
Norme internationale



4331

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

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

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

Deuxième édition — 1986-09-15

CDU 771.523 : 772.1 : 778.142

Réf. n° : ISO 4331-1986 (F)

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

Photographie — Film photographique noir et blanc traité 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'assurances, l'industrie et d'autres entreprises a été stimulée par la constatation de la réduction des espaces réservés aux archives de l'amélioration de l'organisation, de l'accessibilité et de la facilité de reproduction qui résulte de l'utilisation des enregistrements sur films.

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. Les documents d'archives ne peuvent pas être conservés sur des films en nitrate. 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 supports en différents 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 liées à la fabrication du film, certaines à son traitement 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. Les documents d'archives conservés sur film doivent être entreposés suivant les prescriptions figurant dans l'ISO 5466.

1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale établit les spécifications des films de sécurité composés d'un support en ester de cellulose et d'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 négatif ou par un traitement d'inversion par reste¹⁾, aux copies de travail d'aspect positif, et aux virages à l'or. Elle ne s'applique cependant pas aux images argentiques qui ont été altérées chimiquement par des traitements tels que les autres virages, les atténuations ou les renforcements.

La présente Norme internationale ne s'applique pas aux films couleur, aux films fixés par un procédé autre que par une solution de thiosulfate^[3], et aux images argentiques produites par un traitement à sec ou thermique, par transfert, par diffusion, et par procédé dit de semi-inversion.

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 ont été appliquées aux films développés 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 sont exclus du domaine d'application de la présente 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.*

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

1) Le traitement d'inversion par reste comprend le fixage final et le lavage après la seconde phase de développement.

Tableau 1 — Limites de flexibilité et de perte de flexibilité

Caractéristique	Épaisseur totale du film	
	moins de 0,13 mm	de 0,13 à 0,18 mm
1 Film non chauffé nombre moyen minimal admissible de doubles pliures MIT	20	10
2 Film après vieillissement accéléré perte moyenne maximale 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 Diminution de la résistance mécanique de la gélatine gonflée

La diminution de la résistance mécanique de la gélatine gonflée 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 — Valeurs limites de la diminution de résistance mécanique de la gélatine gonflée, 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.

5.3 Adhérence par contact du film sur lui-même

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, 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 Propriétés contrôlées par le responsable du traitement

Ces caractéristiques sont déterminées par les conditions de traitement (voir annexe A).

6.1 Concentration en thiosulfate

La concentration de thiosulfate dans les films traités dépend des conditions de traitement. Les accélérateurs de lavage contenant des agents oxydants tels que peroxydes ou hypochlorites ne doivent pas être employés. Après traitement, le film ne doit pas présenter une concentration en thiosulfate résiduel, calculée en ions thiosulfate $S_2O_3^{2-}$, 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 thiosulfates $S_2O_3^{2-}$ g/m ²
Films à grain fin pour copie, duplication et tirage	0,007
Films photographiques à grain moyen et à ton continu et films radiographiques à gros grain	0,02

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 n'est pas faite pour mesurer les variations éventuelles de l'échantillon entre son traitement et l'essai, mais elle est utilisée pour préjuger du 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

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 optique moyenne et la même masse d'environ 1 g chacun.

Peser chaque échantillon avec précision et l'immerger dans environ 80 ml de chlorure de méthylène auxquels on ajoute lentement 40 ml d'alcool éthylique dénaturé.

ATTENTION — Il faut prendre garde au 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.

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 d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l 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 d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l, 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 a 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 pièce à air conditionné ou dans une enceinte type «boîte à gants» auto-conditionnante. 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 par 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 ni 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 la force d'adhérence de ce ruban sur la surface du film en essai n'est pas suffisante. 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 ressort indiquant la valeur maximale. La force d'adhérence doit être au moins égale à 9 N par centimètre de largeur de ruban.

7.6 Essais d'adhérence aux cycles 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 dessiccateur en verre de manière à ce qu'elles soient librement exposées à l'atmosphère ambiante. Introduire le dessiccateur dans une étuve à circulation d'air, à la température de 50 ± 2 °C durant 8 h. L'atmosphère du dessiccateur doit être maintenue à une humidité relative égale à 96 %, que l'on peut obtenir en plaçant dans le fond du dessiccateur¹⁾ une solution saturée de sulfate de potassium dans l'eau.^[10] 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 dessiccateur doit être maintenue à une humidité relative égale à 11 %, que l'on peut obtenir en disposant au fond du dessiccateur¹⁾ une solution saturée de chlorure de lithium dans l'eau.^[10] 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⁾

1) L'humidité relative est basée sur la pression nominale de vapeur de la solution saline, mais les tolérances d'humidité relative ne peuvent pas être spécifiées.

2) On peut commodément réaliser cela en plaçant les échantillons dans le dessiccateur à forte humidité relative pendant la matinée et dans le dessiccateur à 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 et ne doivent pas être confondues avec des trous ou des craquelures dans la couche d'émulsion. 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.

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.

7.11 Stabilité de l'image

On prépare trois éprouvettes de film traité contenant des zones d'image représentatives et équivalentes. Pour les films en feuille, on peut prendre une éprouvette carrée de 5 cm de côté et, pour les films 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 enceinte 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 d'incidence.

7.12 Recherche des composés argentiques résiduels

Deux échantillons de film traités de n'importe quel format seront contrôlés sur les deux faces. Le film sera séché si nécessaire et une surface propre sera humectée par une goutte de solution réactive à 0,2 % de sulfure de sodium fraîchement préparée. Le réactif sera éliminé par lavage ou absorption après 3 min. Si l'échantillon présente une teinte nettement perceptible, il est nécessaire de préparer un échantillon de référence du même type de film et de préférence du même lot. Cet échantillon de référence sera fixé successivement pendant 5 min dans deux bains de fixage identiques, fraîchement préparés, contenant 240 g de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) par litre et lavé pendant 30 min à l'eau courante afin que l'eau du récipient soit renouvelée toutes les 5 min. Le film sera séché à l'air et contrôlé avec la solution de sulfure de sodium comme ci-dessus.

Toute coloration de l'échantillon à étudier supérieure à celle de l'échantillon de référence indique la présence de sels d'argent résiduels.

Annexe B

Effet des produits chimiques résiduels sur l'image argentique développée

(Cette annexe ne fait pas partie intégrante de la norme.)

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 ne 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.

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. L'essai par le sulfure de sodium spécifié en 6.1 donne une indication qualitative sur la quantité de composé argentique résiduel. Une concentration élevée en complexes argentiques dans le bain de fixage, en oxydants dans les eaux de lavage et des conditions de séchage dans une atmosphère contenant des impuretés, ou provoquant un durcissement de l'émulsion, sont considérées comme des facteurs indésirables dans la préparation de films d'archives.

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

Bibliographie

- [1] ANDERSON, D.H., and WOODALL, N.B., «Infra-red identification of materials in the fractional milligram range». *Analytical Chemistry*, No. 25, Déc. 1953, pp. 1906-1909.
- [2] CARR, D.S. and HARRIS, B.L., «Solutions for maintaining constant relative humidity.» *Industrial Engineering Chemistry*, No. 41, Sept. 1949, pp. 2014-2015.
- [3] HENN, R.W. and KING, N.H., «A comparison of the effect of residual sodium and ammonium thiosulfates on image permanence». *Photographic Science and Engineering*, No. 5, Jan. 1961, pp. 46-47.
- [4] HENN, R.W. and WIEST, D.G., «Microscopic spots in processed microfilm : Their nature and prevention». *Photographic Science and Engineering*, No. 7, Sept. 1963, pp. 253-261.
- [5] HENN, R.W., WEIST, D.G. and MACK, B.G., «Microscopic spots in processed microfilm : The effect of iodide». *Photographic Science and Engineering*, No. 9, Mai 1965, pp. 167-173.
- [6] HILL, J.R., and WEBER, C.G., «Stability of motion-picture films as determined by accelerated ageing, Research paper RP-950». *Journal Research, National Bureau of Standards*, No. 17, Déc. 1936, pp. 871-881.
- [7] McCAMY, C.S., «Inspection of processed photographic record films for ageing blemishes». *National Bureau of Standards Handbook*, No. 96, Jan. 1964.
- [8] PARKER, J.T., and SUGDEN, L.J., «Determining the resistance of photographic emulsions to damage during processing». *Photographic Science and Engineering*, No. 7, Jan. 1963, pp. 41-47.
- [9] WARBURTON, C.D. and PRZYBYLOWICZ, E.P., «A new test method for the measurement of residual thiosulfate in processed film based on borohydride reduction to sulfide and methylene blue formation». *Photographic Science and Engineering*, Vol. 10, No. 2, Mar.-Avr. 1966, pp. 86-92.
- [10] WEXLER, A. and HASEGAWA, S., «Relative humidity temperature relationships of some saturated salt solutions in the temperature range of 0 to 50 °C». *Journal Research, National Bureau of Standards*, 53, No. 1, Juil. 1954, pp. 19-26.
- [11] WEYDE, E., «A simple test to identify gases which destroy images». *Photographic Science and Engineering*, Vol. 16, No. 4, Juil.-Août 1972.
- [12] *Infra-red Spectra Plastics and Resins*, P.B. 111438, U.S. Department of Commerce, Office of Technical Services, Washington, 20230, DC, 1954.
-