

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

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 8 部分：高压加速老化性能的测定》

编制说明（征求意见稿）

一、工作简况

1.1 任务背景

白光 LED 作为新一代照明光源，具有节能、高效、寿命长、抗震、体积小、响应速度快等优点，2021 年在通用照明和液晶显示等领域的市占率分别超过 60%和 80%，为我国双碳战略做出重要贡献。LED 荧光粉作为白光 LED 光源配套核心材料，直接决定了其发光效率、显色性和使用寿命等关键指标。随着照明技术发展和生活品质要求，高显色性的健康 LED 光源成为主流发展趋势，这对荧光粉在 LED 器件长时间使用过程中的光色稳定性更高的要求。LED 芯片寿命通常超过 5 万小时，通常需要采用高温、高温高湿等加速老化实验方法对荧光粉进行加速老化，老化时间一般在 1000、2000 甚至 5000 小时以上，并要求荧光粉在长时间的高温、高温高湿等条件下的拥有较小的发光亮度衰减和色坐标漂移。这种加速老化方式同样存在时效长进而影响产品迭代速度等问题。

随着白光 LED 荧光粉应用评价技术的不断完善，以及高压加速老化寿命实验（是测试材料耐温耐湿气能力，将待测品放置于特定温度、湿度与压力环境下经过一定时间加速老化）的成熟与普及，其具有的评价速度快、成本低等特点；与普通高温高湿数千小时的长时间老化相比，该中压力下的测试可在数十个甚至数个小时的短时间内初步判定荧光粉耐温耐湿性能，已经成为行业内 LED 荧光粉出厂的必检项目，并逐渐被业内龙头企业用于初步判评 LED 荧光粉老化性能的快速检测手段。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 用稀土荧光粉高压加速老化寿命的国标方法。

白光 LED 用稀土荧光粉高压加速老化寿命测定方法，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。

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 8 部分 高压加速老化寿命的测定》的立项建议，此部分首次制定标

准，得到了稀土标准化委员会和稀土行业的广泛并进行了立项。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 8 部分 高压加速老化寿命的测定》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 20231404-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。

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样品，有研稀土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，有研稀土拥有近 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成立于 1994 年，是一家专业从事锂离子电池正极材料、智能装备和稀土功能材料研发、生产、制造的国家级高新技术企业，产品广泛应用于新能源汽车、便携式通讯、电子产品、照明及催化剂等行业领域。目前拥有二十多家全资子公司及参控股公司，江门、清远、深圳、珠海四大生产基地。1997 年涉足稀土发光材料，产品覆盖三基色稀土荧光粉，LED 用稀土荧光粉，曾获国家火炬计划项目（全光谱新型稀土发光材料）、国家重点新产品计划项目 3 项（液晶显示器背光源冷阴极发光材料、白光 LED 稀土发光材料 3820K、全光谱新型稀土发光材料 5000K）、广东省部产学研合作专项（稀土光功能材料科技创新平台）、广东省重大科技专项（高光效、环境友好新型稀土发光材料制备关键技术研究及产业化）等 20 余项国家级、省级专项支持。

(3) 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。

(4) 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 年 4 月 17 日，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。

(5) 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 余台的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。

(6) 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 8 部分：高压加速老化寿命的测定》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 5 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 8 部分：高压加速老化寿命的测定》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) 标题中寿命是时间的概率,因此这种定义方式概念容易造成混淆,建议修改标准名称为“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”。

(三) 2 中引用的文件名称改为 GB/T 5838.1 荧光粉:术语。

(四) 2 中删去对国标 GB/T24982 的引用。

(五) 2 中删除“CIE-1931 标准色度观察者”。

(六) 3 术语和定义中 3.1, 亮度变化改为光功率变化并增加附录说明。

(七) 3 术语和定义中增加色品坐标漂移的定义。

(八) 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℃, 最高工作湿度不低于 85%。”, 修改单位 atm 为 MPa。

(九) 5 仪器与装置 5.2 中应规定天平的精确度。

(十) 5 仪器与装置 5.2 中应规定烘箱的使用温度及精度。

(十一) 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。

(十二) 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”。

(十三) 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。

(十四) 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”

(十五) 6.2 测试 6.2.2 中删去“每层放置不超过 8 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℃烘 12 h, 用 74-150μm 筛网过筛, 对于团聚的样品, 轻研磨至粉末完全过下筛网。”

(十六) 7 测试结果表述中改成光功率变化幅度, 并在测试结果表述中增加: 光功率变化幅度的计算。

(十七) 7 测试结果表述中增加: 色品坐标的漂移幅度的计算。

(十八) 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。

(十九) 应在文件中加入青粉的测试数据。

会议建议编制组做好任务分工, 尽快完成数据补充和修改。

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
$\text{BaSi}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}^{2+}$	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、硅酸盐和氮氧化物四个体系样品共 11 个，并进行分发寄送至各个参与单位进行高压加速老化性能的测定，2024 年 9 月所有单位精密度测试数据返回，2024 年 9 月初召集所有单位参与的线上讨论会议，分析了精密度测试结果，会后根据各参与单位对精密度试验方案草案的意见和建议补充部分修改了精密度试验方案。2024 年 9 月中旬各验证单位完成验证，本编制组汇总试验结果并形成标准文本征求意见稿和编制说明。

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

经检索，关于白光 LED 用稀土荧光粉的 PCT 测试方法，无国际标准。2021 年有研稀土牵头修订的《白光 LED 用石榴石结构铝酸盐系列荧光粉》附录 C，提供了高压加速老化性能测试方法测定的参照方法，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。该方法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。

三、标准编制依据及主要技术内容

3.1 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 用稀土荧光粉的信赖性测试要求，

因此，本文件作为《LED 用稀土荧光粉试验方法》新增的第 8 部分，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性能的测定，根据市场调研，各个厂家给出的试验条件，规定了温度为 121℃，相对湿度为 100%，压力为 0.2Mpa 下存储 48 h 的试验参数，更能真实快速反馈荧光粉信赖性。

3.2 仪器与装置

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℃，最高工作湿度不低于 100%。

2 天平：精度 0.1 g。

3 烘箱：最高工作温度不低于 60℃。

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 $\pm 1\%$ 。

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。
- 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℃，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。
- 5 取出样品，并与原始样品同时置于烘箱中 60℃烘 12 h，用 74-150μm 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。

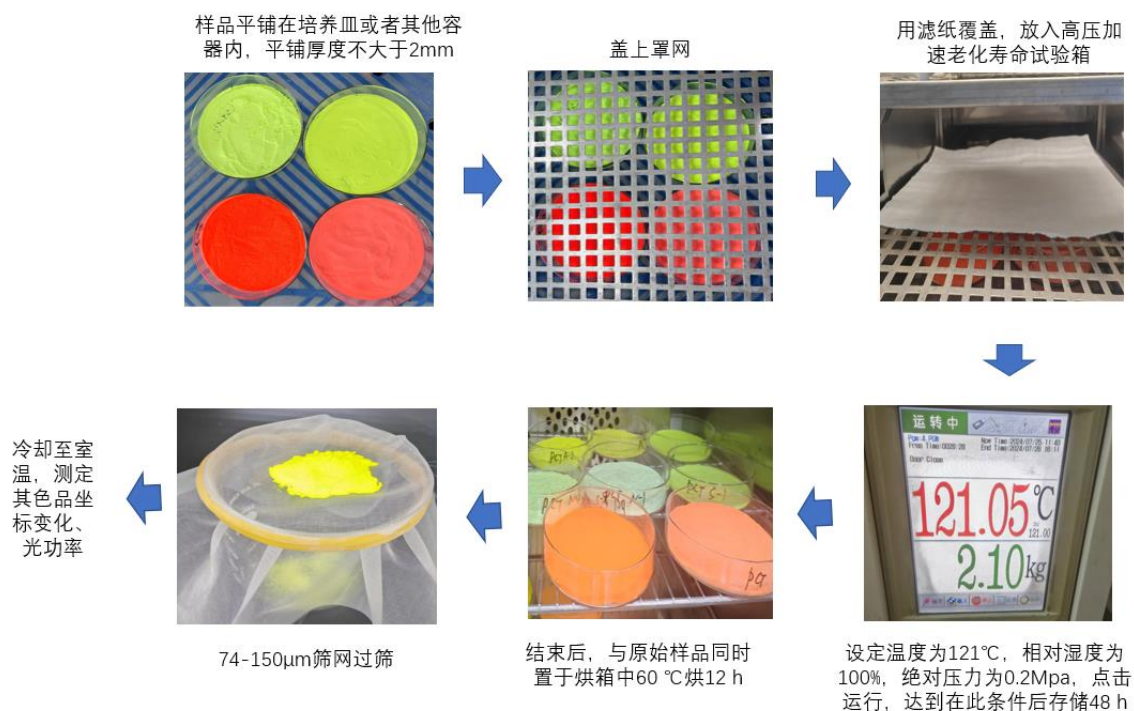


图 1 测试步骤示意图

此处压力按照国际单位制 0.2Mpa 进行规定，也有试验室中设备采用的是公斤压力值表示，如图 1 所示，其绝对压力 2.1Kg，按照单位换算公式计算，其绝对压力约为 0.2Mpa，其换算公式如图 2 所示；有的试验室用的相对压力表，其在 121℃下的显示值为 0.1Mpa，这也是正确的，其绝对压力为 0.2Mpa。



图2 压力换算关系

3.4 精密度实验

3.4.1 精密度实验结果的数理统计

将各实验室对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	0.945	0.462	2.469	0.356	0.617	0.812	6.043	0.658	1.965	1.925	0.966
验证实验室 1	0.868	0.242	2.322	0.633	0.415	1.313	4.494	1.361	2.802	2.129	1.667
验证实验室 2	0.217	0.050	/	1.267	0.233	0.192	6.233	1.067	1.250	/	0.417
验证实验室 3	0.552	1.438	2.578	0.668	0.579	0.985	1.801	2.085	3.996	2.874	2.657
验证实验室 4	/	1.484	1.854	1.344	1.822	1.467	5.438	4.441	3.576	2.848	1.661
验证实验室 5	0.566	0.495	2.033	0.452	0.353	1.443	6.280	0.406	1.794	1.123	2.088
总平均值	0.629	0.735	2.306	0.853	0.733	0.954	4.802	1.922	2.718	2.180	1.473

表 3 各实验室剔除离群值后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	0.00022	0.00023	0.00103	0.00020	0.00034	0.00021	0.00064	0.00017	0.00040	0.00035	0.00226

验证实验室 1	0.00025	0.00025	0.00096	0.00024	0.00017	0.00031	0.00051	0.00011	0.00051	0.00025	0.00139
验证实验室 2	0.00028	0.00037	0.00080	0.00053	0.00042	0.00045	0.00093	0.00025	0.00018	0.00072	0.00097
验证实验室 3	0.00006	0.00016	0.00087	0.00022	0.00031	0.00091	0.00080	0.00022	0.00078	0.00057	0.00040
验证实验室 4	0.00016	0.00020	0.00053	0.00029	0.00054	0.00051	0.00095	0.00025	/	0.00028	0.00040
验证实验室 5	0.00030	0.00031	0.00170	0.00009	0.00009	0.00022	0.00093	0.00011	0.00017	0.00054	0.00093
总平均值	0.00021	0.00025	0.00098	0.00026	0.00031	0.00043	0.00079	0.00018	0.00041	0.00045	0.00106

表 4 各实验室剔除离群值后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	0.00055	0.00019	0.00075	0.00016	0.00033	0.00018	0.00128	0.00058	0.00038	0.00120	/
验证实验室 1	0.00079	0.00020	0.00074	0.00020	0.00018	0.00029	0.00106	0.00057	0.00027	0.00145	0.00422
验证实验室 2	0.00023	0.00033	0.00042	0.00038	0.00032	0.00020	0.00074	0.00052	0.00030	0.00037	0.00067
验证实验室 3	0.00030	0.00021	0.00032	0.00038	0.00036	0.00091	0.00067	0.00157	0.00072	0.00388	0.00340
验证实验室 4	0.00054	0.00051	0.00035	0.00025	0.00054	0.00055	0.00202	0.00108	/	0.00053	0.00141
验证实验室 5	0.00079	0.00024	0.00086	0.00011	0.00008	0.00018	0.00158	0.00042	0.00035	0.00194	0.00203
总平均值	0.00048	0.00029	0.00051	0.00028	0.00035	0.00043	0.00116	0.00086	0.00042	0.00149	0.00242

表 5 各实验室剔除离群值后色品坐标的漂移幅度 $du'v'$ 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	0.00063	0.00032	0.00128	0.00027	0.00047	0.00028	0.00147	0.00063	0.00062	0.00126	/
验证实验室 1	0.00084	0.00035	0.00123	0.00034	0.00025	0.00043	0.00124	0.00061	0.00065	0.00150	0.00457
验证实验室 2	0.00038	0.00051	0.00092	0.00068	0.00054	0.00050	0.00123	0.00060	0.00038	0.00081	0.00118
验证实验室 3	0.00032	0.00031	0.00093	0.00030	0.00048	0.00129	0.00108	0.00159	0.00104	0.00395	0.00343
验证实验室 4	0.00061	0.00058	0.00064	0.00041	0.00076	0.00075	0.00233	0.00112	/	0.00069	0.00155
验证实验室 5	0.00085	0.00042	0.00191	0.00016	0.00013	0.00029	0.00221	0.00045	0.00040	0.00202	0.00227
总平均值	0.00056	0.00041	0.00100	0.00040	0.00050	0.00065	0.00147	0.00091	0.00067	0.00164	0.00268

3.4.2 重复性限和再现性限计算

表 6 光功率变化幅度 $\Delta\Phi_h$ 重复性限和再现性限计算

	A-1	A-2	A-3	R-1	R-2	R-3	S-1	S-2	S-3	N-1	N-2
T1	33.538671	42.666385	118.6519731	33.91554	37.59062	52.815433	289.3375	104.21087	124.68034	102.7227	93.29217
T2	25.267195	48.280753	269.4203977	30.71052	38.03574	68.064801	1589.375	298.14262	342.96469	235.4438	178.1891
P	5	6	5	6	6	6	6	6	6	5	6
T3	50	59	53	48	61	40	58	60	51	49	57
T4	520	601	565	420	641	350	580	620	473	491	561
T5	5.7236581	13.078853	44.48447642	9.635453	22.1291	17.124589	114.1398	66.178578	43.699964	293.74	26.98099
Sr2	0.1271924	0.2467708	0.926759925	0.229416	0.402347	0.5036644	2.194997	1.2255292	0.9711103	6.675908	0.529039
Sr	0.3566404	0.4967603	0.96268371	0.478973	0.634308	0.7096932	1.481552	1.1070362	0.9854493	2.583778	0.727351
r	1.00	1.39	2.70	1.34	1.78	1.99	4.15	3.10	2.76	7.23	2.04
SL2	0.0571105	0.3317176	0.002013041	0.142665	0.254678	-0.134089	2.81287	2.2352324	0.7981102	-0.16947	0.484588
SR2	0.1843029	0.5784884	0.928772966	0.372081	0.657026	0.3695758	5.007866	3.4607617	1.7692205	6.50644	1.013627
SR	0.4293052	0.7605842	0.963728679	0.609984	0.810571	0.6079274	2.237826	1.8603123	1.3301205	2.550772	1.00679
R	1.20	2.13	2.70	1.71	2.27	1.70	6.27	5.21	3.72	7.14	2.82

表 7 色品坐标的变化幅度 Δx_h 重复性限和再现性限计算

	A-1	A-2	A-3	R-1	R-2	R-3	S-1	S-2	S-3	N-1	N-2
T1	0.00760594	0.0125	0.063	0.01691	0.0218	0.0251	0.0496	0.0108	0.02158	0.0262	0.06497
T2	2.75258E-06	3.823E-06	6.8889E-05	4.3096E-06	6.9208E-06	1.5212E-05	3.9053E-05	2.1514E-06	1.2495E-05	1.27535E-05	9.6147E-05
P	6	6	6	6	6	6	6	6	5	6	6
T3	61	61	61	61	61	61	61	61	50	61	61
T4	641	641	641	641	641	641	641	641	520	641	641
T5	1.48288E-06	1.457E-06	7.7309E-06	1.3201E-06	2.9392E-06	6.2277E-06	1.91697E-06	9.1864E-07	2.43924E-06	4.88652E-06	7.4468E-06
Sr2	2.69614E-08	2.649E-08	1.4056E-07	2.4002E-08	5.3441E-08	1.1323E-07	3.4854E-08	1.6702E-08	5.42054E-08	8.88457E-08	1.3298E-07
Sr	0.00016	0.00016	0.00037	0.00015	0.00023	0.00034	0.00019	0.00013	0.00023	0.00030	0.00036
r	0.00046	0.00046	0.00105	0.00043	0.00065	0.00094	0.00052	0.00036	0.00065	0.00083	0.00102
SL2	3.30628E-08	2.2362E-08	6.1806E-08	-9.864E-09	-2.252E-08	8.552E-08	-2.8752E-08	3.0841E-09	7.48542E-08	2.09171E-08	5.2319E-07
SR2	6.00243E-08	4.8852E-08	2.0237E-07	1.4138E-08	3.0917E-08	1.9875E-07	6.10217E-09	1.9787E-08	1.2906E-07	1.09763E-07	6.5616E-07
SR	0.000244999	0.00022103	0.00044985	0.0001189	0.00017583	0.00044582	7.81164E-05	0.00014066	0.000359249	0.000331305	0.00081004
R	0.00069	0.00062	0.00126	0.00033	0.00049	0.00125	0.00022	0.00039	0.00101	0.00093	0.00227

表 8 色品坐标的变化幅度 Δy_h 重复性限和再现性限计算

	A-1	A-2	A-3	R-1	R-2	R-3	S-1	S-2	S-3	N-1	N-2
T1	0.0341	0.0162	0.0357	0.014118182	0.0183	0.0244	0.07524	0.049	0.0207	0.093436364	0.1256
T2	2.16258E-05	5.33428E-06	2.38198E-05	3.9177E-06	6.8362E-06	1.4262E-05	0.00010711	5.05793E-05	9.94818E-06	0.000219839	0.000392599
T3	61	58	61	61	61	61	60	61	39	61	50
T4	641	584	617	617	617	617	620	617	399	617	520
T5	1.17042E-05	1.70572E-06	1.87015E-06	4.22488E-06	2.7338E-06	5.7382E-06	0.00003214	9.3607E-06	3.13455E-06	7.6561E-05	0.000225041
Sr2	2.09004E-07	3.21834E-08	3.33956E-08	7.54443E-08	4.8818E-08	1.0247E-07	5.95185E-07	1.70194E-07	9.21925E-08	1.36716E-06	5.11456E-06
Sr	0.00045717	0.000179397	0.000182745	0.000274671	0.00022095	0.00032011	0.000771482	0.000412546	0.000303632	0.001169256	0.002261539
r	0.00128	0.00050	0.00051	0.00077	0.00062	0.00090	0.00216	0.00116	0.00085	0.00327	0.00633
SL2	3.42091E-08	1.42021E-08	5.4888E-08	6.84543E-09	2.2618E-08	8.0415E-08	1.96967E-07	2.07091E-07	-4.89242E-08	1.4002E-06	1.43015E-06
SR2	2.43213E-07	4.63854E-08	8.82835E-08	8.22897E-08	7.1436E-08	1.8288E-07	7.92153E-07	3.77285E-07	4.32683E-08	2.76736E-06	6.54471E-06
SR	0.000493167	0.000215373	0.000297125	0.000286862	0.00026728	0.00042765	0.00089003	0.000614236	0.00020801	0.001663539	0.002558263
R	0.00138	0.00060	0.00083	0.00080	0.00075	0.00120	0.00249	0.00172	0.00058	0.00466	0.00716

表 9 色品坐标的变化幅度 $du'v'$ 重复性限和再现性限计算

	A-1	A-2	A-3	R-1	R-2	R-3	S-1	S-2	S-3	N-1	N-2
T1	0.0379609	0.023900835	0.07146761	0.019552382	0.02624982	0.036401831	0.096687201	0.051294279	0.030810532	0.108431341	0.137181
T2	2.488E-05	1.04573E-05	9.4083E-05	7.91019E-06	1.39791E-05	2.96923E-05	0.000170556	5.39921E-05	2.1687E-05	0.00026799	0.000451
T3	61	58	61	59	61	61	71	60	44	61	50
T4	520	584	641	599	641	617	620	620	399	611	490
T5	1.18E-05	1.7727E-06	8.22699E-06	1.59459E-06	5.45087E-06	1.17477E-05	2.14939E-05	9.00785E-06	2.31169E-06	7.96507E-05	0.00021
Sr2	2.146E-07	3.40904E-08	1.49582E-07	3.00867E-08	9.91068E-08	2.13594E-07	3.30675E-07	1.66812E-07	5.92742E-08	1.42233E-06	4.66E-06
Sr	0.0004632	0.000184636	0.000386758	0.000173455	0.000314812	0.000462162	0.000575043	0.000408426	0.000243463	0.001192616	0.002159
r	0.00130	0.00052	0.00108	0.00049	0.00088	0.00129	0.00161	0.00114	0.00068	0.00334	0.00605
SL2	3.513E-09	9.1321E-09	1.90202E-07	2.62074E-08	4.33266E-08	1.35629E-07	5.9798E-07	1.87377E-07	-3.57288E-09	1.3643E-06	1.39E-06
SR2	2.181E-07	4.32225E-08	3.39784E-07	5.62941E-08	1.42433E-07	3.49223E-07	9.28655E-07	3.54189E-07	5.57013E-08	2.78664E-06	6.05E-06
SR	0.000467	0.0002079	0.00058291	0.000237264	0.000377404	0.000590951	0.000963668	0.000595138	0.000236011	0.001669322	0.00246
R	0.00131	0.00058	0.00163	0.00066	0.00106	0.00165	0.00270	0.00167	0.00066	0.00467	0.00689

四、标准水平分析

经检索，关于白光 LED 用稀土荧光粉的高压加速老化寿命的测试方法，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，提供了高压加速老化寿命测定的参照方法，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

