

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
14 janvier 2010 (14.01.2010)

(10) Numéro de publication internationale
WO 2010/004196 A1

(51) Classification internationale des brevets :
A23J 3/18 (2006.01) A23K 1/18 (2006.01)
A23K 1/00 (2006.01) A23L 1/00 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2009/051319

(22) Date de dépôt international :
6 juillet 2009 (06.07.2009)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
08 54787 11 juillet 2008 (11.07.2008) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :
ROQUETTE FRERES [FR/FR]; F-62136 Lestrem (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) :
DELPORTE, Christian [FR/FR]; 136, rue du petit
Anhiers, F-59194 Anhiers (FR). FOULON, Franck [FR/
FR]; 22, place du 8 mai 1945, F-62136 Lestrem (FR).

(74) Mandataires : PÖPPING, Barbara et al.; Cabinet
PLASSERAUD, 52 rue de la Victoire, F-75440 Paris
Cedex 09 (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM,
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ,

CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP,
KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD,
ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI,
NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD,
SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT,
TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,
TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE,
ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,
MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM,
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GN, GQ, GW,
ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Déclarations en vertu de la règle 4.17 :

— relative à la qualité d'inventeur (règle 4.17.iv))

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

— avant l'expiration du délai prévu pour la modification des
revendications, sera republiée si des modifications sont
reçues (règle 48.2.h))

(54) Title : WHEAT GLUTEN PELLETS

(54) Titre : PELLETS DE GLUTEN DE BLE

(57) Abstract : The present invention relates to protein pellets comprising wheat gluten, characterized in that the said gluten has: a water retention capacity, determined according to a test A, of between 40 and 160%, preferably between 100 and 150%; and a viscoelastic behaviour, according to the Chopin Alveograph, determined at a P/L parameter value of between 3 and 10, preferably between 3 and 8.

(57) Abrégé : La présente invention est relative à des pellets de protéines comprenant du gluten de blé, caractérisés en que ledit gluten présente une capacité de rétention d'eau, déterminée selon un test A, comprise entre 40 et 160 %, de préférence comprise entre 100 et 150 %, un comportement viscoélastique, selon l'alvéographe de Chopin, déterminé à une valeur du paramètre P/L compris entre 3 et 10, de préférence compris entre 3 et 8.



WO 2010/004196 A1

PELLETS DE GLUTEN DE BLE

La présente invention a pour objet des pellets de gluten de blé, ainsi que leur procédé de fabrication.

5

Le gluten de blé se présente classiquement sous deux formes distinctes : le gluten de blé vital et le gluten de blé dévitalisé.

Le gluten de blé vital (également appelé gluten
10 élastique) est la fraction protéique insoluble dans l'eau extraite de la farine de blé par voie humide puis séchée.

Le gluten de blé vital possède des propriétés fonctionnelles très spécifiques.

Lorsqu'il est réhydraté, il forme une pâte cohésive
15 viscoélastique, capable d'absorber 1,5 à 2 fois son poids en eau.

La viscoélasticité et l'absorption d'eau sont à l'origine du terme « vital ».

Les gluténines et les gliadines, les deux composantes
20 protéiques majeures du gluten vital, interagissent en présence d'eau et sont à l'origine de ces propriétés viscoélastiques :

- l'extensibilité (i.e. la propriété d'allongement jusqu'à la rupture) est due aux gliadines de faible poids
25 moléculaire,

- l'élasticité (i.e. la propriété de retour à l'état initial après déformation) et la ténacité (i.e. la propriété de résistance à la déformation) sont dues aux gluténines de plus haut poids moléculaire.

30 Le gluten dévitalisé est quant à lui obtenu par dénaturation (notamment thermique, ou par solubilisation enzymatique) du gluten de blé vital.

Il ne présente alors plus ses propriétés viscoélastiques à l'état hydraté. Sa teneur en protéines et

sa valeur nutritive restent cependant celles du gluten de blé vital.

En fonction des propriétés viscoélastiques requises, les applications du gluten de blé vital ou dévitalisé sont
5 nombreuses :

- en alimentation humaine : notamment en meunerie, comme auxiliaire de panification, dans les produits de boulangerie et viennoiserie ainsi qu'en pâtisserie, dans la fabrication des nouilles ; dans la fabrication des céréales
10 pour petits déjeuners, des snacks et des produits carnés ;

- en alimentation animale : notamment comme aliments pour crevettes, aliments pour porcelets, aliments d'allaitement, aliments pour poissons, aliments pour animaux de compagnie ;

- 15 - en fermentation : comme support de microorganismes dans les systèmes mettant en œuvre des cellules immobilisées.

L'utilisation de gluten vital ou dévitalisé dans les applications citées ci-dessus est cependant gênée par le fait que le gluten en poudre ne s'écoule pas librement ou génère
20 de la poussière lors des opérations de déchargement en vrac.

La dispersion dans l'eau, lorsqu'elle est obtenue, n'est pas très stable, les particules de gluten ayant tendance à se mettre en masse et à s'agglomérer.

L'hydratation d'une poudre contenant une proportion
25 importante de gluten vital conduit par ailleurs à un produit grumeleux qui, par agitation vigoureuse, est transformé en masse élastique caoutchouteuse très difficile à travailler.

Pour remédier à cette situation, les spécialistes du domaine considéré ont très vite proposé d'agglomérer la
30 poudre de gluten de blé vital sous forme de pellets pour en faciliter la manutention et l'utilisation.

Deux catégories de pellets sont alors proposées :

- des pellets dont le gluten de blé a conservé toutes ses propriétés, et conserve ainsi l'appellation de gluten de
35 blé vital,

- des pellets préparés au moyen de procédés thermiques, ce qui conduit à dénaturer les protéines ; les pellets seront donc composés de gluten de blé dévitalisé.

Pour les pellets de gluten de blé vital, on peut
5 considérer les enseignements :

- de l'US 3.925.343, qui décrit la fabrication d'agglomérats de gluten de blé par un procédé qui en préserve le caractère vital.

Ce procédé consiste à soumettre, dans un lit fluidisé,
10 les particules individuelles de gluten à l'action d'un agent mouillant de façon à rendre collantes les surfaces des particules, à mélanger intimement lesdites particules de manière à ce qu'elles adhèrent les unes aux autres, sous la forme d'agglomérats grossiers et poreux.

15 Ces agglomérats sont ensuite séchés de manière à présenter une teneur en humidité résiduelle inférieure à 10 %.

La forme et la dimension de ces particules et cependant très aléatoires (taille majoritairement supérieure à 149 µm).

20 - de l'EP 1.785.039, qui porte sur des pellets consistant essentiellement en protéines comprimées, caractérisés préférentiellement en ce que les protéines comprennent du gluten vital.

Leur procédé de fabrication fait appel à des étapes
25 nécessitant de l'air chaud ou de la vapeur pour augmenter la température des protéines et/ou leur humidité de 0 à 5 %, de préférence de plus de 3 % et ensuite de les introduire dans un moule pour fabriquer lesdits pellets.

La teneur en humidité maximale des pellets de gluten de
30 blé vital est au maximum de 11,5 %, de préférence au maximum de 8 %, plus préférentiellement au maximum de 6 %.

- l'EP 1.527.700, qui est relatif à une composition alimentaire pour poisson, caractérisée en ce qu'elle comprend de 1 à 75 % en poids de gluten vital, et de 25 à 85 % d'huile

de graines d'oléagineux décortiqués et/ou de germes de maïs, et aux pellets ainsi obtenus.

Le procédé consiste ici à mélanger les ingrédients de la composition alimentaire pour poisson, de les « modeler »
5 en pellets puis de les traiter à la vapeur pendant de 1 à 30 s.

- l'EP 838.159, qui décrit un procédé de réduction d'une masse de gluten vital caractérisé par le fait que la masse de gluten humide est réduite en taille lorsqu'elle est
10 dans un état cassant.

La réduction en taille consiste à refroidir la masse de gluten à une température de -75 °C ou moins, former des feuillets de 0,35 cm ou moins ou former des granules de 1 à 100 mm avant de refroidir et utiliser des forces mécaniques
15 de rupture.

A noter : l'élimination des cristaux de glaces formés durant le refroidissement à la surface des particules formées, le séchage des particules de gluten réduit en taille, et le maintien de la vitalité du gluten à toutes les
20 températures testées.

- l'EP 1.785.039, qui est relatif à des pellets constitués essentiellement de protéines comprimées, dont les protéines comprennent du gluten de blé vital.

Pour obtenir ces pellets, le procédé décrit consiste à
25 soumettre le gluten vital, dans un équipement adapté, à un traitement avec de l'air chaud ou de la vapeur, pour augmenter la température des protéines et/ou le contenu en humidité à une valeur comprise entre 0 et 5 %, de préférence de l'ordre de 3 %.

30 Les protéines sont ensuite moulées en pellets.

Il est cependant recommandé de contrôler finement ces étapes, en apportant une attention toute particulière :

- à la configuration de la matrice pour la fabrication des pellets, qui conditionne leur teneur en humidité. Il
35 ainsi nécessaire ici de contrôler le rapport (A) de

l'épaisseur sur le diamètre desdits pellets, qu'il faut maintenir entre 10 et 25, et

- au rapport (A) sur la température du procédé.

Ces données empiriques ont été traduites par
5 l'expression d'un rapport (B) : rapport des températures sur (A), fixé à une valeur comprise entre 2 et 8.

De manière plus spécifique, les valeurs de température sont alors réglées entre 50 et 80°C.

Ces multiples contrôles ne rendent pas ce procédé
10 particulièrement attractif.

Pour les pellets de gluten de blé dévitalisé, on peut considérer les enseignements :

- de l'EP 711.510 de NISSHIN FLOUR MILLING qui décrit un procédé de production de matériels de fermentation,
15 présentant une étape de fabrication de pellets de gluten. L'humidité desdits pellets ainsi fabriqués serait comprise entre 12 et 18 % ; la possibilité de fabriquer des pellets est fonction de la teneur en humidité des protéines et de leur dénaturation.

20 Le procédé mis en œuvre consiste à envoyer de la vapeur directement sur la poudre de gluten. La teneur en eau du gluten vital « moulé » est de plus de 12 % ; les pellets ont par ailleurs une taille de l'ordre du millimètre.

- de l'article de E. BARDI et al, in *Process Biochemistry*, 32-8, 691-696, 1997), dans lequel sont décrits
25 des pellets de gluten utilisés comme support de microorganismes, telles que les levures.

Leur procédé de fabrication consiste à mélanger de la farine de blé avec de l'eau du robinet ; la pâte obtenue est
30 ensuite extrudée, puis abondamment lavée pour en éliminer l'amidon.

Le gluten est alors moulé en petites sphères (pellets présentant un diamètre de 1,5 à 2 cm), séchées à 105°C pendant 5 heures puis refroidies à température ambiante.

Le traitement d'extrusion et de séchage comme énoncé conduit bien évidemment à des pellets de gluten dévitalisé.

- du brevet US 3.605.643 de BARR et al. qui est relatif à un dispositif de moulage du gluten en pellets et qui a
5 surtout pour finalité de mettre en forme et de sécher la masse pâteuse du gluten.

Le procédé consiste à introduire le gluten humide dans un flux d'air chaud sous la forme de pellets discrets qui sont enrobés avec du matériel partiellement séché en
10 suspension dans ledit flux d'air avant d'être soumis à un traitement de désintégration.

De tout ce qui précède, on constate que les procédés de pelletisation visant à préserver les propriétés viscoélastiques du gluten nécessitent la mise en œuvre de
15 méthodes complexes et finement contrôlées.

Quant aux méthodes de fabrication de pellets de gluten de blé dévitalisé, plus simples à mettre en œuvre, elles se font bien évidemment au détriment des propriétés du gluten vital.

20 *L'invention a pour but de proposer un nouveau procédé de pelletisation de gluten de blé vital qui ne présente pas les inconvénients des procédés connus.*

*Les pellets de gluten de blé obtenus selon ce procédé conservent une capacité de rétention d'eau suffisante et
25 leurs propriétés d'élasticité sont réduites, au sens où à ténacité constante, le gluten ainsi pellétisé perd de son extensibilité par rapport à celle des pellets de gluten de blé vital classiques.*

*Les pellets de gluten de blé selon la présente
30 invention peuvent ainsi être qualifiés de « partiellement vital ».* L'invention a donc pour objet des pellets de gluten de blé, caractérisés en ce qu'ils présentent :

- une capacité de rétention d'eau, déterminée selon un test A, comprise entre 40 et 160 %, de préférence comprise
35 entre 100 et 150 %,

- un comportement viscoélastique, selon l'alvéographe de Chopin, égal au rapport de la résistance de la déformation sur l'extensibilité P/L compris entre 3 et 10, de préférence compris entre 3 et 8.

5 Le caractère partiellement vital des pellets de gluten de blé conformes à l'invention se traduit tout d'abord par leur capacité préservée de rétention d'eau.

Cette capacité de rétention d'eau est déterminée selon un test A.

10 Ce test A consiste tout d'abord à broyer les pellets de gluten de blé sur broyeur IKA A10 fabriqué par la société IKA®.

Le broyage consiste à placer 30 g de pellets dans le broyeur puis à broyer sous circulation d'eau froide pendant 2
15 minutes. La granulométrie du broyat obtenu est de l'ordre de 0 refus sur 500 µm, < 10% de refus sur 250 µm, < 50 % de refus sur 100 µm.

Dans une coupelle, on pèse 10,0 g de pellets ainsi broyés. On ajoute 25 ml d'eau potable (entre 5 et 20°C) et on
20 mélange avec une baguette en verre.

On laisse reposer 15 minutes.

On extrait la quantité d'eau non retenue par centrifugation (10 min à 4000 tours).

On laisse la centrifugeuse s'arrêter seule (sans
25 frein), jette le surnageant et pèse le gluten hydraté restant (P).

La rétention s'exprime selon l'équation $(P-10) \times 10$ exprimé en %.

Le pourcentage d'eau retenue traduit donc la capacité
30 de rétention d'eau.

Cette capacité de rétention d'eau des pellets de gluten conformes à l'invention est déterminée à une valeur comprise entre 40 et 160 %, de préférence comprise entre 100 et 150 %, par exemple entre 100 et 145%, ou entre 100 et 140%.

A titre comparatif, le gluten de blé vital présente une capacité de rétention d'eau, déterminée selon le test A, comprise entre 150 et 180 %.

Les pellets de gluten conformes à l'invention
5 présentent donc une capacité de rétention d'eau légèrement réduite par rapport au gluten de blé vital.

Le gluten dévitalisé quant à lui n'a aucune capacité de rétention d'eau au sens du test A.

Le caractère partiellement vital des pellets de gluten
10 de blé conformes à l'invention se traduit également par leur comportement viscoélastique, déterminé selon l'alvéographe de Chopin.

L'alvéographe de Chopin est un test connu de l'homme du métier, test qui permet de mesurer les capacités de ténacité
15 et d'extensibilité d'une pâte formée avec un mélange d'amidon de blé, de gluten de blé des pellets broyés comme décrit ci-dessus, de glycérine, d'eau salée à 45 g/l, en conservant pour tous les essais un rapport constant eau/gluten (hydratation).

20 Le principe de la mesure consiste à former une bulle en insufflant de l'air sous une fine lamelle de pâte, jusqu'à sa rupture. L'alvéogramme représente le tracé de la pression d'air retenue par la bulle en fonction du temps.

L'interprétation de ces paramètres se fait comme suit :
25 - P : représente la résistance à la déformation de la pâte (ou ténacité) sous la pression de l'air insufflé.

Elle est déterminée par la mesure de la hauteur maximale du graphique entre la base et le sommet du pic, en mm.

30 Elle est appelée surpression maximale ou plus couramment pression puisque c'est la pression maximale enregistrée à l'intérieur de la bulle (exprimée en mm H₂O).

- L : correspond à l'extensibilité de la pâte, depuis le début du gonflement jusqu'à l'éclatement.

35 C'est la longueur du graphique en mm.

- P/L : C'est le rapport de configuration du graphique. Il s'obtient en divisant la valeur du P par la valeur du L.

Les pellets de gluten conformes à l'invention
5 présentent alors un comportement viscoélastique, selon l'alvéographe de Chopin, déterminé à une valeur du paramètre P/L compris entre 3 et 10, de préférence compris entre 3 et 8, par exemple entre 3,5 et 10 ou entre 4 et 8.

A titre comparatif, le gluten de blé vital présente
10 une valeur du paramètre P/L inférieur ou égal à 3.

Les pellets de gluten de blé selon l'invention peuvent être également caractérisés par un comportement viscoélastique, selon l'alvéographe de Chopin, déterminé à une valeur du paramètre L inférieur à 100, de préférence
15 compris entre 20 et 80, par exemple entre 20 et 90.

A titre comparatif, le gluten de blé vital présente une valeur du paramètre L supérieur ou égal à 100.

Le gluten dévitalisé ne présentant aucune propriété viscoélastique, ne peut donc être caractérisé par
20 l'alvéographe de Chopin.

Les valeurs de rétention d'eau et de paramètres selon l'alvéographe de Chopin traduisent le caractère partiellement vital des pellets de gluten de blé conformes à l'invention.

Les pellets de gluten de blé conformes à l'invention
25 conservent en effet une capacité de rétention d'eau suffisante, permettant encore au gluten d'exprimer son aptitude à former un réseau.

Les pellets de gluten de blé conformes à l'invention peuvent encore être caractérisés par :

- 30
- leur teneur en protéines,
 - leur humidité relative,
 - leur durabilité.

La teneur en protéines est déterminée par la mesure de la teneur en azote total selon la méthode normée (NF V18-120)
35 par la méthode DUMAS. Cette méthode consiste en une

combustion à haute température de l'échantillon. Les différents éléments de l'échantillon (C, H, N, S, O) se retrouvent sous forme gazeuse (CO₂, H₂O, Nox, SO₂, halogènes, O₂ en excès).

5 Différents pièges ainsi que des catalyseurs d'oxydation et de réduction permettent de ne conserver que N₂. Ce gaz est ensuite dosé grâce à un détecteur catharométrique dont le principe de détection est lié à la conductibilité du gaz à doser.

10 La teneur en protéines est calculée en regard de la réponse du détecteur préalablement étalonné, et est exprimée en N6,25.

 Les pellets de gluten de blé conformes à l'invention présentent alors une teneur en protéines de plus de 80 %
15 N6,25 exprimé par rapport au poids sec des pellets (N6,25/sec).

 La détermination de l'humidité relative (ou perte à la dessiccation) est réalisée par la mesure de la perte de masse après traitement en étuve réglée à 130 - 133°C, sous pression
20 atmosphérique, de 5 grammes de produit broyé sur broyeur IKA (tel que décrit ci-dessus), pendant 1 h 30.

 Les pellets de gluten de blé conformes à l'invention présentent alors une humidité relative comprise entre 6 et 12 %.

25 La durabilité, quant à elle, représente la quantité de pellets non détériorés et retenus sur un tamis lorsque ces pellets sont mis en mouvement dans un malaxeur.

 Pour ce faire, on place une masse (m1) de 500 g de pellets dans malaxeur de type Rotor Quick Test CWZ 302, met
30 en mouvement pendant 10 secondes et tamise pendant 10 secondes sur un tamis de mailles carrées 2,5 mm.

 On pèse le refus sur tamis de masse (m2).

 La durabilité s'exprime selon l'équation $m2/m1 \times 100$, exprimée en %.

Les pellets de gluten de blé conformes à l'invention présentent alors une durabilité comprise entre 50 et 100 %, de préférence comprise entre 80 et 100 %.

L'ensemble des propriétés des pellets de gluten de blé conformes à l'invention permet ainsi de les mettre
5 avantageusement en œuvre dans des procédés de fabrication d'aliments pour animaux, procédés dans lesquels de nombreuses contraintes rendent difficiles l'utilisation de gluten de blé vital.

10 On peut citer, parmi lesdites contraintes, la nécessité de :

- réceptionner une poudre de gluten en vrac,
- de préserver une capacité de rétention d'eau et de propriété liante suffisantes par rapport au gluten de blé
15 vital,

- d'ajouter de l'eau ou de la vapeur d'eau dans un mélange contenant une proportion importante de gluten, tout en évitant les problèmes de formation d'une pâte trop élastique.

20 Ces procédés sont classiquement les procédés de fabrication d'aliments extrudés pour poissons ou animaux de compagnie, la fabrication d'aliments en pellets pour porcelets ou crevettes, les substituts de lait à diluer dans l'eau pour les jeunes mammifères.

25 Les pellets de gluten de blé conformes à l'invention sont ainsi avantageusement utilisées dans des procédés de fabrication de préparations alimentaires pour animaux comprenant de 5 à 50 % de gluten de blé, préparations choisies dans le groupe des préparations extrudées, des
30 préparations pellétisées et des préparations destinées à être réhydratées.

Les pellets gluten de blé conformes à l'invention sont susceptibles d'être préparés à l'aide d'un procédé qui consiste à comprimer de la poudre de gluten de blé vital dans
35 des conditions particulières.

Ce procédé comprend les étapes suivantes consistant à :

- 1) préparer une poudre de gluten de blé vital de granulométrie telle qu'au moins 20 %, de préférence au moins 50 % des particules présentent une taille supérieure à 250 μm ,
- 2) introduire la poudre de gluten de blé ainsi préparée dans le malaxeur d'une presse à pellets,
- 3) conditionner la poudre de gluten de blé ainsi préparée par addition régulée de vapeur à l'entrée du malaxeur afin d'obtenir à la sortie du malaxeur une température du mélange air-poudre comprise entre 10 et 50°C, de préférence comprise entre 30 et 45°C,
- 4) introduire la poudre de gluten de blé dans la matrice de la presse à pellets afin d'obtenir les pellets de gluten de blé,
- 5) refroidir les pellets au travers d'un refroidisseur horizontal,
- 6) récupérer les pellets ainsi obtenus.

Dans l'étape 1, on prépare une poudre de gluten de blé vital de granulométrie telle qu'au moins 20 % des particules présentent une taille supérieure à 250 μm .

On entend par poudre de gluten de blé vital au sens de la présente invention, une poudre de gluten de blé contenant au moins 80 % en poids sur sec de protéines, 5 à 8 % en poids d'eau, le reste étant constitué de phospholipides, de fibres, d'amidon résiduel et de matières minérales.

La granulométrie de la poudre du gluten de blé dépend classiquement de la technologie utilisée pour sécher le gluten de blé extrait de la farine par voie humide (appelé gluten vert).

La société Demanderesse recommande alors de préparer une poudre de gluten de blé dont la granulométrie est la plus élevée possible.

En effet, la société Demanderesse a trouvé que la granulométrie influence directement :

- la vitalité de la poudre et la vitalité des pellets après l'étape de pelletisation,
- 5 - la faisabilité technique de la pelletisation proprement dite.

Une poudre trop fine, i.e. présentant moins de 1 % en poids de particules de taille > 250 µm, sera trop volatile et ne pourra pas être plaquée pour être comprimée dans la
10 matrice. Il s'en suivra un bourrage et un arrêt de la matrice.

De manière préférentielle, la poudre de gluten de blé doit avoir une fraction pondérale d'au moins 50 % supérieure à 250 µm.

15 Dans l'étape 2, on introduit la poudre de gluten de blé ainsi préparée dans le malaxeur d'une presse à pellets.

Comme il sera exemplifié ci-après, la société Demanderesse utilise une presse de pelletisation du type LYD 66/23 commercialisée par la société STOLZ.

20 Le transport et le dosage doivent permettre d'avoir une alimentation continue et stable par un système de dosage afin d'avoir un fonctionnement du malaxeur stable et un mélange homogène pour l'alimentation de la matrice de pelletisation.

La stabilité du débit permettra d'avoir une
25 consommation énergétique stable et un fonctionnement mécanique durable.

Avec une presse de pelletisation du type LYD 66/23 commercialisée par la société STOLZ, la société Demanderesse recommande de régler le débit à une valeur comprise entre 2 à
30 6 t/h, de préférence de l'ordre de 4 t/h.

Dans l'étape 3, on conditionne la poudre de gluten de blé ainsi préparée par addition régulée de vapeur à l'entrée du malaxeur afin d'obtenir à la sortie du malaxeur une température du mélange air-poudre comprise entre 10 et 50°C.

L'ajout de vapeur doit se faire avec de la vapeur sèche afin d'éviter la prise en masse de la poudre de gluten de blé dans le malaxeur pouvant entraîner un bourrage.

La vitesse de rotation de l'axe et des pâles du
5 malaxeur doit être suffisante pour obtenir un mélange homogène à la sortie du malaxeur avec une température du mélange air-poudre comprise entre 10 et 50°C, de préférence comprise entre 30 et 45°C à la sortie du malaxeur.

Avec une presse de pelletisation du type LYD 66/23
10 commercialisée par la société STOLZ, la société Demanderesse recommande de régler la vitesse à une valeur comprise entre 250 et 400 trs/min.

La température est obtenue par ajout régulée ou contrôlée de vapeur, à l'aide d'une vanne régulatrice, à
15 l'entrée du malaxeur par rapport à la mesure de la température sortie malaxeur afin d'obtenir une température réglée sur la température de consigne.

La vapeur ajoutée a un rôle de « lubrifiant » et facilite le passage de la poudre au travers de la matrice.

20 La vapeur a également un rôle de liant entre les particules de gluten poudre lors de la pelletisation.

Dans l'étape 4, on introduit la poudre de gluten de blé dans la matrice de la presse à pellets afin d'obtenir les pellets de gluten de blé.

25 La matrice est caractérisée par le taux de compression qui est le rapport de la longueur de compression sur le diamètre de compression.

Ce rapport est compris entre 15 et 25.

Ce rapport permet d'obtenir un taux de poussières
30 inférieur à 20% en poids à la sortie de la matrice.

Dans l'étape 5, on refroidit les pellets au travers d'un refroidisseur horizontal afin d'assurer une dureté et un maintien des granulés.

Pour des valeurs de taux de compression de l'étape 4
35 supérieur à 15, après refroidissement des pellets dans cette

étape 5, on obtient des pellets dont la durabilité comprise entre 50 et 100 %, de préférence comprise entre 80 et 100 %.

L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples qui suivent, lesquels se veulent illustratifs et non
5 limitatifs.

Exemple 1

10 On prépare 1 tonne de poudre de gluten de blé présentant les caractéristiques suivantes :

- au moins 50 % en poids de particules de taille supérieure à 250 µm,
- teneur en protéines > 83 % en poids sec/sec
- 15 - teneur en eau > 9%
- valeur de P/L > 3 selon l'alvéographe de Chopin.

On alimente le malaxeur d'une presse de pelletisation de type LYD 66/23 commercialisée par la société STOLZ à un débit de 4 t/h.

20 L'alimentation est effectuée via une vis doseuse dont la vitesse est réglée afin d'obtenir un débit de l'ordre de 4 t/h, et de manière à obtenir après ajout régulé de vapeur, au moyen d'une vanne régulatrice, une température sortie malaxeur de 35°C stable.

25 A la sortie du malaxeur, la poudre est dirigée par gravité vers la matrice de la presse de pelletisation dont le taux de compression est de 20.

Les pellets sont ensuite refroidis à la température ambiante sur un refroidisseur horizontal RHS2P 20.60
30 commercialisé par la société STOLZ.

Après broyage des granulés à l'aide du broyeur IKA comme décrit ci-dessus et analyse du broyat obtenu, les pellets de gluten de blé conformes à l'invention présentent les caractéristiques rassemblées en 2 séries d'échantillons
35 (séries 1 et 2).

Tableau 1

	Série 1	Série 2
Rétention d'eau (%)	130	130
Alvéographe de Chopin		
P	182	145
L	26	41
P/L	7,0	3,5
Teneur en protéines (N6,25/sec)	86,8	86,9
Teneur en eau	9,0	11,2
Durabilité	58	92

5 A titre comparatif, on trouve dans le tableau 2
suivant, les valeurs mesurées sur deux échantillons de gluten
de blé vital et gluten de blé dévital, commercialisés par la
société Demanderesse sous les marques respectives de VITEN®
et DEVITEN®.

10

15

20

Tableau 2

	VITEN®	DEVITEN®
Rétention d'eau (%)	170	Pas de rétention
Alvéographe de Chopin		Pâte très cassante,
P	70	tenace, qui ne
L	120	sort pas du
P/L	0,6	pétrin
Teneur en protéines (N6,25/sec)	85,4	85,5
Teneur en eau	6,2	6,7

Les pellets de gluten de blé conformes à l'invention, comme énoncé plus haut préservent donc bien leur capacité de rétention d'eau, avec cependant des propriétés élastiques quelque peu réduites.

Exemple 2

10

On teste la capacité des pellets de gluten de blé conformes à l'invention à préserver le caractère fluide et homogène d'un mélange de protéines réhydratées à chaud dans un pré-conditionneur, par la mesure de l'écoulement du mélange final ainsi obtenu à travers un tamis de 1000 µm de taille de maille.

Pour ce faire, on introduit à chaud et sous agitation un mélange de protéines sous forme poudre, comprenant 50 % en poids de pellets de gluten de blé conformes à l'invention, dans un pré-conditionneur CUTTER STEPHAN UMC/SK5 double enveloppe, commercialisé par la société STEPHAN, équipé d'une injection directe de vapeur.

On injecte ainsi de la vapeur pour monter la température dudit mélange à 90°C et l'hydrater à environ 20 % d'eau.

Le mélange ainsi obtenu est ensuite tamisé sur un tamis
5 de grosses mailles afin de récupérer les agglomérats et le pourcentage de refus est alors calculé.

Le tableau 3 suivant la formule de base des mélanges à tester.

10 Tableau 3

Nature des protéines	Contenu en %	Contenu en poids (g)
MILUREX®	40,5	202,5
GLUTALYS®	7	35
Huile de colza	2,5	12,5
gluten de blé en pellets selon l'invention ou non	50	250

On teste :

- deux lots de gluten vital en poudre témoins,
- trois lots de pellets de gluten de blé fabriqués
15 selon l'exemple 1 ci-dessus, broyés sur broyeur à marteaux de marque RETSCH équipé d'une grille de 1000 µm, afin de présenter la même granulométrie que le gluten vital en poudre témoin (100 à 1000 µm).

20 On préchauffe le pré-conditionneur par injection de vapeur (0.7 bar) dans la double enveloppe du CUTTER de marque STEPHAN® et mélange les poudres à vitesse minimale (100 rpm) pendant 4 min.

25 Après 4 min de mélange, on arrête le chauffage de la double enveloppe.

On injecte de la vapeur directement dans l'enceinte du CUTTER à une pression de 0.7 bar, sous agitation à 100 rpm, pendant 30 secondes, afin d'obtenir une hydratation des poudres de 20% et une température de 90°C.

5 On tamise le mélange final obtenu sur un tamis de mailles carrées de 0.7 cm de côté

On calcule le pourcentage de refus par l'équation :
 (masse des agglomérats / masse totale du mix) x 100

10 Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 4 suivant.

Tableau 4

15	Gluten vital	% en poids de refus sur 0.7 cm
		32.7 %
	Pellets de gluten conforme à l'invention	30 %
20		2.6 %
		1.1 %
		2.8 %

25 Ces résultats montrent clairement que le gluten vital, en formant son réseau viscoélastique, s'agglomère pendant la phase de pré-conditionnement avec les autres protéines du mélange, et forme ainsi un mélange hétérogène composé d'une part de poudres fluides et d'une part d'amas de gluten.

30 Au contraire, les pellets de gluten de blé conformes à l'invention, broyés, ne forment pas de réseaux et le mélange reste avantageusement fluide et homogène.

REVENDICATIONS

1. Pellets de gluten de blé, caractérisés en ce qu'ils présentent :

5 - une capacité de rétention d'eau, déterminée selon un test A, comprise entre 40 et 160 %, de préférence comprise entre 100 et 150 %,

 - un comportement viscoélastique, selon l'alvéographe de Chopin, égal au rapport de la résistance de la déformation
10 sur l'extensibilité P/L, compris entre 3 et 10, de préférence compris entre 3 et 8.

2. Pellets selon la revendication 1, caractérisés en ce qu'ils présentent un comportement viscoélastique, selon
15 l'alvéographe de Chopin, déterminé à une valeur de l'extensibilité L inférieur à 100, de préférence compris entre 20 et 80.

3. Pellets selon l'une ou l'autre des revendications 1
20 et 2, caractérisés en ce qu'ils présentent une teneur en protéines de plus de 80 % N6,25 / sec.

4. Pellets selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisés en ce qu'ils présentent une humidité
25 relative comprise entre 6 et 12 %.

5. Pellets selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'ils présentent une durabilité comprise entre 50 et 100 %, de préférence comprise entre 80
30 et 100 %.

6. Procédé de préparation des pellets de gluten de blé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 1) préparer une poudre de gluten de blé vital de granulométrie telle qu'au moins 20 %, de préférence au moins 50 % des particules présentent une taille supérieure à 250 μm ,
- 5 2) introduire la poudre de gluten de blé ainsi préparée dans le malaxeur d'une presse à pellets,
- 3) conditionner la poudre de gluten de blé ainsi préparée par addition régulée de vapeur à l'entrée du malaxeur afin d'obtenir à la sortie du malaxeur
10 une température du mélange air-poudre comprise entre 10 et 50°C, de préférence comprise entre 30 et 45°C,
- 4) introduire la poudre de gluten de blé dans la matrice de la presse à pellets afin d'obtenir les pellets de gluten de blé,
- 15 5) refroidir les pellets au travers d'un refroidisseur horizontal,
- 6) récupérer les pellets ainsi obtenus.

7. Utilisation des pellets de gluten conformes aux
20 revendications 1 à 5, ou obtenus conformément au procédé de la revendication 6, dans des procédés de fabrication de préparations alimentaires pour animaux comprenant de 5 à 50 % de gluten de blé, préparations choisies dans le groupe des préparations extrudées, des préparations pellétisées et des
25 préparations destinées à être réhydratées.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/FR2009/051319

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. A23J3/18 A23K1/00 A23K1/18 A23L1/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

A23J A23K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2007/054465 A (CARGILL INC [US]; VAN HOECKE PIETER PAUL MARC [BE]; DE COCK NICOLE S J) 18 May 2007 (2007-05-18) abstract page 4; claims 1, 3, 6 -----	1-7
A	WO 99/44437 A (NESTLE SA [CH]; LIM BEE GIM [SG]; HO DAC THANG [CH]) 10 September 1999 (1999-09-10) the whole document -----	1-7
A	US 5 102 671 A (COLES HAROLD N [AU]) 7 April 1992 (1992-04-07) the whole document -----	1-7
A	US 2005/214349 A1 (NIE LI [US] ET AL) 29 September 2005 (2005-09-29) the whole document -----	1-7



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

13 November 2009

Date of mailing of the international search report

23/11/2009

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Picout, David

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2009/051319

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2007054465	A	18-05-2007	AR 056177 A1	19-09-2007
			AU 2006311113 A1	18-05-2007
			CA 2626053 A1	18-05-2007
			CN 101304665 A	12-11-2008
			DE 202006020439 U1	31-07-2008
			EP 1785039 A1	16-05-2007
WO 9944437	A	10-09-1999	AT 255820 T	15-12-2003
			AU 754247 B2	07-11-2002
			AU 2927899 A	20-09-1999
			BR 9908500 A	05-12-2000
			CA 2314952 A1	10-09-1999
			CN 1291866 A	18-04-2001
			DE 69913502 D1	22-01-2004
			DE 69913502 T2	09-06-2004
			EP 1059849 A1	20-12-2000
			HU 0101109 A2	30-07-2001
			ID 25893 A	09-11-2000
			IL 136597 A	14-08-2002
			IN 187778 A1	22-06-2002
			JP 2002505091 T	19-02-2002
			NO 20004330 A	31-08-2000
			NZ 506242 A	31-05-2002
			PL 342603 A1	18-06-2001
			RU 2228057 C2	10-05-2004
			SG 70069 A1	25-01-2000
			SK 13222000 A3	12-02-2001
			TR 200002550 T2	21-12-2000
			TW 529913 B	01-05-2003
			US 6309680 B1	30-10-2001
US 5102671	A	07-04-1992	NONE	
US 2005214349	A1	29-09-2005	US 2006193959 A1	31-08-2006

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2009/051319

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

INV. A23J3/18 A23K1/00 A23K1/18 A23L1/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

A23J A23K

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 2007/054465 A (CARGILL INC [US]; VAN HOECKE PIETER PAUL MARC [BE]; DE COCK NICOLE S J) 18 mai 2007 (2007-05-18) abrégé page 4; revendications 1, 3, 6	1-7
A	WO 99/44437 A (NESTLE SA [CH]; LIM BEE GIM [SG]; HO DAC THANG [CH]) 10 septembre 1999 (1999-09-10) le document en entier	1-7
A	US 5 102 671 A (COLES HAROLD N [AU]) 7 avril 1992 (1992-04-07) le document en entier	1-7
A	US 2005/214349 A1 (NIE LI [US] ET AL) 29 septembre 2005 (2005-09-29) le document en entier	1-7



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- *T* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- *Z* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

13 novembre 2009

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

23/11/2009

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets. P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040.
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Picout, David

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2009/051319

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2007054465 A	18-05-2007	AR 056177 A1	19-09-2007
		AU 2006311113 A1	18-05-2007
		CA 2626053 A1	18-05-2007
		CN 101304665 A	12-11-2008
		DE 202006020439 U1	31-07-2008
		EP 1785039 A1	16-05-2007
WO 9944437 A	10-09-1999	AT 255820 T	15-12-2003
		AU 754247 B2	07-11-2002
		AU 2927899 A	20-09-1999
		BR 9908500 A	05-12-2000
		CA 2314952 A1	10-09-1999
		CN 1291866 A	18-04-2001
		DE 69913502 D1	22-01-2004
		DE 69913502 T2	09-06-2004
		EP 1059849 A1	20-12-2000
		HU 0101109 A2	30-07-2001
		ID 25893 A	09-11-2000
		IL 136597 A	14-08-2002
		IN 187778 A1	22-06-2002
		JP 2002505091 T	19-02-2002
		NO 20004330 A	31-08-2000
		NZ 506242 A	31-05-2002
		PL 342603 A1	18-06-2001
		RU 2228057 C2	10-05-2004
		SG 70069 A1	25-01-2000
		SK 13222000 A3	12-02-2001
		TR 200002550 T2	21-12-2000
		TW 529913 B	01-05-2003
		US 6309680 B1	30-10-2001
US 5102671 A	07-04-1992	AUCUN	
US 2005214349 A1	29-09-2005	US 2006193959 A1	31-08-2006