
NORME INTERNATIONALE**4331**

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Photographie — Film photographique pour la conservation d'archives — Type gélatino-argentique sur support en ester de cellulose — Spécifications

Photography — Processed photographic film for archival records — Silver-gelatin type on cellulose ester base — Specifications

Première édition — 1977-01-15

CDU 771.523 : 772.1 : 778.142

Réf. n° : ISO 4331-1977 (F)

Descripteurs : photographie, pellicule photographique, film photographique exposé, microfilm, archive, spécification, essai.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 4331 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 42, *Photographie*, et a été soumise aux Comités Membres en novembre 1975.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Roumanie
Allemagne	France	Royaume-Uni
Australie	Italie	Turquie
Autriche	Japon	U.R.S.S.
Belgique	Mexique	U.S.A.
Canada	Pologne	Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Photographie — Film photographique pour la conservation d'archives — Type gélatino-argentique sur support en ester de cellulose — Spécifications

0 INTRODUCTION

Depuis 1930, des progrès importants ont été faits dans l'utilisation des films photographiques en ce qui concerne la conservation des documents. La conservation des documents sur film par les gouvernements, les banques, les compagnies d'assurance, l'industrie et d'autres entreprises a été stimulée par la constatation de la réduction des espaces d'archivage, de l'amélioration de l'organisation, de l'accessibilité et de la facilité de reproduction qui résulte de l'utilisation des enregistrements sur film.

Pendant la période initiale de développement de la reproduction documentaire, on a quelquefois utilisé le film cinématographique 35 mm à support en nitrate. Cette matière est hautement inflammable et se détériore rapidement dans des conditions de conservation défavorables. Le film en nitrate n'est pas acceptable pour une utilisation quelconque en document d'archives. La fabrication du film en nitrate a diminué après la Seconde Guerre mondiale et a été abandonnée, dans la plupart des pays, autour de 1950.

Pendant de nombreuses années, les seuls films utilisables pour les documents d'archives ont été faits sur support en divers types d'ester de cellulose. Depuis, divers supports de film en polymères synthétiques sont apparus. L'expérience sur la durée de vie des supports en ester de cellulose remonte à 1908 environ. Cette expérience et le résultat d'essais de vieillissement accéléré ainsi que diverses études laissent supposer, toutefois, que cette matière peut avoir une aussi longue durée de vie que le papier de chiffon dans des conditions normales de conservation.

La présente Norme Internationale a pour but d'éliminer les accidents préjudiciables à la stabilité dont seraient responsables les caractéristiques physiques ou chimiques du film développé. Certaines de ces caractéristiques sont sous la responsabilité du fabricant, certaines autres dépendent du traitement du film et d'autres dépendent des deux à la fois.

Cependant, la spécification des caractéristiques physiques et chimiques du film n'assure pas elle-même la qualité nécessaire au document d'archives. Il est essentiel d'assurer une température et une humidité convenant à l'archivage et une protection contre le feu, l'eau, les moisissures et certains polluants atmosphériques.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

1.1 La présente Norme Internationale établit les spécifications des films de sécurité à support en ester de cellulose portant une émulsion gélatino-argentique et traités de manière à obtenir une image stable en noir et blanc.

1.2 Elle s'applique aux images argentiques obtenues par un traitement d'inversion complet. Les images argentiques qui ont été chimiquement altérées par des traitements tels que le virage, l'affaiblissement ou le renforcement sont exclues. Les films en couleur sont exclus. Un traitement de protection à l'or est admis. Les images obtenues par traitement sec, transfert par diffusion, traitement dans un seul bain, inversion aux halogénures sont aussi exclues.

1.3 La présente Norme Internationale est applicable aux microfilms, aux films cinématographiques, aux pellicules en rouleau et aux pellicules en feuille destinés à la conservation d'archives.

1.4 Des laques et des lubrifiants ont été appliqués au film développé en vue de la protection contre les moisissures et les rayures sans constater d'effet néfaste sur la conservation. Cependant, en raison de la variété des matières utilisables, les films laqués et lubrifiés sont exclus de cette Norme Internationale.

2 RÉFÉRENCES

ISO 417, *Photographie — Détermination du thiosulfate et d'autres produits chimiques résiduels dans les films, plaques et papiers photographiques développés — Méthode photométrique au bleu de méthylène et méthode densitométrique au sulfure d'argent.*¹⁾

ISO 543, *Cinématographie — Film cinématographique de sécurité — Définition, essais et marquage.*

ISO 5466, *Photographie — Directives pour le stockage des films photographiques de sécurité traités.*²⁾

3 DÉFINITIONS

Dans le cadre de la présente Norme Internationale, les définitions suivantes sont applicables.

3.1 film pour document d'archives : Film photographique traité de telle façon que, dans des conditions d'archivage optimales, il convient à la conservation de documents de valeur.

(Voir l'ISO 5466.)

3.2 support : Support en matière plastique qui porte l'émulsion et les couches dorsales.

3.3 support de sécurité en ester de cellulose : Support constitué principalement d'esters de cellulose des acides acétique, propionique ou butyrique, ou d'un mélange de ces acides.

3.4 émulsion : Couche gélatino-argentique qui contient l'image du film développé.

3.5 couche dorsale anti-incurvation : Couche ordinairement constituée de gélatine, appliquée sur le côté du support opposé à l'émulsion afin d'empêcher l'incurvation du film. Son épaisseur est voisine de celle de l'émulsion et elle n'est pas éliminée au cours des traitements. (Les couches anti-halo ou autres, qui sont éliminées au cours des traitements, n'entrent pas dans cette définition.)

3.6 résistance à la pénétration à l'état humide : Force minimale à exercer sur un poinçon pour lui faire traverser la surface de l'émulsion.

4 CARACTÉRISTIQUES PHYSIQUES À CONTRÔLER PAR LE FABRICANT DE FILM

4.1 Type de support

Le support utilisé pour les films destinés à l'archivage doit être un ester de cellulose de sécurité; il peut être identifié par la méthode spécifiée en 7.1.

4.2 Variation de viscosité

La viscosité relative d'une solution du support, obtenue à partir du film traité, ne doit pas diminuer de plus de 5 % à la suite d'un vieillissement accéléré du film traité. Le vieillissement accéléré doit être réalisé conformément à 7.2 et la viscosité doit être mesurée conformément à 7.3.

4.3 Durée d'inflammation

Le film doit répondre aux spécifications relatives à la durée d'inflammation de l'ISO 543.

4.4 Durée de combustion

Le film doit répondre aux spécifications relatives à la durée de combustion de l'ISO 543.

4.5 Teneur en azote nitrique

Le film ne doit pas contenir plus de 0,15 % d'azote nitrique, déterminé par la méthode spécifiée dans l'ISO 543.

4.6 Acidité libre et accroissement d'acidité

Le film ne doit pas avoir une acidité libre supérieure à l'équivalent de 0,5 ml de solution 0,1 N d'hydroxyde de sodium par gramme de film, mesurée conformément à 7.4. Le volume de solution 0,1 N d'hydroxyde de sodium équivalant à l'acidité libre du film traité ne doit pas s'accroître de plus de 0,5 ml par rapport à sa valeur initiale, après un vieillissement accéléré réalisé conformément à 7.2.

4.7 Adhérence des couches

4.7.1 Essai par ruban adhésif

Le film traité ne doit montrer aucune trace d'enlèvement de l'émulsion ou de la couche dorsale à la suite de l'essai spécifié en 7.5.

4.7.2 Essai au cycle d'humidification

L'émulsion ou la couche dorsale du film traité ne doit montrer ni décollement ni craquellement susceptible de compromettre son utilisation à la suite de l'essai spécifié en 7.6.

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 417.)

2) En préparation.

5 PROPRIÉTÉS PHYSIQUES CONTRÔLÉES PAR LE FABRICANT ET PAR LE RESPONSABLE DU TRAITEMENT

5.1 Flexibilité et perte de flexibilité

Des échantillons de film doivent être traités dans les conditions habituelles pour les documents sur film.¹⁾

5.1.1 Film d'épaisseur inférieure ou égale à 0,18 mm

Le film traité doit supporter le nombre de doubles pliures MIT spécifié à la ligne 1 du tableau 1, lorsqu'il est soumis à l'essai spécifié en 7.7. La perte de résistance au pliage après vieillissement accéléré tel que spécifié en 7.2, ne doit pas dépasser le pourcentage spécifié à la ligne 2 du tableau 1.²⁾

TABLEAU 1 – Limites de flexibilité et de perte de flexibilité

Caractéristique	Épaisseur totale du film	
	Moins de 0,13 mm	0,13 à 0,18 mm
1 <i>Film non chauffé</i> Nombre moyen minimal admissible de doubles pliures MIT	20	10
2 <i>Film après vieillissement accéléré</i> Perte moyenne admissible en nombre de pliures	25 %	35 %

5.1.2 Films d'épaisseur supérieure à 0,18 mm

Les films traités non chauffés et les films traités après un vieillissement accéléré tel que spécifié en 7.2, ne doivent pas casser ou se craqueler au cours de l'essai de flexibilité spécifié en 7.8.

5.2 Perte de résistance à la pénétration à l'état humide

La perte de résistance à la pénétration à l'état humide d'un film traité, en ce qui concerne son émulsion et sa couche dorsale, ne doit pas dépasser les pourcentages spécifiés dans le tableau 2 à la suite d'un vieillissement accéléré du film. La valeur de cette résistance doit être déterminée selon 7.9 et le vieillissement accéléré doit être mené suivant 7.2.

TABLEAU 2 – Valeur maximale de la perte de résistance à la pénétration à l'état humide après vieillissement accéléré

Caractéristique	Valeur initiale de la résistance	
	≤ 0,5 N	> 0,5 N
Valeur maximale admissible*	50 %	25 %

* La valeur maximale admissible pour une faible résistance initiale est plus grande parce que l'essai n'est pas assez précis pour détecter de faibles différences.

1) Le film peut être rendu cassant par un séchage à trop haute température.

2) La différence des pourcentages admissibles de perte de flexibilité selon l'épaisseur du film est justifiée par le fait que l'essai est moins précis lorsque le nombre de pliures est faible.

5.3 Adhérence par contact

On ne doit constater sur le film traité aucun indice d'adhérence, de décollement ou de défaut de surface à la suite de l'essai spécifié en 7.10. On peut tolérer une légère adhérence des échantillons de film s'il n'en résulte aucun dommage physique, ni aucune variation du brillant de la surface.

5.4 Stabilité de l'image

On ne doit constater aucune dégradation de l'image pouvant compromettre l'utilisation du film à la suite de l'essai spécifié en 7.11.

6 CONCENTRATION EN THIOSULFATE

Cette caractéristique dépend des conditions de traitement (voir annexe A).

On peut fixer les films dans des solutions contenant soit du thiosulfate de sodium, soit du thiosulfate d'ammonium.^[3] Après traitement, le film ne doit pas contenir une concentration en thiosulfate résiduel, calculée en ions de thiosulfate, $S_2O_3^{--}$, supérieure à celle spécifiée dans le tableau 3, la détermination se faisant comme spécifié dans l'ISO 417.^[9]

TABLEAU 3 – Valeurs limites de la concentration en thiosulfate

Classe des films	Concentration maximale admissible en ions thiosulfate $S_2O_3^{--}$, $\mu\text{g}/\text{cm}^2$
Films à grain fin pour copie, duplication et tirage	0,7
Films photographiques à grain moyen et à ton continu et films radiographiques à gros grain	2

Le dosage du thiosulfate doit être fait sur un échantillon prélevé sur une zone de faible densité, dans les 2 semaines qui suivent le traitement (voir annexe B). La méthode d'essai ne mesure pas une variation quelconque de l'échantillon entre le traitement et l'analyse, mais elle est utilisée pour examiner le comportement du film après l'essai.

Pour les films portant une émulsion sur chaque face, ou portant une couche photographique sur une face et une couche dorsale anti-incurvation sur l'autre face, on peut tolérer la concentration spécifiée en thiosulfate résiduel pour chaque face du film.

Dans le tableau 3, les films sont classés en deux catégories de granulation. Si l'on ne connaît pas la granulation du film, on doit examiner un échantillon du film exposé et traité au moyen d'un microscope de comparaison, de grossissement supérieur ou égal à 20 X, en même temps que des échantillons dont on connaît la classe de granulation et en déduire la classe du film. Si l'on ne peut pas déterminer la classe de granulation du film, on doit le considérer comme étant à grain fin et lui appliquer la limite la plus basse de la concentration en thiosulfate du tableau 3.

7 MÉTHODES D'ESSAI

7.1 Identification du support

On doit éliminer l'émulsion et les couches dorsales d'un échantillon du film à l'essai, soit par grattage, soit au moyen d'une solution d'enzymes. On doit enlever ensuite les sous-couches par grattage. Le support doit être ensuite réduit en poudre fine au moyen d'un outil convenable, et la poudre obtenue doit être mélangée dans un mortier avec environ 100 fois sa masse de bromure de potassium préalablement pulvérisé à environ 75 μm . On doit en préparer une pastille selon le mode opératoire décrit dans la littérature.^[1] La courbe d'absorption dans l'infrarouge doit être obtenue à partir de cette pastille et d'un spectrophotomètre à absorption infrarouge. On obtient l'identification du support¹⁾ par comparaison avec les courbes d'absorption de polymères connus.^[13]

7.2 Méthodes de vieillissement accéléré^[6]

Les échantillons pour essai doivent être disposés sur un châssis, de façon à être librement exposés à l'air ambiant. Le châssis doit être placé dans un bocal en verre de dessiccation. Ce bocal doit être chauffé dans une étuve à circulation d'air durant 72 h à 100 ± 2 °C. L'atmosphère à l'intérieur du bocal doit être maintenue à une humidité relative égale à 20 ± 2 %. On peut obtenir cette humidité relative au moyen d'une solution saturée d'acétate de potassium dans l'eau, placée au fond du bocal. On doit veiller à ce que la solution saturée contienne un excès de cristaux non dissous à 100 °C. Ces cristaux doivent être complètement recouverts par la solution saturée et la surface de cette solution doit être aussi grande que possible. Le bocal et la solution saline doivent être maintenus à 100 °C, au moins 20 h avant l'utilisation afin d'assurer un équilibre convenable.

On peut aussi réaliser l'exposition à la température et à l'humidité relative indiquées au moyen d'une chambre de conditionnement. Les échantillons doivent être suspendus et séparés les uns des autres. Il ne doit y avoir aucune autre matière au voisinage des échantillons pendant la période de chauffage.

Dans les paragraphes suivants, on désigne par «échantillons chauffés» les échantillons qui ont été soumis à ces conditions de vieillissement accéléré.

7.3 Essai de viscosité relative

Les mesurages doivent être faits sur deux échantillons non chauffés et deux échantillons chauffés de film traité ayant la même densité photographique moyenne et la même masse de 1,000 g chacun, après conditionnement conformément à 7.5.2. Si le support est soluble dans l'acétone, on doit immerger chaque échantillon dans une fiole volumétrique séparée, de 100 ml, contenant approximativement 95 ml d'acétone de qualité «réactif». Sinon, on doit remplacer l'acétone par un mélange de 90 % de chlorure de méthylène et de 10 % de méthanol en masse.²⁾ On peut faire dissoudre le support par des agitations répétées durant 1 à 2 h ou en laissant reposer toute une nuit.

Immerger les flacons dans un bain d'eau à 25 ± 1 °C, jusqu'à équilibre de la température. Ajouter du solvant pour porter le volume à 100 ml et mélanger soigneusement. Laisser les couches se déposer au fond du flacon. Transférer une partie du liquide, en le filtrant³⁾, dans une pipette d'Ostwald ou dans un viscosimètre capillaire équivalent⁴⁾ immergé dans un bain thermostatique à la même température. La pipette choisie doit avoir une durée d'écoulement comprise entre 70 et 110 s pour le solvant. Le volume prélevé doit être suffisant pour remplir à moitié le bulbe de la pipette. Mesurer la durée d'écoulement de la solution à travers le capillaire de la pipette à 0,2 s près. Refaire ce mesurage pour le même volume du solvant pur. Effectuer trois mesurages pour chacun de ces prélèvements. La viscosité relative est le rapport entre la durée moyenne d'écoulement de la solution et celle du solvant pur. Le mesurage doit être fait pour des échantillons non chauffés et chauffés, et les moyennes des résultats doivent être calculées séparément.

7.4 Essai d'acidité libre

Les mesurages doivent être faits sur deux échantillons non chauffés et deux échantillons chauffés de film traité ayant la même densité photographique moyenne et la même masse d'environ 1 g chacun.

1) Il est difficile, mais pas impossible, de distinguer entre l'acétate de cellulose, l'acéto-propionate et l'acéto-butyraté de cellulose par cette méthode, mais cette distinction n'est pas nécessaire dans le cadre de la présente Norme Internationale.

2) Il faut prendre garde avec le chlorure de méthylène et éviter l'inhalation de la vapeur et un contact prolongé ou répété de ce produit avec la peau ou avec les yeux. On doit assurer une ventilation convenable.

3) La filtration doit être suffisamment rapide pour éviter des pertes de solvant. Cela peut être obtenu en filtrant à travers un tampon poreux de laine de verre.

4) On doit éviter d'aspirer les solutions de chlorure de méthylène avec la bouche. On doit utiliser une pompe à vide ou une trompe à eau.

Peser chaque échantillon avec précision et l'immerger dans environ 80 ml de chlorure de méthylène¹⁾ auxquels on ajoute lentement 40 ml d'alcool éthylique dénaturé. L'ester de cellulose se dissout et la couche émulsionnée se dépose. Déterminer l'acidité par titrage direct du mélange au moyen d'une solution 0,1 N d'hydroxyde de sodium, en utilisant le pourpre de crésol comme indicateur. Faire un titrage à blanc sur le mélange solvant. Exprimer l'acidité par la différence, pour les deux titrages, entre les volumes utilisés de la solution 0,1 N d'hydroxyde de sodium, en millilitres par gramme de film. Calculer les moyennes séparément pour les échantillons chauffés et non chauffés.

7.5 Essai d'adhérence par ruban adhésif

7.5.1 Préparation de l'éprouvette

Bien que les dimensions de l'éprouvette de film traité ne soient pas critiques, l'une de ces dimensions doit être au moins égale à 15 cm. Quatre éprouvettes sont nécessaires pour l'émulsion et quatre pour la couche dorsale, s'il y lieu.

7.5.2 Conditionnement

Les éprouvettes doivent être conditionnées à 23 ± 2 °C et à une humidité relative égale à 50 ± 2 % durant au moins 15 h. Ce conditionnement peut se faire dans une enceinte à air conditionné ou dans une salle de conditionnement par air. Les éprouvettes doivent être disposées de façon à permettre la libre circulation de l'air autour du film; la vitesse de l'air doit être au moins égale à 15 cm/s.

7.5.3 Mode opératoire

Les éprouvettes ne doivent pas être retirées de l'atmosphère de conditionnement pour l'essai. Appliquer sur la surface du film traité un ruban adhésif de contact, en matière plastique, d'environ 15 cm de longueur. Appliquer ce ruban avec le pouce pour assurer un contact approprié, en laissant une longueur de prise suffisante à une extrémité. Le ruban ne doit pas aller jusqu'au bord du film ni jusqu'aux perforations. Le film étant maintenu fermement sur une surface plane, enlever rapidement le ruban adhésif en le ramenant horizontalement sur lui-même selon un angle d'environ 180°. On doit considérer comme un défaut le fait qu'une partie de la couche d'une éprouvette quelconque soit enlevée.

Les résultats de cet essai peuvent dépendre dans une grande mesure du ruban adhésif utilisé, si l'adhérence de ce ruban

sur la surface du film en essai n'est pas suffisamment élevée. C'est pour cette raison que l'on spécifie une force d'adhérence minimale. Déterminer cette force en appliquant le ruban adhésif sur la surface du film, comme il est indiqué plus haut, et en le décollant rapidement sous un angle d'environ 180°. Mesurer la force nécessaire pour séparer le ruban adhésif du film, au moyen d'une jauge de contrainte ou d'un appareil de mesure à maximum. La force d'adhérence doit être au moins égale à 9 N par centimètre de largeur de ruban.

7.6 Essai d'adhérence au cycle d'humidité

7.6.1 Préparation de l'éprouvette

Une éprouvette carrée de 5 cm de côté ou une longueur de film de 5 cm convient pour l'essai, mais les dimensions ne sont pas critiques. On doit choisir deux éprouvettes de film traité dans une zone de haute densité photographique.

7.6.2 Mode opératoire

Monter les éprouvettes sur un châssis et les placer dans un flacon dessiccateur en verre de manière à ce qu'elles soient librement exposées à l'atmosphère ambiante. Introduire le flacon dans une étuve à circulation d'air, à la température de 50 ± 2 °C durant 8 h. L'atmosphère du flacon doit être maintenue à une humidité relative égale à 96 ± 2 %, que l'on peut obtenir en plaçant dans le fond du bocal une solution saturée de sulfate de potassium dans l'eau.^[11] Après la période de 8 h, placer le châssis durant 16 h dans un second dessiccateur et dans la même étuve. L'atmosphère dans ce second flacon doit être maintenue à une humidité relative égale à 11 ± 2 %, que l'on peut obtenir en disposant au fond du flacon une solution saturée de chlorure de lithium dans l'eau.^[11] Observer les précautions spécifiées en 7.2 pour s'assurer que l'humidité convenable est obtenue.

La période de 8 h dans la forte humidité et celle de 16 h dans la faible humidité constituent un cycle.²⁾ Soumettre le film à 12 cycles d'humidité, après quoi, le retirer du châssis et examiner l'émulsion et la couche dorsale éventuelle en ce qui concerne le décollement, la formation d'écailles, le glissement ou le craquellement.³⁾

Examiner le film avec le même rapport d'agrandissement et le même éclairage que pour l'examen normal de l'image. Si on interrompt l'opération au cours d'un week-end, conserver le film à 50 ± 2 °C et à 11 ± 2 % d'humidité relative.

1) Il faut prendre garde avec le chlorure de méthylène et éviter l'inhalation de la vapeur et un contact prolongé ou répété de ce produit avec la peau ou avec les yeux. On doit assurer une ventilation convenable.

2) On peut commodément réaliser cela en plaçant les échantillons dans la forte humidité relative pendant la matinée et dans la faible humidité pendant l'après-midi.

3) Les films peuvent parfois présenter de petites piqûres de l'image après le traitement. Celles-ci peuvent être causées par des poussières ou des impuretés sur la surface émulsionnée, déposées au moment de l'exposition du film vierge. On doit noter l'existence de ces piqûres de l'image avant les cycles d'humidité, afin que leur présence ne conduise pas à de fausses interprétations sur l'adhérence des couches.

7.7 Essai de flexibilité pour les films d'épaisseur égale ou inférieure à 0,18 mm

7.7.1 Préparation de l'éprouvette

Les films traités de 16 mm peuvent être essayés en cette largeur. Pour les autres formats, on doit couper 15 à 16 mm en largeur et au moins 12 cm en longueur au moyen d'un outil acéré qui n'entaille pas les bords. On doit disposer de dix éprouvettes pour les films non chauffés et de dix éprouvettes pour les films chauffés. Les éprouvettes à chauffer et les éprouvettes de contrôle doivent être découpées alternativement et de façon continue sur une seule longueur de film.

7.7.2 Vieillesse accéléré

Dix éprouvettes doivent être soumises au vieillissement accéléré spécifié en 7.2.

7.7.3 Conditionnement

Les éprouvettes doivent être conditionnées conformément à 7.5.2.

7.7.4 Mode opératoire

Le film ne doit pas être retiré de l'atmosphère de conditionnement pour l'essai. Effectuer l'essai d'endurance au pliage au moyen de la machine à plier MIT décrite dans la littérature.^[10] Soumettre alternativement à l'essai des éprouvettes non chauffées et chauffées. Calculer séparément les moyennes pour les films non chauffés et chauffés.

7.8 Essai de flexibilité pour les films d'épaisseur supérieure à 0,18 mm

7.8.1 Préparation de l'éprouvette

Les éprouvettes doivent être préparées comme il est indiqué en 7.7.1, sauf qu'il est suffisant d'avoir quatre éprouvettes pour les films non chauffés et quatre pour les films chauffés.

7.8.2 Vieillesse accéléré

Quatre éprouvettes doivent être soumises au vieillissement accéléré spécifié en 7.2.

7.8.3 Conditionnement

Les éprouvettes doivent être conditionnées conformément à 7.5.2.

7.8.4 Mode opératoire

Le film ne doit pas être retiré de l'atmosphère de conditionnement pour l'essai. L'appareil d'essai consiste en un mandrin de 3 mm de diamètre en métal poli, monté rigidement sur un bâti. Enrouler lentement le film sur le mandrin suivant un angle de 180°, après quoi l'examiner

visuellement en ce qui concerne les craquements et les ruptures. Effectuer cet essai avec l'émulsion en dehors pour deux éprouvettes et avec l'émulsion en dedans pour les deux autres.

7.9 Essai de pénétration à l'état humide

Cet essai doit être fait sur deux éprouvettes non chauffées et sur deux éprouvettes chauffées du film traité.

Déterminer la résistance à la pénétration selon le mode opératoire décrit dans la littérature.^[8] Cela implique l'application d'une charge croissante sur un poinçon sphérique de 0,38 mm de rayon, lui-même appliqué sur l'émulsion ou sur la couche dorsale. Disposer horizontalement les éprouvettes de film traité, la surface soumise à l'essai tournée vers le haut, dans la cuvette de l'appareil contenant de l'eau à 21 °C. Après une immersion totale de 15 min, placer le poinçon sur la surface à essayer, sans charge. Augmenter graduellement la charge du poinçon. La valeur de la résistance à la pénétration correspond à la charge (en newtons) pour laquelle le poinçon commence à traverser la surface. L'observation peut être faite en lumière réfléchie ou transmise. Effectuer trois mesurages pour chaque surface et calculer les moyennes séparément pour les films non chauffés et pour les films chauffés.

7.10 Essai d'agglomération

Au moins cinq éprouvettes de film traité doivent être conditionnées à une humidité relative de $60 \pm 2\%$ et à la température de $40 \pm 2\text{ °C}$. Une éprouvette carrée de 5 cm de côté convient lorsque la largeur du film le permet, mais les dimensions ne sont pas critiques, à condition qu'elles soient les mêmes pour toutes les éprouvettes. Placer les éprouvettes dans un flacon dessiccateur en verre, de façon ce qu'elles soient exposées librement à l'atmosphère de conditionnement durant au moins 15 h. Introduire le flacon dans une étuve à circulation d'air à $40 \pm 2\text{ °C}$. On peut obtenir une humidité relative de 62 % en conservant au fond du film une solution saturée de nitrite de sodium dans l'eau.^[12] Prendre les précautions indiquées en 7.2 pour assurer l'humidité voulue.

Lorsque l'équilibre d'humidité est atteint, retirer le flacon de l'étuve. Sans enlever les éprouvettes de film du flacon, empiler au moins cinq éprouvettes de telle sorte que l'émulsion de l'une se trouve au contact du dos de l'autre. Soumettre la pile à une pression uniforme de 35 kPa*. On peut réaliser cela en plaçant un poids sur la pile, les dimensions du poids étant supérieures à celles de l'éprouvette. Réintroduire le flacon contenant la pile chargée dans l'étuve à circulation d'air et l'y laisser durant 3 jours à 40 °C. On peut aussi réaliser les conditions de température et d'humidité au moyen de chambres à air conditionné.

Retirer la pile de films de l'étuve et la laisser refroidir. Retirer les éprouvettes une à une de la pile et observer les traces d'adhérence.

* 1 kPa = 10^3 N/m²

7.11 Stabilité de l'image

On prépare trois éprouvettes de film traité contenant des zones d'image représentatives et équivalentes. Pour les produits filmiques en feuille, on peut prendre une éprouvette carrée de 5 cm de côté et, pour les produits filmiques en rouleau, une éprouvette ayant 5 cm de longueur et de largeur égale à celle du film. Disposer les éprouvettes de manière à ce qu'elles soient

librement exposées à l'air ambiant et les placer durant 30 jours dans une atmosphère à 60 ± 2 °C et une humidité relative de 70 ± 2 %. On peut réaliser ces conditions au moyen d'une chambre à air conditionné. Après cette période, comparer visuellement le film à une éprouvette témoin qui a été conservée à la température ambiante et à une humidité inférieure à 60 %. Il est recommandé d'observer le support et l'émulsion sous différents angles, comme on le pratique pour les diapositives.

ANNEXE A

TRAITEMENT DU FILM

La conservation des films photographiques gélatino-argentiques dépend des produits chimiques qui restent après lavage. La teneur en thiosulfate résiduel est spécifiée au chapitre 6 et discutée en annexe B. Des précautions complémentaires nécessaires pour un traitement optimal des documents d'archives sont décrites dans la présente annexe.

Le bain de fixage doit avoir été aussi peu utilisé que possible. À titre d'indication, il est recommandé que sa teneur en argent soit inférieure à 0,5 % (*m/m*) dans le cas d'un bain contenant du thiosulfate cristallisé ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) et inférieure à 0,8 % (*m/m*) dans le cas d'un bain contenant du thiosulfate d'ammonium anhydre [$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$]. Afin de réduire les défauts dans les microfilms, connus sous le nom de «microtaches de vieillissement», la teneur en iode du bain de fixage doit être comprise entre 0,1 et 0,5 g/l (exprimée en iodure de potassium).

L'eau de lavage doit être incolore et exempte de substances en suspension. L'eau potable est généralement assez pure pour le lavage. Une température de l'eau de lavage maintenue entre 15 et 25 °C convient généralement et réduit le danger de gonflement présenté par des températures plus élevées, tout en maintenant une vitesse de dissolution acceptable pour les sels de fixage. Certains films peuvent tolérer des températures supérieures. Une durée de lavage de 15 min dans une eau courante bien agitée à la température de 20 °C convient généralement, à condition que les films ne soient pas en contact l'un avec l'autre et que l'eau soit renouvelée à leur surface. Pour la plupart des machines automatiques, la durée de lavage est plus faible et la température de l'eau est supérieure (35 °C).

On peut utiliser des accélérateurs de lavage à échangeurs d'ions. Par exemple, on peut plonger les films dans un bain à 20 g/l de sulfite de sodium anhydre avant le lavage, mais on ne doit pas utiliser d'accélérateurs de lavage destructeurs du thiosulfate tels que les agents oxydants.

ANNEXE B

EFFET DES PRODUITS CHIMIQUES RÉSIDUELS SUR L'IMAGE ARGENTIQUE DÉVELOPPÉE

Au cours du vieillissement du film développé, notamment en atmosphère humide, les réactions chimiques entre le thiosulfate résiduel¹⁾ et les grains d'argent métallique causent la décoloration et l'affaiblissement de l'image. Cet effet est d'autant plus sérieux que l'état de subdivision de l'argent métallique dans l'image (que l'on désigne par «dimension de grain») est plus poussé. Il serait logique de spécifier la teneur en thiosulfate résiduel admissible en fonction continue de la dimension du grain. Cependant, dans le cadre de cette spécification, il n'est pas nécessaire de mesurer exactement la classe de grosseur de grain du film.

Une teneur excessive de thiosulfate résiduel dans le film produit aussi une dégradation par coloration, dans les zones de faible densité du film conservé en atmosphère humide. En fait, c'est dans ces zones que l'on constate d'abord ce type de dégradation. Il est prévu de faire l'essai du thiosulfate résiduel dans des zones peu denses, ou ne portant pas d'image, parce que c'est dans ces zones que les taches sont les plus préjudiciables et que la concentration en thiosulfate en change pas notablement au cours d'une période de 2 semaines.

Les variations de densité ou de coloration de l'image causées par le thiosulfate résiduel sont fortement accélérées par des températures et des humidités élevées, qui peuvent occasionner une dégradation de l'image observable en quelques jours. Les limites de teneur en thiosulfate résiduel permises dans la présente spécification ont été choisies sur la base d'une concentration en thiosulfate suffisamment faible pour ne causer pratiquement aucune dégradation de l'image ou des zones à faible densité, lorsque le film est soumis à l'essai de séjour en atmosphère humide (voir 7.11). Bien que tout essai accéléré implique une certaine incertitude, la validité de cet essai a été vérifiée par les résultats obtenus dans les conditions de vieillissement normal. La quantité de thiosulfate qui reste dans un film traité dépend, dans une mesure considérable, de la composition du bain de fixage. Les bains de fixage acides durcissants (qui contiennent du sel d'aluminium) ont une action sur la gélatine de l'émulsion qui fait que l'ion de sulfate est retenu plus fortement que lorsqu'on utilise un bain non durcissant. Cependant, on ne doit utiliser les bains de fixage non durcissants qu'avec précaution, parce que la gélatine peut devenir fragile. On ne doit pas utiliser de composés ammoniacaux ou d'adjuvants de lavage contenant des agents oxydants (comme les hypochlorites et les peroxydes).

Les composés et les complexes argentiques résiduels sont une cause importante de dégradation de la couche qui porte l'image dans les films photographiques traités anciens. L'argent de l'ion complexe peut se combiner avec le soufre produit par la décomposition du thiosulfate, ou peut réagir avec les contaminants atmosphériques pour produire une décoloration. On doit considérer comme facteurs indésirables dans la préparation des films d'archives une concentration élevée en complexes argentiques dans le bain de fixage, la présence d'oxydants dans l'eau de lavage et le séchage en atmosphère contenant des impuretés ou provoquant un durcissement de l'émulsion.

1) Le terme thiosulfate est utilisé comme terme générique pour désigner également ses produits de décomposition, les polythionates et leurs complexes argentiques.