



Norme
internationale

ISO 10678

**Céramiques techniques —
Détermination de l'activité
photocatalytique des surfaces dans
un milieu aqueux par dégradation
du bleu de méthylène**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical
ceramics) — Determination of photocatalytic activity of surfaces
in an aqueous medium by degradation of methylene blue*

Deuxième édition
2024-10

[ISO 10678:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7b752740-4393-427e-897a-6c5e4daff1f8/iso-10678-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7b752740-4393-427e-897a-6c5e4daff1f8/iso-10678-2024>

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 10678:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7b752740-4393-427e-897a-6c5e4daff1f8/iso-10678-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7b752740-4393-427e-897a-6c5e4daff1f8/iso-10678-2024>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Symboles et abréviations	2
5 Principe	3
6 Appareillage	3
6.1 Généralités	3
6.2 Dispositif de mesure	3
6.3 Plaque de verre	3
6.4 Source lumineuse	3
6.5 Radiomètre UV	4
6.6 Photomètre ou spectromètre UV/visible	4
6.7 Cuvette de mesure	4
6.8 Agitateur magnétique	4
7 Étalonnage	4
8 Solutions d'essai et de conditionnement	4
9 Préparation des éprouvettes	4
10 Préparation en vue de la mesure	5
11 Mode opératoire de mesure	6
11.1 Généralités	6
11.2 Essais avec des cylindres d'essai agités par intermittence (méthode A)	6
11.3 Essais avec des cellules d'essai agitées en continu (méthode B)	7
12 Évaluation des résultats	7
12.1 Généralités	7
12.2 Taux de dégradation spécifique R	7
12.3 Irradiance photonique E_p	7
12.4 Irradiance moyenne E_{av}	8
12.5 Irradiance photonique moyenne $E_{p,av}$	8
12.6 Activité photocatalytique spécifique P_{MB}	8
12.7 Rendement photonique ζ_{MB}	8
13 Fidélité	8
13.1 Répétabilité	8
13.2 Reproductibilité	8
14 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Exemple d'évaluation	10
Annexe B (informative) Exemples de dispositifs de mesure	12
Annexe C (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires	14
Bibliographie	15

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO [avait/n'avait pas] reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de brevet.

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 10678:2010), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- les références normatives ont été mises à jour;
- les modes opératoires pour les essais avec des cylindres d'essai agités par intermittence et avec des cellules d'essai agitées en continu, à savoir la «méthode A» et la «méthode B», ont été clarifiés et l'ensemble du document a été révisé en conséquence;
- les données de fidélité et les résultats de l'essai interlaboratoires pour les deux méthodes ont été mis à jour et inclus dans l'[Annexe C](#);
- le document a fait l'objet de modifications rédactionnelles.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Céramiques techniques — Détermination de l'activité photocatalytique des surfaces dans un milieu aqueux par dégradation du bleu de méthylène

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de l'activité photocatalytique des surfaces par dégradation du bleu de méthylène (MB) dans un milieu aqueux sous irradiation artificielle, et caractérise les surfaces photocatalytiquement actives en ce qui concerne leur activité de dégradation des molécules organiques dissoutes en cas d'exposition au rayonnement à une lumière ultraviolette.

Le présent document ne doit pas être appliqué pour la caractérisation des surfaces en ce qui concerne leur activité photocatalytique en lumière visible. Il peut exister une corrélation entre l'activité photocatalytique et l'état d'encrassement direct, la dégradation des molécules gazeuses dans l'air ambiant ou l'efficacité antimicrobienne, notamment au niveau des surfaces à faible rendement photonique.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. 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).

ISO 10677, *Céramiques techniques — Sources lumineuses UV destinées aux essais des matériaux photocatalytiques semi-conducteurs*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

3.1 activité photocatalytique spécifique

P_{MB}
mesure de la conversion photochimique

Note 1 à l'article: P_{MB} est exprimée en moles par mètre carré et par heure [mol/(m²·h)].

3.2 rendement photonique

ζ_{MB}
mesure de la sélectivité des photons incidents pour la décoloration du bleu de méthylène

Note 1 à l'article: On fait l'hypothèse qu'un photon est suffisant pour décolorer une molécule.

Note 2 à l'article: ζ_{MB} est exprimé en pourcentage de photons incidents.

3.3

solution d'essai

solution aqueuse de bleu de méthylène qui sert de solution réactive pour la détermination de l'activité photocatalytique des surfaces

3.4

solution de mesure

portion de la solution d'essai dont le volume est < 10 % du volume de la *solution d'essai* (3.3), utilisée pour la détermination externe de l'absorbance dans un photomètre

3.5

solution de conditionnement

solution aqueuse de bleu de méthylène utilisée pour la pré-adsorption du bleu de méthylène sur la surface d'essai avant la détermination de l'absorbance optique au moyen d'un spectromètre

4 Symboles et abréviations

Pour les besoins du présent document, les symboles et unités indiqués dans le [Tableau 1](#) s'appliquent.

Tableau 1 — Symboles et unités

Désignation	Symbole	Unité
Constante de Planck ($h = 6,626 \cdot 10^{-34}$ Js)	h	Js
Vitesse de la lumière ($c = 3 \cdot 10^8$ m/s)	c	m/s
Constante d'Avogadro ($N_A = 6,022 \cdot 10^{23}$ mol ⁻¹)	N_A	mol ⁻¹
Masse moléculaire relative	M	g/mol
Coefficient d'extinction molaire	ϵ	m ² /mol
Temps	t	h
Durée de mesure	t_m	h
Concentration en bleu de méthylène	c_{MB}	mol/L
Concentration initiale en bleu de méthylène dans la solution d'essai	c_{MB0}	mol/L
Absorbance	A_λ	1
Longueur de jauge	d	mm
Volume	V	L
Diamètre intérieur	d_i	mm
Surface irradiée	A	m ²
Longueur d'onde	λ	m
Irradiance	E	W/m ²
Irradiance moyenne	$E_{av} = \frac{\int E dt}{t_m}$	W/m ²
Taux de dégradation spécifique	$R = \frac{\Delta A_\lambda \cdot V}{\Delta t \cdot \epsilon \cdot d \cdot A}$	mol/(m ² ·h)
Taux de dégradation spécifique en cas d'exposition au rayonnement	$R_{irr} = \frac{\Delta A_{\lambda, irr} \cdot V}{\Delta t \cdot \epsilon \cdot d \cdot A}$	mol/(m ² ·h)
Taux de dégradation spécifique sans exposition au rayonnement	$R_{dark} = \frac{\Delta A_{\lambda, dark} \cdot V}{\Delta t \cdot \epsilon \cdot d \cdot A}$	mol/(m ² ·h)
Activité photocatalytique spécifique	$P_{MB} = R_{irr} - R_{dark}$	mol/(m ² ·h)

Tableau 1 (suite)

Désignation	Symbole	Unité
Irradiance photonique	$E_p = \frac{\lambda_{\max} \cdot E_{av}}{h \cdot c \cdot N_A} 3600$	mol/(m ² ·h)
Irradiance photonique moyenne	$E_{p,av}$	mol/(m ² ·h)
Rendement photonique	$\zeta_{MB} = \frac{P_{MB}}{E_p} \times 100$	%

5 Principe

Dans une solution aqueuse, le bleu de méthylène est mis en contact avec la surface photocatalytiquement active d'une éprouvette; cette surface est irradiée à travers la solution de surnageant par un rayonnement photolytiquement non actif ($320 \text{ nm} \leq \lambda \leq 400 \text{ nm}$). La solution va se décolorer. La teneur en colorant dans la solution est déterminée à intervalles réguliers (méthode A) ou en continu (méthode B) pendant la mesure par spectroscopie UV/visible. Pour la détermination de la décoloration photocatalytique apparente due par exemple à l'adsorption, une mesure de référence est réalisée soit à l'aide d'un revêtement photocatalytiquement actif d'une éprouvette sans exposition au rayonnement, soit en mesurant une éprouvette équivalente en parallèle dans un second récipient dont la surface n'est pas exposée au rayonnement (éprouvette témoin tenue dans l'obscurité). Le taux de dégradation spécifique et le rendement photonique de la surface de l'éprouvette sont calculés à partir des mesures.

6 Appareillage

6.1 Généralités

En plus du matériel courant de laboratoire, l'équipement suivant décrit de 6.2 à 6.8 doit être utilisé. Tous les équipements entrant en contact avec les solutions de bleu de méthylène doivent être constitués de matériaux qui ne présentent qu'une faible adsorption du bleu de méthylène, par exemple le verre, l'acier inoxydable, le polyéthylène, le polypropylène, le polyacrylate ou certains polysiloxanes à faibles émissions organiques. Il faut veiller à ce que la quantité de lumière diffusée dans le montage d'essai soit aussi faible que possible.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7b752740-4393-427e-897a-6c5e4daff1f8/iso-10678-2024>

6.2 Dispositif de mesure

Le dispositif de mesure est composé soit de deux cylindres d'essai qui sont collés à l'éprouvette, soit de deux cellules d'essai, consistant chacune en un récipient équipé d'un porte-éprouvette (voir l'Annexe B pour une représentation schématique du dispositif de mesure).

6.3 Plaque de verre

Pour recouvrir les cylindres d'essai ou les cellules d'essai, afin d'éviter l'évaporation, avec une faible absorption dans la région spectrale de la source lumineuse (6.4).

6.4 Source lumineuse

Source à bande spectrale fine émettant uniquement dans la plage de longueurs d'onde de $320 \text{ nm} \leq \lambda \leq 400 \text{ nm}$ (spectre des ultraviolets A) avec une irradiance $E = (10 \pm 0,5) \text{ W/m}^2$ mesurée à la hauteur de l'éprouvette, au-dessous de la plaque de verre.

NOTE 1 Une sélection appropriée de sources lumineuses est indiquée dans l'ISO 10677.

NOTE 2 Des sources lumineuses UV-LED peuvent être utilisées pour irradier les éprouvettes, à condition que leur application soit conforme aux spécifications pour l'essai de matériaux photocatalytiques semi-conducteurs [1].

6.5 Radiomètre UV

Dispositif servant à mesurer l'irradiance UV, étalonné selon les caractéristiques de la source lumineuse et conformément à l'ISO 10677.

6.6 Photomètre ou spectromètre UV/visible

Dispositif servant à déterminer la concentration en bleu de méthylène, étalonné dans la plage de mesure de $600 \text{ nm} \leq \lambda \leq 700 \text{ nm}$ conformément au manuel de l'instrument.

6.7 Cuvette de mesure

Cuvette en verre ou en plastique avec une longueur de trajet optique de 10 mm et une transmission $> 80 \%$ dans la plage de longueurs d'onde de $600 \text{ nm} \leq \lambda \leq 700 \text{ nm}$, utilisée dans un spectromètre pour la détermination externe de la concentration en bleu de méthylène.

6.8 Agitateur magnétique

Dispositif électrique avec un barreau magnétique cylindrique (20 mm \times 3 mm), utilisé pour agiter la solution de bleu de méthylène selon la méthode B ([11.3](#)).

7 Étalonnage

L'équipement conforme à [6.5](#), [6.6](#) et [6.7](#), de même que les balances utilisées, doivent être étalonnés en suivant le manuel de l'équipement.

8 Solutions d'essai et de conditionnement

Pour les besoins des essais et du conditionnement, des solutions de bleu de méthylène doivent être utilisées. Partant d'une solution dans de l'eau distillée (conductivité $< 5 \mu\text{S}/\text{cm}^2$), la concentration initiale en bleu de méthylène dans la solution d'essai doit être égale à $c_{\text{MB0}} = (10 \pm 0,5) \mu\text{mol}/\text{L}$. La solution de conditionnement doit être préparée avec une concentration de $c_{\text{MB}} = (20 \pm 1,0) \mu\text{mol}/\text{L}$. L'absorbance A_λ des solutions doit être calculée à l'aide de la [Formule \(1\)](#) et est égale à $A_{\lambda, \text{max}} = 0,74$ pour la solution d'essai ou à $A_{\lambda, \text{max}} = 1,48$ pour la solution de conditionnement à une longueur de jauge $d = 10 \text{ mm}$.

$$A_\lambda = \epsilon \cdot c_{\text{MB}} \cdot d \quad (1)$$

NOTE Le bleu de méthylène ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$; masse molaire $M = 373,90 \text{ g}/\text{mol}$; n° CAS 7220-79-3) est un colorant faiblement absorbant lorsqu'il est utilisé dans la plage de longueurs d'onde de $350 \text{ nm} \leq \lambda \leq 450 \text{ nm}$. À une concentration de $c_{\text{MB}} = 10 \mu\text{mol}/\text{L}$ dans une solution aqueuse (pH = 5,5), le bleu de méthylène présente un coefficient d'extinction molaire $\epsilon_{\lambda, \text{max} = 664 \text{ nm}} = 7 402,8 \text{ m}^2/\text{mol}$ (voir [\[2\]](#)).

9 Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes doivent avoir une surface géométrique comprise entre $(1 250 \pm 50) \text{ mm}^2$ et $(10 000 \pm 100) \text{ mm}^2$. Pour les essais selon la méthode B (voir [11.3](#)), une taille d'éprouvette de $(49,5 \pm 0,5) \text{ mm} \times (24,5 \pm 0,5) \text{ mm}$ est définie. Avant la mesure, toutes les éprouvettes doivent être nettoyées selon les instructions du fabricant. En l'absence d'instructions du fabricant, il convient d'utiliser les éprouvettes au plus tôt 12 h après leur préparation et de les conserver avec une libre circulation de l'air à $(23 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ et à une humidité relative de $(50 \pm 10) \%$ pendant au moins 1 h avant de démarrer l'étape finale de nettoyage. Pour des informations plus détaillées sur le stockage et le conditionnement préalable des éprouvettes, voir [\[3\]](#). Si les éprouvettes sont fortement absorbantes, les surfaces latérales doivent être recouvertes d'un matériau inerte, par exemple du vernis dur ou une feuille d'aluminium. Au cours de la dernière étape de nettoyage, les éprouvettes doivent être maintenues sous rayonnement ultraviolet à une longueur d'onde $\lambda < 400 \text{ nm}$ et une irradiance $E > 10 \text{ W}/\text{m}^2$ pendant 24 h à 72 h.

Pour les besoins du conditionnement, deux éprouvettes identiques (épreuve d'essai et éprouvette témoin tenue dans l'obscurité) doivent chacune être placées dans un récipient contenant la solution de conditionnement (voir l'Article 8). La solution de conditionnement doit être versée dans les cylindres si les éprouvettes sont collées [$V = (35 \pm 0,5)$ mL] ou elles doivent être placées directement dans la solution de conditionnement [$V = (90 \pm 0,5)$ mL]. Les deux récipients contenant les éprouvettes et la solution de conditionnement doivent être conservés dans l'obscurité pendant une durée égale d'au moins 12 h. Une fois que la concentration de la solution de conditionnement est inférieure à celle de la solution d'essai, l'éprouvette ne convient pas pour les mesures conformément au présent document et le résultat doit être enregistré dans le rapport d'essai.

10 Préparation en vue de la mesure

Si les cylindres d'essai sont collés (méthode A; voir B.1), les solutions de conditionnement doivent être remplacées par les solutions d'essai au temps t_0 (voir la Figure 1). Des cylindres ayant un diamètre intérieur $d_i = (41 \pm 1)$ mm et une longueur de (35 ± 5) mm doivent être utilisés comme cylindres d'essai. Le volume de solution d'essai est $V = (35 \pm 0,5)$ mL et doit être déterminé avec exactitude.

NOTE Des brides ISO-KF DN40, disponibles dans le commerce et conformes à l'ISO 2861, [4] avec une extension de tuyau en acier ou en verre borosilicaté, peuvent être utilisées comme cylindres d'essai.

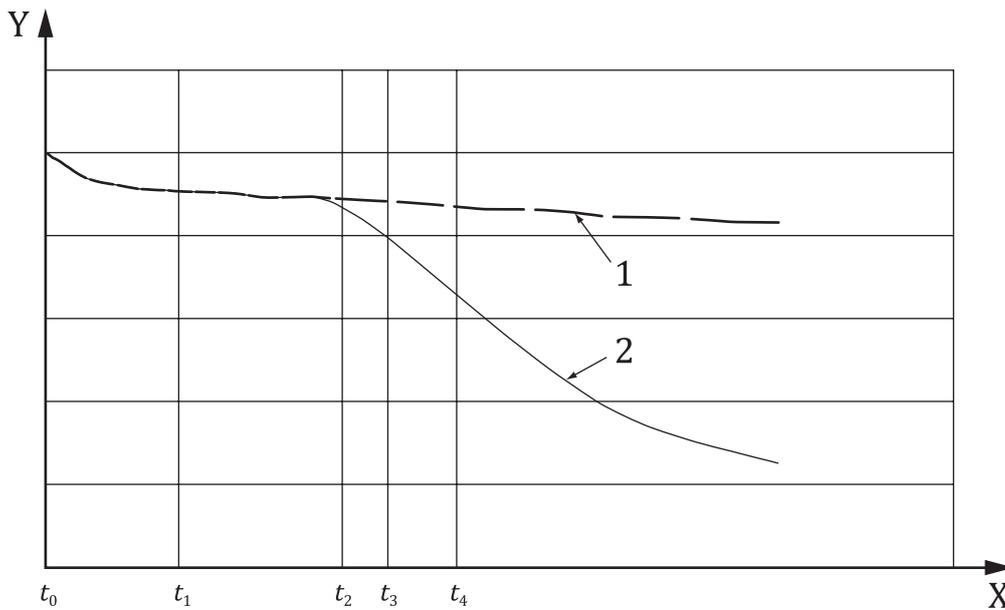
En cas d'utilisation de cellules d'essai (méthode B; voir B.2), les deux éprouvettes conditionnées doivent être insérées dans le dispositif de mesure (6.2) avec les solutions d'essai et être conservées dans l'obscurité jusqu'au temps t_0 (voir la Figure 1). De grandes cuvettes disponibles dans le commerce avec une longueur de jauge $d = (50 \pm 0,5)$ mm et un volume nominal $V = (90 \pm 0,5)$ mL doivent être utilisées comme cellules d'essai.

Les cylindres d'essai, les cellules d'essai et les cuvettes de mesure doivent être nettoyés avec un nettoyant pour cuvette disponible dans le commerce pour éliminer les résidus de bleu de méthylène qui adhèrent avant utilisation.

(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

<https://standards.iteh.ai>
ISO 10678:2024

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7b752740-4393-427e-897a-6c5e4daff1f8/iso-10678-2024>



Légende

X	temps	t_0	démarrage de la mesure
Y	absorbance, A_λ	t_1	début de la plage linéaire
1	courbe absorbance/temps de la solution d'essai dans l'obscurité (sans exposition au rayonnement)	t_2	début de l'irradiation par rayonnement UV
2	courbe absorbance/temps de la solution d'essai en cas d'exposition au rayonnement	t_3	début du temps de mesure; $t_m = 0$
		t_4	fin de la plage linéaire

Figure 1 — Représentation schématique des courbes absorbance/temps dans l'obscurité et en cas d'exposition au rayonnement

11 Mode opératoire de mesure

ISO 10678:2024

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7b752740-4393-427e-897a-6c5e4daff1f8/iso-10678-2024>

11.1 Généralités

Les cellules d'essai ou les cylindres d'essai doivent être recouverts avec la plaque de verre (6.3). Le récipient contenant l'éprouvette témoin tenue dans l'obscurité doit en outre être protégé des rayonnements UV. Démarrer l'irradiation de l'éprouvette dès que la courbe absorbance/temps de la solution d'essai (voir les courbes 1 et 2 à la Figure 1) est pratiquement constante, c'est-à-dire dans l'intervalle allant de t_1 à t_2 . La source lumineuse (6.4) doit assurer une irradiance $E = (10 \pm 0,5) \text{ W/m}^2$, mesurée au-dessous de la plaque de verre, à la hauteur de l'éprouvette. La température d'essai de la solution d'essai doit être de $(22 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$ et doit être enregistrée. La mesure et la vérification de la température sont autorisées à l'intérieur et près des cylindres d'essai ou des cellules d'essai. L'absorbance doit être mesurée à une longueur d'onde $\lambda = (664 \pm 5) \text{ nm}$.

11.2 Essais avec des cylindres d'essai agités par intermittence (méthode A)

La solution d'essai de bleu de méthylène doit être homogénéisée pendant l'essai par une brève agitation (pendant environ 3 s) toutes les 20 min à l'aide d'un agitateur ou d'un barreau en verre. L'absorbance doit être déterminée pendant le processus d'irradiation par des mesures externes des solutions de mesure (3.4) extraites de la solution d'essai (3.3), puis une recirculation de la solution de mesure dans la solution d'essai. L'absorbance doit être mesurée à des intervalles de 20 min, la solution de mesure devant toujours être extraite juste après agitation. La mesure sous exposition au rayonnement doit être réalisée pendant une période de 3 h au maximum, ou jusqu'à la décoloration de la solution.