

# LES PROCÉDÉS FER-ARGENT

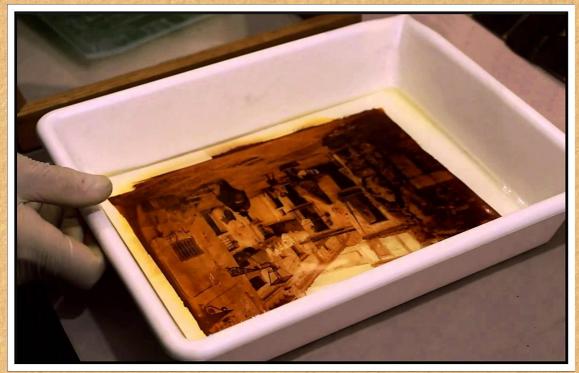


Photo: Dante Cappellani - print: Stanze di Luce

Une compilation des principaux articles dans la littérature photographique spécialisée, et des notes de différents membres de Picto Benelux.

# I - Ne confondons pas...

Les procédés principaux faisant partie de la famille fer-argent sont le Callitype, le Brun Van Dyke, et l'Argyrotype.

Et non: le Calotype n'en fait pas partie. Il ne s'en approche même pas! Le Calotype a été mis au point par Henry Fox-Talbot au départ de ses "Photogenic Drawings" et est basé sur la transformation du nitrate d'argent par le chlorure de sodium (le sel..) en chlorure d'argent. Les Calotypes sont essentiellement des négatifs — au départ ce furent des photogrammes qui demandaient des poses très longues, puis, au fur et à mesure des améliorations, on les utilisa directement dans les appareils de prise de vues. Fox-Talbot jeta ainsi les bases du système négatif-positif qui a été utilisé jusqu'à l'avènement de la photographie numérique.. A noter que pour les documents positifs utilisant la même technique, on ne parle plus de calotypes, mais de tirages au papier salé.

Ces procédés basés sur la sensibilité à la lumière des seuls sels d'argent ne font pas l'objet du présent document. Ceux qui voudraient s'y intéresser peuvent consulter "<u>Papier salé:</u> <u>histoire et fabrication</u>" rédigé par Lionel Turban, mis en forme et traduit par Picto Benelux, téléchargeable ici: http://www.picto.info/saltdoc/papsal.pdf.

Nous ne nous intéressons ici qu'aux techniques basées sur la réduction des sels de fer par la lumière. Elles se divisent en trois grandes familles: la cyanotypie, les techniques utilisant des métaux nobles comme le platine, le palladium et l'or, et enfin la famille des techniques "ferargent" qui est celle à laquelle nous nous intéressons ici.

Même au sein de cette dernière, les confusions ne sont pas rares. Il arrive couramment que des personnes croient réaliser des Callitypes, alors qu'il s'agit en fait du procédé un peu plus récent et plus simple qu'est le Van Dyke – et inversement. En fait, le terme "Callitype" est progressivement devenu une sorte de terme générique pour la famille fer-argent.

Quant à l'Argyrotype, il s'agit là d'une technique beaucoup plus récente, mise au point par le britannique Michael Ware, et dans lequel il remplace le nitrate d'argent par le sulfamate d'argent comment agent de sensibilisation. Le grand avantage de ce procédé est d'utiliser une solution acide, rendant l'éclaircissement plus aisé. Les autres procédés utilisent des solutions neutres ou basiques qui produisent de l'hydroxyde de fer (rouille) qui peut être difficile à éliminer et affecter les blancs de l'image.

Pour la Callitypie, c'est l'oxalate ferrique qui est utilisé pour rendre le papier photosensible; lors de l'exposition, l'image n'apparaîtra que très légèrement et devra être développée pour apparaître pleinement. En fonction des papiers et révélateurs utilisés, on pourra obtenir différentes teintes: sépia, rouge, aubergine... et même des noirs très proches de ceux du platine-palladium.

La Callitypie est en fin de compte plus proche des procédés au platine-palladium, tandis que le Van Dyke reste plus proche de la cyanotypie: il utilise lui aussi le citrate ferrique ammoniacal pour la sensibilisation, l'image apparaissant au développement et ne demandant qu'un lavage pour apparaître complètement.

Notez que, quand nous parlerons de Callitypie dans ce document, nous viserons uniquement le procédé d'origine, légèrement plus complexe et plus cher, mais plus souple au niveau de la maîtrise du contraste, que le Van Dyke.

# II - Un peu d'histoire...

Dès 1842, Sir John Herschel (1792-1871) avait découvert que la lumière pouvait transformer le citrate ferrique ammoniacal en un état ferreux, et que cela pouvait être mis à profit pour créer des images permanentes par la réduction d'un sel de métal noble en métal inerte là où il entre en contact avec les sels de fer. Il utilisa ainsi le pigment bleu de Prusse, le mercure, l'or et l'argent, pour mettre au point des procédés qu'il appela respectivement: cyanotypie, amphitypie, chrysotypie et argentotypie. Absorbé par ses multiples autres activités, il ne poussa jamais plus loin ses investigations, et il fallut attendre de nombreuses années pour voir d'autres développer des procédés au départ de son argentotype.

Ce ne fut qu'en 1889 que le Dr. W.W.J. Nicol développa et breveta la Callitypie et ses variantes, qu'il appela sans beaucoup d'originalité Kallitype\* I, II, et III. Ces variantes faisaient appel à des sels tels que le citrate ferrique de soude, l'oxalate de potassium, l'oxalate ferrique, l'acide oxalique, ainsi qu'à différents produits révélateurs.

En 1895, la firme Fabrik Technischer Papiere Arndt und Troost de Francfort breveta un procédé appelé "Braundruckverfahren" permettant le tirage d'épreuves de teinte sépia. Ce brevet décrit un mélange de citrate de fer ammoniacal, de nitrate d'argent, d'acide tartrique et de gélatine. Cette formule a connu par la suite de nombreuses évolutions, dans lesquelles on a fini par abandonner la gélatine dès lors que les papiers modernes ont été encollés suffisamment à la fabrication. En français, on parlera de "tirage bistre" (LP Clerc), ou tirage sépia.

Il faut noter que l'appellation "Brun Van Dyke" n'est apparue que bien plus tard, vers la fin des années 1930-début des années 1940. On ne connaît pas l'origine de cette appellation (certains pensent qu'elle fait référence à la palette de couleurs chaudes du peintre flamand Antoon Van Dyck..). Quoi qu'il en soit, elle est utilisée à tort pour le procédé qui nous intéresse ici, car le procédé "Vandyke" mentionné dans la littérature du début du 20e siècle visait une technique photo-lithographique pour la réalisation de cartes topographiques. Cette technique fut développée par Frederick Reginald Vandyke qui s'engagea au "Survey of India" (un organisme de cartographie) en 1889 et termina sa carrière comme directeur du Photo-Litho office en 1923.

Peu à peu cependant, l'appellation "Brun Van Dyke" est devenu d'utilisation courante; le terme a été défini pour la première fois comme technique photographique fer-argent dans l'Encyclopaedia Britannica de 1961.

<sup>\*:</sup> Kallitype en anglais, Callitype en français, du grec καλὸς - beau

# III - Descriptions techniques

## A - Le Tirage Bistre (sépia)

C'est certainement la technique la moins utilisée dans la famille fer-argent.

## a - Formule "Arndt und Troost"

citrate ferrique ammoniacal	100gr
nitrate d'argent	20дг
acide tartrique	
gélatine	
eau1	

## b- Évolution "contemporaine"

Ici, le sensibilisateur est similaire à celui du procédé Van Dyke, mais intègre de l'acide oxalique au lieu d'acide tartrique. Pour la <u>sensibilisation</u> du papier:

Mélanger d'abord le citrate et l'acide oxalique, puis ajouter le nitrate dissous en lumière atténuée. Il est possible qu'un dépôt se forme, qu'on peut filtrer. Laisser reposer 24-48 heures. Si cette formule ne donne pas assez de contraste, on peut augmenter celui-ci soit en encollant le papier à la gélatine, soit en ajoutant à la formule une goutte de bichromate de potassium à 10%. Dans ce cas, un précipité risque de se former, qu'il faudra aussi filtrer.

<u>Exposition</u>: soleil ou UV. Temps similaires à ceux pour les Callitypes ou les Van Dyke. Seules quelques légères traces seront apparentes avant développement, comme pour les Callitypes.

#### **Développement:**

eau démin.:	1000ml
borax	5gr

Immerger l'épreuve de 5 à 7 minutes dans ce bain en agitant.

Le développement est à base de borax (au lieu d'eau claire pour le Van Dyke), qui est très alcalin et favorise la formation d'hydroxyde de fer, très difficile à éliminer. On peut atténuer ce problème en immergeant d'abord le tirage dans un bain d'eau salée légèrement acidifiée avec une pincée d'acide citrique.

<u>Fixation</u>: 1 minute dans un bain d'hyposulfite à 3%. L'image s'assombrira et les hautes lumières s'éclairciront.

Lavage: Après un premier bain (5 min.) de sulfite de soude à 1%, lavage en eau courante pendant 20 minutes. Si on ne se sert pas du bain de sulfite, il faudra éventuellement (si votre eau est calcaire) acidifier l'eau avec une pincée d'acide citrique et prolonger le lavage pendant 40 minutes.

(\*) Une vraie eau distillée est chère et difficile à trouver; souvent elle contiendra d'ailleurs encore des ions chlorures (Cl-). Pour nos besoins, une eau déminéralisée de bonne qualité (≤ 1µs) est suffisante.

## **B - La Callitypie**

La Callitypie n'a jamais eu une très grande popularité. Elle a connu un bref succès d'estime – surtout aux États-Unis – mais a eu la malchance d'arriver 10 ans après le procédé au platine qui jouissait d'un énorme prestige, et juste avant les papiers "gaslight". Elle n'était ni aussi permanente que le premier, ni aussi facile d'emploi que les seconds. C'est surtout sa réputation instabilité qui lui a fait du tort.

Cette réputation était due à un traitement maladroit, et notamment à un fixage insuffisant: Nicol dans ses premières formules utilisait l'ammoniaque seul pour fixer l'image. Les choses se sont améliorées quand on a remplacé celui-ci, totalement ou partiellement, par le thiosulfate de soude. La permanence dépend en effet en grande partie de l'élimination complète des sels de fer dans un solvant approprié, et des sels d'argent non insolés dans le thiosulfate. Elle peut encore être améliorée par différents bains de virage.

Au cours des temps, les formules originales de Nicol ont été fortement modifiées. Celles-ci n'ont donc guère qu'un intérêt historique, et nous ne nous y attarderons pas ici.

La Callitypie est un procédé par développement (DOP), qui ne connaît pas comme les papiers à noircissement direct (POP) l'effet de masquage automatique, et donc de réduction de contraste dans les ombres. Sa courbe présente une pente longue et régulière, similaire à celle du platine. Un bon Callitype est très difficile à différencier d'un tirage pt/pd – mais bien moins cher...

Procédure: Sensibilisation du papier – séchage – exposition – développement – éclaircissement/rinçage – virage (facultatif) – fixage – lavage.

<u>Bain sensibilisateur</u>: alors que les formules originales de Nicol faisaient intervenir un certain nombre de produits, avec notamment de l'oxalate d'ammonium et de l'acide oxalique, la formule contemporaine est beaucoup plus simple, et ne comporte que 2 substances.

Préparez deux solutions (en lumière atténuée pour le nitrate d'argent):

A - nitrate d'argent à 10%

*B - oxalate ferrique à 20%* 

Conservez-les à part, dans des bouteilles brunes, et à l'abri de la lumière.

Mélangez A et B à parts égales (évitez de contaminer les solutions en mélangeant les pipettes..) en une quantité juste suffisante. Mélanger en agitant d'un mouvement circulaire (comme un verre de vin..). Une Callitypie nécessite environ 20% plus de produits que le procédé au platine. À titre indicatif, prévoyez (mélange A+B): pour un 10x12,5cm: 16-20 gouttes , pour un 13x18cm: 1,5ml (ou 34 gouttes), pour un 30x50: 6-8ml, pour un 50x60: 14ml.

Si vos épreuves ont tendance à pâlir, augmentez légèrement la quantité de A par rapport à B. Peuvent également être préparés/utilisés:

- 1 goutte de chlorure d'or (sol. 1%) par 20 gouttes de A+B (ton + chaud, noir olive)
- 1 goutte de Tween20 à 5% par 20-40 gouttes de A+B (meilleure absorption du papier)
  N'utiliser le Tween20 que si nécessaire (avec le COT320 de Bergger par ex.)

<u>Séchage:</u> Avec un sèche-cheveux, il est important de ne pas envoyer l'air chaud directement sur la surface humide. Cela voilerait les hautes lumières. Réglez l'appareil à basse température et soufflez par l'arrière. Mieux, remplacez le sèche-cheveux par un ventilateur. Attention! Le papier doit être complètement sec, "à cœur" avant utilisation! Par temps humide, un simple séchage à l'air libre, même prolongé, peut ne pas être suffisant.

<u>Exposition:</u> Procédez comme d'habitude, en vous aidant éventuellement d'une échelle de gris du type "Stouffer". L'exposition est plus courte que pour le pt/pd, et devrait être de l'ordre de 1-6 minutes au soleil, ou environ le double sous lampe UV. Cela dépend évidemment beaucoup du matériel d'insolation, du papier, du négatif, etc..

<u>Développement:</u> Il existe un grand nombre de formules différentes, qui permettent entre autres de faire varier les teintes de l'image. Évidemment, si vous avez l'intention de virer votre image avant fixage, ces variations n'auront qu'une importance toute relative..

L'image apparaissant très rapidement au contact du révélateur, il est important que toutes les parties de l'image soient immergées en même temps. La technique la plus courante est de déposer le papier insolé dans une cuvette vide, propre et sèche (la nettoyer pour chaque nouvelle image) et de déverser le révélateur dessus le plus rapidement possible.

Utilisez une quantité suffisante pour recouvrir toute l'image; si on en utilise trop peu, on risque des zones de développement irrégulier et un épuisement du bain avant développement complet. Un révélateur insuffisamment actif laissera des taches sur l'image. Il est prudent d'ajouter après chaque épreuve au moins 50ml de révélateur frais par 500cm² développés. Il est bon de noter le nombre de tirages traités: chaque type de révélateur a une capacité limite qu'il faut apprendre à connaître.

Même si l'image apparaît rapidement (10-20 sec.), il ne faut pas avoir peur de prolonger le développement: il est impossible de sur-développer, mais il est important qu'un maximum de sels ferriques se transforment en sels ferreux. Développez pendant 8 à 10 minutes. L'image paraîtra beaucoup trop foncée, mais s'éclaircira au cours des étapes ultérieures.

Il faut éviter que le révélateur ne devienne alcalin, car cela favorise la transformation du fer en sels insolubles. Vérifiez régulièrement l'acidité avec un papier pH, ou un pH-mètre. Si le pH augmente, ajoutez l'acide déjà présent dans la formule: citrique, oxalique ou tartrique. Cela garantira une meilleure conservation de l'image, et des hautes lumières plus propres.

Ne jetez pas le révélateur, mais récupérez-le pour les développements suivants, éventuellement après l'avoir filtré: après un certain temps, un dépôt noirâtre de résidus métalliques se formera.

# Révélateur "classique" (tons noir-brun)

eau démin	1000ml
borax (anhydre)	100дг
sel de Rochelle	75gr
acide tartrique	Здг

Pour des tonalités plus froides, augmentez le borax et diminuez le sel de Rochelle (tartrate double sodium-potassium) – et inversement pour des tons plus chauds. Attention: le borax ne se dissout bien que dans une eau un peu chaude: commencez avec 750ml à 30°C.

En fait, ce révélateur n'est pas le plus facile à préparer, ni celui qui permet d'obtenir les hautes lumières les plus propres. Les formules suivantes sont souvent plus satisfaisantes.

Un révélateur bien plus facile à préparer et qui semble donner d'excellents résultats est le suivant:

#### Révélateur combiné acétate de soude/citrate d'ammonium

A - Solution de citrate de soude 20% (200gr dans 1000ml eau)

B - Solution de citrate d'ammonium 20% (200gr dans 1000ml eau)

Utilisation: 1 part A + 1 part B. Renouveler 400ml par 2500cm<sup>2</sup> de papier.

La solution A peut aussi être remplacée par:

C - 150gr acétate de soude + 1,5gr acide tartrique dans 1000ml eau.

## Les solutions A et B et C peuvent aussi être utilisées séparément:

A: images brun-noir

B: images brun-rouge à marron, beaucoup de détail dans les ombres, grain fin

C: images noir neutre, plus intense que A.

Il existe bien d'autres formules de révélateur, trop nombreuses pour être énumérées ici.

## Éclaircissement

Après développement il est nécessaire d'éclaircir la photo et d'en enlever le voile jaune, surtout perceptible dans les hautes lumières. Il est aussi indispensable pour la permanence d'enlever tous les sels ferriques non exposés de l'image. Commencez par rincer le tirage dans de l'eau déminéralisée additionnée d'une bonne pincée d'acide citrique pendant 4-5 minutes. Immergez-le ensuite dans deux bains successifs d' EDTA à 4% (5 minutes dans chaque) en agitant, jusqu'à ce que tout voile ait disparu. Au fur et à mesure que les sels ferriques s'éliminent, l'eau se colorera en jaune. Quand la coloration devient importante, éliminez le bain: le second vient en premier, et un nouveau vient en second. Si vous n'avez plus d'acide citrique ou d'EDTA, du 7-Up® peut dépanner... Rincez avant de passer à l'étape suivante.

## Virage (facultatif)

Le bain de virage permet d'influencer la teinte finale de l'image, mais surtout d'en assurer la permanence en recouvrant l'argent métallique d'une couche de métal plus stable. Il permet aussi d'éviter l'aspect métallisé dû à un développement trop long. Tous les bains utilisés pour les tirages pt/pd ou au papier salé sont bons. Le virage se fait avant fixage.

Or: acide citrique 5gr + 1000ml eau distillée + solution à 5% de chlorure d'or 5ml. Immergez 5 minutes, ou jusqu'à ce que le résultat vous plaise. Avec l'usage, son action se ralentit. Palladium: acétate sodium 2gr + acide citrique 2gr + eau eau démin. 400ml + solution à 20% chlorure palladium (30 gouttes). Immergez 5 minutes, ou jusqu'à ce que le résultat vous plaise. Après virage, rincez le tirage pendant 5 minutes en eau courante.

#### Fixage - Lavage

La plupart des problèmes de permanence viennent d'un fixage et d'un lavage insuffisant dans une eau trop alcaline. Il serait dommage de s'être appliqué jusqu'à ce stade, pour tout compromettre ici..

Fixateur: si trop acide, il blanchira l'image; si trop alcalin, son action ne sera pas optimale...

thiosulfate de soude (hyposulfite) ......50gr ammoniaque liquide ......5ml eau démin. ......1000ml

Fixez pendant 2 minutes - Rincez à l'eau pendant 2 minutes, puis plongez 1 min. dans un bain de sulfite de soude à 1%. - Lavez à l'eau courante pendant 30 minutes. - Suspendez pour sécher.

## Problème: les hautes lumières sont voilées...

Essayez les suggestions qui suivent:

- ajoutez du Tween20 au sensibilisateur
- utilisez de l'eau déminéralisée acidifiée au premier rinçage avant éclaircissement
- utilisez le révélateur combiné acétate de soude/citrate d'ammonium
- développez pendant 5 minutes au moins

#### Problème: le contraste n'est pas bon.

- Ajouter du bichromate de potassium au révélateur peut augmenter le contraste, mais risque de voiler les hautes lumières, et la modification du révélateur est définitive... Il peut être intéressant dans ce cas de prévoir plusieurs révélateurs en réserve avec chacun une teneur différente en bichromate à 4%: 4 8 16 24 32 ml/l (plus la proportion est élevée, plus le contraste augmente).
- Un révélateur plus froid (≥ 20°C) donnera des tons plus froids et un contraste plus grand; plus chaud (30°C), il donnera des tons plus chauds et un contraste moins élevé.

#### Quelques papiers utilisables (Callitype et VDB).

Arches Aquarelle, Bergger COT320, Fabriano Artistico (acidifié), Canson Crob'Art, Canson Montval

#### C - Le Brun Van Dyke

Il s'agit d'une variante simplifiée de la Callitypie. Cette formule ne nécessite pas d'oxalate ferrique et le développement s'effectue tout simplement à l'eau. Il s'agit en quelque sorte de l'équivalent en procédé argentique de la cyanotypie. Ce procédé n'a cependant pas la même souplesse que la Callitypie pour contrôler le contraste de l'image.

## Ses avantages:

- un seul bain, facile à préparer, pour la sensibilisation
- développement à l'eau claire
- bon marché
- rapide; insolations assez courtes
- assez longue échelle tonale; virages similaires aux tirages argentiques



photo: Cezar Popescu

#### Ses inconvénients:

Tout comme la Callitypie, le Van Dyke a eu dès le début une mauvaise réputation en matière de permanence de l'image. En grande partie à tort, les problèmes venant surtout d'instructions de traitement inadéquates, transmises de génération en génération. Dès lors que l'on a compris la formation des résidus de fer lors du développement et leur interaction avec l'argent métallique formant l'image, et que l'on comprend l'importance d'un fixage et d'un lavage adéquat, on arrive à corriger la grande majorité des défauts. Il est très dommage qu'un procédé aussi simple à la base, et donnant d'aussi beaux résultats, ait suscité autant de méfiance...

Procédure: Sensibilisation du papier - séchage - insolation - lavage/développement - virage (facultatif) - fixage - lavage.

Bain sensibilisateur: Préparez trois bains A,B,C que vous combinerez ensuite:

A	В	c
		nitrate d'argent 12gr eau démin. (t° de la pièce)100ml

En lumière atténuée, ajoutez B dans A en mélangeant doucement (évitez les instruments métalliques..) et versez le tout dans une bouteille brune ou opaque suffisamment grande pour contenir les trois parts. Ajoutez ensuite C très lentement, sinon un précipité laiteux va se former. Si un tel précipité se forme, il finit généralement par se dissoudre, éventuellement après un jour ou deux. Si ce n'est pas le cas, on peut ajouter goutte à goutte de l'acide citrique ou tartrique, jusqu'à ce que la solution s'éclaircisse. Chauffer le mélange à 50°C avant d'ajouter le nitrate peut aider. Certains auteurs indiquent que ce bain doit mûrir quelques jours avant emploi; tous ne sont pas d'accord sur ce point..

Étiquetez clairement. Le mélange se conserve au frigo pendant environ 1 an. Si un dépôt noir se forme, il est inutile de filtrer, contentez vous de prélever prudemment la solution, sans soulever le dépôt. Si vous ne parvenez plus à obtenir des densités suffisantes, il est temps de renouveler votre émulsion.

Il est aussi possible de conserver les parts A,B, et C séparément et de se servir de comptegouttes pour ne préparer que les quantités nécessaires au moment de l'emploi.

Application de l'émulsion: Utilisez votre méthode préférée, pinceau ou tige de verre. Évitez les pinceaux avec parties métalliques. Évitez de trop charger le pinceau: cela causerait le gondolement du papier et une formation de "flaques", source de problèmes au développement. Étendez d'abord l'émulsion sur toute la surface dans un sens avant de commencer dans l'autre, sinon vous aurez une couverture irrégulière qui restera visible dans l'image finale. Dès que l'émulsion commence à sécher (elle perd sa brillance quand on l'observe en lumière rasante), il

faut arrêter le travail de la brosse, sinon des traînées vont apparaître. (Si on n'a pas l'habitude de ce travail, il est bon de s'entraîner, avec une peinture à l'eau jaune par exemple). Quand tout le produit a été étendu, laissez reposer le papier quelques minutes avant d'utiliser un sèchecheveux (réglé sur la température la plus froide). Profitez-en pour rincer et sécher le pinceau en l'épongeant sur du papier-ménage; évitez de le laisser posé sur ce papier: il risquerait d'absorber des composants chlorés utilisés pour blanchir ce papier. Dernier conseil: veillez à ce que le papier soit sec "à cœur" avant application. Si l'air est humide, pensez à un déshumidificateur.

<u>Exposition</u>: Le Van Dyke est un procédé POP (printing out process): l'image doit être complètement visible après l'exposition et avant le "développement" qui ne fera que nettoyer l'image, mais ne la renforcera pas énormément. Une légère surexposition est préférable à une sous-exposition. Il peut être utile de s'aider d'une échelle de gris du type "Stouffer" pour faire une série de bandes test exposées à 30 sec. d'intervalle. Sous le soleil, l'exposition correcte se situe généralement dans une fourchette de 2 à 6 minutes; un temps légèrement plus long sera nécessaire sous des lampes UV. Étant donné le grand nombre de variables (produits, négatif, papier, lumière..) il n'est pas possible de donner des indications plus précises.

"<u>Lavage-développement"</u>: Un des problèmes fréquemment rencontrés est que l'image, apparue correctement à l'exposition, s'affaiblit ou "coule" en cours de traitement ou même après. C'est ce qui est à la base de la mauvaise réputation du procédé. Ces problèmes ne sont pas inhérents au procédé, mais sont dus à un traitement inadéquat.

Premier lavage-développement: utilisez impérativement de l'eau déminéralisée à laquelle vous aurez ajouté une pincée d'acide citrique. La présence d'ions chlorures ou de chloramines dans l'eau de distribution est la cause principale du voile des hautes lumières, et de la dégradation de l'image dans le fixateur. Avec l'utilisation d'eau distillée, le nuage trouble laiteux se dégageant de l'image sera nettement moins important. Ce nuage est formé par du chlorure d'argent formé en réaction au chlore contenu dans l'eau. Laissez l'épreuve dans ce bain pendant 2 minutes.

(Acidification: la quantité d'acide à ajouter dépend des caractéristiques de l'eau. L'eau doit être suffisamment acide pour permettre une bonne élimination des résidus de fer mais pas trop pour éviter une réduction de la densité optique de l'argent. Commencez par 1,25gr/l et augmentez graduellement jusqu'à 30gr/l, autant que besoin. Si vous n'obtenez plus de noirs profonds, vous êtes allés trop loin. Un pH juste en-dessous de 7 est idéal)

Deuxième bain de lavage-développement: remplissez une cuvette d'eau de distribution et ajoutez une pincée d'acide citrique. Agitez pendant 2 minutes. Continuez ensuite le lavage en eau courante pendant encore 2 minutes. Un léger affaiblissement de l'image est normal à ce stade; elle se renforcera au fixage. L'image y prendra aussi une teinte plus froide.

## Virage (facultatif):

Certains virages protégeront l'argent métallique de l'image, améliorant sa permanence et réduisant son affaiblissement dans le fixateur. Ils peuvent changer la teinte de l'image.

<u>Virage or-thiourée</u> (LP Clerc): 50ml chlorure d'or à 1% + 50ml thiourée 1% + 0,5gr acide tartrique + 20gr chlorure de sodium + eau jusqu'à 1000ml

<u>Virage palladium</u>: 2gr acétate de soude + 2gr acide citrique + 400ml eau déminéralisée + 30 gouttes chlorure de palladium à 20%

Plonger l'épreuve dans un de ces bains jusqu'à ce que le résultat vous plaise visuellement; rincez à l'eau courante pendant 5 minutes avant de fixer.

<u>Virage sélénium</u>: 1 à 5ml de Kodak Rapid Selenium Toner (ou équivalent) dans 500ml eau distillée. Peut être appliqué avant ou après le fixage. Prudence, car il affaiblit rapidement l'image. <u>Après fixage</u>: 2 minutes, mais arrêtez dès que vous notez un début d'affaiblissement. Ensuite, bain éliminateur d'hypo et lavage. <u>Avant fixage</u>, diluez votre bain à 1:100 ou 1:200, traitez l'épreuve pendant 30-60 secondes en interrompant dès le premier signe

d'affaiblissement; ensuite, rinçage, fixage, éliminateur d'hypo, lavage.

<u>Fixage</u>: Fixateur= 30gr thiosulfate de soude + 1000ml eau. Si votre eau n'est pas alcaline (calcaire), on peut ajouter 2gr de carbonate de soude, ou une cuillère à café d'ammoniaque liquide. Cela retardera l'affaiblissement de l'image. Attention! Si le fixateur est trop alcalin, l'élimination des résidus de fer risque d'être incomplète, et le fer(III) résiduel finira par oxyder l'argent de l'image.

Ce fixateur étant très dilué, il s'épuise rapidement. Il est prudent de fixer en deux bains (2 minutes dans chaque bain) et de remplacer le deuxième tous les 8-10 épreuves. Un début d'affaiblissement dans le fixateur n'est pas grave, car l'imagera foncera notablement en séchant. Par contre, il est important que tout l'argent résiduel soit éliminé. N'interrompez donc pas le fixage trop tôt...

<u>Lavage</u>: Le but du lavage est d'éliminer les derniers résidus de fixateur. Si on souhaite accélerer le lavage, passer l'épreuve dans un bain de sulfite de soude à 1% (ou un éliminateur d'hyposulfite du commerce à la moité de sa concentration), puis laver en eau courante pendant 20 minutes (sinon: 30 à 40 minutes).

**Problème: les parties foncées de l'image semblent déteindre, "couler":** On voit un nuage brun se dégager de l'image dès qu'elle est plongée dans l'eau de lavage ou dans le fixateur.

Papier trop encollé empêchant le sensibilisateur d'imbiber les fibres du papier. Évitez d'encoller votre papier. Trop de sensibilisateur sur le papier. Au besoin: 1e couche, épongez, laissez sécher, 2e couche, épongez, séchez, exposez. Papier séché trop rapidement, le sensibilisateur n' a pas eu le temps d'imbiber le papier.

#### Problème: hautes lumières voilées

Résidus métalliques insuffisamment éliminés: utilisez de l'eau déminéralisée et de l'acide citrique dans le premier (et au besoin, le second) bain de développement-lavage.

#### Problème: le contraste n'est pas bon

- <u>Refaites un négatif</u> numérique en adaptant la courbe de l'image: le meilleur moyen d'avoir une bonne image est d'avoir un négatif correct.
- La <u>sur-exposition</u> réduit le contraste; la <u>sous-exposition</u>. l'augmente.
- <u>Le papier doit être sec "à cœur" avant l'exposition</u>; par temps humide, un simple séchage à l'air libre, même prolongé, peut ne pas être suffisant.
- Exposez le papier immédiatement après l'avoir séché.
- Remplacez le sensibilisateur classique par la solution "VanDyke FC" (ferric citrate) suivante:

Solution A FC": 35ml eau + 10gr citrate ferrique + 10gr acide citrique + 2,5gr citrate de soude

Ajoutez les solutions B et C, comme pour le sensibilisateur classique.

Utilisation: mélangez en proportions variables du sensibilisateur "Classique" (Cl) et "FC" :

1Cl + 0FC = 17 paliers -9Cl + 1FC = 15 p -8Cl + 2Fc = 13 p -5Cl + 5 FC = 12p. Augmenter la proportion FC au-delà de 50% n'augmente plus le contraste, mais réduit la sensibilité (temps d'exposition plus long). Augmenter le citrate de soude de 2,5gr à 5gr dans la formule 50/50 permet d'augmenter le contraste de deux paliers supplémentaires sur une échelle de Stouffer.

- <u>Utilisez l'affaiblisseur Van Dyke de Wynn White:</u>

Faites tremper l'épreuve à blanchir puis plongez-la dans l'affaiblisseur. Les parties claires s'éclairciront les premières, et le contraste augmente. Arrêter un peu avant que le résultat désiré ne soit atteint, rincer à l'eau, passer 3 minutes dans un bain éliminateur d'hyposulfite, laver 30 minutes. (remarque: c'est une solution aussi pour améliorer les hautes lumières voilées...).

#### Problème: le lavage est-il suffisant?

En cas de doute, un test d'hypo résiduel peut être utile:

HypoTest-2: 75ml eau distillée + 12,5ml acide acétique 28% + 0,75gr nitrate argent + eau jusqu'à 100ml Après lavage, éponger un coin du tirage (qui sera caché ou coupé ensuite) puis y déposer une goutte de HT-2. Laisser agir 2 minutes exacement, puis éponger. S'il n'y a pas de tache, le lavage est bon. Pour plus de sécurité, on peut éventuellement le prolonger encore un peu. S'il y a une tache brune, ou jaune foncé, le lavage est loin d'être complet. Une tache beige pale indique que le lavage progresse, mais est encore insuffisant. Attention! les taches sont indélébiles...

## D - L'Argyrotypie

Mike Ware, ayant constaté qu'aucun des procédés fer-argent n'était exempt de pièges ou de difficultés, a voulu développer dès 1990 une technique plus conviviale, et ses efforts ont abouti l'année suivante à un procédé qu'il a baptisé "Argyrotypie". On peut donc avoir quelques réticences à le compter parmi les techniques "historiques", bien que sa filiation avec les procédés fer-argent plus traditionnels soit évidente.

Le problème inhérent à ces derniers réside dans l'utilisation de particules d'argent beaucoup plus fines ("argent colloïdal") que celles des émulsions argentiques modernes. Ces particules sont beaucoup plus vulnérables aussi, ce qui pose d'énormes problèmes, et laisse très peu de marge de manœuvre (ni trop d'acidité, ni trop d'alcalinité..), lors du traitement de ces images. Dans l'argyrotypie, le nitrate d'argent est remplacé par le sulfamate d'argent qui peut être utilisé dans un sensibilisateur acide (donc éliminé facilement) qui n'aura pas tendance à oxyder l'argent colloïdal dans l'image. Le sulfamate d'argent du sensibilisateur devant être fabriqué, la sensibilisation est un peu plus longue que pour les autres procédés. Mais après insolation du négatif le traitement est on ne peut plus simple: un simple lavage et un fixage suffisent.

## **Bain sensibilisateur:**

préparez la solution suivante:

. acide sulfamique	7дг
. oxyde d'argent(I)	7дг
. citrate de fer(III) ammoniacal vert	22gr
. Tween 20	0,2ml
. eau pour faire	100ml

Diluez l'acide sulfamique dans 70 ml d'eau distillée chaude, ajoutez petit à petit l'oxyde d'argent en mélangeant continuellement jusqu'à dissolution complète, puis le citrate, tout en continuant à mélanger. Laissez refroidir. Ajoutez le Tween en mélangeant bien puis complétez avec de l'eau déminéralisée à température de la pièce. Si on veut un bain donnant plus de contraste, ajouter 1gr d'acide sulfamique supplémentaire aux 100ml. Si un dépôt se forme, filtrez dans un filtre à café.

ou achetez le bain tout préparé chez Bostick & Sullivan...

Le négatif devrait correspondre à celui permettant un tirage correct sur un papier de grade 0 en argentique. Utilisez un pinceau réservé à cette technique, ou une tige de verre pour étendre le sensibilisateur. Bien laisser pénétrer la solution dans le papier en attendant de 3 à 10 minutes après avoir appliqué l'émulsion. Placer le papier encore humide entre deux feuilles d'acétate sans griffes, appliquer le négatif dessus puis le tout dans le châssis-presse, et exposer. Idéalement, le taux d'humidité devrait se situer aux environs de 40 à 80%.

<u>Exposition</u>: L'Argyrotypie est un procédé POP (printing out process); l'image qui apparaît après l'insolation doit être relativement proche de ce que devra être l'image finie. Bien sûr, elle sera encore influencée par les virages éventuels, le fixage et le séchage. Il est conseillé de surexposer léaèrement.

"Lavage-développement": commencez par un rinçage de 10 minutes dans de l'eau déminéralisée, avec au moins un changement d'eau durant ce temps. Si votre eau de distribution est très calcaire ou chlorée, cela risque de poser des problèmes lors du fixage. Il est alors prudent d'ajouter un peu d'acide citrique (ou du jus de citron) dans la première eau (déminéralisée) de rinçage, et de prolonger votre lavage de 10 autres minutes. Si malgré tout des problèmes subsistent au niveau du fixage, il faudra envisager de déchlorer l'eau de

distribution utilisée, à l'aide d'un neutralisateur vendu dans les magasins pour aquariums.

<u>Virage</u> (facultatif): Les teintes du papier seront déjà influencées par le choix du papier et son taux d'humidité à l'exposition.

Comme pour les autres procédés, un bain de virage peut encore changer cette teinte, mais est aussi utile pour améliorer la tenue de l'image pendant le fixage, ainsi que sa permanence. Le bain de virage traditionnel est fait au départ de deux solutions de réserve, l'une étant une solution de chlorure d'or à 0,2% et l'autre de thiocyanate d'ammonium à 2%. Ajoutez 50 ml de chaque à 900ml d'eau déminéralisée. Ce bain est réutilisable. Quand il semble s'épuiser, ajoutez simplement 50ml des deux solutions à l'ancien bain: ne recommencez pas un bain à partir de zéro!

<u>Fixage</u>: 3 minutes dans un bain de thiosulfate à 2%. Vous pouvez prolonger ce temps si votre épreuve est trop dense (sur-exposée): elle s'éclaircira un peu. Si l'épreuve a des fins détails dans les hautes lumières qui doivent absolument être conservés, il peut être utile d'ajouter une cuillère à café d'ammoniaque liquide au fixateur. Ne le faites pas si votre eau est déjà très alcaline.

Il arrive que l'image commence très rapidement à se désintégrer dans le fixateur. Cela est généralement dû au fait que le sensibilisateur n'a pas pénétré dans les fibres du papier. Ajouter une goutte de Tween20 par 20-24 gouttes de sensibilisateur améliorera la pénétration dans le papier. N'ajoutez le Tween qu'au moment d'appliquer le sensibilisateur, uniquement à la quantité utilisée pour l'image en cours, et non à toute la bouteille de solution de réserve.

<u>Lavage</u>: Lavez pendant au moins 20-30 minutes en eau courante. L'épreuve foncera au cours du séchage pour revenir approximativement aux tons qu'elle avait au moment du lavage-développement; elle foncera davantage si on la sèche à l'air chaud.

<u>Papiers</u>: certains papiers ne sont pas compatibles et ne permettent pas d'obtenir des résultats satisfaisants: voile jaune indélébile, "coulure" de l'image même si on utilise du Tween20, aspect métalisé de l'image... Selon Mike Ware, seuls des papiers pur coton, avec un encollage interne à l'Aquapel, dépourvus de tout autre additif, conviendraient.

Parmi les papiers qui donnent de bons résultats: Bergger COT320, Arches Platine, Herschel Platinotype & Buxton de Ruscombe Mill, Rives BFK, Canson Crob'Art & Fontenay, Whatman's Watercolor.

# Bibliographie

#### Livres:

La Technique Photographique - L.P. Clerc 1947 Publications Paul Montel, Paris

The Keepers of Light - William Crawford 1979 Morgan & Morgan, Dobbs Ferry, New York

Spirits of Salts - Martin Reed & Randall Webb 1999 Argentum, Aurum Press Ltd, London

Coming into Focus - John Barnier 2000 Chronicle Books, San Francisco

The Book of Alternative Photographic Processes - 2nd ed. - Christopher James 2007 Delmar Cengage Learning, Clifton Park, USA

De Kunst van het Fotoarchief - Roger Kockaerts & Johan Swinnen 2009 UPA (University Press Antwerp), ASP, Brussels, Belgium

Guide to Photographic Alternative Processes - Jill Enfield 2013 Focal Press, Oxon, UK

Gum Printing, and other amazing contact printing processes - Christina Z. Anderson 2013 Bozeman, USA

#### Périodiques:

The World Journal of Post-factory Photography #8 February 2003 - Judy Seigel

- The Vandyke brown and Callitype processes Carmen Lizardo
- VDB, Kalli, & building the large format camera Sandy King
- More about VDB variables/contrasts/toners/ Kalli coll.

#### Internet:

Preparations for Alternative Printing - Mike Ware

http://www.mikeware.co.uk/mikeware/preparations.html

Traditional Callitype Printing, A brief introduction - Dick Sullivan

http://www.dmuenzberg.de/boskalli.htm

Ferric-Silver formulae - Ed Buffaloe

http://unblinkingeye.com/Articles/Ferric/ferric.html

Vandyke Notes - Wynn White

http://unblinkingeye.com/Articles/Vandyke/vandyke.html

Vandyke Brown - Sandy King

http://sandykingphotography.com/resources/technical-writing/vandyke

The Argyrotype Process - Mike Ware

http://www.mikeware.co.uk/mikeware/Argyrotype Process.html

#### Membres Picto Benelux:

Notes de Jean Moriau, Thierry Ragogna & René Smets.