
$\text{Y}_3(\text{AlGa})_5\text{O}_{12}:\text{Ce}^{3+}$	515-560nm	A-1	有研稀土新材料股份有限公司
		A-2	
		A-3	
$(\text{Ca}, \text{Sr})\text{AlSiN}_3:\text{Eu}^{2+}$	594-648nm	R-1	有研稀土新材料股份有限公司
		R-2	
		R-3	
$(\text{Sr}, \text{Ba})\text{Si}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$	505-570nm	S-1	江门市科恒实业股份有限公司
		S-2	江苏博睿光电股份有限公司

		S-3	江门市科恒实业股份有限公司
BaSi ₂ O ₂ N ₂ :Eu ²⁺	485-505nm	N-1	江门市科恒实业股份有限公司
		N-2	有研稀土新材料股份有限公司

2024年6月牵头单位有研稀土新材料股份有限公司收集了包括铝酸盐、氮化物、硅酸盐、氮氧化物四个体系样品共11个样品，并进行分发寄送至各个参与单位进行高温高湿性能的测定，2024年9月所有单位精密度测试数据返回，2024年9月初由全国稀土标准化技术委员会秘书长以及所有单位参与的线上讨论会议，分析了精密度测试结果，形成了建议：

1、由于江西理工大学、包头稀土研究院、包头稀土新材料研发中心的测试设备与有研稀土、江苏博睿以及江门市科恒的远方光谱 HAAS2000 不同，仪器对测试结果影响很大，建议三家单位将处理前和处理后的样品寄给有研稀土、江苏博睿以及江门市科恒进行测试，一个样品测试5次，如果仪器之间的误差较大，可以在编制说明中备注测试主要以单色 LED 为激发光源的光谱辐射计为主。

会后根据建议补充部分修改了精密度试验方案，针对江西理工大学、包头稀土研究院、包头稀土新材料研发中心对铝酸盐 A 系列和氮化物 R 系列的样品进行重新测试。

1.4.4 审定阶段

二、标准编制原则

2.1 符合性

本文件严格按照 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》、GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行编制。并在准编制过程中考虑了已经颁布实施的多个 LED 荧光粉标准，如 GB/T 5838 荧光粉名词术语、GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定、GB/T 24982 白光 LED 用石榴石结构铝酸盐系列荧光粉、CIE-1931 标准色度观察者。

2.2 适用性和先进性

本文件是根据原 GB/T 23595.4-2009 的修订标准，在原标准 GB/T 23595.4-2009 测试原理基本不变的情况，综合考虑 LED 用荧光粉体系的扩展以及测试仪器的精度升级等，结合行业内专家和参与单位的意见和测试结果以及产品下游对 LED 用荧光粉的测试要求，修改了标准适用范围、仪器装备、测试步骤、相对亮度测定仪技术指标以及测试精

密度参数等内容，提高了本标准的适用性，能很好地满足行业对 LED 用稀土荧光粉的快速分析测试需求，提高了本标准的可操作性和测试准确性，标准达到了国家先进水平。

三、标准主要技术内容及编制依据

3.1 标准主要修订内容

本文件是 GB/T 23595《LED 用稀土荧光粉试验方法》的第 4 部分。

本文件代替 GB/T 23595.4-2009《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》，与 GB/T 23595.4-2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 修改了文件名称；
- b) 修改了文件适用范围，扩展了荧光粉激发波长范围、增加了湿度测试（详见第 1 部分，2009 年版的第 1 部分）；
- c) 增加了 2 规范性引用文件；
- d) 增加了 3 光功率和色品坐标的术语和定义，删除了亮度的术语定义；
- e) 修改了方法原理（测试条件由原来的规定温度下加热规定时间修改为 85℃ 温度和 85% 相对湿度的温度湿度测试，存储处理时间由 8h 改为 1000h，并增加烘干并处理为粉末状的步骤，详见第 4 部分，2009 版的第 2 部分）；
- f) 修改了仪器与装置，增加了恒温恒湿试验烘箱、删除了称量瓶，修改了激发光源技术指标，激发源波长由“460nm 准单色激发源”修改为“400-460 nm 之间的准单色激发源”。增加了色品坐标准确度和色品坐标重复性（详见第 5 部分，2009 版的第 3 部分）；
- g) 增加了光电探测器技术指标。（详见第 5 部分，2009 版的第 3 部分）
- g) 修改了测定步骤，增加了“使样品平铺在培养皿或者其他容器内，平铺厚度不大于 2mm，盖上罩网，并用滤纸覆盖”以及高温高湿条件。（详见第 6 部分，2009 版的第 4 部分）；
- h) 修改了测试结果表述（详见第 7 部分，2009 版的第 5 部分）；
- i) 修改了精密度，删除了相对允许差，增加了重复性和再现性数据。（详见第 8 部分，2009 版的第 6 部分）；
- j) 增加了测试报告要求（详见第 9 部分）。

3.2 编制依据

近年来，通用照明 LED 用稀土荧光粉发光综合性能持续提高，高显高光效照明和高品质广色域显示等细分应用领域不断发展，现有技术已从仅使用 440nm-480nm 蓝光 LED+

黄色荧光粉技术发展成为350nm-480nm紫外-蓝光LED+黄色/黄绿色/红色荧光粉，以及蓝光LED+绿色\红色荧光粉，形成了包括石榴石结构铝酸盐黄色/黄绿色荧光粉，氮化物红色荧光粉、硅酸盐绿色、黄色荧光粉以及/氮氧化物蓝青色荧光粉等超四大商用主流体系的 LED 荧光粉产品，牌号种类越来越丰富，产品批次稳定性和信赖性等综合质量要求越来越高。因此，面对丰富的 LED 用稀土荧光粉产品以及技术更迭，原以白光LED灯用稀土黄色荧光粉为适用对象的GB/T 23595-2009《白光LED灯用稀土黄色荧光粉试验方法》已不能满足现有LED用稀土荧光粉的通用测试要求，有必要建立符合现有技术的统一评价方法。

因此，本文件修改了标准名称，由原《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》修改为《LED 用稀土荧光粉试验方法第 4 部分:高温高湿性能的测定》，并扩宽了适用范围，由原来的 440nm-480nm 蓝光激发白光 LED 灯用稀土黄色荧光粉光谱性能的测定，扩宽为适用 350 nm~480 nm 紫外光到蓝光激发 LED 用稀土荧光粉光谱性能的测定。通过此修改，更能满足现有丰富体系产品和最新技术的测试需求。

原标准的热稳定性测试条件（180℃，8h）延续了三基色荧光粉的密闭使用条件，而白光 LED 光源中的芯片和荧光粉直接暴露在一定温度和湿度环境中，LED 器件寿命除受到自身运行发热外，还受到特殊高温条件和高湿环境中的水汽侵蚀综合作用的影响。因此，高温高湿性能成为白光 LED 器件的不可或缺的评价手段，根据调研，目前比较通用的方法为 85℃温度和 85%相对湿度存储 1000h，此测试条件更贴近白光 LED 灯珠及荧光粉的极端使用环境，可准确反应产品老化服役性能。

3.3 试验步骤

经过预审讨论以及专家建议，形成了详细的试验步骤，如下所示：

- 1、将样品置于干燥器干燥处理，使样品为干燥无结块的粉末。
- 2、用天平(5.2)称取样品，使样品平铺在培养皿或者其他容器内，平铺厚度不大于 2mm，盖上罩网，并用滤纸覆盖。
- 3、开启电源，在水箱中加入足量的去离子水，设定恒温恒湿试验箱(5.1)的温度和相对湿度为 85℃和 85% RH。恒温恒湿试验箱到达温度和相对湿度的设定值后，运行 0.5 h。
- 4、把样品（5.3）放在烘箱的不锈钢架上，在此条件下存储 1000 h。
- 5、取出样品，并与原始样品同时置于烘箱中 60℃烘 12 h，用 74-150 μ m 筛网过筛，对于团聚的样品，轻研磨至粉末完全过下筛网。

6、原始样品与试验样品冷却至室温，测定其色品坐标变化幅度、光功率变化幅度。

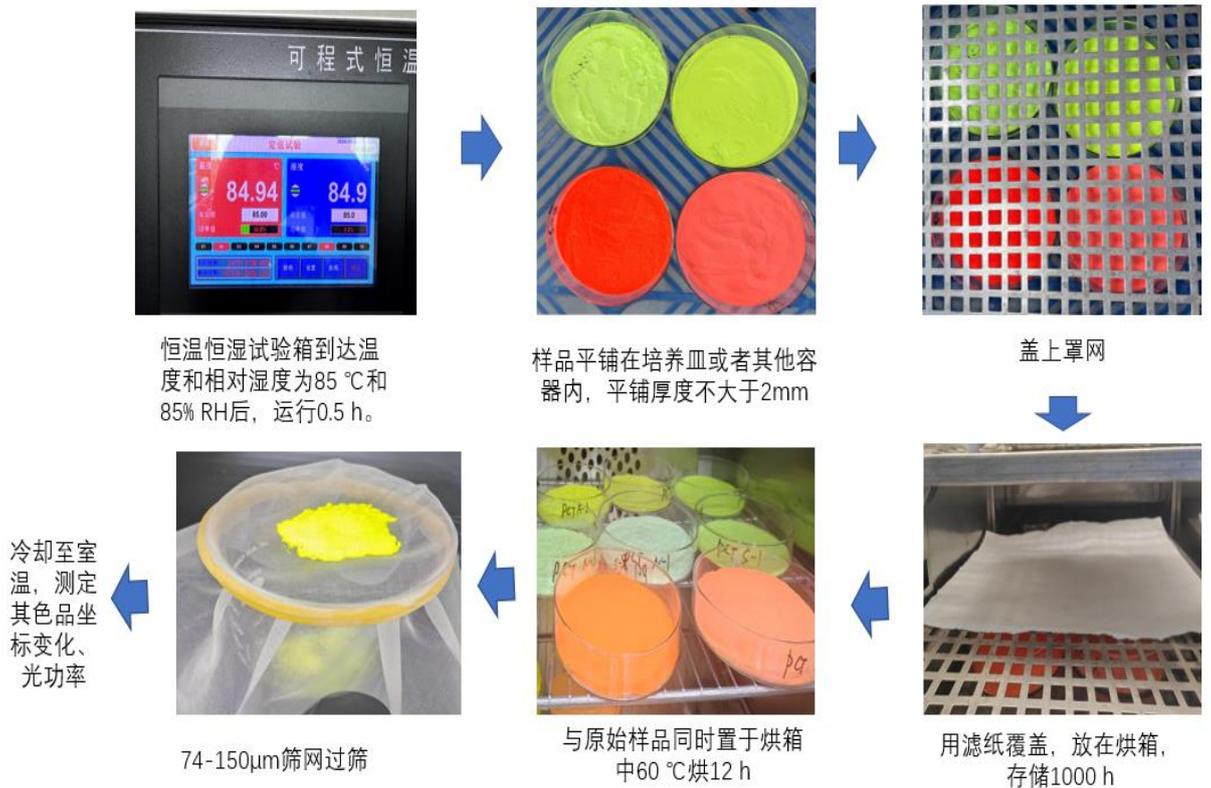


图 1 测试步骤示意图

3.4 精密度实验

3.4.1 精密度实验结果

将各实验室对各统一样品光功率变化幅度、色坐标 x 变化幅度、色坐标 y 变化幅度和色品坐标的漂移幅度 $du'v'$ 的测试结果平均值分别汇总于表 2~表 5 中。

表 2 各实验室剔除离群值后各样品光功率变化幅度 $\Delta\phi_h$ 的测试结果平均值（单位%）

	Y3(Al, Ga)5O12:Ce3+			(Ca, Sr)AlSiN3:Eu2+			(Sr, Ba)2SiO4:Eu2+			BaSi2O2N2:Eu2+	
	A-1	A-2	A-3	R-1	R-2	R-3	S-1	S-2	S-3	N-1	N-2
牵头单位	1.25	0.27	0.68	0.86	0.84	1.26	3.98	0.50	6.12	2.01	0.86
验证实验室 1	1.66	0.40	0.28	1.07	1.23	0.62	2.81	0.51	6.11	2.68	0.54
验证实验室 2	1.80	0.62	0.42	1.58	1.69	0.64	8.15	1.25	/	1.37	4.54
验证实验室 3	1.00	1.16	0.39	0.40	0.97	1.02	3.58	0.62	12.19	2.90	2.49
验证实验室 4	1.54	0.66	1.97	0.83	1.38	2.51	7.61	1.02	6.69	1.23	6.99
验证实验室 5	/	0.76	2.14	0.89	/	2.90	4.85	1.28	8.13	1.26	6.34
验证实验室 6	1.91	0.39	0.44	0.89	0.46	0.55	8.04	1.79	8.75	1.61	2.47
总平均值	1.45	0.65	0.98	0.94	1.22	1.49	5.16	0.86	7.85	1.91	3.62

表 3 各实验室剔除离群值后各样品色品坐标的变化幅度 Δx_h 的测试结果平均值

	Y3(Al, Ga)5O12:Ce3+			(Ca, Sr)AlSiN3:Eu2+			(Sr, Ba)2SiO4:Eu2+			BaSi2O2N2:Eu2+	
	A-1	A-2	A-3	R-1	R-2	R-3	S-1	S-2	S-3	N-1	N-2
牵头单位	0.00039	0.00039	0.00030	0.00039	0.00049	0.00025	0.00015	0.00042	0.00096	0.00060	0.00118
验证实验室 1	0.00035	0.00037	0.00015	0.00043	0.00059	0.00022	0.00026	0.00041	0.00090	0.00058	0.00118
验证实验室 2	0.00023	0.00025	0.00044	0.00082	0.00041	0.00028	0.00191	0.00042	0.00395	0.00152	0.00296
验证实验室 3	0.00040	0.00069	0.00028	0.00018	0.00014	0.00023	0.00160	0.00018	0.00334	0.00059	0.00039
验证实验室 4	0.00035	0.00031	0.00029	0.00033	0.00051	0.00050	0.00132	0.00032	0.00120	0.00118	0.00036
验证实验室 5	0.00042	0.00037	0.00033	0.00025	0.00021	0.00033	0.00138	0.00018	0.00125	0.00040	0.00028
验证实验室 6	0.00041	0.00034	0.00025	0.00028	0.00065	0.00065	0.00115	0.00052	0.00112	0.00087	0.00154
总平均值	0.00036	0.00040	0.00030	0.00040	0.00039	0.00030	0.00110	0.00032	0.00193	0.00081	0.00106

表 4 各实验室剔除离群值后各样品色品坐标的变化幅度 Δy_h 的测试结果平均值

	Y3(Al, Ga)5O12:Ce3+			(Ca, Sr)AlSiN3:Eu2+			(Sr, Ba)2SiO4:Eu2+			BaSi2O2N2:Eu2+	
	A-1	A-2	A-3	R-1	R-2	R-3	S-1	S-2	S-3	N-1	N-2
牵头单位	0.0009	0.0004	0.0002	0.0004	0.0005	0.0003	0.0004	0.0004	0.0003	0.0029	0.0038
验证实验室 1	0.0005	0.0002	0.0001	0.0003	0.0006	0.0002	0.0005	0.0007	0.0004	0.0022	0.0034
验证实验室 2	0.0007	0.0003	0.0007	0.0012	0.0003	0.0002	0.0007	0.0001	0.0007	0.0008	0.0013

验证实验室 3	0.0004	0.0005	0.0002	0.0001	0.0001	0.0002	0.0019	0.0003	0.0035	0.0053	0.0011
验证实验室 4	0.0011	0.0004	0.0002	0.0003	0.0008	0.0006	0.0022	0.0005	0.0011	0.0014	0.0020
验证实验室 5	0.0009	0.0002	0.0003	0.0002	0.0002	0.0003	0.0024	0.0002	0.0010	0.0010	0.0003
验证实验室 6	0.0007	0.0001	0.0001	0.0003	0.0007	0.0003	0.0016	0.0006	0.0006	0.0016	0.0016
总平均值	0.0007	0.0003	0.0003	0.0004	0.0004	0.0003	0.0014	0.0004	0.0012	0.0023	0.0020

表 5 各实验室剔除离群值后各样品色品坐标的漂移幅度 $du'v'$ 的测试结果平均值

	$Y_3(Al, Ga)_5O_{12}:Ce^{3+}$			$(Ca, Sr)AlSiN_3:Eu^{2+}$			$(Sr, Ba)_2SiO_4:Eu^{2+}$			$BaSi_2O_2N_2:Eu^{2+}$	
	A-1	A-2	A-3	R-1	R-2	R-3	S-1	S-2	S-3	N-1	N-2
牵头单位	0.00097	0.00055	0.00039	0.00056	0.00070	0.00037	0.00046	0.00062	0.00106	0.00300	0.00397
验证实验室 1	0.00063	0.00042	0.00023	0.00055	0.00084	0.00035	0.00051	0.00079	0.00104	0.00231	0.00358
验证实验室 2	0.00073	0.00042	0.00088	/	0.00053	0.00035	0.00205	0.00043	0.00401	0.00174	0.00326
验证实验室 3	0.00066	0.00089	0.00035	0.00029	0.00018	0.00033	0.00252	0.00039	0.00488	0.00504	0.00120
验证实验室 4	0.00116	0.00054	0.00030	0.00044	0.00082	0.00071	0.00269	0.00060	0.00166	0.00179	0.00166
验证实验室 5	0.00100	0.00046	0.00044	0.00031	0.00026	0.00044	0.00238	0.00030	0.00161	0.00115	0.00043
验证实验室 6	0.00089	0.00037	0.00031	0.00038	0.00092	0.00072	0.00201	0.00082	0.00131	0.00184	0.00224
总平均值	0.00086	0.00055	0.00043	0.00043	0.00056	0.00042	0.00177	0.00052	0.00238	0.00250	0.00235

3.4.2 重复性限和再现性限计算

表 6 光功率变化幅度 $\Delta\phi_h$

	A-1	A-2	A-3	R-1	R-2	R-3	S-1	S-2	S-3	N-1	N-2
T1	100.865	45.813	66.440	69.093	72.145	102.798	406.428	68.031	486.794	131.820	264.086
T2	157.574	33.821	102.989	72.650	89.186	201.879	2565.311	83.323	4232.754	270.140	1349.428
T3	63	75	70	74	66	74	74	67	60	72	74
T4	665	805	723	790	726	786	790	651	608	750	786
T5	17.613	11.129	23.674	12.234	24.002	24.802	137.940	12.038	93.592	63.512	111.638
Sr2	0.315	0.164	0.376	0.183	0.407	0.370	2.059	0.201	1.766	0.977	1.666
Sr	0.561	0.405	0.613	0.427	0.638	0.608	1.435	0.448	1.329	0.988	1.291
r	1.57	1.13	1.72	1.20	1.79	1.70	4.02	1.25	3.72	2.77	3.61
SL2	-0.105	0.076	0.631	0.111	0.151	0.897	5.065	0.228	5.468	0.372	6.264
SR2	0.210	0.239	1.007	0.294	0.558	1.267	7.124	0.428	7.234	1.350	7.930
SR	0.458	0.489	1.004	0.542	0.747	1.126	2.669	0.654	2.690	1.162	2.816
R	1.28	1.37	2.81	1.52	2.09	3.15	7.47	1.83	7.53	3.25	7.88

表 7 色品坐标的变化幅度 Δx_h

	A-1	A-2	A-3	R-1	R-2	R-3	S-1	S-2	S-3	N-1	N-2
T1	0.027100	0.029200	0.020089	0.022900	0.031500	0.025700	0.085200	0.026300	0.140000	0.061930	0.085300
T2	0.000010	0.000013	0.000006	0.000010	0.000016	0.000011	0.000124	0.000010	0.000360	0.000062	0.000157
T3	74	75	69	63	73	72	76	74	77	75	73
T4	786	805	699	609	767	744	845	786	847	843	767
T5	0.000003	0.000002	0.000002	0.000001	0.000003	0.000002	0.000003	0.000001	0.000013	0.000006	0.000005
Sr2	0.00000004	0.00000003	0.00000003	0.00000003	0.00000005	0.00000003	0.00000004	0.00000002	0.00000018	0.00000009	0.00000008
Sr	0.000206	0.000167	0.000185	0.000158	0.000217	0.000169	0.000207	0.000142	0.000425	0.000298	0.000276
r	0.00058	0.00047	0.00052	0.00044	0.00061	0.00047	0.00058	0.00040	0.00119	0.00084	0.00077
SL2	-0.0000000003	0.0000000181	0.0000000043	0.0000000249	0.0000000418	0.0000000246	0.0000004311	0.0000000141	0.0000015889	0.0000001547	0.0000009049
SR2	0.00000004	0.00000005	0.00000004	0.00000005	0.00000009	0.00000005	0.00000047	0.00000003	0.00000177	0.00000024	0.00000098
SR	0.000205	0.000215	0.000197	0.000224	0.000298	0.000230	0.000688	0.000185	0.001330	0.000494	0.000990
R	0.00058	0.00060	0.00055	0.00063	0.00083	0.00064	0.00193	0.00052	0.00372	0.00138	0.00277

表 8 色品坐标的变化幅度 Δy_h

	A-1	A-2	A-3	R-1	R-2	R-3	S-1	S-2	S-3	N-1	N-2
T1	0.054500	0.023400	0.019400	0.026800	0.034500	0.021700	0.095873	0.028600	0.083800	0.150500	0.127454
T2	0.000043	0.000008	0.000007	0.000017	0.000020	0.000008	0.000172	0.000014	0.000173	0.000483	0.000321
T3	75	76	75	74	77	73	70	74	77	69	66
T4	805	826	807	790	847	767	587	9256	847	697	648
T5	0.000012	0.000002	0.000002	0.000003	0.000005	0.000003	0.000056	0.000004	0.000013	0.000172	0.000041
Sr2	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000001	0.000000	0.000000	0.000003	0.000001
Sr	0.000420	0.000158	0.000151	0.000226	0.000261	0.000209	0.000940	0.000251	0.000435	0.001665	0.000838
r	0.00118	0.00044	0.00042	0.00063	0.00073	0.00059	0.00263	0.00070	0.00122	0.00466	0.00235
SL2	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000001	0.000000	0.000001	0.000002	0.000001
SR2	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000001	0.000000	0.000001	0.000005	0.000002
SR	0.000461	0.000206	0.000241	0.000396	0.000359	0.000245	0.001208	0.000139	0.001191	0.002264	0.001399
R	0.00129	0.00058	0.00067	0.00111	0.00101	0.00069	0.00338	0.00039	0.00333	0.00634	0.00392

表 9 色品坐标的变化幅度 $du'v'$

	A-1	A-2	A-3	R-1	R-2	R-3	S-1	S-2	S-3	N-1	N-2
T1	0.06232	0.03419	0.02790	0.02571	0.04683	0.03313	0.12465	0.04085	0.17113	0.15692	0.15187
T2	0.00005	0.00002	0.00001	0.00001	0.00003	0.00002	0.00028	0.00003	0.00054	0.00046	0.00046
T3	72	75	67	59	77	70	69	72	77	67	63
T4	744	805	557	597	847	708	691	746	847	657	488
T5	0.0000095	0.0000021	0.0000015	0.0000017	0.0000060	0.0000031	0.0000195	0.0000035	0.0000198	0.0003120	0.0000356
Sr2	0.0000001	0.0000000	0.0000000	0.0000000	0.0000001	0.0000000	0.0000003	0.0000001	0.0000003	0.0000052	0.0000006
Sr	0.0003826	0.0001757	0.0001555	0.0001773	0.0002915	0.0002215	0.0005615	0.0002286	0.0005318	0.0022803	0.0007969
r	0.00107	0.00049	0.00044	0.00050	0.00082	0.00062	0.00157	0.00064	0.00149	0.00638	0.00223
SL2	-0.00000002	0.00000010	0.00000004	0.00000001	0.00000000	0.00000003	0.00000081	0.00000003	0.00000239	0.00000106	0.00000169
SR2	0.0000001	0.0000001	0.0000001	0.0000000	0.0000001	0.0000001	0.0000011	0.0000001	0.0000027	0.0000063	0.0000023
SR	0.0003592	0.0003644	0.0002629	0.0002071	0.0002900	0.0002727	0.0010619	0.0002928	0.0016363	0.0025028	0.0015262
R	0.00101	0.00102	0.00074	0.00058	0.00081	0.00076	0.00297	0.00082	0.00458	0.00701	0.00427

四、标准水平分析

经检索，关于白光 LED 用稀土荧光粉的高温高湿测试方法，无国际标准。2021 年有研稀土牵头修订《白光 LED 用石榴石结构铝酸盐系列荧光粉》附录 B，提供了高温高湿测定的参照方法，但对其检出限和精密度等关键指标未做详细界定，亟需进一步规范、完善该测试方法，指导生产企业。该测试方法标准的确立有利于完善我国白光 LED 用荧光粉测试方法标准体系建设，有助于完善我国关键战略型稀土材料标准体系建设，对制造强国、质量强国的建设有重要的促进意义。

五、与国内有关现行法律、法规和强制性标准的关系

该标准符合国家有关法律、法规的要求，与现行国家强制性标准协调一致。

六、标准中涉及专利的知识产权分析

标准不涉及专利等知识产权。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

暂无。

八、贯彻标准的要求和措施建议

本标准归口单位为全国稀土标准化技术委员会，建议 LED 用荧光粉研发生产销售检测的相关企业和单位积极贯彻本标准的内容。

九、预期的经济和社会效益

本文件充分考虑了目前国内 LED 用稀土荧光粉生产研发应用和检测的实际技术水平。本文件颁布执行后，有助于指导和规范我国 LED 用稀土荧光粉的生产和销售，为下游 LED 封装企业提供一种更简便可靠的荧光粉信赖性检测方法手段，助力我国半导体照明产业的快速健康发展发挥着十分重要的作用。

十、其它需说明事项

无。

标准编制工作组

2024 年 9 月 20 日