



中华人民共和国国家标准

GB/T 23595-20XX
代替GB/T 23595.4-2009

LED用稀土荧光粉试验方法 第4部分：高温高湿性能的测定

Test method of rare earth phosphors for LED
Part 9: Determination of high temperature and high humidity property

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第一部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 23595-20xx《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）。

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。

本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

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

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2009 年首次发布为 GB/T 23595.4-2009。

——本次为第一次修订。

引言

原GB/T 23595-2009《白光LED灯用稀土黄色荧光粉试验方法》共分为6个部分：

- 第1部分：光谱性能的测定；
- 第2部分：相对亮度的测定；
- 第3部分：色品坐标的测定；
- 第4部分：热稳定性的测定；
- 第5部分：PH值的测定；
- 第6部分电导率的测定。

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蓝光LED+黄色荧光粉技术发展成为紫外-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。

本文件GB/T 23595-20xx名称修改为《LED用稀土荧光粉试验方法》，加上未修订的第5和第6部分，共分为8个部分

- 第1部分：相对光谱功率分布的测定；
- 第2部分：相对亮度的测定；
- 第3部分：色品坐标的测定；
- 第4部分：高温高湿性能的测定；
- 第5部分：PH值的测定；
- 第6部分：电导率的测定。
- 第7部分：热猝灭性能的测定；
- 第8部分：高压加速老化性能的测定。

其中，本文件是GB/T 23595-20xx《LED用稀土荧光粉试验方法》的第4部分，是GB/T 23595-2009《白光LED灯用稀土黄色荧光粉试验方法》的修订，代替GB/T 23595.1-2009《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》。

LED用稀土荧光粉试验方法

第 4 部分：高温高湿性能的测定

1 范围

本文件规定了350 nm~480 nm紫外光到蓝光激发LED用稀土荧光粉高温高湿性能的试验方法。

本文件适用于350 nm~480 nm紫外光到蓝光激发LED用稀土荧光粉高温高湿性能的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 20147.3-2023 色度学 第3部分：CIE三刺激值；

JIS Z8701-1999 颜色规格.CIE1931标准比色体系和CIE1964补充标准比色体系；

GB/T 5838.1 荧光粉 第1部分：术语；

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定；

JJF 1150-2006 光电探测器相对光谱响应度校准规范；

JJF 1605-2016 光照度计型式评价大纲。

3 术语和定义

GB/T 5838.1 确立的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

光(辐射)功率 radiant power

Φ_e

单位时间内通过某个特定面积的光线的辐射能量。

[来源：GB 3102.6-1993，JJF1032-2005有修改]

3.2

色品坐标 chromaticity coordinate

用来表征荧光粉被激发后发光颜色的一组参数，根据CIE-1931标准色度观察者规则计算获得。

3.3

高温高湿测试 high temperature and high humidity

荧光粉在85℃，85%相对湿度条件下存储1000h后性能的变化情况，主要是其色品坐标和亮度的变化情况。

3.4

色品坐标漂移 $du'v'$ chromaticity coordinate excursion

在 CIE 1931 坐标系中，以色品坐标与另一色品坐标的距离。

4 方法原理

将恒温恒湿试验烘箱的温度和相对湿度设置至 $85 \pm 1^\circ\text{C}$ 和 $85 \pm 2\%$ ，待温度和相对湿度达到设定值时，放入荧光粉样品，储存 1000h，随即取出，烘干并处理为粉末状。对恒温恒湿处理过的样品和未处理过的样品进行相对亮度、色品坐标的测定，用两者之间的绝对值来表示所试验的荧光粉的高温高湿稳定性。

5 仪器与装置

5.1 恒温恒湿试验烘箱：精度 $\pm 5^\circ\text{C}$ ， $\pm 2\%$ RH。最高工作温度不低于 85°C ，最高工作湿度不低于 85%。

5.2 天平精确至 0.1 g。

5.3 烘箱：最高工作温度不低于 105°C 。

5.4 光谱辐射仪：采用 400-460 nm 之间的准单色激发源、波长准确性 0.2 nm，重复性 0.1 nm，光谱范围 380 nm~780 nm。

5.5 光电探测器：探测器的光谱响应率符合国家一级照度探测器的要求。

6 测定步骤

6.1 仪器校正

参照仪器使用说明书进行仪器的校正。

6.2 测试

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。

6.2.2 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。

6.2.3 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°C 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。

6.2.4 把样品（5.3）放在烘箱的不锈钢架上，在此条件下存储 1000 h。

6.2.5 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 μm 筛网过筛，对于团聚的样品，轻研磨至粉末完全过下筛网。

6.2.6 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。

7 测试结果表述

7.1 光功率的变化幅度 $\Delta\phi_h$ 按公式（1）计算：

$$\Delta\phi_h = \frac{|\phi_h - \phi_0|}{\phi_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\Delta \Phi_h$ ——光功率变化幅度；

Φ_0 ——未处理过的样品的光功率；

Φ_h ——高温高湿处理样品的光功率；

以上平行测试三次，得到三个 $\Delta \Phi_h$ ，计算得到平均值。

7.2 色品坐标的变化幅度 Δx_h ， Δy_h 分别按公式(2)和(3)计算：

$$\Delta x_h = |x_h - x_0| \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\Delta y_h = |y_h - y_0| \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

Δx_h ， Δy_h ——色品坐标的变化幅度；

x_0 ， y_0 ——未处理过的样品的色品坐标；

x_h ， y_h ——高温高湿处理后的样品的色品坐标。

以上平行测试三次，得到三个 $du'v'$ ，计算得到平均值。

7.3 色品坐标的漂移幅度 $du'v'$ 分别按公式（4）计算：

$$du'v' = \sqrt{\Delta x_h^2 + \Delta y_h^2} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

Δx_h ， Δy_h ——色品坐标的变化幅度

以上平行测试三次，得到三个 $du'v'$ ，计算得到平均值。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限(r)按表1-3数据采用线性内插法或外延法求得。

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限(R)按表1-3数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 几类主要 LED 用稀土荧光粉光功率变化幅度 $\Delta \Phi_h$ 重复性限和再现性限

组分	水平	$\Delta \Phi_h$ 平均值 m	$\Delta \Phi_h$ 重复性限	$\Delta \Phi_h$ 再现性限
铝酸盐 $Y_3(Al, Ga)_5O_{12}:Ce^{3+}$	1	1.45	1.57	1.28
	2	0.65	1.13	1.37
	3	0.98	1.72	2.81

氮化物 (Ca, Sr)AlSiN ₃ :Eu ²⁺	1	0.94	1.20	1.52
	2	1.22	1.79	2.09
	3	1.49	1.70	3.15
硅酸盐 (Sr, Ba)Si ₂ O ₄ :Eu ²⁺	1	5.16	4.02	7.47
	2	0.86	1.25	1.83
	3	7.85	3.72	7.53
氮氧化物 BaSi ₂ O ₂ N ₂ :Eu ²⁺	1	1.91	2.77	3.25
	2	3.62	3.61	7.88

表 2 几类主要 LED 用稀土荧光粉光功率变化幅度 Δx_h 重复性限和再现性限

组分	水平	Δx_h 平均值 m	Δx_h 重复性限	Δx_h 再现性限
铝酸盐 Y ₃ (Al, Ga) ₅ O ₁₂ :Ce ³⁺	1	0.00036	0.00058	0.00058
	2	0.00040	0.00047	0.00060
	3	0.00030	0.00052	0.00055
氮化物 (Ca, Sr)AlSiN ₃ :Eu ²⁺	1	0.00040	0.00044	0.00063
	2	0.00039	0.00061	0.00083
	3	0.00030	0.00047	0.00064
硅酸盐 (Sr, Ba)Si ₂ O ₄ :Eu ²⁺	1	0.00110	0.00058	0.00193
	2	0.00032	0.00040	0.00052
	3	0.00193	0.00119	0.00372
氮氧化物 BaSi ₂ O ₂ N ₂ :Eu ²⁺	1	0.00081	0.00084	0.00138
	2	0.00106	0.00077	0.00277

表 3 几类主要 LED 用稀土荧光粉光功率变化幅度 Δy_h 重复性限和再现性限

组分	水平	Δy_h 平均值 m	Δy_h 重复性限	Δy_h 再现性限
铝酸盐	1	0.00073	0.00118	0.00129

Y ₃ (Al, Ga) ₅ O ₁₂ :Ce ³⁺	2	0.00034	0.00044	0.00058
	3	0.00027	0.00042	0.00067
氮化物 (Ca, Sr)AlSiN ₃ :Eu ²⁺	1	0.00042	0.00063	0.00111
	2	0.00041	0.00073	0.00101
	3	0.00030	0.00059	0.00069
硅酸盐 (Sr, Ba)Si ₂ O ₄ :Eu ²⁺	1	0.00135	0.00263	0.00338
	2	0.00036	0.00070	0.00039
	3	0.00117	0.00122	0.00333
氮氧化物 BaSi ₂ O ₂ N ₂ :Eu ²⁺	1	0.00227	0.00466	0.00634
	2	0.00198	0.00235	0.00392

表 4 几类主要 LED 用稀土荧光粉光功率变化幅度 $du'v'$ 重复性限和再现性限

组分	水平	$du'v'$ 平均值 m	$du'v'$ 重复性限	$du'v'$ 再现性限
铝酸盐 Y ₃ (Al, Ga) ₅ O ₁₂ :Ce ³⁺	1	0.00086	0.00107	0.00101
	2	0.00055	0.00049	0.00102
	3	0.00043	0.00044	0.00074
氮化物 (Ca, Sr)AlSiN ₃ :Eu ²⁺	1	0.00043	0.00050	0.00058
	2	0.00056	0.00082	0.00081
	3	0.00042	0.00062	0.00076
硅酸盐 (Sr, Ba)Si ₂ O ₄ :Eu ²⁺	1	0.00177	0.00157	0.00297
	2	0.00052	0.00064	0.00082
	3	0.00238	0.00149	0.00458
氮氧化物 BaSi ₂ O ₂ N ₂ :Eu ²⁺	1	0.00250	0.00638	0.00701
	2	0.00235	0.00223	0.00427

9 测试报告要求

测试报告内容包括：

a) 测试日期和测试人员；

- b) 样品名称;
 - c) 测试设备、型号及激发源波段;
 - d) 测试环境温度和湿度。
-

