

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
14156

FIL  
172

Première édition  
2001-12-01

---

---

**Lait et produits laitiers — Méthodes  
d'extraction des lipides et des composés  
liposolubles**

*Milk and milk products — Extraction methods for lipids and liposoluble  
compounds*

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

[ISO 14156:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d6acad3-7e96-4ff7-a08b-427e28622950/iso-14156-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d6acad3-7e96-4ff7-a08b-427e28622950/iso-14156-2001>



Numéros de référence  
ISO 14156:2001(F)  
FIL 172:2001(F)

© ISO et FIL 2001

**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO et la FIL déclinent toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO et les comités nationaux de la FIL. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central de l'ISO à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 14156:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d6acad3-7e96-4ff7-a08b-427e28622950/iso-14156-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d6acad3-7e96-4ff7-a08b-427e28622950/iso-14156-2001>

© ISO et FIL 2001

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 soit de l'ISO soit de la FIL à l'adresse respective ci-après.

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.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Fédération Internationale de Laiterie  
41 Square Vergote • B-1030 Bruxelles  
Tel. + 322 733 98 88  
Fax + 322 733 04 13  
E-mail [info@fil-idf.org](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Imprimé en Suisse

## 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 3.

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 de la présente Norme internationale 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.

La Norme internationale ISO 14156|FIL 172 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

[ISO 14156:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d6acad3-7e96-4ff7-a08b-427e28622950/iso-14156-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d6acad3-7e96-4ff7-a08b-427e28622950/iso-14156-2001>

## Avant-propos

La **FIL (Fédération internationale de laiterie)** est une fédération mondiale du secteur laitier avec un Comité National dans chacun de ses pays membres. Chaque Comité National a le droit de faire partie des Comités permanents de la FIL auxquels sont confiés les travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO et avec l'AOAC International pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers.

Les projets de Normes internationales adoptés par les Équipes d'Action et les Comités permanents sont soumis aux Comités Nationaux pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 50 % au moins des Comités Nationaux votants.

La Norme internationale ISO 14156|FIL 172 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO/FIL/AOAC du Comité permanent chargé des *Matières grasses*, sous la conduite de son chef de projet, M. R.J. de Knegt (Pays-Bas).

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

[ISO 14156:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d6acad3-7e96-4ff7-a08b-427e28622950/iso-14156-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d6acad3-7e96-4ff7-a08b-427e28622950/iso-14156-2001>

# Lait et produits laitiers — Méthodes d'extraction des lipides et des composés liposolubles

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes pour l'extraction ou la séparation d'une partie représentative des matières grasses, contenant des lipides et des composés liposolubles, du lait et des produits laitiers.

La méthode est applicable au prétraitement des échantillons pour les méthodes décrites dans l'ISO 15884 et l'ISO 15885.

Il convient de noter que les acides gras libres ne font pas partie des matières grasses extraites comme décrit dans les méthodes de détermination des matières grasses dans le lait, le lait condensé, les produits laitiers secs, la crème et le lait fermenté.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 2 Terme et définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme et la définition suivants s'appliquent.

### 2.1

#### lipides et composés liposolubles

substances extraites ou séparées selon les différentes méthodes décrites dans la présente Norme internationale

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d6acad3-7e96-4ff7-a08b-427e28622950/iso-14156-2001>

## 3 Principe

Les lipides et des composés liposolubles du lait et des divers produits laitiers sont extraits ou séparés en vue d'analyses ultérieures. Dans le cas du beurre et des autres produits à haute teneur en matières grasses, il s'agit d'une séparation physique de la fraction de lipides. Pour les autres produits, il s'agit d'une extraction au solvant des lipides et composés assimilés après préparation adéquate de l'échantillon.

## 4 Réactifs

Sauf spécifications contraires, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée exempte de chlorure, ou de l'eau de pureté équivalente.

- 4.1 **Solution ammoniacale**,  $c(\text{NH}_3) = 14 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 919 \text{ g/l}$ ).
- 4.2 **Éthanol** ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), contenant une fraction volumique de  $96 \% \pm 2 \%$ .
- 4.3 **Éther diéthylique** ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$ ), sans peroxydes.
- 4.4 **Sulfate de sodium anhydre** ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ).

**4.5 Solution de sulfate de sodium.**

Dissoudre 100 g de sulfate de sodium (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) dans de l'eau et diluer jusqu'à obtention d'un litre.

**4.6 n-Pentane.**

**4.7 Sable, exempt de matière organique.**

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit:

**5.1 Étuve**, pouvant être réglée à une température de 50 °C ± 5 °C.

**5.2 Appareil d'extraction Soxhlet**, équipé d'une cartouche à extraction.

**5.3 Bains d'eau**, pouvant être maintenus à des températures entre 40 °C et 60 °C, 30 °C et 40 °C, et à 50 °C ± 2 °C.

**5.4 Ampoule à décanter**, de 500 ml de capacité.

**5.5 Éprouvettes graduées**, de 100 ml et 250 ml de capacité.

**5.6 Bêchers**, de 100 ml de capacité.

**5.7 Papier-filtre**, porosité moyenne, d'environ 15 cm de diamètre.

**5.8 Fiole conique**, de 250 ml de capacité. [ISO 14156:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d6acad3-7e96-4ff7-a08b-28622950/iso-14156-2001)

**5.9 Ballon à fond rond**, de 250 ml de capacité. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d6acad3-7e96-4ff7-a08b-28622950/iso-14156-2001>

**5.10 Évaporateur rotatif**, avec accessoires.

**5.11 Cuillère ou spatule.**

## 6 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 707.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon qui soit réellement représentatif et qui n'ait pas été endommagé ou modifié pendant le transport ou le stockage.

Conserver l'échantillon de manière à éviter toute détérioration ou modification de sa composition.

## 7 Préparation de l'échantillon

### 7.1 Lait cru et crème crue

Porter l'échantillon pour essai à une température de 35 °C à 40 °C dans un bain d'eau (5.3). Mélanger l'échantillon en le retournant de façon répétée, puis le faire refroidir rapidement jusqu'à 20 °C ± 2 °C.

## 7.2 Lait homogénéisé, crème homogénéisée et lait fermenté

Porter l'échantillon pour essai à une température de  $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ . Le mélanger ou le remuer complètement.

## 7.3 Lait concentré non sucré

Secouer et retourner le récipient. L'ouvrir, verser l'échantillon pour essai lentement dans un second récipient (doté d'un couvercle étanche à l'air) et mélanger par transferts répétés, en prenant soin d'incorporer dans l'échantillon toute matière grasse ou tout autre constituant adhérent à la paroi du premier récipient. Enfin, transférer le lait aussi complètement que possible dans le second récipient. Fermer ce récipient.

Dans le cas d'échantillons en boîtes scellées, réchauffer la boîte non ouverte dans un bain d'eau (5.3) réglé à une température comprise entre  $40\text{ °C}$  et  $60\text{ °C}$ , si nécessaire. Secouer la boîte vigoureusement toutes les 15 min. Au bout de 2 h, retirer la boîte du bain d'eau et laisser la boîte et son contenu refroidir à température ambiante. Retirer le couvercle et mélanger complètement le contenu de la boîte en remuant avec une cuillère ou une spatule (5.11).

## 7.4 Lait concentré sucré

Ouvrir le récipient et mélanger complètement l'échantillon pour essai avec une cuillère ou une spatule. Pratiquer un mouvement rotatif de haut en bas de telle façon que la couche supérieure et le contenu des bords inférieurs du récipient soient délogés et mélangés. Prendre soin d'incorporer dans l'échantillon tout le lait adhérent à la paroi du récipient. Transférer l'échantillon pour essai aussi complètement que possible dans un second récipient (doté d'un couvercle étanche à l'air). Fermer ce récipient.

Dans le cas d'échantillons en boîtes scellées, réchauffer la boîte non ouverte dans un bain d'eau (5.3) réglé à une température comprise entre  $30\text{ °C}$  et  $40\text{ °C}$ , si nécessaire. Ouvrir la boîte et transférer l'échantillon pour essai au complet, en grattant tout le lait adhérent à l'intérieur de la boîte, dans un plat suffisamment grand pour permettre un mélange complet. Mélanger le contenu du plat jusqu'à obtention d'une masse homogène.

Dans le cas d'un échantillon dans un tube souple, ouvrir le tube et transférer son contenu dans un récipient. Puis découper le tube, gratter toute la matière adhérent à l'intérieur du tube et l'ajouter également au contenu du récipient. Mélanger le contenu du récipient jusqu'à obtention d'une masse homogène.

## 7.5 Produits laitiers secs

Mélanger complètement l'échantillon pour essai en faisant tourner et en retournant le récipient de façon répétée.

## 7.6 Fromage

Avant l'analyse, retirer la croûte ou la morge ou la couche superficielle de moisissure du fromage de façon à obtenir un échantillon pour essai représentatif du fromage tel qu'il est habituellement consommé.

# 8 Mode opératoire

## 8.1 Généralités

Pour les échantillons pour essai ayant une teneur relativement élevée en phospholipides et une teneur relativement faible en lipides simples, comme par exemple le babeurre, la méthode d'extraction choisie aura une incidence sur la composition en acides gras de la matière grasse extraite. Pour ces échantillons pour essai, il est recommandé de suivre le mode opératoire décrit en 8.3 et d'ajouter environ 1,5 g de chlorure de sodium à la prise d'essai. La matière grasse ainsi extraite contiendra les phospholipides. La composition en acides gras des phospholipides est nettement différente de celle des autres composés de la graisse laitière.

## 8.2 Matière grasse laitière anhydre, butteroil et beurre

Faire fondre 50 g à 100 g d'échantillon pour essai dans l'étuve (5.1) réglée à une température de 50 °C. Placer 0,5 g à 1,0 g de sulfate de sodium anhydre (4.4) dans un papier-filtre plié. Filtrer la matière grasse dans le papier-filtre contenant le sulfate de sodium anhydre, en recueillant le filtrat dans un bécher (5.6) maintenu dans l'étuve (5.1) à une température de 50 °C. Au moment de décanter le beurre fondu sur le papier-filtre (5.7), veiller à ne pas transférer du sérum.

## 8.3 Lait cru et lait homogénéisé

Mélanger 100 ml de l'échantillon pour essai avec 80 ml d'éthanol (4.2) et 20 ml de solution ammoniacale (4.1) dans une ampoule à décanter (5.4).

Ajouter 100 ml d'éther diéthylique (4.3) et secouer vigoureusement pendant 1 min. Laisser reposer jusqu'à la séparation distincte des phases. Ajouter alors 100 ml de *n*-pentane (4.6) au contenu de l'ampoule à décanter et mélanger soigneusement. Laisser reposer l'ampoule à décanter pour une deuxième séparation de phases, puis éliminer la couche aqueuse.

Ajouter 100 ml de solution de sulfate de sodium (4.5) au contenu restant dans l'ampoule à décanter et mélanger à nouveau soigneusement. Laisser reposer l'ampoule à décanter pour une troisième séparation de phases, puis éliminer la couche aqueuse. Ajouter à nouveau 100 ml de solution de sulfate de sodium au contenu restant dans l'ampoule à décanter et mélanger vigoureusement pendant 1 min. Laisser reposer l'ampoule à décanter pour la séparation des phases et éliminer à nouveau la couche aqueuse. Transférer la couche organique restante dans une fiole conique (5.8). Ajouter 5 g à 10 g de sulfate de sodium anhydre (4.4), boucher la fiole et mélanger son contenu.

Laisser reposer la fiole pendant 10 min et filtrer son contenu dans un ballon à fond rond (5.9). En utilisant un évaporateur rotatif (5.10), évaporer le contenu de la fiole sous pression réduite dans un bain d'eau (5.3) réglé à 50 °C, jusqu'à constater visuellement la complète évaporation.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d6acad3-7e96-4ff7-a08b->

Débrancher la fiole de l'évaporateur rotatif. Chasser le contenu de la fiole avec un flux d'azote pendant 1 min. Brancher à nouveau la fiole à l'évaporateur et poursuivre l'évaporation pendant encore 10 min. Malgré cette deuxième étape, l'évaporation du solvant ne sera pas complète. Le résidu de solvant aura une fraction massique de moins de 2 %.

Pour certaines analyses de matière grasse (par exemple la composition en acides gras), il n'est pas nécessaire d'éliminer complètement le solvant. Cependant, s'il est nécessaire d'éliminer complètement le solvant, chauffer le contenu de la fiole dans une étuve réglée à 102 °C jusqu'à obtention d'une masse constante.

**AVERTISSEMENT** — Il convient de noter qu'à une température de 102 °C, il peut se produire une décomposition de la matière grasse (par exemple l'acide linoléique) ou des autres composés de la matière grasse.

Noter que la matière grasse extraite selon le mode opératoire ci-dessus ne contient pas les acides gras libres.

## 8.4 Lait concentré sucré, lait concentré non sucré, crème et lait fermenté

Diluer une quantité adéquate d'échantillon pour essai de manière à obtenir une prise d'essai de 100 ml dont la teneur en matière grasse soit d'environ 4 %. Procéder comme décrit en 8.3.

## 8.5 Produits laitiers secs

Préparer une prise d'essai en diluant 10 g d'échantillon pour essai dans 100 ml d'eau distillée. Placer la prise d'essai dans un bain d'eau (5.3) réglé à 60 °C pendant 30 min, et agiter de temps en temps. Laisser refroidir à température ambiante et procéder comme décrit en 8.3.



## 8.6 Fromage

Râper le fromage ou le réduire en purée, selon sa texture.

Transférer une quantité d'échantillon pour essai contenant environ 4 g de matière grasse dans un mortier. Broyer l'échantillon intimement dans un mélange 1 + 1 de sable (4.7) et de sulfate de sodium (4.4) pour obtenir un produit sec.

NOTE La quantité de mélange sulfate de sodium/sable requise dépendra de la teneur en eau du fromage.

Transférer la prise d'essai complète dans la cartouche à extraction et introduire cette dernière (fermée par un bouchon de coton, par exemple) dans la chambre de l'appareil d'extraction Soxhlet (5.2). Remplir le ballon à fond rond avec 250 ml de *n*-pentane (4.6) et extraire l'échantillon pendant 6 h sous reflux.

À l'aide de l'évaporateur rotatif (5.10), évaporer le contenu de la fiole sous pression réduite dans un bain d'eau (5.3) réglé à 50 °C, jusqu'à constater visuellement la complète évaporation.

Débrancher la fiole et chasser le contenu avec un flux d'azote pendant 1 min. Brancher à nouveau la fiole à l'évaporateur rotatif et poursuivre l'évaporation pendant encore 10 min. (Voir également l'AVERTISSEMENT en 8.3.)

## 9 Rapport

Le rapport doit mentionner:

- toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue, <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d6acad3-7e96-4ff7-a08b-475-68621916-iso-14156-2001>;
- la méthode utilisée, avec référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails de tout incident qui aurait pu influencer sur le résultat.