

---

---

**Produits pétroliers — Dosage du soufre —  
Méthode par microcoulométrie oxydante**

*Petroleum products — Determination of sulfur content — Oxidative  
microcoulometry method*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 16591:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fdc99c7e-8fd6-4bbc-9d9a-61fcc9231176/iso-16591-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fdc99c7e-8fd6-4bbc-9d9a-61fcc9231176/iso-16591-2010>



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 16591:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fdc99c7e-8fd6-4bbc-9d9a-61fcc9231176/iso-16591-2010>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2010

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Version française parue en 2012

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Principe</b> .....	2
4 <b>Produits et réactifs</b> .....	2
5 <b>Appareillage</b> .....	3
6 <b>Échantillons et échantillonnage</b> .....	6
7 <b>Préparation de l'appareillage</b> .....	6
7.1 <b>Cellule de titration</b> .....	6
7.2 <b>Microcoulomètre et enregistreur</b> .....	7
7.3 <b>Ruban chauffant</b> .....	7
7.4 <b>Exemple courant de conditions opératoires</b> .....	7
8 <b>Vérification de l'appareil et réalisation de la courbe d'étalonnage</b> .....	7
9 <b>Mode opératoire</b> .....	8
10 <b>Calculs</b> .....	9
11 <b>Expression des résultats</b> .....	9
12 <b>Fidélité</b> .....	9
12.1 <b>Généralités</b> .....	9
12.2 <b>Répétabilité, <math>r</math></b> .....	9
12.3 <b>Reproductibilité, <math>R</math></b> .....	10
13 <b>Rapport d'essai</b> .....	10
<b>Annexe A (informative) Détermination des teneurs en soufre inférieures à 1 mg/kg — Technique avec délai</b> .....	11
<b>Annexe B (informative) Problèmes possibles et dépannage</b> .....	12
<b>Annexe C (informative) Calcul de la teneur en soufre à partir des données électrochimiques</b> .....	14
<b>Bibliographie</b> .....	16

## Avant-propos

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

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 16591 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 16591:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fdc99c7e-8fd6-4bbc-9d9a-61fcc9231176/iso-16591-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fdc99c7e-8fd6-4bbc-9d9a-61fcc9231176/iso-16591-2010>

# Produits pétroliers — Dosage du soufre — Méthode par microcoulométrie oxydante

**AVERTISSEMENT** — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du soufre par microcoulométrie oxydante dans les distillats pétroliers légers et moyens dont le point final de distillation est inférieur ou égal à 400 °C. Elle est applicable aux produits dont la teneur en soufre est comprise entre 1 mg/kg et 100 mg/kg. Les produits dont la teneur en soufre est supérieure à 100 mg/kg peuvent néanmoins être analysés après dilution avec un solvant approprié exempt de soufre. Les produits dont la teneur en soufre est inférieure à 1 mg/kg peuvent également être analysés grâce à une version modifiée de la méthode, décrite dans l'Annexe A. Les valeurs de fidélité énoncées s'appliquent seulement aux mesures effectuées dans la plage de concentration s'étendant de 1 mg/kg à 100 mg/kg. La présence d'azote ou de chlore dans le milieu perturbe le dosage lorsque la concentration de ces éléments est respectivement supérieure à 0,1 % (m/m) et 1,0 % (m/m). Cependant, ces perturbations sont maîtrisées par addition d'azoture de sodium dans l'électrolyte de la cellule de titration. Le brome ainsi que les composés organométalliques perturbent aussi le dosage lorsque leur concentration est supérieure à approximativement 500 mg/kg.

NOTE 1 La méthode coulométrique est en mesure d'analyser les hydrocarbures liquides légers dont le domaine d'ébullition est compris entre 26 °C et 274 °C (par exemple naphtha, échantillons de spectrométrie de masse) et qui subissent une pyrolyse entre 900 °C et 1 200 °C. La combustion de composants à haut point d'ébullition (comme le diesel) peut provoquer dans la zone d'entrée du tube de combustion la formation de dépôts carbonés qui nécessitent d'être retirés fréquemment.

NOTE 2 Les résultats obtenus selon la présente Norme internationale sur des distillats légers et moyens-légers sont généralement voisins de ceux obtenus selon l'ISO 4260.

NOTE 3 Pour les besoins de la présente Norme internationale, l'expression «% (m/m)» est utilisée pour représenter la fraction massique d'un produit.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3170, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

ISO 3171, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage automatique en oléoduc*

ISO 3675, *Pétrole brut et produits pétroliers liquides — Détermination en laboratoire de la masse volumique — Méthode à l'aréomètre*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 12185, *Pétroles bruts et produits pétroliers — Détermination de la masse volumique — Méthode du tube en U oscillant*

### 3 Principe

Une prise d'essai est brûlée dans un tube à combustion sous un courant d'oxygène additionné d'un gaz inerte. Les produits de combustion sont entraînés dans une cellule de titration où le dioxyde de soufre réagit avec les ions tri-iodure présents dans l'électrolyte. Les ions tri-iodure ainsi consommés sont remplacés par coulométrie. La quantité de courant requise pour leur remplacement est une mesure directe de la teneur en soufre de l'échantillon. Les réactions mises en œuvre sont les suivantes:



### 4 Produits et réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 3 conformément à l'ISO 3696.

#### 4.1 Électrolyte

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 0,5 g ± 0,01 g d'iodure de potassium (KI) et 0,6 g ± 0,01 g d'azoture de sodium (NaN<sub>3</sub>) dans environ 500 ml d'eau. Ajouter alors 5 ml d'acide acétique glacial (CH<sub>3</sub>COOH), puis compléter au volume avec de l'eau. Stocker la solution dans un endroit sombre ou dans un flacon en verre sombre.

**ATTENTION — L'azoture de sodium est hautement toxique par contact avec la peau. Toujours porter des vêtements de protection lors de la manipulation d'azoture de sodium. L'azoture de sodium cristallisé se décompose de manière explosive lorsqu'il est soumis à la chaleur, à des chocs, secousses ou frottements. S'assurer que toutes les précautions requises sont prises pour empêcher ces conditions de se produire.**

NOTE L'expérience a montré que la durée de conservation de l'électrolyte est d'environ trois mois.

**4.2 Oxygène**, de haute pureté, teneur minimale de 99,995 %.

**4.3 Gaz vecteur**, argon, hélium ou azote de qualité haute pureté; teneur minimale de 99,995 %. En cas d'utilisation d'azote, il convient d'effectuer un essai préalable de l'appareil pour vérifier la stabilité de la ligne de base.

**4.4 Iode**, bisublimé.

**4.5 Solvant exempt de soufre**, de préférence un solvant qui est essentiellement exempt de soufre (< 0,5 mg/kg) ou dont la faible teneur en soufre (< 5 mg/kg) est précisément connue, et dont les caractéristiques sont similaires à celles de l'échantillon à analyser. Lorsqu'il y a lieu, le cyclohexane, le 2,2,4-triméthylpentane, le toluène ou l'hexadécane de haute pureté conviennent également.

**4.6 Solution mère de soufre**

#### 4.6.1 Généralités

Un produit de référence certifié (PRC), ou une solution mère préparée au laboratoire dont la teneur en soufre est comprise entre 200 mg/kg et 500 mg/kg.

#### 4.6.2 Préparation

Sélectionner un composé soufré (voir la note du présent paragraphe) qui soit soluble dans le solvant utilisé et dont la teneur en soufre est précisément connue. Ce composé doit de préférence être approprié à l'intervalle de distillation et au type présumé de soufre présent dans l'échantillon. Peser la quantité voulue de ce composé, à 0,1 mg près, dans une fiole jaugée tarée de 100 ml. Ajouter du solvant (4.5), le faire tourbillonner pour

dissoudre le composé soufré, compléter au volume avec du solvant, puis peser à nouveau la fiole à 0,1 mg près. Calculer la teneur en soufre exacte à 0,000 1 % (m/m) (1 mg/kg) près.

NOTE Composés soufrés appropriés:

- a) thiophène, de teneur nominale en soufre de 38,103 % (m/m);
- b) di-*n*-butyl sulfure (DBS), de teneur nominale en soufre de 21,915 % (m/m);
- c) dibenzothiophène (DBT), de teneur nominale en soufre de 17,399 % (m/m);
- d) thionaphtène (TNA), de teneur nominale en soufre de 23,89 % (m/m).

#### 4.7 Solutions étalons de soufre

Préparer une gamme de solutions étalons de soufre en diluant, en masse, la solution mère (4.6) avec du solvant (4.5). Ces étalons doivent couvrir la plage de concentration en soufre présumée des échantillons à analyser. Il est nécessaire de disposer d'au moins trois solutions étalons pour un niveau donné de concentration ou d'une gamme d'au moins cinq solutions étalons pour l'analyse d'échantillons couvrant la totalité du domaine d'application de la présente Norme internationale.

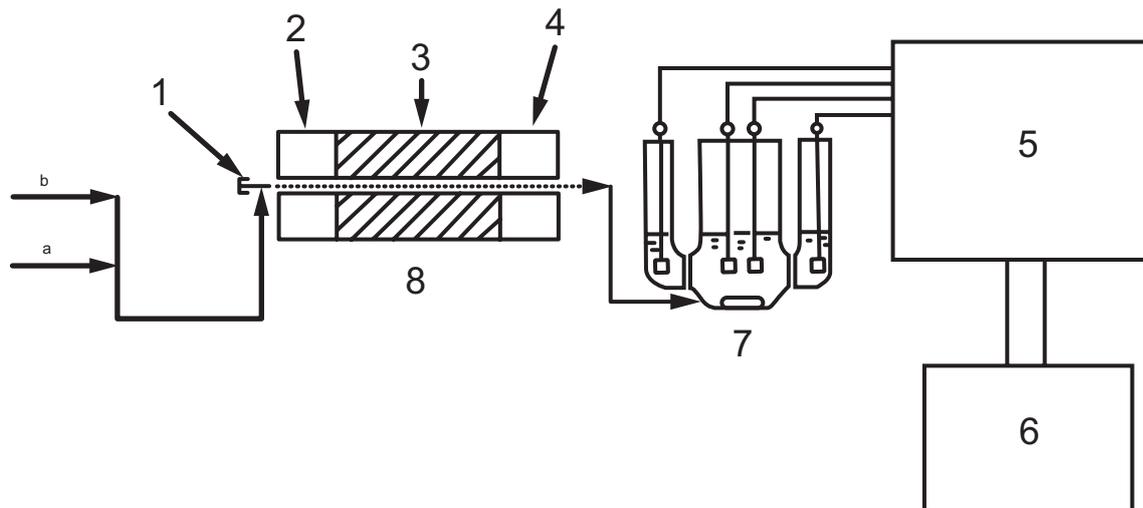
## 5 Appareillage

### 5.1 Appareil de microcoulométrie

#### 5.1.1 Généralités

Le microcoulomètre et l'appareillage associé sont décrits de 5.1.2 à 5.1.7. L'agencement général est représenté à la Figure 1.

[ISO 16591:2010  
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fdc99c7e-8fd6-4bbc-9d9a-61fcc9231176/iso-16591-2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fdc99c7e-8fd6-4bbc-9d9a-61fcc9231176/iso-16591-2010)



**Légende**

- |  |                                 |
|--|---------------------------------|
| 1 septum pour l'injection de l'échantillon | 5 microcoulomètre               |
| 2 zone d'entrée                            | 6 enregistreur potentiométrique |
| 3 zone de combustion oxydante              | 7 cellule de titration          |
| 4 zone de sortie                           | 8 four à pyrolyse               |

- a Oxygène.  
 b Gaz vecteur.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
 (standards.iteh.ai)

**Figure 1 — Agencement général de l'appareil de microcoulométrie**

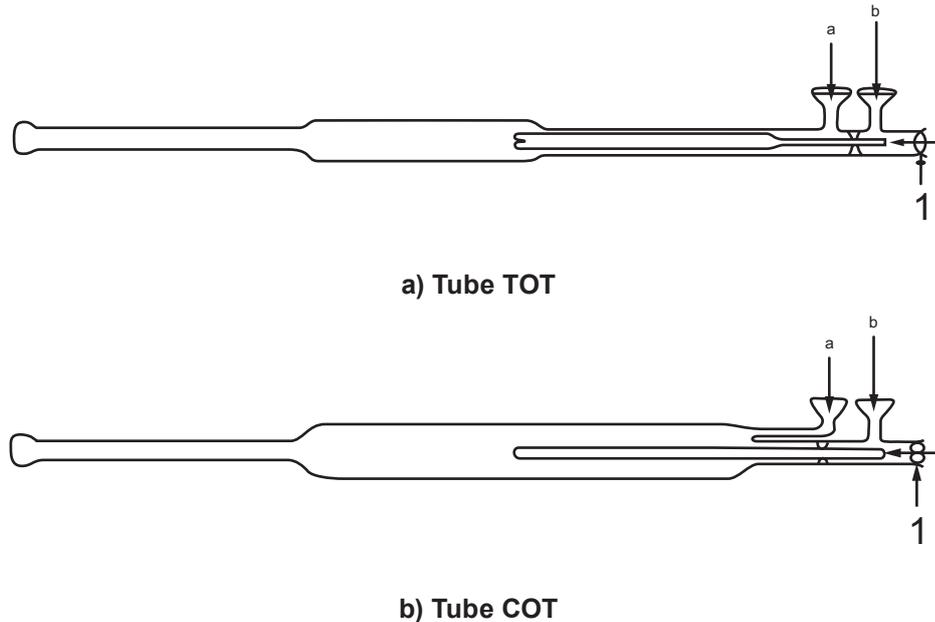
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fdc99c7e-8fd6-4bbc-9d9a-61fcc9231176/iso-16591-2010>

**5.1.2 Four à pyrolyse**, à alimentation électrique, comprenant deux ou trois zones dont la température est régulée indépendamment. La première zone, ou zone d'entrée, doit maintenir une température suffisante pour vaporiser la totalité de l'échantillon organique. La deuxième zone, ou zone de combustion oxydante, doit maintenir une température suffisante pour pyrolyser la matrice organique et oxyder la totalité du soufre organiquement lié. La troisième zone, ou zone de sortie, destinée à une pyrolyse complémentaire, est optionnelle. Il est recommandé de consulter les instructions du fabricant pour les températures optimales.

**5.1.3 Tube de pyrolyse**, en quartz, conçu de telle manière que la prise d'essai puisse être totalement vaporisée sous une atmosphère de gaz inerte dans la zone d'entrée, puis entraînée dans la zone d'oxydation où elle sera mélangée avec de l'oxygène et brûlée. L'extrémité d'entrée du tube doit être équipée d'un septum pour l'introduction de la prise d'essai au moyen d'une seringue, et de deux tubes latéraux pour l'admission de l'oxygène et du gaz vecteur. La(les) zone(s) de combustion oxydante doit(en)t être d'un volume suffisant pour assurer une pyrolyse complète de la prise d'essai. Si on le désire, la zone de sortie du tube peut être obturée par un tampon de 20 mm de longueur de laine de quartz. La Figure 2 représente des exemples de modèles courants de tubes de pyrolyse. Certains fabricants préconisent l'usage d'un flacon-laveur en ligne entre le four à pyrolyse et la cellule de titration. Ce flacon-laveur est destiné à piéger la suie, l'eau et les métaux lourds, et contribue ainsi à maintenir la stabilité de la cellule de titration.

Pour l'analyse des produits dont une partie importante de l'intervalle de distillation se trouve au-dessus de 230 °C, l'usage d'un système d'introduction par nacelle peut conduire à de meilleurs rendements.

**5.1.4 Système d'introduction par nacelle**, scellé sur le tube de combustion, avec des nacelles en platine ou en quartz et un mécanisme d'entraînement permettant d'avancer et de reculer la nacelle à une vitesse régulée et répétée.

**Légende**

- 1 septum
- a Oxygène (O<sub>2</sub>).
- b Argon, hélium ou azote (Ar, He ou N<sub>2</sub>).

Figure 2 — Exemples courants de tubes de pyrolyse

**5.1.5 Cellule de titration**, contenant une paire d'électrodes mesure-référence permettant de détecter les changements de concentration en ions tri-iodure, et une paire d'électrodes de génération anode-cathode pour maintenir une concentration constante d'ions tri-iodure dans l'électrolyte de la cellule. Pour la description des électrodes de mesure utilisées, consulter le manuel d'utilisation du fabricant.

Certains fabricants préconisent l'usage d'une cage de Faraday reliée à la terre pour protéger la cellule des interférences électriques, en particulier dans le cas de dosage de très faibles teneurs en soufre. Il convient que ce dispositif soit décrit dans le manuel d'utilisation du fabricant.

La cellule doit être équipée d'un orifice d'introduction convenable pour les gaz de combustion provenant du tube de pyrolyse et disposer d'un moyen d'agitation approprié. En cas d'utilisation d'un agitateur magnétique, il convient d'adopter une vitesse d'agitation raisonnable pour éviter que le barreau aimanté ne s'élève au sein de la cellule et n'endommage les électrodes. La formation d'un léger vortex est convenable. Sur certains modèles d'appareils, l'agitation repose sur le seul barbotage du gaz à travers la solution.

**5.1.6 Microcoulomètre**, fourni avec un réglage de gain et d'atténuation automatique ou manuel, et capable de mesurer le potentiel de la paire d'électrodes mesure-référence, de comparer ce potentiel avec un potentiel de consigne, d'amplifier cette différence de potentiel et d'appliquer le courant équivalent à la différence amplifiée à la paire d'électrodes de génération de manière à générer un titrant. La tension de sortie du microcoulomètre doit être proportionnelle à celle du courant de génération.

**5.1.7 Enregistreur/intégrateur**, ayant une sensibilité d'au moins 0,1 mV/25 mm et des vitesses de défilement de 10 mm/min à 20 mm/min. Il est recommandé de disposer d'un intégrateur mécanique ou électronique pour mesurer les aires des pics. Les systèmes modernes possèdent généralement un ensemble PC/imprimante incorporé ou séparé pour le traitement des données et l'impression des résultats.

**5.1.8 Ruban chauffant**, à alimentation électrique, d'une puissance de 30 W à 60 W, enroulé autour du tube d'introduction des gaz dans la cellule, nécessaire pour maintenir une température d'environ 90 °C à 300 °C et empêcher ainsi toute condensation d'eau (consulter le manuel d'utilisation du fabricant).

**5.2 (Micro)seringues à échantillon**, de capacité convenable, équipées d'aiguilles de longueur suffisante pour atteindre la zone d'entrée du four à pyrolyse (utilisé selon les instructions du fabricant).

Il convient de disposer d'un moyen de régulation de la vitesse d'injection de la prise d'essai afin de ne pas dépasser la capacité de pyrolyse du tube. Consulter les recommandations du fabricant concernant la vitesse d'injection appropriée. Des dispositifs automatiques d'injection existent et leur emploi est recommandé comme moyen de régulation de la vitesse d'injection.

**5.3 Régulateurs de pression de gaz**, comprenant des régulateurs de pression à deux étages pour l'oxygène (4.2) et le gaz vecteur (4.3), permettant d'obtenir les débits spécifiés à l'orifice de sortie.

**5.4 Balance analytique**, balance à simple ou double plateau, capable de peser à 0,1 mg près.

**5.5 Fioles jaugées**, à un seul trait, d'une capacité de 100 ml à 1 000 ml, pour la préparation de l'électrolyte, de la solution mère et des solutions d'échantillons.

## 6 Échantillons et échantillonnage

**6.1** Sauf spécification contraire, les échantillons de laboratoire doivent être prélevés conformément à l'ISO 3170 ou l'ISO 3171.

**6.2** Pour les échantillons qui sont clairs et limpides à la température ambiante du laboratoire, il est possible de prélever des prises d'essais ou des sous-échantillons directement dans le récipient. Pour certains distillats moyens plus lourds, il est nécessaire de les réchauffer doucement à une température d'au moins 15 °C au-dessus de leur point de trouble pour les homogénéiser avant de prélever des sous-échantillons. Cependant, la température des échantillons ne doit pas excéder 70 °C.

ISO 16591:2010

## 7 Préparation de l'appareillage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fdc99c7e-8fd6-4bbc-9d9a-61fcc9231176/iso-16591-2010>

### 7.1 Cellule de titration

**7.1.1** Vérifier que les électrodes de génération et l'électrode de mesure sont parfaitement propres. En cas de doute, les laver à l'eau puis à l'acétone, les sécher et les chauffer soigneusement à la flamme d'un brûleur à gaz jusqu'à obtenir une coloration orange vif. Les laisser refroidir avant de les plonger dans l'électrolyte. Consulter les instructions du fabricant relatives au nettoyage des types particuliers d'électrodes.

**7.1.2** Préparer l'électrode de référence en utilisant approximativement 2 g d'iode (4.4) grossièrement broyé, recouverts d'électrolyte (4.1). Remplir la cellule d'électrolyte jusqu'à une hauteur d'environ 50 mm et transférer l'iode broyé par petites portions dans le tube latéral de référence, en prenant soin qu'aucune bulle d'air ne soit retenue entre les granulés d'iode. Insérer soigneusement l'électrode de platine au sein des granulés d'iode. Le raccord en verre rodé de l'électrode doit être très légèrement graissé afin d'assurer un raccordement étanche aux gaz. Vérifier qu'aucune bulle d'air n'est retenue dans l'électrolyte au-dessus de l'iode.

**7.1.3** Rincer la cellule avec plusieurs volumes d'électrolyte, en s'assurant qu'aucune bulle d'air n'est retenue dans la cellule, en particulier dans les tubes latéraux des électrodes de référence et de génération. Ajuster le niveau de l'électrolyte entre 5 mm et 8 mm au-dessus des électrodes.

**7.1.4** En cas d'utilisation d'un agitateur magnétique, glisser le barreau aimanté dans la cellule et placer le couvercle de la cellule de manière que l'électrode de mesure soit adjacente au tube latéral de référence. L'agitateur magnétique étant arrêté, installer la cellule au centre de celui-ci, puis raccorder l'orifice d'introduction des gaz au tube de combustion.

**7.1.5** Connecter les électrodes au microcoulomètre par l'intermédiaire des fiches de connexion adéquates.

## 7.2 Microcoulomètre et enregistreur

Monter et connecter le microcoulomètre et l'enregistreur (et/ou l'intégrateur) conformément aux instructions du fabricant, et selon l'agencement général représenté à la Figure 1.

**ATTENTION — Pour certains modèles d'appareils, il est recommandé de ne pas placer le microcoulomètre sur le dessus du four sans disposer une plaque isolante entre ces deux éléments (voir les instructions du fabricant).**

## 7.3 Ruban chauffant

Sur certains modèles d'appareils, le ruban chauffant (5.1.8) se met en service séparément.

## 7.4 Exemple courant de conditions opératoires

Régler le débit des gaz, les températures du four à pyrolyse, la cellule de titration et le microcoulomètre aux conditions opératoires voulues. Voir les conditions opératoires du fabricant pour le réglage correct de l'appareil.

## 8 Vérification de l'appareil et réalisation de la courbe d'étalonnage

**8.1** Sélectionner des solutions étalons de soufre (4.7) encadrant la plage de teneurs en soufre présumée des échantillons à analyser. Effectuer au moins trois mesures sur chaque solution étalon.

**8.2** Régler les paramètres d'analyse selon les recommandations du fabricant et choisir une quantité de prise d'essai convenable.

**8.3** Injecter la prise d'essai et noter le volume et/ou la masse injectée. Si la masse volumique de la solution étalon de soufre est connue, ou si elle a été préalablement mesurée, la masse injectée peut être aisément calculée à partir du volume injecté. Dans le cas contraire, peser à 0,1 mg près, ou mieux, la seringue contenant la solution étalon de soufre avant et après l'injection, puis calculer la différence entre les deux masses pour obtenir la masse injectée. Il est recommandé d'adopter une vitesse d'injection régulière comprise entre 0,1 µl/s et 1,0 µl/s.

Dans le cas d'une injection volumétrique, il est important de connaître le volume de l'échantillon présent dans l'aiguille de la seringue — le «volume mort de l'aiguille». Par conséquent, il convient pour obtenir le volume effectivement injecté de soutirer la solution présente dans l'aiguille de la seringue vers le corps de celle-ci, avant l'injection en déplaçant le piston jusqu'à une graduation adaptée et noter le volume de soutirage. On place ensuite l'aiguille dans le septum, permettant ainsi l'évaporation de la fraction d'échantillon restant dans l'aiguille. Après le retour à la ligne de base, on démarre alors l'analyseur.

**8.4** Vérifier la forme du pic du soufre.

**8.4.1** Le pic du soufre doit présenter la forme correcte [voir Figure 3 b)].

**8.4.2** Si le pic présente une traînée [voir Figure 3 a)], accroître le gain et/ou le biais par petits incréments jusqu'à obtenir la forme de pic correcte.

**8.4.3** Si le pic présente un dépassement sous la ligne de base [voir Figure 3 c)], réduire le gain et/ou le biais par petits incréments jusqu'à obtenir la forme de pic correcte.

**8.5** Mesurer l'aire du pic, soit manuellement, soit au moyen d'un intégrateur (5.1.7) ou de la station de traitement de données du système. Pour les appareils manuels, choisir une valeur d'atténuation donnant un pic de hauteur environ égale à la moitié de la largeur du papier enregistreur.