



中华人民共和国国家标准

GB/T 23595-20XX

LED用稀土荧光粉试验方法 第 8 部分：高压加速老化性能的测定

Test method of rare earth phosphors for white LED
Part 8: Determination of pressure cooker test 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。

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、江门市科恒实业股份有限公司、江苏博睿光电有限公司、有研稀土高技术有限公司、江西理工大学、包头稀土新材料技术研发中心。

本文件主要起草人：

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《LED用稀土荧光粉试验方法》的第8部分：高压加速老化性能的测定。，属于首次制定。

LED用稀土荧光粉试验方法

第 8 部分：高压加速老化性能的测定

1 范围

本文件规定了350 nm~480 nm紫外光到蓝光激发LED用稀土荧光粉高压加速老化寿命的试验方法。

本文件适用于350 nm~480 nm紫外光到蓝光激发LED用稀土荧光粉高压加速老化寿命的测定。

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 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

3 术语和定义

GB/T 5838 确立的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

光功率 Φ_e Radiant power

单位时间内通过某个特定面积的光线的功率。

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

高压加速老化寿命测试 pressure cooker test

荧光粉在 121 °C，100%相对湿度，0.2Mpa 极端条件下存储 48 h 性能的变化情况，主要是其光功率和色品坐标的变化情况。

注：本文件中包含光功率变化幅度 $\Delta \Phi_h$ ，以及色品坐标的变化值 Δx_h 、 Δy_h 。

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

在压加速老化试验箱中放入荧光粉样品，将温度、相对湿度、箱内压强设置至规定值，待温度、相对湿度、压强达到设定值时，开始记录时间，存储至 48h，随即取出，烘干并处理为粉末状。对未处理过的样品和高压加速老化处理过的样品进行相对亮度、色品坐标的测定，用两者之间差异的绝对值来表示所试验的荧光粉的高压加速老化寿命。

5 仪器与装置

5.1 高压加速老化寿命试验箱：精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 、 $\pm 2\%\text{RH}$ 。最高工作温度不低于 121°C ，最高工作湿度不低于 100%。

5.2 天平：精度 0.1 g。

5.3 烘箱：最高工作温度不低于 60°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，相对亮度准确度 $\pm 1\%$ 。

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 开启高压加速老化寿命试验箱电源，系统预热 15 min，注入足量的去离子水，水面与标线齐平。

6.2.4 把样品放在高压加速老化试验箱(5.1)的不锈钢架上，设定温度为 121°C ，相对湿度为 100%，压力为 0.2Mpa，点击运行，达到在此条件后存储 48 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 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：

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

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

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：

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

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	1.292	2.918	5.033
	2	0.835	2.175	3.109
	3	1.977	3.204	4.085

氮化物 (Ca, Sr)AlSiN ₃ :Eu ²⁺	1	1.738	7.527	9.335
	2	0.848	2.171	3.248
	3	1.703	5.169	6.097
硅酸盐 (Sr, Ba)Si ₂ O ₄ :Eu ²⁺	1	4.806	5.705	7.639
	2	1.904	3.370	5.441
	3	3.623	7.574	10.239
氮氧化物 BaSi ₂ O ₂ N ₂ :Eu ²⁺	1	2.444	6.434	7.362
	2	1.889	5.565	6.511

表 2 几类主要 LED 用稀土荧光粉色品坐标变化幅度 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	0.00020	0.00038	0.00044
	2	0.00024	0.00044	0.00046
	3	0.00084	0.00109	0.00118
氮化物 (Ca, Sr)AlSiN ₃ :Eu ²⁺	1	0.00038	0.00132	0.00131
	2	0.00035	0.00070	0.00077
	3	0.00048	0.00103	0.00126
硅酸盐 (Sr, Ba)Si ₂ O ₄ :Eu ²⁺	1	0.00077	0.00056	0.00075
	2	0.00020	0.00036	0.00038
	3	0.00073	0.00174	0.00271
氮氧化物 BaSi ₂ O ₂ N ₂ :Eu ²⁺	1	0.00043	0.00083	0.00094
	2	0.00108	0.00111	0.00253

表 3 几类主要 LED 用稀土荧光粉色品坐标变化幅度 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	0.00048	0.00108	0.00112

Y ₃ (Al, Ga) ₅ O ₁₂ :Ce ³⁺	2	0.00029	0.00055	0.00062
	3	0.00051	0.00056	0.00070
氮化物 (Ca, Sr)AlSiN ₃ :Eu ²⁺	1	0.00024	0.00041	0.00040
	2	0.00035	0.00070	0.00071
	3	0.00043	0.00102	0.00127
硅酸盐 (Sr, Ba)Si ₂ O ₄ :Eu ²⁺	1	0.00116	0.00235	0.00255
	2	0.00086	0.00122	0.00161
	3	0.00042	0.00084	0.00099
氮氧化物 BaSi ₂ O ₂ N ₂ :Eu ²⁺	1	0.00149	0.00368	0.00514
	2	0.00369	0.00457	0.01149

表 4 几类主要 LED 用稀土荧光粉色品坐标漂移变化幅度 $du'v'$ 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	0.00056	0.00100	0.00113
	2	0.00041	0.00052	0.00060
	3	0.00100	0.00114	0.00132
氮化物 (Ca, Sr)AlSiN ₃ :Eu ²⁺	1	0.00044	0.00101	0.00108
	2	0.00050	0.00095	0.00105
	3	0.00065	0.00141	0.00177
硅酸盐 (Sr, Ba)Si ₂ O ₄ :Eu ²⁺	1	0.00147	0.00199	0.00238
	2	0.00091	0.00115	0.00167
	3	0.00092	0.00165	0.00266
氮氧化物 BaSi ₂ O ₂ N ₂ :Eu ²⁺	1	0.00164	0.00373	0.00522
	2	0.00395	0.00416	0.01148

9 测试报告要求

9.1 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。
-

