

Prédiction de l'acidité titrable des levains frais et suivi de leur stabilité biochimique au cours du procédé de rafraîchissement: Approche expérimentale

Anas RAFFAK^{1*}, Youssef CHAFAP², Arwa EL MERDI¹, Allal HAMOUDA³, Amina OUAZZANI TOUHAMI⁴, Majid MOUNIR¹

(Reçu le 09/10/2023; Accepté le 23/11/2023)

Résumé

La stabilité des levains frais de panification, dans le temps, constitue une préoccupation majeure pour les professionnels. Trois principaux paramètres biochimiques (pH, ATT et conductivité) de cinq levains frais traditionnels de compositions différentes ont été surveillés pendant deux mois lors des rafraîchissements. Le suivi de ces paramètres a montré que les valeurs moyennes de l'Acidité Totale Titrable (ATT) évoluent autour de 0,16 à 0,28 ml/jour, alors que le pH est resté relativement stable pendant les vingt premiers jours et après un arrêt de quatre jours sans rafraîchissements, on a enregistré une augmentation de l'ordre de 14 à 17%. Les valeurs moyennes de la conductivité de départ sont de 0,96 à 2,13 avec une augmentation assez prononcée de 60% pour le levain L19 et faible (13%) pour les autres levains. Des modèles statistiques permettant la prédiction de l'ATT en fonction du pH et de la conductivité ont été développés afin d'éviter les analyses habituelles fastidieuses de l'ATT et d'estimer en temps réel sa valeur. Afin de prédire l'ATT indépendamment de la composition du levain, une équation commune faisant intervenir les valeurs moyennes des cinq levains étudiés a été également obtenue ($ATT = 9,18 * pH + 17,2 * Conductivité - 40,8$; avec $R^2 = 87,9\%$).

Mots clés: levains, rafraîchissement, panification, prédiction acidité

Predicting the titratable acidity of fresh sourdoughs and monitoring their biochemical stability during the refreshing process: Experimental approach

Abstract

The stability of fresh breadmaking sourdoughs over time is a major concern for professionals. Three main biochemical parameters (pH, TTA and conductivity) of five traditional fresh sourdoughs of different compositions were monitored over a two-month period during refreshments. Monitoring of these parameters showed that average Total Titrable Acidity (TTA) values evolved in the range of 0.16 to 0.28 ml/day, while pH remained relatively stable during the first twenty days, and after a four-day break without refreshments, an increase in the range of 14 to 17% was recorded. Average starting conductivity values ranged from 0.96 to 2.13, with a fairly pronounced increase (60%) for sourdough L19 and a small one (13%) for the other sourdoughs. Statistical models for predicting TTA as a function of pH and conductivity have been developed to avoid the usual tedious analysis of TTA and to estimate its value in real time. In order to predict TTA independently of sourdough composition, a common equation involving the mean values of the five sourdoughs was also obtained ($TTA = 9.18 * pH + 17.2 * Conductivity - 40.8$; with $R^2 = 87.9\%$).

Keywords: Sourdoughs, refreshing, bread-making, acidity prediction

INTRODUCTION

La notion de qualité d'un levain est étroitement liée à celle de sa stabilité dans le temps, or son maintien nécessite un travail fastidieux et permanent via différentes techniques de rafraîchissements, qui sont considérées comme le deuxième facteur, après l'âge, qui influencent les levains (Minervini *et al.*, 2014). En conséquence, la stabilité du levain constitue une préoccupation majeure des professionnels et la variabilité de la qualité des produits de panification aux levains est souvent déplorée.

Selon Calvert *et al.* (2021), le consortium microbien du levain est assez complexe et diversifié. Il évolue à partir de la première fermentation et à travers les étapes quotidiennes de rafraîchissement, ce qui entraîne à la fois des successions de populations microbiennes jusqu'à ce que le microbiote devienne stable (Gobbetti *et al.*, 2016).

Parmi ces paramètres biochimiques jugeant la stabilité du levain, il y a principalement le pH et l'acidité totale titrable (ATT) qui donnent certaines informations indirectes sur la teneur des acides lactique et acétique, leur détermination directe est assez courante (Arora *et al.*, 2021). La quantité et le type d'acides organiques dans un levain résultent de l'écologie bactérienne du levain, mais le type dominant d'acide

organique dans un levain est aussi fonction des pratiques d'entretien du levain, y compris le temps de fermentation, la température et le rendement en pâte (Calvert *et al.*, 2021). Cet article s'inscrit dans le cadre de la recherche appliquée. En effet, ce travail suit deux objectifs: (i) étudier la stabilité de cinq levains frais traditionnels de compositions différentes, pendant deux mois lors des rafraîchissements, en surveillant la variabilité de trois principaux paramètres biochimiques (pH, ATT et conductivité); (ii) développer un modèle statistique basé sur la régression linéaire pour prédire l'ATT du levain en fonction du pH et de la conductivité afin d'éviter cette analyse fastidieuse.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Matières premières

Cinq levains frais de compositions différentes (Tableau 1) ont été préparés au laboratoire à base des ingrédients suivants: Farine de blé tendre de type T55 et farine de blé dur complet de type T145, approvisionnées auprès de la grande distribution; Farine d'avoine approvisionnée auprès d'une minoterie traditionnelle; Pelure de cactus obtenue après épluchage du fruit de cactus local de l'espèce *opuntia ficus indica* de la région Mohammedia; Tourteaux de graines de

¹ Département des Sciences Alimentaires et Nutritionnelles, Filière des Industries Agricoles et Alimentaires, Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II, Rabat, Maroc

² Département des Génie des Procédés, Filière des Industries Agricoles et Alimentaires, Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II, Rabat, Maroc

³ Département de Statistique et Informatique Appliquées, Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II, Rabat, Maroc

⁴ Département de biologie, Faculté des Sciences, Université Ibn Tofail, Kénitra, Maroc

cactus obtenue après extraction de l'huile des grains de la même variété de cactus; Sirop de glucose du commerce et eau distillée. Ils sont ensuite mis dans des bocaux en plastique alimentaire. La fermentation a été réalisée dans une étuve à 30°C pour l'ensemble des levains (Vrancken *et al.*, 2011). La composition de ces levains est présentée dans le tableau 1.

Rafrâichissement

Il représente la période écoulée depuis la dernière alimentation, qui est généralement exprimée sous la forme de fréquence de rafraîchis (12 heures, 24 heures, toutes les deux semaines...) (Minervini *et al.*, 2018). Elle s'effectue toutes les 24 h avec un apport d'ingrédients constants et identiques aux valeurs initiales pendant une période de 2 mois.

Paramètres biochimiques des levains

Acidité totale titrable (ATT)

Les pâtes testées (10 g) ont été bien mélangées avec 90 ml d'eau distillée et 2 à 3 gouttes de solution de phénolphthaléine ont été ajoutées au mélange. L'acidité titrable totale (ATT) a été estimée comme la quantité de NaOH 0,1 N en ml nécessaire pour neutraliser le mélange (Rizzello *et al.*, 2019).

pH, conductivité et humidité

Le pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre 700 de la marque EUTECH Instruments. La conductivité est mesurée par le conductivimètre inoLab 7310 de la marque WTW, et l'humidité des levains est déterminée par un humidimètre de marque OHAUS MB45.

Rendement et consistance des levains

Il est défini comme suit (Chavan et Chavan, 2011):

$$DY (\%) = \frac{\text{quantité de farine} + \text{quantité d'eau} (100)}{\text{quantité de farine}}$$

Les levains fermes ont un DY qui varie entre 150 -160 et ceux liquides ont un DY supérieur à 200 (Decock et Capelle, 2005; Galli *et al.*, 2019).

Tableau 1: Composition des cinq levains frais (en %)

Code levain	Eau distillée	Farine blé tendre	Farine blé complet	Farine d'avoine	Pelure de cactus	Tourteau des graines de cactus	Sirop de glucose
L15	39	50	-	-	10	-	1
L16	49	40	-	10	-	-	1
L17	49	40	10	-	-	-	1
L18	50	39	-	-	-	10	1
L19	49	-	40	10	-	-	1

Tableau 2: Valeurs moyennes (\pm écart-type)* des paramètres biochimiques les levains frais (Type I)

Levains	DY %	Consistante	Humidité %	ATT (ml NaOH /10 g de pâte)	pH	Conductivité (ms/cm)
L19	269 \pm 23,3 a	Liquide	58,3 \pm 3,3 a	30,2 \pm 4,2 a	3,8 \pm 0,3 a	3,02 \pm 0,40 a
L15	177 \pm 3,7 d	Ferme	51,9 \pm 5,1 b	20,7 \pm 5,2 b	3,6 \pm 0,2 b	1,64 \pm 0,09 b
L17	210 \pm 2,2 c	Liquide	51,7 \pm 1,5 b	20,6 \pm 5,3 b	3,6 \pm 0,2 b	1,54 \pm 0,13 b
L16	221 \pm 5,3 b	Liquide	53,0 \pm 2,8 b	17,7 \pm 5,2 c	3,5 \pm 0,2 b	1,25 \pm 0,09 c
L18	205 \pm 6,6 c	Liquide	49,6 \pm 1,6 c	16,5 \pm 3,4 c	3,5 \pm 0,2 b	1,10 \pm 0,09 d

(* Les valeurs d'une même colonne ayant au moins une lettre en commun ne sont pas significativement différentes au niveau de probabilité de 5 %.

Type de levain

Les levains de type I sont caractérisés par un rafraîchissement périodique pour maintenir les micro-organismes dans un état actif (Corsetti et Settanni, 2007).

Traitement statistique

Les différentes mesures ont été effectuées avec trois répétitions. Les résultats sont exprimés sous forme de moyennes (\pm écarts-types). Les différences entre les moyennes ont été testées à l'aide des ANOVA à un critère de classification suivies du test de Tukey pour ressortir les éventuels groupes homogènes de moyennes. Tous les tests ont été réalisés à un niveau de signification de 5%. Une analyse en composantes principales (ACP) a été utilisée pour étudier les corrélations entre les paramètres de panification. Les analyses statistiques et la régression linéaire ont été réalisées à l'aide du logiciel ExcelStat V2016.02.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Caractérisation des levains

Le tableau 2 présente les valeurs des principaux paramètres biochimiques caractérisant les levains. On note un effet significatif de la composition du levain sur chacun de ces paramètres biochimiques (DY, Humidité, ATT, pH et conductivité).

Le DY moyen est de 216 \pm 32,6 %. Les levains L19, L17, L16 et L18 ont une consistance liquide alors que le levain L15 a une consistance ferme.

L'humidité a varié en moyenne autour de 52,9 \pm 4,3 %. Le levain L19 présente la plus grande humidité avec une moyenne de 58,3% alors que les levains L15, L17 et L16 ont une humidité en moyenne similaire (52,2%) et le levain L18 a présenté la plus faible humidité avec une moyenne de 49,6%. Ceci s'explique par la différence de capacité d'absorption de l'eau par les différentes farines (Amr et Alkhamaiseh, 2022).

L'acidité des levains est en moyenne de 21,2 ml NaOH. Le levain L19 présente la plus grande valeur de l'ATT (30,2 \pm 4,2) alors que les L15 et L17 présentent une ATT moyenne

similaire ($21,2 \pm 6,7$) tandis que les levains L16 et L18 ont également présenté une ATT moyenne similaire ($17,1 \pm 4,4$). Ces valeurs sont incluses dans l'intervalle le plus courant (4 à 25) avec une valeur médiane de 11 rapporté par Arora *et al.* (2021).

Le pH des levains a varié de 3,01 à 4,06. Cette différence peut être expliquée par la composition des levains ainsi que les protocoles utilisés lors des rafraîchissements (Arendt *et al.*, 2007).

Le levain L19 a une ATT et un pH qui sont plus élevés que les autres levains. Ceci s'explique par sa faible teneur en acide lactique qui est un acide plus fort que l'acide acétique, il se dissocie donc plus que ce dernier. On outre l'effet tampon du milieu suite à la réduction de l'ion H^+ par d'autres constituants, le pH diminuant moins vite que l'augmentation de l'acidité. Donc, les différences constatées de pH ne traduisent pas forcément des variations de concentrations en acides biogènes (Roussel *et al.*, 2020).

La conductivité moyenne des levains est de 1,72 ms/cm). Le levain L19 présente la plus grande valeur de conductivité (3,02) alors que L15 et L17 présentent une conductivité moyenne similaire (1,60) tandis que le levain L18 a présenté la conductivité la plus faible (1,10). Cette différence pourrait être expliquée par les différences enregistrées dans leurs acidités.

Comparaison des levains

Les figures 1a et b présentent respectivement la projection des cinq paramètres étudiés et des cinq levains frais sur le plan principal (98,4%) d'une analyse en composantes principales (ACP). Le cercle des corrélations (Figure 1a) montre de fortes corrélations entre les cinq paramètres (pH, ATT, conductivité, humidité et DY) et le premier axe principal qui explique à lui seul 91% de la variabilité totale. Les paramètres sont en effet fortement et positivement corrélés entre eux, avec des corrélations allant de 0,70 à 0,99, donnant lieu à un effet taille. La figure 1b montre que les 5 levains ont des valeurs différentes pour ces paramètres, en particulier le levain L19 qui présente les valeurs les plus élevées pour ces paramètres.

Suivi des paramètres biochimiques au cours du rafraîchissements

Acidité des levains (ATT)

La figure 2 présente l'évolution des valeurs moyennes de l'ATT des levains lors du procédé de rafraîchissement. Il ressort que l'ATT évolue d'une manière ascendante, de l'ordre de 0,16 à 0,20 ml par jour pour les levains L18 et L19, et de 0,25 à 0,28 ml par jour pour les levains L16, L15 et L17. Le taux d'augmentation de l'ATT entre le premier

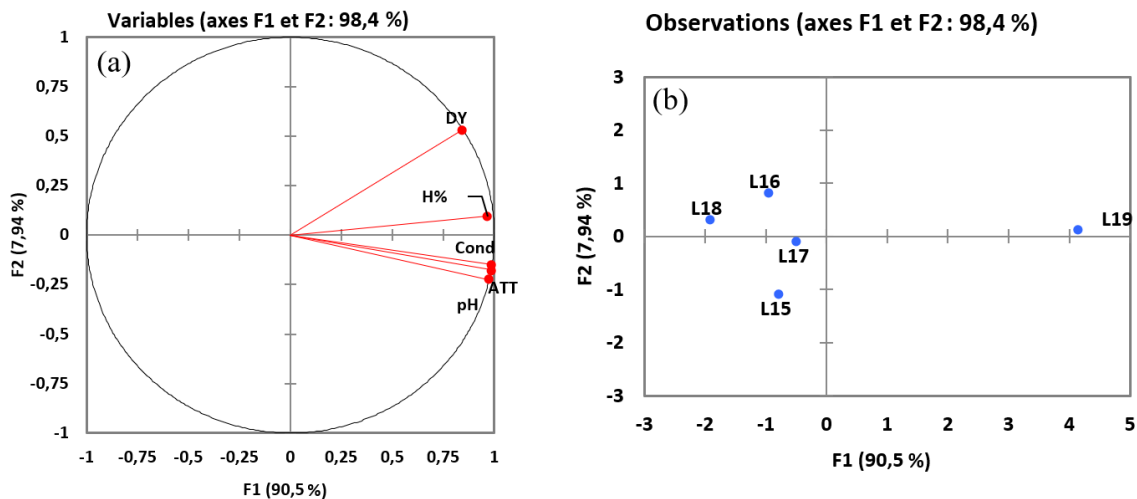


Figure 1: Projection des paramètres de la panification (a) et des pâtes (b) sur le plan principal d'une analyse ACP

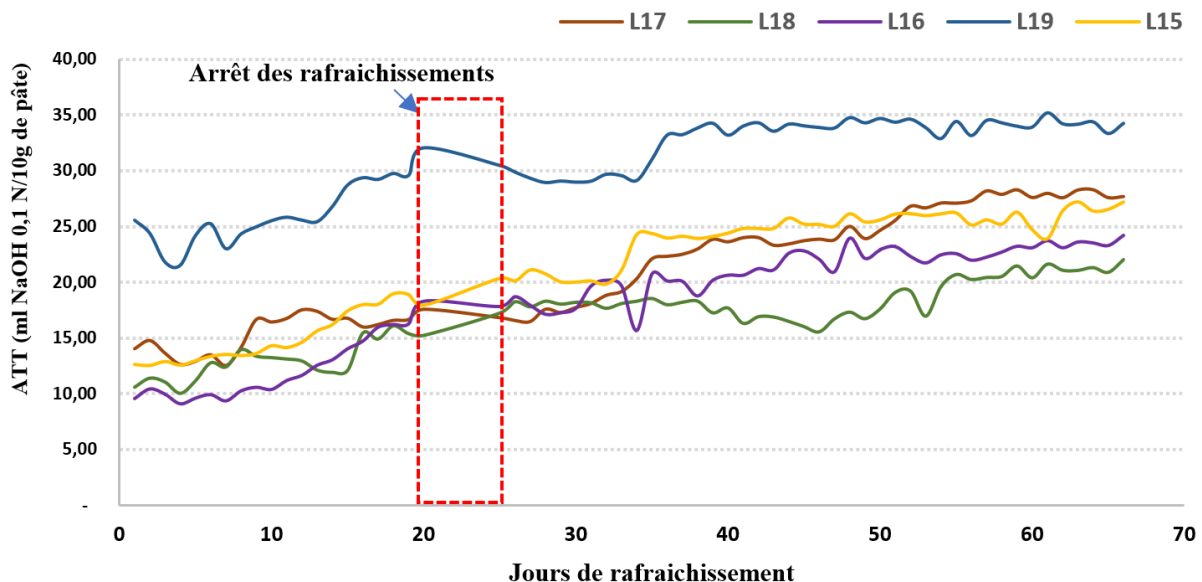


Figure 2: Évolution de l'ATT des levains au cours des rafraîchissements

et le 64^{ème} jour dépend de la valeur initiale. Il est de l'ordre de 100 à 150% pour les levains L17, L18, L15 et L16 avec une valeur finale moyenne de 22,0 à 27,7 ml et seulement de l'ordre de 34% pour le levain L19 dont les valeurs initiale et finale de l'ATT sont de 25,6 et 34,3.

pH des levains

La figure 3 présente l'évolution des valeurs moyennes du pH des levains lors du procédé de rafraîchissement. Au cours des 20 premiers jours du rafraîchissement, les valeurs de ce paramètre sont restées relativement stables avec une moyenne de 3,24 pour les levains L15, L16, L17 et L18, et de 3,4 pour le levain L19. Après un arrêt de quatre jours sans rafraîchissements puis un rafraîchissement du 21^{ème} au 66^{ème} jour, les valeurs ont augmenté de l'ordre de 14% pour le premier groupe de levain et de 17% pour L19. Ceci s'explique par l'effet tampon du milieu. On peut dire que l'arrêt des rafraîchissements affecte significativement le pH des levains.

Le pH moyen final des levains L15, L16, L17 et L18 est de 3,69 et de 4 pour le levain L19. Ces valeurs sont légèrement inférieures à la valeur 4,1 citée par Arora *et al* (2021), ceci peut s'expliquer par la forte production des acides biogènes dans ces ferments frais.

Conductivité des levains

La figure 4 présente l'évolution des valeurs moyennes de la conductivité des levains lors du procédé de rafraîchissement. Les valeurs moyennes de départ sont de 0,96 à 1,52 pour les levains L15, L16, L17 et L18 et de 2,13 pour le levain L19. L'évolution au cours des rafraîchissements est faible pour le premier groupe, soit une augmentation de 13% à la fin et assez prononcée pour le levain L19 avec une augmentation de 60%. Le levain L19 présente la conductivité la plus élevée expliquée par sa teneur élevée en acides biogènes comparée aux autres levains.

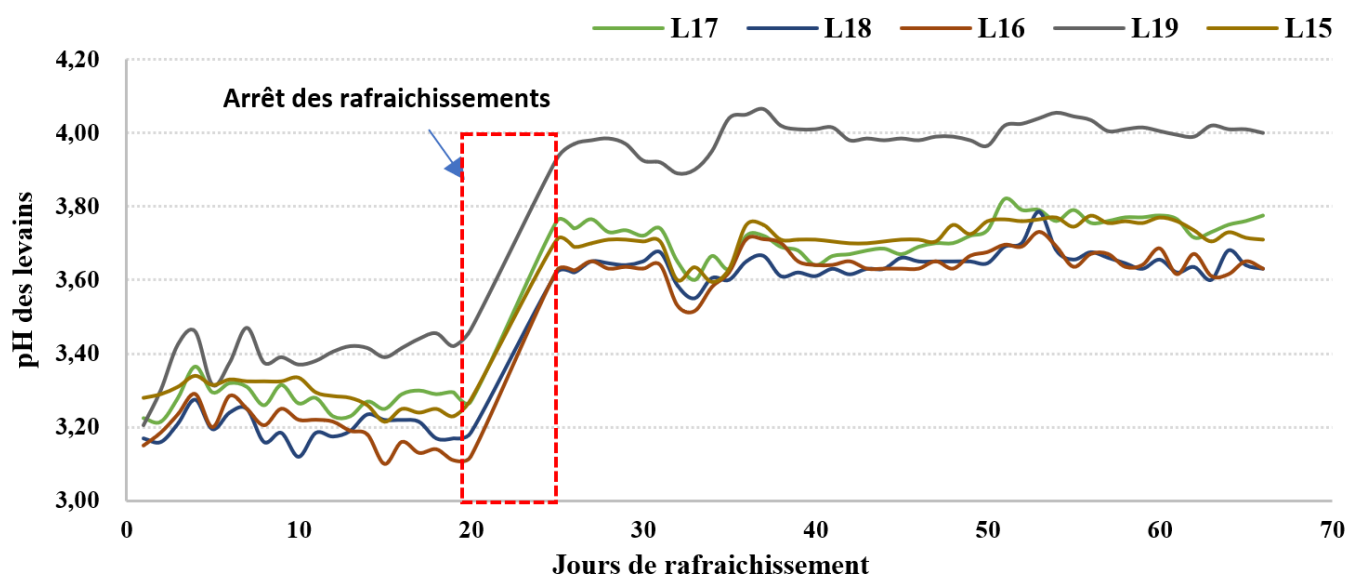


Figure 3: Évolution du pH des levains au cours des rafraîchissements

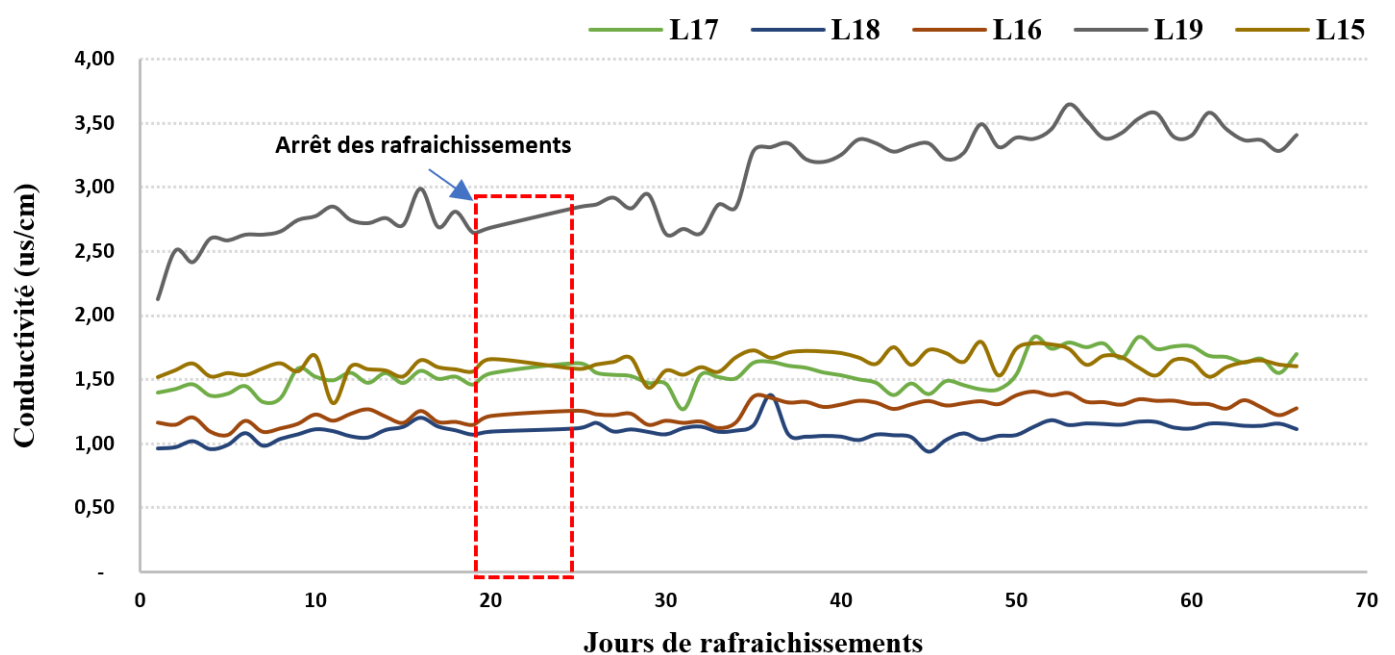


Figure 4: Évolution de la conductivité des levains au cours des rafraîchissements

Prédiction de l'ATT des levains

Pour chaque levain, un modèle de régression linéaire multiple exprimant l'ATT en fonction du pH et de la conductivité a été établi à partir des valeurs mesurées sur les échantillons. La figure 5 (a à f) reprend les valeurs mesurées de l'ATT et les valeurs prédites par le modèle de régression pour chaque levain. Pour prédire l'ATT indépendamment de la composition du levain, une équation commune faisant intervenir les valeurs des cinq levains a été également obtenue.

Les équations de ces régressions ainsi que les valeurs des coefficients de détermination qui leur sont associés R² (%) sont présentés dans le tableau 3.

Pour une augmentation du pH d'un point, il ressort que l'ATT augmente selon la composition du levain de l'ordre de 5,1 à 19,6 ml pour une conductivité constante. De même, une augmentation de la conductivité d'un µs/cm s'accompagne d'une augmentation de l'ATT de l'ordre de 6,1 à 19 ml en maintenant le pH constant. Les valeurs de R² varient selon le type de levain de 70,6 à 81,5%, ce qui est

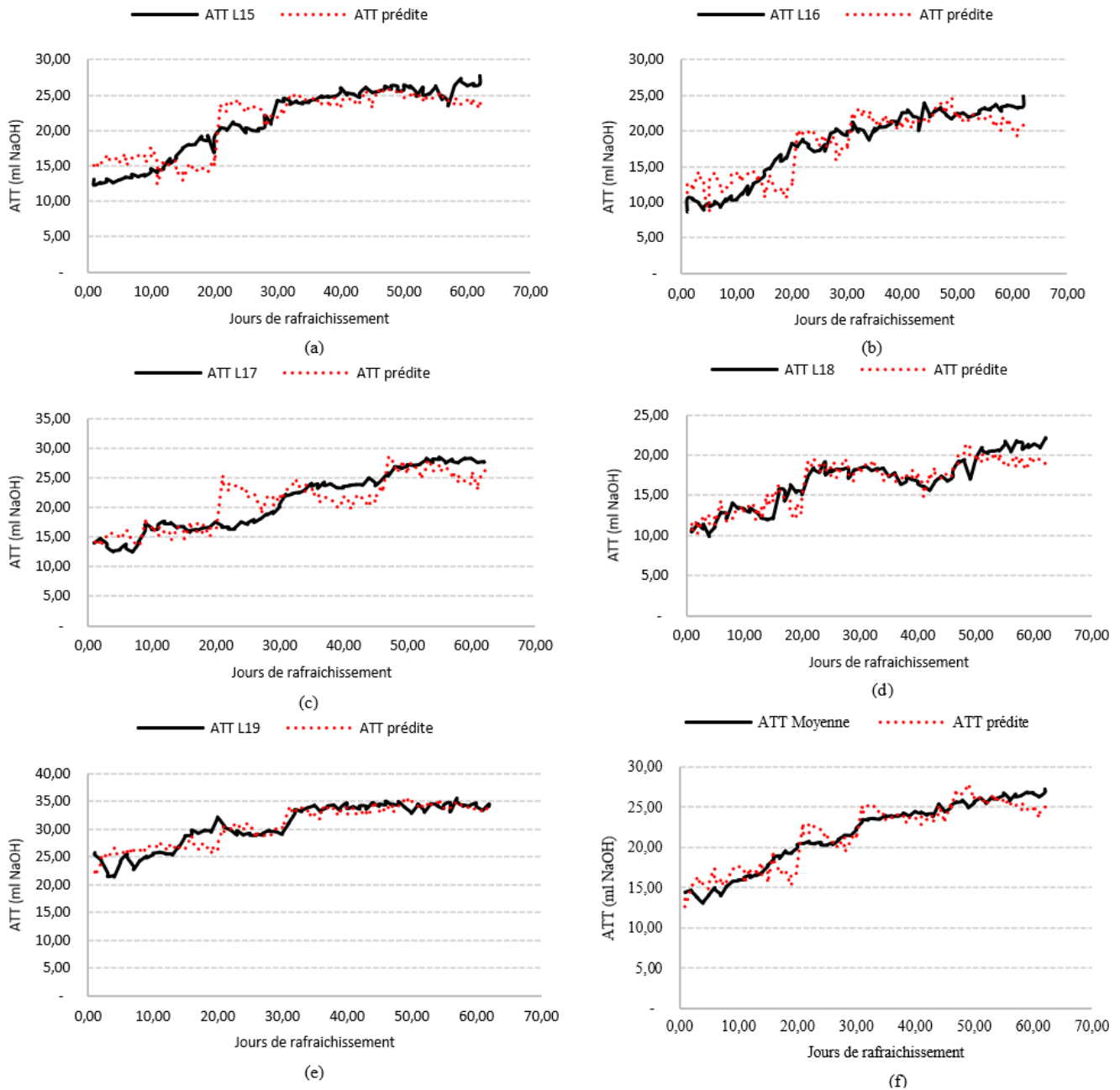


Figure 5: Prédiction de l'ATT des levains en fonction du pH et de la conductivité

Tableau 3: Équations des Modèles de la régression linéaire multiple de l'ATT en fonction du pH et de la conductivité

Levains	Équation de la régression linéaire multiples	R ² (%)
L15	ATT = 19,61*pH + 5,92*Conductivité - 58,50	77,6%
L16	ATT = 14,00*pH + 16,67*Conductivité - 51,59	73,3%
L17	ATT = 14,38*pH + 13,64*Conductivité - 51,55	70,6%
L18	ATT = 10,26*pH + 18,96*Conductivité - 39,79	79,0%
L19	ATT = 5,16*pH + 6,09*Conductivité - 7,51	81,5%
Moyenne	ATT = 9,18*pH + 17,19* Conductivité - 40,84	87,9%

encourageant pour appliquer ces modèles pour le suivi et la prédiction de l'ATT des levains frais lors du procédé du rafraîchissement en mesurant tout simplement et en temps réel le pH et la conductivité, afin de maîtriser la stabilité biochimique du levain.

CONCLUSION

Les ingrédients utilisés pour la préparation des cinq levains frais ont influencé significativement le pH, l'ATT, la conductivité, l'humidité et la consistance. Ces paramètres sont fortement et positivement corrélés entre eux, avec des corrélations allant de 0,70 à 0,99. Des équations de prédiction exprimant l'ATT en fonction du pH et de la conductivité ont été obtenues avec un coefficient de détermination R^2 de 71 à 82%. Elles pourraient constituer un moyen efficace de suivi en temps réel de l'ATT des levains frais lors des rafraîchissements en mesurant directement le pH et la conductivité qui sont relativement simple à obtenir.

RÉFÉRENCES

- Amr A.S., Alkhamaiseh A.M. (2022). Sourdough use in Bread Production: Review. *Jordan Journal of Agricultural Sciences*, 18: 81-98.
- Arendt E.K., Ryan L.A.M., Dal Bello F. (2007). Impact of sourdough on the texture of bread. *Food Microbiology*, 24: 165-174.
- Arora K., Ameer H., Polo A., Di Cagno R., Rizzello C. G., Gobbetti M. (2021). Thirty years of knowledge on sourdough fermentation: A systematic review. *Trends in Food Science & Technology*, 108: 71-83.
- Calvert M.D., Madden A.A., Nichols L.M., Haddad N. M., Lahne J., Dunn R.R., McKenney E.A. (2021). A review of sourdough starters: Ecology, practices, and sensory quality with applications for baking and recommendations for future research. *PeerJ*, 9: e11389.
- Chavan R.S., Chavan S.R. (2011). Sourdough technology - a traditional way for wholesome foods: A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 10: 169-182.
- Corsetti A., Settanni L. (2007). Lactobacilli in sourdough fermentation. *Food Research International*, 40:539-558.
- Decock P., Cappelle S. (2005). Bread technology and sourdough technology. *Trends in Food Science & Technology*, 16: 113-120.
- Galli V., Venturi M., Pini N., Guerrini S., Granchi L., Vincenzini M. (2019). Liquid and firm sourdough fermentation: Microbial robustness and interactions during consecutive backsloppings. *LWT*, 105: 9-15.
- Gobbetti M., Minervini F., Pontonio E., Di Cagno R., De Angelis M. (2016). Drivers for the establishment and composition of the sourdough lactic acid bacteria biota. *International Journal of Food Microbiology*, 239: 3-18.
- Kulp K., Lorenz K. (2003). Handbook of dough fermentations. CRC Press.
- Minervini F., De Angelis M., Di Cagno R., Gobbetti M. (2014). Ecological parameters influencing microbial diversity and stability of traditional sourdough. *International Journal of Food Microbiology*, 171: 136-146.
- Minervini F., Lattanzi A., Dinardo F.R., De Angelis M., Gobbetti M. (2018). Wheat endophytic lactobacilli drive the microbial and biochemical features of sourdoughs. *Food Microbiology*, 70: 162-171.
- Raffak A., Chafai Y., Toure I., Hamouda A., Alaoui M. I., Touhami A.O., Mounir M. (s.d.). Panigraphe dispositif intelligent pour la surveillance en temps réel et l'évaluation des performances fermentaires des levains de panification. IAV Hassan II, Maroc.
- Rizzello C.G., Coda R., Wang Y., Verni M., Kajala I., Kattina K., Laitila A. (2019). Characterization of indigenous *Pediococcus pentosaceus*, *Leuconostoc kimchii*, *Weissella cibaria* and *Weissella confusa* for faba bean bioprocessing. *International Journal of Food Microbiology*, 302: 24-34.
- Roussel P., Onno B., Michel E., Sicard D. (2020). La panification au levain naturel. éditions Quae.
- Vrancken G., Rimaux T., Weckx S., Leroy F., De Vuyst L. (2011). Influence of temperature and backslopping time on the microbiota of a type I propagated laboratory wheat sourdough fermentation. *Applied and Environmental Microbiology*, 77: 2716-2726.