

RECHERCHES TECHNIQUES.

LE PLOMB DANS LE MILIEU MARIN

par Maurice BOURY,

Ingénieur agronome, Chef du Laboratoire de chimie de l'Office des Pêches Maritimes.

La littérature relative à l'océanographie chimique ne contient guère de renseignements précis sur la présence possible de plomb dans l'eau de mer. Quelques indications seulement sont fournies par R. QUINTON (1) qui rapporte les observations de divers auteurs.

MALAGUTI, DUROCHER et SARZEAUD (1850) décelent les premiers le plomb (ainsi que le cuivre) dans des FUCUS. FORCHHAMMER (1865) confirme la présence de plomb et de cuivre dans les cendres d'algues et constate également l'existence de ces métaux dans des concrétions de Coralliaires; les proportions de plomb trouvées sont :

1/370.000° (soit 2,7 mg. par kg.) pour *Pocillopora alcicornis*;

1/50.000° (soit 20 mg. par kg.) pour *Heteropora abrotanoïdes*.

En 1880, DIEULAFAIT annonce que les roches de la formation primordiale contiennent du plomb — de même que d'autres métaux : cuivre, zinc, etc., — à l'état de diffusion complète.

R. QUINTON termine le bref paragraphe qu'il consacre au plomb, par la remarque suivante :

« Le fait que le plomb, d'après FORCHHAMMER, se rencontre dans les végétaux et animaux marins à des doses supérieures à celles du cuivre et surtout à celles de l'argent (*Pocillopora* : teneur en argent 1/3.000.000°, en cuivre 1/500.000°, en plomb 1/370.000°), permet de supposer que le plomb, bien que non reconnu dans l'eau de mer, y existe peut-être dans une proportion au moins égale à la proportion moyenne de ces deux métaux. »

A propos du rapprochement précité, je rappelle avoir dosé 10,3 mg. de cuivre par mètre cube d'eau, dans un échantillon prélevé au-dessus d'un vivier marennaïse, à mer haute ¹⁾. Les résultats trouvés par L. DIEULAFAIT (1879), avec l'eau de la Méditerranée, et par W. R. G. ATKINS (1932), pour l'eau de la Manche, s'accordent avec le mien pour indiquer une dose de cuivre de l'ordre de 10 mg. par mètre cube d'eau de mer. Cette proportion est égale à celle qui est donnée par MALAGUTI, DUROCHER et SARZEAUD (1850) en ce qui concerne l'argent.

En somme, les observations relatées ci-dessus permettent de considérer comme certaine — ou tout au moins comme très probable — la présence d'une minime dose de plomb dans l'eau de mer. Quant à l'ordre de grandeur attribué à cette dose, par comparaison, il n'offre, évidemment, qu'une signification hypothétique.

Assez récemment (1926), A. Ch. CHAPMAN et H. LINDEN (2) ont déclaré avoir rencontré le

⁽¹⁾ Analyse exécutée en 1930. Résultat relaté par M. G. HINARD (*Revue Trav. Office des Pêches*, 1932, 5, p. 332).

plomb à raison de 0,12 à 1 partie par million dans 16 échantillons d'eau de mer prélevés dans le parage des estuaires de la Tamise et de la Medway ; la moyenne trouvée est de 0,4 partie par million, soit 400 milligrammes de métal par mètre cube d'eau. Les nombres annoncés par les auteurs anglais paraissent relativement très élevés ; il ne semble pas qu'on puisse les accepter comme représentant des doses normales, à défaut d'autres résultats pour les confirmer.

Indépendamment de l'intérêt spéculatif que peut susciter la recherche de traces de plomb (ou autre élément), nous avons jugé utile de préciser nos connaissances sur la distribution du métal précité dans le milieu marin, parce qu'il nous a été donné d'étudier les causes possibles de la présence de minimes quantités de plomb dans les conserves de poisson, en particulier dans les sardines à l'huile.

D'après des analyses effectuées dans divers pays, il ressort, en effet, que les conserves de poisson contiennent, d'une façon générale, des doses extrêmement faibles de plomb, quelles que soient l'origine et l'espèce. Il importe d'ailleurs de noter que les conserves de poisson ne sont pas les seules substances alimentaires qui présentent ce caractère ; le plomb peut également être décelé dans des conserves de produits terrestres, ainsi que dans des matières biologiques les plus diverses, prises à l'état frais ; voir notamment la communication de G. BERTRAND et V. CIUREA (3) et la bibliographie publiée dans *The Analyst* (4). Mais ici, nous nous occupons uniquement du milieu et des produits marins.

Nous allons rapporter successivement les résultats de nos analyses concernant l'eau de l'Atlantique, le sel marin, la sardine fraîche⁽¹⁾. A ces résultats, il sera joint, pour comparaison, des nombres trouvés dans la littérature spéciale.

Eau de mer.

Voici la désignation des échantillons analysés :

A. Eau prise en juin 1937, à 3 milles et demi dans l'ouest de Biarritz, une heure avant le moment de la pleine mer devant cette localité ; le prélèvement fut effectué par beau temps, en surface, au-dessus d'un fond rocheux de 45 mètres (station 162 du garde-pêche « Golo »)⁽²⁾.

B. Eau prise en septembre 1936, sur la côte de Quiberon, dans un bassin rocheux situé dans la zone de balancement des marées.

C. Eau prise en juin 1937, à l'entrée de la rade de Lorient, dans l'alignement des clochers de Port-Louis et de Larmor, pendant le flux ; le prélèvement fut effectué en surface dans le chenal, au-dessus d'un fond de 14 mètres⁽³⁾.

Pour les 3 échantillons, les dosages furent effectués à partir de l'eau non filtrée, agitée pour homogénéisation juste avant la prise d'essai. A l'effet de tenir compte de la petite quantité de plancton et des fines particules minérales ou organiques que l'eau de mer contient générale-

⁽¹⁾ Les opérations analytiques ont été exécutées avec l'aide de M. J. BONFILS, préparateur au laboratoire de Paris.

⁽²⁾ Échantillon A recueilli par les soins de M. P. ARNÉ, chef du laboratoire de l'Office des Pêches à Biarritz.

⁽³⁾ Échantillon C recueilli par les soins de M. P. DESBROSSES, chef du laboratoire de l'Office des Pêches à Lorient.

ment en suspension, un dosage complémentaire porta sur une partie de l'échantillon A (Biarritz), après filtration sur papier à texture assez serrée (filtre traité aux acides, SCHLEICHER et SCHÜLL, n° 590).

Les résultats obtenus sont exprimés en milligrammes de métal par mètre cube d'eau.

A. (BIARRITZ) Eau non filtrée.	3,5
A. (BIARRITZ) Eau filtrée.	3,5
B. (QUIBERON) Eau non filtrée.	4
C. (LORIENT) Eau non filtrée.	8

D'après les lieux de prélèvement respectifs des divers échantillons, il apparaît que celui qui fut pris au large de Biarritz est particulièrement susceptible de représenter une eau de composition normale, à l'abri de pollutions accidentelles. On voit que la teneur en plomb de cet échantillon est de 3,5 milligrammes par mètre cube; l'élimination des matières en suspension est sans effet appréciable sur le résultat du dosage.

L'échantillon de Quiberon donne un résultat voisin du précédent; par contre, la proportion de plomb est plus élevée pour l'eau de l'entrée de la rade de Lorient (8 mg. par m³). On peut penser que, malgré les précautions prises dans l'exécution du prélèvement, ce dernier échantillon est susceptible de se trouver légèrement contaminé par les eaux des ports voisins (Lorient, Port-Louis).

En somme, d'après nos résultats, l'eau de mer peut contenir normalement de 3 à 4 milligrammes de plomb par mètre cube

Sel marin.

Deux échantillons de sel brut, provenant des salines de Noirmoutier, contenaient respectivement 0,8 et 1,3 milligramme de plomb par kilogramme; ces sels avaient un aspect légèrement grisâtre et renfermaient un peu de matières insolubles.

H. CHEFTEL et M.-L. PIGEAUD (5) ont trouvé une teneur moyenne en plomb de 0,55 milligramme par kilogramme dans un échantillon de sel.

On voit que les doses obtenues sont assez variables; en outre, elles excèdent celle que l'on calculerait d'après la proportion de métal figurant dans l'eau de mer. En effet, si l'on compte respectivement 35 grammes de sels totaux et 0,004 milligramme de plomb par litre d'eau de mer, on trouve un rapport voisin de 0,1 milligramme de plomb pour 1 kilogramme de sels.

Ces constatations sont d'ailleurs bien explicables, parce que la teneur en plomb du sel de marais salants est susceptible de dépendre de la manière dont sont conduites l'évaporation de l'eau et la cristallisation des divers composés minéraux. D'autre part, il n'est pas impossible que le sol des tables salantes soit très faiblement plombifère et souille plus ou moins le sel.

Animaux marins.

Nos analyses ont porté sur trois échantillons de sardines fraîches, pêchées en divers points de l'Atlantique; les dosages furent effectués soit sur des poissons entiers, soit sur des poissons étêtés et eviscérés :

A. Sardines pêchées dans les parages des Sables d'Olonne (Vendée), en septembre 1937.

Poids moyen du poisson entier : 24,4 grammes. Prélèvement aussitôt après le débarquement. Analyse de poissons étêtés et éviscérés (c'est-à-dire préparés comme dans le cas de la mise en conserve, mais non additionnés de sel);

B. Sardines pêchées dans la région de Fromentine (Vendée), en juillet 1936, prélevées à bord aussitôt après la capture, analysées entières;

C. Sardines pêchées dans la région de Quiberon (Morbihan), en août 1936. Poids moyen du poisson entier : 34,5 grammes. Prélèvement aussitôt après le débarquement. Certains poissons furent analysés à l'état entier; d'autres, après étêtage et éviscération.

Pour l'analyse, chaque prise d'essai fut exécutée à partir d'un échantillon moyen représentant approximativement 500 grammes de poisson. Les résultats sont exprimés en milligrammes de plomb pour 1 kilogramme de matière fraîche (colonne *a*) ou pour 1 kilogramme de matière sèche (colonne *b*).

	<i>a.</i>	<i>b.</i>
A. (SABLES D'OLONNE) Sardines étêtées et éviscérées.	0,10	0,30
B. (FROMENTINE) Sardines entières	0,22	0,73
C. (QUIBERON) Sardines entières	0,22	0,66
C. (QUIBERON) Sardines étêtées et éviscérées.	0,17	0,50

Les nombres obtenus indiquent, chez la sardine, la présence constante d'une faible dose de plomb qui oscille de 0,1 à 0,2 milligramme environ par kilogramme de matière fraîche. L'existence d'une minime quantité de plomb dans le poisson vivant doit d'ailleurs être considérée comme normale, puisque nous avons démontré directement la présence du métal en cause dans le milieu marin. L'examen comparatif des résultats numériques montre que l'enlèvement de la tête et de la majeure partie des viscères se traduit par un léger abaissement de la proportion de plomb : ce fait s'accorde avec les observations relatives aux mammifères, d'après lesquelles du plomb se trouve fixé en proportions relativement notables dans le squelette et les viscères.

Récemment, H. CHEFTEL et M.-L. PIGEAUD (5) ont annoncé, pour des échantillons de sardines fraîches, pêchées en baie de Concarneau, des teneurs en plomb exactement comparables à celles qui viennent d'être rapportées; ces auteurs ont en effet trouvé des proportions moyennes de 0,17 et 0,12 milligramme par kilogramme, pour des poissons prélevés au filet et étêtés.

L'existence de traces de plomb dans la sardine fraîche a également été notée par Ch. LEPIERRE et ses collaboratrices (6).

G. LUNDE et H. KRINGSTAD (7) donnent la dose de 0,1 milligramme de plomb par kilogramme comme constituant naturel du sprat.

H. KRINGSTAD (8) indique la présence de plomb dans les poissons et les crustacés analysés à l'état frais (teneur de l'ordre de quelques centièmes de mg. par kg.).

J. M. NEWELL et E. V. Mc COLLUM (9) ont décelé de petites quantités de plomb dans les diverses sortes de farines de poissons ou de crustacés (Clupes, Gades, Sombres, Saumons, Crabes, Crevettes) qu'ils ont soumises à l'analyse spectrographique.

A. Ch. CHAPMAN et H. LINDEN (2) ont dosé le plomb dans plusieurs échantillons de crustacés et de mollusques. A titre documentaire, nous reproduisons ci dessous les nombres extrêmes

(ou uniques), relatifs à chaque espèce, publiés par les auteurs précités. Ces résultats sont exprimés en milligrammes de métal par kilogramme de matière comestible sèche; les teneurs calculées par rapport à la matière fraîche seraient approximativement égales au quart des nombres indiqués.

Homard	6,2 - 25,6
Crevette.....	7,5
Crabe.....	17
Moule.....	10 - 20
Coque.....	1,3 - 9,7
Bigorneau	7,2 - 18
Buccin	5 - 17,1
Huitre indigène.....	12 - 400
Huitre portugaise.....	10 - 307

On voit que les résultats fournis par les chimistes anglais varient considérablement selon l'échantillon considéré; en outre, ils sont, d'une façon générale, singulièrement élevés. Cependant, sous réserve des précisions que pourraient apporter de nouvelles recherches, un rapprochement est permis entre les nombres signalés par A. Ch. CHAPMAN et H. LINDEN, en ce qui concerne le plomb dans les mollusques, et des résultats relatifs au cuivre dans l'huître. Des expériences répétées ont montré, en effet, que l'huître est capable de fixer des quantités importantes de métal, si elle est placée dans une eau anormalement cuivreuse (10).

Certains auteurs (L. H. LAMPITT et H. S. ROOKE [11] en ce qui concerne la sardine; J. H. ORTON [12] pour l'huître) n'ont pas reconnu la présence de plomb dans des animaux marins analysés à l'état frais. Mais, étant données d'une part la grande proportion de résultats positifs et, d'autre part, la petitesse de la dose à déceler, on peut supposer que les résultats négatifs sont imputables à l'insuffisance de la quantité de matière mise en œuvre dans l'essai, ou au défaut de sensibilité de la technique employée.

NOTE SUR LA TECHNIQUE DE DOSAGE.

Depuis quelques années, la littérature spéciale est largement pourvue de descriptions de méthodes relatives au dosage du plomb; un bon nombre de celles-ci utilisent la diphénylthio-carbazone (dithizone) dont l'étude a été entreprise par H. FISCHER, il y a une dizaine d'années. La plupart des publications concernent des matières organiques; quelques-unes sont relatives à l'eau potable.

Dans la présente note, nous jugeons seulement utile d'indiquer les préparations spéciales que nécessite l'eau de mer; le chimiste pourra se reporter à des travaux déjà parus, pour renseignements complémentaires. Sous les numéros 13 à 16 sont mentionnées les références bibliographiques de quelques-uns des travaux susceptibles d'être consultés, parmi les plus récents.

Dans l'eau de mer de composition normale, le plomb se trouve dilué dans un énorme volume liquide; en outre, il est mélangé à une quantité relativement considérable de sels minéraux divers, puisque la masse totale de ceux-ci vaut approximativement 10^7 fois celle de métal à doser.

Dans le cas de l'eau douce, il est possible d'effectuer une très forte concentration par évaporation; mais avec l'eau de mer, ce procédé simple est inapplicable parce qu'il se séparerait des sels dont les cristaux pourraient inclure une fraction du plomb.

Nous avons pensé que pour se débarrasser de tous les sels qui gênent le dosage, la meilleure méthode consiste à entraîner le plomb sous forme de sulfure⁽¹⁾. L'entraînement est réalisé quantitativement en ajoutant plusieurs milligrammes de cuivre au liquide traité.

Avant de procéder à la sulfuration, le volume d'eau mis en œuvre subit une évaporation partielle, pour faciliter la précipitation des sulfures et pour réduire le volume de liquide à filtrer. Cette évaporation ne doit pas être trop poussée, non seulement pour éviter la cristallisation du chlorure de sodium, mais aussi pour que la floculation des sulfures soit satisfaisante.

Lorsque l'on veut doser le cuivre par précipitation sous forme de sulfure, il importe, qu'avant passage de l'hydrogène sulfuré, la solution soit assez fortement acidifiée par un excès d'acide minéral pour que le sulfure cuivrique ne reste pas partiellement à l'état d'hydrosol, qui passerait à travers le filtre employé pour le recueillir. Si le sulfure de cuivre est utilisé pour entraîner du sulfure de plomb, on ne peut réaliser qu'une acidité modérée, car le sulfure de plomb est soluble en milieu fortement acide. Toutefois, la présence d'un sel minéral, neutre, en proportion suffisante, assure une précipitation satisfaisante du sulfure de cuivre, même si l'acidité est peu élevée (ces phénomènes de floculation de colloïdes sont d'ailleurs bien connus). Cependant, nous avons constaté que la floculation est encore mauvaise, si la concentration en sel (chlorure de sodium, en l'espèce) devient très forte; cette concentration doit être inférieure à 20 p. 100; pratiquement, il est préférable que la concentration en chlorure de sodium n'exède pas notablement 15 p. 100.

Après filtration, il est procédé à une attaque acide des sulfures, puis à la séparation du plomb à l'aide de la dithizone. On pourrait aussi envisager de séparer le plomb par électrolyse. Nous employons le premier procédé.

Voici quelques détails opératoires :

Concentration de l'eau de mer. — Dans un ballon à extraction, à fond plat, réduire par ébullition 2 litres d'eau de mer au volume de 450 centimètres cubes environ. Avant concentration, l'eau est additionnée de 10 centimètres cubes d'acide chlorhydrique ($D = 1,10$) et de 15 centimètres cubes de solution de citrate d'ammonium à 25 p. 100⁽²⁾. La présence de ces réactifs diminue la quantité de précipité (sels alcalino-terreux) susceptible de se former durant la concentration. Une fois que les 2 litres d'eau initiale sont réduits à 450 centimètres cubes, la solution contient approximativement de 15 à 16 grammes de sels marins totaux pour 100 centimètres cubes.

La solution concentrée est transvasée dans un Erlenmeyer de 500 centimètres cubes, à bouchage émeri, pour la sulfuration. Il est inutile de transvaser le léger précipité qui a pu se

(1) Cette méthode est d'ailleurs susceptible de rendre service dans de nombreux cas; par exemple, lorsqu'il y a lieu de se débarrasser d'un excès de composé ferrique ou de phosphate de magnésium, capable de nuire à une bonne extraction du plomb par la dithizone en milieu ammoniacal.

(2) Nous trouvons commode d'employer du citrate d'ammonium au lieu d'acide citrique, parce que la solution de citrate est purifiée à la dithizone, avant utilisation.

former pendant la concentration; mais le ballon à évaporation est mis de côté pour la reprise acide ultérieure.

Précipitation des sulfures. — La solution est additionnée de 10 milligrammes de cuivre (soit 5 cm³ d'une liqueur contenant 0,8 p. 100 de sulfate de cuivre cristallisé) et de quelques gouttes d'un indicateur composé de méthylorange et de bleu de méthylène⁽¹⁾. On amène alors la solution à un pH compris entre 4 et 5 en y versant progressivement de l'ammoniaque (la présence de citrate, qui agit comme tampon, permet l'emploi d'une liqueur alcaline assez concentrée). A la suite de l'addition d'ammoniaque, la solution salée passe du pourpre au grisâtre; à partir de ce point, le réactif alcalin doit être ajouté lentement, afin de cesser l'affusion dès que la teinte vire au vert. L'addition d'ammoniaque ne doit pas être poursuivie pour ne pas provoquer de précipitation; si celle-ci se produisait, il faudrait acidifier faiblement avec de l'acide chlorhydrique pour dissoudre le précipité, et recommencer la neutralisation en s'arrêtant exactement au point voulu⁽²⁾.

Une fois que le pH convenable est réalisé, le liquide est porté à une température comprise entre 50 et 70° C., puis on y fait barboter lentement un courant d'hydrogène sulfuré, durant trente minutes environ. Avant barbotage dans la solution d'essai, le gaz est lavé dans l'eau puis filtré sur coton hydrophile.

Quand la sulfuration est terminée, on bouche l'Erlenmeyer et on laisse les flocons de sulfures se rassembler.

Attaque des sulfures. — La solution contenant les sulfures est passée sur filtre plissé, sans cendre, à texture moyenne (par exemple, filtre Durieux n° 112 de 15 cm. de diamètre); si le filtrat n'est pas clair, il est repassé sur le filtre.

Le précipité et le filtre peuvent être lavés sommairement avec deux ou trois portions de 10 centimètres cubes environ d'eau saturée d'hydrogène sulfuré; mais il est inutile d'envoyer sur le filtre la totalité des sulfures.

Introduire le filtre, avec les sulfures recueillis, dans une fiole de Kjeldahl.

Dans le ballon où l'eau de mer s'est concentrée, verser, en balayant les parois, 10 centimètres cubes d'acide nitrique au demi; chauffer la liqueur acide pendant quelques minutes, puis transvaser celle-ci dans la fiole à sulfuration; chauffer à nouveau, puis verser la solution nitrique dans la fiole qui contient déjà le filtre aux sulfures. Recommencer deux fois la reprise nitrique et terminer par deux rinçages à l'eau distillée. Ces traitements nitriques doivent assurer la dissolution des sulfures restés dans l'Erlenmeyer.

La solution acide contenue dans la fiole Kjeldahl est réduite par ébullition à un volume de quelques centimètres cubes. Ajouter, après refroidissement, 3 centimètres cubes d'acide sulfurique. Poursuivre la concentration, puis parachever l'attaque avec un petit volume de

⁽¹⁾ La présence d'un colorant bleu rend mieux perceptible le virage du méthylorange. Nous utilisons la formule suivante : 0,1 g. de méthylorange + 0,075 g. de bleu de méthylène + 100 cm³ d'alcool à 50 p. 100.

Cet indicateur donne une teinte pourpre en milieu acide; une teinte grisâtre faible à son point neutre (pH 4 environ); une coloration verte dans sa zone alcaline.

⁽²⁾ A ce point, la solution est faiblement acide au papier tournesolé; elle cesse tout juste de bleuir le papier Congo rouge.

mélange nitro-perchlorique (1 à 3 cm³ de mélange formé de 1 volume d'acide nitrique pour 2 volumes d'acide perchlorique); l'action de ce réactif assure rapidement la destruction complète du filtre et de la petite quantité de matière organique contenue dans l'eau de mer.

Quand l'attaque est terminée, continuer pendant quelque temps le chauffage de la solution sulfurique pour expulser l'excès d'acide perchlorique. Ajouter ensuite 30 centimètres cubes environ d'eau, et faire à nouveau bouillir pour chasser les produits chlorés.

Séparation du plomb à la dithizone. — Amener la solution au volume de 100 centimètres cubes environ avec de l'eau. Ajouter 30 centimètres cubes de citrate d'ammonium à 25 p. 100 et 20 centimètres cubes d'acétate d'ammonium à 25 p. 100. Neutraliser à l'ammoniaque; ce réactif est ajouté progressivement, jusqu'à ce que la solution prenne une teinte bleu foncé, donnée par le cuivre. Faire bouillir pour dissoudre complètement le précipité qui a pu se former.

Procéder à l'extraction du plomb par la dithizone, après avoir ajouté 5 centimètres cubes de solution de cyanure de potassium à 10 p. 100; cette quantité de cyanure est plus que suffisante pour complexer le cuivre ajouté (la décoloration de la solution cyanurée indique que le résultat cherché est atteint).

L'achèvement du dosage n'offre pas de difficulté particulière; l'analyste peut suivre une technique usuelle.

Il est entendu que l'on doit prendre toutes les précautions exigées par les microdosages de plomb, en ce qui concerne le matériel et la pureté des réactifs employés. Il convient, notamment, de garder les échantillons d'eau à analyser en flacons de verre Pyrex.

Il importe aussi de procéder pour chaque dosage — ou chaque série de dosages — à l'exécution d'un essai à blanc, dans lequel sont employées les mêmes quantités de réactifs que pour l'eau analysée. L'essai à blanc est pratiqué à partir d'eau distillée, additionnée de chlorure de sodium pur; ce sel, introduit à raison de 1 gramme environ pour 100 centimètres cubes d'eau, est destiné à favoriser la floculation du sulfure de cuivre. La solution de chlorure est rendue exempte de toute trace de plomb, par agitation en présence d'une liqueur de dithizone.

La technique de dosage du plomb dans le sel marin est analogue à celle qui est applicable à l'eau de mer. Il suffit de commencer par préparer une solution salée, que l'on soumet à la sulfuration; on pourra, par exemple, prélever 45 grammes de sel et les dissoudre dans 300 centimètres cubes environ d'eau distillée.

BIBLIOGRAPHIE.

- (1) QUINTON (R.). — L'eau de mer, milieu organique (Paris, 1904).
- (2) CHAPMAN (A. Ch.) et LINDEN (H.). — On the presence of lead and other metallic impurities in marine crustaceans and shell fish. *Analyst*, 1926, 51, p. 563-564.
- (3) BERTRAND (G.) et GIUREA (V.). — Le plomb dans l'organisme des animaux. *C. R. Acad. Sc.*, 1931, 192, p. 990-992.
- (4) POPE (T. H.). — Bibliography on heavy metals in food and biological material. II Lead. *Analyst*, 1932, 57, p. 775-779.

- (5) CHEPTEL (H.) et PIGEAUD (M^{lle} M. L.). — A propos de la présence de plomb dans les sardines en conserve. *Ann. Falsif.*, 1937, n° 337, p. 10-18.
- (6) LEPIERRE (Ch.) et M^{lles} RODRIGUES (E.), BRITO (L.), LEMOS (F.). — Plomb et conserves de sardines. *C. R. 17^e Congrès Chimie industr.*, Paris, 1937, p. 811-831 C.
- (7) LUNDE (G.) et KRINGSTAD (H.). — The lead content of sardines. *Ch. Abst.*, 1936, 30, 6073; d'après : *Tids. Hermetikind.*, 1935, 21, p. 121-123.
- (8) KRINGSTAD (H.). — Dosage spectroscopique de minimes quantités de plomb dans les substances organiques, notamment dans les conserves. *Chim. Indust.*, 1936, 35, p. 1193; d'après : *Angew. Chem.*, 1935, 48, p. 536-539.
- (9) NEWELL (J. M.) et Mc COLLUM (E. V.). — Spectrographic analysis of marine products. *U. S. Bureau of Fisheries, Investig. Rep. n° 5*, 1931, vol. 1.
- (10) HINARD (G.). — Cuivrage accidentel et décuivrage de l'huître. *Rev. Trav. Office Pêches mar.*, 1932, 5, p. 531-342.
- (11) LAMPITT (L. H.) et ROOKE (H. S.). — The occurrence and origine of lead in canned sardines. *Analyst*, 1933, 58, p. 733-738.
- (12) ORTON (J. H.). — An account of investigations into the cause or causes of the unusual mortality among oysters in english oyster beds during 1920 and 1921. *Fishery investigations*, 1923, S. 2, vol. 6, n° 3.
- (13) CHEPTEL (H.) et PIGEAUD (M^{lle} M. L.). — Dosage de petites quantités de plomb dans les matières biologiques. *Ann. Falsif.*, 1936, n° 326, p. 76-72.
- (14) MORTON (F.). — The application of dithizone to the estimation of lead in urine. *Analyst*, 1936, 61, p. 465-471.
- (15) TOMPSETT (S. L.). — The determination of lead in potable waters. *Analyst*, 1936, 61, p. 591-597.
- (16) HAWLEY (J.W.) et WILSON (W.). — The determination of lead in water. *Analyst*, 1937, 62, p. 166-172.