



IEC 62607-3-1

Edition 1.0 2014-05

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Nanomanufacturing – Key control characteristics
Part 3-1: Luminescent nanomaterials – Quantum efficiency

Nanofabrication – Caractéristiques de contrôle clé
Partie 3-1: Nanomatériaux luminescents – Rendement quantique

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX



ICS 07.030

ISBN 978-2-8322-1605-7

Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.

CONTENTS

FOREWORD.....	4
INTRODUCTION.....	6
1 Scope.....	7
2 Normative references	7
3 Terms and definitions	7
4 General notes on tests	10
4.1 General.....	10
4.2 Ambient onditions	10
4.3 Photobrightening and photobleaching	10
4.4 Luminescence from contaminants at Illumination wavelengths < 380 nm.....	10
4.5 Industrial hygiene	11
5 Measurement of relative quantum efficiency of nanomaterials	11
5.1 General.....	11
5.2 Test equipment.....	11
5.2.1 Required supplies and test equipment	11
5.2.2 Test equipment setup	12
5.3 Calibration	12
5.3.1 General	12
5.3.2 Calibration standard – preparation.....	13
5.3.3 Calibration standard – test measurements	13
5.4 Experimental procedure	14
5.4.1 Calibration standard – experimental measurements.....	14
5.4.2 Luminescent nanoparticle sample – Experimental measurements.....	15
6 Measurement of absolute quantum efficiency of nanomaterials.....	17
6.1 General.....	17
6.2 Test equipment	18
6.3 Calibration	20
6.4 Sample preparation.....	20
6.4.1 General	20
6.4.2 Liquid samples	20
6.4.3 Solid state samples	21
6.5 Test procedure.....	21
6.5.1 Collimated incident light method	21
6.5.2 Diffuse incident light method.....	24
7 Uncertainty statement.....	27
8 Test report.....	27
Annex A (informative) Temperature quenching of quantum efficiency, light modulation considerations for avoiding sample heating, and achieving the best measurement conditions	28
A.1 Overview.....	28
A.2 Addressing TQE.....	28
Bibliography.....	30
Figure 1 – Sample absorbance spectrum of cresyl violet – example calculations	14

Figure 2 – Schematic of the test equipment configuration for both the collimated incident light and diffuse incident light methods	18
Figure 3 – Sample spectrum for collimated incident light method	23
Figure 4 – Sample spectra for the diffuse incident light method.....	26
Figure A.1 – Example of transient behaviour of luminescent material (YAG:Ce) under pulsed excitation.....	28
Figure A.2 – Schematic diagram of variation of normalised QE with average excitation power and the preferred range of input power (indicated by vertical lines)	29
Table 1 – Example fluorescence methods for relative measurements.....	12
Table 2 – Suggested calibration standards for relative quantum efficiency measurements of luminescent nanoparticle solutions.....	13
Table 3 – Spreadsheet format for quantum efficiency data comparisons	16
Table 4 – Spreadsheet format for quantum efficiency data comparisons	17
Table 5 – Comparison of methods for measuring the absolute quantum efficiency of luminescent nanoparticles.....	18

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**NANOMANUFACTURING –
KEY CONTROL CHARACTERISTICS**
**Part 3-1: Luminescent nanomaterials –
Quantum efficiency**

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 62607-3-1 has been prepared by IEC technical committee 113: Nanotechnology standardization for electrical and electronic products and systems.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
113/214/FDIS	113/219/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

A list of all parts of the IEC 625607 series, published under the general title *Nanomanufacturing – Key control characteristics*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

INTRODUCTION

One of the principal drivers of solid-state lighting (SSL) is the potential efficiency of the illumination devices to convert electricity into light. Incandescent and fluorescent lighting devices are only about 5 % to 30 % efficient, with incandescent lighting having the lowest efficiency. Since a significant portion of all electricity consumed is used in providing lighting, increasing the efficiency of lighting devices will have a huge impact on the world's energy consumption. The luminous efficiency of SSL devices is a critical measurement of their overall efficiency, and standard methods to perform these measurements have been established and were essential to producing reliable product information for manufacturers and consumers. The same is true of the luminescent materials on which these light-emitting diode (LED) manufacturers rely; however, no such standard currently exists. This standard provides SSL manufacturers a universal means for comparing luminescent nanomaterials from different suppliers, and potentially for luminescent materials for LEDs in general.

The most common SSL devices are composed of a blue light-emitting diode (LED) and a luminescent material. The blue LED optically excites the luminophore, which will radiate light of the appropriate colour or colours to yield the desired white spectrum. This device, termed a phosphor-converted light emitting diode (or pc-LED), converts the electricity indirectly into white light by first creating blue light and then converting the blue light into broad-band visible radiation. Currently, quantum dots (QDs) or nanophosphors are one option for the photoluminescent material that converts the blue LED wavelength to broad spectrum visible light. QDs and nanophosphors are of interest in this application for several reasons including their greater colour flexibility, narrowband emission spectrum, broadband absorption, near-infinite flocculation time, reduced bleaching, and lower scattering compared to conventional phosphors which are typically larger than 5 μm . QD-enabled pc-LEDs have been shown to have the best possible combination of colour rendering, correlated colour temperature, and luminous efficiency of any other pc-LED on the market.

A critical measurement parameter for luminescent materials used in the lighting industry is quantum efficiency, which is defined in this standard as the number of photons emitted into free space by a luminescent nanoparticle divided by the number of photons absorbed by the nanoparticle. Suppliers of QDs and luminescent nanomaterials typically measure only relative quantum efficiency (or alternatively, quantum yield) in the solution phase due to the ease of such measurements and the applicability of such measurements to biomedical imaging (a widespread use of QDs in R&D). These measurements are often taken at low concentrations where effects such as nanoparticle agglomeration and re-absorption are minimized. However, in end-use applications, the actual concentration of luminescent nanomaterials may be significantly different. For example, concentrated luminescent nanoparticle formulations (in either solid or liquid state) may be required to achieve a desired luminous flux and correlated colour temperature in a SSL device. This standard codifies that method for the first time, and establishes an absolute quantum efficiency test method for both solid (e.g., luminescent nanoparticles embedded in polymer matrices, coated on glass optics, applied directly to light emitted diodes, and other form factors) and solution samples (e.g., colloidal suspensions of luminescent nanoparticles), enabling suppliers and purchasers to compare the performance of one material to another, both in their raw (solution) phase as well as their technologically relevant (solid) phase of matter.

NANOMANUFACTURING – KEY CONTROL CHARACTERISTICS

Part 3-1: Luminescent nanomaterials – Quantum efficiency

1 Scope

This part of IEC 62607 describes the procedures to be followed and precautions to be observed when performing reproducible measurements of the quantum efficiency of luminescent nanomaterials. Luminescent nanomaterials covered by this method include nano-objects such as quantum dots, nanophosphors, nanoparticles, nanofibers, nanocrystals, nanoplates, and structures containing these materials. The nanomaterials may be dispersed in either a liquid state (e.g., colloidal dispersion of quantum dots) or solid-state (e.g., nanofibers containing luminescent nanoparticles). This standard covers both relative measurements of liquid state luminescent nanomaterials and absolute measurements of both solid and liquid state nanomaterials.

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

CIE 017/E:2011, *International Lighting Vocabulary*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	34
INTRODUCTION.....	36
1 Domaine d'application	37
2 Références normatives	37
3 Termes et définitions	37
4 Notes générales sur les essais	40
4.1 Généralités	40
4.2 Conditions ambiantes.....	40
4.3 Mise en évidence photo et décoloration	40
4.4 Luminescence de contaminants à des longueurs d'onde d'éclairement < 380 nm	41
4.5 Hygiène industrielle	41
5 Mesure du rendement quantique relatif des nanomatériaux	41
5.1 Généralités	41
5.2 Equipement d'essai.....	41
5.2.1 Matériel et équipement d'essai exigés	41
5.2.2 Configuration de l'équipement d'essai.....	42
5.3 Etalonnage	43
5.3.1 Généralités	43
5.3.2 Norme d'étalonnage – préparation	43
5.3.3 Norme d'étalonnage – réalisation d'essais de mesure	44
5.4 Procédure expérimentale	45
5.4.1 Norme d'étalonnage – réalisation de mesures expérimentales	45
5.4.2 Echantillon de nanoparticules luminescentes – Mesures expérimentales	46
6 Mesure du rendement quantique absolu des nanomatériaux.....	48
6.1 Généralités	48
6.2 Equipement d'essai.....	49
6.3 Etalonnage	51
6.4 Préparation de l'échantillon.....	52
6.4.1 Généralités	52
6.4.2 Echantillons liquides	52
6.4.3 Echantillons solides	52
6.5 Procédure d'essai	52
6.5.1 Méthode de lumière incidente collimatée	52
6.5.2 Méthode de lumière incidente diffuse	56
7 Enoncé des incertitudes	58
8 Rapport d'essai	58
Annexe A (informative) Extinction thermique du rendement quantique, utilisation de la modulation lumineuse en vue d'éviter l'échauffement de l'échantillon et d'établir des conditions de mesure optimales	60
A.1 Vue d'ensemble	60
A.2 Traitement du TQE.....	60
Bibliographie.....	63

Figure 1 – Spectre d'absorbance d'un échantillon de violet de crésyl – exemples de calculs	44
Figure 2 – Représentation schématique de la configuration de l'équipement d'essai employé dans la méthode de lumière incidente collimatée et la méthode de lumière incidente diffuse	49
Figure 3 – Spectre de l'échantillon dans la méthode de lumière incidente collimatée	54
Figure 4 – Spectre de l'échantillon dans la méthode de lumière incidente diffuse.....	57
Figure A.1 – Exemple de comportement transitoire d'un matériau luminescent (YAG:Ce) soumis à une excitation pulsée	61
Figure A.2 – Représentation graphique de la variation du QE normalisé avec la puissance d'excitation moyenne et de la gamme préférentielle de puissances d'entrée (indiquée par des traits verticaux)	62
Tableau 1 – Exemples de méthodes de fluorescence destinées aux mesures relatives	43
Tableau 2 – Normes d'étalonnage suggérées pour les mesures du rendement quantique relatif des solutions de nanoparticules luminescentes	43
Tableau 3 – Feuille de calcul utilisée dans les comparaisons de données de rendement quantique	46
Tableau 4 – Feuille de calcul utilisée dans les comparaisons de données de rendement quantique	48
Tableau 5 – Comparaison des méthodes de mesure du rendement quantique absolu des nanoparticules luminescentes	49

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

NANOFABRICATION – CARACTÉRISTIQUES DE CONTRÔLE CLÉ

Partie 3-1: Nanomatériaux luminescents – Rendement quantique

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale IEC 62607-3-1 a été établie par le comité d'études 113 de l'IEC: Normalisation dans le domaine des nanotechnologies relatives aux appareils et systèmes électriques et électroniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
113/214/FDIS	113/219/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 62607, publiées sous le titre général *Nanofabrication – Caractéristiques de contrôle clé*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

IMPORTANT – Le logo "*colour inside*" qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.

INTRODUCTION

Un des principaux intérêts de l'éclairage à semi-conducteurs (SSL¹) réside dans le rendement potentiel de la transformation d'électricité en lumière par les appareils d'éclairage. Les appareils d'éclairage à incandescence et à fluorescence présentent un rendement d'environ 5 % à 30 % seulement et l'éclairage à incandescence affiche le rendement le plus faible. Puisqu'une part importante de l'électricité totale est utilisée pour l'éclairage, un accroissement du rendement des appareils d'éclairage aura d'énormes répercussions sur la consommation d'énergie mondiale. Le rendement lumineux des appareils SSL est une valeur clé pour leur rendement global. Des méthodes normalisées ont été établies pour la mesure de cette valeur; elles ont joué un rôle essentiel dans la production d'informations fiables sur les produits, à l'intention des fabricants et des consommateurs. Cette règle vaut aussi pour les matériaux luminescents sur lesquels les fabricants de ces DEL s'appuient, bien qu'aucune norme n'ait encore été établie en la matière. La présente norme fournit aux fabricants de SSL une méthode universelle pour comparer les nanomatériaux luminescents de fournisseurs différents et potentiellement les matériaux luminescents qui constituent les DEL en général.

Les appareils SSL les plus communs se composent d'une diode électroluminescente (DEL) bleue et d'un matériau luminescent. La DEL bleue excite optiquement le luminophore, qui émettra de la lumière dans les couleurs appropriées afin de produire le spectre blanc désiré. Cet appareil, appelé diode électroluminescente à base de phosphore (pc-LED²), transforme indirectement l'électricité en lumière blanche. Pour cela, il commence par créer de la lumière bleue qu'il transforme ensuite en rayonnement visible à large bande. A l'heure actuelle, les points quantiques (QD³) ou les nanoluminophores constituent une des options possibles en ce qui concerne le matériau photoluminescent qui transforme la longueur d'onde de la DEL bleue en lumière visible à large spectre. Les QD et les nanoluminophores présentent un réel intérêt pour cette application; cela pour diverses raisons, notamment leur gamme de couleurs plus large, leur spectre d'émission à bande étroite, leur absorption à large bande, leur temps de floculation quasi infini, leur blanchiment réduit et leur diffusion réduite en comparaison aux luminophores conventionnels, dont la longueur est généralement supérieure à 5 µm. Il a été démontré que les pc-LED à points quantiques offrent la meilleure combinaison de rendu des couleurs, de température de couleur proximale et de rendement lumineux du marché des diodes pc-LED.

Le rendement quantique, défini dans la présente norme comme le quotient entre le nombre de photons émis dans l'espace libre par une nanoparticule luminescente et le nombre de photons absorbés par cette même nanoparticule, est un paramètre de mesure clé pour les matériaux luminescents utilisés dans l'industrie de l'éclairage. En règle générale, les fournisseurs de QD et de nanomatériaux luminescents mesurent uniquement le rendement quantique relatif (ou le rendement quantique) de la phase soluble car ces mesures, faciles à réaliser, sont applicables à l'imagerie biomédicale (QD fréquemment utilisés en R&D). Ces mesures sont souvent effectuées à faible concentration, où les phénomènes tels que l'agglomération et la réabsorption de nanoparticules sont réduits au minimum. Cependant, dans les applications finales, la concentration réelle de nanomatériaux luminescents peut être très différente. Par exemple, des formules concentrées en nanoparticules luminescentes (à l'état solide ou liquide) peuvent être exigées pour obtenir le flux lumineux et la température de couleur proximale désirés dans un appareil SSL. La présente norme codifie pour la première fois cette méthode et établit une méthode d'essai du rendement quantique absolu, applicable aux échantillons solides (par exemple, nanoparticules luminescentes incorporées dans des matrices polymères, couchées sur un système optique en verre, appliquées directement sur des diodes électroluminescentes ou utilisées avec d'autres facteurs de forme) et aux échantillons liquides (par exemple, suspensions colloïdales de nanoparticules luminescentes), ce qui permet aux fournisseurs et aux acheteurs de comparer les performances d'un matériau à celles d'un autre, à la fois dans la phase brute (soluble) et dans la phase pertinente (solide) sur le plan technologique de la matière.

1 SSL = *solid-state lighting* en anglais.

2 Pc-LED = *phosphor-converted LED* en anglais.

3 QD = *quantum dot* en anglais.

NANOFABRICATION – CARACTÉRISTIQUES DE CONTRÔLE CLÉ

Partie 3-1: Nanomatériaux luminescents – Rendement quantique

1 Domaine d'application

Cette partie de la norme IEC 62607 décrit les procédures à suivre et les précautions à prendre pour effectuer des mesures reproductibles de rendement quantique sur les nanomatériaux luminescents. Les nanomatériaux luminescents concernés comprennent des nano-objets tels que les points quantiques, les nanoluminophores, les nanoparticules, les nanofibres, les nanocristaux et les nanofeuillets, ainsi que les structures dans lesquelles ils se trouvent. Les nanomatériaux peuvent être dans un état liquide (par exemple, dispersion colloïdale de points quantiques) ou solide (par exemple, nanofibres avec des nanoparticules luminescentes). Cette norme traite des mesures relatives réalisées sur les nanomatériaux luminescents à l'état liquide, ainsi que des mesures absolues réalisées sur les nanomatériaux à l'état solide et liquide.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CIE 017/E:2011, *Vocabulaire international de l'éclairage*