

ICS 77.120.99
H 65



中华人民共和国国家标准

GB/T 24982-201X
代替GB/T 24982-2010

白光LED用石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉

The garnet aluminate rare earth phosphors for white LEDs

(征求意见稿)

201X-XX-XX 发布

201X-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

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 24982-2010《白光 LED 灯用稀土黄色荧光粉》。

本标准与 GB/T 24982-2010 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了标准名称（见封面及标准正文题目，2010 年版的封面及正文题目）；
- 修改了标准适用范围（见 1，2010 年版的第 1 章）；
- 增加了术语“色品坐标”（见 3.3）；
- 删除了术语“发射波长”（见 2010 年版的 3.4）；
- 删除了术语“发射主峰波长”（见 2010 年版的 3.5）；
- 增加了术语“发射峰值波长”（见 3.5）；
- 删除了术语“热稳定性”（见 2010 年版的 3.6）；
- 增加了术语“高温高湿测试”（见 3.7）；
- 增加了术语“PCT 测试”（见 3.8）；
- 增加了术语“粒度分布系数”（见 3.9）；
- 增加了产品分类（见 4.1）；
- 删除了术语牌号 200500（见 2010 年版的 4.1）；
- 修改了产品化学组成技术指标（见 4.1，2010 年版的 4.1）；
- 增加了粒度分布系数技术指标（见 4.2）；
- 删除了激发波长范围（见 2010 年版的 4.1）；
- 修改了色品坐标技术指标，按照产品类别列出了色品坐标范围（见 4.2，2010 年版的 4.1）；
- 修改了亮度技术指标，按照产品类别列出了亮度范围（见 4.2，2010 年版的 4.1）；
- 修改了发射峰值波长技术指标，其范围由 520 nm-580 nm 修改为 495 nm-580 nm，并按照产品类别列出了峰值波长范围（见 4.2，2010 年版的 4.1）；
- 修改了密度技术指标，其范围由 4.5 ± 0.3 修改为 4.2-6.5，并按照产品类别列出了密度范围（见 4.2，2010 年版的 4.1）；
- 删除了热稳定性技术指标（见 2010 年版的 4.1）；
- 增加了高温高湿测试中亮度降低、色品坐标偏移技术指标（见附录 A）；
- 增加了 PCT 测试中亮度降低、色品坐标偏移技术指标（见附录 A）；
- 修改了热猝灭性亮度降低、色品坐标偏移技术指标，亮度下降由小于 25% 修改为小于 10%，色品坐标 x 和 y 值偏移由小于 0.0200 修改为小于 0.0020，热猝灭性由

主要性能指标调整为参考性能指标（见附录 A，2010 年版的 4.1）；
——修改了产品外观（见 4.3，2010 年版的 4.2）；
——删除了标准中牌号，由规格替代牌号（见 6.2，7.11，7.3，2010 版 6.2，7.11，7.3）；
——修改了中心粒径测试方法（见 5.3，2010 年版的 5.3）；
——增加了粒度分布系数测试方法（见 5.4）；
——增加了高温高湿测试方法（见附录 B）；
——增加了 PCT 测试方法（见附录 C）。

本标准由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

本标准起草单位：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、厦门大学、广东省稀有金属研究所、安徽芯瑞达科技股份有限公司、包头稀土研究院、国科稀土新材料有限公司。

本标准主要起草人：刘荣辉、刘元红、李彦峰、梁超、丁雪梅、谢士会、唐宗权、丁磊、解荣军、倪海勇、周天亮、丁建红、王忠志、马小乐、王鹏飞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 24982-2010。

白光LED用石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉

1 范围

本标准规定了白光LED用石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉的要求、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石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉，该荧光粉在415 nm~470 nm波长的光源激发下发出黄光、黄绿光或绿光，以此光与红光、激发源蓝光形成白光，主要用于制备由蓝光LED芯片激发的白光LED发光器件。

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 14634.5 灯用稀土三基色荧光粉试验方法 第5部分：密度的测定

GB/T 20170.1-2006 稀土金属及其化合物物理性能测试方法 稀土化合物粒度分布的测定

GB/T 23595（所有部分）白光 LED 灯用稀土黄色荧光粉试验方法

CIE-1931 标准色度观察者

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标准。

3.1

标准荧光粉 reference phosphors

按指定规格及一定要求制得的、赋予性能指标固定值，用于产品相对亮度等性能测量的荧光粉。

3.2

相对亮度 relative brightness

在规定的激发条件下，荧光粉试样与对应的标准荧光粉的亮度之比。符号：Br。

3.3

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，称为色品坐标（x, y）。根据 CIE-1931 标准色度观察者规则计算获得。

3.4

激发波长 excitation wavelength

用来激发荧光粉的光波波长。符号：λ_{ex}，单位：nm。

3.5

发射峰值波长 emission peak wavelength

发射光谱中发光强度最大的谱峰对应的波长。符号： λ_{em} ，单位：nm。

3.6

热猝灭性(温度猝灭性) thermal quenching

由温度升高引起的发光性能变化，当温度恢复时，发光性能随之恢复的现象。

注：本标准中包含其相对亮度变化值 ΔB_{tq} ，以及其色品坐标的变化值 Δx_{tq} 、 Δy_{tq} 。

3.7

高温高湿测试 high temperature and high humidity test

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

注：本标准中包含其相对亮度变化值 ΔB_{ht} ，以及其色品坐标的变化值 Δx_{ht} 、 Δy_{ht} 。

3.8

PCT 测试 pressure cooker test

荧光粉在 121 °C，100% 相对湿度，2 atm 极端条件下存储 48 h 性能的变化情况，主要是其色品坐标和亮度的变化情况。

注：本标准中包含其相对亮度变化值 ΔB_{pc} ，以及其色品坐标的变化值 Δx_{pc} 、 Δy_{pc} 。

3.9

粒度分布系数

用来衡量荧光粉产品粒度分布情况的参数，按式（1）计算分布系数（q）：

$$q = \frac{(D_{90} - D_{10})}{D_{50}} \quad (1)$$

式中：

D_{90} —粒径的体积极积分布中对应于 90% 的荧光粉的粒径，单位为微米（μm）；

D_{10} —粒径的体积极积分布中对应于 10% 的荧光粉的粒径，单位为微米（μm）；

D_{50} —粒径的体积极积分布中对应于 50% 的荧光粉的粒径，单位为微米（μm）。

4 要求**4.1 产品分类**

产品按化学组成为五个类别，具体见表 1。

表 1 产品按化学组分分类及各类必含元素

参考化学组成	必含元素
$Y_3Al_5O_{12}:Ce$	-
$(Y,Lu)_3Al_5O_{12}:Ce$	Lu
$Y_3(Al,Ga)_5O_{12}:Ce$	Ga
$(Y,Lu)_3(Al,Ga)_5O_{12}:Ce$	Lu 和 Ga
$(Y,Tb,Gd)_3Al_5O_{12}:Ce$	Tb 或 Gd

4.2 要求

产品的主要性能指标应符合表 2 的规定。色品坐标和相对亮度在激发峰值波长为 450 nm~460 nm 光源激发下测试。中心粒径 D[V,50] 只规定偏差值，其允许偏差为 $\pm 1.00 \mu\text{m}$ ，粒度分布系数范围为 0.6~1.2。高温高湿测试、PCT 测试、热猝灭性、pH 值和电导率为参考值，不作验收依据，参考指标见附录 A。需方如有特殊要求，由供需双方协商确定。

表 2 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 λ_{em}/nm	密度 g/cm ³
	x	y			
Y ₃ Al ₅ O ₁₂ :Ce	0.415~0.450	0.529~0.552	≥90	545~558	4.2~4.7
(Y,Lu) ₃ Al ₅ O ₁₂ :Ce	0.330~0.400	0.559~0.580	≥100	520~545	4.6~6.3
Y ₃ (Al,Ga) ₅ O ₁₂ :Ce	0.335~0.415	0.556~0.568	≥90	520~545	4.5~5.0
(Y,Lu) ₃ (Al,Ga) ₅ O ₁₂ :Ce	0.247~0.415	0.514~0.580	≥35	495~540	4.6~6.5
(Y,Tb,Gd) ₃ Al ₅ O ₁₂ :Ce	0.421~0.492	0.534~0.499	≥75	558~580	4.2~5.2

4.3 外观质量

产品组成为 Y₃Al₅O₁₂:Ce 和 (Y,Tb,Gd)₃Al₅O₁₂:Ce 的产品呈黄色粉末状，组成为 (Y,Lu)₃Al₅O₁₂:Ce、Y₃(Al,Ga)₅O₁₂:Ce 和 (Y,Lu)₃(Al,Ga)₅O₁₂:Ce 的产品呈黄绿色或绿色粉末状。产品应洁净，无目视可见夹杂物。

5 试验方法

5.1 光谱性能、色品坐标、相对亮度、热猝灭性、pH 值、电导率的测定按 GB/T 23595 的规定进行。高温高湿测定按照附录 B 的规定进行、PCT 测定按照附录 C 的规定进行。

5.2 密度的测定按 GB/T 14634.5 的规定进行。

5.3 中心粒径的测定按 GB/T 20170.1 中方法 1 的规定进行。

5.4 粒度分布系数按 GB/T 20170.1 中方法 1 的规定测得 D₁₀、D₅₀ 和 D₉₀，根据式（1）计算获得。

5.5 数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

5.6 外观质量检查时，将 5g 产品均匀地平摊在白色瓷板或白色油光纸上，其摊开面积不小于 40 cm²，在自然散射光下目视检测。

6 检验规则

6.1 检查和验收

6.1.1 产品应由供方技术监督部门进行检验，保证产品质量符合本标准(或订货合同)的规定，并填写质量证明书。

6.1.2 需方可对收到的产品按本标准的规定进行检验。如检验结果与本标准规定不符时，可在收到产品之日起 3 个月内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，可委托双方认可的单位进行，并在需方共同取样。

6.2 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一规格的产品组成。

6.3 检验项目

每批产品应进行光谱性能、相对亮度、色品坐标、中心粒径、密度及外观的检验。若用户需要其他性能指标的检测结果，应在合同中注明。

6.4 取样和制样

仲裁取样按表2的规定进行。每件(袋)取样量不少于5g。取出后，用四分法缩分至试样所需数量。

表2 仲裁取样量

件(袋)数	1~5	6~49	50~100	>100
取样件(袋)数	件(袋)数的100%	5	件(袋)数的10%	件(袋)数的平方根，只进不舍取整数

6.5 检验结果判定

6.5.1

外观检验结果与本标准规定不符时，则直接判该批产品为不合格。

6.5.2

除外观质量外，产品仲裁分析结果与本标准规定不符时，则从该批产品中取双倍试样对不合格项目进行重复试验，如仍有任一项结果不合格，则判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志、包装

7.1.1 产品外包装应注明：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称和规格；
- c) 批号；
- d) 净重；
- e) 出厂日期；
- f) “防潮”、“防晒”标志或字样。

7.1.2 产品应防潮包装，分装于双层塑料袋或塑料瓶中，每袋(瓶)标明净重。袋(瓶)置于塑料桶或纸桶(箱)中。

7.2 运输、贮存

产品运输时严防受潮，存放在清洁干燥处，不得露天放置。

7.3 质量证明书

每批产品应附质量证明书，注明：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称和规格；
- c) 批号；
- d) 净重和数量；
- e) 分析检验结果和技术监督部门印记；
- f) 本标准编号；
- g) 出厂日期。

附录 A
(资料性附录)

白光 LED 用石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉参考指标

白光 LED 用石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉参考指标见表 A1。

表 A.1 白光 LED 用石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉参考指标

高温高湿测试 (85 °C, 85 %湿度, 1000 h)	$ \Delta B_d / \%$	<5.0
	$ \Delta x_d $	<0.0050
	$ \Delta y_d $	<0.0050
PCT 测试 (121 °C, 100%湿度, 2 atm, 48 h)	$ \Delta B_p / \%$	<5.0
	$ \Delta x_p $	<0.0080
	$ \Delta y_p $	<0.0080
热猝灭性(180 °C, 20 min)	$ \Delta B_q / \%$	<10%
	$ \Delta x_q $	<0.0020
	$ \Delta y_q $	<0.0020
pH 值		7.0±1
电导率 $\sigma/\mu\text{S}/\text{cm}$		<15.0

附录 B
(资料性附录)
白光 LED 用石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉高温高湿性能测试方法

B. 1 范围

本附录规定了白光LED用石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉的高温高湿性能测试方法。

本附录适用于经高温固相反应,共沉淀法、燃烧法等液相法制得的石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉高温高湿性能测试。

B. 2 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 ± 1 °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, 在干燥器中自然冷却至室温。对恒温恒湿处理过的样品和未处理过的样品进行色品坐标、相对亮度或其它有关性能的测定, 用两者之间变化来表示所试验的荧光粉的高温高湿稳定性。

B. 3 仪器与装置

B. 3. 1 恒温恒湿试验烘箱: , 精度 ± 1 °C, $\pm 2\%$ (字母代表什么呢? 与上文 $85 \pm 2\%$ 处维持一致, 应去掉 RH)。

B. 3. 2 天平: 精度 ± 0.1 g。

B. 3. 3 培养皿: 35 mm \times 10 mm。

B. 3. 4 烘箱: 精度 ± 1 °C。

B. 3. 5 光谱辐射分析仪: 采用 460 nm 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。

B. 3. 6 相对亮度测定时: 采用峰值波长为 450 nm~460 nm 的 LED 激发源, 准确度 $\pm 1\%$ 。

B. 4 测定步骤

B. 4. 1 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(B.3.1)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。

B. 4. 2 用天平(B.3.2)称取 10 g 样品放置在 35mm \times 10 mm 培养皿(B.3.3)内, 并用滤纸覆盖。

B. 4. 3 把培养皿 (B.3.3) 放在不锈钢架上烘箱 (3.4) 中央, 每次不得超过 9 培养皿。

B. 4. 4 在此条件下存储 1000 h 后, 取出培养皿, 将原始样品与试验样品在 60 °C 下烘箱中烘干 48 h。

B. 4. 5 原始样品与试验样品冷却至室温, 测定其色品坐标、相对亮度。

B. 4. 6 计算样品的热稳定性。

B. 5 测试结果的表述

B. 5. 1 相对亮度的高温高湿稳定性(ΔB_d)按公式 (1) 计算:

$$\Delta B_d = (B_d - B_0) / B_0 * 100 \quad (1)$$

式中:

B_d ——高温高湿处理过的样品相对亮度 (%) ;

B_0 ——未处理过的样品相对亮度 (%)

B. 5.2 色品坐标的高温高湿稳定性(Δx_h 和 Δy_h)分别按公式(2)和(3)计算:

$$\Delta x_d = x_d - x_0 \quad \dots \quad (2)$$

$$\Delta y_d = y_d - y_0 \quad \dots \quad (3)$$

式中：

x_d, y_d ——高温高湿处理后的样品的色品坐标;

x_0, y_0 ——未处理过的样品的色品坐标。

附录 C
(资料性附录)
白光 LED 用石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉 PCT 性能测试方法

C. 1 范围

本附录规定了白光LED用石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉的PCT老化性能测试方法。

本附录适用于经高温反应,共沉淀法或燃烧法等液相法制得的石榴石结构铝酸盐稀土荧光粉PCT老化性能测试。

C. 2 方法原理

将 PCT 加速老化试验箱的温度、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,放入荧光粉样品,存储至规定时间,随即取出,在干燥器中自然冷却至室温。对未处理过的样品和 PCT 处理过的样品进行相对亮度、色品坐标或其它有关性能的测定,用两者之间差异的绝对值来表示所试验的荧光粉的 PCT 老化性能。

C. 3 仪器与装置

C. 3. 1 PCT 加速老化试验箱: 精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 、 $\pm 2\%$ RH、 $\pm 0.01\text{ atm}$ 。

C. 3. 2 天平: 精度 0.1 g。

C. 3. 3 培养皿: 35 mm \times 10 mm。

C. 3. 4 烘箱: 精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

C. 3. 5 光谱辐射分析仪: 采用 460 nm 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。

C. 3. 6 相对亮度测定仪: 采用峰值波长为 450 nm~460 nm 的 LED 激发源, 准确度 $\pm 1\%$ 。

C. 4 测定步骤

C. 4. 1 开启电源, 系统预热 15 min, 注入足量的去离子水, 水面与标线齐平。

C. 4. 2 设定 PCT 加速老化试验箱(C.3.1)的温度为 121°C, 相对湿度为 100%。

C. 4. 3 用天平(C.3.2)称取 10 g 样品放置在培养皿(C.3.3)内。

C. 4. 4 把培养皿放在密闭腔内不锈钢架上, 每层不超过 8 只培养皿, 关闭箱门。

C. 4. 5 点击运行, 48 h 后, 取出培养皿, 将原始样品与试验样品在 60 °C 下烘箱中烘干 48 h。

C. 4. 6 原始样品与试验样品冷却至室温, 测定其色品坐标、相对亮度。

C. 4. 7 计算样品的热稳定性。

C. 5 测试结果的表述

C. 5. 1 相对亮度的 PCT 热稳定性(ΔB_p)按公式(1)计算:

$$\Delta B_p = (B_p - B_0) / B_0 * 100 \quad (1)$$

式中:

B_p ——PCT 处理过的样品相对亮度 (%) ;

B_0 ——未加热处理过的样品相对亮度 (%) 。

C. 5. 2 色品坐标的 PCT 热稳定性(Δx_p 和 Δy_p)分别按公式(2)和(3)计算:

$$\Delta x_p = x_p - x_0 \quad (2)$$

$$\Delta y_p = y_p - y_0 \quad \text{----- (3)}$$

式中：

x_p, y_p ——处理过的样品的色品坐标；

x_0, y_0 ——未处理过的样品的色品坐标。
