(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

COURBEVOIE

(11) **N° de publication :** **3 093 275**
(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) **N° d'enregistrement national :** **19 02112**

(51) Int Cl[8] : ***A 23 L 33/175*** *(2019.01), A 23 J 1/10, A 23 J 3/32, A 23 K 10/26, A 23 K 20/142*

(12) **BREVET D'INVENTION** **B1**

(54) Composition à hautes teneurs en acides aminés libres et utilisation en tant que matière première et aliment complet pour l'alimentation animale.

(22) **Date de dépôt :** 28.02.19.

(30) **Priorité :**

(43) **Date de mise à la disposition du public de la demande :** 04.09.20 Bulletin 20/36.

(45) **Date de la mise à disposition du public du brevet d'invention :** 14.04.23 Bulletin 23/15.

(56) **Liste des documents cités dans le rapport de recherche :**

Se reporter à la fin du présent fascicule

(60) **Références à d'autres documents nationaux apparentés :**

◯ **Demande(s) d'extension :**

(71) **Demandeur(s) :** *BRETAGNE CHIMIE FINE Société par actions simplifiée* — FR.

(72) **Inventeur(s) :** DUPERRAY Joel et SERGHERAERT Renaud.

(73) **Titulaire(s) :** BRETAGNE CHIMIE FINE Société par actions simplifiée.

(74) **Mandataire(s) :** OAK & FOX.

FR 3 093 275 - B1

Description

Titre de l'invention : Composition à hautes teneurs en acides aminés libres et utilisation en tant que matière première et aliment complet pour l'alimentation animale.

[0001] La présente invention se rapporte au domaine des compositions à hautes teneurs en acides aminés libres notamment obtenues à partir d'hydrolysats de kératine et à leur utilisation en tant que matière première et aliment complet pour l'alimentation animale.

[0002] Les compositions à base d'acides aminés sont utilisées dans des domaines très divers tels que la nutraceutique, la cosmétique, la nutrition humaine et animale, pour des applications très différentes et spécifiques dans chacun de ces domaines. On peut notamment citer les utilisations visant la croissance et la brillance des cheveux, l'amélioration du sommeil et la réduction du stress, ainsi que des utilisations visant le rééquilibrage en acides aminés essentiels et comme source de protéines en nutrition infantile et également en nutrition canine et féline.

[0003] Une des façons d'obtenir une composition à base d'acides aminés est de réaliser un hydrolysat de matières kératiniques.

[0004] Les matières kératiniques naturelles comprennent majoritairement des polypeptides de haut poids moléculaires et à la structure très ramifiée la rendant peu accessible aux enzymes. Cette matière kératinique naturelle est peu digestible. Cependant, il est connu que l'hydrolyse des matières kératiniques en acides aminés permet d'en améliorer la digestibilité.

[0005] Les hydrolysats de kératine proposés à la vente notamment à titre de compléments alimentaires, d'ingrédients de formulation de recettes en nutrition animale ou de matière première pour l'alimentation animale sont généralement obtenus par hydrolyse très partielle. Ces hydrolysats présentent généralement une masse moléculaire élevée due à la présence de taux élevés d'acides aminés dits « liés » formant des peptides. Typiquement la masse moléculaire des compositions du commerce est d'au moins 5 000 daltons. Ces hydrolysats de kératine sont relativement peu digestibles et contiennent très peu voire pas d'acides amines libres. En effet, il est techniquement difficile et couteux sur le plan industriel d'obtenir un hydrolysat de kératine présentant un taux d'acides aminés libres très élevé. En outre une hydrolyse trop poussée présente un risque de dénaturation et de destruction des acides aminés.

[0006] L'obtention de tels hydrolysats requiert un savoir-faire basé sur l'utilisation et la maitrise d'entrants chimiques concentrés ainsi que de procédés relevant du domaine du génie chimique. Ce haut niveau d'exigences techniques explique que la majorité des hydrolysats protéiques présents sur le marché sont issus d'une hydrolyse partielle et

moins complète se traduisant par une proportion plus faible en acides aminés libres.

[0007] Or, comme présenté dans l'article « Extensive protein hydrolyzation is indispensable to prevent IgE-mediated poultry allergen recognition in dogs and cats » Olivry et al. BMC Veterinary Research (2017) 13 :251, en fonction de l'application souhaitée, il peut être avantageux voire nécessaire de disposer de compositions à très haute teneur en acides aminés libres.

[0008] De manière surprenante et avantageuse les auteurs de la présente invention sont parvenus à surmonter les problèmes de l'art antérieur et ont obtenu un hydrolysat de kératine dont la quasi-totalité des acides aminés sont des acides aminés libres. En outre, les acides aminés libres obtenus selon l'invention ne sont pas endommagés ni dénaturés, en particulier les acides aminés parmi les plus difficiles à libérer sous une forme libre lors du procédé d'hydrolyse : Valine, Leucine, Isoleucine.

[0009] D'autres aspects, avantages, propriétés de la présente invention sont présentés dans la description et les exemples qui suivent.

[0010] La présente invention a pour objet une composition comprenant au moins 94 %, de préférence au moins 96 %, et de manière encore préférée 100% en poids d'acides aminés libres par rapport au poids total des acides aminés de la composition,ladite composition comprenant au moins les acides aminés suivants :

au moins 93%, de préférence au moins 95%, de valine sous forme libre en poids par rapport au poids total de valine dans la composition,

au moins 90%, de préférence au moins 95%, d'isoleucine sous forme libre en poids par rapport au poids total d'isoleucine dans la composition,

au moins 95%, de préférence 100%, de leucine sous forme libre en poids par rapport au poids total de leucine dans la composition.

[0011] Selon un mode préféré, ladite composition est un hydrolysat de kératine, plus particulièrement un hydrolysat de matière kératinique de volaille.

[0012] Un deuxième objet de la présente invention vise un procédé de de préparation de l'hydrolysat selon l'invention dans lequel la matière kératinique est une matière kératinique de volaille, caractérisé en ce qu'il comprend au moins les étapes suivantes, dans cet ordre :

- soumettre la matière kératinique à au moins une hydrolyse chimique au moyen d'un acide dans des conditions aptes à obtenir un hydrolysat comprenant au moins 88% en poids d'acides aminés libres par rapport au poids total des acides aminés de l'hydrolysat, le reste des acides aminés de l'hydrolysat étant sous la forme de peptides présentant une masse moléculaire inférieure ou égale à 800 Dalton,

-extraire la tyrosine et la cystine dudit hydrolysat,

-éventuellement sécher ;

- dessaler ledit hydrolysat ;

-effectuer une filtration au moyen d'une membrane filtrante de calibre maximal 300 Da, à une pression comprise entre 15 et 40 bars et à un débit allant de 300 à 900 L/h.

[0013] La présente invention vise encore une matière première pour l'alimentation animale comprenant de 80 à 100 % en poids de la composition ou de l'hydrolysat selon l'invention par rapport au poids total de ladite matière première.

[0014] La présente invention vise encore un aliment complet pour l'alimentation animale comprenant de 5 à 40 % en poids de la composition ou de l'hydrolysat selon l'invention par rapport au poids total dudit aliment complet.

[0015] La composition selon l'invention, qui est avantageusement un hydrolysat de kératine, présente une teneur très élevée en acides aminés libres qui lui confère des propriétés spécifiques notamment des propriétés nutritionnelles avantageuses, une biodisponibilité élevée voire très élevée, des propriétés anallergiques, ainsi qu'un pouvoir d'appétence pour les espèces animales terrestres et aquatiques.

[0016] Un avantage de la composition selon la présente invention est qu'elle très digestible. La composition selon l'invention présente une digestibilité vraie des acides aminés très proche du maximum possible (100%), mesurée selon la méthode décrite par par Cozannet P., Primot Y., Gady C., Métayer J.P., Lessire M., Skiba F., Noblet J. dans « Standardised amino acid digestibility of wheat distillers' dried grains with solubles in force-fed cockerels ». *British Poultry Science*, Feb. 2011 ; 52(1):72-81. Cette haute digestibilité permet d'utiliser la composition selon l'invention dans les domaines alimentaire et agroalimentaire.

[0017] La composition selon l'invention est également soluble dans l'eau, en effet 1 g de composition selon l'invention est soluble dans 5 ml d'eau. Cette solubilité lui confère des propriétés intéressantes pour la mise en œuvre et le développement de caractéristiques organoleptiques au sein du produit final, en particulier un pouvoir d'appétence élevé.

[0018] La composition selon la présente invention se distingue par son taux élevé d'acides aminés sous forme libre : au moins 94%, de préférence 96%, avantageusement 100% en poids des acides aminés présents dans ladite composition selon l'invention sont sous forme libre.

[0019] La composition selon l'invention comprend en outre :

au moins 93%, de préférence au moins 95%, de valine sous forme libre en poids par rapport au poids total de valine dans la composition,

au moins 90%, de préférence au moins 95%, d'isoleucine sous forme libre en poids par rapport au poids total d'isoleucine dans la composition,

au moins 95%, de préférence 100%, de leucine sous forme libre en poids par rapport au poids total de leucine dans la composition.

[0020] Avantageusement, la composition selon l'invention comprend les acides aminés

libres suivants :
au moins 95%, de préférence 100%, de thréonine sous forme libre en poids par rapport au poids total de thréonine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de sérine sous forme libre en poids par rapport au poids total de sérine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de glycine sous forme libre en poids par rapport au poids total de glycine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, d'alanine sous forme libre en poids par rapport au poids total d'alanine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de phénylalanine sous forme libre en poids par rapport au poids total de phénylalanine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de lysine sous forme libre en poids par rapport au poids total de lysine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, d'arginine sous forme libre en poids par rapport au poids total d'arginine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de proline sous forme libre en poids par rapport au poids total de proline dans la composition.

[0021] La composition selon la présente invention peut être obtenue en mélangeant des acides aminés libres.

[0022] Selon une variante particulière, préférée, la composition selon l'invention est un hydrolysat de kératine. Avantageusement cet hydrolysat est obtenu à partir de matières kératiniques naturelles, notamment de volaille, avantageusement à partir de plumes de volailles. A titre de volailles, on peut citer les poules, poulets, dindes, canards, oies…

[0023] En particulier, l'hydrolysat selon la présente invention n'est pas obtenu à partir de kératine humaine tels que les cheveux.

[0024] Avantageusement, la teneur en acides aminés de l'hydrolysat selon l'invention va de 40% à 90%, de préférence 45% à 87% en poids par rapport au poids total de l'hydrolysat, l'hydrolysat comprenant en outre de la matière minérale et de l'eau. Comme déjà mentionné les acides aminés de l'hydrolysat selon l'invention sont essentiellement des acides aminés libres.

[0025] L'hydrolysat selon la présente invention comprend au moins 94, de préférence 96%, avantageusement 100% en poids d'acides aminés libres par rapport au poids total des acides aminés de l'hydrolysat. En outre l'hydrolysat selon l'invention présente des taux élevés en acides aminés ramifiés libres : valine, leucine et isoleucine sans dénaturation de ces acides aminés.

[0026] Or ces acides aminés ramifiés sont connus pour être plus difficiles à libérer dans des conditions de mise en oeuvre identiques.

[0027] Selon un mode préféré, l'hydrolysat comprend égalementles acides aminés libres

suivants :
au moins 95%, de préférence 100%, de thréonine sous forme libre en poids par rapport au poids total de thréonine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de sérine sous forme libre en poids par rapport au poids total de sérine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de glycine sous forme libre en poids par rapport au poids total de glycine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, d'alanine sous forme libre en poids par rapport au poids total d'alanine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de phénylalanine sous forme libre en poids par rapport au poids total de phénylalanine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de lysine sous forme libre en poids par rapport au poids total de lysine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, d'arginine sous forme libre en poids par rapport au poids total d'arginine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de proline sous forme libre en poids par rapport au poids total de proline dans la composition.

[0028] Avantageusement au moins 94%, de préférence 96%, avantageusement 100% en poids des acides aminés présents dans l'hydrolysat présentent une masse molaire inférieure ou égale à 250 daltons, de préférence au moins 98% en poids des acides aminés présents dans l'hydrolysat présentent une masse molaire inférieure ou égale à 185 daltons.

[0029] De préférence, l'hydrolysat selon la présente invention comprend les acides aminés libres suivants, en poids, par rapport au poids total des acides aminés dudit hydrolysat :

-de l'acide aspartique en une teneur allant de 1,00 à 7,50 %, de préférence allant de 1,00 à 3,00 %, et de manière préférée 1,89% en poids ;

de la thréonine en une teneur allant de 3,50 à 6,50 %, de préférence allant de 4,00 à 6,00 %, et de manière préférée 5,36% en poids ;

de la sérine en une teneur allant de 10,00 à 25,00 %, de préférence allant de 20,00 à 23,00 %, et de manière préférée 22,08 % en poids ;

de l'acide glutamique en une teneur allant de 2,00 à 10,50 %, de préférence allant de 2,00 à 4,00 %, et de manière préférée 2,84 % en poids ;

de la glycine en une teneur allant de 6,00 à 25,00 %, de préférence allant de 20,00 à 23,00 %, et de manière préférée 22,08 % en poids ;

de l'alanine en une teneur allant de 3,50 à 12,00 %, de préférence allant de 8,00 à 10,50 %, et de manière préférée 9,46% en poids ;

de la valine en une teneur allant de 4,00 à 8,50 %, de préférence allant de 4,00 à 5,00 %, et de manière préférée 4,42 % en poids ;

de la méthionine en une teneur allant de 0,10 à 2,00 %, de préférence allant de 0,20 à 1,00 %, et de manière préférée 0,32% en poids ;
de l'isoleucine en une teneur allant de 1,00 à 5,50 %, de préférence allant de 1,50 à 3,00 %, et de manière préférée 2,21% en poids ;
de la leucine en une teneur allant de 4,50 à 8,50 %, de préférence allant de 5,00 à 6,00 %, et de manière préférée 5,36 % en poids ;
de la tyrosine en une teneur allant de 0,2 à 2,0 %, de préférence allant de 0,3 à 1,00 %, et de manière préférée 0,32% en poids ;
de la phénylalanine en une teneur allant de 3,50 à 8,00 %, de préférence allant de 5,00 à 7,00 %, et de manière préférée 5,99% en poids ;
de la lysine en une teneur allant de 0,30 à 3,00 %, de préférence allant de 0,50 à 1,50 %, et de manière préférée 0,63% en poids ;
de l'histidine en une teneur allant de 0,2 à 5,0 %, de préférence allant de 0,50 à 1,50 %,et de manière préférée 0,63 % en poids ;
de l'arginine en une teneur allant de 2,50 à 6,50 %, de préférence allant de 3,00 à 4,00 %, et de manière préférée 3,79% en poids ;
de la proline en une teneur allant de 9,00 à 15,00 %, de préférence allant de 10,00 à 13,00 %, et de manière préférée 12,62% en poids.

[0030] Le procédé de préparation de l'hydrolysat de kératine selon l'invention met en œuvre au moins une hydrolyse chimique au moyen d'un acide dans des conditions aptes à obtenir un hydrolysat comprenant au moins 88% en poids d'acides aminés libres par rapport au poids total des acides aminés de l'hydrolysat, le reste des acides aminés de l'hydrolysat étant sous la forme de peptides présentant une masse moléculaire inférieure ou égale à 800 Dalton.

[0031] L'hydrolyse chimique de la kératine est réalisée au moyen d'un acide de préférence un acide fort choisi parmi les acides chlorhydrique, phosphorique et sulfurique, de préférence l'acide chlorhydrique.

[0032] L'hydrolyse chimique est généralement effectuée pendant une durée allant de 1 heure à 24 heures, de préférence allant de 6 à 20 heures à une température allant de 110 à 115°C.

[0033] Selon une variante particulière, l'hydrolyse chimique est effectuée en deux étapes :

-une première hydrolyse chimique réalisée à une température allant de 60 à 80°C pendant une période allant de 4 à 5 heures puis

-une deuxième hydrolyse chimique réalisée à une température allant de 100 à 115°C pendant une période allant de 5 à 8 heures,

les deux hydrolyses pouvant être réalisées sans étape de pause intermédiaire ou en effectuant une étape de pause intermédiaire comprise entre 1 heure et 7 jours.

[0034] Plus précisément la première hydrolyse chimique est réalisée à 72°C pendant 4,5

heures et la deuxième hydrolyse chimique est réalisée à 107°C pendant 6 heures, une pause intermédiaire de 24 à 80 heures étant effectuées entre les deux hydrolyses chimiques.

[0035] L'hydrolyse chimique, réalisée en une ou plusieurs étapes, est suivie d'au moins les étapes suivantes dans cet ordre :

une étape d'extraction de la cystine et de la tyrosine,

une étape de dessalement,

une étape de filtration.

[0036] Les étapes d'extraction de la cystine et de la tyrosine sont réalisées au moyen d'une base, de préférence choisie parmi l'hydroxyde de sodium, l'hydroxyde de potassium de préférence l'hydroxyde de sodium. Les étapes d'extraction de la cystine et de la tyrosine sont des étapes classiques dont la mise en œuvre relève des compétences de l'homme du métier.

[0037] Les étapes d'hydrolyse chimique et d'extraction de la cystine et de la tyrosine peuvent être suivies d'étapes optionnelles de purification de l'hydrolysat obtenu.

[0038] L'étape de dessalement vise à éliminer le chlorure de sodium formé au cours de l'étape d'extraction de la tyrosine par ajout d'hydroxyde de sodium sur l'acide chlorhydrique. Cette étape de dessalement est de préférence effectuée par électrodialyse. L'électrodialyse est classiquement effectuée, en opposant à l'hydrolysat de l'eau pure, et en appliquant un courant électrique à l'empilement alterné de membranes anioniques et cationiques.

[0039] De manière surprenante et avantageuse les auteurs de la présente invention ont montré que la mise en œuvre d'une filtration dans les conditions particulières de l'invention permet d'atteindre un taux d'acides aminés libres élevé sans destruction ou dénaturation desdits acides aminés.

[0040] Avantageusement la filtration est effectuée au moyen d'une membrane filtrante de calibre maximal 300 Da, de préférence de calibre maximal 250 Da et avantageusement d'une membrane de calibre 100-250 Da.

[0041] Avantageusement la filtration est effectuée à une pression comprise entre 15 et 40 bars.

[0042] Avantageusement, la filtration est effectuée à un débit allant de 300 à 900 L/h, de préférence allant de 400 à 800 L/h.

[0043] Selon un mode particulièrement préféré, la filtration est effectuée au moyen d'une membrane filtrante de calibre maximal 300 Da, de préférence de calibre maximal 250 Da et avantageusement une membrane de calibre allant de 100 à 250 Da, à une pression comprise entre 15 et 40 bar et à un débit allant de 300 à 900 L/h, de préférence allant de 400 à 800 L/h.

[0044] La filtration, ou nanofiltration, consiste à faire circuler par une pompe à haute

pression l'hydrolysat dessalé à travers une membrane judicieusement calibrée. La fraction passante, appelée perméat, contient les acides aminés libres d'intérêt, la fraction retenue, appelée rétentat, contient les peptides et les acides aminés résiduels. Le procédé est mis en oeuvre à partir d'une cuve avec une pompe à recirculation jusqu'à obtention d'une teneur stable en acides aminés dans le perméat.

[0045] Le procédé mis en œuvre selon l'invention permet l'obtention d'une composition comprenant au moins 94%, de préférence au moins 96%, avantageusement 100% en poids d'acides aminés libres par rapport au poids total des acides aminés de l'hydrolysat et dans laquelle : au moins 93%, de préférence au moins 95%, de valine sous forme libre en poids par rapport au poids total de valine dans la composition,au moins 90%, de préférence au moins 95%, d'isoleucine sous forme libre en poids par rapport au poids total d'isoleucine dans la composition,au moins 95%, de préférence 100%, de leucine sous forme libre en poids par rapport au poids total de leucine dans la composition.

[0046] En outre la majorité des acides aminés, notamment les acides aminés suivants la thréonine, la sérine, la glycine, l'alanine, la phénylalanine, la lysine, l'arginine et la proline, sont au moins à 95% sous forme libre par rapport au poids total dudit acide aminé dans la composition.

[0047] Comme déjà mentionné, la présente invention vise l'utilisation, par voie orale, de la composition, notamment de l'hydrolysat de kératine, selon l'invention ou obtenu suivant le procédé de préparation selon l'invention en tant que matière première pour l'alimentation animale.

[0048] La présente invention vise encore une matière première comprenant un hydrolysat selon la présente invention et éventuellement des ingrédients additionnels comme des acides aminés libres additionnels, notamment au moins un acide aminé choisi parmi la cystine, l'arginine, l'acide glutamique et l'acide aspartique.

[0049] Avantageusement, à titre d'ingrédient additionnel, on peut ajouter de la L-cystine, ou encore d'autres acides aminés tel que l'arginine, l'acide glutamique et l'acide aspartique qui sont en partie retenus par la membrane.

[0050] On entend par « matière première », tous produits d'origine végétale ou animale, à l'état naturel, frais ou conservés, et dérivés de leur transformation industrielle, ainsi que substances organiques ou inorganiques, comprenant ou non des additifs , qui sont destinés à être utilisés pour l'alimentation des animaux par voie orale , soit directement tels quels, soit après transformation, pour la préparation d'aliments composés pour animaux ,ou en tant que supports des prémélanges (Directive 96/25/CE du Conseil du 29 avril 1996).

[0051] La matière première selon la présente invention est un mélange d'acides aminés destiné à être incorporé dans un aliment complet et équilibré ou à être utilisé en tant

que complément alimentaire. Elle est en conséquence destiné à une administration par voie orale chez les animaux terrestres et/ou marins et/ou chez l'homme. Ladite matière première n'appartient pas au domaine thérapeutique.

[0052] La présente invention concerne plus particulièrement l'utilisation de la composition, notamment de l'hydrolysat, en alimentation animale et plus particulièrement en tant que matière première source d'acides aminés libres permettant de s'affranchir des protéines alimentaires d'origine végétale et/ou animale de structure moléculaire complexe et de poids moléculaire important.

[0053] De preference, la matière première pour l'alimentation animale comprend en outre de la cystine.

[0054] De preference, la matière première pour l'alimentation animale comprend en plus des acides amines de l'hydrolysat, au moins un acide aminé additionnel choisi parmi l'arginine, l'acide glutamique et l'acide aspartique.

[0055] De préférence, la matière première pour l'alimentation animale selon la présente invention comprend les acides aminés suivants, en poids, par rapport au poids total des acides aminés de la composition :

de l'acide aspartique en une teneur allant de 6,00 à 8,00 %, et de manière préférée 6,89 % en poids ;

de la thréonine en une teneur allant de 3,50 à 5,50 %, et de manière préférée 4,50% en poids ;

de la sérine en une teneur allant de 17,00 à 19,00 %, et de manière préférée 17,91 % en poids ;

de l'acide glutamique en une teneur allant de 9,00 à 11,00 %, et de manière préférée 9,84% en poids ;

de la glycine en une teneur allant de 17,00 à 19,00 %, et de manière préférée 17,90 % en poids ;

de l'alanine en une teneur allant de 7,00 à 9,00 %, et de manière préférée 7,95 % en poids ;

de la valine en une teneur allant de 3,00 à 5,00 %, et de manière préférée 3,71 % en poids ;

de la cystine en une teneur allant de 1,00 à 3,00 %, et de manière préférée 2,00 en poids

de la méthionine en une teneur allant de 0,10 à 1,00 %, et de manière préférée 0,25 % en poids ;

de l'isoleucine en une teneur allant de 1,00 à 3,00 %, et de manière préférée 1,85 % en poids ;

de la leucine en une teneur allant de 3,50 à 5,50 %, et de manière préférée 4,53 % en poids ;

de la tyrosine en une teneur allant de 0,10 à 1,00 %, et de manière préférée 0,25% en poids ;
de la phénylalanine en une teneur allant de 4,00 à 6,00 %, et de manière préférée 5,03 % en poids ;
de la lysine en une teneur allant de 0,30 à 1,00 % et de manière préférée 0,50 % en poids ;
de l'histidine en une teneur allant de 0,30 à 1,00 % et de manière préférée 0,50 % en poids ;
de l'arginine en une teneur allant de 5,00 à 7,00 %, et de manière préférée 5,79 % en poids ;
de la proline en une teneur allant de 10,00 à 12,00 %, et de manière préférée 10,60 % en poids.

[0056] La formulation de la matière première pour l'alimentation animale conforme à l'invention met en œuvre des procédés classiques qui font partie des compétences générales de l'homme du métier.

[0057] Comme déja mentionné, la présente invention vise encore un aliment complet pour l'alimentation animale comprenant de 5 à 40 % en poids de la composition ou de préférence de l'hydrolysat selon l'invention par rapport au poids total dudit aliment complet.

[0058] Cet aliment complet est heutement anallergique.

[0059] L aliment complet pour l'alimentation animale conforme à l'invention peut être formulé avec les excipients usuellement utilisés dans les compositions destinées à la voie orale, notamment les agents humectants, les épaississants, les agents de textures, les agents de saveur, les agents d'enrobage, les conservateurs, les antioxydants, les colorants, les extraits de plante, les ingrédients non protéiques tels que les amidons, les fibres végétales, les minéraux et les vitamines.

[0060] Bien entendu, l'homme du métier veillera à choisir ces excipients de manière à ne pas altérer les propriétés de l'aliment complet pour l'alimentation animale.

[0061] L'aliment complet pour l'alimentation animale conforme à l'invention peut être formulé selon une des présentations suivantes : une croquette, une gélule, une dragée, un comprimé, une capsule molle ou dure, ou encore une suspension, une solution, un gel, une préparation sèche contenant moins de 15% poids d'eau, ou humide comprenant au moins 50% poids d'eau et 85% poids d'eau au maximum.

[0062] La formulation de l'aliment complet pour l'alimentation animale conforme à l'invention met en œuvre des procédés classiques qui font partie des compétences générales de l'homme du métier.

[0063] L'invention vise aussi l'utilisation de la composition selon l'invention ou de l'hydrolysat selon l'invention pour préparer une matière première ou un aliment

complet pour l'alimentation animale.

[0064] Les exemples qui suivent visent à illustrer l'invention sans en limiter la portée.

[0065] **Exemples**

[0066] **Exemple 1- Hydrolysat 1**

[0067] Préparation de l'hydrolysat 1

[0068] On introduit 4500 kg de plumes de volaille dans un réacteur/hydrolyseur de 15000 litres.Une première étape d'hydrolyse chimique est réalisée en ajoutant 18 000 litres d'acide chlorhydrique (24%), l'hydrolyse est effectuée à 72°C pendant 4, 5 heures.Le produit obtenu est stocké pendant 48 heures à température ambiante (pause intermédiaire).Ensuite une deuxième hydrolyse chimique est effectuée en chauffant à 107°C pendant 6 heures sans ajout d'acide. Le produit obtenu est laissé à refroidir.L'hydrolysat est dessalé par électrodialyse puis séché par atomisation.On obtient 4200 kg d'hydrolysat 1 sous forme sèche.

[0069] **Exemple 2- Hydrolysat 2**

[0070] Préparation de l'hydrolysat 2

[0071] 1 kg d'hydrolysat 1 dessalé sont dilués par 19.2 kg d'eau purifiée et envoyés sous une pression de 20 bars avec un débit de 400 L/h à travers une membrane de nanofiltration calibrée à 100-250 Da. Le rétentat recueilli pèse 5,2 kg, le perméat 14.55 kg. L'hydrolysat dessalé entrant contient 93% d'acides aminés libres (soit 0.19 kg), le perméat sortant contient 99,06 % d'acides aminés libres, soit 0,05 kg. Le rendement en acides aminés libres est donc de 26.4 %.

[0072] **Exemple 3- Hydrolysat 3**

[0073] Préparation de l'hydrolysat 3

[0074] 1 kg d'hydrolysat 1 dessalé sont dilués par 12.6 kg d'eau purifiée et envoyés sous une pression de 36 bars avec un débit de 800 L/h à travers une membrane de nanofiltration calibrée à 100-250 Da. Le rétentat recueilli pèse 2 kg, le perméat 8.55 kg. L'hydrolysat dessalé entrant contient 93% d'acides aminés libres (soit 0.19 kg), le perméat sortant contient 97,87% d'acides aminés libres, soit 0,04 kg. Le rendement en acides aminés libres est donc de 22.4 %.

[0075] **Résultats**

[0076] Le tableau 1 présente, pour chaque acide aminé présent, la fraction pondérale acides aminés libres / acides aminés totaux.

[0077]

[Tableaux1]

	Hydrolysat 1 Non Conforme à l'invention	**Hydrolysat 2 Conforme à l'invention**	**Hydrolysat 3 Conforme à l'invention**
Ac. Aspartique	97,19%	100,00%	92,31%
Thréonine	93,47%	100,00%	100,00%
Sérine	100,00%	100,00%	100,00%
Ac. Glutamique	92,33%	90,00%	100,00%
Glycine	90,69%	100,00%	96,84%
Alanine	98,66%	100,00%	94,87%
Valine	69,57%	96,55%	94,74%
Cystine	75,47%	*	*
Méthionine	100,00%	*	100,00%
Isoleucine	76,59%	93,33%	90,00%
Leucine	90,56%	100,00%	95,83%
Tyrosine	71,75%	33,33%	100,00%
Phénylalanine	95,15%	100,00%	100,00%
Lysine	95,87%	100,00%	100,00%
Histidine	100,00%	100,00%	80,00%
Arginine	92,64%	100,00%	100,00%
Proline	92,57%	100,00%	100,00%
total	**90,86%**	**99,06%**	**97.87%**

[0078] * absence de cet acide aminé dans l'hydrolysat.

[0079] **Détermination de la composition de l'hydrolysat 2**

[0080] Les acides aminés de l'hydrolysat 2 sont dosés selon une méthode adaptée du règlement CE 152/2009.

[0081] Les acides aminés sont séparés par chromatographie (CLHP ou « HPLC » en langue anglaise) avec colonne échangeuse d'ions et dosés par réaction avec la ninhydrine et détection photométrique à 570 nm.

[0082] Dans le tableau 2, sont représentés pour chaque acide aminé de l'hydrolysat 2, la teneur en acides aminés libres par rapport au poids total des acides aminés.

[0083]

[Tableaux2]

Acide aminé	Teneur (% pds) dans la composition	Acide aminé	Teneur (% pds) dans la composition
Asp	1.89	Ile	2.21
Thr	5.36	Leu	5.36
Ser	22.08	Tyr	0.32
Glu	2.84	Phe	5.99
Gly	22.08	Lys	0.63
Ala	9.46	His	0.63
Val	4.42	Arg	3.79
L-Cystine	0.00	Pro	12.62
Met	0.32	**Total**	**100,00**

[0084] **Exemple 4**

[0085] - Matière première pour l'alimentation animale

[0086] On prépare une matière première pour la nutrition animale à partir de la composition du tableau 2 à laquelle on ajoute de la L-cystine, de l'acide glutamique, de l'arginine et de l'acide aspartique de manière à obtenir la composition suivante présentée dans le tableau 3.

[0087] Dans le tableau 3, sont représentés pour chaque acide aminé, la teneur en acides aminés par rapport au poids total des acides aminés de la matière première pour alimentation animale.

[0088]

[Tableaux3]

Acide aminé	Teneur (% pds) dans la composition	Acide aminé	Teneur (% pds) dans la composition
Asp	6.89	Ile	1.85
Thr	4.50	Leu	4.53
Ser	17.91	Tyr	0.25
Glu	9.84	Phe	5.03
Gly	17.90	Lys	0.50
Ala	7.95	His	0.50
Val	3.71	Arg	5.79
L-Cystine	2.00	Pro	10.60
Met	0.25	**Total**	**100,00**

[0089] Cette composition est hautement anallergique.

[0090] En outre son pouvoir d'appétence sur les chats et les chiens a été observé.

Revendications

[Revendication 1] Composition caractérisée en ce qu'elle comprend au moins 94 %, de préférence au moins 96 %, et de manière encore préférée 100% en poids d'acides aminés libres par rapport au poids total des acides aminés de la composition,
ladite composition comprenant au moins les acides aminés suivants :
au moins 93%, de préférence au moins 95%, de valine sous forme libre en poids par rapport au poids total de valine dans la composition,
au moins 90%, de préférence au moins 95%, d'isoleucine sous forme libre en poids par rapport au poids total d'isoleucine dans la composition,
au moins 95%, de préférence 100%, de leucine sous forme libre en poids par rapport au poids total de leucine dans la composition,
au moins 95%, de préférence 100%, de thréonine sous forme libre en poids par rapport au poids total de thréonine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de sérine sous forme libre en poids par rapport au poids total de sérine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de glycine sous forme libre en poids par rapport au poids total de glycine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, d'alanine sous forme libre en poids par rapport au poids total d'alanine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de phénylalanine sous forme libre en poids par rapport au poids total de phénylalanine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de lysine sous forme libre en poids par rapport au poids total de lysine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, d'arginine sous forme libre en poids par rapport au poids total d'arginine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de proline sous forme libre en poids par rapport au poids total de proline dans la composition.

[Revendication 2] Composition selon la revendication 1 caractérisée en ce qu'elle est obtenue par mélange d'acides aminés libres.

[Revendication 3] Composition comprenant au moins 94 %, de préférence au moins 96 %, et de manière encore préférée 100% en poids d'acides aminés libres par rapport au poids total des acides aminés de la composition,
ladite composition comprenant au moins les acides aminés suivants :
au moins 93%, de préférence au moins 95%, de valine sous forme libre

en poids par rapport au poids total de valine dans la composition,
au moins 90%, de préférence au moins 95%, d'isoleucine sous forme libre en poids par rapport au poids total d'isoleucine dans la composition,
au moins 95%, de préférence 100%, de leucine sous forme libre en poids par rapport au poids total de leucine dans la composition caractérisée en ce que cette composition est un hydrolysat de kératine.

[Revendication 4] Hydrolysat selon la revendication 3 caractérisé en ce qu'il comprend :
au moins 95%, de préférence 100%, de thréonine sous forme libre en poids par rapport au poids total de thréonine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de sérine sous forme libre en poids par rapport au poids total de sérine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de glycine sous forme libre en poids par rapport au poids total de glycine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, d'alanine sous forme libre en poids par rapport au poids total d'alanine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de phénylalanine sous forme libre en poids par rapport au poids total de phénylalanine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de lysine sous forme libre en poids par rapport au poids total de lysine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, d'arginine sous forme libre en poids par rapport au poids total d'arginine dans la composition ;
au moins 95%, de préférence 100%, de proline sous forme libre en poids par rapport au poids total de proline dans la composition.

[Revendication 5] Hydrolysat selon la revendication 3 ou 4 caractérisé en ce qu'il comprend les acides aminés suivants, en poids, par rapport au poids total des acides aminés de l'hydrolysat :
de l'acide aspartique en une teneur allant de 1,00 à 7,50 %, de préférence allant de 1,00 à 3,00 %, et de manière préférée 1,89% en poids ;
de la thréonine en une teneur allant de 3,50 à 6,50 %, de préférence allant de 4,00 à 6,00 %, et de manière préférée 5,36% en poids ;
de la sérine en une teneur allant de 10,00 à 25,00 %, de préférence allant de 20,00 à 23,00 %, et de manière préférée 22,08 % en poids ;
de l'acide glutamique en une teneur allant de 2,00 à 10,50 %, de préférence allant de 2,00 à 4,00 %, et de manière préférée 2,84 % en poids ;

de la glycine en une teneur allant de 6,00 à 25,00 %, de préférence allant de 20,00 à 23,00 %, et de manière préférée 22,08 % en poids ;
de l'alanine en une teneur allant de 3,50 à 12,00 %, de préférence allant de 8,00 à 10,50 %, et de manière préférée 9,46% en poids ;
de la valine en une teneur allant de 4,00 à 8,50 %, de préférence allant de 4,00 à 5,00 %, et de manière préférée 4,42 % en poids ;
de la méthionine en une teneur allant de 0,10 à 2,00 %, de préférence allant de 0,20 à 1,00 %, et de manière préférée 0,32% en poids ;
de l'isoleucine en une teneur allant de 1,00 à 5,50 %, de préférence allant de 1,50 à 3,00 %, et de manière préférée 2,21% en poids ;
de la leucine en une teneur allant de 4,50 à 8,50 %, de préférence allant de 5,00 à 6,00 %, et de manière préférée 5,36 % en poids ;
de la tyrosine en une teneur allant de 0,2 à 2,0 %, de préférence allant de 0,3 à 1,00 %, et de manière préférée 0,32% en poids ;
de la phénylalanine en une teneur allant de 3,50 à 8,00 %, de préférence allant de 5,00 à 7,00 %, et de manière préférée 5,99% en poids ;
de la lysine en une teneur allant de 0,30 à 3,00 %, de préférence allant de 0,50 à 1,50 %, et de manière préférée 0,63% en poids ;
de l'histidine en une teneur allant de 0,2 à 5,0 %, de préférence allant de 0,50 à 1,50 %,et de manière préférée 0,63 % en poids ;
de l'arginine en une teneur allant de 2,50 à 6,50 %, de préférence allant de 3,00 à 4,00 %, et de manière préférée 3,79% en poids ;
de la proline en une teneur allant de 9,00 à 15,00 %, de préférence allant de 10,00 à 13,00 %, et de manière préférée 12,62% en poids.

[Revendication 6] Procédé de préparation de l'hydrolysat selon l'une quelconque des revendications 3 à 5, dans lequel la matière kératinique est une matière kératinique de volaille, caractérisé en ce qu'il comprend au moins les étapes suivantes, dans cet ordre :
- soumettre la matière kératinique à au moins une hydrolyse chimique au moyen d'un acide dans des conditions aptes à obtenir un hydrolysat comprenant au moins 88% en poids d'acides aminés libres par rapport au poids total des acides aminés de l'hydrolysat, le reste des acides aminés de l'hydrolysat étant sous la forme de peptides présentant une masse moléculaire inférieure ou égale à 800 Dalton,
-extraire la tyrosine et la cystine dudit hydrolysat,
-éventuellement sécher ;
- dessaler ledit hydrolysat ;
-effectuer une filtration au moyen d'une membrane filtrante de calibre

maximal 300 Da, à une pression comprise entre 15 et 40 bars et à un débit allant de 300 à 900 L/h.

[Revendication 7] Matière première pour l'alimentation animale comprenant de 80 à 100 % en poids de la composition selon l'une des revendications 1 ou 2 ou de l'hydrolysat l'une quelconque des revendications 3 à 5 ou préparé selon la revendication 6, par rapport au poids total de ladite matière première.

[Revendication 8] Matière première pour l'alimentation animale selon la revendication 7 caractérisée en ce qu'elle comprend en outre de la cystine.

[Revendication 9] Matière première pour l'alimentation animale selon l'une quelconque des revendications 7 ou 8 caractérisée en ce qu'elle comprend en plus des acides aminés de l'hydrolysat, au moins un acide aminé additionnel choisi parmi l'arginine, l'acide glutamique et l'acide aspartique.

[Revendication 10] Matière première pour l'alimentation animale selon l'une quelconque des revendications 7 à 9 caractérisée en ce qu'elle comprend les acides aminés suivants, en poids, par rapport au poids total des acides aminés de la composition :

de l'acide aspartique en une teneur allant de 6,00 à 8,00 %, et de manière préférée 6,89 % en poids ;

de la thréonine en une teneur allant de 3,50 à 5,50 %, et de manière préférée 4,50% en poids ;

de la sérine en une teneur allant de 17,00 à 19,00 %, et de manière préférée 17,91 % en poids ;

de l'acide glutamique en une teneur allant de 9,00 à 11,00 %, et de manière préférée 9,84% en poids ;

de la glycine en une teneur allant de 17,00 à 19,00 %, et de manière préférée 17,90 % en poids ;

de l'alanine en une teneur allant de 7,00 à 9,00 %, et de manière préférée 7,95 % en poids ;

de la valine en une teneur allant de 3,00 à 5,00 %, et de manière préférée 3,71 % en poids ;

de la cystine en une teneur allant de 1,00 à 3,00 %, et de manière préférée 2,00 % en poids

de la méthionine en une teneur allant de 0,10 à 1,00 %, et de manière préférée 0,25 % en poids ;

de l'isoleucine en une teneur allant de 1,00 à 3,00 %, et de manière préférée 1,85 % en poids ;

de la leucine en une teneur allant de 3,50 à 5,50 %, et de manière

préférée 4,53 % en poids ;
de la tyrosine en une teneur allant de 0,10 à 1,00 %, et de manière préférée 0,25% en poids ;
de la phénylalanine en une teneur allant de 4,00 à 6,00 %, et de manière préférée 5,03 % en poids ;
de la lysine en une teneur allant de 0,30 à 1,00 % et de manière préférée 0,50 % en poids ;
de l'histidine en une teneur allant de 0,30 à 1,00 % et de manière préférée 0,50 % en poids ;
de l'arginine en une teneur allant de 5,00 à 7,00 %, et de manière préférée 5,79 % en poids ;
de la proline en une teneur allant de 10,00 à 12,00 %, et de manière préférée 10,60 % en poids.

[Revendication 11] Aliment complet pour l'alimentation animale comprenant de 5 à 40 % en poids de la composition selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2 ou de l'hydrolysat selon l'une quelconque des revendications 3 à 5 ou préparé selon la revendication 6

RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveauté) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.
Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

[x] Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

☐ Le demandeur a maintenu les revendications.

[x] Le demandeur a modifié les revendications.

☐ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

☐ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

☐ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

[x] Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

☐ Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION

JP H03 11099 A (SEIWA KASEI KK)
18 janvier 1991 (1991-01-18)

ERIKSSON S ET AL: "A COMPARISON OF THE EFFECTS OF INTRAVENEOUS INFUSION OF INDIVIDUAL BRANCHED-CHAIN AMINO ACIDS ON BLOOD AMINO ACID LEVELS IN MAN", CLINICAL SCIENCE, BIOCHEMICAL SOCIETY AND THE MEDICAL RESEARCH SOCIETY, LONDON, GB, vol. 60, no. 1, 1 janvier 1981 (1981-01-01), pages 95-100, XP008002556, ISSN: 0143-5221

DD 244 760 A1 (DESSAU TORNAU IMPFSTOFFWERK [DD]) 15 avril 1987 (1987-04-15)

US 2016/157511 A1 (FILLIÈRES ROMAIN [FR] ET AL) 9 juin 2016 (2016-06-09)

US 2010/202936 A1 (HOLTZAPPLE MARK THOMAS [US] ET AL) 12 août 2010 (2010-08-12)

US 2018/263259 A1 (GADE JON [DK] ET AL) 20 septembre 2018 (2018-09-20)

2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE GENERAL

NEANT

3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND DE LA VALIDITE DES PRIORITES

NEANT