

EKMEK BAYATLAMASI VE BAYATLAMA DERESESİNİ ÖLÇMEDE KULLANILAN YÖNTEMLER: II

BREAD STALING AND METHODS FOR MEASURING DEGREE OF STALING: II

K. Emre GERÇEKASLAN, H. Gürbüz KOTANCILAR*, M. Murat KARAOĞLU, M. Fatih ERTUGAY
Atatürk Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Erzurum

Geliş Tarihi: 01 Şubat 2007

ÖZET: Ekmek bayatlamasını ölçmede kullanılan yöntemlerin çoğu temelde nişasta retrogradasyonunun boyutunun ölçülmesine dayanmaktadır. Ekmeğin bayatlamasında nişasta retrogradasyonunun başlıca etken olduğu, fakat bunun ekmeğin bayatlamasıyla eş anlamlı olmadığı görüşü yaygındır. Diğer bileşenlerdeki değişimlerin ve bu bileşenlerin nişasta ile ilişkilerinin de bayatlama prosesinde önemli roller oynaması muhtemeldir.

Bu yayında genel itibarıyla ekmekteki nişastada ve su içeriğinde meydana gelen değişimlerin incelendiği analiz yöntemlerine değinilmiştir. Bu analiz yöntemlerinin en sık kullanılanları X-ışını kırınım ve Nükleer Manyetik Rezonans teknikleridir.

Anahtar kelimeler: Bayatlama, su, rekristalizasyon, XRD, NMR

ABSTRACT: The most of the methods used to measure bread staling depend on the measurement of starch retrogradation. Starch retrogradation is the major factor for the staling of bread but according to a widespread idea, this event is not equal with staling of bread. Bread staling may be caused by the changes in another components and the interaction between them and starch.

In this review, the methods which are connected with changes in starch and water content of bread have been discussed. X-ray diffraction and Nuclear Magnetic Resonance techniques have frequently used in the bread staling measurements.

Keywords: Staling, water, recrystallization, XRD, NMR

GİRİŞ

Ekmek bayatlamasını ölçmede kullanılan yöntemlerin çoğu temelde nişasta retrogradasyonunun boyutunun ölçülmesine dayanmaktadır (1). Karim ve ark. (2) nişasta retrogradasyonunun derecesini ölçmede kullanılan yöntemleri anlatmışlardır.

Gerçekaslan ve ark. (3), bayatlamanın önemine ve ekmeğin bayatlamasını takip etmede kullanılan reolojik ve termal analiz yöntemlerine etraflıca değinmişlerdir. Reolojik metotlardan biri olan tek eksende sıkıştırma metodunun ekmeğin sertliği, termal analiz yöntemi olan DSC'nin ise nişasta retrogradasyonu hakkında bilgi verdiği vurgulanmıştır.

Bu kısımda değinilecek olan bayatlamayı ölçme metotları, nişastanın yapısal değişiminin ve ekmeğin içindeki suyun hareketinin boyutlarını değerlendirme prensibine dayanmaktadır. Bu metotlardan en sık kullanılanları ise X-ışını kırınım (XRD) ve Nükleer Manyetik Rezonans teknikleridir. X-ışını kırınım tekniği nişastanın kristal yapısı hakkında bilgi verirken, çeşitli NMR teknikleri ile ekmeğin içindeki suyun hareketi takip edilebilmektedir. NMR tekniğinin yanında Manyetik Rezonans Görüntüleme (MRI) tekniğinin de bayatlama esnasında ekmekteki su moleküllerinin hareketlerini takip etmede faydalı olabileceği bildirilmiştir (1).

*E-posta: gurbuz@atauni.edu.tr

BAYATLAMA DERECELERİNİN ÖLÇÜLMESİNDE KULLANILAN YÖNTEMLER

1. Reolojik Yöntemler
 - 1.1. Sıkıştırma (Tek Eksende Sıkıştırma),
 - 1.1.1. Evrensel Test Makinesi
 - 1.1.2. Penetrometre,
 - 1.1.3. Doku Analizcisi,
 - 1.1.4. Q-test,
 - 1.1.5. Bloom Gelometer,
 - 1.1.6. Genel Gıda Tekstürometresi
 - 1.1.7. Wheat Institute Chomper
 - 1.2. Çirşlenme özellikleri
 - 1.2.1. Brabender Visko Amilograf,
 - 1.2.2. Rapid Visko Analyzer
2. Termal Analizler
 - 2.1. TMA (Termomekaniksel Analiz)
 - 2.2. TGA (Termal Gravimetrik Analiz)
 - 2.3. DMA (Dinamiksel Mekanik Analiz)
 - 2.4. DTA (Diferansiyel Termal Analiz)
 - 2.5. DSC (Diferansiyel taramalı kalorimetri)
3. Infrared (Kızılötesi) Spektroskopisi
 - 3.1. NIRS (Near-Infrared Spektroskopisi)
 - 3.2. FTIR (Fourier Transform Infrared)
4. NMR Spektroskopisi
5. X-ışını Kırınım (X-ray Diffraction)
6. İletkenlik (Kondüktans ve Kapasitans)
7. Mikroskopi
 - 7.1. İletilmiş (Transmitted) ve Polarize Işık Mikroskopileri
 - 7.2. CLSM (Aynı Odaklı Lazer Tarama Mikroskopisi)
 - 7.3. Elektron Mikroskopisi:
8. Amiloz ve Amilopektin Çözünürlüğü
9. Duyusal Testler

REOLOJİK YÖNTEMLER

Bayatlama esnasında ekmeğe meydana gelen en belirgin değişim ekmeğin nispeten yumuşak ve kadifemsi yapıdan sert ve kolay ufalabilir bir yapıya dönüşümüdür. Bu dönüşüm tüketici kabul edilebilirliği ile doğrudan ilişkili olduğu için ekmeğin sertlik miktarını ölçmek için birçok sıkıştırılabilirlik metodu geliştirilmiştir. Bundan dolayı, sıkıştırılabilirlik metotları ekmeğin bayatlama derecesini ölçmede sıklıkla kullanılan yöntemlerin başında gelmektedir.

Bu iş için penetrometre, Doku Analizcisi, Instron evrensel test makinesi, Baker's Compressimeter Q-Test, Wheat Research Institute Chomper, Bloom Gelometer ve General Foods Texturometer gibi sıkıştırılabilirliği ölçen çeşitli cihazlar geliştirilmiştir.

TERMAL ANALİZLER

Örneğe ait fiziksel özelliğin sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçüldüğü ve/veya tepkime esnasında absorplanan ya da açığa çıkan ısının izlendiği analiz yöntemlerine "termal analiz" denilmektedir. Termogravimetri (TG), diferansiyel termal analiz (DTA) ve diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) en sık kullanılan termal analiz yöntemleridir. Termal analizler hem ekmeğin bayatlamasını hem de nişasta retrogradasyonunu çalışmada geniş ölçüde kullanılmaktadır. Reolojik ve termal analiz yöntemleri hakkında daha kapsamlı bilgi, Gerçekaslan ve ark. (3) tarafından verilmiştir.

İNFRARED (KIZILÖTESİ) SPEKTROSKOPİSİ

Ekmek bayatlamasını izlemek için fourier transform infrared (FTIR) spektroskopisi ve near-infrared spektroskopisi kullanılmaktadır ki bu metodlar noninvazif metodlar olma avantajına sahiptirler.

Fourier Dönüşümü Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisi

FTIR spektroskopisi sistemdeki küçük aralıklı düzenlemenin derecesini ölçtüğü için (bayatlama esnasında sistemin daha düzenli olmasından dolayı bağ enerjilerinin daha küçük bir dağılımı ve konformasyonların alanlarındaki azalma sebebiyle meydana gelen) bölge aralığının analizi yoluyla nişasta retrogradasyonu tarafından meydana getirilen konformasyonel değişimler izlenebilir (2). Nişasta retrogradasyonu süresince oluşan konformasyonel değişimler ile 1300–800 cm^{-1} bölgesindeki bant yoğunluğundaki değişimlerle bağlantılıdır. Nişastanın kristalize bölgeleriyle ilgili olan 1047 cm^{-1} ve nişastanın amorf bölgelerinin karakteristiği olan 1022 cm^{-1} gibi pikler özellikle bununla ilgilidir (2). Böylece, nişasta retrogradasyonu (FTIR bilgilerine göre) 1047 ve 1022 cm^{-1} 'deki pik yoğunluklarının oranındaki bir artış olarak tanımlanabilir (1).

Yakın Kızılötesi Yansıma (NIR) Spektroskopisi

Ekmekğin amilopektin kristalizasyon derecesiyle ilişkili olarak ortaya çıkan radyasyon saçılımı NIR absorpsiyonla ölçülebilmektedir. Böylece NIR ekmeğin bayatlama prosesinde kullanılabilir (4). Ekmekteki nişasta molekülleri genel olarak hidrojen bağıyla (hem intramoleküler hem de suya) bağlıdır. Yansıyan NIR'daki absorpsiyon şeritleri hidrojen bağıyla ilgili bilgi verdiği için, NIR yansıma verileri bayatlama sürecindeki ekmeğin hidrojen bağı ağındaki değişimleri tespit etmede kullanılabilir (1).

Bununla birlikte, Osborne (4) depolanmış ekmekteki kristal gelişimini takip etmek için DSC ve NIR Spektroskopisi tekniğini kullanmış ve elde ettiği NIRS sonuçlarının ekmeğin amilopektin fraksiyonundaki kristal gelişimi açısından yorumlayıcı olabileceğini belirtmiştir.

Xie ve ark. (5) çalışmalarında, visible ve near-infrared reflectance spektroskopisinin (NIRS) depolama esnasında ekmekteki değişimleri tespit etmedeki potansiyelini NIRS sonuçlarıyla TA (Texture Analyser) sonuçlarını karşılaştırmak suretiyle incelemişlerdir. Bir partiden aldıkları ticari beyaz tava ekmeklerini bir haftalık zaman zarfında çalışmışlardır. Aynı dilim üzerinde yaklaşık olarak aynı zamanda NIRS ve TA ölçümleri almışlar; NIRS ölçümlerini TA ölçümleriyle mukayese etmişler ve de NIRS'ın depolama esnasında ekmekteki değişimleri TA'dan daha doğru şekilde takip edebileceği sonucuna varmışlardır.

NÜKLEER MANYETİK REZONANS (NMR) SPEKTROSKOPİSİ

Ekmek bayatlamasını çalışmak için kullanılan NMR teknikleri ve ekmeklerin moleküler hareketliliklerdeki değişimleri incelemek için kullanılan NMR teknikleri; katı hal proton NMR, deuterium NMR, çapraz polarizasyon ve magic-angle spinning (CP MAS) ile birlikte ^{13}C NMR ve darbeli NMR'ı kapsamaktadır (6).

Ekmekte suyun durumlarını ve bunların ekmeğin sertleşmesiyle ilişkisini belirlemek için NMR teknikleri birçok kez kullanılmıştır (7, 8). Nükleer Manyetik Rezonans (NMR) spektroskopisi ya da MRI kullanımıyla su dağılımının dinamik davranışı gibi daha detaylı bilgi elde edilebilmektedir. NMR; nişasta süspansiyonları, nişasta jelleri ya da çirisi ve ekmekteki suyun hidrasyonu ve hareketinin dinamik özelliklerini çalışmada uzun zamandır kullanılmaktadır (9).

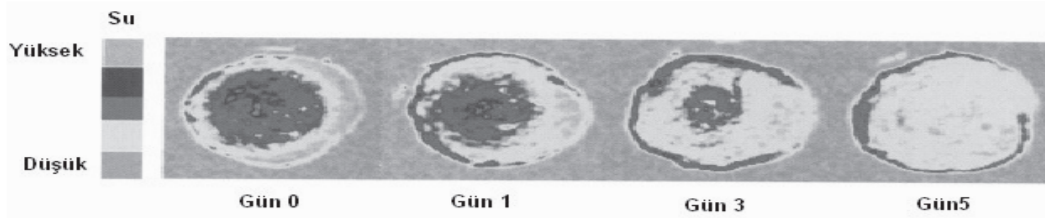
Ruan ve Chen (6) Nükleer Manyetik Rezonans (NMR) relaxation teknikleri kullanarak 5 ve 22 °C'lerde depolanan ekmeklerdeki suyun hareketi çalışmışlar ve ekmeğin sertleşme süreciyle birkaç NMR parametresinin ilişkili olduğunu, bunun da bayatlama süresince suyun mikroskobik ve makroskobik göçüyle ilişkili olabileceğini tespit etmişlerdir. Ekmeğin içindeki suyun hareketliliğinin azalmasıyla ilişkili olarak depolama zamanının artmasıyla birlikte dönme-örgü gevşeme zamanının (T_1 , spin-lattice relaxation time) düştüğünü gözlemlenmiştir.

Farklı moleküllerle ilgili olan proton hareketliliğinin çabuk belirlenmesini sağlayabildiği için düşük-saha proton NMR ekmeğin bayatlamasını incelemeye tercihen kullanılmaktadır. Teorik olarak, ekmekte hareketli (likit faz) ve hareketsiz (katı faz) protonların bir arada olduğu bir denge vardır. Fizikokimyasal değişimler yeni bir denge

durumuyla sonuçlanabildiği için, ekmeğin bayatlaması esnasında hareket kabiliyetindeki değişimleri belirlemek amacıyla NMR kullanılabilmektedir. Ancak, ekmeğin her zaman dengesiz bir durum içindedir ve bu yüzden ekmeğin doğası sürekli olarak değişir (1).

Nişasta esaslı ürünlerin ve nişasta jellerinin yaşlanması süresince sertlikteki artışlarla sonuçlanan moleküler değişimlerin takip edilmesi için darbeli (pulsed) NMR metodu kullanılmıştır. Morgan ve ark. (10), taze ve depolanmış buğday nişastasındaki jellerinin kristal katı, amorf katı ve likit benzeri fazlarını saptamada; Baik ve ark. (11) ise ekmeğin içindeki nişastanın ratrogradasyonunda ^{13}C CP/MAS NMR tekniğini kullanmışlardır. Bayatlama süresince ^{13}C CP/MAS NMR pik yoğunluğunun arttığı rapor edilmiştir (11). Kim-Shin ve ark. (12) tarafından geliştirilen ^{17}O NMR metodunu kapsayan diğer NMR teknikleri de ekmeğin su hareketliliğini izlemek için kullanılmıştır (1).

Bayatlama esnasında ekmeğlerdeki protonların hareketliliğinin araştırılmasında Manyetik Rezonans Görüntüleme (MRI) faydalı olabilir. Ruan ve ark. (13) MRI yoluyla 5 günlük depolama süresince sweet rollların içinden kabuğa nem göçümünü izlemişlerdir (Şekil. 1). Depolama zamanı/bayatlamadaki bir artışla birlikte daha az hareketli olan su fraksiyonunun hareketliliğinin düştüğünü ve daha çok hareketli olan su fraksiyonunun hareketliliğinin arttığını bulmuşlardır.



Şekil 1. Manyetik rezonans görüntüleme sistemi ile gösterilen suyun hareketi (13)

Proton cross-relaxation NMR spektroskopisi kullanımıyla; Wu ve Eads (14) konsantre vaksi mısır nişastasındaki jellerindeki nişasta polimer moleküllerinin (onların moleküler hareketlilik dereceleri yoluyla karakterize edilen) 3 sınıfa ayrılabilirliğini ve zamanla birlikte hareketli moleküllerin yüzdesi düşerken hareketsiz moleküllerin yüzdesinin arttığını saptamışlardır (1). Aynı tekniği kullanarak; Vodovotz ve ark. (15) amilopektin retrogradasyon entalpisinde (DSC) bir artış olmasına rağmen hiç değişim bulmamışlardır.

X-IŞINI KIRINIM (X-RAY DIFFRACTION)

X-ışını kırınım (X-ray diffraction) tekniği kullanılarak ekmeğin bayatlamasında nişastanın rolü üzerine kapsamlı bilgi toplanmıştır.

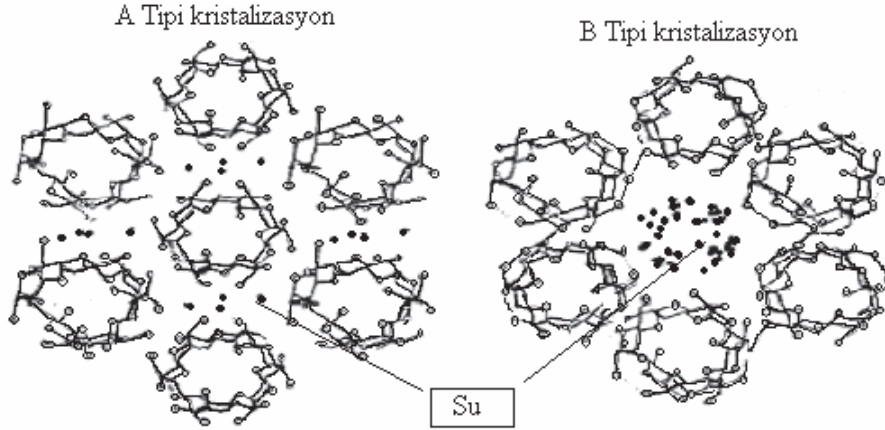
X-ışını kırınım; ekmeğin bayatlamasını, bilhassa ürünün sertliğiyle ilişkili olabilen sistemdeki nişastanın kristal doğasını incelemek için kullanılmaktadır. Taze pişirilmiş ekmeğdeki nişasta çoğunlukla amorfudur. Fakat depolama esnasında yavaşça yeniden düzenlenir. Rekristalizasyon X-ışını kırınım desenlerinde yansıtılmaktadır (2). Bu nedenle, ekmeğdeki nişastanın moleküler organizasyonunu saptamada X-ışını kırınım kullanılabılır (16). Ancak, powder X-ışını diffraction rekristalizasyonun minör boyutlarını dahi saptayabilen NMR ve FTIR gibi diğer tekniklerle kıyaslandığında özellikle hassas değildir (1).

Katz (17), muhtemelen ilk kez X-ışını kırınım tekniği kullanarak taze çirşenmiş nişasta ve taze ekmeğdeki nişastanın her ikisinin de amorf X-ışını desenleri sergilendiğini ve bununla birlikte depolamada her ikisinde de kristalliğin geliştiğini göstermiştir. Katz bu dönüşüme (amorf durumdan kristal duruma) retrogradasyon demiştir. Katz, doğal durumunda A yada B deseni vermelerine bakılmaksızın bütün nişastaların depolanmasıyla B-tipi desen geliştiren jeller oluşturduğunu belirtmiştir (2).

Amilopektinin A ve B tipi olmak üzere iki farklı kristal tipi mevcuttur. Pek çok tahıl nişastasındaki A tipi kristal yapı sergilemektedir. Retrogradasyonda nişastanın doğal A ve B tipi kristal yapıları tamamen B tipine dönüşür (Şekil 2). Ribotta ve ark. (18) ekmeğin içi X-ışını desenlerini farklı metotlarla çözümlemişler ve ekmeğin içi sertliği ile

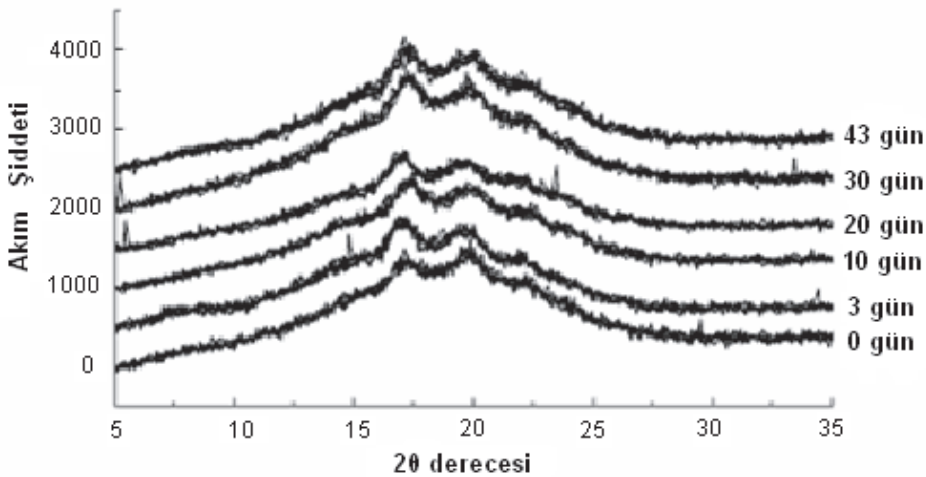
amilopektin retrogradasyonunun her ikisinin de depolama zamanıyla birlikte arttığını bulmuşlardır. Ekmek depolanması süresince (amilopektin retrogradasyonu ile ilgili olarak) B-tipi kristal yapının arttığını; bunun da ekmek sertliği ve depolama zamanı arasındaki büyük ilişkiyi gösterdiğini belirtmişlerdir.

Manzacco ve ark. (19) -18, 4 ve 25°C'de 20 gün boyunca depoladıkları ekmeklerin kristallik yapılarını X-ışını kırınım (XRD) analiz metodu kullanarak incelemişler. Ekmeğin nispi kristallikliğini kırınım piklerinin yüksekliğinden hesaplamışlardır. Ekmeklerdeki sertlik değişimlerini saptamak için de TA.XT2 Doku Analiz cihazı kullanmışlardır. Araştırmacılar elde ettikleri sonuçlar doğrultusunda da depolama süresince ekmekte sertlik ve nispi kristallik arasında önemli bir ilişki olduğunu belirtmişlerdir.



Şekil 2. Amilopektinin kristal yapısı (20)

Dragsdorf ve Varriano-Marston (21) ekmeklerin bayatlamasında nişasta retrogradasyonu ve organizasyonu üzerine bakteriyel α -amilaz, fungal α -amilaz ve arpa maltının etkilerini X-ışını kırınım yoluyla çalışmışlardır. Arap ekmeğinin depolanması süresince kristallikteki artışın saptanması için X-ışını kırınım DSC ile kıyaslanmış (22) ve buğday ekmeği üzerine çeşitli antistaling katkılarının etkisini araştırmada DSC ile birlikte kullanılmıştır (23). Nişasta kristalizasyonu ve ekmek sertleşmesi arasında mutlak bir neden sonuç ilişkisi olmadığı (21), ekmek bayatlaması çalışıldığı zaman metotların sadece bir bileşendeki değişimleri ölçmeyle sınırlandırılmaması gerektiği sonucuna varılmıştır.



Şekil 3. X-ışını kırınım deseninin depolama süresiyle birlikte gelişimi (24)

Jagannath ve ark. (23) bayatlama derecesini ölçmek için wide-angle x-ray scattering (WAXS) kullanmışlardır.

İLETKENLİK VE KAPASİTANS

Ekmek içinin bayatlamasıyla sonuçlanan ekmekteki değişimlerin en azından nişasta retrogradasyonu ve nişasta ile gluten arasındaki nem dağılımıyla ilişkili olduğu doğrulanmıştır. Serbest ve bağlı suyun dielektrik sabitleri farklı olduğu için, bayatlama esnasında meydana gelen değişimler ekmek içinin elektriksel özelliklerinde bir değişimle sonuçlanabilir. Kay ve Willhorft (25), retrogradasyonun kondüktans ve kapasitanstaki değişikliklerle birlikte oluştuğunu bulmuşlardır. Bu da ekmek bayatlaması ile birlikte oluşan değişikliklerin elektriksel olarak belirlenebileceğini göstermektedir.

MİKROSKOPI

İletilmiş (Transmitted) ve Polarize Işık Mikroskopileri

İletilmiş ışık ve polarize ışık mikroskopisinden bayatlamadan önce ve sonra ekmeğin nişasta granüllerindeki değişimleri incelemek amacıyla yararlanılmıştır (26). Polarize ışık altında gözleendiğinde doğal nişasta çift kırınımlıdır ve "Maltese crosses"e sahiptir. Jelatinizasyon esnasında, nişasta kristalitleri erir ve düzenlenir ve çift kırılım kaybolur. Ekmek pişirmesi esnasında nişasta granülleri Maltese crosses'lerini kaybeder fakat az miktarda çift kırınımı (16) ve granüler kimliklerini yitirmezler. Moleküler düzeydeki yeniden düzenlemelerden dolayı yaşlanmada ekmek içi bazı çift kırınımı tekrar kazanır.

Aynı Odaklı Lazer Tarama Mikroskopisi (CLSM)

Aynı odaklı lazer tarama mikroskopisinin (Confocal Laser Scanning Microscopy) diğer mikroskopilerden avantajı dijital olarak 3 boyutlu görüntüye dönüştürülebilir bir görüntü sunabilmesidir. CLSM ekmeğin iç yapısı hakkında kalitatif bilgi sağlamaktadır. CLSM, bayatlama süresince ekmeğin nişasta granüllerindeki değişimleri incelemek için de kullanılmaktadır. Bununla birlikte, 10 günlük bayat ve taze ekmeğin aynı odaklı görüntülerinde hiçbir fark olmadığı rapor edilmiştir. Bu da bayatlama süresince olan değişimlerin alt mikroskobik yani sadece moleküler olduğuna işaret eder (1).

Elektron Mikroskopisi

Elektron mikroskopisi ekmek bayatlamasında kullanılmamaktadır. Fakat muhakkak bir umut vardır. Transmission ve scanning elektron mikroskopisinin her ikisi de hamurların, ekmeklerin ve çirışlerin incelenmesinde kullanılmıştır.

AMİLOZ VE AMİLOPEKTİN ÇÖZÜNÜRLÜĞÜ

Bayatlama esnasında çözünür amiloz ve amilopektin (çözünür nişasta) miktarının düştüğü ve bu düşüşün ilk 24 saat içerisinde çok hızlı sonraki zamanlarda nispeten yavaş olduğu rapor edilmiştir. Tek tek incelendiğinde amilozun çözünürlüğünün amilopektinden çok daha hızlı bir şekilde düştüğü gözlenmiş ve bu durum amilozun amilopektine kıyasla daha hızlı retrograde olup çözünürlüğünün düşmesine bağlanmıştır (27, 28).

DUYUSAL/ORGANOLEPTİK TESTLER

Caul'a (29) göre aroma, ekmekteki en değerli duyusal özelliklerden biridir (30). Ekmek aroması; fermentasyon ve pişirme basamakları gibi pişirme proseslerinin farklı kısımlarından ve ingredientlerden kaynaklanan, uçucu ve uçucu olmayan bileşenlerin yüzlercesinden oluşmaktadır (30). Fermentasyon ve pişirme ekmek aromasının ana kaynaklarıdır ve ikisi de gereklidir (31).

Bayatlamada ekmeğin en göze çarpan zararlı değişimleri arasında tat ve aroma kaybı vardır. Sonuçta oluşan tat "bland" olarak tanımlanır (32). AACC metodu 74–30 (33) bayatlamayı etkileyen toplam faktörlerin (ekmek içi/kabuğu "görünümü" yada "hissi", "tadı" ve "ağızda bıraktığı his", "sıklık", "aroma" ve "doku" değişiklikleri, yada panelist tarafından not edilen diğer önemli faktörler) panel oranlarını içerir. Panelistler tarafından değerlendirilen bayatlama ve ölçülen ekmek içi sertliği arasında yüksek bir ilişki bulunmuştur (1).

Lorenz ve Maga (34) yaptıkları çalışmada toplam gaz-sıvı kromatografi (GLC) pik alanı, karbonil içeriği ve beyaz ekmeğinin organoleptik gelişim puanı arasında direkt bir ilişki olduğunu bulmuşlardır. Taze ekmekteki

karbonil bileşiklerinin karışımındaki aldehitlerin %72.9'dan beş gün sonunda %15.1'e düştüğünü; oysa ketonların %27.1'den %84.9'a yükseldiğini tespit etmişlerdir. Sonuç olarak aldehit içeriğindeki bu düşüşün bayat ekmeğin tat ve lezzetinin kabul edilebilirliğindeki düşüşte payı olduğunu belirtmişlerdir.

SONUÇ

Bayatlamamanın mekanizması çok karmaşık olduğu ve hâlâ tam manasıyla çözülemediği için bu analizlerin hiçbiri tek başına bayatlamayı takip etmede kullanılamamaktadır. Bu analizlerden elde edilen veriler tek başına bayatlamayı tanımlamada yetersiz kalabilmektedir. Çoğunlukla kullanılan metotlar, sertlik ölçümleri, DSC ve X-ışını kırınım analizleridir. Genel olarak; nişastanın yeniden kristalizasyonunun bayatlama prosesinin başlıca nedeni olduğu fakat bunun ekmeğin bayatlamasıyla eş anlamlı olmadığı kabul edilmektedir. Diğer bileşenlerdeki değişimlerin ve bu bileşenlerin nişasta ile ilişkilerinin de bayatlama prosesinde önemli roller oynaması muhtemeldir (7).

KAYNAKLAR

1. Gray JA, Bemiller JN. 2003. Bread staling: molecular basis and control. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2: 1–21.
2. Karim AA, Norziah MH, Seow CC. 2000. Methods for the study of starch retrogradation. *Food Chem*, 71: 9–36.
3. Gerçekaslan KE, Kotancılar HG, Karaoğlu MM. 2007. Ekmek bayatlaması ve bayatlama derecesini ölçmede kullanılan yöntemler: I. *Gıda*, 32 (6) 305-315.
4. Osborne BG. 1998. NIR measurements of the development of crystallinity in stored bread crumb. *Analisis Magazine*, 26 (4) 55–57.
5. Xie F, Dowell FE, Sun XS. 2003. Comparison of near-infrared reflectance spectroscopy and texture analyzer for measuring wheat bread changes in storage. *Cereal Chem*, 80 (1) 25–29.
6. Ruan RR, Chen PL. 2000 Nuclear magnetic resonance techniques. In: Chinachoti, P. and Vodovotz, Y., editors. *Bread Staling*. Boca Raton, Fla.: CRC Press. p 113–127.
7. Chen PL, Long Z, Ruan R, Labuza TP. 1997. Nuclear magnetic resonance studies of water mobility in bread during storage. *Lebensm.-Wiss.u.-Technol*, 30: 178-183.
8. Engelsen SB, Jensen MK, Pedersen HT, Norgaard L, Munck L. 2001. NMR-baking and multivariate prediction of instrumental texture parameters in bread. *J Cereal Sci*, 33: 59-69.
9. Yu-shiun L, Ah-I Y, Cheng-yi L. 2001. Correlation between starch retrogradation and water mobility as determined by Differential Scanning Calorimetry (DSC) and Nuclear Magnetic Resonance (NMR). *Cereal Chem*, 78 (6) 647–653.
10. Morgan KR, Fourneau RH, Stanley RA. 1992. Observation by solid-state ¹³C CP MAS NMR spectroscopy of the transformations of wheat starch associated with the making and staling of bread. *Carbohydr. Res*, 235, 15.
11. Baik MY, Dickinson LC, Chinachoti P. 2003. Solid-state ¹³C CP/MAS NMR studies on aging of starch in white bread. *J. Agric. Food Chem*, 51: 1242–1248.
12. Kim-Shin MS, Mari F, Rao PA, Stengle TR, Chinachoti P. 1991. ¹⁷O Nuclear magnetic resonance studies of water mobility during bread staling. *J Agric Food Chem*, 39: 1915-1920.
13. Ruan R, Almaer S, Huang VT, Perkins P, Chen P, Fulcher RG. 1996. Relationship between firming and water mobility in starch-based food systems during storage. *Cereal Chem*, 73 (3) 328–332.
14. Wu JY, Eads TM. 1993. Evolution of polymer mobility during ageing of gelatinized waxy maize starch: a magnetization transfer ¹H NMR study. *Carbohydr Polym*, 20: 51.
15. Vodovotz Y, Vittadini E, Sachleben JR. 2002. Use of ¹H cross-relaxation nuclear magnetic resonance spectroscopy to probe the changes in bread and its components during aging. *Carbohydrate Research*, 337: 147–153.
16. Varriano-Marston E, Ke V, Huang G, Ponte J Jr. 1980. Comparison of methods to determine starch gelatinization in bakery foods. *Cereal Chem*, 57: 242.
17. Katz JR. 1934. The physical chemistry of starch and bread baking XX. *Z. Physical Chemistry*, A169, 321. (referenced to Karim 2000).
18. Ribotta PD, Cuffini S, Leon AE, Anon MC. 2004. The staling of bread: an X-ray diffraction study. *European Food Research and Technology*, 218: 219–223.
19. Manzacco L, Nicoli MC, Labuza T. 2002. Study of bread staling by X-ray diffraction analysis. *Italian J. Food Sci*, 14 (3) 235-246.

20. Tester RF, Karkalas J, Qi X. 2004. Starch composition, fine structure and architecture. *Journal of Cereal Science*, 39: 151–165.
21. Dragsdorf RD, Varriano-Marston E. 1980. Bread staling: X-ray diffraction studies on bread supplemented with α -amylases from different sources. *Cereal Chem*, 57 (5) 310–314.
22. Sidhu JS, Al-Saqer J, Al-Zenki S. 1997. Comparison of methods for assessment of the extent of staling in bread. *Food Chem*, 58: 161–167.
23. Jagannath JH, Jayaraman KS, Arya SS, Somashekar R. 1998. Differential scanning calorimetry and wide-angle X-ray scattering studies of bread staling. *Journal of Applied Polymer Science*, 67: 1597–1603.
24. Del Nobile MA, Martoriello T, Mocci G, La Notte E. 2003. Modeling the starch retrogradation kinetic of durum wheat bread. *Journal of Food Engineering*, 59: 123–128.
25. Kay M, Willhoff EMA. 1972. Bread staling. IV. Electrical properties of crumb during storage. *J Sci Food Agric*, 23: 321.
26. Hug-Iten S, Handschin S, Conde-Petit B, Escher F. 1999. Changes in starch microstructure on baking and staling of wheat bread. *Lebensm Wiss Technol*, 32: 255–260.
27. Morad MM, D'Appolonia BL. 1980. Effect of surfactants and baking procedure on total water-solubles and soluble starch in bread crumb. *Cereal Chem*, 57 (2) 141–144.
28. Shaikh IM, Ghodke SK, Ananthanarayan L. 2007. Staling of chapatti (Indian unleavened flat bread). *Food Chem*, 101: 113–119.
29. Caul M. 1972. La flaveur des aliments et le consommateur. *Bulletin des anciens élèves de l'école de meunerie*, 251: 242–246.
30. Katina K. 2005. Sourdough: a tool for the improved flavour, texture and shelf-life of wheat bread. VTT Publications 569. 92 p.+ app.81 p.
31. Hansen A, Schieberle P. 2005. Generation of aroma compounds during sourdough fermentation: applied and fundamental aspects. *Trends in Food Science and Technology*, 1–10.
32. Setser CS. 1996. Sensory methods. In: Hebeda RE, Zobel H, editors. *Baked Goods Freshness*. New York: Marcel Dekker. p 171–187.
33. AACC. 2000. *Approved Methods of the American Association of Cereal Chemists*. 10th Ed. Vol. II. AACC Methods 74–09, 74-10A and 74–30. American Association of Cereal Chemists. St. Paul, Minn.
34. Lorenz K, Maga J. 1972. Staling of white bread: Changes in carbonyl composition and glc headspace profiles. *J. Agr. Food Chem*, 20 (2) 211–213.