

Étude de l'impact des techniques de concentration et de l'application de traitements thermiques sur la composition et la fonctionnalité du concentrat protéique de haricot mungo (*Vigna radiata* (L.) Wilczek).

Auteur : Defleur, Martin

Promoteur(s) : Blecker, Christophe; Jacquet, Nicolas

Faculté : Gembloux Agro-Bio Tech (GxABT)

Diplôme : Master en bioingénieur : chimie et bioindustries, à finalité spécialisée

Année académique : 2024-2025

URI/URL : <http://hdl.handle.net/2268.2/24173>

Avertissement à l'attention des usagers :

Tous les documents placés en accès ouvert sur le site le site MatheO sont protégés par le droit d'auteur. Conformément aux principes énoncés par la "Budapest Open Access Initiative"(BOAI, 2002), l'utilisateur du site peut lire, télécharger, copier, transmettre, imprimer, chercher ou faire un lien vers le texte intégral de ces documents, les disséquer pour les indexer, s'en servir de données pour un logiciel, ou s'en servir à toute autre fin légale (ou prévue par la réglementation relative au droit d'auteur). Toute utilisation du document à des fins commerciales est strictement interdite.

Par ailleurs, l'utilisateur s'engage à respecter les droits moraux de l'auteur, principalement le droit à l'intégrité de l'oeuvre et le droit de paternité et ce dans toute utilisation que l'utilisateur entreprend. Ainsi, à titre d'exemple, lorsqu'il reproduira un document par extrait ou dans son intégralité, l'utilisateur citera de manière complète les sources telles que mentionnées ci-dessus. Toute utilisation non explicitement autorisée ci-avant (telle que par exemple, la modification du document ou son résumé) nécessite l'autorisation préalable et expresse des auteurs ou de leurs ayants droit.

**ÉTUDE DE L'IMPACT DES TECHNIQUES DE
CONCENTRATION ET DE L'APPLICATION DE
TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LA
COMPOSITION ET LA FONCTIONNALITÉ DU
CONCENTRAT PROTÉIQUE DE HARICOT
MUNGO (*VIGNA RADIATA (L.) WILCZEK*)**

MARTIN DEFLEUR

**TRAVAIL DE FIN D'ÉTUDES PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLÔME DE
MASTER BIOINGÉNIEUR EN CHIMIE ET BIOINDUSTRIES**

ANNÉE ACADÉMIQUE 2024-2025

(CO)-PROMOTEUR(S) : PR CHRISTOPHE BLECKER, DR NICOLAS JACQUET

*© Toute reproduction du présent document, par quelque procédé que ce soit, ne peut être réalisée qu'avec l'autorisation de l'auteur et de l'autorité académique de Gembloux Agro-Bio Tech.
Le présent document n'engage que son auteur.*

**ÉTUDE DE L'IMPACT DES TECHNIQUES DE
CONCENTRATION ET DE L'APPLICATION DE
TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LA
COMPOSITION ET LA FONCTIONNALITÉ DU
CONCENTRAT PROTÉIQUE DE HARICOT
MUNGO (*VIGNA RADIATA (L.) WILCZEK*)**

MARTIN DEFLEUR

TRAVAIL DE FIN D'ÉTUDES PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLÔME DE
MASTER BIOINGÉNIEUR EN CHIMIE ET BIOINDUSTRIES

ANNÉE ACADÉMIQUE 2024-2025

(CO)-PROMOTEUR(S) : PR CHRISTOPHE BLECKER, DR NICOLAS JACQUET

Le présent travail de fin d'études a été réalisé dans le service de *Science des Aliments et Formulation* de Gembloux Agro-Bio Tech (Université de Liège, Belgique) et au sein de l'entreprise Castle Ingredients®.

Remerciements

En premier lieu, je tiens à exprimer ma plus profonde reconnaissance envers mes deux co-promoteurs, le Professeur Christophe Blecker et le Docteur Nicolas Jacquet, pour leur engagement, leur suivi, leur disponibilité, leurs conseils, leurs avis, leur motivation et leur confiance. Mes propositions ont toujours bien été accueillies ce qui m'a permis de me sentir en confiance dans ce travail.

Ensuite, je remercie chaleureusement Castle Ingredients®. À la suite de mon stage de Master réalisé durant l'été 2024 au sein de l'entreprise, ils m'ont accordé leur confiance pour poursuivre des recherches plus avancées sur les protéines de haricot mungo. Sans eux, ce travail de fin d'études n'aurait pas été possible. Je remercie plus particulièrement Jean-Louis Dourcy pour sa confiance, la liberté qu'il m'a accordée dans l'utilisation des installations et des équipements de l'entreprise, ainsi que pour le financement général de ce travail. Je remercie aussi Gaetan Colday, pour son suivi et son implication dans mon travail, Olivier Périllous pour son écolage et ses conseils sur la tour de torréfaction RevTech et Thomas Pirenne pour ses écolages sur le SpiraJoule, le microniseur, le classificateur et l'analyseur de protéines CEM.

Mes remerciements vont également à tous les membres du service de Science des Aliments et Formulation, de Gembloux Agro-Bio Tech. L'entraide, la bienveillance et l'ambiance chaleureuse au sein du laboratoire m'ont permis de prendre un réel plaisir à venir chaque jour travailler. Je tiens à remercier énormément Marjorie Servais pour le temps, l'énergie et le dévouement qu'elle m'aura accordés, notamment pour m'écouter sur des analyses plus conséquentes comme les méthodes Kjeldahl et Ewers. Merci également à elle pour sa bienveillance et sa bonne humeur au quotidien.

Je tiens aussi à témoigner ma gratitude envers les services de Zootechnie, de QSPA et de BEAGx pour le prêt d'équipements comme le minéraliseur, le distillateur et le four à moufles, ainsi qu'au laboratoire et centre de recherche Celabor pour le prêt du broyeur et pour les analyses de matière grasse.

Je remercie ma famille, mes parents et mes frères pour leur soutien dans mes choix académiques, ainsi que pour les aides et les conseils qu'ils ont pu m'amener.

Finalement, je tiens du fond du cœur à remercier ma petite amie, Amélie Goret, pour son soutien éternel, sa motivation, ses conseils, et plus largement, pour tous les bons moments que nous aurons passé ensemble durant nos années d'études.

Résumé (FR)

La diversification des sources protéiques et leur fonctionnalisation sont des enjeux majeurs du secteur agro-alimentaire. Ce travail de fin d'études, réalisé en collaboration avec l'entreprise Castle Ingredients®, porte sur des concentrats protéiques de haricot mungo (*Vigna radiata* (L.) Wilczek), obtenus par classification par air.

L'objectif principal de ce travail consiste en l'obtention d'un concentrat protéique fonctionnel pour diverses applications alimentaires à partir de cette source, en explorant les techniques de séparation et de concentration des protéines, ainsi que l'application de traitements thermiques.

La première étape du projet vise à optimiser l'obtention du concentrat protéique par combinaison de concassage, micronisation et classification par air. Ces traitements ont permis d'obtenir un concentrat à 44,27 % de protéines, pour un rendement massique d'environ un tiers, soit en deçà des valeurs de la littérature. La baisse de la teneur en amidon s'accompagne d'une augmentation relative d'autres composés (fibres, matières grasses, etc.), diluant ainsi la concentration protéique finale. Une optimisation des paramètres de micronisation et de classification par air pourrait améliorer ces résultats.

Les quatre formes physiques (graines entières, graines concassées, farine, concentrat) ont été caractérisées afin d'anticiper leur comportement thermique. Les étapes de préparation réduisent progressivement la teneur et l'activité en eau, ce qui limite les risques d'oxydation lipidique et de brunissement non enzymatique. La dégradation thermique débute vers 240°C, avec des pertes de masse de 57,14 à 61,12 % jusqu'à environ 300°C. La dénaturation et la gélification des protéines surviennent respectivement entre 143,59 et 151,15°C et à 89,86°C, tandis que la gélatinisation de l'amidon se produit à 74,34°C. Les interactions entre constituants peuvent toutefois modifier ces seuils, abaissant les températures de dénaturation et de gélification des protéines et augmentant celle de gélatinisation de l'amidon.

Dans cette étude, la fonctionnalisation des protéines est explorée via le traitement thermique, en évaluant son impact sur la composition, ainsi que sur les propriétés physico-chimiques et techno-fonctionnelles du concentrat protéique de haricot mungo. Les effets de la forme physique traitée (pré-traitement sur graines entières, concassées ou farine, ou post-traitement sur le concentrat), du couple température/durée (120°C, 157°C ou 180°C, 30 min) et de la technologie utilisée (four à air pulsé, lit fluidisé, tour de torréfaction RevTech ou convoyeur SpiraJoule) sont analysés. Globalement, l'augmentation de la température réduit la teneur en eau, l'activité d'eau, la solubilité (totale et protéique) et la stabilité moussante au cours du temps, tout en augmentant protéines, hydrates de carbone, lipides, cendres, valeur énergétique, capacité de rétention d'eau et capacité moussante. Le post-traitement direct du concentrat provoque l'assombrissement et le brunissement les plus marqués, et donne les valeurs extrêmes : eau (0,60 g/g MS ; -93 %), activité d'eau (0,065 ; -82 %), protéines (51,20 g/g MS ; +26 %), matières grasses (3,38 g/g MS ; +85 %), valeur énergétique (389,55 kcal/100 g MS ; +19 %), rétention d'eau (2,382 g/g MS ; +354 %) et d'huile (2,253 g/g MS ; +120 %). Le pré-traitement de la farine au four à 180°C permet d'atteindre la plus forte teneur en hydrates de carbone (49 g/g MS ; +33 %). Le concassage favorise les traitements conduisant à la matière grasse la plus basse (0,86 g/g MS ; -53 %) et aux cendres les plus élevées (7,02 g/g MS ; +59 %). Enfin, l'injection de vapeur dans le RevTech sur graines entières ou concassées à 180°C augmente la reprise et l'activité d'eau via une meilleure rétention, et permet la plus haute capacité moussante (3650 %) après traitement à 157°C.

Abstract (EN)

The diversification of protein sources and their functionalization are major challenges in the agri-food sector. This master thesis, carried out in collaboration with the company Castle Ingredients®, focuses on mung bean (*Vigna radiata* (L.) Wilczek) protein concentrates obtained by air classification.

The main objective of this work is to obtain a functional protein concentrate for various food applications from this source, by exploring techniques for separating and concentrating proteins, as well as the application of heat treatments.

The first stage of the project aims to optimize the production of the protein concentrate through a combination of crushing, micronization, and air classification. These treatments made it possible to obtain a concentrate containing 44.27% protein, with a mass yield of about one third, which is below literature values. The decrease in starch content is accompanied by a relative increase in other compounds (fiber, fat, etc.), thus diluting the final protein concentration. Optimization of micronization and air classification parameters could improve these results.

The four physical forms (whole seeds, crushed seeds, flour, concentrate) are characterized in order to anticipate their thermal behaviour. The preparation steps progressively reduce moisture content and water activity, which limits the risks of lipid oxidation and non-enzymatic browning. Thermal degradation begins around 240°C, with mass losses of 57.14 to 61.12% up to about 300°C. Protein denaturation and gelation occur respectively between 143.59 and 151.15°C and at 89.86°C, while starch gelatinization occurs at 74.34°C. Interactions between components can, however, modify these thresholds, lowering the temperatures of protein denaturation and gelation, and increasing that of starch gelatinization.

In this study, protein functionalization is explored through thermal treatment, evaluating its impact on the composition as well as on the physicochemical and techno-functional properties of mung bean protein concentrate. The effects of the treated physical form (pre-treatment on whole seeds, crushed seeds, or flour, or post-treatment on the concentrate), the temperature/time combination (120°C, 157°C, or 180°C, 30 min), and the technology used (forced-air oven, fluidized bed, RevTech roasting tower, or SpiraJoule conveyor) are analyzed. Overall, increasing temperature reduces water content, water activity, solubility (total and protein), and foaming stability over time, while increasing proteins, carbohydrates, lipids, ash, energy value, water-holding capacity, and foaming capacity. Direct post-treatment of the concentrate causes the most pronounced darkening and browning, and yields the extreme values: water (0.60 g/g DM; -93%), water activity (0.065; -82%), proteins (51.20 g/g DM; +26%), lipids (3.38 g/g DM; +85%), energy value (389.55 kcal/100 g DM; +19%), water-holding capacity (2.382 g/g DM; +354%) and oil-holding capacity (2.253 g/g DM; +120%). Pre-treatment of flour in the oven at 180°C yields the highest carbohydrate content (49 g/g DM; +33%). Crushing favors treatments leading to the lowest lipid content (0.86 g/g DM; -53%) and the highest ash content (7.02 g/g DM; +59%). Finally, steam injection in the RevTech on whole or crushed seeds at 180°C increases rehydration and water activity through improved retention, and allows reaching the highest foaming capacity (3650%) after treatment at 157°C.

Table des matières

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | Introduction | 1 |
| 2 | État de l'art..... | 4 |
| 2.1 | Le haricot mungo (<i>Vigna radiata</i> (L.) Wilczek) | 4 |
| 2.1.1 | Culture | 4 |
| 2.1.2 | Séchage, conditionnement, décorticage et séparation en « dhal » | 4 |
| 2.1.3 | Composition du haricot mungo | 5 |
| 2.1.4 | Isolation et concentration des protéines de haricot mungo | 5 |
| 2.1.5 | Classification par air..... | 5 |
| 2.1.6 | Composition des produits concentrés en protéines de haricot mungo | 6 |
| 2.1.7 | Statut légal des protéines de haricot mungo | 7 |
| 2.1.8 | Propriétés techno-fonctionnelles des protéines de haricot mungo | 7 |
| 2.1.9 | Traitements, transformations et fonctionnalisation des protéines de haricot mungo | 8 |
| 2.1.9.1 | Avant-propos | 8 |
| 2.1.9.2 | Texturation par extrusion | 8 |
| 2.1.9.3 | Trempage et germination des graines..... | 8 |
| 2.1.9.4 | Fermentation des graines..... | 8 |
| 2.1.9.5 | Application de traitements thermiques..... | 8 |
| 2.1.10 | Exemples de produits alimentaires réalisés à base de protéines de haricot mungo | 9 |
| 3 | Objectifs du travail..... | 10 |
| 4 | Stratégie expérimentale du travail..... | 12 |
| 4.1 | Homogénéité de la matière première | 12 |
| 4.2 | Préparation de la matière première sous ses quatre formes physiques | 12 |
| 4.3 | Évaluation de l'efficacité de la séparation et de la concentration des protéines | 12 |
| 4.4 | Application des traitements thermiques | 12 |
| 4.5 | Évaluation de l'impact des traitements thermiques sur la composition et la fonctionnalité du concentrat protéique | 13 |
| 5 | Matériel et méthodes | 14 |
| 5.1 | Matière première | 14 |
| 5.2 | Réactifs, solvants et produits utilisés | 14 |
| 5.3 | Préparation de la matière première sous ses quatre formes physiques | 15 |

| | | |
|---------|---|----|
| 5.3.1 | Concassage | 15 |
| 5.3.2 | Micronisation | 15 |
| 5.3.3 | Classification par air..... | 15 |
| 5.4 | Optimisation du processus d'obtention du concentrat protéique | 15 |
| 5.4.1 | Analyses granulométriques | 15 |
| 5.4.2 | Analyse de la teneur en amidon | 15 |
| 5.4.3 | Analyse de la teneur en protéines..... | 16 |
| 5.5 | Caractérisation de la matière première, sous ses quatre formes physiques..... | 16 |
| 5.5.1 | Analyse de la teneur en eau..... | 16 |
| 5.5.2 | Mesure de l'activité d'eau | 16 |
| 5.5.3 | Analyse des propriétés thermiques..... | 16 |
| 5.5.3.1 | Analyses thermogravimétriques | 16 |
| 5.5.3.2 | Analyses calorimétriques différentielles | 16 |
| 5.6 | Application des traitements thermiques | 17 |
| 5.7 | Évaluation de l'impact des traitements thermiques sur la composition et la fonctionnalité du concentrat protéique | 17 |
| 5.7.1 | Mesures de pertes de masse liées à l'évaporation d'eau lors de l'application des traitements thermiques | 17 |
| 5.7.2 | Analyses thermogravimétriques selon les trois traitements thermiques 120°C/30 min, 157°C/30 min et 180°C/30 min | 17 |
| 5.7.3 | Évaluation de l'impact des traitements thermiques sur la composition du concentrat protéique | 17 |
| 5.7.3.1 | Analyse de la teneur en eau..... | 17 |
| 5.7.3.2 | Analyse de la teneur en protéines..... | 17 |
| 5.7.3.3 | Analyse de la teneur en amidon | 18 |
| 5.7.3.4 | Analyse de la teneur en matière grasse totale | 18 |
| 5.7.3.5 | Analyse de la teneur en cendres | 18 |
| 5.7.3.6 | Calcul de la teneur en hydrates de carbone totaux | 18 |
| 5.7.3.7 | Calcul de la valeur énergétique | 18 |
| 5.7.4 | Évaluation de l'impact des traitements thermiques sur les propriétés physico-chimiques | 18 |
| 5.7.4.1 | Mesures colorimétriques | 18 |
| 5.7.4.2 | Mesure de l'activité d'eau | 18 |
| 5.7.4.3 | Mesure de la solubilité totale | 18 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 5.7.4.4 | Mesure de la solubilité des protéines | 19 |
| 5.7.5 | Évaluation de l'impact des traitements thermiques sur les propriétés technofonctionnelles | 19 |
| 5.7.5.1 | Mesure de la capacité de rétention d'eau | 19 |
| 5.7.5.2 | Mesure de la capacité de rétention d'huile | 19 |
| 5.7.5.3 | Mesure des propriétés moussantes | 19 |
| 5.8 | Traitement des données et analyses statistiques | 19 |
| 6 | Résultats et discussion..... | 20 |
| 6.1 | Avant-propos | 20 |
| 6.2 | Optimisation du processus d'obtention du concentrat protéique | 20 |
| 6.2.1 | Objectifs | 20 |
| 6.2.2 | Étude de l'impact du traitement de concassage (équipement et paramètres) sur la granulométrie des graines..... | 20 |
| 6.2.3 | Étude de l'impact des paramètres de micronisation sur la granulométrie de la farine | 21 |
| 6.2.4 | Évaluation de l'efficacité de la séparation et de la concentration des protéines | 22 |
| 6.2.5 | Conclusions sur l'optimisation du processus d'obtention du concentrat protéique | 23 |
| 6.3 | Caractérisation de la matière première, sous ses quatre formes physiques..... | 24 |
| 6.3.1 | Objectifs | 24 |
| 6.3.2 | Étude de l'effet des traitements de concassage, de micronisation et de classification par air sur la teneur en eau et sur l'activité d'eau du haricot mungo | 24 |
| 6.3.3 | Étude de la stabilité des différents formes physiques de la matière face à la dégradation thermique..... | 26 |
| 6.3.4 | Étude des propriétés thermiques du haricot mungo, sous ses différents formes physiques | 28 |
| 6.3.5 | Conclusions sur la caractérisation de la matière première sous ses quatre formes physiques différentes..... | 30 |
| 6.4 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur la composition et la fonctionnalité du concentrat protéique de haricot mungo | 31 |
| 6.4.1 | Objectifs | 31 |
| 6.4.2 | Observations lors de l'application des traitements thermiques..... | 31 |

| | | |
|---------|--|----|
| 6.4.3 | Étude comparative de l'assèchement des quatre formes physiques de la matière par évaporation d'eau, soumises aux traitements thermiques | 31 |
| 6.4.3.1 | Comparaison des pertes totales occasionnées | 31 |
| 6.4.3.2 | Comparaison des cinétiques d'assèchement | 32 |
| 6.4.4 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur la composition du concentrat protéique de haricot mungo | 34 |
| 6.4.4.1 | Objectifs | 34 |
| 6.4.4.2 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur la teneur en eau finale du concentrat protéique | 36 |
| 6.4.4.3 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur la teneur en protéines finale du concentrat protéique | 37 |
| 6.4.4.4 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur la teneur en amidon finale du concentrat protéique | 40 |
| 6.4.4.5 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur la teneur en hydrates de carbone totaux finale du concentrat protéique | 40 |
| 6.4.4.6 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur la teneur en matière grasse totale finale du concentrat protéique | 41 |
| 6.4.4.7 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur la teneur en cendres finale du concentrat protéique | 43 |
| 6.4.4.8 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur la valeur énergétique finale du concentrat protéique | 44 |
| 6.4.5 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur les propriétés physico-chimiques du concentrat protéique de haricot mungo | 45 |
| 6.4.5.1 | Objectifs | 45 |
| 6.4.5.2 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur la colorimétrie finale du concentrat protéique | 46 |
| 6.4.5.3 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur l'activité d'eau finale du concentrat protéique | 47 |
| 6.4.5.4 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur la solubilité finale du concentrat protéique, et sur la solubilité spécifique des protéines | 48 |
| 6.4.6 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur les propriétés technofonctionnelles du concentrat protéique de haricot mungo | 52 |
| 6.4.6.1 | Objectifs | 52 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 6.4.6.2 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur la capacité de rétention d'eau finale du concentrat protéique | 52 |
| 6.4.6.3 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur la capacité de rétention d'huile finale du concentrat protéique..... | 54 |
| 6.4.6.4 | Étude de l'impact des traitements thermiques sur les propriétés moussantes finales du concentrat protéique | 55 |
| 7 | Conclusion et perspectives..... | 59 |
| 8 | Bibliographie..... | 61 |
| 9 | Annexes | 67 |

1 Introduction

En réponse aux enjeux environnementaux, économiques et nutritionnels, les protéines végétales prennent une place croissante dans l'industrie agroalimentaire. Avec la croissance démographique mondiale et la nécessité de diversifier les sources protéiques, elles offrent une alternative durable aux protéines animales, encore majoritairement consommées, et pourraient contribuer à la transition vers des systèmes alimentaires plus respectueux de l'environnement.

Depuis quelques années, les habitudes alimentaires évoluent, surtout en Occident. Pourtant, la majorité des protéines consommées y reste d'origine animale [1]. Leur production, jugée non éco-responsable, nuit à l'environnement, au bien-être animal et, en excès, à la santé humaine [1,2]. À titre de comparaison, produire 1 kg de viande de bœuf nécessite 15 000 L d'eau et émet 15 à 50 kg de CO₂, contre 1 250 L et 1 à 3 kg pour 1 kg de source végétale [3].

Bien que l'étude de D. Poquet et al. (2017) [2] ait permis de mettre en évidence « *la difficulté à concevoir l'éventualité d'une substitution d'aliments riches en protéines animales par des aliments riches en protéines végétales* », des politiques nationales et internationales se sont développées afin de réduire la consommation des protéines d'origine animale [1].

Actuellement, le rapport entre protéines animales et végétales est d'environ 2/1. Un équilibre proche de 1 serait recommandé pour limiter les impacts négatifs des protéines animales [3].

Les protéines végétales proviennent surtout de légumineuses (soja, lentilles, pois, haricot mungo, fève), de céréales (riz, avoine, blé, maïs, orge), de pseudo-céréales (quinoa, amarante, sarrasin) et d'oléagineux (tournesol, colza, amande). Le soja domine le marché grâce à sa richesse en protéines (~40 % du poids sec), sa bonne digestibilité et son usage initial pour la production d'huile. Le pois est aussi une source majeure. Moins utilisé industriellement, le haricot mungo suscite un intérêt croissant pour ses propriétés techno-fonctionnelles et son potentiel en alimentation humaine [4-9]. Cultivé surtout en Asie du Sud-Est (Inde, Chine, Birmanie), sa fonctionnalisation pourrait favoriser son adoption dans des systèmes alimentaires où il est peu exploité.

Le haricot mungo peut être consommé directement pour son apport élevé en protéines ou utilisé pour produire des ingrédients fonctionnels destinés à l'industrie agro-alimentaire, grâce à ses bonnes propriétés techno-fonctionnelles. Cette valorisation s'inscrit dans la diversification des sources protéiques et l'intégration des protéines végétales dans l'alimentation humaine. Le **Tableau 1** présente les principales propriétés recherchées pour les protéines végétales, ainsi que des exemples d'applications. En dehors de l'agro-alimentaire, elles sont aussi exploitées dans des domaines non alimentaires comme les plastiques (films, gels, revêtements, emballages, etc.) [10,13,15], les industries cosmétique et pharmaceutique [11]. Cependant, leurs limites d'utilisation imposent le développement de procédés de traitement ou de transformation pour améliorer leur fonctionnalité.

Tableau 1 – Propriétés techno-fonctionnelles recherchées et exploitées des protéines végétales et leurs secteurs d'utilisation [10-14]

| Propriétés techno-fonctionnelles | Secteurs d'utilisation |
|------------------------------------|---|
| Capacité et stabilité moussante | Mousses Meringues Produits laitiers |
| Capacité et stabilité émulsifiante | Émulsions Agents émulsifiants Aliments pour bébé Substituts de lait |
| Capacité de gélification | Agents texturants Substituts de viande animale Substituts de produits de la mer Pâtes Nouilles Snacks Seitan Produits laitiers |
| Capacité de rétention d'eau | Agents épaississants Céréales de petits déjeuners Applications boulangères Meringues Seitan Substituts de lait |
| Capacité de rétention d'huile | Agents épaississants Snacks Seitan |
| Solubilité | Soupes lyophilisées Mixes secs pour boissons Boissons Matériaux d'encapsulation Substituts de lait |

Malgré leurs avantages, les protéines végétales doivent encore relever des défis liés au profil en acides aminés [5,6,13], à la digestibilité [13,16], à l'acceptabilité sensorielle [2] et aux allergènes [6,13]. L'étude de J.P.D. Wanasundara et al. (2024) [6] a classé 19 sources protéiques végétales largement utilisées selon leur teneur en protéines, leur PDCAAS (*Protein Digestibility Corrected Amino Acid Score*), leur risque allergène, leur commercialisation, leur saveur, leur fonctionnalité, leur prix et le volume global de leurs cultures (**Figure 1**). Les résultats montrent d'importantes différences entre sources, confirmant l'intérêt d'étudier chacune séparément pour leur fonctionnalisation et leur valorisation nutritionnelle. Les recherches actuelles cherchent à améliorer ces aspects via des procédés innovants comme la fermentation, l'hydrolyse enzymatique ou la texturation [6].

De nombreuses sources végétales de protéines existent à différents stades de développement et de commercialisation. Le haricot mungo, présenté dans la section suivante, reste cependant peu étudié et valorisé comme ingrédient fonctionnel, malgré des propriétés techno-fonctionnelles prometteuses, parfois supérieures à celles de sources déjà largement exploitées.

Plant protein sources summary

| Protein | Protein Concentration | PDCAAS | Allergen Risk | Commercial Stage | Flavor | Functionality | Cost (/kg protein) | Global Crop Volume (MMT) |
|-----------|-----------------------|--------|---------------|------------------|--------|---------------|--------------------|--------------------------|
| Soy | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Pea | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Wheat | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Canola | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Chickpea | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Fava Bean | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Lentil | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Lupin | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Mung Bean | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Navy Bean | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Peanut | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Sunflower | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Almond | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Corn | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Oat | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Potato | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Quinoa | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Rice | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| Sorghum | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |

| | Protein Concentration | PDCAAS | Allergen Risk | Commercial Stage | Flavor | Functionality | Cost (/kg protein) | Global Crop Volume (MMT) |
|--------------------|-----------------------|-----------|------------------------|------------------|---------------|------------------|--------------------|--------------------------|
| ● Excellent | >30% | >0.8 | Usually mild, low pop. | Commodity | Flavorless | Low conc. effect | <\$2 | >100 |
| ● Good | 20-30% | 0.6-0.79 | ‡ | Large | ‡ | ‡ | \$2-4 | 10-99 |
| ● OK | 10-20% | 0.40-0.59 | ‡ | Small | Acceptable | ‡ | \$5-9 | 1-9 |
| ● Low | 5-10% | 0.20-0.39 | ‡ | Start-up | ‡ | ‡ | \$10-19 | 0.1-0.9 |
| ● Poor | <5% | <0.20 | Severe in sig. pop. | R&D | Objectionable | Water insoluble | >\$20 | <0.1 |

Figure 1 - Résumé des critères de sélection pour plusieurs sources de protéines végétales comme ingrédient(s) pour le développement de produits à base de plantes. Les feux de signalisation indiquent le niveau actuel atteint pour les critères selon les clés ci-dessus [6]

2 État de l'art

2.1 Le haricot mungo (*Vigna radiata* (L.) Wilczek)

2.1.1 Culture

Le haricot mungo (*Vigna radiata* (L.) Wilczek) est l'une des légumineuses les plus cultivées en Asie du Sud et du Sud-Est, notamment en Inde, Pakistan, Bangladesh, Birmanie, Sri Lanka, Thaïlande, Laos, Cambodge, Vietnam, Indonésie, Malaisie, Chine du Sud et République de Formosa [17-19]. Culture annuelle de saison sèche et chaude, il est majoritairement cultivé en rotation avec des céréales. Chaque plante porte 30 à 40 gousses contenant 10 à 15 graines [17-20].

2.1.2 Séchage, conditionnement, décortiquage et séparation en « dhal »

Après récolte, les graines ont une humidité de 13 à 15 % et sont généralement séchées au soleil à 12 % avant stockage [18,19]. Après nettoyage, tri, pré-fissuration (pour faciliter l'enlèvement du tégument) et conditionnement, elles sont décortiquées pour enlever le tégument (la « pelure » de la graine) et séparées en deux « splits » ou « dhal », à l'aide de broyeurs à disques verticaux. Le décortiquage se fait souvent avec des meules d'émeri. Les dhal peuvent être polis (nylon, vernis huile/eau, cuir, vernis makhmal) pour améliorer l'éclat, mais cette étape n'est pas obligatoire [18,19]. Les graines sont ensuite à nouveau triées. Le processus est résumé visuellement à la **Figure 2** [19].



Figure 2 – Opérations unitaires post-récolte impliquées dans la transformation des haricots mungo [19]

2.1.3 Composition du haricot mungo

La composition du haricot mungo est présentée au **Tableau 2**. Les graines entières ont été uniquement micronisées en farine pour les analyses, sans traitement supplémentaire.

Tableau 2 – Composition du haricot mungo, analyses réalisées sur des graines entières micronisées en farine [13,21-31]

| Protéines (g/100 g) | AA aromatiques (mg/g prot) | AA soufrés (mg/g prot) | AA essentiels (mg/g prot) | AA non- essentiels (mg/g prot) | Hydrates de carbone (g/100 g) | Énergie (kcal/100 g) |
|------------------------|----------------------------------|------------------------------|---------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------|
| 20 - 31,32 | 89,30 | 26,70 | 38,20 - 421,70 | 61,80 | 55,98 - 71 | 287 - 429,48 |

AA = acides aminés

| Fibres alimentaires (g/100 g) | Amidon (g/100 g) | Gras total (g/100 g) | Cendres (g/100 g) | Eau (g/100 g) |
|-------------------------------------|---------------------|-------------------------|----------------------|------------------|
| 0,84 - 13,70 | 54,88 | 0,20 - 10,10 | 1 - 4,63 | 4,86 - 11,45 |

Les variations de certains constituants peuvent résulter de différences de culture, récolte, séchage, stockage ou micronisation. De plus, certaines études ont utilisé des graines décortiquées, d'autres non ; sans décortilage, le tégument reste dans la farine, augmentant surtout la teneur en fibres.

Les graines de haricot mungo, riches en protéines (20-31,32 %), peuvent être consommées directement. Cependant, leurs protéines présentent d'excellentes propriétés technofonctionnelles, parfois supérieures à d'autres sources végétales déjà commercialisées, ce qui en fait l'atout industriel principal et justifie leur isolation et concentration.

2.1.4 Isolation et concentration des protéines de haricot mungo

Bien que consommé directement en graines ou en germes [18], le haricot mungo est surtout utilisé en agroalimentaire sous forme de concentrat protéique (45-90 % m/m) ou d'isolat (> 90 % m/m) [13]. Pour les produire, les graines (dhal) sont d'abord finement broyées en farine (micronisation), la taille des particules dépendant des paramètres de micronisation (vitesse d'alimentation, de broyage, etc.) et du type de broyeur utilisé (marteaux, broches, rouleaux, meules) [13].

L'objectif est ensuite d'isoler les protéines du reste (principalement l'amidon), étape clé pour valoriser le haricot mungo. La séparation peut se faire par voie sèche ou humide. En voie sèche, deux méthodes existent : classification par air (*Air Classification*) et séparation électrostatique. En voie humide, quatre méthodes sont utilisées : extraction alcaline avec précipitation isoélectrique (*Alkaline Extraction-Isoelectric Precipitation*), technologies membranaires, extraction saline avec dialyse (*Salt Extraction-Dialysis*) et précipitation micellaire (*Micellar Precipitation*). L'isolat protéique (> 90 % protéines) ne peut être obtenu qu'en voie humide [13].

2.1.5 Classification par air

La classification par air sépare les grosses particules (principalement l'amidon) des fines (principalement les protéines). Le paramètre clé est la vitesse de rotation de l'auge, qui détermine quelles particules passent au travers et lesquelles sont aspirées. L'étude de M. Schlangen et al. (2022) [32] a classifié des farines de différentes sources, dont le haricot mungo,

à 8000, 10000 et 12000 rpm. Pour toutes les sources testées, la fraction fine la plus riche en protéines a été obtenue à 12000 rpm.

2.1.6 Composition des produits concentrés en protéines de haricot mungo

Les protéines de haricot mungo ont été concentrées par différentes méthodes. Les isolats sont obtenus par broyage et isolation humide (alcaline, saline ou acide) [13,25,26,33-39]. Les concentrats proviennent de la classification par air [36]. Les albumines sont séparées des globulines par voie humide [37,39]. Les granulés protéiques sont produits par broyage, dégraissage à l'hexane, ajustement du pH, solubilisation, précipitation, centrifugation et lyophilisation [40]. Leurs compositions sont présentées dans le **Tableau 3**.

Tableau 3 – Compositions respectives des produits concentrés en protéines de haricot mungo [13,25,26,33-40]

| Produit | Protéines (g/100 g) | AA aromatiques (mg/g prot) | AA soufrés (mg/g prot) | AA essentiels (mg/g prot) | AA non- essentiels (mg/g prot) | AA hydrophiles (mg/g prot) |
|-------------------------|------------------------|----------------------------------|------------------------------|---------------------------------|--------------------------------------|----------------------------------|
| Isolat protéique | 64,90 - 89,48 | 96,70 | 12,40 - 17,70 | 348,20 - 436 | / | 140,10 - 653,68 |
| Concentrat protéique | 62,60 - 63,80 | / | / | / | / | / |
| Albumine | / | / | / | 339,30 | / | 165,80 |
| Granulés protéiques | 80,84 - 84,24 | / | / | 670,71 | 472,55 | 506,57 |

| Produit | AA hydrophobes (mg/g prot) | Hydrates de carbone (g/100 g) | Fibres alimentaires (g/100 g) | Gras total (g/100 g) | Cendres (g/100 g) | Eau (g/100 g) |
|-------------------------|----------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------|----------------------|------------------|
| Isolat protéique | 353,50 - 493,40 | 0,91 - 8,92 | 0,71 - 0,75 | 0,13 - 0,83 | 4,10 - 5,83 | 4,45 - 4,67 |
| Concentrat protéique | / | / | / | / | / | / |
| Albumine | 330,70 | / | / | / | / | / |
| Granulés protéiques | 636,67 | / | / | / | 3,13 - 5,53 | 8,91 - 10,87 |

Les méthodes de concentration augmentent nettement la teneur en protéines par rapport aux graines entières, tout en réduisant fortement les hydrates de carbone. Les isolats présentent des teneurs variables selon la méthode : 75 % par voie acide, jusqu'à 87,90 % par voie saline. Le choix dépend des objectifs et des conditions opératoires. La classification par air double la teneur en protéines mais reste inférieure aux isolats humides. Elle a l'avantage d'être purement physique, sans eau, solvant ni solution d'extraction. Dans le haricot mungo, les globulines 8S dominant en masse, mais les albumines offrent aussi des propriétés techno-fonctionnelles et métaboliques intéressantes. Les granulés protéiques affichent une teneur élevée (80,84-84,24 %) mais exigent de nombreuses étapes, avec forte consommation énergétique et de solvant.

Lorsque le haricot mungo est transformé et non vendu tel quel, certaines formes comme les isolats et concentrats relèvent de la législation européenne sur les Novel Food, présentée dans la section suivante.

2.1.7 Statut légal des protéines de haricot mungo

Les Novel Food désignent les aliments ou ingrédients non consommés de manière significative en Europe avant le 15 mai 1997. Ils doivent être évalués pour leur sécurité avant mise sur le marché dans l'Union Européenne (règlement UE 2015/2283).

Le haricot mungo entier n'est pas un Novel Food car déjà consommé avant cette date. En revanche, certaines formes transformées le sont : concentrats et isolats protéiques, peptides bioactifs, ou produits issus de modifications génétiques ou de nouvelles technologies (fermentation, nano-encapsulation). Ces produits peuvent donc nécessiter une évaluation Novel Food [40].

La protéine de haricot mungo est autorisée comme Novel Food en Asie et aux États-Unis depuis 2017. En Europe, à la demande de la Commission européenne, le groupe scientifique de l'EFSA sur la nutrition, les aliments nouveaux et les allergènes alimentaires a évalué cette protéine conformément au règlement (UE) 2015/2283. Cet avis a défini les spécifications présentées en **Figure 3** pour l'isolat protéique de haricot mungo [41]. Aucun avis n'a été rendu spécifiquement pour le concentrat protéique obtenu par classification par air.

| Description: Protein isolate extracted from mung bean flour | |
|--|------------------------|
| Source: Mung bean, <i>Vigna radiata</i> | |
| Parameter | Specification |
| Moisture | Max 6% |
| Protein (w/w) | Min 84% |
| Ash (w/w) | Max 6.0% |
| Fat (w/w) | Max. 5.5% |
| Carbohydrate (w/w) | Max 5.0 by calculation |
| Microbiological | |
| Aerobic plate count | < 5,000 CFU/g |
| <i>Escherichia coli</i> | < 10 CFU/g |
| Coliforms | < 100 CFU/g |
| Yeasts (CFU/g) | < 100 CFU/g |
| Moulds (CFU/g) | < 100 CFU/g |
| <i>Listeria monocytogenes</i> | Not detected in 25 g |
| <i>Salmonella</i> spp. | Not detected in 25 g |

CFU: colony forming units; w/w: weight per weight.

Figure 3 – Spécifications du Novel Food (isolat protéique de haricot mungo *Vigna radiata* (L.) Wilczek) selon la Commission Européenne [41]

2.1.8 Propriétés techno-fonctionnelles des protéines de haricot mungo

Comme mentionné, le haricot mungo reste une source végétale encore peu exploitée dans l'industrie agroalimentaire, bien que certaines études aient mis en évidence ses bonnes propriétés techno-fonctionnelles et son fort potentiel applicatif.

La solubilité des protéines varie de 5,90 à 108,41 % et suit une courbe en « U » [33]. Leur point isoélectrique, situé entre pH 4 et 5, correspond aux solubilités les plus faibles [25,26,33,35-37], avec précipitation en milieu acide (pH 4-5). En conditions acides fortes ou alcalines, la solubilité est élevée [25] (> 40 % à pH 2, 90 % en alcalin [35] ; maximale aux pH 2, 10 et 12 [26] ; 70,6 % à pH 10 [39]). À pH neutre, elle varie entre 51 et 75 % [35] et atteint 72 % à pH 7 [39].

De bonnes propriétés émulsifiantes, moussantes et de rétention d'eau, supérieures à d'autres sources végétales, ont été observées [13].

La capacité de rétention d'eau varie de 1,03 à 4,78 g/g de protéines, et celle d'huile de 1 à 10,39 g/g [25,26,33,36,37,39,40].

La capacité moussante va de 26 à 130,28 % [26,33,35,37,39,40]. La stabilité moussante totale varie entre 20 et 96,77 % [33,39] ; après 15 min : 79,79-88 % ; 30 min : 77,76-78,90 % ; 45 min : 59,88-60,44 % ; 60 min : 49,71-51,09 % [26,39].

Les protéines de haricot mungo présentent une température de dénaturation de 156 à 158,07°C, avec une enthalpie de 41,64 à 49,90 J/g [26,33,39,40].

Comme pour d'autres sources végétales, elles présentent toutefois des limites (propriétés techno-fonctionnelles, allergènes, digestibilité, acceptabilité sensorielle). Pour y remédier, des procédés innovants visent à fonctionnaliser ces protéines afin d'en faire des ingrédients adaptés à l'industrie agroalimentaire. Ces procédés et leurs effets (positifs ou négatifs) seront détaillés dans la section suivante.

2.1.9 Traitements, transformations et fonctionnalisation des protéines de haricot mungo

2.1.9.1 Avant-propos

En raison des limites des protéines végétales, celles-ci doivent généralement être fonctionnalisées, c'est-à-dire traitées, transformées pour devenir des ingrédients utilisables par l'industrie agro-alimentaire. La fonctionnalisation du haricot mungo reste moins développée que celle d'autres sources végétales, mais quelques études existent déjà.

2.1.9.2 Texturation par extrusion

Un premier procédé de fonctionnalisation des protéines de haricot mungo est la texturation par extrusion, permettant d'obtenir des textures alimentaires fonctionnelles pour des substituts de viande, par exemple [25,42]. Les protéines sont hydratées, chauffées sous haute pression, poussées à travers une filière puis refroidies brutalement [42]. L'extrusion améliore solubilité, digestibilité et capacité gélifiante, surtout à 49,3 % d'humidité [42].

2.1.9.3 Trempage et germination des graines

Le trempage et la germination sont des procédés courants pour valoriser les graines de haricot mungo. La germination augmente la teneur en protéines (30 g/100 g) et en acides aminés essentiels (38,60 mg/g de protéines), réduit légèrement hydrates de carbone (61,70 g/100 g), amidon (50,10 g/100 g) et matières grasses (1,45 g/100 g) [22]. Elle multiplie par 2,7 la vitamine C [23], augmente fer, zinc et calcium, et réduit polyphénols et acide phytique [28]. Des conditions prolongées de germination dans l'obscurité accroissent protéines, cendres, phénols, flavonoïdes, activités enzymatiques, capacités antioxydantes et inhibition enzymatique [27]. Les concentrations maximales en phénols, flavonoïdes, protéines solubles et vitamines E et C, ainsi que l'activité antioxydante, sont observées après 3 à 5 jours de germination [43].

2.1.9.4 Fermentation des graines

La fermentation des graines valorise également le haricot mungo, avec des effets similaires à la germination et une solubilité protéique accrue [44].

2.1.9.5 Application de traitements thermiques

Les traitements thermiques peuvent également valoriser le haricot mungo, notamment en provoquant la dénaturation des protéines. Différentes méthodes ont été testées (ébullition à

100°C, autoclave, micro-ondes, four), avec peu de différences entre elles. Trois effets communs ont été observés : diminution de l'eau, légère baisse des fibres et augmentation de la matière grasse [22,41,45,46,48]. S.D. Chandrasiri et al. (2016) [48] ont noté une réduction des protéines après une étape d'ébullition supplémentaire.

J. Sun et al. (2025) [47], via métabolomique, ont montré que 22 précurseurs de flaveur (sur 131 au total) et 18 composés volatils (sur 45 au total) responsables de l'amertume étaient éliminés après traitement thermique. T. Ismail et al. (2022) [13] ont aussi observé que la torréfaction réduisait l'amertume de l'isolat protéique.

En conclusion, peu d'études ont identifié les procédés optimaux pour fonctionnaliser les protéines de haricot mungo. Germination, fermentation et traitements thermiques modifient la composition, mais leur impact sur la fonctionnalité reste peu exploré, probablement parce que le haricot mungo est encore nouveau sur le marché occidental. Les recherches récentes se concentrent plutôt sur ses propriétés nutritionnelles et santé. Néanmoins, des produits à base de protéines de haricot mungo existent déjà sur le marché (voir section suivante).

2.1.10 Exemples de produits alimentaires réalisés à base de protéines de haricot mungo

Certains procédés industriels, comme l'extrusion à haute humidité avec cisaillement, permettent de créer des textures alimentaires pour des analogues de viande, par exemple [14,25,33,35,49]. Les traitements HPP (*High Pressure Processing*) peuvent produire des laits et yaourts à partir d'isolat protéique de haricot mungo [13,33,49], ou des émulsions avec de l'huile [50]. Les laits végétaux peuvent aussi être fermentés avec du saccharose et en présence de *Lactobacillus plantarum* B1-6 [13].

D'autres produits développés à partir des protéines incluent : nouilles chinoises [13,35], substituts d'œufs [33,49], crèmes glacées, gâteaux et meringues en milieu neutre ou alcalin [36], produits à base d'émulsions et systèmes colloïdaux [33,35], et nanoparticules pour boissons [35]. Les protéines ont aussi été étudiées sous forme de peptides hydrolysés comme transporteurs d'acides aminés [49] ou additif pour limiter la protéolyse pendant le stockage [39].

Enfin, elles ont servi à produire des films plastiques alimentaires [33,35], combinés avec huile essentielle de marjolaine, anthocyanines et pelure de grenade, ou pour encapsuler huiles essentielles de rose, huiles de crevettes ou graines de thé [49].

3 Objectifs du travail

Ce travail de fin d'études s'inscrit dans une collaboration avec l'entreprise belge Castle Ingredients®, spécialisée dans les ingrédients alimentaires fonctionnels. Cette dernière souhaite développer son marché en intégrant des produits dérivés du haricot mungo, en ciblant la fraction protéique, la plus prometteuse sur les plans fonctionnel et économique. L'objectif principal de ce travail est d'obtenir un concentrat protéique de haricot mungo fonctionnel et exploitable dans le secteur alimentaire.

La matière première utilisée est constituée de graines entières de haricot mungo, décortiquées et séparées en deux « splits ». Les protéines doivent être séparées des autres composants pour former un concentrat protéique.

Pour cela, la classification par air a été retenue, nécessitant un pré-traitement de la matière pour obtenir un profil granulométrique optimal. La micronisation permet ce profil, mais nécessite d'abord un pré-broyage grossier, le concassage des graines. Ainsi, la matière passe par quatre formes physiques : graines entières, graines concassées, farine (graines concassées micronisées) et concentrat protéique (farine classifiée). Le premier objectif est d'optimiser le concassage, la micronisation et la classification par air (choix des équipements et paramètres) pour obtenir un concentrat riche en protéines avec un rendement massique satisfaisant.

En raison des limites techno-fonctionnelles des protéines végétales, y compris celles du haricot mungo, les recherches se concentrent sur le développement de procédés innovants pour les fonctionnaliser. Comme indiqué en section 2.1.8, peu d'études concernent cette source. Pour ce travail, la voie de fonctionnalisation retenue est le traitement thermique.

L'objectif est d'évaluer l'impact des traitements thermiques sur la composition et la fonctionnalité du concentrat protéique, subdivisé en trois questions :

- Quelle forme physique (granulométrie et composition) du haricot mungo traiter ?
- Quel couple température/durée est optimal ?
- Quelle technologie est la plus adaptée pour le traitement thermique ?

Les effets des traitements thermiques sur la fonctionnalité du concentrat protéique peuvent provenir de la dénaturation et de la gélification des protéines. Il est donc crucial de caractériser les quatre formes physiques de la matière première à l'état vierge avant traitement (teneur en eau, activité d'eau, propriétés thermiques).

Les quatre formes de matière seront ensuite traitées selon trois couples température/durée : 120°C/30 min, 157°C/30 min et 180°C/30 min, en comparant cinq technologies : four électrique à air pulsé, lit fluidisé, tour de torréfaction RevTech (avec ou sans injection de vapeur) et convoyeur à vis chauffé électriquement SpiraJoule.

Les traitements thermiques sur graines entières, concassées et farine sont réalisés avant la classification par air (pré-traitements), tandis que ceux appliqués directement au concentrat protéique interviennent après (post-traitements). Les graines entières seront concassées, micronisées et classifiées ; les graines concassées, micronisées et classifiées ; la farine, uniquement classifiée. Tous les échantillons finaux seront des concentrats protéiques.

Ceux-ci seront ensuite caractérisés pour leur composition (matière sèche, eau, protéines, hydrates de carbone, amidon, matière grasse, cendres), leurs propriétés physico-chimiques (colorimétrie, activité d'eau, solubilité) et leurs propriétés techno-fonctionnelles (capacité de rétention d'eau et d'huile, capacité et stabilité moussante), afin d'identifier le potentiel du produit et d'évaluer l'impact des traitements thermiques sur la composition et la fonctionnalité du concentrat protéique de haricot mungo.

4 Stratégie expérimentale du travail

4.1 Homogénéité de la matière première

La matière première fournie par Castle Ingredients® est composée de graines entières décortiquées de haricot mungo, séparées en deux « splits ». Plusieurs bigbags (1200 kg) d'un même lot ont été utilisés pour garantir l'homogénéité et éviter que l'origine influence les résultats postérieurs.

4.2 Préparation de la matière première sous ses quatre formes physiques

Lors de la production du concentrat protéique, la matière première se présente sous quatre formes physiques différentes : graines entières, graines concassées, farine et concentrat protéique.

Le concassage, étape intermédiaire entre graines entières et farine, facilite la micronisation, augmente la surface de contact et expose le cœur des graines, favorisant potentiellement l'efficacité des traitements thermiques, sans les réduire complètement en farine. La micronisation réduit les graines concassées à une granulométrie micrométrique (farine). Enfin, la classification par air sépare la farine en fraction fine (concentrat protéique) et fraction grossière (riche en granules d'amidon).

4.3 Évaluation de l'efficacité de la séparation et de la concentration des protéines

Le premier objectif de ce travail est d'optimiser le concassage, la micronisation et la classification par air pour obtenir un concentrat riche en protéines avec un rendement massique satisfaisant. La micronisation doit réduire les graines concassées à l'ordre du micromètre tout en préservant les granules d'amidon pour qu'ils ne soient pas envoyés dans la fraction fine lors de la classification. Les teneurs en protéines et amidon des trois fractions (farine, fraction fine, fraction grossière) seront analysées, et le rendement massique mesuré.

4.4 Application des traitements thermiques

Cinq technologies seront comparées pour le traitement thermique, chacune ayant des caractéristiques spécifiques de transfert de chaleur, puissance, capacité et granulométrie admissible. Le lit fluidisé ne traite que les graines entières et ne dépasse pas 130°C. L'injection de vapeur dans la tour de torréfaction RevTech n'est pas possible pour la farine et le concentrat protéique afin d'éviter le colmatage. Dans le four électrique à air pulsé, le produit est étalé sur des cadrans métalliques, tandis que dans les autres équipements, il est en mouvement continu.

Trois couples température/durée seront comparés : 120°C/30 min, 157°C/30 min et 180°C/30 min, choisis selon la littérature [25,26,51-60], les capacités des équipements et l'expérience des opérateurs. La température de 157°C correspond à la dénaturation des protéines de haricot mungo, les autres servant de repères pour des effets thermiques plus ou moins intenses. La durée de 30 minutes suit les pratiques industrielles et est supposée prévenir tout risque de combustion.

Le diagramme récapitulatif des opérations et traitements thermiques pour l'obtention des concentrats protéiques est présenté à la **Figure 4**.

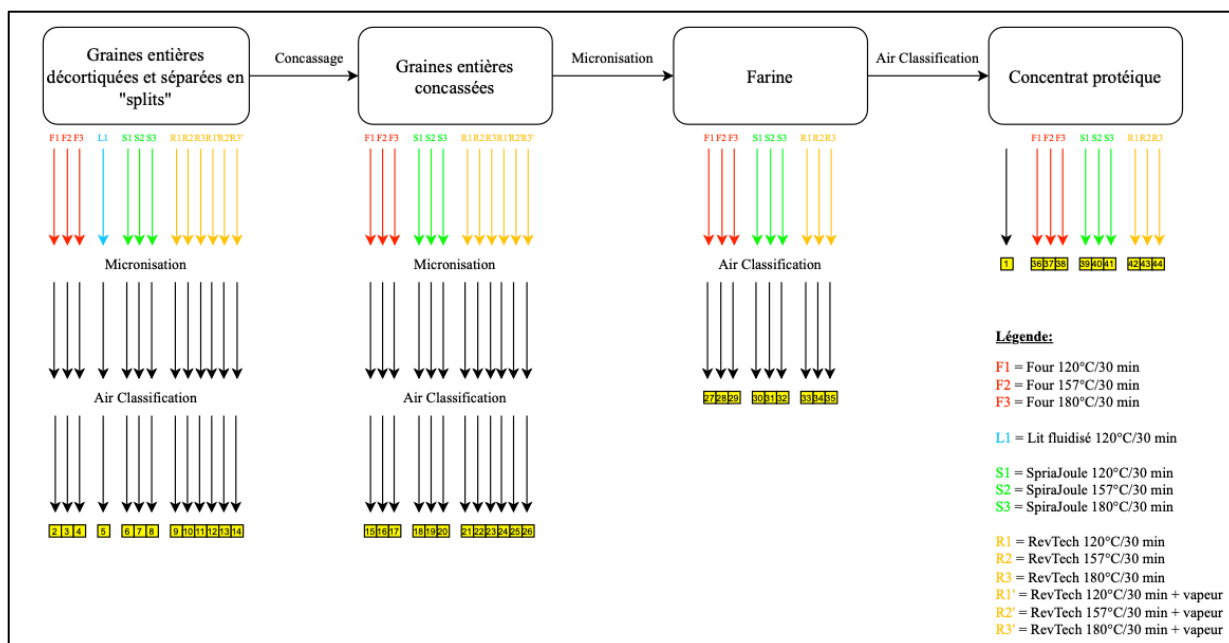


Figure 4 – Diagramme récapitulatif de l'ensemble des traitements appliqués en vue de l'obtention des différents concentrats protéiques

4.5 Évaluation de l'impact des traitements thermiques sur la composition et la fonctionnalité du concentrat protéique

D'abord, les pertes de masse dues à l'évaporation d'eau seront mesurées. Puis, des analyses thermogravimétriques seront réalisées sur les quatre formes physiques de la matière, en reproduisant les conditions des traitements thermiques (120°C, 157°C, 180°C pendant 30 min) pour comprendre les phénomènes physico-chimiques impliqués. Pour évaluer leur impact sur la composition et la fonctionnalité du concentrat protéique, seront analysés : teneurs en matière sèche, protéines, hydrates de carbone totaux, amidon, matières grasses, cendres, ainsi que la solubilité, la colorimétrie, l'activité d'eau, les capacités de rétention d'eau et d'huile, et les propriétés moussantes.

5 Matériel et méthodes

5.1 Matière première

La matière première est composée de graines entières décortiquées, séparées en deux « splits » de haricot mungo. Produite en Tanzanie et conditionnée à Dubaï le 31 juillet 2021, elle porte le code lot TAN21DXB202107S07 et provient d'ACLP DWC-LLC (WB 61, 62 DUBAI WORLD CENTRAL, DUBAI, UAE).

5.2 Réactifs, solvants et produits utilisés

La liste des réactifs, solvants et produits utilisés dans le cadre de ce travail est disponible ci-dessous (**Tableau 4**).

Tableau 4 – Liste des réactifs, solvants et produits utilisés dans le cadre de ce travail

| Produit | Référence | Fournisseur |
|--|--|-----------------------|
| Catalyseur de minéralisation (sulfate de potassium, sulfate de cuivre, dioxyde de titane) | 1000 Kjeltabs CT, Thompson & Capper Ltd | Grosseron SAS |
| Acide sulfurique 98 % | Sulfuric acid 98 % for the determination of nitrogen | Merck |
| Peroxyde d'hydrogène 30 % | Peroxyde d'hydrogène 30 % AnalaR NORMAPUR | VWR Chemicals Prolabo |
| Hydroxyde de sodium 40 % | Sodium hydroxide, pellets GPR RECTAPUR | VWR chemicals |
| Acide borique 4 % | Boric acid for analysis EMSURE ^(R) ACS, ISO, Reag. Ph Eur | Merck |
| Vert de bromocrésol | Vert de bromocrésol | Vel |
| Rouge de méthyle | Rouge de méthyle | Vel |
| Éthanol | Ethanol euro denatured 96 % Technisol ^(R) | VWR Chemicals |
| Acide sulfurique 0,1 mol/L- 0,2 N | Acide sulfurique 0.1 mol/l (0.2 N) en solution aqueuse, AVS TITRINORM solution volumétrique | VWR Chemicals |
| Acide citrique 5 % | Citric acid monohydrate TECHNICAL | VWR Chemicals |
| Acide Orange 12 (C ₁₆ H ₁₁ N ₂ NaO ₄ S) | Sprint Rapid Protein Analyzer iTag [®] Solution 1 | CEM |
| Acide chlorhydrique 37 % | Acide chlorhydrique 37 % Reag. Ph. Eur. AnalaR NORMAPUR | VWR Chemicals |
| Hexacyanoferrate (II) de potassium trihydraté | Potassium hexacyanoferrate (II) trihydraté AnalaR NORMAPUR | VWR Chemicals |
| Acétate de zinc dihydraté | Zinc acétate dihydraté AnalaR NORMAPUR | VWR Chemicals |
| Acide acétique cristallisable | Acide acétique cristallisable ACD, Reag. Ph. Eur. AnalaR NORMAPUR | VWR Chemicals |
| Huile de tournesol | Huile de tournesol raffinée 100 % Boni | Colruyt |

5.3 Préparation de la matière première sous ses quatre formes physiques

5.3.1 Concassage

Le concassage est réalisé sur un broyeur à rouleaux SS BREWTECH™ GRAIN MILL 304. Le paramètre « -1 » est appliqué.

5.3.2 Micronisation

La micronisation est effectuée sur le microniseur pilote de Castle Ingredients®, dont les paramètres figurent au **Tableau 5**. La **Figure 5** en Annexes montre une photo de l'appareil.

Tableau 5 – Paramètres de micronisation

| Paramètre | Valeur |
|---------------------------------------|---------|
| Consommation aspiration d'air | 48,0 A |
| Vitesse de rotation du broyeur | 45,0 Hz |
| Vitesse de rotation du classificateur | 35,0 Hz |
| Vitesse d'alimentation en produit | 5,0 Hz |
| Décharge | Activé |
| Dépoussiérage | Activé |

5.3.3 Classification par air

La classification par air est effectuée sur le classificateur pilote SEPARANO 2090, NOLL, de Castle Ingredients®, avec paramètres au **Tableau 6**. La **Figure 6** en Annexes présente une photo de l'appareil.

Tableau 6 – Paramètres de classification

| Paramètre | Valeur |
|---------------------------------------|-------------|
| Débit d'aspiration d'air principale | 250,0 m³/h |
| Débit d'aspiration d'air secondaire | 0,90 m³/h |
| Vitesse d'alimentation en produit | 8,0 % |
| Vitesse de rotation du classificateur | 12000 r/min |
| Débit d'air en sortie de filtres | 90,0 m³/h |

5.4 Optimisation du processus d'obtention du concentrat protéique

5.4.1 Analyses granulométriques

Les analyses granulométriques sont effectuées au granulomètre laser Anton Paar PSA 1190, mesurant D10, D50, D90 et la taille moyenne (µm), avec cinq répétitions.

5.4.2 Analyse de la teneur en amidon

Le dosage de l'amidon est réalisé par la méthode polarimétrique d'Ewers (ISO 10520:1997, NBN EN ISO 10520) pour la farine, le concentrat protéique et la fraction riche en amidon, en duplicata.

5.4.3 Analyse de la teneur en protéines

Les teneurs en protéines de la farine, du concentrat protéique et de la fraction riche en amidon sont mesurées par la méthode Kjeldahl (ISO 20483:2006), dosant l'azote total puis multiplié par le facteur 6,25 (AOAC 954,01) [26,34,40]. Une seule répétition est effectuée par échantillon.

5.5 Caractérisation de la matière première, sous ses quatre formes physiques

5.5.1 Analyse de la teneur en eau

La teneur en eau des graines entières est mesurée par deux méthodes : séchage à l'étuve à 105°C pendant 24 h (Memmert UF 110) et balance infrarouge (Sartorius MA 150). Les graines concassées, la farine et le concentrat protéique sont analysés uniquement à l'étuve. Chaque méthode est réalisée en triplicata.

Étuve : séchage des conserves 30 min, refroidissement 30 min au dessiccateur, tare, pesée d'environ 5 g, séchage 24 h, refroidissement 30 min, pesée. Le pourcentage d'eau est calculé à partir de la masse initiale et après chauffage.

Balance infrarouge : tare de la coupelle en aluminium, pesée d'environ 5 g, mesure automatique.

5.5.2 Mesure de l'activité d'eau

L'activité d'eau des quatre formes physiques est mesurée avec un analyseur AquaLab RS232 SERIAL I/O, en triplicata.

5.5.3 Analyse des propriétés thermiques

5.5.3.1 Analyses thermogravimétriques

Les analyses thermogravimétriques des quatre formes de la matière sont effectuées sur un TGA/DSC 1 STAR SYSTEM (METTLER TOLEDO) : tare des capsules, pesée d'environ 10 mg d'échantillon. Le programme de température va de 25 à 600°C, à 5°C/min. Les mesures sont réalisées en duplicata, à capsules ouvertes.

5.5.3.2 Analyses calorimétriques différentielles

Les analyses calorimétriques différentielles sont réalisées sur un DSC-2000 : Differential Scanning Calorimeter Q2000 (TA Instruments, New Castle, DE, USA). La première méthode concerne les quatre formes : 20 à 180°C, 5°C/min, capsules scellées. La deuxième méthode concerne la farine, le concentrat protéique et la fraction riche en amidon : 20 à 120°C, 5°C/min, capsules scellées, échantillons hydratés (3 mg d'échantillon, 7 mg d'eau, équilibration une nuit). Les mesures sont effectuées en duplicata.

5.6 Application des traitements thermiques

Les équipements utilisés et leurs paramètres sont repris dans le **Tableau 7**, et des photographies disponibles en Annexes (**Figure 7-9**).

Tableau 7 – Équipements et paramètres utilisés pour l'application des traitements thermiques

| Équipement | Modèle/Marque | Paramétrage(s) |
|--|---------------------------|--|
| Four électrique à air pulsé | Roeder Air-O-Steam | Température affichée par les thermocouples doit osciller entre +3 et -3°C autour de la température de consigne |
| Lit fluidisé | Deltalab | 10 kg par batch |
| Tour de torréfaction | Modèle pilote, RevTech | 2 kg par batch Vapeur : 103°C, 3 % en masse du produit Fréquence vibratoire de 34,9 Hz |
| Convoyeur à vis chauffé électriquement | Modèle Pilote, SpiraJoule | Préchauffage à vide 80°C Vitesse de rotation vis 9,60 Hz Vitesse d'alimentation 2,2 Hz |

5.7 Évaluation de l'impact des traitements thermiques sur la composition et la fonctionnalité du concentrat protéique

5.7.1 Mesures de pertes de masse liées à l'évaporation d'eau lors de l'application des traitements thermiques

Les pertes de masse par évaporation d'eau sont mesurées (différence avant/après traitement) lors des traitements thermiques au four et au lit fluidisé sur les quatre formes de matière.

5.7.2 Analyses thermogravimétriques selon les trois traitements thermiques 120°C/30 min, 157°C/30 min et 180°C/30 min

Équipement et mode opératoire comme en 5.5.3.1, programme : 20°C jusqu'à la température souhaitée (120, 157 ou 180°C), 15°C/min, isotherme 30 min. Mesures réalisées en duplicata, capsules ouvertes.

5.7.3 Évaluation de l'impact des traitements thermiques sur la composition du concentrat protéique

5.7.3.1 Analyse de la teneur en eau

Les teneurs en eau des concentrats protéiques sont mesurées à l'étuve (section 5.5.1), en duplicata.

5.7.3.2 Analyse de la teneur en protéines

La teneur en protéines des concentrats est mesurée par deux méthodes : le Sprint Rapid Protein Analyzer (SRPA) de CEM et la méthode Kjeldahl (section 5.4.3). Le SRPA dose spécifiquement les protéines via la technologie iTag®, utilisant un agent liant, l'acide Orange 12 (C₁₆H₁₁N₂NaO₄S), en excès à pH ~2. À ce pH, les protéines sont chargées positivement et l'acide se lie électrostatiquement aux acides aminés lysine, histidine et arginine (entre la

terminaison *n* des protéines et le groupement acide de l'agent liant), formant un complexe insoluble éliminé par filtration. L'excès d'acide Orange 12 restant en solution est mesuré par absorbance à 480 nm (la molécule contient également une partie aromatique qui absorbe la lumière et est facilement détectable). La concentration d'acide lié aux protéines est calculée par différence entre la concentration initiale et non liée. Chaque mesure est réalisée une fois pour Kjeldahl et deux fois pour SRPA.

5.7.3.3 Analyse de la teneur en amidon

Identique à la section 5.4.2, réalisée uniquement sur deux échantillons : le concentrat non traité et celui issu de la farine traitée à 180°C au four, en duplicata.

5.7.3.4 Analyse de la teneur en matière grasse totale

La matière grasse totale des concentrats protéiques est analysée au laboratoire et centre de recherche Celabor selon la norme ISO 1443, par hydrolyse acide et extraction Soxhlet.

5.7.3.5 Analyse de la teneur en cendres

La teneur en cendres des concentrats protéiques est déterminée par calcination : pesée d'environ 2,5 g d'échantillon dans un creuset, ajout d'une fine couche d'éthanol, calcination au four à moufles (Nabertherm) à 900°C pendant 2h30, refroidissement au dessiccateur, pesée. La masse de cendres correspond à la différence avec la tare. Mesure en duplicata.

5.7.3.6 Calcul de la teneur en hydrates de carbone totaux

La teneur en hydrates de carbone totaux est calculée par différence, grâce aux teneurs en protéines (P), matière grasse totale (G), cendres (C) et eau (H₂O), exprimés en g/100 g, comme suit :

$$\text{Teneur en hydrates de carbone totaux (g/100 g)} = 100 - (P + G + C + H_2O)$$

5.7.3.7 Calcul de la valeur énergétique

La valeur énergétique des différents concentrats protéiques est calculée selon les facteurs d'Atwater [70] (protéines (P) 4 kcal/g ; matière grasse totale (G) 9 kcal/g ; hydrates de carbone totaux (H) 4 kcal/g) comme suit :

$$\text{Énergie (kcal/100 g)} = (4 \times P) + (9 \times G) + (4 \times H)$$

5.7.4 Évaluation de l'impact des traitements thermiques sur les propriétés physico-chimiques

5.7.4.1 Mesures colorimétriques

Les paramètres L, a, b et L*, a*, b* des concentrats protéiques sont mesurés avec un Colorflex (HunterLab) en triplicata.

5.7.4.2 Mesure de l'activité d'eau

Identique à 5.5.2.

5.7.4.3 Mesure de la solubilité totale

La solubilité totale des concentrats protéiques est mesurée à température ambiante (~25,1°C) dans de l'eau distillée à pH ~7,68 (pH-mètre HANNA HI 208) : tare d'un tube Falcon de 15 mL (P0), pesée d'1 g d'échantillon (P1), ajout de 10 mL d'eau, vortex (IKA® MS 3 basic) et agitation 30 min, pesée (P3), centrifugation (Jouan C312, 30 min, 3000 G), transfert du surnageant dans un autre tube, séchage des culots humides 10 min, pesée (P4). Cinq grammes de surnageant sont mélangés à 20 g de sable, séchage à 105°C 24 h, refroidissement, pesée. La matière sèche du surnageant est calculée par rapport à sa masse avant/après séchage, multipliée par la masse totale de surnageant (P3 – P4) pour obtenir la masse de matière solubilisée (P5). La solubilité totale est calculée comme suit :

$$\text{Solubilité (g/g)} = \frac{P1}{P5}$$

5.7.4.4 Mesure de la solubilité des protéines

Méthode identique à la section 5.7.4.3, mais la teneur en protéines des surnageants est mesurée par Kjeldahl. La solubilité des protéines est le rapport entre la masse de protéines solubilisée et celle initialement prélevée.

5.7.5 Évaluation de l'impact des traitements thermiques sur les propriétés techno-fonctionnelles

5.7.5.1 Mesure de la capacité de rétention d'eau

Méthode identique à la section 5.7.4.3. La capacité de rétention d'eau est calculée comme suit :

$$\text{Capacité de rétention d'eau (g d'eau/g)} = \frac{((P4 - P0) - P1)}{P1}$$

5.7.5.2 Mesure de la capacité de rétention d'huile

La capacité de rétention d'huile des concentrats protéiques est analysée comme pour l'eau (section 5.7.5.1), en remplaçant l'eau par de l'huile de tournesol raffinée 100 % (Boni, Colruyt).

5.7.5.3 Mesure des propriétés moussantes

Une solution à 1 % de protéines est préparée dans un ballon de 100 mL avec de l'eau distillée. Une colonne à plaque en verre fritté graduée tous les 0,5 cm est reliée à une pompe (VWR VP 86, 100 mbar, 6 L/min). Les échantillons sont agités magnétiquement avant analyse. Le robinet de la colonne est fermé, 5 mL de solution sont ajoutés et la hauteur initiale mesurée (H_i). Le robinet est ouvert et l'air insufflé pendant une minute. Si la mousse dépasse la colonne, l'analyse est répétée avec 2 mL. Après une minute, l'air est coupé et la hauteur de mousse mesurée (H_{max}), puis à 1 min (H_{t1}), 5 min (H_{t5}) et 10 min (H_{t10}). La capacité moussante est calculée comme suit :

$$\text{Capacité moussante (\%)} = \frac{(H_{max} - H_i)}{H_i} \times 100$$

Les stabilités moussantes (aux temps t) sont calculées comme suit :

$$\text{Stabilité moussante (\%, au temps } t) = \frac{(H_t - H_i)}{(H_{max} - H_i)} \times 100$$

5.8 Traitement des données et analyses statistiques

Les statistiques descriptives (moyenne \pm écart-type) et la heatmap de corrélation de Pearson ont été réalisées sur Microsoft® Excel. Les graphiques de compositions et de propriétés ont été produits sur GraphPad Prism 8.0.1. Les différences significatives ($P < 0,05$) entre variables ont été évaluées par ANOVA (one-way) sur GraphPad Prism. Si l'homogénéité des variances n'est pas respectée, un test de Brown-Forsythe est appliqué ; selon le résultat, soit l'ANOVA classique est conservée, soit une ANOVA de Welch est réalisée. Pour comparer deux variables seulement, des t-tests sont effectués.

6 Résultats et discussion

6.1 Avant-propos

La première partie de cette section Résultats et discussion concerne l'optimisation du processus d'obtention du concentrat protéique.

Les quatre formes de la matière ont ensuite été caractérisées (teneur en eau, activité d'eau et propriétés thermiques) afin de mieux comprendre les phénomènes liés aux traitements thermiques, notamment la dénaturation et la gélification des protéines.

La dernière partie consiste en l'étude de l'impact des traitements thermiques sur la composition et la fonctionnalité du concentrat protéique.

6.2 Optimisation du processus d'obtention du concentrat protéique

6.2.1 Objectifs

L'objectif est d'obtenir un concentrat à teneur protéique maximale avec un rendement massique satisfaisant. Pour cela, les équipements et leurs paramètres ont été étudiés pour le concassage, la micronisation et la classification par air.

6.2.2 Étude de l'impact du traitement de concassage (équipement et paramètres) sur la granulométrie des graines

Le concassage a deux objectifs : réduire la granulométrie des graines pour faciliter la micronisation et ouvrir leur structure afin d'exposer leur cœur et augmenter la surface de contact. Cette exposition pourrait faciliter le traitement thermique (sous-objectif 1, section 3). Le concassage doit rester une étape intermédiaire entre graines entières et farine, conservant partiellement la structure et une granulométrie suffisante pour éviter la fragmentation des composants. Les graines entières mesurent en moyenne 2 à 5 mm, il a donc été décidé que les graines concassées devraient viser ~1 mm. La répartition granulométrique cible : $D_{10} > 100 \mu\text{m}$, $D_{50} \approx 1000 \mu\text{m}$, $D_{90} < 2000 \mu\text{m}$, afin d'éviter des particules trop fines (similaire à la farine) ou trop proches de la taille des graines entières.

Différents broyeurs ont été comparés : le broyeur à couteaux Fritsch Pulverisette 19 et les broyeurs à rouleaux Ciquet et SS BREWTECH™ GRAIN MILL 304. Les graines entières d'haricot mungo sont trop fines pour le broyeur Ciquet et y passent sans être broyées. Le Fritsch dispose de tamis de 2, 1, 0,75, 0,50 et 0,25 mm ; le tamis de 2 mm a été testé. Le SS BREWTECH™ GRAIN MILL 304 propose 11 paramètres, de « -5 » à « 5 » ; seuls les paramètres ≤ 0 laissent passer les graines. Les distributions granulométriques des concassés sont mesurées au granulomètre laser et présentées dans le **Tableau 8**.

Selon les objectifs de concassage ($D_{10} > 100 \mu\text{m}$; $D_{50} \approx 1000 \mu\text{m}$; $D_{90} < 2000 \mu\text{m}$), le Fritsch et les réglages « -2 » et « -3 » du SS BREWTECH™ GRAIN MILL 304 donnent un D_{50} trop bas, donc un concassage trop poussé. Le concassage maximal est obtenu avec le paramètre « -4 ». La distribution la plus proche des objectifs est obtenue avec le SS BREWTECH™ GRAIN MILL 304 en paramètre « -1 » ou « 0 » : le D_{50} et D_{90} du « -1 » sont légèrement inférieurs mais se rapprochent des cibles, la taille moyenne étant légèrement supérieure.

L'équipement retenu est donc le SS BREWTECH™ GRAIN MILL 304, paramétré sur « -1 ». Après concassage, les graines doivent ensuite être micronisées en farine pour être classifiées et concentrer les protéines.

Tableau 8 – Distributions granulométriques (D10, D50, D90 et taille moyenne) des concassés de graines de haricot mungo obtenus après concassage au broyeur Fritsch (tamis 2 mm) ou au broyeur SS BREWTECH™ GRAIN MILL 304 (paramètres « 0 » à « -4 »)

| Équipement | Paramètre | D10 (μm) | D50 (μm) | D90 (μm) | Taille moyenne (μm) |
|-----------------------------|------------|-----------------------|------------------------|------------------------|----------------------------------|
| Fritsch | Tamis 2 mm | 129,299 \pm 25,648 | 490,762 \pm 65,858 | 1231,746 \pm 406,851 | 674,445 \pm 176,222 |
| SS BREWTECH™ GRAIN MILL 304 | 0 | 365,327 \pm 96,656 | 1084,020 \pm 167,739 | 1838,435 \pm 99,494 | 1110,740 \pm 165,638 |
| | -1 | 373,039 \pm 57,527 | 1071,993 \pm 185,048 | 1796,165 \pm 172,807 | 1125,164 \pm 178,423 |
| | -2 | 127,589 \pm 24,310 | 469,901 \pm 60,052 | 1291,030 \pm 21,109 | 677,519 \pm 77,158 |
| | -3 | 137,920 \pm 52,887 | 681,368 \pm 335,254 | 1191,885 \pm 465,301 | 698,988 \pm 283,975 |
| | -4 | 51,299 \pm 2,759 | 195,555 \pm 3,143 | 383,116 \pm 2,963 | 225,466 \pm 2,166 |

6.2.3 Étude de l'impact des paramètres de micronisation sur la granulométrie de la farine

Après avoir défini les conditions optimales de concassage, il convient d'établir les paramètres de micronisation. L'objectif est d'obtenir une farine fine (réduction des graines concassées à l'échelle micrométrique), tout en préservant l'intégrité des granules d'amidon pour une séparation efficace lors de la classification par air.

Pour cela, il est nécessaire de considérer la teneur et la taille des granules d'amidon dans le haricot mungo, dont la teneur varie entre 40,6 et 54,88 % [23,45,61].

Les granules d'amidon sont généralement ovoïdes, ellipsoïdaux ou en forme de rein ou de dôme, avec une taille comprise entre 5 et 40 μm [61-63]. En revanche, les protéines isolées ne forment pas de granules : elles sont amorphes, irrégulières et souvent agglomérées, avec des agglomérats jusqu'à 100 μm . Leur distribution granulométrique est gaussienne : 77 à 90 % entre 0,1 et 3 μm , 0,3 à 1,3 % < 0,1 μm , et 8 à 23 % > 3 μm [64].

Dans ce contexte, l'amidon du haricot mungo influence fortement la classification par air, qui sépare fines et grosses particules pour isoler les protéines des gros granules d'amidon. Pour éviter que ces derniers ne soient fragmentés et redirigés vers la fraction fine, il est crucial de limiter leur rupture lors de la micronisation. La vitesse de rotation de l'auge classifieuse du microniseur est le paramètre clé de la granulométrie finale, car elle renvoie les particules trop volumineuses dans le broyeur. Trois vitesses ont été comparées : 35, 40 et 45 Hz. Les distributions granulométriques des farines obtenues ont été analysées par granulométrie laser et sont présentées dans le **Tableau 9**.

La micronisation la plus douce est obtenue avec une vitesse de rotation de l'auge classifieuse de 35 Hz (D10, D50, D90 et taille moyenne les plus élevés). Ce paramètre est le plus adapté pour préserver l'intégrité des granules d'amidon (5-40 μm). La micronisation des graines concassées sera donc réalisée à 35 Hz.

L'étape suivante consiste à classer la farine pour séparer et concentrer les protéines dans la fraction fine.

Tableau 9 – Distributions granulométriques (D10, D50, D90 et taille moyenne) des farines de haricot mungo obtenues après micronisation en fonction de la vitesse de rotation de l'auge classifieuse : 35, 40 et 45 Hz

| Vitesse auge classifieuse | D10 (μm) | D50 (μm) | D90 (μm) | Taille moyenne (μm) |
|---------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|----------------------------------|
| 35 Hz | 3,666 \pm 0,081 | 16,773 \pm 0,203 | 33,459 \pm 0,226 | 19,029 \pm 0,199 |
| 40 Hz | 3,328 \pm 0,048 | 15,861 \pm 0,152 | 30,738 \pm 0,100 | 17,568 \pm 0,143 |
| 45 HZ | 3,072 \pm 0,039 | 14,986 \pm 0,117 | 28,359 \pm 0,129 | 16,366 \pm 0,111 |

6.2.4 Évaluation de l'efficacité de la séparation et de la concentration des protéines

Lors de la classification par air, la vitesse de l'auge classifieuse est le paramètre le plus influent. Selon les pratiques industrielles et la littérature [32], 12 000 rpm (vitesse maximale) permet d'obtenir la fraction fine la plus concentrée en protéines. Ce paramètre a été retenu.

Le premier objectif du processus était d'obtenir un rendement massique satisfaisant. Avec une vitesse d'auge de 12 000 rpm, environ un tiers de la masse se retrouve dans la fraction fine et deux tiers dans la fraction grossière. Ce rendement a été atteint, mais des pertes surviennent surtout au niveau des filtres du classificateur, empêchant de quantifier précisément le rapport massique entre les fractions et la farine initiale.

Le second objectif était de maximiser la teneur en protéines de la fraction fine. L'efficacité de la séparation, l'amidon étant le principal composé à séparer, a été évaluée par les teneurs en protéines et en amidon de la farine initiale, de la fraction fine et de la fraction grossière (Tableau 10).

Tableau 10 – Teneurs en protéines et en amidon des trois fractions impliquées dans la classification par air : la farine, la fraction fine et la fraction grossière

| Fraction | Teneur en protéines (g/100 g) | Teneur en amidon (g/100 g) | Protéines + Amidon (g/100 g) | Autres composés (g/100 g) |
|--------------------|-------------------------------|----------------------------|------------------------------|---------------------------|
| Farine | 24,77 | 55,88 | 80,65 | 19,35 |
| Fraction fine | 44,27 | 18,23 | 62,50 | 37,50 |
| Fraction grossière | 14,99 | 72,48 | 87,47 | 12,53 |

Le but de la micronisation était d'obtenir une farine fine tout en préservant l'intégrité des granules d'amidon pour pouvoir les séparer des protéines. Cet objectif a été relativement atteint : après classification, une fraction riche en amidon (72,48 %) et un concentrat protéique contenant seulement 18,23 % d'amidon ont été obtenus, contre 55,88 % dans la farine initiale.

La fraction fine (concentrat protéique) atteint 44,27 % de protéines. La littérature rapporte toutefois des valeurs plus élevées, entre 62,60 % et 63,80 %, pour des concentrats issus de farine de haricot mungo classifiée par air à vitesse maximale [33]. Bien que la classification ait augmenté la teneur en protéines de 78,72 %, l'objectif n'est que partiellement atteint. La micronisation et la classification pourraient donc être davantage optimisées pour obtenir des concentrats plus riches, par exemple via une seconde classification ou une technologie alternative comme la séparation triboélectrique.

Par ailleurs, 14,99 % de protéines restent dans la fraction grossière, indiquant que certaines protéines n'ont pas été suffisamment réduites lors de la micronisation pour passer dans la fraction fine. Les autres composés (fibres, matières grasses, cendres, etc.) représentent 19,35 % de la farine et 37,50 % de la fraction fine, montrant que l'auge classifieuse les envoie majoritairement dans la fraction fine. Pour mieux comprendre ce phénomène, les distributions granulométriques des trois fractions ont été analysées par granulomètre laser (**Figure 10**).

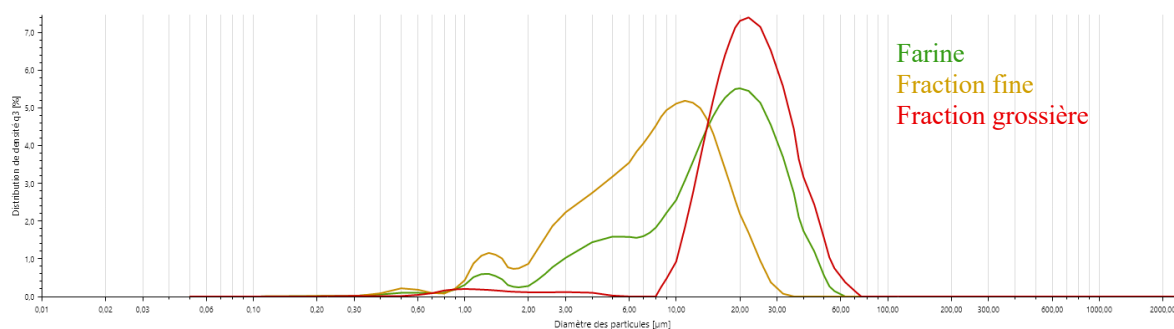


Figure 10 – Distributions granulométriques (%) des particules de la farine, de la fraction fine et de la fraction grossière en fonction de leur diamètre (µm), à la suite de la classification par air

Le D50 de la farine (16,773 µm) correspond environ au D90 de la fraction fine (16,177 µm), indiquant que la classification sépare la farine en deux populations : une jusqu'au D50 (environ) et l'autre au-delà. Dans la fraction grossière, seulement 10 % des particules sont inférieures à 11,638 µm, tandis que dans la fraction fine, seulement 10 % dépassent 16,317 µm. Les composés autres que protéines et amidon ont donc une taille moyenne (après micronisation) plus proche de 8,882 µm que de 23,924 µm (tailles moyennes respectives des fractions fine et grossière).

6.2.5 Conclusions sur l'optimisation du processus d'obtention du concentrat protéique

Les paramètres de concassage ont permis d'obtenir des graines concassées d'une taille moyenne de 1125,164 µm, dont 80 % entre 373,039 et 1796,165 µm. Ce concassage facilite la micronisation en réduisant la taille des graines, mais expose également leur cœur et augmente leur surface de contact, potentiellement favorable aux traitements thermiques.

La micronisation et la classification par air ont conduit à un concentrat à 44,27 % de protéines, inférieur aux valeurs rapportées [33]. Si l'amidon diminue, les autres composés augmentent, diluant la concentration protéique. Les procédés de micronisation et de classification mériteraient donc d'être approfondis.

Les quatre formes physiques obtenues doivent maintenant être caractérisées à l'état vierge, avant traitement thermique, pour mieux comprendre les phénomènes impliqués, notamment la dénaturation des protéines.

6.3 Caractérisation de la matière première, sous ses quatre formes physiques

6.3.1 Objectifs

Avant les traitements thermiques, la matière première doit être caractérisée sous ses quatre formes physiques pour mieux comprendre les phénomènes pouvant survenir.

Le premier objectif est d'évaluer l'impact du concassage, de la micronisation et de la classification par air sur la teneur en eau (totale) et l'activité d'eau (libre), qui influencent les interactions protéiques, la gélification, la solubilité et certaines propriétés techno-fonctionnelles [13].

Le second objectif est d'évaluer la stabilité des formes physiques face à la dégradation thermique.

Enfin, le troisième objectif est de déterminer les propriétés thermiques du haricot mungo, notamment la dénaturation et la gélification des protéines ainsi que la gélatinisation de l'amidon.

6.3.2 Étude de l'effet des traitements de concassage, de micronisation et de classification par air sur la teneur en eau et sur l'activité d'eau du haricot mungo

Les traitements de concassage et de micronisation réduisent la taille des particules sans modifier la composition, tandis que la classification par air isole les fines particules et produit un concentrat protéique dont la composition diffère de la matière initiale. L'objectif est d'étudier l'effet de ces traitements sur la teneur en eau et l'activité d'eau des différentes formes physiques. Deux méthodes ont été comparées sur les graines entières pour mesurer la teneur en eau : séchage en étuve (105°C, 24 h) et balance à infrarouge, afin de détecter d'éventuelles différences et de choisir la méthode la plus adaptée pour la suite. Les résultats sont présentés dans le **Tableau 11**.

Tableau 11 – Teneurs en matière sèche et en eau des graines entières, analysées par séchage à l'étuve (105°C/24h) et à la balance infrarouge

| Méthode d'analyse | Matière première | Teneur en matière sèche (g/100 g) | Teneur en eau (g/100 g) |
|-------------------------|------------------|-----------------------------------|-------------------------|
| Balance infrarouge | Graines entières | 92,04 ± 0,38 | 7,96 ± 0,38 |
| Étuve, 105°C, 24 heures | Graines entières | 88,96 ± 0,06 | 11,04 ± 0,06 |

Une différence d'environ 3 g/100 g est observée entre les deux méthodes. Le séchage en étuve permet une évaporation complète de l'eau, tandis que la balance à infrarouge, plus rapide, peut sous-estimer la teneur en eau. Par rigueur et conformément aux méthodes officielles de l'AOAC [20,22,23,26,28,30], la méthode par étuve à 105°C a été retenue.

Avec cette méthode définie, les teneurs en eau et les activités d'eau des différentes formes physiques ont été analysées (**Tableau 12**).

Tableau 12 – Teneurs en eau et activités d'eau des quatre formes physiques de la matière (graines entières, graines concassées, farine et concentrat protéique)

| Paramètre mesuré | Forme physique de la matière première | | | |
|-------------------|---------------------------------------|--------------------|---------------|----------------------|
| | Graines entières | Graines concassées | Farine | Concentrat protéique |
| Teneur en eau (%) | 11,04 ± 0,06 | 10,98 ± 0,05 | 10,00 ± 0,01 | 8,54 ± 0,01 |
| Activité d'eau | 0,511 ± 0,008 | 0,505 ± 0,003 | 0,412 ± 0,002 | 0,389 ± 0,002 |

Les teneurs en eau mesurées pour les graines entières et la farine sont cohérentes avec celles rapportées dans la littérature, soit entre 4,45 et 11,45 % [20,22,23,26,28,30]. Des variations de cette teneur en eau peuvent provenir de la présence ou non d'une étape de décorticage des graines avant leur micronisation.

Le concassage entraîne une légère diminution de la teneur en eau des graines, accentuée après micronisation, puis encore après classification. En ouvrant la structure et en augmentant la surface, le concassage facilite la libération d'eau, phénomène plus marqué pour la farine, totalement désintégrée. Cette hypothèse sera vérifiée lors de l'évaluation des pertes en eau après application des traitements thermiques sur les différentes formes physiques de la matière. Il est également possible que les étapes de concassage et de micronisation engendrent un échauffement qui assèche en partie le produit. Aucune donnée n'existe pour le concentrat protéique, mais l'isolat présente une teneur en eau de 4,45 à 4,67 % [13], suggérant que plus les protéines sont concentrées, plus l'eau diminue, probablement à cause de la réduction d'amidon, composé connu pour sa forte capacité à retenir l'eau libre [13]. Cette tendance expliquerait pourquoi le concentrat présente une plus faible teneur en eau que la farine.

Une tendance similaire se retrouve pour l'activité d'eau, mesurant l'eau libre. Sa diminution après concassage et micronisation peut résulter de la libération d'eau et de l'exposition de groupements hydrophiles (-OH, -NH₂), formant davantage de liaisons avec l'eau. Après classification, la baisse d'activité d'eau s'explique par la concentration en protéines plus élevée (44,27 % vs 24,77 %), capables de liaisons hydrogène et interactions polaires [65,66]. Chou et al. (1976) [67] ont montré que l'absorption d'eau des protéines augmente avec le nombre de groupes polaires. Turck et al. (2021) [41] ont observé des activités d'eau de 0,093 à 0,231 pour des isolats protéiques de 88,2 à 90,6 % de protéines.

En conclusion, concassage, micronisation et classification réduisent progressivement teneur et activité d'eau. Physico-chimiquement (**Figure 11**), les graines entières et concassées présentent un risque plus élevé d'oxydation des lipides, de brunissement non-enzymatique ou d'hydrolyse non-enzymatique modérée, tandis que la réduction d'activité d'eau par micronisation et classification pourrait limiter ces altérations. La stabilité thermique des quatre formes physiques doit maintenant être évaluée.

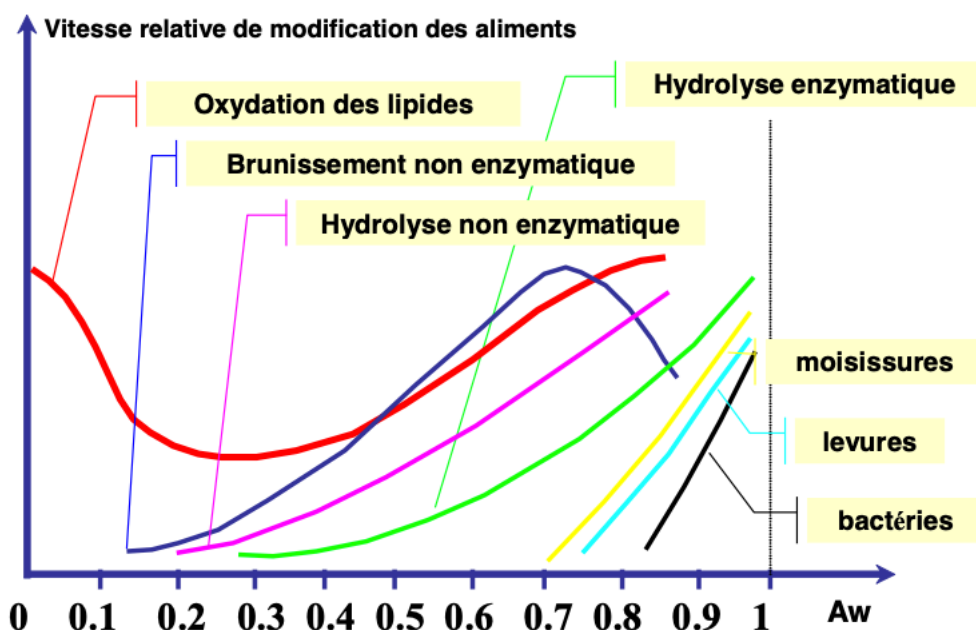


Figure 11 – Vitesses de modification des aliments en fonction de l'activité d'eau (a_w) [68]

6.3.3 Étude de la stabilité des différents formes physiques de la matière face à la dégradation thermique

Avant tout traitement thermique, il est essentiel d'évaluer la stabilité des différentes formes physiques afin de comprendre leur comportement face à la dégradation. L'objectif est d'identifier les températures ou profils de chauffe provoquant les plus fortes pertes. Les quatre formes de la matière première ont donc été analysées entre 20 et 600°C, et les pertes de masse mesurées (**Figure 12**).

Pour les quatre formes physiques, une chute nette de masse apparaît dès ~240°C. Avant cette température, la perte résulte surtout de l'évaporation de l'eau, dépendant de sa teneur initiale.

Les pertes maximales surviennent entre 242,93 et 294,44°C pour les graines entières ; 244,35 et 298,52°C pour les graines concassées ; 245,64 et 300,37°C pour la farine ; 243,73 et 311,51°C pour le concentrat. Elles varient de 57,14 % (graines concassées) à 61,12 % (farine).

Les courbes DSC (**Figure 13**) montrent des pics exothermiques dans ces plages pour les graines entières et concassées, une faible exothermie pour la farine et aucun pic net pour le concentrat. Ces exothermies traduisent des phénomènes physico-chimiques pouvant expliquer les fortes pertes de masse.

Ces pertes de masse pourraient venir de la volatilisation de composés organiques, de la libération d'eau liée à la dénaturation de macromolécules ou de la dégradation thermique de constituants comme les protéines (rupture des liaisons peptidiques) [69-71], l'amidon (pyrolyse de l'amylose et de l'amylopectine) [72,73] ou les fibres (cellulose, hémicellulose) [74-76]. Une combustion dès 240°C est aussi possible, les capsules étant ouvertes et l'échantillon exposé à l'oxygène. Ces interprétations restent hypothétiques, faute de données spécifiques sur le haricot mungo dans cette plage de température.

En conclusion, les quatre formes physiques présentent une dégradation thermique notable dès ~240°C, jusqu'entre 294,44 et 311,51°C, avec des pertes de 57,14 à 61,12 % de la masse initiale. Ces températures étant supérieures à celles prévues pour les traitements (120, 157 et 180°C), aucune dégradation significative n'est attendue lors de leur application.

Pour comprendre les phénomènes potentiels lors de leur application, les propriétés thermiques des protéines et de l'amidon doivent être étudiées.

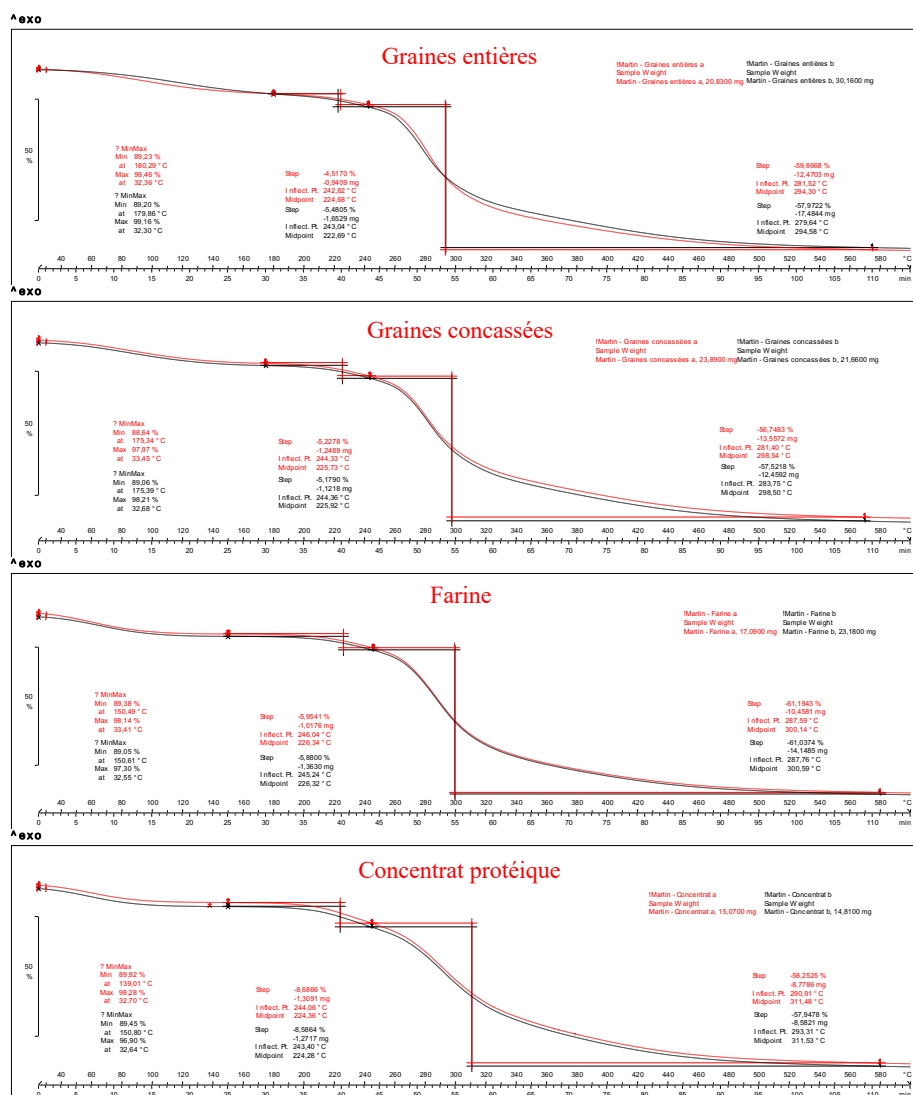


Figure 12 – Mesures des pertes de masse des quatre formes physiques de la matière sur une rampe de température allant de 25 à 600°C (5°C/min)

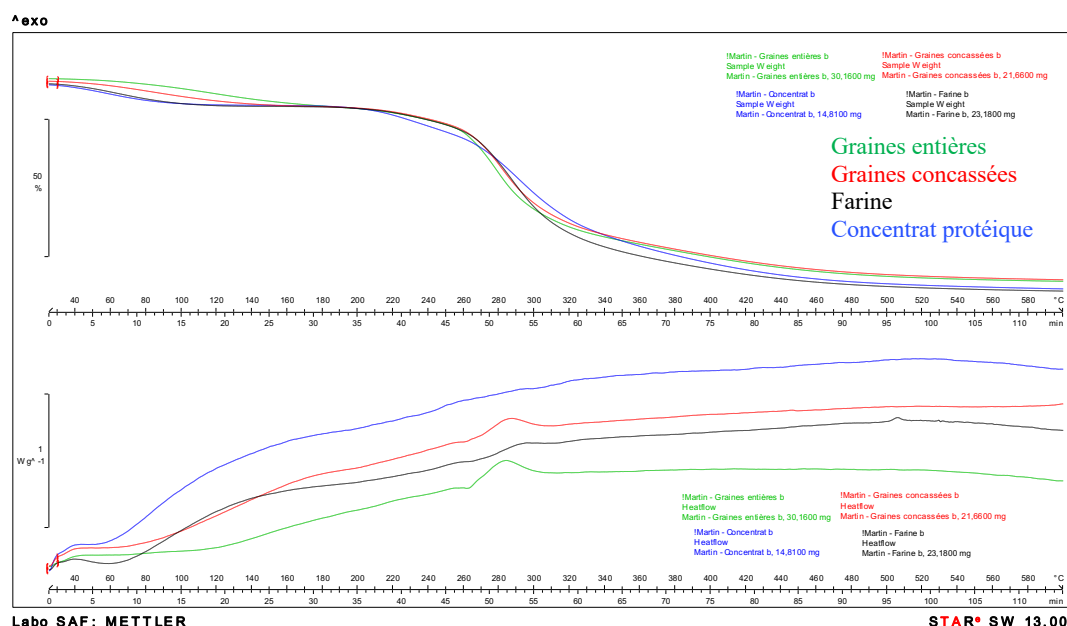


Figure 13 – Analyses calorimétriques différentielles réalisées sur les quatre formes physiques de la matière, sur une rampe de température allant de 25 à 600°C (5°C/min)

6.3.4 Étude des propriétés thermiques du haricot mungo, sous ses différents formes physiques

L'objectif est de caractériser les propriétés thermiques du haricot mungo : température et enthalpie de dénaturation des protéines, ainsi que températures et enthalpies de gélification de l'amidon et de gélification des protéines, tout en évaluant l'influence de la forme physique sur ces paramètres.

La température de dénaturation des protéines a été déterminée par calorimétrie différentielle sur les quatre formes physiques, sur une rampe de 20 à 180°C. Les résultats sont disponibles en **Figure 14**.

La température de dénaturation des protéines varie entre 143,59°C ($T_{\text{onset}} = 137,81^\circ\text{C}$) et 151,15°C ($T_{\text{onset}} = 144,87^\circ\text{C}$), avec des enthalpies de 0,755 à 1,724 J/g. D'après la littérature, elle se situe plutôt entre 157,90 et 158,07°C, avec une enthalpie bien plus élevée, autour de 41,64 J/g [26,51]. Le concentrat protéique affiche la température la plus proche de ces valeurs (151,15°C), mais avec une enthalpie nettement inférieure.

Ces écarts peuvent s'expliquer par les méthodes d'isolement des protéines, les protocoles d'analyse ou les différences de culture entre sources végétales [33]. Les données publiées concernent surtout des isolats protéiques (> 90 % protéines), où les interactions sont quasi exclusivement protéine-protéine.

Les courbes obtenues pour les graines entières et la farine sont difficilement exploitables en raison d'une faible répétabilité et de la sensibilité de la méthode, mais elles confirment que les écarts de température et d'enthalpie de dénaturation entre un isolat et les formes physiques du haricot mungo peuvent provenir de leur composition. Le concentrat, riche en protéines, reste le plus proche des références, tandis que dans les graines et la farine, les protéines coexistent avec de nombreux autres composants, modifiant leur comportement thermique (abaissement de la température de dénaturation des protéines).

Les protéines sont stabilisées par des liaisons hydrogènes (polaires) et hydrophobes (apolaires). Lors du chauffage, ces liaisons se rompent, provoquant la dénaturation : la rupture des liaisons hydrophobes est exothermique, celle des liaisons hydrogène est endothermique [51]. Cela explique la présence d'un petit pic exothermique juste avant le pic endothermique, et justifie de prendre en compte leurs deux enthalpies pour exprimer l'enthalpie totale de dénaturation.

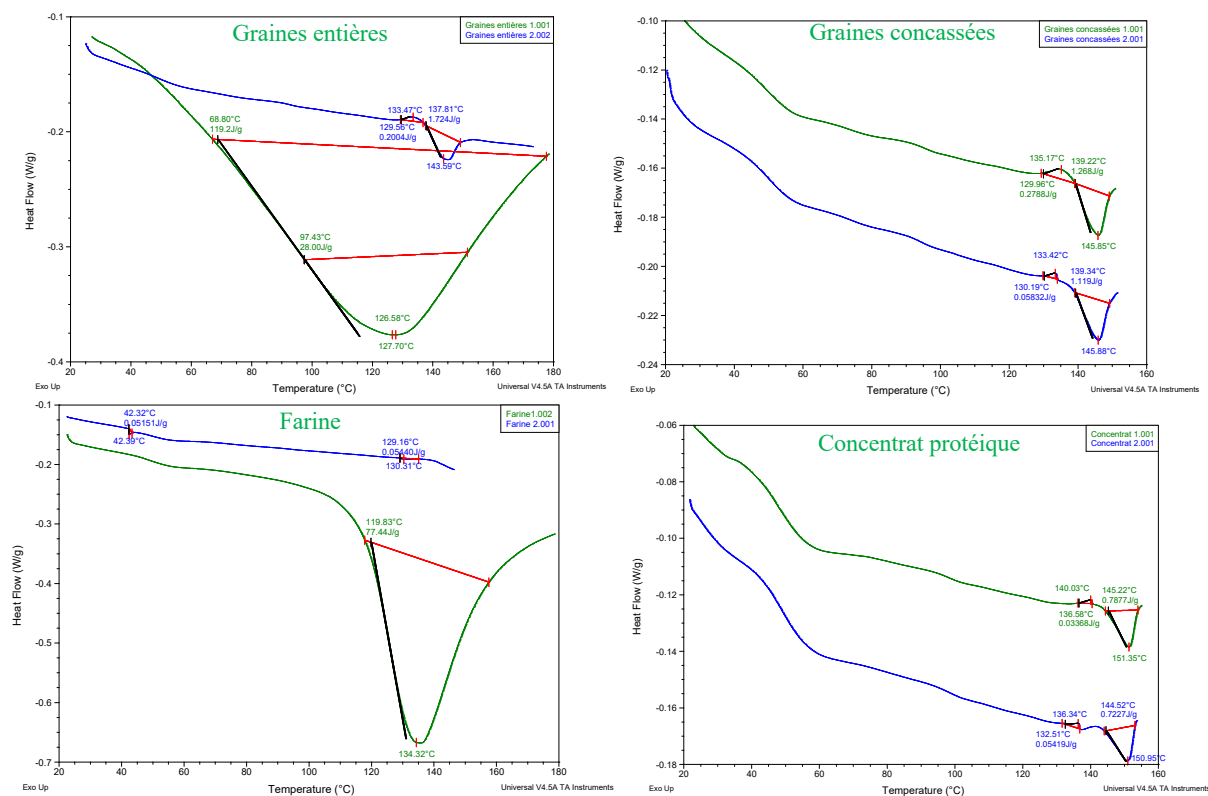


Figure 14 – Analyses calorimétriques différentielles (20-180°C, 5°C/min) des quatre formes physiques de la matière

La dénaturation des protéines ayant été caractérisée pour chaque forme physique, il faut maintenant étudier la gélification des protéines et de l'amidon, supposées se produire en présence d'eau et sous l'effet de la chaleur [26,51]. Pour cela, la farine, le concentrat protéique et la fraction riche en amidon ont été hydratés, puis analysés par calorimétrie différentielle sur une rampe de 20 à 120°C. Les résultats figurent en **Figure 15**.

La gélification des protéines du concentrat est mesurée à 89,86°C, avec une enthalpie de 2,631 J/g. Selon la littérature, elle survient généralement vers 100°C en présence d'eau [26,33,51], l'eau favorisant la réticulation et la formation d'un réseau matriciel [26]. Elle accroît la mobilité et la flexibilité des chaînes protéiques, abaissant ainsi la température de dénaturation [51]. Comme indiqué plus haut, la présence d'autres constituants dans la matrice pourrait aussi modifier les interactions inter-protéiques et abaisser la température de gélification.

La température de gélatinisation de l'amidon dans la fraction amidonnée est de 74,34°C ($T_{\text{onset}} = 67,35^\circ\text{C}$), avec une enthalpie de 3,54 J/g. Selon la littérature, elle se situe généralement entre 66,5 et 67°C, avec une enthalpie de 8,2 à 16,4 J/g [77,78]. Ce phénomène correspond à la fusion des cristallites d'amylopectine, suite à la rupture des liaisons hydrogène entre doubles hélices adjacentes. La température mesurée est donc légèrement plus élevée, tandis que

l'enthalpie est plus faible. Ces écarts s'expliquent par plusieurs facteurs : la fraction analysée ne contient pas d'amidon pur (72,48 %), favorisant des interactions avec d'autres composants ; selon M. Awais et al. (2020) [79], la gélatinisation complète n'est atteinte qu'à partir de 80°C ; enfin, la taille, la forme et la distribution des granules d'amidon, ainsi que l'arrangement des chaînes d'amylose et d'amylopectine, influencent aussi les propriétés thermiques [78].

Des analyses ont aussi été réalisées sur la farine de haricot mungo. P. Sirikong et al. (2016) [80] ont rapporté une température de gélatinisation de l'amidon entre 68,77 et 79,14°C, avec une enthalpie de 3,09 J/g. Le pic observé est large, correspondant environ au double pic mesuré ici : $T_{\text{onset}} = 69,13^\circ\text{C}$ et température de pic moyenne = 82,89°C. Dans la farine, l'amidon est moins concentré que dans la fraction amidonnée, et des interactions avec d'autres composés pourraient expliquer ces différences de gélatinisation.

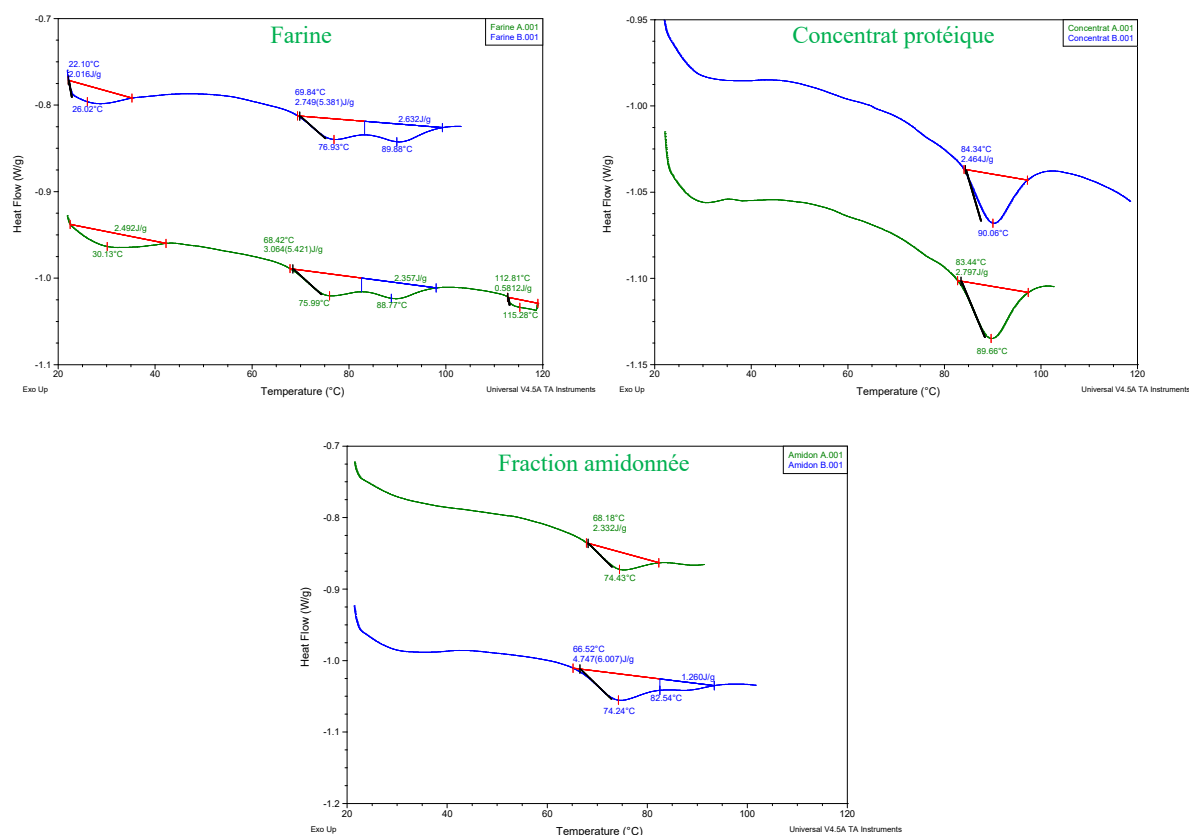


Figure 15 – Analyses calorimétriques différentielles (20-120°C, 5°C/min) de la farine, du concentrat protéique et de la fraction riche en amidon, hydratés au préalable

6.3.5 Conclusions sur la caractérisation de la matière première sous ses quatre formes physiques différentes

Les traitements de concassage, micronisation et classification par air réduisent la teneur et l'activité d'eau. Les quatre formes physiques se dégradent thermiquement entre ~240 et 300°C (pertes de 57,14 à 61,12 %). La dénaturation des protéines varie de 143,59 à 151,15°C ($\Delta H = 0,755\text{-}1,724\text{ J/g}$), leur gélification à 89,86°C ($\Delta H = 2,631\text{ J/g}$) et la gélatinisation de l'amidon à 74,34°C ($\Delta H = 3,540\text{ J/g}$). Les interactions avec d'autres composés peuvent abaisser les températures de dénaturation et gélification des protéines et élever celle de gélatinisation de l'amidon.

6.4 Étude de l'impact des traitements thermiques sur la composition et la fonctionnalité du concentrat protéique de haricot mungo

6.4.1 Objectifs

L'objectif de cette étude est d'évaluer les effets de différents traitements thermiques sur la composition et la fonctionnalité du concentrat protéique de haricot mungo, avec trois sous-objectifs :

- Déterminer la forme physique optimale (granulométrie et composition) pour le traitement
- Identifier le couple température/durée le plus adapté
- Sélectionner la technologie thermique la plus efficace

Dans un premier temps, les pertes de masse liées à l'évaporation de l'eau ont été quantifiées par différence de masse et analyse thermogravimétrique, selon la forme physique de la matière.

La composition des concentrats obtenus a ensuite été analysée pour identifier l'impact des traitements sur l'eau, protéines, amidon, hydrates de carbone, lipides, cendres et valeur énergétique.

Parallèlement, des propriétés physico-chimiques intrinsèques ont été étudiées : colorimétrie, activité d'eau et solubilité.

Enfin, des propriétés techno-fonctionnelles telles que la rétention d'eau et d'huile et les propriétés moussantes ont été évaluées pour estimer le potentiel applicatif des concentrats traités en alimentation.

6.4.2 Observations lors de l'application des traitements thermiques

À partir de 157°C sur le convoyeur SpiraJoule, de légers débuts de combustion ont été observés sur les graines entières et concassées, et dès 120°C sur la farine. Les températures plus élevées n'ont donc pas été appliquées. Sur la tour de torréfaction RevTech, la farine et le concentrat protéique ont brûlé à 157°C et 180°C, limitant leur traitement à 120°C. Le SpiraJoule nécessitant un volume minimal de 50 kg, seules les trois premières formes ont été traitées ; le concentrat protéique n'a pas été testé, car produire au moins 150 kg (trois fois 50 kg) était impossible. Les échantillons 8, 20, 31, 32, 34, 35, 39, 40, 41, 43 et 44 n'ont donc pas été réalisés (voir Figure 4).

6.4.3 Étude comparative de l'assèchement des quatre formes physiques de la matière par évaporation d'eau, soumises aux traitements thermiques

6.4.3.1 Comparaison des pertes totales occasionnées

L'objectif est d'évaluer si les différentes formes physiques de la matière présentent des pertes d'eau similaires sous un même traitement thermique. Les pertes de masse par évaporation ont été mesurées après les trois traitements (120°C/30 min, 157°C/30 min, 180°C/30 min) sur les quatre formes, traitées au four et au lit fluidisé. Les résultats sont présentés dans le **Tableau 13**.

Tableau 13 – Pertes de masse (% de la masse initiale) liées à l'évaporation d'eau lors de l'application des traitements thermiques sur les quatre formes physiques de la matière

| Équipement | Température/durée | Forme physique de la matière première | | | |
|-----------------------------|-------------------|---------------------------------------|--------------------|--------------|----------------------|
| | | Graines entières | Graines concassées | Farine | Concentrat protéique |
| Four électrique à air pulsé | 120°C/30 min | 6,40 ± 0,11 | 9,24 ± 0,03 | 8,06 ± 0,10 | 7,88 ± 0,64 |
| | 157°C/30 min | 9,40 ± 0,13 | 10,84 ± 0,06 | 10,30 ± 0,10 | 10,18 ± 0,48 |
| | 180°C/30 min | 11,47 ± 0,13 | 13,07 ± 0,18 | 13,58 ± 0,10 | 12,55 ± 1,03 |
| Lit fluidisé | 120°C/30 min | 10,18 ± 0,17 | / | / | / |

Les pertes de masse par évaporation d'eau augmentent avec la température, mais varient selon les formes de matière.

Les graines concassées perdent plus d'eau que les entières, confirmant que le concassage facilite son évaporation (cf. Section 6.3.2), tandis que la farine ne suit pas cette tendance. Le concentrat protéique, avec une teneur en eau initiale plus faible que la farine (8,54 % vs 9,99 %), présente des pertes d'eau inférieures.

Les graines entières traitées au lit fluidisé perdent nettement plus d'eau que celles traitées au four, car le produit reste statique dans le four et chauffe lentement en surface, alors que le lit fluidisé assure un chauffage homogène et efficace.

En conclusion, la réduction de taille et la perte de structure favorisent l'évaporation, bien que la farine fasse exception. De plus, dans le four à air pulsé, des pertes non liées à l'eau peuvent fausser les mesures. Les cinétiques d'assèchement des quatre formes ont donc été analysées par thermogravimétrie.

6.4.3.2 Comparaison des cinétiques d'assèchement

L'objectif est de comparer les cinétiques d'assèchement, c'est-à-dire les pertes de masse, des quatre formes physiques de matière soumises aux traitements thermiques de 120°C, 157°C et 180°C pendant 30 min. Les cinétiques obtenues, superposées par température, sont présentées à la **Figure 16**.

Une part importante de l'eau s'évapore avant le début de l'isotherme de 30 min lors de l'analyse thermogravimétrique, car l'échantillon subit une montée en température progressive (15°C/min) avant maintien à température cible. Ce n'est pas le cas sur les quatre équipements comparés, où le produit est introduit directement à température stabilisée.

Les graines entières, plus compactes, s'assèchent le plus lentement, suivies des graines concassées. Ces deux formes perdent beaucoup d'eau pendant la montée en température (notamment à 157°C et 180°C) puis continuent à s'assécher lentement durant l'isotherme. Pour la farine et le concentrat protéique, l'eau s'évapore surtout pendant la montée en température, la masse se stabilisant ensuite, sauf à 180°C où une légère perte linéaire persiste. Les masses finales varient légèrement, surtout à 120°C, selon la composition et la teneur initiale en eau.

En conclusion, l'ouverture de la structure et l'augmentation de la surface de contact via le concassage et la micronisation favorisent l'évaporation, quel que soit la température. Les formes poudreuses présentent des cinétiques similaires, leurs masses finales différant surtout par la composition et la teneur en eau initiales.

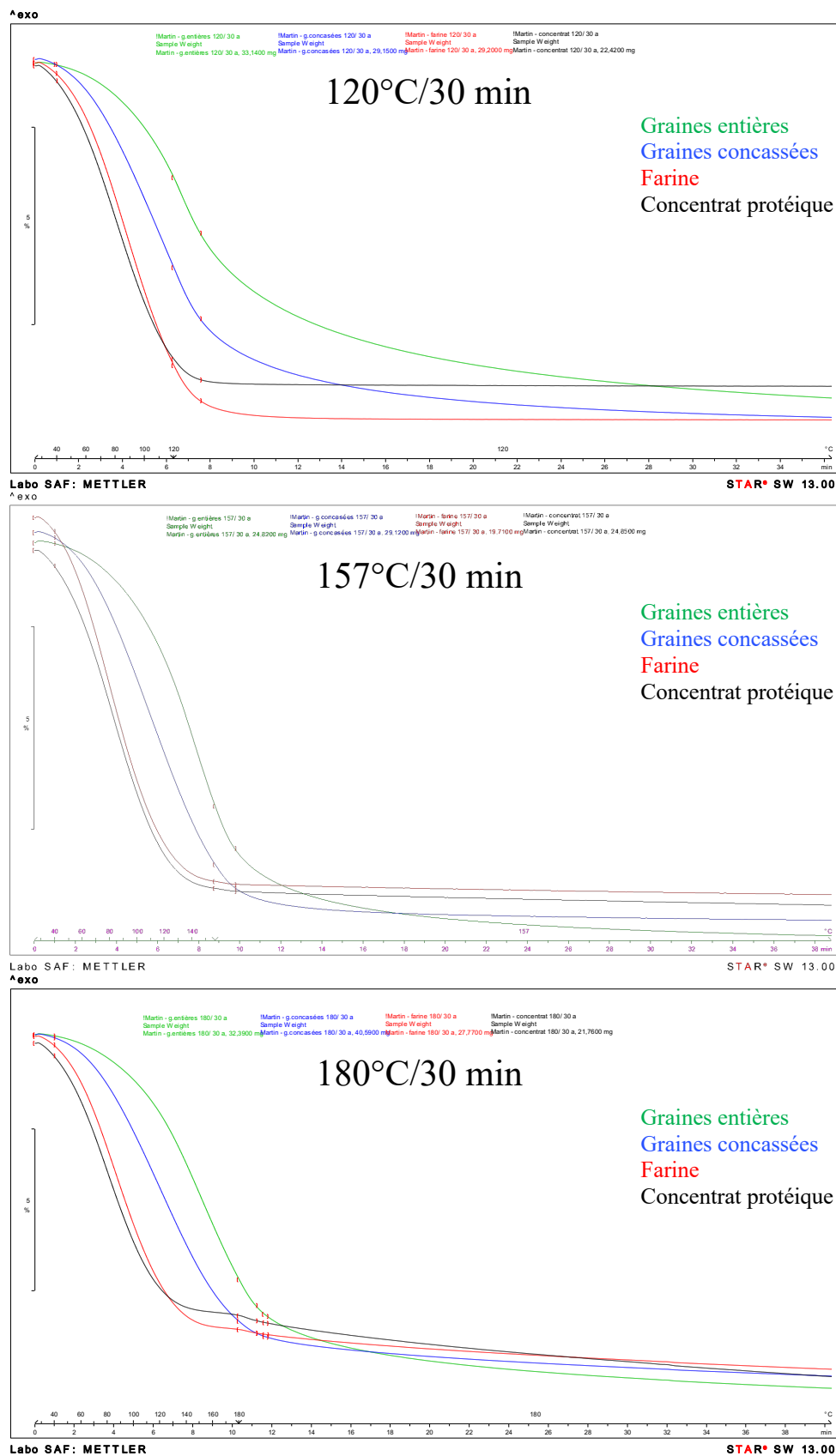


Figure 16 – Cinétiques d'assèchement des quatre formes physiques de la matière (pertes de masse) soumises aux trois traitements thermiques : 120°C/30 min, 157°C/30 min et 180°C/30 min

6.4.4 Étude de l'impact des traitements thermiques sur la composition du concentrat protéique de haricot mungo

6.4.4.1 Objectifs

Une fois obtenus (les traitements thermiques étant appliqués soit en prétraitement sur graines entières, concassées ou farine avant concassage, micronisation et classification par air, soit en post-traitement directement sur le concentrat), les concentrats protéiques ont été analysés pour leur composition, leurs propriétés physico-chimiques et techno-fonctionnelles.

Pour étudier les liens entre composition et propriétés et l'impact des traitements, une matrice de corrélation de Pearson a été établie ($r = 1$ corrélation parfaite, $r = -1$ corrélation inverse, $r = 0$ absence de lien). La heatmap est présentée en **Figure 17**.

L'analyse a d'abord porté sur la composition, afin d'évaluer l'effet des traitements sur les teneurs en macronutriments et d'identifier les conditions (forme, température/durée, technologie) menant aux valeurs maximales et minimales.

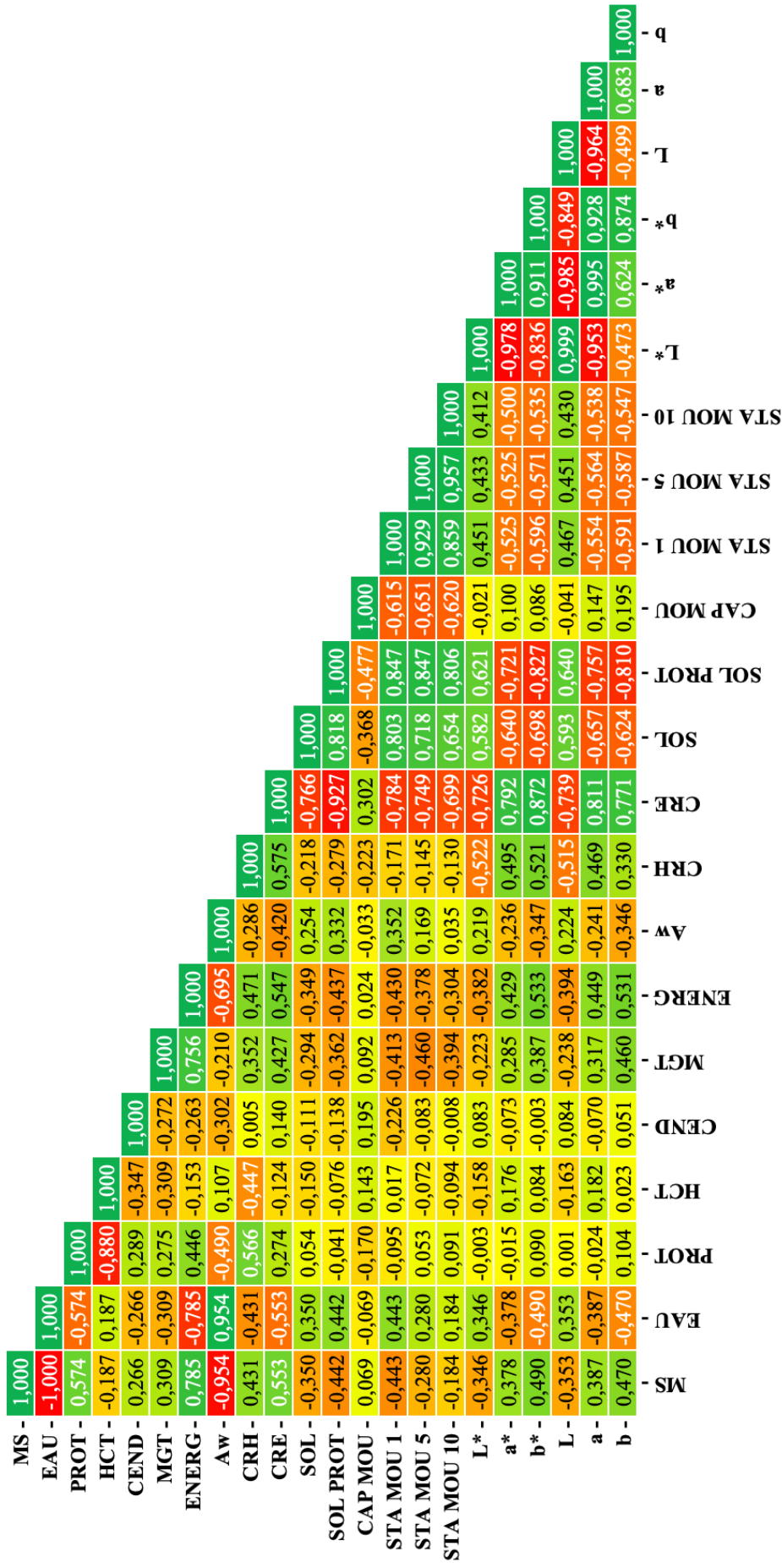


Figure 17 – Heatmap de corrélation de Pearson entre les composés et les propriétés des différents concentrats protéiques, obtenus après application des différents traitements thermiques et concentration des protéines. (MS) Teneur en matière sèche ; (EAU) Teneur en eau ; (PROT) Teneur en protéines ; (HCT) Teneur en hydrates de carbone totaux ; (CEND) Teneur en cendres ; (MGT) Teneur en matière grasse totale ; (ENERG) Valeur énergétique ; (Aw) Activité d'eau ; (CRE) Capacité de rétention d'eau ; (CRH) Capacité de rétention d'huile ; (SOL) Solubilité ; (SOL PROT) Solubilité des protéines ; (CAP MOU) Capacité moussante ; (STA MOU 1) Stabilité moussante après 1 minute ; (STA MOU 5) Stabilité moussante après 5 minutes ; (STA MOU 10) Stabilité moussante après 10 minutes

6.4.4.2 Étude de l'impact des traitements thermiques sur la teneur en eau finale du concentrat protéique

L'objectif est de déterminer si les traitements thermiques modifient la teneur finale en eau du concentrat protéique (augmentation, diminution ou absence d'effet) et d'identifier les conditions (forme physique, température, durée, technologie) menant aux valeurs extrêmes.

Pour cela, les teneurs en eau des concentrats ont été analysées. Les résultats, regroupés par technologie et présentés selon la température et la forme physique traitée, sont illustrés en Figure 18.

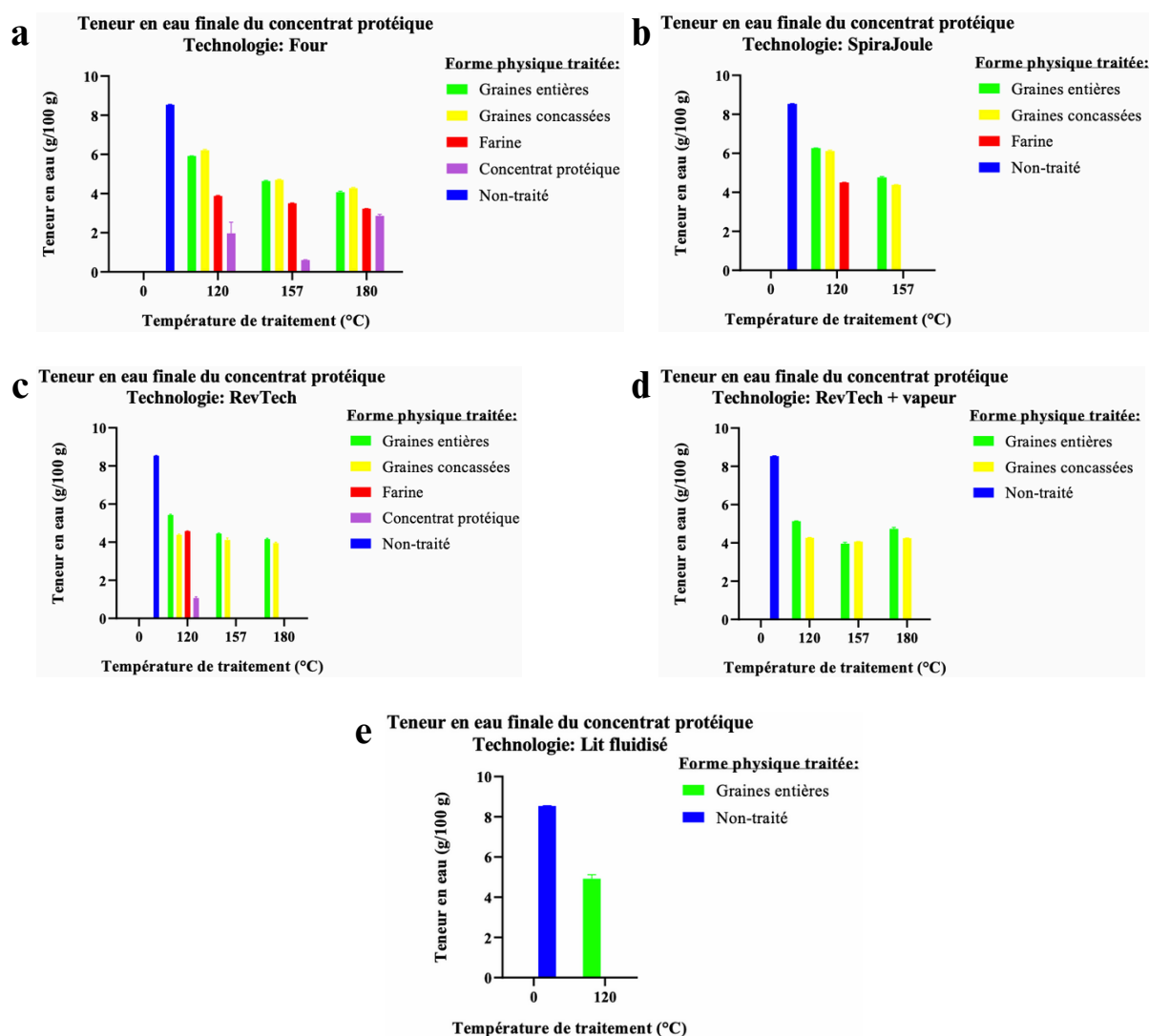


Figure 18 – Teneur en eau finale du concentrat protéique, en fonction de la température d'application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

La teneur en eau du concentrat protéique non traité est de $8,54 \pm 0,01$ g/100 g. Les traitements thermiques la réduisent, l'effet étant plus marqué à haute température. La valeur la plus faible ($0,60 \pm 0,02$) est obtenue en traitant directement le concentrat à 157°C pendant 30 min au four à air pulsé. Une différence significative n'a été observée qu'entre les échantillons traités au four et ceux traités au RevTech, avec ou sans vapeur.

Une teneur en eau plus élevée après traitement à 180°C comparé à 157°C a été constatée pour le concentrat traité au four et pour les concentrats issus de graines entières ou concassées traitées au RevTech avec vapeur. Dans le premier cas, ce résultat est difficile à interpréter et contredit les pertes de masse mesurées (cf. section 6.4.3.1). Dans le second, une augmentation de la capacité de rétention d'eau après traitement à 180°C accompagnée d'une exposition directe à la vapeur pourrait favoriser la reprise en eau, hypothèse à vérifier ultérieurement.

6.4.4.3 *Étude de l'impact des traitements thermiques sur la teneur en protéines finale du concentrat protéique*

L'objectif est d'évaluer l'effet des traitements thermiques sur la teneur en protéines du concentrat et de comparer deux méthodes : Kjeldahl, qui mesure l'azote total (dont ~2,73 % non protéique [81]), et le Sprint Rapid Protein Analyzer de CEM, qui quantifie spécifiquement les protéines. Il s'agit aussi d'identifier d'éventuelles différences entre ces méthodes et de déterminer la plus adaptée.

La teneur en azote total a d'abord été mesurée par Kjeldahl, puis convertie en protéines avec le facteur 6,25. Les résultats, en g/100 g de matière sèche, sont présentés à la **Figure 19**.

Le concentrat non traité contient 40,49 g de protéines/100 g de matière sèche. Selon le traitement thermique, cette teneur peut diminuer (6 cas) ou augmenter (26 cas). La valeur la plus basse (37,75) correspond à une farine traitée au four à 180°C, la plus élevée (51,20) à un concentrat traité directement au RevTech à 120°C. Les quatre teneurs maximales proviennent de traitements directs du concentrat. Des différences significatives n'apparaissent que pour les échantillons au four. Ces variations, également rapportées dans la littérature [22,48,82], s'expliquent par des modifications de la composition globale. La teneur en protéines est fortement corrélée négativement aux hydrates de carbone totaux ($r = -0,880$).

Les traitements thermiques des graines entières et concassées ont un effet limité sur la teneur en protéines, leur structure compacte protégeant les constituants internes (**Figure 20**) : protéines et lipides dans l'embryon, amidon dans les cotylédons, fibres dans les téguments [19,83].

Les concentrats traités directement présentent les teneurs en protéines les plus élevées, légèrement augmentées avec la température. À l'inverse, les concentrats issus de farine traitée thermiquement montrent une diminution avec l'augmentation de température. Cette différence s'explique par le fait que, pour la farine, le traitement précède la classification par air, laquelle dépend de la forme, taille et densité des particules, paramètres potentiellement altérés par la dénaturation et le déroulement des chaînes protéiques sous l'effet de la chaleur, perturbant l'efficacité de la séparation.

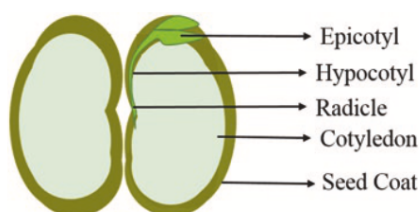


Figure 20 – Structures internes de la graine de haricot mungo [19]

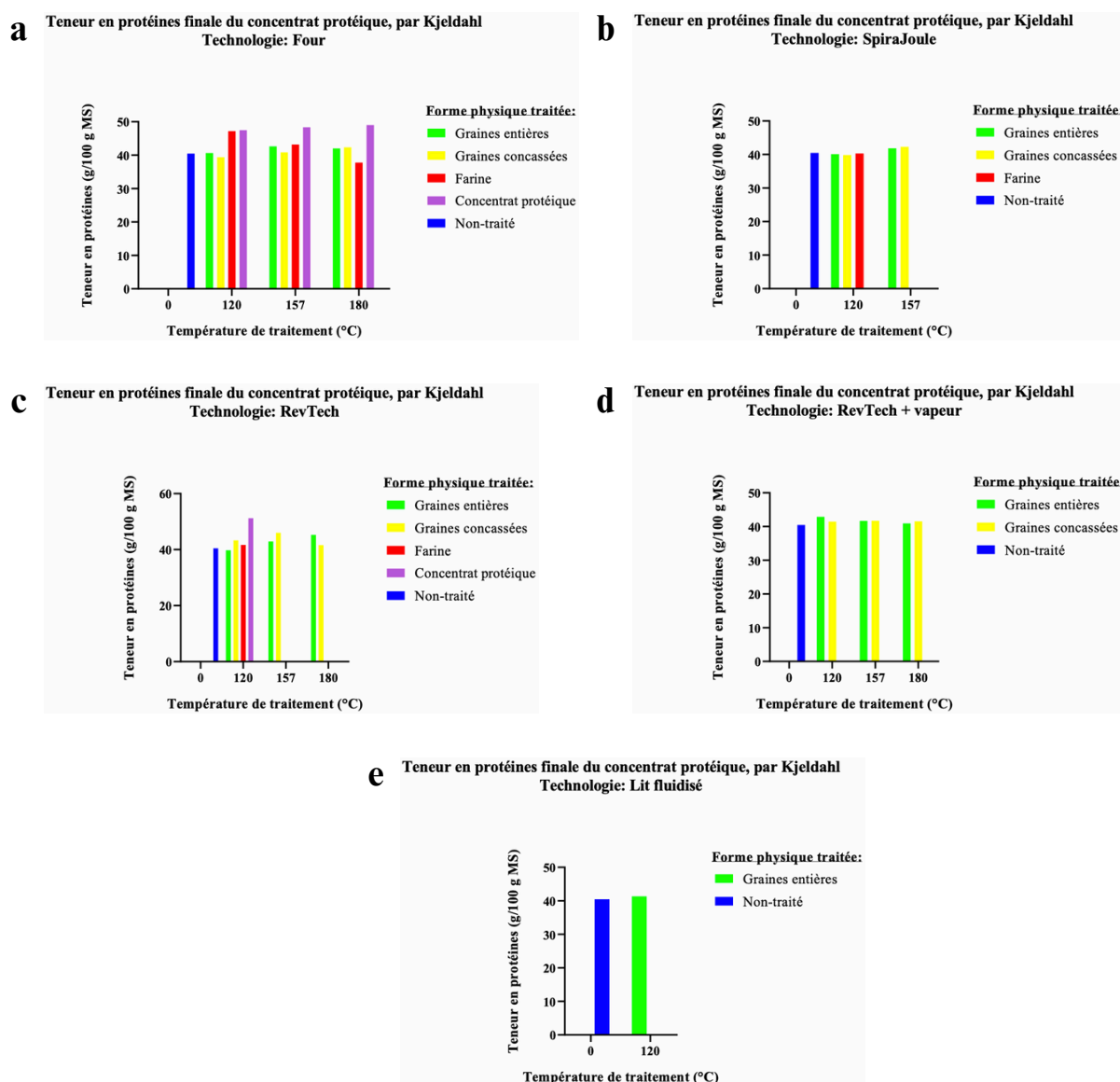


Figure 19 – Teneur en protéines finale du concentrat protéique (analysée par Kjeldahl), en fonction de la température d'application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

Comme prévu, la teneur en protéines a été analysée par une seconde méthode, le Sprint Rapid Protein Analyzer (SRPA), qui dose spécifiquement les protéines. Les résultats pour les différents concentrats sont présentés à la **Figure 21**.

Une différence de 2,64 g/100 g de matière sèche est observée pour le concentrat non traité entre Kjeldahl et SRPA, des écarts mineurs similaires à ceux rapportés dans la littérature [84-86]. Dans les deux méthodes, la teneur la plus faible provient du concentrat issu de la farine traitée au four à 180°C (37,75 % et 10,54 ± 0,08 %), tandis que les plus élevées sont obtenues à partir de farine à 120°C au four (47,19 % et 49,19 ± 0,08 %), de concentrat à 120°C au four (47,46 % et 51,49 ± 0,19 %) et de concentrat à 120°C au RevTech sans vapeur (51,20 % et 52,61 ± 0,01 %).

Certaines conditions de traitement augmentent la teneur en protéines, comme confirmé par Kjeldahl. La principale divergence avec la SRPA concerne une baisse pour les concentrats issus de graines à 180°C et pour ceux de farine ou traités directement à partir de 157°C. Dans la SRPA, l'acide Orange 12 se lie aux protéines : à 120°C, la dénaturation partielle augmenterait les sites de fixation, tandis qu'à 157 et 180°C, une dénaturation plus poussée les réduirait. À pH 2, les protéines sont supposées solubles, mais la dénaturation à haute température pourrait diminuer cette solubilité, limitant la détection et permettant d'estimer le degré de dénaturation protéique.

En conclusion, le plus fort enrichissement en protéines est obtenu en traitant directement le concentrat à 120°C, au four ou au RevTech sans vapeur, tandis que la plus faible teneur provient de la farine à 180°C au four. Kjeldahl reste la méthode la plus fiable pour la teneur totale en protéines, tandis que la SRPA permettrait d'évaluer la dénaturation protéique induite par la chaleur.

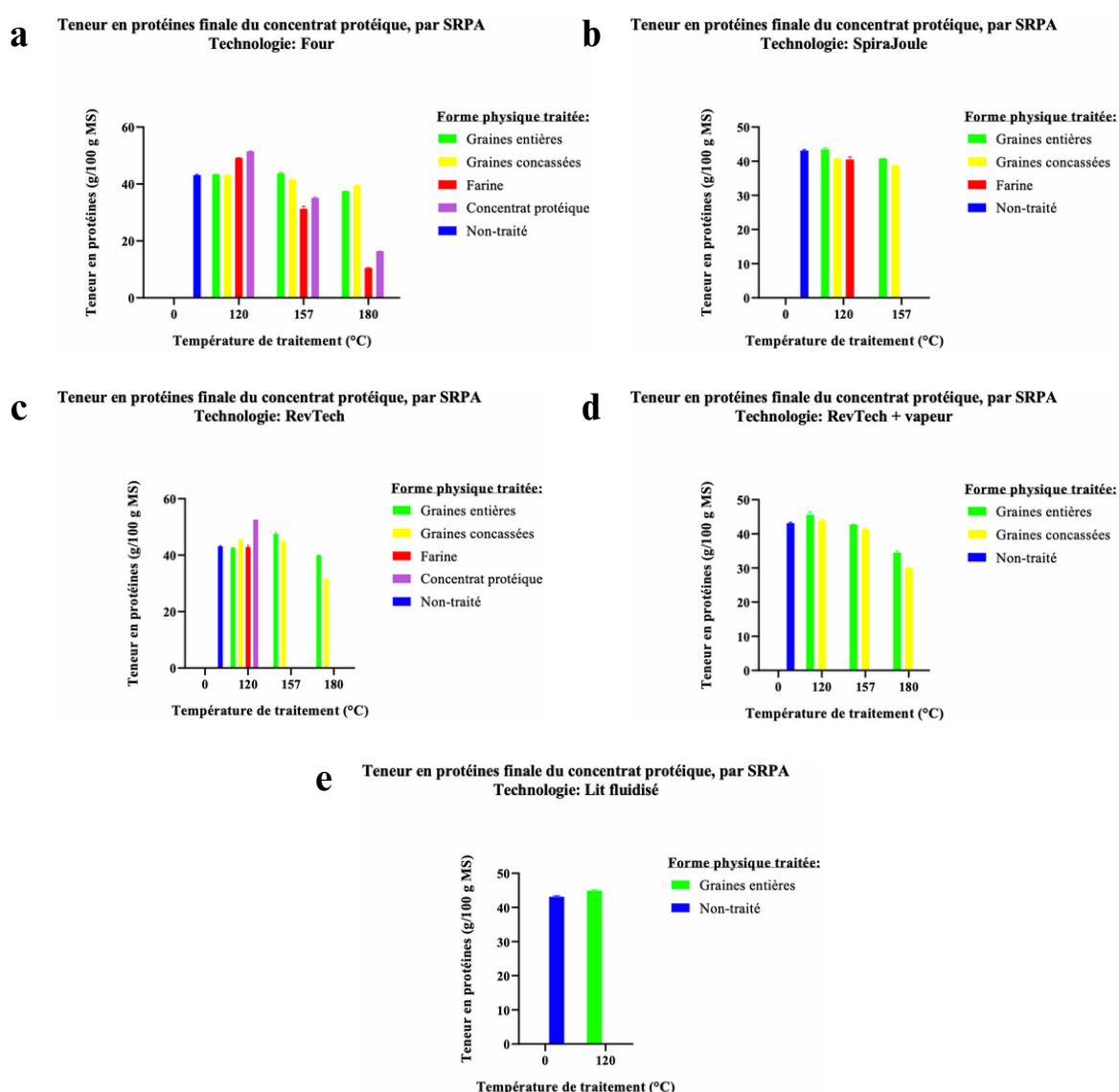


Figure 21 – Teneur en protéines finale du concentrat protéique (analysée par SRPA), en fonction de la température d'application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

6.4.4.4 *Étude de l'impact des traitements thermiques sur la teneur en amidon finale du concentrat protéique*

La teneur en amidon a été mesurée sur le concentrat non traité (18,23 g/100 g MS) et sur le concentrat issu de la farine traitée à 180°C au four (37,9 g/100 g MS). Un enrichissement en amidon est observé. Cet échantillon présentant également la plus faible teneur en protéines, la forte corrélation négative entre hydrates de carbone et protéines ($r = -0,880$) pourrait expliquer cette hausse. Toutefois, un seul échantillon traité thermiquement ayant été analysé, il reste impossible de conclure quant à l'effet réel du traitement thermique sur l'enrichissement en amidon. L'analyse des teneurs en hydrates de carbone totaux (glucides disponibles et fibres) des différents concentrats permettra de le vérifier.

6.4.4.5 *Étude de l'impact des traitements thermiques sur la teneur en hydrates de carbone totaux finale du concentrat protéique*

Pour déterminer l'effet des traitements sur la teneur finale en hydrates de carbone totaux du concentrat protéique, celles-ci ont été mesurées pour l'ensemble des concentrats et sont présentées à la **Figure 22**.

La teneur en hydrates de carbone totaux du concentrat non traité est de 36,91 g/100 g MS. L'application d'un traitement thermique tend à l'augmenter, aucune réelle diminution n'ayant été observée (valeur minimale : 36,68 %, soit -0,23 g/100 g MS). La teneur la plus élevée (49,00 %) est obtenue à partir de farine traitée au four à 180°C. Une différence significative est relevée entre la farine et les graines entières ou concassées traitées au SpiraJoule, contrairement aux données de la littérature, qui ne rapportent pas de variation notable après traitement thermique de farines de haricot mungo, bien que non classifiées en concentrat protéique [22].

L'application d'un traitement thermique entraîne une augmentation de la teneur en hydrates de carbone, sans distinction nette entre les températures comparées ni différence significative entre technologies, à température identique. Il serait également intéressant de connaître les variations des teneurs en glucides disponibles et en fibres alimentaires séparément.

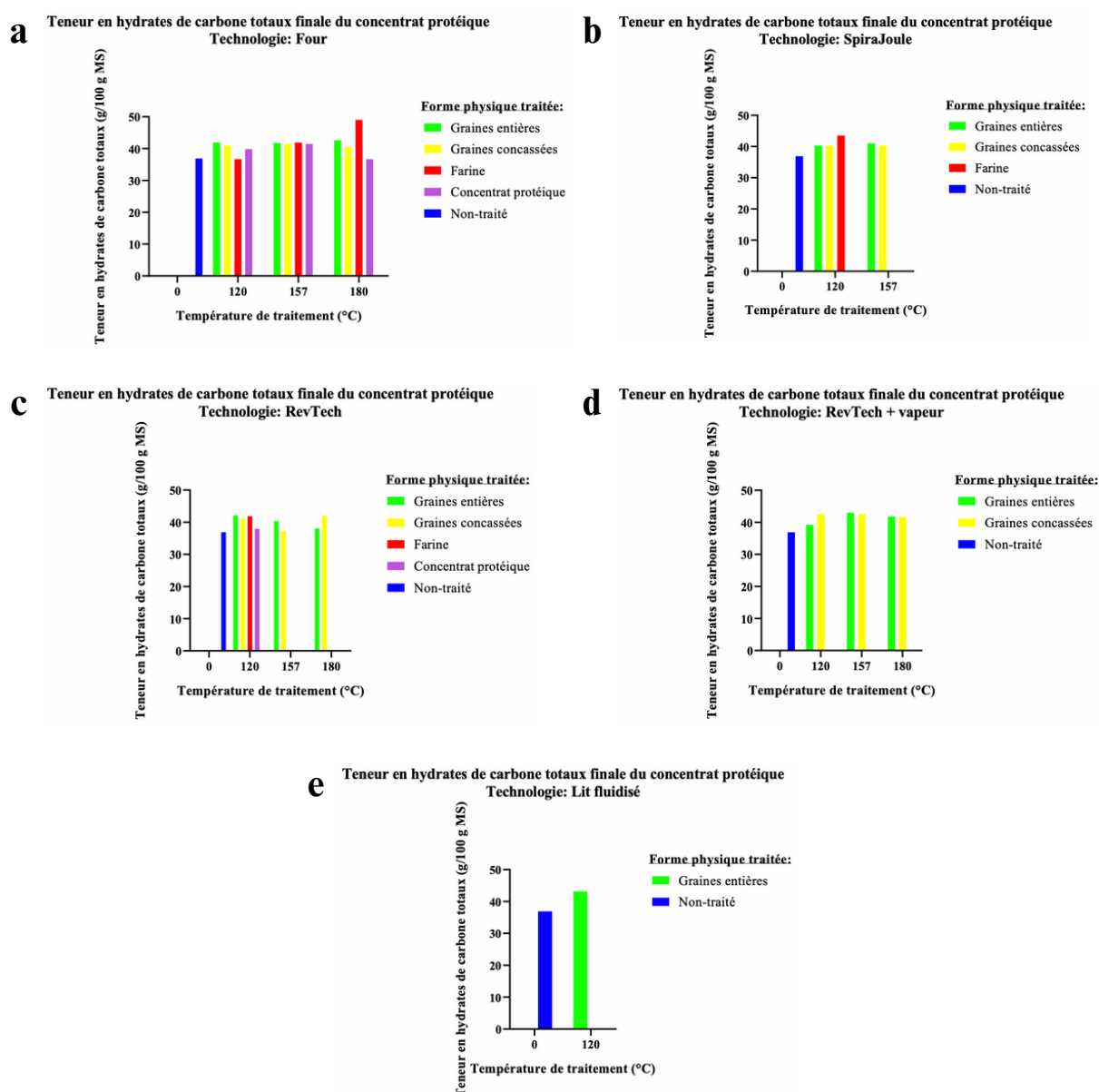


Figure 22 – Teneur en hydrates de carbone totaux finale du concentrat protéique, en fonction de la température d’application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

6.4.4.6 Étude de l’impact des traitements thermiques sur la teneur en matière grasse totale finale du concentrat protéique

L’objectif est d’étudier les potentiels effets des traitements thermiques considérés sur la teneur en matière grasse totale du concentrat protéique. Pour cela, les différents échantillons obtenus ont été analysés, et leurs teneurs respectives en matière grasse sont présentées à la **Figure 23**.

La teneur en matière grasse du concentrat non traité est de 1,83 g/100 g de matière sèche. Selon le traitement thermique appliqué, cette teneur peut diminuer (6 cas) ou augmenter (26 cas), sans qu’aucune différence significative ne soit relevée entre les formes de matière traitées ni entre les technologies utilisées. Ces résultats concordent avec les données de la littérature

[23], notamment avec les observations de Chandrasiri et al. (2015) [48], qui ont rapporté une hausse de la teneur en matière grasse après ajout d'une étape supplémentaire d'ébullition des graines avant leur séchage au four (de 2,58 à 5,22 %).

La teneur en matière grasse présente une corrélation négative modérée avec la teneur en eau (-0,309). L'échantillon le plus riche en matière grasse affiche également la teneur en eau la plus basse (0,60 g/100 g), ce qui illustre le caractère hydrophobe des lipides.

L'augmentation de la teneur en matière grasse est positivement corrélée à la température de traitement, lorsque celui-ci est appliqué aux graines entières ou concassées. Pour les concentrats traités directement, cette tendance n'est pas observée, mais les trois valeurs les plus élevées sont obtenues, par ordre croissant, à partir de concentrat traité au four à 180°C (3,11 %), à 120°C (3,33 %) et à 157°C (3,38 %).

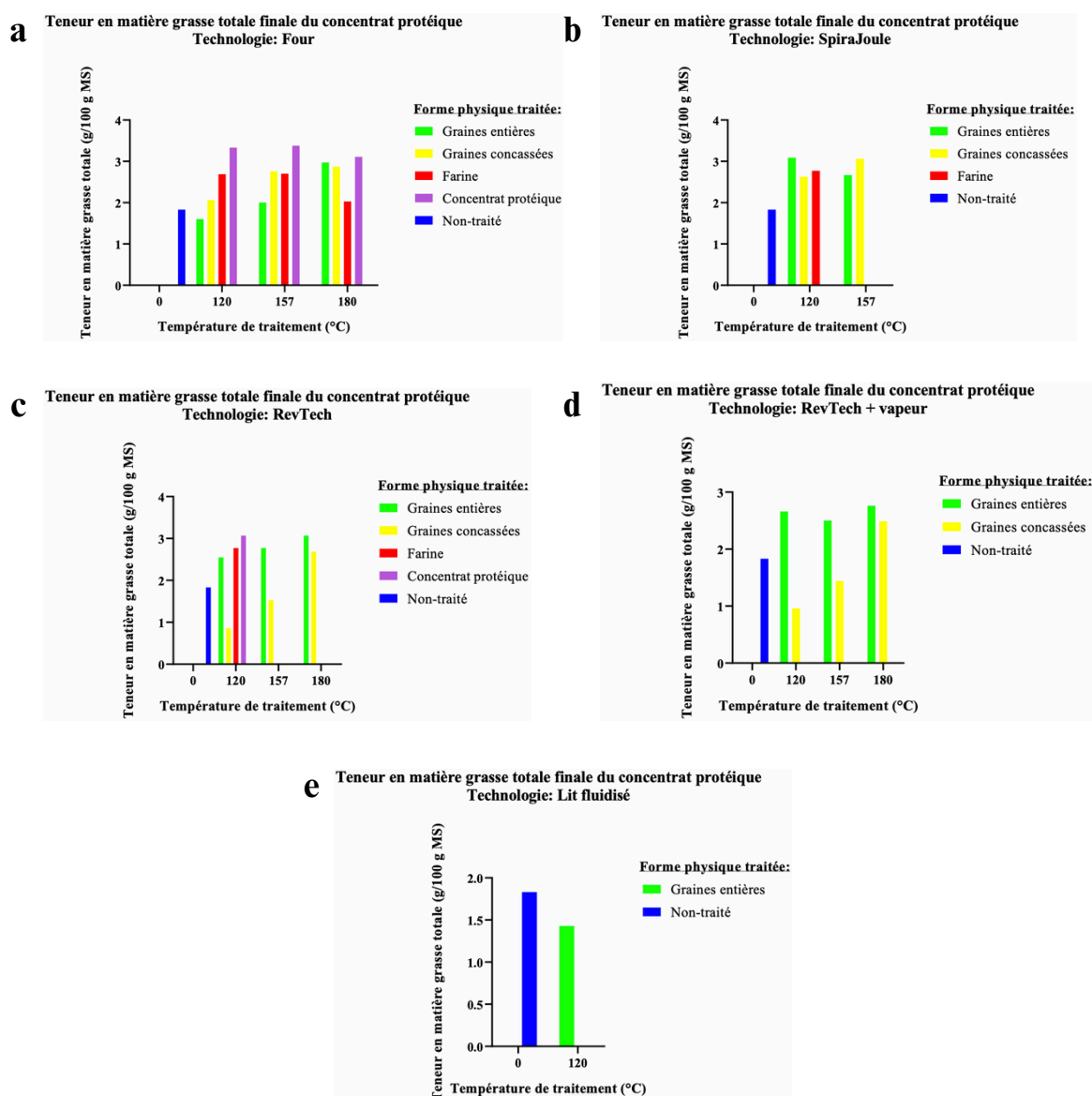


Figure 23 – Teneur en matière grasse totale finale du concentrat protéique, en fonction de la température d'application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

6.4.4.7 Étude de l'impact des traitements thermiques sur la teneur en cendres finale du concentrat protéique

L'objectif est d'examiner l'impact des traitements thermiques sur la teneur en cendres du concentrat protéique. Les valeurs obtenues pour les différents concentrats traités sont présentées à la **Figure 24**.

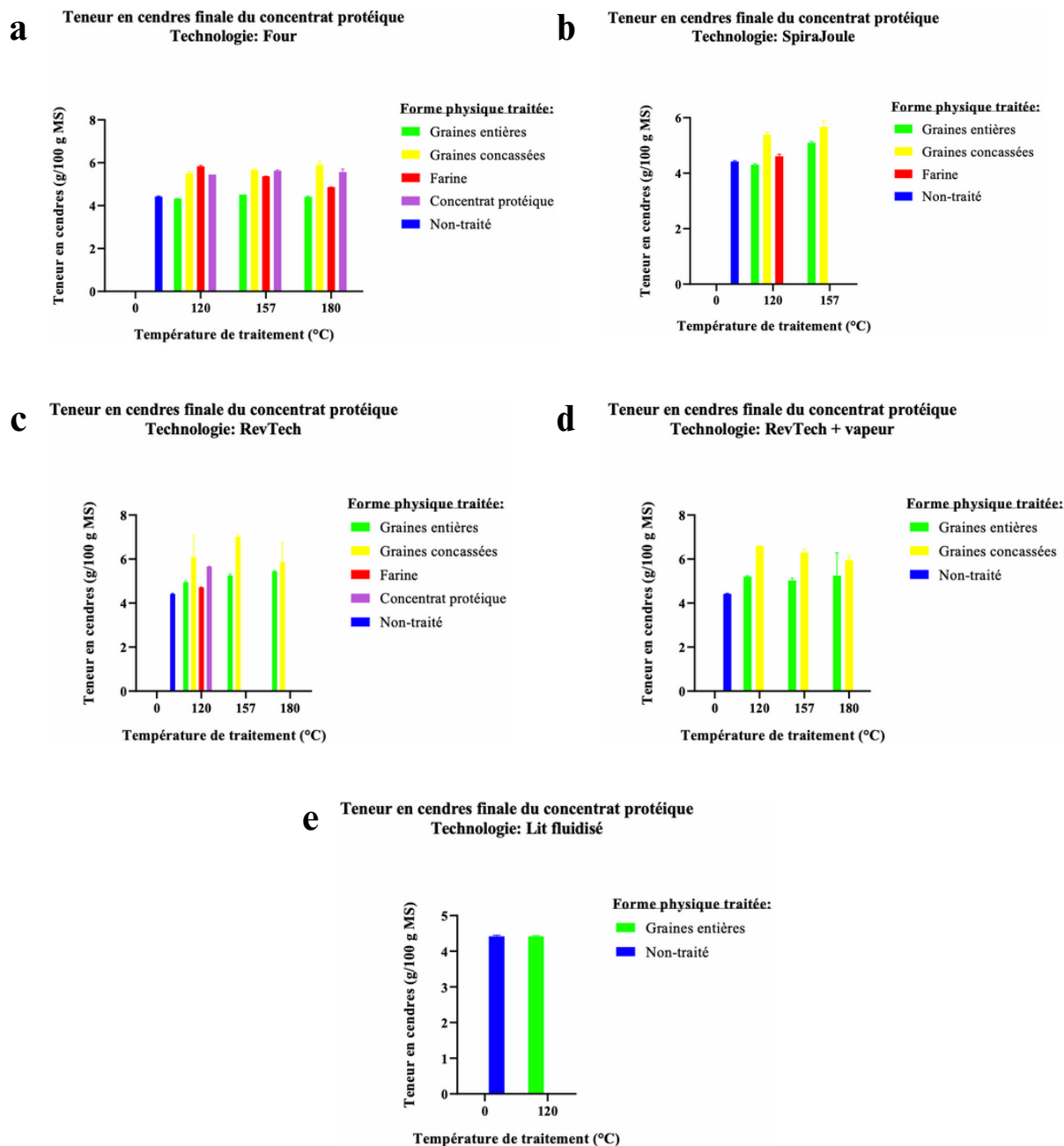


Figure 24 – Teneur en cendres finale du concentrat protéique, en fonction de la température d'application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

La teneur en cendres du concentrat non traité est de $4,42 \pm 0,03$ g/100 g MS. Malgré de fortes variations entre les mesures (écarts-types élevés) rendant l'interprétation plus complexe, une diminution est observée dans quatre cas et une augmentation dans 28 cas. La tendance

globale indique donc une hausse de la teneur en cendres après traitement thermique, sans distinction nette entre les trois températures testées. Les valeurs les plus élevées sont relevées pour les graines concassées : au RevTech sans vapeur à 120°C ($6,10 \pm 0,98$ %) et à 157°C ($7,02 \pm 0,12$ %), ainsi qu'au RevTech avec vapeur à 120°C ($6,60 \pm 0,01$ %) et à 157°C ($6,30 \pm 0,16$ %).

Des différences significatives apparaissent entre les différentes formes traitées au four et entre celles traitées au RevTech avec vapeur. Ces résultats ne concordent pas avec les données de la littérature, où aucun effet significatif du traitement thermique sur la teneur en cendres du haricot mungo n'a été rapporté [22,48]. En revanche, l'étude de L. Todaro et al. (2015) [87] a mis en évidence une augmentation de cette teneur pour d'autres sources végétales après traitement thermique.

Après l'analyse de l'ensemble des macronutriments, il est désormais possible de calculer la valeur énergétique totale et d'évaluer l'influence des traitements thermiques sur celle-ci.

6.4.4.8 Étude de l'impact des traitements thermiques sur la valeur énergétique finale du concentrat protéique

L'objectif est d'analyser l'effet des traitements thermiques sur la valeur énergétique totale du concentrat protéique et d'identifier ceux conduisant aux valeurs minimales et maximales. Les valeurs obtenues pour les différents concentrats sont présentées à la **Figure 25**.

La valeur énergétique du concentrat non traité est de 326,08 kcal/100 g MS. Après traitement thermique, toutes les valeurs augmentent, allant de 340,09 à 389,55 kcal/100 g MS. Pour une même fraction, la plupart des équipements montrent une hausse de la valeur énergétique avec l'augmentation de la température de traitement, bien que le maximum soit atteint à 157°C au four. Ces résultats concordent avec les données de la littérature [28,31,48]. Les plus fortes hausses sont observées pour les quatre concentrats traités directement (four à 120, 157 et 180°C, et RevTech sans vapeur à 120°C).

La valeur énergétique est calculée par addition des valeurs énergétiques respectives des différents macronutriments. Les protéines représentent 4 kcal/g et les matières grasses 9 kcal/g. Pour les hydrates de carbone totaux, une valeur de 4 kcal/g a été attribuée alors qu'en réalité, les glucides disponibles représentent 4 kcal/g mais les fibres seulement 2 kcal/g. Une part des hydrates de carbone totaux étant des fibres, leur valeur énergétique est donc légèrement surestimée, et par conséquent la valeur énergétique totale aussi. Celle-ci est logiquement fortement corrélée à la teneur en matière grasse (0,756) et à la teneur en protéines (0,446).

En résumé, l'application d'un traitement thermique entraîne, dans tous les cas, un enrichissement énergétique du concentrat protéique, particulièrement marqué lorsqu'il est appliqué directement. Cette hausse s'explique principalement par l'augmentation des teneurs en matière grasse et en protéines. Après avoir examiné l'impact des traitements thermiques sur la composition en macronutriments et sur la valeur énergétique du concentrat, il convient désormais d'évaluer leur influence sur les propriétés physico-chimiques intrinsèques au haricot mungo.

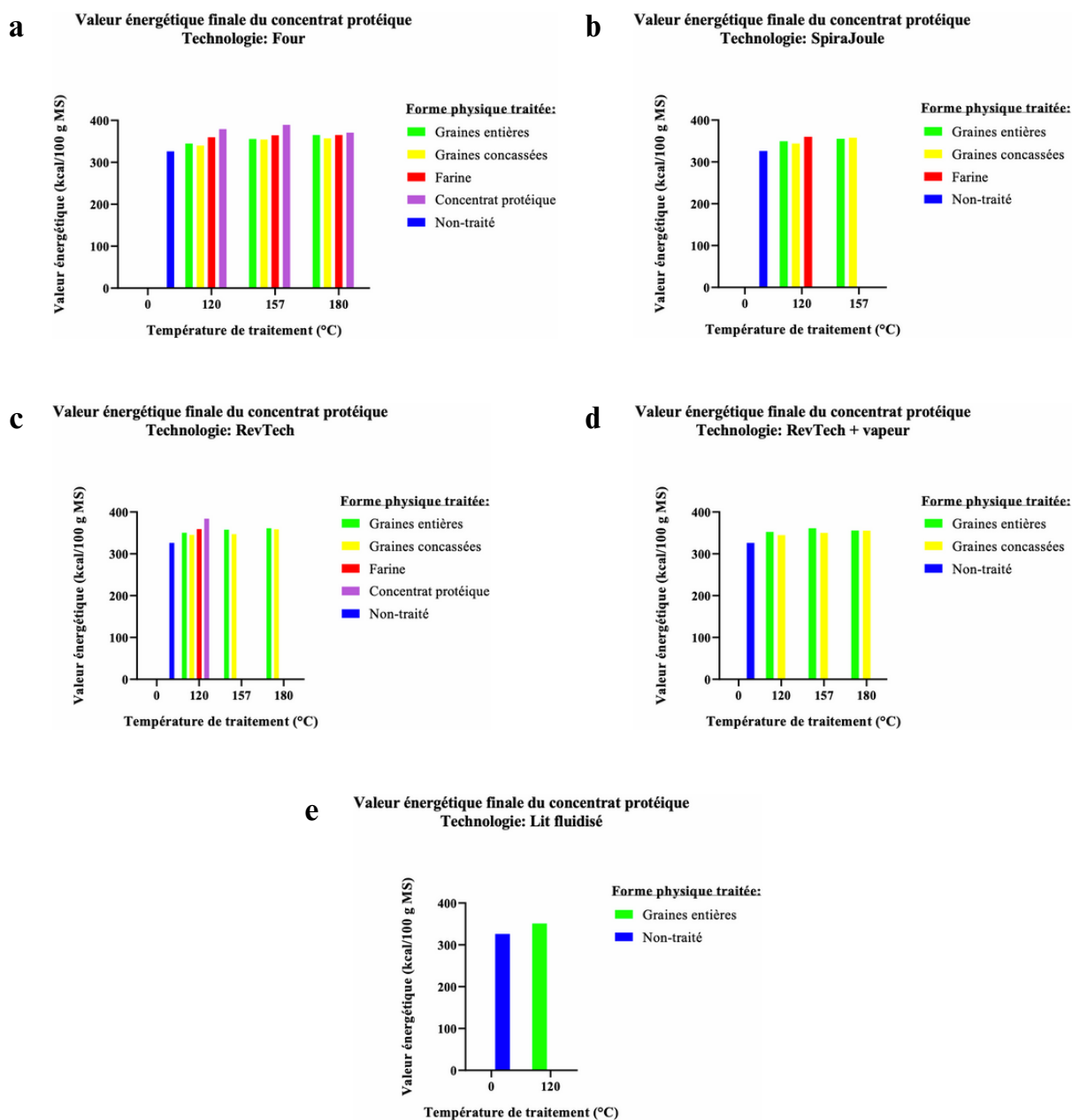


Figure 25 – Valeur énergétique finale du concentrat protéique, en fonction de la température d'application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

6.4.5 Étude de l'impact des traitements thermiques sur les propriétés physico-chimiques du concentrat protéique de haricot mungo

6.4.5.1 Objectifs

L'étude des propriétés physico-chimiques d'un concentrat protéique, telles que la colorimétrie, l'activité d'eau, la solubilité totale et la solubilité des protéines, présente un intérêt majeur pour évaluer sa qualité et son aptitude à différentes applications alimentaires. La colorimétrie permet d'apprécier l'impact visuel des traitements, un critère essentiel pour l'acceptabilité du produit. L'activité d'eau renseigne, entre autre, sur la stabilité microbiologique et la durée de conservation, tandis que la solubilité totale reflète la capacité du produit à se disperser dans un milieu aqueux, influençant directement ses utilisations possibles.

La solubilité des protéines, quant à elle, constitue un indicateur clé de leur fonctionnalité technologique et de leur potentiel nutritionnel.

Outre la composition en macronutriments et la valeur énergétique, il est donc nécessaire d'étudier les potentiels effets que pourraient avoir les traitements thermiques considérés sur les propriétés physico-chimiques du concentrat protéique de haricot mungo. Ces propriétés sont intrinsèques à la matière mais définiront l'applicabilité du concentrat en alimentaire et son degré d'avancement dans sa fonctionnalisation.

6.4.5.2 Étude de l'impact des traitements thermiques sur la colorimétrie finale du concentrat protéique

L'analyse colorimétrique permet de mesurer objectivement les variations de couleur du concentrat protéique induites par les traitements thermiques. Cette méthode instrumentale fournit une évaluation précise des modifications visuelles, souvent associées à des phénomènes physico-chimiques tels que la caramélisation ou les réactions de Maillard [88]. Dans le secteur agroalimentaire, la couleur constitue un critère de qualité majeur, et des tolérances très strictes sont souvent fixées afin de répondre aux exigences des applications finales. Lors des traitements thermiques, les quatre formes physiques étudiées présentent un brunissement et un assombrissement de la teinte. Pour quantifier ces évolutions, les paramètres L^* , a^* , b^* et L , a , b ont été mesurés sur chaque concentrat protéique, les résultats étant présentés dans le **Tableau 14** (Annexes).

La diminution du paramètre L^* (clarté, luminosité) s'accroît avec l'élévation de la température de traitement, traduisant un assombrissement progressif du concentrat. Parallèlement, le paramètre a^* (axe vert-rouge) augmente avec la température, indiquant que le brunissement tend vers des nuances plus rouges que vertes. Le paramètre b^* (axe bleu-jaune) croît également avec l'intensité thermique, renforçant la teinte jaune pâle caractéristique du haricot mungo après traitement.

Les variations colorimétriques les plus marquées sont observées sur les concentrats protéiques traités directement et sur ceux issus de farine. Ces deux formes présentent donc une sensibilité accrue aux modifications de couleur par rapport aux graines entières ou concassées. Cette différence s'explique par une exposition plus importante des sucres et des protéines, liée à la perte de la structure physique initiale.

Pour les graines entières et concassées, les changements de couleur restent limités à 120 et 157°C, mais deviennent nettement perceptibles à 180°C, la caramélisation étant généralement favorisée au-delà de 120°C [88]. Aucune différence significative ($P < 0,05$) n'est constatée entre les traitements effectués au RevTech avec ou sans injection de vapeur, indiquant que l'ajout de vapeur ne modifie pas davantage la coloration du produit. Les variations colorimétriques les plus marquées sont observées sur les échantillons traités au four, où le produit, maintenu statique, subit un échauffement plus intense en surface.

En conclusion, les traitements thermiques entraînent un assombrissement et un brunissement du concentrat protéique final, effets qui s'accroissent avec l'élévation de la température de traitement. Les formes poudreuses, telles que la farine et le concentrat protéique, se révèlent particulièrement sensibles aux modifications de couleur. Parmi les technologies testées, le four est celle qui altère le plus la couleur initiale du produit.

6.4.5.3 Étude de l'impact des traitements thermiques sur l'activité d'eau finale du concentrat protéique

L'activité d'eau constitue un paramètre clé en recherche alimentaire, car elle influence directement la vitesse de dégradation d'un produit et sa durée de conservation (cf. **Figure 11**). L'objectif de cette analyse est d'évaluer l'effet des traitements thermiques appliqués dans le cadre de ce travail sur l'activité d'eau finale du concentrat protéique. Les valeurs mesurées pour les différents concentrats sont présentées à la **Figure 26**.

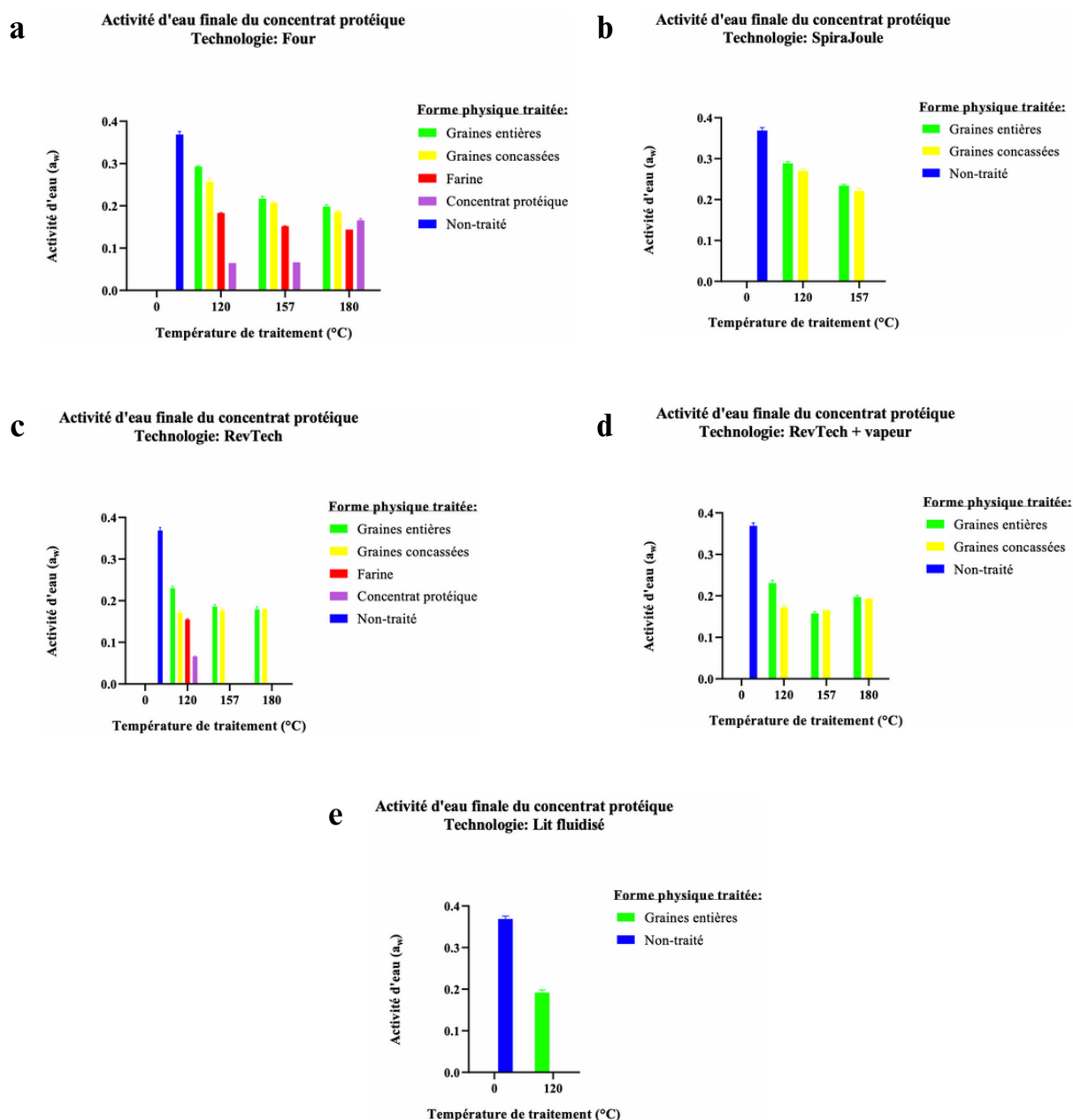


Figure 26 – Activité d'eau finale du concentrat protéique, en fonction de la température d'application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

L'activité d'eau du concentrat non traité est de $0,369 \pm 0,007$. L'application d'un traitement thermique entraîne, dans tous les cas, une diminution significative ($P < 0,05$) de ce

paramètre par rapport au concentrat non traité. Des différences significatives sont également observées entre les concentrats issus de formes traitées au four. De manière générale, l'augmentation de la température de traitement s'accompagne d'une baisse de l'activité d'eau, à l'exception des concentrats protéiques provenant de graines concassées traitées au RevTech.

Les concentrats traités directement présentent des activités d'eau particulièrement faibles (0,065 à 0,066), à l'exception de celui traité au four à 180°C. Cette faible activité d'eau s'explique par leur faible teneur en eau et/ou leur forte capacité de rétention d'eau, l'eau étant alors majoritairement liée plutôt que libre. Une corrélation positive élevée (0,954) est observée entre l'activité d'eau et la teneur en eau, confirmée par les teneurs les plus basses en eau observées sur les concentrats traités directement. Ils présentent également les capacités de rétention d'eau les plus élevées (détaillé ultérieurement). L'analyse de corrélation de Pearson révèle par ailleurs une relation négative entre l'activité d'eau et la capacité de rétention d'eau ($r = -0,420$), ainsi qu'avec la teneur en protéines ($r = -0,490$), ces dernières pouvant fixer l'eau par liaisons hydrogène.

Un comportement particulier est constaté pour les graines entières et concassées traitées à la vapeur au RevTech : l'activité d'eau diminue entre 120°C et 157°C, puis augmente après traitement à 180°C. Cette hausse s'accompagne d'une augmentation de la teneur en eau et d'une capacité de rétention d'eau maximale à 180°C (hypothèse vérifiée ultérieurement). Cette reprise en eau résulte directement du contact avec la vapeur, phénomène absent lors des traitements au RevTech sans injection de vapeur.

D'après les courbes de vitesses relatives de modification des aliments en fonction de l'activité d'eau (**Figure 11**), la diminution de cette dernière après traitement thermique place les échantillons dans une zone optimale, où toutes les vitesses de dégradation sont proches de leur minimum (0,15 à 0,30). Toutefois, les valeurs très basses relevées pour les concentrats traités directement (0,065) pourraient favoriser une oxydation accrue des lipides.

En conclusion, les traitements thermiques réduisent l'activité d'eau, particulièrement pour les concentrats traités directement. Une première hypothèse peut être avancée : la capacité de rétention d'eau atteindrait son maximum après traitement à 180°C. Par ailleurs, l'injection de vapeur lors des traitements au RevTech à 180°C pourrait favoriser une remontée simultanée de la teneur en eau et de l'activité d'eau, ce qui n'est pas souhaitable.

6.4.5.4 Étude de l'impact des traitements thermiques sur la solubilité finale du concentrat protéique, et sur la solubilité spécifique des protéines

Dans un premier temps, l'impact des traitements thermiques sur la solubilité totale du concentrat protéique a été étudié (eau, 25,1°C, pH 7,68). La solubilité totale reflète la proportion globale de composants hydrosolubles, et renseigne sur la facilité d'incorporation du concentrat dans des formulations liquides ou semi-liquides en milieu aqueux. Pour cela, les solubilités totales des différents concentrats ont été analysées et sont présentées à la **Figure 27**.

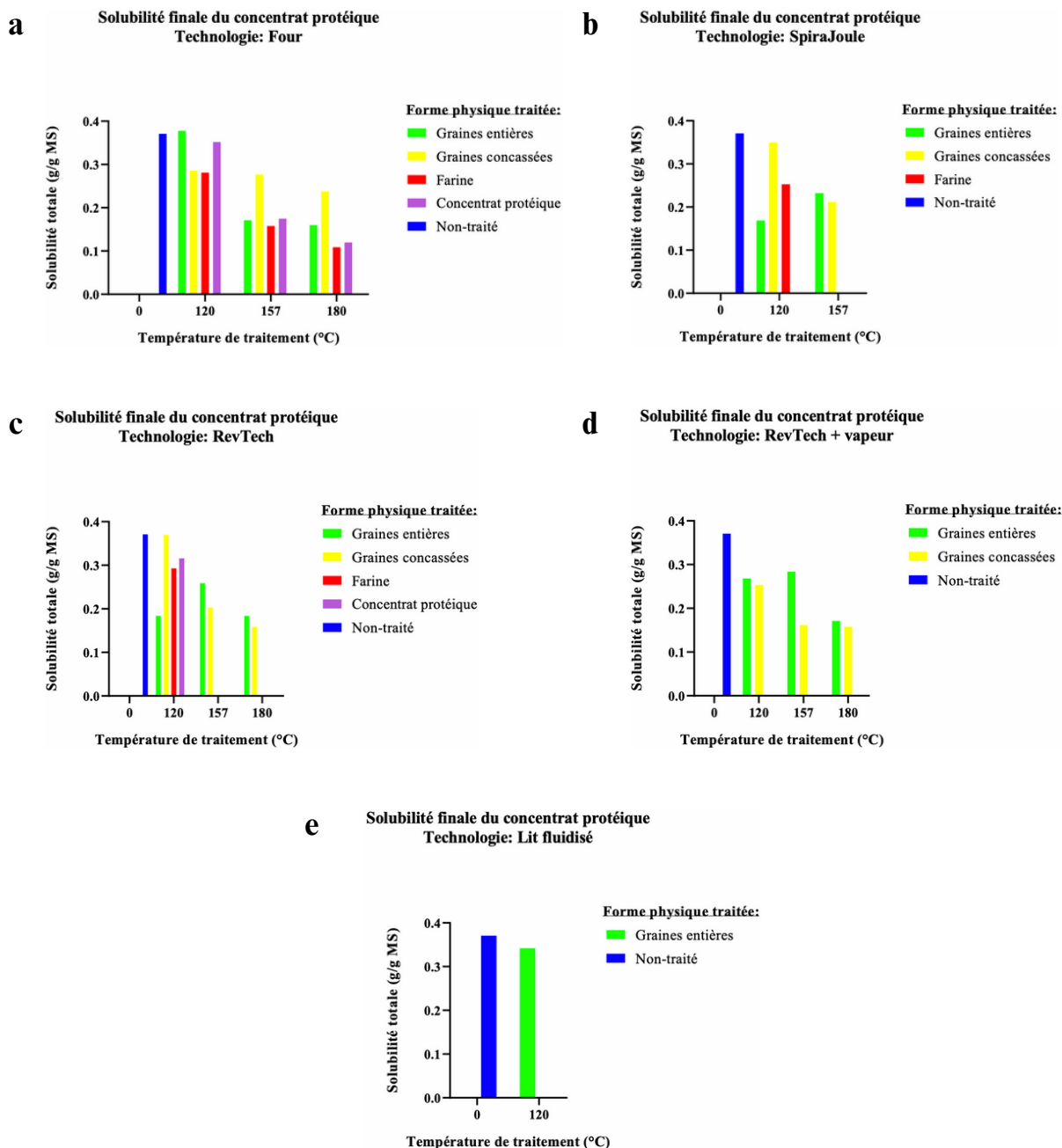


Figure 27 – Solubilité finale du concentrat protéique, en fonction de la température d'application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

La solubilité du concentrat non traité est de 0,371 g/g de matière sèche. Une baisse de la solubilité est observée après traitement thermique, accentuée par l'augmentation de la température de traitement, mais sans différence significative ($P < 0,05$) entre les différentes formes physiques traitées, ni entre les technologies comparées pour une même température. La solubilité la plus faible (0,109) est obtenue sur du concentrat issu de farine traitée à 180°C au four.

Le phénomène le plus notable est observé à partir des graines entières. Lorsque celles-ci sont traitées au RevTech, avec ou sans vapeur, ainsi qu'au SpiraJoule, la solubilité finale atteint

son maximum après un traitement à 157°C, contredisant ainsi la tendance générale observée. Cette augmentation de solubilité n'est pas constatée lorsque les graines entières sont soumises à un traitement au four.

Cependant, lors de la mise en solution d'un concentrat, les protéines ne constituent pas nécessairement les seules molécules solubilisées. Par exemple, la solubilité des concentrats présente une corrélation négative avec la teneur en matière grasse ($r = -0,294$) : plus cette teneur est élevée, plus la solubilité en solution aqueuse est faible. Afin de déterminer si la solubilité totale du concentrat résulte uniquement de la solubilité des protéines ou également de celle d'autres composés, la solubilité spécifique des protéines a été mesurée dans les mêmes conditions expérimentales (**Figure 28**).

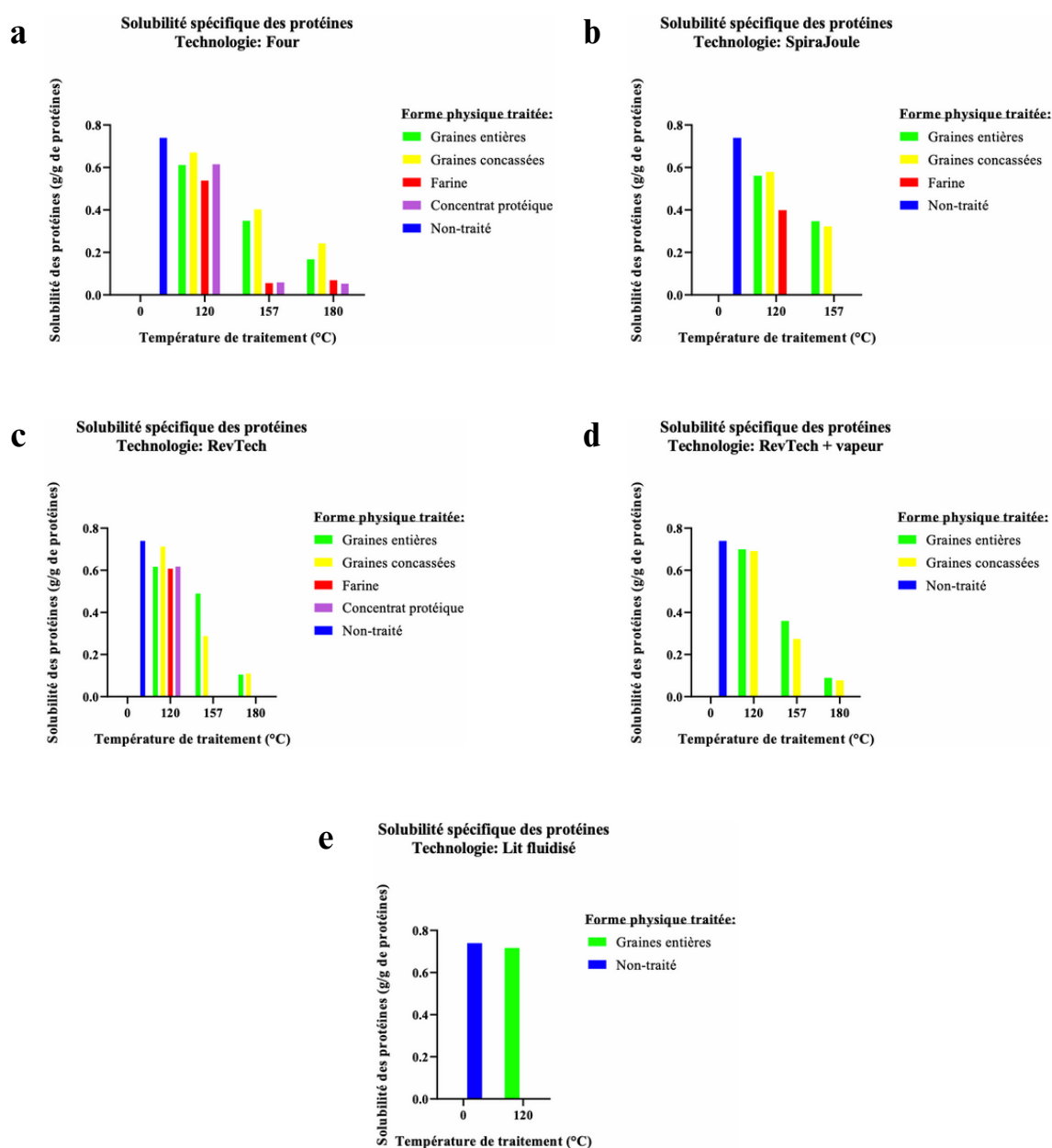


Figure 28 – Solubilité spécifique des protéines, en fonction de la température d'application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

La solubilité des protéines non traitées est de 0,740 g/g de protéines. L'application d'un traitement thermique provoque, dans toutes les conditions étudiées, une diminution de cette solubilité, diminution amplifiée par l'augmentation de la température de traitement. Les valeurs les plus faibles (0,053 à 0,069) sont obtenues pour les concentrats traités directement ou issus de farine, après un traitement à 157°C ou 180°C. Ce résultat s'explique par une exposition plus importante des protéines dans les formes poudreuses que dans les graines. Dans la littérature, les valeurs mesurées à pH neutre sont comparables à celles observées dans cette étude pour les échantillons non traités ou traités à 120°C. Par ailleurs, plusieurs travaux concordent pour situer le point isoélectrique des protéines de haricot mungo autour d'un pH compris entre 4,5 et 5 [25,26,33,35,36,39,43].

Pour comprendre l'effet de la chaleur sur l'ouverture et la dénaturation des structures protéiques du haricot mungo, il est essentiel de connaître leur organisation. Les principales protéines des graines sont des globulines de stockage : basiques (7S ; 3 %), de type viciline (8S ; 90 %) et de type légumineuse (11S ; 8 %). Les globulines 8S, dépourvues de liaisons disulfure — impliquées dans le repliement et les interactions intra- et inter-protéiques — peuvent néanmoins en acquérir par introduction de résidus cystéines, ce qui améliore notamment leur capacité gélifiante [89]. La globuline 8S est constituée de trois sous-unités identiques (≈ 96 , 97 et 48 Å), chacune formée d'un module de terminaison N et d'un module de terminaison C (**Figure 29**). Les modules N comptent 42 résidus impliqués dans des interactions hydrophobes, contre 34 pour les modules C, et un total de 20 liaisons hydrogène est présent. L'hydrophobicité de surface, significativement liée à la solubilité [90], est représentée en **Figure 30**. Cependant, la solubilité — particulièrement en milieu alcalin (pH > 7,0) — semble davantage gouvernée par des interactions charge-charge (ioniques) que par les interactions hydrophobes, indiquant que l'exposition des groupements hydrophobes ne constitue pas le seul facteur déterminant la solubilité des protéines.

Une corrélation positive élevée ($r = 0,818$) est observée entre la solubilité totale et la solubilité spécifique aux protéines, les deux présentant une même tendance de diminution avec l'augmentation de la température de traitement. En revanche, la solubilité totale est quasiment indépendante de la teneur en protéines ($r = 0,054$), indiquant la contribution d'autres composés à la solubilité globale. Par ailleurs, la solubilité protéique étant systématiquement plus faible après un traitement à 157°C qu'à 120°C, l'augmentation de la solubilité totale observée entre ces deux températures dans les conditions précédemment décrites ne peut être imputée aux protéines. Elle résulterait plutôt de composés non protéiques dont la solubilité est supérieure après un traitement à 157°C qu'à 120°C, lorsque la matière est traitée sous forme de graines entières ou concassées au RevTech ou au SpiraJoule. Afin de mieux comprendre la solubilisation globale du concentrat protéique, il serait pertinent d'évaluer séparément la solubilité de ces composés et d'analyser leurs interactions au sein de la matrice.

L'analyse des propriétés physico-chimiques du concentrat protéique a permis de caractériser l'impact des traitements thermiques sur sa couleur, son activité d'eau et sa solubilité, en mettant en évidence des tendances spécifiques selon la température, la technologie et la forme physique traitée. Ces résultats constituent une base essentielle pour interpréter les performances du concentrat protéique dans un contexte d'application. La section suivante s'intéresse donc aux propriétés techno-fonctionnelles, telles que les capacités de rétention d'eau et d'huile ainsi que les propriétés moussantes, afin d'évaluer leur potentiel dans des formulations alimentaires.

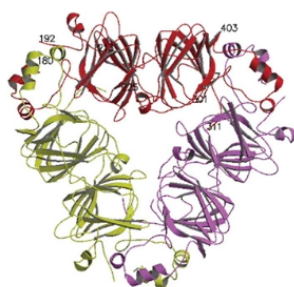


Figure 29 – Structure du trimère de la globuline 8S de haricot mungo. Les trois sous-unités sont représentées en rouge, violet et vert [90]

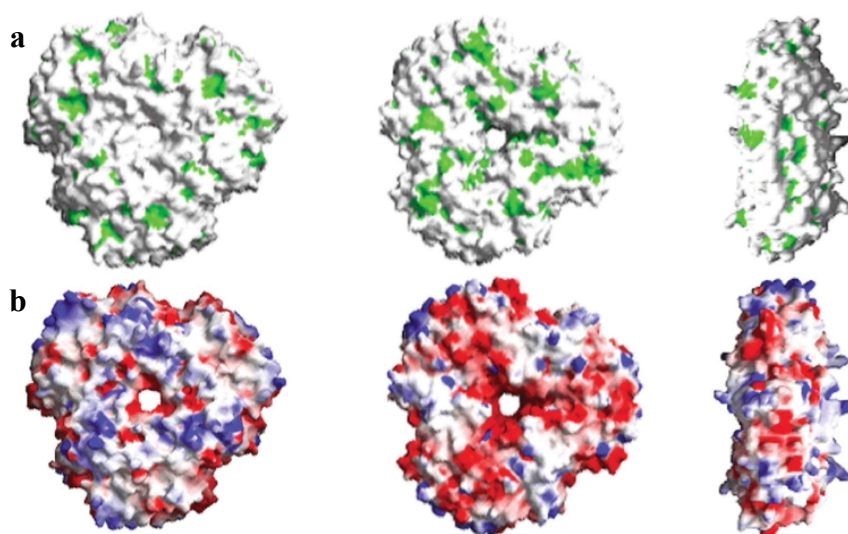


Figure 30 – (a) Résidus hydrophobes dans la structure de la protéine globuline 8S de haricot mungo (en vert) ; (b) Potentiel de surface électrostatique de la protéine globuline 8S de haricot mungo ($-15k_B T$ en rouge à $+15k_B T$ en bleu, où k_B est la constante de Boltzmann et T la température absolue (K)) [90]

6.4.6 Étude de l'impact des traitements thermiques sur les propriétés techno-fonctionnelles du concentrat protéique de haricot mungo

6.4.6.1 Objectifs

Outre l'influence des traitements thermiques sur la composition et les propriétés physico-chimiques intrinsèques du haricot mungo, il est essentiel d'en évaluer l'impact sur certaines propriétés techno-fonctionnelles, telles que la capacité de rétention d'eau, la capacité de rétention d'huile et les propriétés moussantes. Ces paramètres, étroitement liés au comportement des protéines et de la matrice dans un milieu alimentaire, sont directement sollicités lors de la formulation de produits. Ils constituent ainsi des indicateurs clés du potentiel fonctionnel et de la valeur applicative de l'ingrédient dans diverses applications alimentaires.

6.4.6.2 Étude de l'impact des traitements thermiques sur la capacité de rétention d'eau finale du concentrat protéique

L'objectif est d'évaluer l'effet des traitements thermiques étudiés sur la capacité de rétention d'eau du concentrat protéique. À cette fin, la capacité de rétention d'eau des différents échantillons traités a été analysée (**Figure 31**).

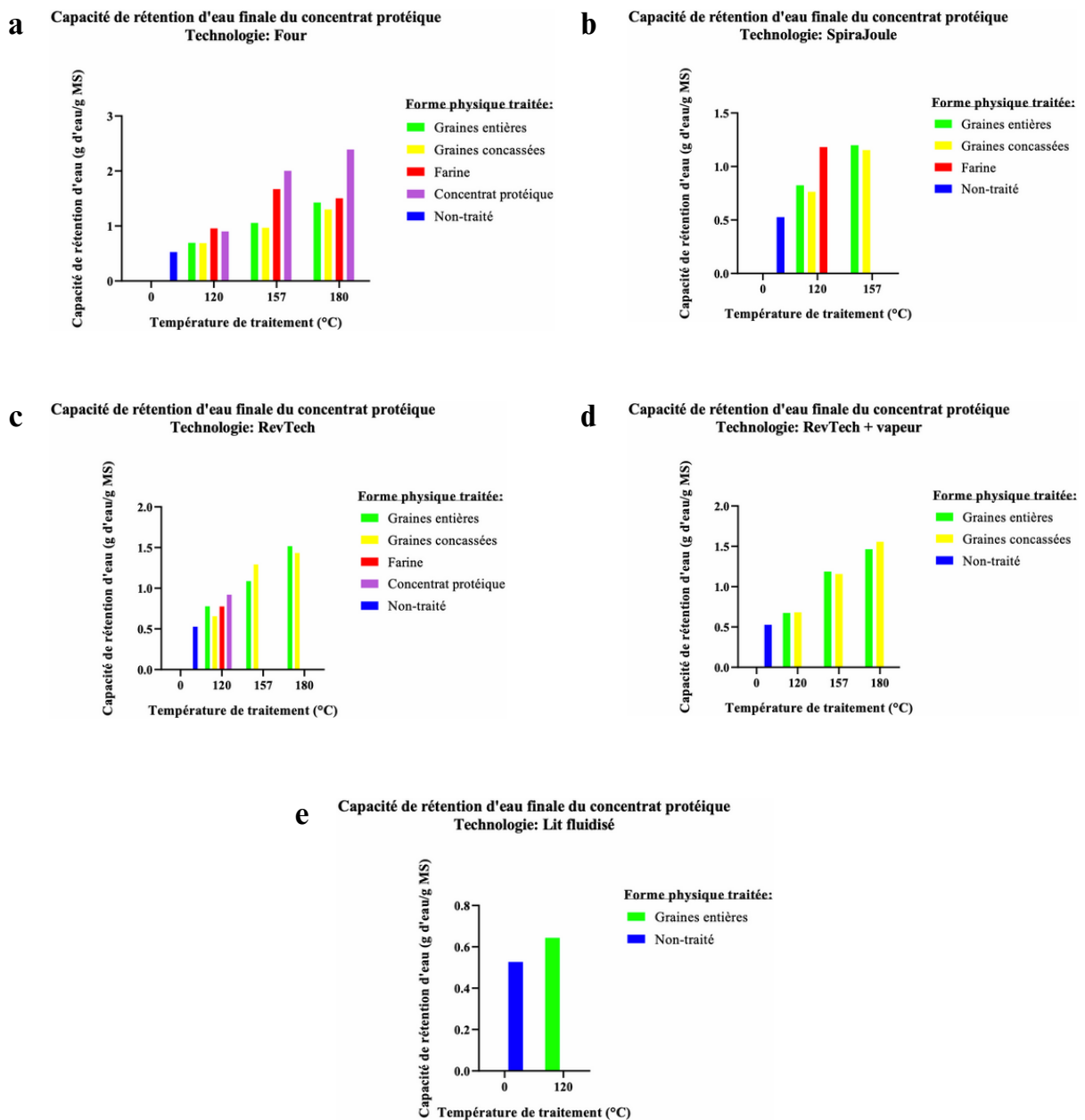


Figure 31 – Capacité de rétention d'eau finale du concentrat protéique, en fonction de la température d'application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

La capacité de rétention d'eau (CRE) du concentrat protéique non traité est de 0,527 g d'eau/g de matière sèche. Après traitement thermique, tous les échantillons présentent une CRE plus élevée, avec une augmentation proportionnelle à la température de traitement. La valeur maximale est mesurée pour le concentrat traité directement au four à 180°C. Les valeurs obtenues restent toutefois inférieures à celles rapportées dans la littérature [25,26,37,39,40], ces dernières ayant été établies sur des isolats protéiques de haricot mungo, composés presque exclusivement de protéines.

La CRE résulte soit de liaisons chimiques entre molécules d'eau et groupements hydrophiles (liaisons hydrogène), soit du piégeage mécanique de l'eau dans la structure du

produit [35]. Une CRE élevée ne traduit pas nécessairement une diminution de l'activité d'eau, car elle peut concerner aussi bien l'eau libre que l'eau liée. Lors d'un traitement thermique, la dénaturation des protéines entraîne la rupture des liaisons non covalentes et l'exposition de groupements hydrophobes initialement enfouis, qui s'agrègent par effet hydrophobe, réduisant la solubilité. Parallèlement, l'ouverture des structures protéiques met à découvert des groupements hydrophiles (-OH, -COOH, -NH₂) capables d'interagir et de former un réseau protéique retenant les molécules d'eau, ce qui accroît la CRE [35].

En effet, une corrélation négative marquée est observée entre la CRE et la solubilité totale ($r = -0,766$) ainsi qu'avec la solubilité spécifique des protéines ($r = -0,927$), un phénomène déjà rapporté pour diverses protéines de légumineuses [91]. Selon Z. Huang et al. (2024) [35], la solubilité, la CRE et la capacité de rétention d'huile (CRH) dépendent du contenu et de la répartition des groupes hydrophiles et hydrophobes des protéines. Une corrélation positive est également mise en évidence entre la CRE et la CRH ($r = 0,575$). Les protéines, molécules amphiphiles, peuvent établir à la fois des liaisons hydrophiles et lipophiles, particulièrement après dénaturation, lorsque ces groupements sont simultanément exposés. La formation d'un réseau protéique lors du chauffage peut ainsi piéger différents liquides, qu'il s'agisse d'eau ou d'huile.

Enfin, une corrélation positive est également observée avec la teneur totale en matière grasse ($r = 0,427$), ce qui suggère que, dans un concentrat protéique, d'autres composés que les protéines peuvent également contribuer à la rétention d'eau.

En conclusion, le traitement thermique accroît la capacité de rétention d'eau du concentrat protéique, effet amplifié par l'élévation de la température, sans différence significative ($P < 0,05$) entre les technologies ou les formes de matière traitées. En raison de la corrélation observée entre CRE et CRH, l'influence des traitements thermiques sur cette dernière a également été évaluée.

6.4.6.3 Étude de l'impact des traitements thermiques sur la capacité de rétention d'huile finale du concentrat protéique

L'objectif est d'évaluer l'effet potentiel des traitements thermiques comparés sur la capacité de rétention d'huile du concentrat protéique. À cette fin, la capacité de rétention d'huile des différents échantillons traités a été analysée (**Figure 32**).

La capacité de rétention d'huile (CRH) du concentrat non traité est de 1,023 g d'huile/g de matière sèche. Aucune variation significative ($P < 0,05$) n'est observée en fonction de la fraction traitée, de l'équipement utilisé ou de la température, à l'exception des concentrats traités directement au four, pour lesquels la CRH augmente progressivement, atteignant 1,446 ; 1,819 et 2,253 g d'huile/g MS après traitement à 120, 157 et 180°C, respectivement. Dans la littérature, les valeurs rapportées sont plus variables et généralement supérieures à celles obtenues dans cette étude [25,26,35,39,40,47], allant de 1,00 à 10,39 g d'huile/g selon, notamment, la porosité des structures protéiques [33]. La teneur en protéines plus élevée des isolats par rapport aux concentrats pourrait expliquer ces différences.

Des corrélations positives apparaissent entre la CRH et la teneur en protéines (0,566) ainsi qu'en lipides (0,352). Les valeurs maximales concernent les concentrats traités directement au four, à teneurs protéiques et lipidiques élevées. La CRH dépend surtout des protéines, de l'ouverture de leur structure et, secondairement, des lipides. Les hausses de CRE mais pas de CRH résulteraient d'une meilleure exposition des groupements hydrophiles plutôt que de la formation d'un réseau protéique piégeant eau et huile.

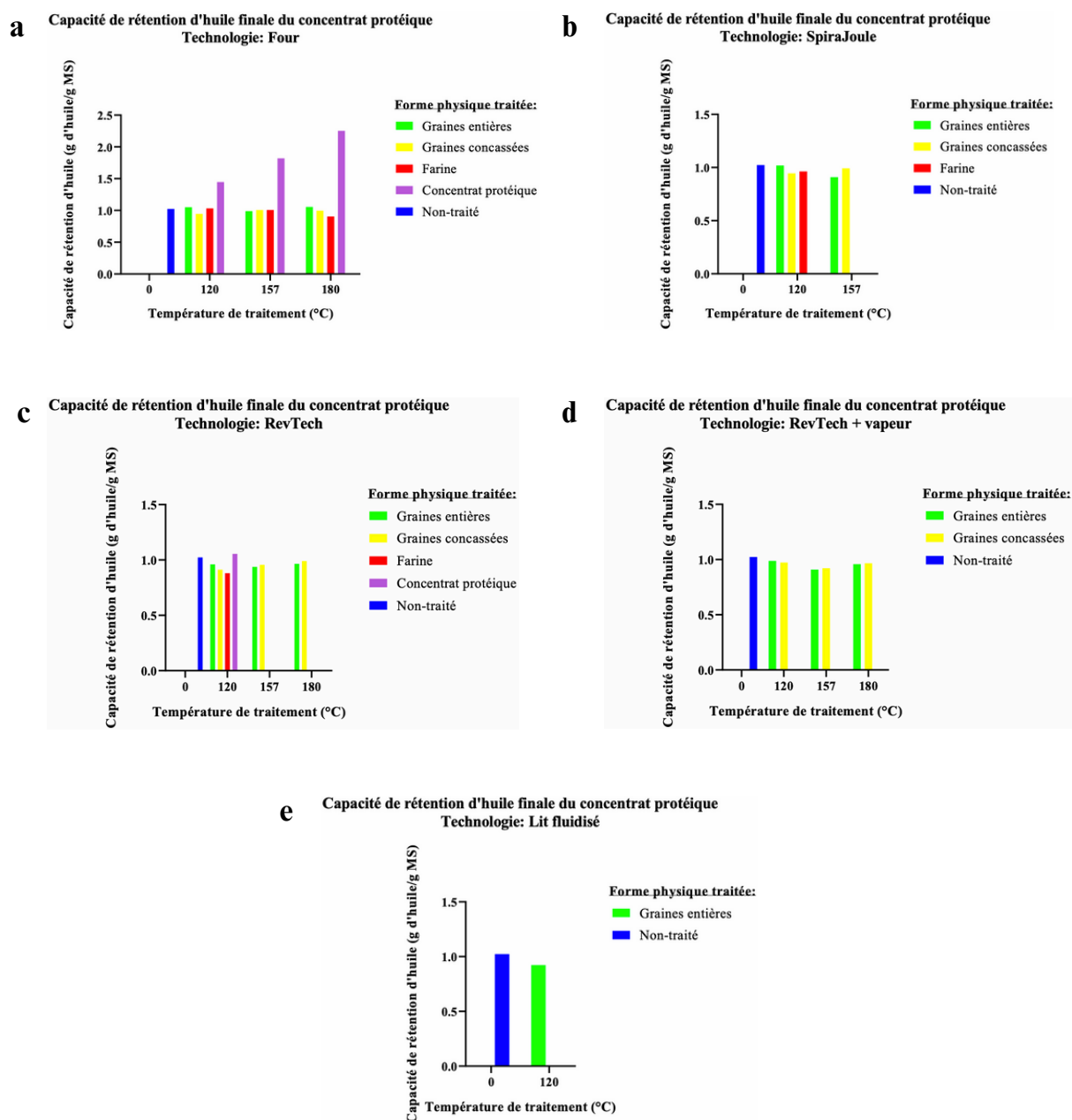


Figure 32 – Capacité de rétention d'huile finale du concentrat protéique, en fonction de la température d'application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

6.4.6.4 Étude de l'impact des traitements thermiques sur les propriétés moussantes finales du concentrat protéique

L'objectif est d'évaluer l'effet potentiel des traitements thermiques sur les propriétés moussantes du concentrat protéique. À cette fin, la capacité moussante des différents échantillons traités a été analysée (**Figure 33**).

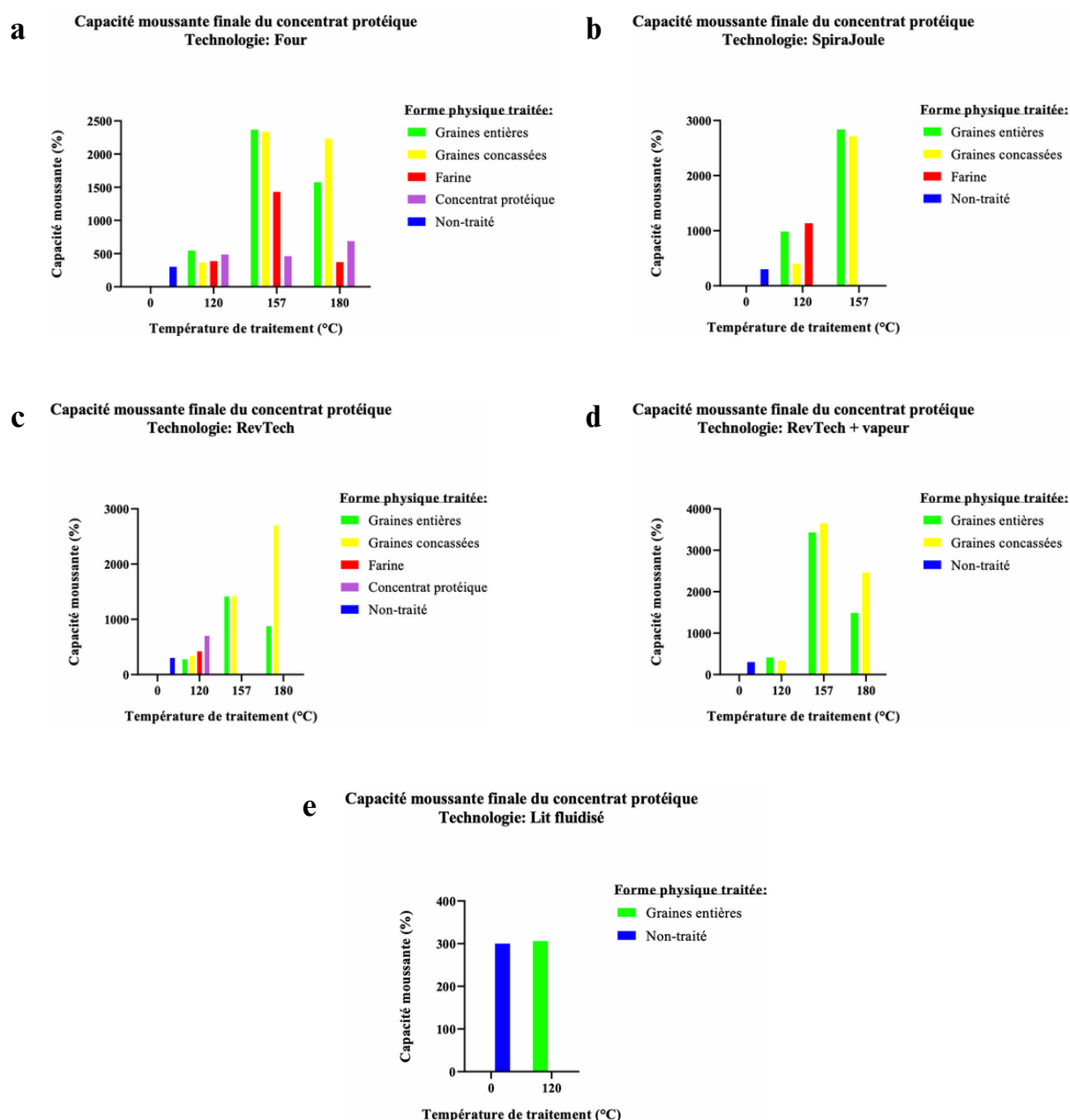


Figure 33 – Capacité moussante finale du concentrat protéique, en fonction de la température d'application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

La capacité moussante du concentrat non traité est de 300 %. Le traitement thermique entraîne une augmentation de cette capacité, sans différence significative ($P < 0,05$) entre les formes de matière traitées ni entre les technologies utilisées, à l'exception des traitements à 157°C. En effet, cette température conduit, dans la quasi-totalité des cas, aux capacités moussantes les plus élevées. Les valeurs mesurées à 180°C restent supérieures à celles obtenues à 120°C. La capacité maximale (3650 %) est enregistrée pour le concentrat issu de graines concassées traitées au RevTech à 157°C avec injection de vapeur.

Les valeurs obtenues sont difficilement comparables à la littérature en raison de différences dans les conditions expérimentales (quantité de solution utilisée, concentration, diamètre de la colonne, débit et durée d'insufflation d'air, agitation etc.).

Les propriétés moussantes reposent sur le caractère amphiphile des protéines, qui migrent à l'interface air-liquide lors de l'introduction de bulles d'air, orientant leurs groupes hydrophiles vers l'eau et leurs groupes hydrophobes vers l'air, et formant ainsi une couche viscoélastique agissant comme un tensioactif. Elles dépendent notamment de l'hydrophobicité interfaciale, de la flexibilité des chaînes, de la solubilité et du degré de dénaturation [39]. Cette dernière expose des groupements hydrophobes, renforçant l'amphiphilie, mais un excès réduit la capacité moussante [37], ce qui expliquerait la baisse observée entre les traitements à 180 et 157°C. L'absence de corrélation notable entre capacité moussante et teneur en protéines ($r = -0,170$) confirme que ces propriétés sont davantage déterminées par l'état physique et le degré de dénaturation que par la seule composition du concentrat.

Outre la capacité moussante, la stabilité de la mousse constitue un paramètre essentiel, reflétant sa persistance dans le temps. Elle a été évaluée après 1, 5 et 10 minutes, et exprimée en pourcentage de la capacité moussante maximale. Les résultats sont présentés à la **Figure 34**.

Il apparaît que l'application de traitements thermiques entraîne une diminution de la stabilité moussante, effet accentué par l'élévation de la température de traitement. Seul le concentrat protéique issu de graines entières traitées à 120°C au SpiraJoule présente une stabilité au cours du temps comparable à celle de l'échantillon non traité.

Une corrélation négative est observée entre la capacité et la stabilité moussante : plus la mousse formée est abondante, moins elle est stable. Selon F.H. Brishti et al. (2017) [26], une stabilité élevée résulte de la formation, par les protéines, d'un film cohésif, visqueux et gélatineux assuré par de solides interactions intermoléculaires. Ces résultats diffèrent de certaines données de la littérature, qui associent la capacité moussante à la solubilité des protéines [33]. En réalité, la capacité moussante dépend surtout de la rapidité avec laquelle les protéines migrent et s'étalent à l'interface air-liquide. M. Tarahi et al. (2024) [33] ont ainsi observé une forte capacité moussante en milieu alcalin ou neutre (loin du pI), mais une faible stabilité, attribuée à la haute solubilité des protéines et à la réduction des interactions entre elles. Dans la présente étude, une forte corrélation est relevée entre la stabilité moussante (aux trois temps mesurés) et la solubilité des protéines ($r = 0,847$; $r = 0,847$; $r = 0,806$), tandis qu'une corrélation inverse est observée avec la capacité moussante ($r = -0,477$). Il serait pertinent d'évaluer la stabilité sur une période plus longue, par exemple toutes les 15 minutes jusqu'à 60 minutes [30,34].

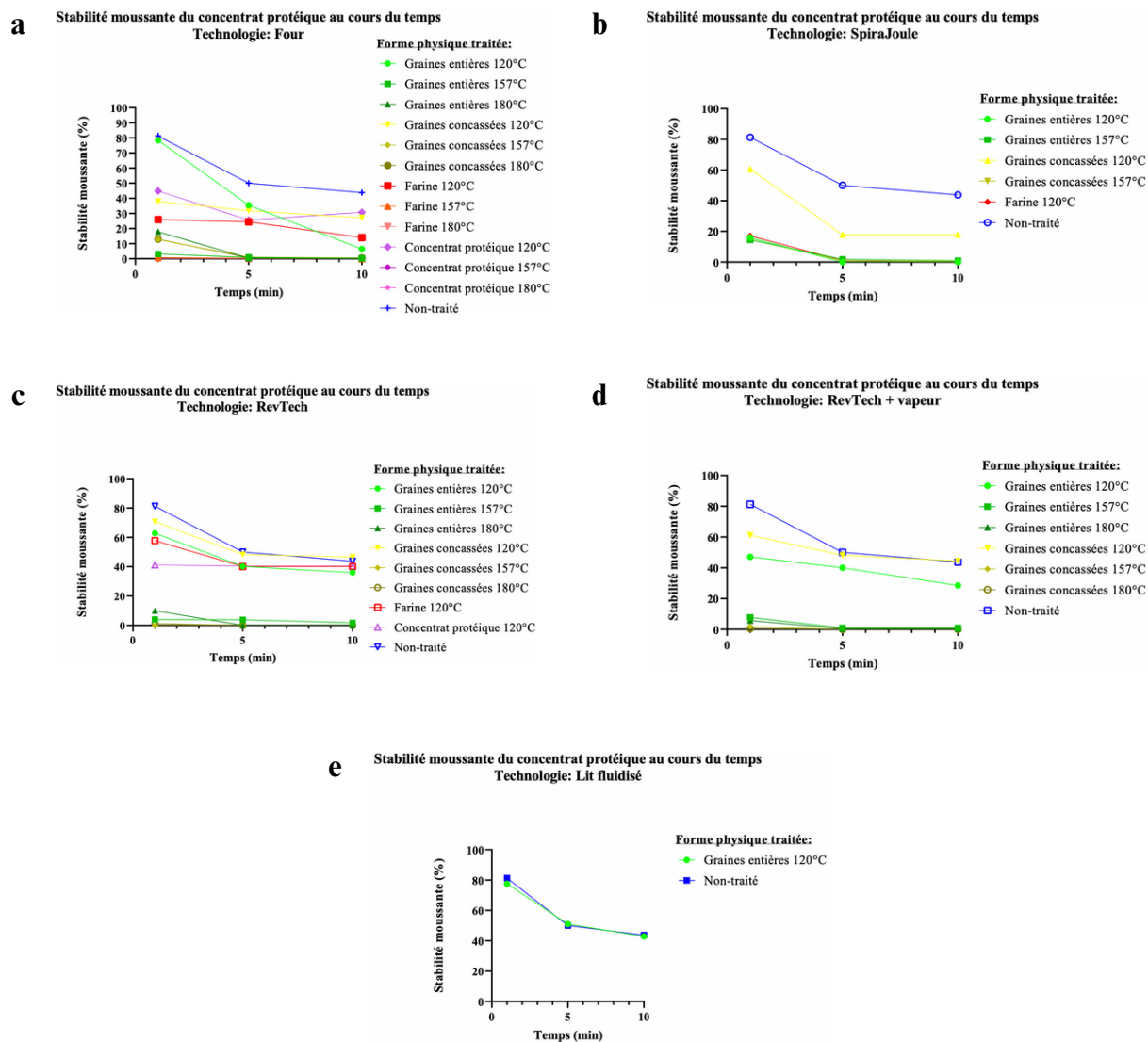


Figure 34 – Stabilité moussante finale du concentrat protéique au cours du temps, en fonction de la température d'application et de la forme physique de la matière traitée thermiquement. Les données sont regroupées par technologie de traitement : (a) Four ; (b) SpiraJoule ; (c) RevTech ; (d) RevTech + vapeur ; (e) Lit fluidisé

7 Conclusion et perspectives

En conclusion, la fonctionnalisation des protéines de haricot mungo représente un défi majeur pour l'industrie agroalimentaire, malgré leurs propriétés déjà prometteuses et leur fort potentiel applicatif. L'objectif principal de ce travail de fin d'études était d'obtenir un concentrat protéique fonctionnel pour diverses applications alimentaires à partir de cette source, en explorant les techniques de séparation et de concentration des protéines, ainsi que l'application de traitements thermiques.

La première étape du projet a consisté à optimiser le procédé d'obtention du concentrat protéique, en combinant les traitements de concassage, de micronisation et de classification par air. Le concassage a permis de réduire la taille des graines de haricot mungo, d'exposer leur centre et d'augmenter leur surface de contact, facilitant ainsi la micronisation et favorisant l'efficacité des traitements thermiques. La micronisation suivie de la classification par air ont permis d'atteindre une teneur en protéines de 44,27 %, avec un rendement massique d'environ un tiers, soit des valeurs inférieures à celles rapportées dans la littérature [33]. Si la diminution de la teneur en amidon a bien été confirmée, une augmentation relative des autres composés (fibres, matières grasses, sucres, etc.) a contribué à diluer la concentration protéique finale. Des investigations complémentaires sur les paramètres de micronisation et de classification par air pourraient permettre d'améliorer ces performances.

Avant l'application des traitements thermiques, la matière première a été caractérisée sous ses quatre formes physiques (graines entières, graines concassées, farine et concentrat protéique) afin d'anticiper les phénomènes susceptibles de survenir. Les étapes de concassage, micronisation et classification par air ont entraîné une baisse progressive de la teneur et de l'activité en eau, limitant potentiellement les risques d'oxydation lipidique et de brunissement non enzymatique. Une dégradation thermique marquée est observée à partir d'environ 240°C, jusqu'à 294,44°C pour les graines entières et 311,50°C pour le concentrat, avec des pertes de masse de 57,14 à 61,12 %. Ces températures étant supérieures à celles testées (120, 157 et 180°C), ces dégradations ont été évitées. La dénaturation des protéines intervient entre 143,59 et 151,15°C (ΔH : 0,755-1,724 J/g), leur gélification à 89,86°C (ΔH : 2,631 J/g), tandis que l'amidon gélit à 74,34°C (ΔH : 3,540 J/g). La présence et les interactions de divers constituants peuvent toutefois modifier ces paramètres, abaissant les températures de dénaturation et de gélification des protéines, et élevant celle de gélification de l'amidon.

Dans cette étude, la fonctionnalisation des protéines a été abordée par le traitement thermique, évalué pour son influence sur la composition, les propriétés physico-chimiques et techno-fonctionnelles du concentrat protéique de haricot mungo. Les effets de la forme physique traitée (pré-traitement sur graines entières, concassées ou farine, ou post-traitement sur le concentrat), du couple température/durée et de la technologie employée ont été analysés.

En résumé, les traitements thermiques étudiés influencent fortement la composition, les propriétés physico-chimiques et techno-fonctionnelles du concentrat protéique de haricot mungo. L'augmentation de la température de traitement entraîne globalement une baisse de la teneur en eau, de l'activité d'eau, de la solubilité (totale et protéique) et de la stabilité moussante au cours du temps, tout en favorisant l'enrichissement en protéines, hydrates de carbone, lipides, cendres, la valeur énergétique, la capacité de rétention d'eau et la capacité moussante. Les effets dépendent de la forme physique traitée, de la technologie et de la température : le traitement direct du concentrat engendre l'assombrissement et le brunissement le plus

important, mais permet également d'obtenir les plus faibles teneurs en eau et en activité d'eau, ainsi que les valeurs les plus élevées en protéines, matières grasses, valeur énergétique et capacités de rétention d'eau et d'huile, avantageuses pour des applications telles que les substituts de viande juteux ou les mousses végétales aérées, par exemple [14,25]. Le traitement de la farine au four à 180°C conduit à la teneur la plus élevée en hydrates de carbone totaux. Le concassage des graines favorise les traitements thermiques conduisant à la teneur en matière grasse la plus faible et à la teneur en cendres la plus élevée. L'injection de vapeur supplémentaire dans la tour de torréfaction RevTech mène à une reprise en eau et une augmentation de l'activité d'eau grâce à une capacité de rétention d'eau accrue après traitement à 180°C. Enfin, la combinaison du concassage des graines et de l'injection de vapeur dans la tour de torréfaction RevTech permet d'atteindre la plus haute capacité moussante (3650 %) après traitement à 157°C.

Ces résultats mettent en évidence le potentiel du traitement thermique pour moduler de manière ciblée les propriétés fonctionnelles des protéines de haricot mungo, ouvrant la voie à une adaptation fine en fonction du produit final visé.

La classification par air, moins consommatrice d'eau, de solvants et d'énergie que la production d'isolat, constitue une alternative plus durable. Les recherches futures pourraient se concentrer sur les interactions entre les différents composés au sein du concentrat protéique, dont les propriétés fonctionnelles dépendent d'un ensemble complexe et non seulement des protéines isolées. La majorité des études portant sur le haricot mungo utilise encore des isolats, soulignant le manque de données sur les concentrats. Une exploration des modifications des structures protéiques (secondaire, tertiaire et quaternaire) après traitement thermique, ainsi que l'évaluation de nouvelles températures et durées, permettrait de mieux comprendre les phénomènes observés. Enfin, la validation du concentrat dans des matrices alimentaires réelles, comme les émulsions, mousses végétales ou substituts de viande, confirmerait son potentiel industriel.

8 Bibliographie

- (1) Beghdadi, A. Dynamique d'assemblage de protéines végétales et animales sous l'impact de contraintes physiques: influence sur leurs propriétés technofonctionnelles.
- (2) Poquet, D.; Chambaron-Ginhac, S.; Issanchou, S.; Monnery-Patris, S. Interroger les représentations sociales afin d'identifier des leviers en faveur d'un rééquilibrage entre protéines animales et végétales : approche psychosociale. *Cahiers de Nutrition et de Diététique* **2017**, 52 (4), 193–201. <https://doi.org/10.1016/j.cnd.2017.05.002>.
- (3) Les protéines dans l'alimentation : vers un équilibre animal-végétal. *FFAS* **2019**.
- (4) Saillard, M.; Fine, F. Comment les oléoprotéagineux peuvent répondre au défi protéines? *OCL* **2016**, 23 (4), D401. <https://doi.org/10.1051/ocl/2016032>.
- (5) Guéguen, J.; Walrand, S.; Bourgeois, O. Les protéines végétales : contexte et potentiels en alimentation humaine. *Cahiers de Nutrition et de Diététique* **2016**, 51 (4), 177–185. <https://doi.org/10.1016/j.cnd.2016.02.001>.
- (6) Fundamentals of Proteins from Plant Sources for Sustainable and Nutritious Foods. In *Functionality of Plant Proteins*; Elsevier, 2024; pp 3–22. <https://doi.org/10.1016/b978-0-323-91721-6.00016-5>.
- (7) Advances in Pulse Foods. In *Pulse Foods*; Elsevier, 2021; pp 1–7. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-818184-3.00001-5>.
- (8) Introduction. In *Unit Operations in Food Grain Processing*; Elsevier, 2024; pp 1–26. <https://doi.org/10.1016/b978-0-443-18965-4.00001-7>.
- (9) Sebillotte, M.; Messean, A.; Lecoœur, H. Prospective: les protéines végétales et animales. Enjeux de société et défis pour l'agriculture et la recherche. Rapport final.
- (10) Guéguen J., Sanchez-Vioque R., Malabat C. Les protéines végétales : un réservoir de macromolécules multi-fonctionnelles. *OCL VOL.6 N°6* **1999**.
- (11) Combo, A. M. M.; Aguedo, M.; Paquot, M. Les oligosaccharides pectiques : production et applications possibles. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* **2011**.
- (12) Kyriakopoulou, K.; Keppler, J. K.; Van Der Goot, A. J. Functionality of Ingredients and Additives in Plant-Based Meat Analogues. *Foods* **2021**, 10 (3), 600. <https://doi.org/10.3390/foods10030600>.
- (13) *Plant Protein Foods*; Manickavasagan, A., Lim, L.-T., Ali, A., Eds.; Springer International Publishing: Cham, 2022. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-91206-2>.
- (14) Cornet, S. H. V.; Snel, S. J. E.; Schreuders, F. K. G.; Van Der Sman, R. G. M.; Beyrer, M.; Van Der Goot, A. J. Thermo-Mechanical Processing of Plant Proteins Using Shear Cell and High-Moisture Extrusion Cooking. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* **2022**, 62 (12), 3264–3280. <https://doi.org/10.1080/10408398.2020.1864618>.
- (15) Rabeta, H. N. Les polymères issus du végétal : matériaux à propriétés spécifiques pour des applications ciblées en industrie plastique. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* **2006**.
- (16) Crevieu-Gabriel, I. Digestion des protéines végétales chez les monogastriques. Exemple des protéines de pois. *INRA Prod. Anim.* **1999**, 12 (2), 147–161. <https://doi.org/10.20870/productions-animales.1999.12.2.3874>.
- (17) Mungbean, Production Guide. *Department of Agriculture Mimaropa*.
- (18) Mung bean, Production guideline. *Department Agriculture, Forestry and Fisheries, REPUBLIC OF SOUTH AFRICA*. **2010**.
- (19) Mung Bean. In *Pulses*; Springer International Publishing: Cham, 2020; pp 213–228. https://doi.org/10.1007/978-3-030-41376-7_12.
- (20) Mungbean production guide for cambodian conditions. *Australian Centre for International Agricultural Research*. **2015**.

- (21) Zhang, X.; Shang, P.; Qin, F.; Zhou, Q.; Gao, B.; Huang, H.; Yang, H.; Shi, H.; (Lucy) Yu, L. Chemical Composition and Antioxidative and Anti-Inflammatory Properties of Ten Commercial Mung Bean Samples. *LWT - Food Science and Technology* **2013**, *54* (1), 171–178. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2013.05.034>.
- (22) Mubarak, A. E. Nutritional Composition and Antinutritional Factors of Mung Bean Seeds (*Phaseolus Aureus*) as Affected by Some Home Traditional Processes. *Food Chemistry* **2005**, *89* (4), 489–495. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.01.007>.
- (23) Ebert, A. W.; Chang, C.-H.; Yan, M.-R.; Yang, R.-Y. Nutritional Composition of Mungbean and Soybean Sprouts Compared to Their Adult Growth Stage. *Food Chemistry* **2017**, *237*, 15–22. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.05.073>.
- (24) Anwar, F.; Latif, S.; Przybylski, R.; Sultana, B.; Ashraf, M. Chemical Composition and Antioxidant Activity of Seeds of Different Cultivars of Mungbean. *Journal of Food Science* **2007**, *72* (7). <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2007.00462.x>.
- (25) Wu, X.; Song, M.; Qiu, P.; Li, F.; Wang, M.; Zheng, J.; Wang, Q.; Xu, F.; Xiao, H. A Metabolite of Nobiletin, 4'-Demethylnobiletin and Atorvastatin Synergistically Inhibits Human Colon Cancer Cell Growth by Inducing G0/G1 Cell Cycle Arrest and Apoptosis. *Food Funct.* **2018**, *9* (1), 87–95. <https://doi.org/10.1039/c7fo01155e>.
- (26) Brishti, F.H., Zarei, M., Muhammad, S.K.S., Ismail-Fitry, M.R., Shukri, R., Saari, N. Evaluation of the functional properties of mung bean protein isolate for development of textured vegetable protein. *International Food Research Journal* **24**(4): 1595-1605. **2017**. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.133210>.
- (27) Van Hung, P.; Hoang Yen, N. T.; Lan Phi, N. T.; Ha Tien, N. P.; Thu Trung, N. T. Nutritional Composition, Enzyme Activities and Bioactive Compounds of Mung Bean (*Vigna Radiata* L.) Germinated under Dark and Light Conditions. *LWT* **2020**, *133*, 110100. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.110100>.
- (28) Kumar Dahiya, P.; Nout, M. J. R.; A. Van Boekel, M.; Khetarpaul, N.; Bala Grewal, R.; Linnemann, A. Nutritional Characteristics of Mung Bean Foods. *British Food Journal* **2014**, *116* (6), 1031–1046. <https://doi.org/10.1108/bfj-11-2012-0280>.
- (29) Hou, D.; Yousaf, L.; Xue, Y.; Hu, J.; Wu, J.; Hu, X.; Feng, N.; Shen, Q. Mung Bean (*Vigna Radiata* L.): Bioactive Polyphenols, Polysaccharides, Peptides, and Health Benefits. *Nutrients* **2019**, *11* (6), 1238. <https://doi.org/10.3390/nu11061238>.
- (30) Enyiukwu, D. N.; Chukwu, L. A.; Bassey, I. N. Nutrient and Anti-Nutrient Compositions of Cowpea (*Vigna Unguiculata*) and Mung Bean (*Vigna Radiata*) Seeds Grown in Humid Southeast Nigeria: A Comparison. *Intl J Trop Drylands* **2020**, *4* (2). <https://doi.org/10.13057/tropdrylands/t040202>.
- (31) Deraz, S. F.; Khalil, A. A. Strategies to Improve Protein Quality and Reduce Antinutritional Factors in Mung Bean.
- (32) Schlangen, M.; Taghian Dinani, S.; Schutyser, M. A. I.; Van Der Goot, A. J. Dry Fractionation to Produce Functional Fractions from Mung Bean, Yellow Pea and Cowpea Flour. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* **2022**, *78*, 103018. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2022.103018>.
- (33) Tarahi, M.; Abdolalizadeh, L.; Hedayati, S. Mung Bean Protein Isolate: Extraction, Structure, Physicochemical Properties, Modifications, and Food Applications. *Food Chemistry* **2024**, *444*, 138626. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.138626>.
- (34) Dumoulin, L.; Jacquet, N.; Malumba, P.; Richel, A.; Blecker, C. Dry and Wet Fractionation of Plant Proteins: How a Hybrid Process Increases Yield and Impacts Nutritional Value of Faba Beans Proteins. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* **2021**, *72*, 102747. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2021.102747>.

- (35) Huang, Z.; Li, Y.; Fan, M.; Qian, H.; Wang, L. Recent Advances in Mung Bean Protein: From Structure, Function to Application. *International Journal of Biological Macromolecules* **2024**, *273*, 133210. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.133210>.
- (36) Li, S.; Feng, X.; Hao, X.; Zhu, Y.; Zou, L.; Chen, X.; Yao, Y. A Comprehensive Review of Mung Bean Proteins: Extraction, Characterization, Biological Potential, Techno-functional Properties, Modifications, and Applications. *Comp Rev Food Sci Food Safe* **2023**, *22* (4), 3292–3327. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.13183>.
- (37) Du, M.; Xie, J.; Gong, B.; Xu, X.; Tang, W.; Li, X.; Li, C.; Xie, M. Extraction, Physicochemical Characteristics and Functional Properties of Mung Bean Protein. *Food Hydrocolloids* **2018**, *76*, 131–140. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.01.003>.
- (38) Ashraf, J.; Liu, L.; Awais, M.; Xiao, T.; Wang, L.; Zhou, X.; Tong, L.-T.; Zhou, S. Effect of Thermosonication Pre-Treatment on Mung Bean (*Vigna Radiata*) and White Kidney Bean (*Phaseolus Vulgaris*) Proteins: Enzymatic Hydrolysis, Cholesterol Lowering Activity and Structural Characterization. *Ultrasonics Sonochemistry* **2020**, *66*, 105121. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105121>.
- (39) Yi-Shen, Z.; Shuai, S.; FitzGerald, R. Mung Bean Proteins and Peptides: Nutritional, Functional and Bioactive Properties. *Food & Nutrition Research* **2018**, *62* (0). <https://doi.org/10.29219/fnr.v62.1290>.
- (40) Ashraf, Z. U.; Gani, A.; Shah, A.; Gani, A. Techno-Functional Characterization of Pulse Proteins (Broad Bean, Mung Bean, and Lentil Bean) as Sustainable Plant-Based Meat and Dairy Alternatives. *ACS Food Sci. Technol.* **2024**, *4* (6), 1341–1351. <https://doi.org/10.1021/acsfoodscitech.3c00657>.
- (41) EFSA Panel on Nutrition, Novel Foods and Food Allergens (NDA); Turck, D.; Bohn, T.; Castenmiller, J.; De Henauw, S.; Hirsch-Ernst, K. I.; Maciuk, A.; Mangelsdorf, I.; McArdle, H. J.; Naska, A.; Pelaez, C.; Pentieva, K.; Siani, A.; Thies, F.; Tsabouri, S.; Vinceti, M.; Cubadda, F.; Frenzel, T.; Heinonen, M.; Maradona, M. P.; Marchelli, R.; Neuhäuser-Berthold, M.; Poulsen, M.; Schlatter, J. R.; van Loveren, H.; Fernandez, A.; Knutsen, H. K. Safety of Mung Bean Protein as a Novel Food Pursuant to Regulation (EU) 2015/2283. *EFSA* **2021**, *19* (10). <https://doi.org/10.2903/j.efsa.2021.6846>.
- (42) Hossain Brishti, F.; Chay, S. Y.; Muhammad, K.; Rashedi Ismail-Fitry, M.; Zarei, M.; Karthikeyan, S.; Caballero-Briones, F.; Saari, N. Structural and Rheological Changes of Texturized Mung Bean Protein Induced by Feed Moisture during Extrusion. *Food Chemistry* **2021**, *344*, 128643. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.128643>.
- (43) Xue, Z.; Wang, C.; Zhai, L.; Yu, W.; Chang, H.; Kou, X.; Zhou, F. Bioactive Compounds and Antioxidant Activity of Mung Bean (*Vigna Radiata* L.), Soybean (*Glycine Max* L.) and Black Bean (*Phaseolus Vulgaris* L.) during the Germination Process. *Czech J. Food Sci.* **2016**, *34* (1), 68–78. <https://doi.org/10.17221/434/2015-cjfs>.
- (44) Ifeanchio, M.O., Ezecheta, C.C. Effect of domestic food processing methods on anti nutrients, some mineral content and functional properties of mungbean (*Vigna radiata*) flours. *Journal of Dietitians Association of Nigeria (JDAN) Volume 11 Number 1*. **2020**. <http://www.jdan.org.ng/>
- (45) Shi, Z.; Yao, Y.; Zhu, Y.; Ren, G. Nutritional Composition and Antioxidant Activity of Twenty Mung Bean Cultivars in China. *The Crop Journal* **2016**, *4* (5), 398–406. <https://doi.org/10.1016/j.cj.2016.06.011>.
- (46) Huang, P.-H.; Cheng, Y.-T.; Chan, Y.-J.; Lu, W.-C.; Li, P.-H. Effect of Heat Treatment on Nutritional and Chromatic Properties of Mung Bean (*Vigna Radiata* L.). *Agronomy* **2022**, *12* (6), 1365. <https://doi.org/10.3390/agronomy12061365>.
- (47) Sun, J.; Li, Y.; Cheng, X.; Zhang, H.; Yu, J.; Zhang, L.; Qiu, Y.; Diao, J.; Wang, C. Metabolomic Analysis of Flavour Development in Mung Bean Foods: Impact of Thermal

- Processing and Storage on Precursor and Volatile Compounds. *Foods* **2025**, *14* (5), 797. <https://doi.org/10.3390/foods14050797>.
- (48) Chandrasiri, S. D.; Liyanage, R.; Vidanarachchi, J. K.; Weththasinghe, P.; Jayawardana, B. C. Does Processing Have a Considerable Effect on the Nutritional and Functional Properties of Mung Bean (*Vigna Radiata*)? *Procedia Food Science* **2016**, *6*, 352–355. <https://doi.org/10.1016/j.profoo.2016.02.071>.
 - (49) Hou, D.; Feng, Q.; Niu, Z.; Wang, L.; Yan, Z.; Zhou, S. Promising Mung Bean Proteins and Peptides: A Comprehensive Review of Preparation Technologies, Biological Activities, and Their Potential Applications. *Food Bioscience* **2023**, *55*, 102972. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2023.102972>.
 - (50) Ong, D. S. M.; Lee, H. W.; Yeo, M. T. Y.; Chiang, J. H. Nutritional, Anti-Nutrient, Stability and Organoleptic Characterisation of Plant-Based Milk Alternatives Derived from Adzuki Bean (*Vigna Angularis*) and Mung Bean (*Vigna Radiata*). *Future Foods* **2024**, *10*, 100402. <https://doi.org/10.1016/j.fufo.2024.100402>.
 - (51) Brishti, F. H.; Chay, S. Y.; Muhammad, K.; Ismail-Fitry, M. R.; Zarei, M.; Karthikeyan, S.; Saari, N. Effects of Drying Techniques on the Physicochemical, Functional, Thermal, Structural and Rheological Properties of Mung Bean (*Vigna Radiata*) Protein Isolate Powder. *Food Research International* **2020**, *138*, 109783. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109783>.
 - (52) Chesneau, G. Guillevic, M., Germain, A., Juin, H., Lessire, M., Chapoutot, P., Noziere, P., Burel, C., Labussiere, E. Procédé de traitement de graines protéagineuses en vue d'améliorer leur valorisation à titre d'aliments. *A23J 1/14 (2006.01)*. **2019**.
 - (53) Mahidol University; Prachansuwan, A.; Kriengsinyos, W.; Mahidol University; Judprasong, K.; Mahidol University; Kovitvadhi, A.; Kasetsart University; Chundang, P.; Kasetsart University. Effect of Different Pre-Boiling Treatment on in Vitro Protein and Amino Acid Digestibility of Mung Beans [*Vigna Radiata* (L.) Wilczek]. *Mal J Nutr* **2020**, *25* (3), 361–375. <https://doi.org/10.31246/mjn-2019-0046>.
 - (54) Zhang, S.; Sheng, Y.; Feng, Y.; Diao, J.; Wang, C.; Zhang, D. Changes in Structural and Functional Properties of Globulin–Polyphenol Complexes in Mung Beans: Exploration under Different Interaction Ratios and Heat Treatment Conditions. *Int J of Food Sci Tech* **2022**, *57* (4), 1920–1935. <https://doi.org/10.1111/ijfs.15180>.
 - (55) Cornet, S. H. V.; Snel, S. J. E.; Schreuders, F. K. G.; Van Der Sman, R. G. M.; Beyrer, M.; Van Der Goot, A. J. Thermo-Mechanical Processing of Plant Proteins Using Shear Cell and High-Moisture Extrusion Cooking. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* **2022**, *62* (12), 3264–3280. <https://doi.org/10.1080/10408398.2020.1864618>.
 - (56) Crevieu-Gabriel, I. Digestion des protéines végétales chez les monogastriques. Exemple des protéines de pois. *INRA Prod. Anim.* **1999**, *12* (2), 147–161. <https://doi.org/10.20870/productions-animales.1999.12.2.3874>.
 - (57) Purwanti, N.; Smiddy, M.; Jan Van Der Goot, A.; De Vries, R.; Alting, A.; Boom, R. Modulation of Rheological Properties by Heat-Induced Aggregation of Whey Protein Solution. *Food Hydrocolloids* **2011**, *25* (6), 1482–1489. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.02.027>.
 - (58) Guéguen J., Sanchez-Vioque R., Malabat C. Les protéines végétales : un réservoir de macromolécules multi-fonctionnelles. *OCL VOL.6 N°6* **1999**.
 - (59) Crevieu-Gabriel, I. Digestion des protéines végétales chez les monogastriques. Exemple des protéines de pois. *INRA Prod. Anim.* **1999**, *12* (2), 147–161. <https://doi.org/10.20870/productions-animales.1999.12.2.3874>.
 - (60) Chitra, U.; Singh, U.; Venkateswara Rao, P. Phytic Acid, in Vitro Protein Digestibility, Dietary Fiber, and Minerals of Pulses as Influenced by Processing Methods. *Plant Food Hum Nutr* **1996**, *49* (4), 307–316. <https://doi.org/10.1007/bf01091980>.

- (61) Hoover, R.; Li, Y. X.; Hynes, G.; Senanayake, N. Physicochemical Characterization of Mung Bean Starch. *Food Hydrocolloids* **1997**, *11* (4), 401–408. [https://doi.org/10.1016/s0268-005x\(97\)80037-9](https://doi.org/10.1016/s0268-005x(97)80037-9).
- (62) Liu, W.; Shen, Q. Studies on the Physicochemical Properties of Mung Bean Starch from Sour Liquid Processing and Centrifugation. *Journal of Food Engineering* **2007**, *79* (1), 358–363. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.01.065>.
- (63) Li, W.; Shu, C.; Zhang, P.; Shen, Q. Properties of Starch Separated From Ten Mung Bean Varieties and Seeds Processing Characteristics. *Food Bioprocess Technol* **2011**, *4* (5), 814–821. <https://doi.org/10.1007/s11947-010-0421-6>.
- (64) Sirikulchayanont, P.; Jayanta, S.; Pradipasena, P.; Miyawaki, O. Characteristics of Microparticulated Particles from Mung Bean Protein. *International Journal of Food Properties* **2007**, *10* (3), 621–630. <https://doi.org/10.1080/10942910601051212>.
- (65) Peters, J. P. C. M.; Vergeldt, F. J.; Boom, R. M.; Van Der Goot, A. J. Water-Binding Capacity of Protein-Rich Particles and Their Pellets. *Food Hydrocolloids* **2017**, *65*, 144–156. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.11.015>.
- (66) Trout, G. R. Techniques for Measuring Water-Binding Capacity in Muscle Foods—A Review of Methodology. *Meat Science* **1988**, *23* (4), 235–252. [https://doi.org/10.1016/0309-1740\(88\)90009-5](https://doi.org/10.1016/0309-1740(88)90009-5).
- (67) Chou, D. H.; Morr, C. V. Protein-water Interactions and Functional Properties. *J Americ Oil Chem Soc* **1979**, *56* (1). <https://doi.org/10.1007/bf02671785>.
- (68) Boumediene, T. Etude théorique et expérimentale du séchage solaire des feuilles de la menthe verte (*Mentha viridis*).
- (69) Wei, X.; Ma, X.; Peng, X.; Yao, Z.; Yang, F.; Dai, M. Comparative Investigation between Co-Pyrolysis Characteristics of Protein and Carbohydrate by TG-FTIR and Py-GC/MS. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis* **2018**, *135*, 209–218. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2018.08.031>.
- (70) Leng, L.; Yang, L.; Chen, J.; Leng, S.; Li, H.; Li, H.; Yuan, X.; Zhou, W.; Huang, H. A Review on Pyrolysis of Protein-Rich Biomass: Nitrogen Transformation. *Bioresource Technology* **2020**, *315*, 123801. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2020.123801>.
- (71) Wang, X.; Sheng, L.; Yang, X. Pyrolysis Characteristics and Pathways of Protein, Lipid and Carbohydrate Isolated from Microalgae *Nannochloropsis* Sp. *Bioresource Technology* **2017**, *229*, 119–125. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.01.018>.
- (72) Tian, Y.; Li, Y.; Xu, X.; Jin, Z. Starch Retrogradation Studied by Thermogravimetric Analysis (TGA). *Carbohydrate Polymers* **2011**, *84* (3), 1165–1168. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.01.006>.
- (73) Liu, Y.; Yang, L.; Ma, C.; Zhang, Y. Thermal Behavior of Sweet Potato Starch by Non-Isothermal Thermogravimetric Analysis. *Materials* **2019**, *12* (5), 699. <https://doi.org/10.3390/ma12050699>.
- (74) Balcik-Canbolat, C.; Ozbey, B.; Dizge, N.; Keskinler, B. Pyrolysis of Commingled Waste Textile Fibers in a Batch Reactor: Analysis of the Pyrolysis Gases and Solid Product. *International Journal of Green Energy* **2017**, *14* (3), 289–294. <https://doi.org/10.1080/15435075.2016.1255634>.
- (75) Isola, M.; Colucci, G.; Diana, A.; Sin, A.; Tonani, A.; Maurino, V. Thermal Properties and Decomposition Products of Modified Cotton Fibers by TGA, DSC, and Py–GC/MS. *Polymer Degradation and Stability* **2024**, *228*, 110937. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2024.110937>.
- (76) Abidi, N.; Hequet, E.; Ethridge, D. Thermogravimetric Analysis of Cotton Fibers: Relationships with Maturity and Fineness. *J of Applied Polymer Sci* **2007**, *103* (6), 3476–3482. <https://doi.org/10.1002/app.24465>.

- (77) Yao, M.; Tian, Y.; Yang, W.; Huang, M.; Zhou, S.; Liu, X. The Multi-Scale Structure, Thermal and Digestion Properties of Mung Bean Starch. *International Journal of Biological Macromolecules* **2019**, *131*, 871–878. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.03.102>.
- (78) Li, W.; Shu, C.; Zhang, P.; Shen, Q. Properties of Starch Separated From Ten Mung Bean Varieties and Seeds Processing Characteristics. *Food Bioprocess Technol* **2011**, *4* (5), 814–821. <https://doi.org/10.1007/s11947-010-0421-6>.
- (79) Awais, M.; Ashraf, J.; Wang, L.; Liu, L.; Yang, X.; Tong, L.-T.; Zhou, X.; Zhou, S. Effect of Controlled Hydrothermal Treatments on Mung Bean Starch Structure and Its Relationship with Digestibility. *Foods* **2020**, *9* (5), 664. <https://doi.org/10.3390/foods9050664>.
- (80) Sirikong, P.; Weerawatanakorn, M.; Chittrakorn, S. PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES OF PREGELATINIZED MUNG BEAN FLOUR BY DRUM DRYING AND EXTRUSION PROCESS. **2016**.
- (81) Unal, H.; Isik, E.; Izli, N.; Tekin, Y. Geometric and Mechanical Properties of Mung Bean (*Vigna Radiata*L.) Grain: Effect of Moisture. *International Journal of Food Properties* **2008**, *11* (3), 585–599. <https://doi.org/10.1080/10942910701573024>.
- (82) Runyon, J. R.; Sunilkumar, B. A.; Nilsson, L.; Rascon, A.; Bergenstahl, B. The Effect of Heat Treatment on the Soluble Protein Content of Oats. *Journal of Cereal Science* **2015**, *65*, 119–124. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2015.06.008>.
- (83) Dahiya, P. K.; Linnemann, A. R.; Van Boekel, M. A. J. S.; Khetarpaul, N.; Grewal, R. B.; Nout, M. J. R. Mung Bean: Technological and Nutritional Potential. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* **2015**, *55* (5), 670–688. <https://doi.org/10.1080/10408398.2012.671202>.
- (84) Moser, C.; Herman, K. Method for the Rapid Determination of Protein in Meats Using the CEM Sprint™ Protein Analyzer: Collaborative Study. *J. AOAC Int* **2011**, *94* (5), 1555–1561. https://doi.org/10.5740/jaoacint.cs2011_04.
- (85) Amamcharla, J. K.; Metzger, L. E. Evaluation of a Rapid Protein Analyzer for Determination of Protein in Milk and Cream. *Journal of Dairy Science* **2010**, *93* (8), 3846–3857. <https://doi.org/10.3168/jds.2009-2959>.
- (86) Urh, J. J. Reprinted from American Laboratory October 2008.
- (87) Todaro, L.; Rita, A.; Cetera, P.; D'Auria, M. Thermal Treatment Modifies the Calorific Value and Ash Content in Some Wood Species. *Fuel* **2015**, *140*, 1–3. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2014.09.060>.
- (88) Hui, Y. H. *Food Biochemistry and Food Processing*; Blackwell publ: Ames (Iowa), 2006.
- (89) Adachi, M.; Chunying, H.; Utsumi, S. Effects of Designed Sulfhydryl Groups and Disulfide Bonds into Soybean Proglycinin on Its Structural Stability and Heat-Induced Gelation. *J. Agric. Food Chem.* **2004**, *52* (18), 5717–5723. <https://doi.org/10.1021/jf0496595>.
- (90) Itoh, T.; Garcia, R. N.; Adachi, M.; Maruyama, Y.; Tecson-Mendoza, E. M.; Mikami, B.; Utsumi, S. Structure of 8S α Globulin, the Major Seed Storage Protein of Mung Bean. *Acta Crystallogr D Biol Crystallogr* **2006**, *62* (7), 824–832. <https://doi.org/10.1107/s090744490601804x>.
- (91) Ramanzin, M.; Bailoni, L.; Bittante, G. Solubility, Water-Holding Capacity, and Specific Gravity of Different Concentrates. *Journal of Dairy Science* **1994**, *77* (3), 774–781. [https://doi.org/10.3168/jds.s0022-0302\(94\)77012-0](https://doi.org/10.3168/jds.s0022-0302(94)77012-0).

9 Annexes



Figure 5 – Microniseur pilote, Castle Ingredients®



Figure 6 – Classificateur pilote, SEPARANO 2090, NOLL, Castle Ingredients®



Figure 7 – Lit fluidisé Deltalab, Gembloux Agro-Bio Tech



Figure 8 – Tour de torréfaction RevTech pilote, Castle Ingredients®



Figure 9 – Convoyeur à vis chauffé électriquement SpiraJoule pilote, Castle Ingredients®

Tableau 14 – Paramètres colorimétriques L^* , a^* , b^* et L , a , b du concentrat protéique, en fonction de la forme physique traitée, du couple température/durée appliqué et de la technologie employée pour le traitement thermique

| Paramètres | L^* | a^* | b^* | L | a | b |
|--|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| Concentrat Aucun Aucun | $91,81 \pm 0,04$ | $-0,22 \pm 0,02$ | $13,43 \pm 0,05$ | $89,60 \pm 0,05$ | $-0,22 \pm 0,02$ | $12,04 \pm 0,04$ |
| G.E. Four 120°C/30 min | $90,32 \pm 0,01$ | $0,31 \pm 0,01$ | $14,34 \pm 0,01$ | $87,75 \pm 0,01$ | $0,31 \pm 0,01$ | $12,68 \pm 0,01$ |
| G.E. Four 157°C/30 min | $89,43 \pm 0,02$ | $0,85 \pm 0,01$ | $15,93 \pm 0,03$ | $86,65 \pm 0,02$ | $0,83 \pm 0,01$ | $13,91 \pm 0,02$ |
| G.E. Four 180°C/30 min | $80,75 \pm 0,00$ | $4,30 \pm 0,01$ | $20,23 \pm 0,02$ | $76,17 \pm 0,01$ | $4,10 \pm 0,01$ | $16,33 \pm 0,02$ |
| G.E. Lit fluidisé 120°C/30 min | $91,55 \pm 0,01$ | $-0,28 \pm 0,01$ | $13,48 \pm 0,03$ | $89,28 \pm 0,06$ | $-0,28 \pm 0,01$ | $12,06 \pm 0,03$ |
| G.E. RevTech 120°C/30 min | $89,81 \pm 0,04$ | $0,30 \pm 0,03$ | $13,99 \pm 0,07$ | $87,12 \pm 0,05$ | $0,29 \pm 0,03$ | $12,37 \pm 0,05$ |
| G.E. RevTech 157°C/30 min | $90,75 \pm 0,02$ | $-0,15 \pm 0,01$ | $13,52 \pm 0,02$ | $88,28 \pm 0,02$ | $-0,15 \pm 0,01$ | $12,04 \pm 0,01$ |
| G.E. RevTech 180°C/30 min | $87,16 \pm 0,04$ | $1,81 \pm 0,00$ | $19,07 \pm 0,02$ | $83,86 \pm 0,04$ | $1,77 \pm 0,00$ | $16,13 \pm 0,01$ |
| G.E. RevTech + vapeur 120°C/30 min | $91,47 \pm 0,02$ | $-0,32 \pm 0,01$ | $13,74 \pm 0,02$ | $89,18 \pm 0,02$ | $-0,31 \pm 0,00$ | $12,27 \pm 0,02$ |
| G.E. RevTech + vapeur 157°C/30 min | $85,24 \pm 0,04$ | $1,52 \pm 0,03$ | $12,94 \pm 0,02$ | $81,53 \pm 0,05$ | $1,47 \pm 0,02$ | $11,22 \pm 0,01$ |

| | | | | | | |
|---|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| G.E. RevTech + vapeur 180°C/30 min | 86,76 ± 0,01 | 1,88 ± 0,01 | 19,31 ± 0,05 | 83,37 ± 0,01 | 1,83 ± 0,01 | 16,27 ± 0,03 |
| G.E. SpiraJoule 120°C/30 min | 90,68 ± 0,02 | 0,32 ± 0,00 | 14,97 ± 0,05 | 88,20 ± 0,02 | 0,31 ± 0,01 | 13,22 ± 0,04 |
| G.E. SpiraJoule 157°C/30 min | 80,35 ± 0,02 | 4,32 ± 0,01 | 19,19 ± 0,03 | 75,70 ± 0,03 | 4,10 ± 0,01 | 15,55 ± 0,03 |
| G.C. Four 120°C/30 min | 92,20 ± 0,01 | -0,27 ± 0,01 | 14,44 ± 0,01 | 90,08 ± 0,02 | -0,27 ± 0,01 | 12,90 ± 0,01 |
| G.C. Four 157°C/30 min | 90,62 ± 0,06 | 0,53 ± 0,01 | 15,52 ± 0,04 | 88,12 ± 0,06 | 0,53 ± 0,01 | 13,66 ± 0,03 |
| G.C. Four 180°C/30 min | 84,62 ± 0,05 | 3,00 ± 0,01 | 18,78 ± 0,02 | 80,79 ± 0,06 | 2,90 ± 0,01 | 15,67 ± 0,01 |
| G.C. RevTech 120°C/30 min | 91,28 ± 0,04 | -0,02 ± 0,01 | 13,62 ± 0,02 | 88,94 ± 0,05 | -0,02 ± 0,1 | 12,16 ± 0,01 |
| G.C. RevTech 157°C/30 min | 90,85 ± 0,01 | 0,22 ± 0,01 | 14,24 ± 0,01 | 88,40 ± 0,01 | 0,22 ± 0,01 | 12,64 ± 0,01 |
| G.C. RevTech 180°C/30 min | 81,36 ± 0,05 | 3,61 ± 0,01 | 21,89 ± 0,05 | 76,89 ± 0,06 | 3,45 ± 0,01 | 17,56 ± 0,03 |
| G.C. RevTech + vapeur 120°C/30 min | 90,89 ± 0,07 | 0,15 ± 0,03 | 13,94 ± 0,03 | 88,46 ± 0,08 | 0,15 ± 0,03 | 12,40 ± 0,02 |
| G.C. RevTech + vapeur 157°C/30 min | 91,30 ± 0,03 | 0,16 ± 0,01 | 14,70 ± 0,07 | 88,96 ± 0,03 | 0,16 ± 0,01 | 13,05 ± 0,05 |
| G.C. RevTech + vapeur 180°C/30 min | 82,67 ± 0,09 | 3,49 ± 0,03 | 22,65 ± 0,04 | 78,44 ± 0,11 | 3,36 ± 0,02 | 18,24 ± 0,02 |
| G.C. SpiraJoule 120°C/30 min | 90,11 ± 0,03 | 0,67 ± 0,01 | 14,83 ± 0,03 | 87,48 ± 0,04 | 0,66 ± 0,00 | 13,07 ± 0,02 |
| G.C. SpiraJoule 157°C/30 min | 75,94 ± 0,01 | 5,17 ± 0,01 | 19,66 ± 0,04 | 70,56 ± 0,01 | 4,82 ± 0,01 | 15,43 ± 0,03 |
| Farine Four 120°C/30 min | 88,15 ± 0,23 | 0,93 ± 0,10 | 16,08 ± 0,20 | 85,07 ± 0,28 | 0,91 ± 0,09 | 13,91 ± 0,14 |
| Farine Four 157°C/30 min | 79,10 ± 0,02 | 4,95 ± 0,02 | 25,73 ± 0,08 | 74,23 ± 0,02 | 4,29 ± 0,02 | 19,84 ± 0,05 |
| Farine Four 180°C/30 min | 47,70 ± 0,08 | 11,71 ± 0,02 | 27,78 ± 0,03 | 40,70 ± 0,07 | 9,35 ± 0,01 | 15,83 ± 0,02 |
| Farine RevTech 120°C/30 min | 89,34 ± 0,04 | 0,55 ± 0,00 | 14,75 ± 0,06 | 86,54 ± 0,05 | 0,54 ± 0,00 | 12,95 ± 0,05 |
| Farine SpiraJoule 120°C/30 min | 82,79 ± 0,08 | 3,10 ± 0,02 | 18,22 ± 0,01 | 78,59 ± 0,10 | 2,97 ± 0,01 | 15,09 ± 0,01 |
| Concentrat Four 120°C/30 min | 91,35 ± 0,02 | -0,10 ± 0,03 | 16,02 ± 0,02 | 89,03 ± 0,02 | -0,10 ± 0,03 | 14,13 ± 0,01 |

| | | | | | | |
|--|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Concentrat Four 157°C/30 min | 78,42 ± 0,07 | 5,38 ± 0,03 | 26,79 ± 0,09 | 73,43 ± 0,08 | 5,08 ± 0,03 | 20,41 ± 0,05 |
| Concentrat Four 180°C/30 min | 45,52 ± 0,03 | 11,71 ± 0,02 | 28,29 ± 0,06 | 38,63 ± 0,02 | 9,20 ± 0,01 | 15,60 ± 0,03 |
| Concentrat RevTech 120°C/30 min | 92,00 ± 0,03 | -0,39 ± 0,01 | 14,76 ± 0,04 | 89,84 ± 0,04 | -0,38 ± 0,01 | 13,15 ± 0,03 |

G.E. = graines entières ; G.C. = graines concassées