



Research Article  
Vol. ?, No. ?, ?? ?, p. ???

## Influence of *k*-Carrageenan on Whey Protein Isolate Cold-Set Emulsion Filled Gel: A Rheological and Mechanical Study

M.R. Salahi<sup>1,3</sup>, S.M.A. Razavi<sup>ID 2,3\*</sup>, M. Mohebbi<sup>ID 2</sup>

1 and 2- Ph.D. Graduated and Professor, Department of Food Science and Technology, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran, respectively.

(\*- Corresponding Author Email: [s.razavi@um.ac.ir](mailto:s.razavi@um.ac.ir))

3- Center of Excellence in Native Natural Hydrocolloids of Iran, Ferdowsi University of Mashhad (FUM), Mashhad, Iran

Received: 16.04.2023  
Revised: 18.05.2023  
Accepted: 01.07.2023  
Available Online: 02.07.2023

How to cite this article:

Salahi, M.R., Razavi, S.M.A., & Mohebbi, M. (?). Influence of *k*-Carrageenan on whey protein isolate cold-set emulsion filled gel: A rheological and mechanical study. *Iranian Food Science and Technology Research Journal*,. (In Press). <https://doi.org/10.22067/ifstrj.2023.81976.1251>

### Introduction

Emulsion-filled gel is a sort of gel system that traps oil droplets as a filler and contains a wide range of semi-solid to solid food products. It can also be utilized as a dual system to distribute and control the release of both lipophilic and hydrophilic bioactive and micronutrient substances. The main polymers involved in gel formation in food products are proteins and polysaccharides. Using molecular interactions between biopolymers, a wide range of rheological and physicochemical properties of gels can be methodically created. As a result, the interaction between proteins and polysaccharides has received a lot of attention in order to generate novel products. Because of their functional qualities and high nutritional value, whey proteins are frequently used in the food industry. As a result, mixed gels based on whey protein have gained a lot of attention. *k*-Carrageenan is commonly utilized in the food industry as a gelling and firming agent. Because *k*-Carrageenan, like whey protein isolate, can form a gel independently, its interaction with whey protein isolate in emulsion gel systems appears appealing. Therefore, in this study, the effect of *k*-Carrageenan gum (0.0, 0.1, 0.3, 0.5, and 0.7%) on the textural (uniaxial compression test), rheological (steady shear, strain sweep, and frequency sweep tests), and water holding capacity of cold-set emulsion-filled gel based on whey protein isolate was investigated.

### Materials and Methods

Whey protein isolate (WPI) (98.9% protein, dry basis) was given as a gift by Agropur Ingredients Co. (Le Sueur, Minnesota, USA). *k*-Carrageenan and CaCl<sub>2</sub> ( $m_w$ : 147.01 gr/mol) were purchased from Sigma Aldrich Co. (USA) and Merck Co. (Darmstadt, Germany), respectively. Sunflower oil was supplied from local supermarket. Stock dispersions of WPI and *k*-Carrageenan were prepared by dissolving sufficient amounts of their powders in deionized water. To prepare uniform oil in water emulsion, sunflower oil was added to the WPI dispersion and the obtained mixture homogenized first using a laboratory rotor-stator homogenizer (15000 rpm, 3 min), then by an ultrasonic homogenizer (20 kHz, 5 min). The prepared emulsion and *k*-Carrageenan dispersions were poured into Schott bottles and heated in a water bath (90 °C, 40 min). WPI emulsion and AG dispersion were mixed in a cylindrical container on a stirring plate at a speed of 600 rpm for 6-8 min to obtain a homogeneous mixture. After decreasing the temperature to 60 °C for the ion-induced gelation, the mixtures were charged with CaCl<sub>2</sub> (10 mM). The prepared samples were incubated in a refrigerator overnight to stabilize the 3D network. The final mixed EFG samples contained 5.5% WPI, 20% oil, and 0, 0.1, 0.3, 0.5, and 0.7% (w/w) of *k*-carrageenan. The tests performed on emulsion-filled gel samples were: 1) steady shear (0.01-10 s<sup>-1</sup>), 2) strain sweep (strain: 0.1-1000%, frequency: 1 Hz), 3) frequency sweep (frequency: 0.1-100 Hz, strain: 0.5%), 4) uniaxial compression (target strain: 80%, deformation speed: 1 mm/s), and 5) water holding capacity (by utilizing a microcentrifuge, 600×g for 10 min).



©2023 The author(s). This is an open access article distributed under [Creative Commons Attribution 4.0 International License \(CC BY 4.0\)](#), which permits use, sharing, adaptation, distribution and reproduction in any medium or format, as long as you give appropriate credit to the original author(s) and the source.

<https://doi.org/10.22067/ifstrj.2023.81976.1251>

## Results and Discussion

According to the results of steady shear test, all samples had a shear thinning behavior, and based on the power-law model, this behavior was intensified in the presence of *k*-Carrageenan; and with increasing the gum concentration from 0 to 0.7%, the consistency coefficient increased from 339.9 to 545.7 Pa.s. In the strain sweep test, with the increase in the gum concentration, the values of the elastic and viscous modulus in the linear region and the modulus at the crossover point increased, and  $\tan \delta_{LVE}$  decreased from 0.17 to 0.13, which indicated an increase in the strength of the emulsion gel network structure. Based on the frequency sweep test, with the increase in *k*-Carrageenan concentration, the parameters  $K'$  and  $K''$ , network strength and network expansion increased from 5311.8 Pa, 939.9 Pa, 1.5380 Pa.s<sup>1/2</sup> and 10.05 in the control sample to 25080 Pa, 3574.9 Pa, 16097.7 Pa.s<sup>1/2</sup> and 16.41 in the sample containing 0.7% *k*-Carrageenan, respectively. Moreover, the frequency dependency of elastic modulus decreased from 0.095 in the control sample to 0.050 in the 0.7% *k*-Carrageenan contained sample. According to the large deformation test, in general, in the composite emulsion-filled gels, the values of apparent modulus of elasticity and fracture stress were higher and fracture strain and fracture energy were lower than in the control sample. Also, the results showed that different *k*-Carrageenan concentrations had no significant effect on the water holding capacity.

## Conclusion

The obtained results showed that *k*-Carrageenan had considerable influence on the rheo-mechanical features of cold-set emulsion-filled gels based on whey protein which can add to the knowledge base for the production of new functional foods.

**Keywords:** Cold set emulsion filled gel, *k*-Carrageenan, Rheology, Texture, Whey protein

## مقاله پژوهشی

جلد ۹، شماره ۳، ۲۰۲۳ ص. ۹۴۰-۹۳۱

# تأثیر کاپاکاراگینان بر ژل پر شده امولسیونی سرد ایزوله پروتئین آب پنیر: یک مطالعه رئولوژیکی و مکانیکی

محمد رضا صلاحی<sup>۱\*</sup>- سید محمد علی رضوی<sup>۲</sup> و <sup>۳</sup>- محبت محبی<sup>۲</sup> 

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۰۱/۲۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۰۴/۱۰

## چکیده

در پژوهش حاضر، اثر صمغ کاپاکاراگینان (۰/۰۰، ۰/۵ و ۰/۷ درصد) بر ویژگی‌های مکانیکی (آزمون فشاری تک محور)، رئولوژیکی (آزمون‌های برشی پایا، کرنش متغیر و فرکانس متغیر) و ظرفیت نگهداری آب ژل سرد پر شده امولسیونی مبتنی بر ایزوله پروتئین آب پنیر بررسی شد. طبق نتایج آزمون برشی پایا، تمامی نمونه‌ها دارای رفتار تضعیف شونده با برش بودند و بر اساس مدل قانون توان، در حضور کاپاکاراگینان این رفتار تشدید می‌شد؛ و با افزایش غلظت صمغ از صفر تا ۰/۷ درصد، مقدار ضربه قوام از ۵۴۵/۷ پاسکال در ثانیه ۳۳۹/۹ تا ۵۴۵/۷ پاسکال در ثانیه ۰/۰۷ به  $\tan \delta_{LVE}$  از  $13/0$  به  $17/0$  کاهش پیدا کرد که بیانگر افزایش استحکام ساختار شبکه ژل ویسکوز در ناحیه خطی و مدول در نقطه متقاطع افزایش یافتدند و  $K'$  و  $K''$ ، قدرت شبکه و گسترش شبکه بهترتبه از ۵۳۱/۸ پاسکال، امولسیون بود. بر اساس آزمون فرکانس متغیر، با افزایش غلظت کاپاکاراگینان، پارامترهای  $K'$  و  $K''$ ، گسترش شبکه بهترتبه از ۹۳۹/۹ پاسکال، ۱۰/۰ درصد کاراگینان افزایش یافتدند. بهطور کلی، در ژل‌های امولسیونی مرکب، مقادیر مدول ظاهری الاستیسیته و تنش شکست بیشتر و کرنش شکست و انرژی شکست کمتر از نمونه شاهد بود. همچنین، نتایج نشان داد که غلظت‌های مختلف کاپاکاراگینان اثر معنی‌داری بر ظرفیت نگهداری آب نمونه‌های ژل امولسیون نداشت. نتایج این پژوهش می‌تواند به دانش تولید غذاهای کاربردی جدید مبتنی بر برهmekش پروتئین-پلی ساکارید بیفزاید.

**واژه‌های کلیدی:** بافت، پروتئین آب پنیر، رئولوژی، ژل سرد پر شده امولسیونی، کاپاکاراگینان

## مقدمه

ترمودینامیکی، ژل‌های پر شده امولسیونی پایداری بالایی دارند و بهدلیل اینکه هر دو مزیت ژل و امولسیون را با هم دارند، می‌توانند به عنوان یک سیستم دوگانه برای تحويل و کنترل رهایش هر دو طیف ترکیبات زیست فعال و ریز مغذی چربی‌دوست و آبدوست مانند پروپیوتیک‌ها، آنزیم‌ها، ویتامین‌ها، کاروتونوئیدها، آلفا توکوفرول و Alavi *et al.*, 2020; Lu *et al.*, 2019; Chen *et al.*, 2020; Bao *et al.*, 2020; Mao *et al.*, 2018 Maltais *et al.*, 2010; نیز ترکیبات آرومایی مورد استفاده قرار گیرند (*Farjam & Madadlou, 2019; Liu et al., 2015*)

ژل پر شده امولسیونی<sup>۲</sup> نوعی سیستم ژلی است که در آن قطرات روغن به عنوان پر کننده به دام افتاده‌اند و طیف گسترهای از محصولات نیمه‌حامد تا جامد مانند ماست، سس، بستنی، پنیر و گوشت‌های فرآوری شده را در صنایع غذایی در بر می‌گیرند (*Farjam & Madadlou, 2019; Liu et al., 2015*) از نظر

۱ و ۲- بهترتبه دانش آموخته دکتری و استاد، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران

۳- قطب علمی هیدروکلریدهای طبیعی بومی ایران، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران

(\*)- نویسنده مسئول: [s.razavi@um.ac.ir](mailto:s.razavi@um.ac.ir)  
<https://doi.org/10.22067/ifstrj.2023.81976.1251>  
2- Emulsion-filled gel

تبديل شوند. در روش‌های گرم، فرآيند عملياتي ساده‌تر است به طوری که پدیده‌های دناتوره شدن، تجمع و ژل شدن به طور هم‌زمان در طول عمليات حرارتی رخ می‌دهند. اما تشکيل ژل به روش سرد در دو مرحله انجام می‌شود: در مرحله اول، محلول پروتئينی تحت فرآيند حرارتی قرار می‌گيرد تا مولکول‌های پروتئين دناتوره شده، به توده‌های محلول تبديل شوند. در واقع در اين مرحله، تشکيل توده‌های محلول پس از فرآيند حرارتی برای ژل‌سازی به روش سرد بسيار ضروري است. پس از سرد کردن محلول پروتئينی حرارت داده شده در ژل‌سازی به روش سرد، تشکيل ژل با اضافه کردن نمک‌های مانند  $\text{CaCl}_2$  و  $\text{NaCl}$  (ژل شدن سرد ناشی از نمک)، یا با اضافه کردن اسيدي کننده‌های مانند گلوكونو دلتا لاكتون (ژل شدن سرد ناشی از اسيدي)، یا با اضافه کردن آنزيمی مانند ترانس گلوتاميناز (ژل شدن سرد ناشی از آنزيم) و یا استفاده از محلولی از اين عوامل انجام می‌گيرد (Salahi et al., 2022a). روش‌های سرد نسبت به روش‌های گرم مزاياي بيشرتري دارند به عنوان مثال، روش‌های سرد می‌توانند از اجزاي غذايي حساس به حرارت مانند وิตامين B1 و پروبيوتيكها محافظت کنند، همچنين کنترل بيشرتري روی شكل نهايی، ساختار و بافت ژل وجود دارد (Kazemi-Taskooh & Varidi, 2021).

هدف از انجام اين پژوهش، ايجاد درک بهتر در مورد ساختار ژل‌های پر شده امولسيوني مركب تهيه شده به روش سرد حاصل از محلول ايزوله پروتئين آب پنير و پلي‌ساكاريد کاپاکاراگينان بر اساس آزمون‌های مakaniki، رئولوژيکي و فيزيکوشيميايی است.

## مواد و روش‌ها

### مواد

ايزوله پروتئين آب پنير از شركت آگروبور (Le Sueur, USA) تهيه شد که طبق آناليز ارائه شده توسط شركت مشكّل از ۹۸/۹٪ پروتئين (بر مبناي وزن خشك)، ۰/۳٪ چربی، ۱/۷٪ خاکستر و ۴/۶٪ رطوبت با مقدار pH=۶/۹ (محلول ۱۰٪) بود (شماره سري ساخت: JE-۴۲۰-۶۰-۱۹). رogen آفتابگردان (ساخت شركت اوپلا) از يك سوبر ماركت تهيه و به طور مستقيم و بدون انجام انجام فرآيندهای خالص‌سازی مورد استفاده قرار گرفت. صمغ کاپاکاراگينان از شركت سيگما آللرديج (آمريكا)، تهيه شد. نمک كلسيم کلرييد دهيدراته ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )، با وزن مولکولي ۱۴۷/۰۱ gr/mol (نيز از شركت مرک Darmstadt, Germany) خريداري شد.

### آماده‌سازی نمونه‌ها

#### تهيه محلول صمغ

گرفته است (Xiong et al., 2017). برهمنکش‌های بين پروتئين و پلي‌ساكاريد به ويژگی‌های آنها (مانند وزن مولکولي و چگالي بار) و نيز شرایط محيطي (مانند pH، حضور یون‌ها و دما) بستگي دارد (Behrouzian & Razavi, 2020; Çakir & Foegeding, 2011) در تهيه ژل امولسيون‌ها معمولاً از پروتئين‌ها به دليل داشتن هر دو خصوصيت امولسيفايری و ژل‌دهندگي به عنوان پايه ساختار ژل و از پلي‌ساكاريدها برای بهبود خواص رئومکانيکي و فيزيکوشيميايی استفاده می‌شود (Salahi et al., 2024).

پروتئين‌های آب پنير به دليل خصوصيات عملکردي و ارزش غذايي بالا به طور گستردگي در صنایع غذايي مورد استفاده قرار می‌گيرند. لذا، ژل‌های ترکيبي مبتنی بر ايزوله پروتئين آب پنير بسيار مورد توجه قرار گرفته اند. ايزوله پروتئين آب پنير به طور عمده از پروتئين‌هایي کروي شامل بتا-اكتوگلوبولين (۵۰ درصد) و آلفاکاتالبومين (۲۰ درصد) تشکيل شده است (Behrouzian & Razavi, 2020). به منظور تشکيل ساختارهای ژل، مولکول‌های کروي پس از دناتوره شدن، متراکم شده و به يكديگر متصل می‌شوند و بسته به شرایط محيطي ساختارهایي با ويژگي‌های بافتی متفاوتی ايجاد می‌کنند.

کاپاکاراگينان<sup>۱</sup> به طور گستردگي به عنوان يك عامل ژل‌دهنده و سفت‌کننده ساختار در صنایع غذايي از جمله صنایع لبنيات مورد استفاده قرار می‌گيرد. از آنجا که کاپاکاراگينان همانند ايزوله پروتئين آب پنير قادر به تشکيل ژل به صورت مستقل است، لذا برهمنکش آن با ايزوله پروتئين آب پنير جذاب به نظر مي‌رسد. پس از انجام فرآيند حرارتی و در مرحله سرد کردن، ژل شدن کاپاکاراگينان در يك فرآيند دو مرحله‌اي شامل انتقال کوبل ماريچي و سپس تجمع و تشکيل شبکه در حضور کاتيون‌ها رخ می‌دهد که خصوصيات فيزيكى ژل حاصل به غلظت پلimer، نوع و غلظت کاتيون مورد استفاده و نيز سرعت سرد شدن محلول حرارت داده شده دارد (Çakir & Foegeding, 2011).

هنگامی که پروتئين‌ها و پلي‌ساكاريدها دو فاز بيوپلimeri را تشکيل می‌دهند، ژلاسيون معمولاً با ژل شدن فاز پروتئيني رخ می‌دهد. به طور کلي، ژل پروتئين‌ها با فرآيند حرارت تشکيل می‌شود که طي آن مولکول‌های پروتئين باز شده، به طور منظم متراکم شده و شبکه‌اي ايجاد می‌کنند که در نهايیت منجر به ايجاد بافت ايده آلی در مواد غذايي می‌شود (Jiang et al., 2018). پروتئين‌های کروي می‌توانند از طریق روش گرم<sup>۲</sup> یا روش سرد<sup>۳</sup> به اشكال ژل‌های نرم تا جامد

1- *k*-Carrageenan

2- Heat-set

3- Cold-set

ژل، مقدار مناسبی از محلول ۵ درصد از نمک  $\text{CaCl}_2$  تهیه شده برای ایجاد غلظت ۱۰ میلی مولار در فرمولاسیون نهایی به سیستم اضافه شد و سپس به منظور پخش یکنواخت نمک در نمونه‌های ژل، عمل هم زدن به مدت ۲ دقیقه و با سرعت ۶۰۰ دور بر دقیقه انجام شد. در پایان، به منظور تکمیل تشکیل ساختار ژل، نمونه‌ها به مدت یک شب در یخچال با دمای ۴ درجه سانتی گراد نگهداری شدند. در پایان این بخش ۵ نمونه ژل امولسیون شامل یک نمونه ژل امولسیون شاهد حاوی ۵/۵ درصد از ایزوله پروتئین آب پنیر و ۲۰ درصد از روغن به همراه نمونه‌های ژل امولسیون مرکب حاوی کاپاکاراگینان با غلظت‌های ۰/۱، ۰/۳، ۰/۵ و ۰/۷ درصد تهیه شدند. قبل از انجام ارزیابی‌های خصوصیات ژل‌های امولسیونی تهیه شده، نمونه‌ها جهت رسیدن به دمای محیط به مدت یک ساعت در دمای ۲۰-۲۲ درجه سانتی گراد نگهداری شدند.

### آزمون‌ها

#### آزمون‌های رئولوژیکی

برای ارزیابی خواص رئولوژی نمونه‌ها از دستگاه رئومتر پارافیزیکا (مدل ۳۰۱ MCR، شرکت Anton Paar) مجهز به پروف صفحه موازی با قطر ۵۰ میلی‌متر و اندازه گپ ۲۰۰۰ میکرومتر استفاده شد. تمامی آزمون‌ها در دمای ۲۰ درجه سانتی گراد انجام شد. برای کنترل دما از سیستم Peltier (Viscotherm VT2) مجهز به سیرکولاتور سیال با دقت ۰/۰۱ درجه سانتی گراد استفاده شد. برای ایجاد تعادل دمایی، قبل از شروع آزمون‌ها، نمونه‌ها به مدت ۳-۵ دقیقه در این دما قرار داشتند. داده‌های حاصل از آزمون‌های رئولوژیکی توسط نرم‌افزار رئولاس نسخه ۳/۴۰ ثبت شدند. همچنین برای برآش داده‌ها از نرم‌افزار متلب نسخه ۲۰۱۷b استفاده شد.

#### آزمون رئولوژیکی برشی پایا

اثر درجه برش بر رفتار رئولوژیکی نمونه‌ها در دامنه  $10^{-1}$ - $10^0 \text{ s}^{-1}$  مورد ارزیابی قرار گرفت. به منظور توصیف کمی خصوصیات رئولوژیکی پایا در نمونه‌های ژل امولسیون از مدل قانون توان<sup>۱</sup> (معادله ۱) استفاده شد:

$$\eta_a = k\dot{\gamma}^{(n-1)} \quad (1)$$

که در این مدل  $\eta_a$  نشان‌دهنده ویسکوزیته ظاهری (Pa.s)،  $k$  نشان‌دهنده ضریب قوام (Pa.  $\text{s}^{n-1}$ )،  $\dot{\gamma}$  نشان‌دهنده درجه برش ( $\text{s}^{-1}$ ) و  $n$  نشان‌دهنده شاخص رفتار جریان (بدون واحد) هستند (Salahi et al., 2022b)

به منظور تهیه دیسپرسیون‌های صفحه کاپاکاراگینان، مقادیر لازم از پودر صفحه به آرامی همراه با مخلوط کردن توسط همزن مغناطیسی به آب دیوینیزه اضافه شدند. عمل هم زدن با سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه و تا زمان تکمیل فرآیند اتحلال و جذب آب توسط صفحه در دمای محیط ادامه داشت. پس از آن محلول صفحه به مدت ۱۸-۲۴ ساعت جهت انجام هیدراتاسیون کامل مولکول‌های صفحه در دمای یخچال (۴ درجه سانتی گراد) نگهداری شدند. صفحه کاپاکاراگینان بر اساس ایجاد غلظت‌های ۰/۱، ۰/۳، ۰/۵ و ۰/۷ درصد در نمونه‌های ژل‌های پر شده امولسیونی تهیه شدند.

#### تهیه امولسیون ایزوله پروتئین آب پنیر

در ابتدا ایزوله پروتئین آب پنیر به آرامی حین هم زدن به آب دیوینیزه اضافه شد. به منظور هیدراتاسیون کامل پروتئین‌ها، دیسپرسیون به مدت ۲ ساعت و با سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه توسط همزن مغناطیسی در دمای محیط هم‌زده شد. سپس، مقدار مناسبی از روغن آفتاگردان برای ایجاد غلظت ۲۰ درصد وزنی در فرمولاسیون نهایی، به دیسپرسیون ایزوله پروتئین آب پنیر اضافه شد و مخلوط حاصل به مدت ۱ ساعت دیگر هم زده شد. به منظور هموژنیزه کردن مخلوط حاصل، از دستگاه همگن‌ساز التراتوراکس (مدل IKA، آلمان) با سرعت ۱۵۰۰۰ دور بر دقیقه به مدت ۳ دقیقه و در دمای محیط استفاده شد. در ادامه، به منظور یکنواختی بیشتر امولسیون، از دستگاه اولتراسونیک (مدل UHP-۴۰۰، ۲۰ kHz، ایران) مجهز به یک پروف استوانه‌ای از جنس تیتانیوم و با قطر ۱۳ میلی‌متر استفاده شد. پروف دستگاه به اندازه ۲ سانتی‌متر در داخل نمونه‌ها فرو برده شد و عمل هموژنیزاسیون به مدت ۵ دقیقه و به صورت پالسی (۲۰ ثانیه روشن، ۱۰ ثانیه) خاموش انجام شد. با استفاده از یک حمام آب سرد، دمای نمونه‌ها طی فرآیند سونیکاسیون در محدوده ۲۵-۳۰ درجه سانتی گراد ثابت نگه داشته شد (Salahi et al., 2024).

#### تهیه نمونه‌های ژل‌های پر شده امولسیونی

امولسیون‌های تهیه شده درون بطیعه‌های شیشه‌ای ریخته شده و درون حمام آب داغ به مدت ۴۰ دقیقه در دمای ۹۰ درجه سانتی گراد حرارت داده شدند. برای صفحه کاپاکاراگینان نیز فرآیند حرارتی مشابهی انجام گرفت. بلافالسله پس از انجام فرآیند حرارتی، صفحه کاپاکاراگینان با امولسیون حرارت دیده درون ظروف پلاستیکی با قطر ۵۵ میلی‌متر مخلوط شده و روی همزن مغناطیسی با سرعت ۶۰۰ rpm کاهش دمای مخلوط به ۵۵-۶۰ درجه سانتی گراد، به منظور تشکیل

## آزمون‌های رئولوژیکی بررسی دینامیک نوسان کم<sup>۱</sup>

### آزمون کرنش متغیر

در این پژوهش با استفاده از آزمون کرنش متغیر در دامنه کرنش ۱۰۰۰/۱ درصد خصوصیات ویسکوالاستیک نمونه‌های ژل‌های پر شده امولسیونی در میزان فرکانس ثابت ۱ Hz مورد ارزیابی قرار گرفت. پارامترهای مورد بررسی حاصل از این آزمون شامل مدول الاستیک ( $G'_{LVE}$ , Pa)، مدول ویسکوز ( $G''_{LVE}$ , Pa)، مقدار تاثرانت اتلاف ( $\tan \delta_{LVE}$ ), ناحیه کرنش خطی ( $\gamma_L$ , درصد)، مقدار کرنش در نقطه جریان ( $\gamma_F$ , درصد)، تنش در نقطه جریان ( $\tau_F$ , Pa) و مدول متناظر آن ( $G_F$ :  $G' = G'', \text{Pa}$ ) بودند (Razavi; Razi et al., 2018).

### آزمون فرکانس متغیر

برای ارزیابی طیف مکانیکی نمونه‌های ژل امولسیون، آزمون فرکانس متغیر در دامنه فرکانس ۰/۱ تا ۱۰۰ هرتز و در دمای ثابت ۲۰ درجه سانتی‌گراد در ناحیه ویسکوالاستیک خطی (LVE) و تحت کرنش ثابت ۰/۵ درصد انجام شد. بهمنظور ارزیابی میزان وابستگی به فرکانس مدول‌های الاستیک و ویسکوز ژل‌های امولسیونی از مدل توانی (معادله‌های ۲ و ۳) استفاده شده است:

$$G' = K' \times \omega^n' \quad (2)$$

$$G'' = K'' \times \omega^{n''} \quad (3)$$

که در این معادله‌ها،  $K'$  و  $K''$  (Pa.s<sup>n</sup>) به ترتیب عرض از مبدأ منحنی لگاریتمی مدول الاستیک و ویسکوز در برابر فرکانس زاویه‌ای را نشان می‌دهند که به ترتیب نشان‌دهنده سفتی شبکه و ضریب قوام ژل‌های امولسیونی هستند. همچنین، پارامترهای  $n'$  و  $n''$  به ترتیب نشان‌دهنده میزان وابستگی مدول الاستیک و مدول ویسکوز به فرکانس هستند. مقدار  $K'/K''$  (بدون بعد) نمونه‌های ژل امولسیون نیز مورد بررسی قرار گرفت. این پارامتر مقدار متغیر تاثرانت اتلاف را در طول بازه فرکانسی مورد مطالعه نشان می‌دهد که برای محاسبه نسبت جزء ویسکوز به جزء الاستیک در یک سیستم مورد استفاده قرار می‌گیرد.

علاوه بر این، بهمنظور تعیین قدرت ژل‌های امولسیونی تهیه شده، مقادیر مدول کمپلکس در برابر فرکانس به‌وسیله معادله ۴ برآش داده شدند:

$$G^* = \sqrt{G'^2 + G''^2} = A \times \omega^{1/z} \quad (4)$$

### ظرفیت نگهداری آب<sup>۷</sup>

برای این منظور از دستگاه میکروسنتریفیوژ مطابق با روش اوربونایت و همکاران (Urbonaite et al., 2014) با کمی تغییر استفاده شد. ژل‌های امولسیونی با استفاده از چوب‌بنه سوراخ کن با

3- Trigger load

4- True fracture stress

5- True fracture strain

6- Apparent modulus of elasticity

7- Water holding capacity

1- Small amplitude oscillatory shear

2- Linear viscoelastic region

سرعت تخریب آنها کمتر است. این نوع رفتار برای اکثر محلول‌های هیدروکلوبیدی قابل مشاهده است که ناشی از وزن مولکولی بالا و درگیری‌ها و تجمعات پلیمری است. رفتار تضعیف شونده با برش برای هیدروکلوبیدهای آگار، کاراگینان و پکتین ([Alghooneh, 2019](#); [Marcotte et al., 2001](#))، گزارش شده است.

به‌منظور تعیین خصوصیات جریان نمونه‌های ژل امولسیون، مدل‌های مختلفی از جمله قانون توان، هرشل بالکلی<sup>۱</sup>، کراس<sup>۲</sup>، کاربیو<sup>۳</sup> و سیسکو<sup>۴</sup> روی داده‌های رفتار جریان پایا مورد برآنش قرار گرفتند. اما همان‌طور که در [شکل ۱](#) قابل مشاهده است داده‌ها در ناجیه قانون توان قرار دارند لذا قابل پیش‌بینی بود که مدول قانون توان به عنوان بهترین گزینه برای انجام برآش باشد. بر اساس این مدل، میزان ضریب قوام ( $k$ ) در نمونه شاهد برابر با  $339/9 \text{ Pa.s}^n$  بود ([جدول ۱](#)). نتایج نشان داد با افزایش غلظت کاپاکاراگینان، مقدار  $k$  در نمونه‌های ژل امولسیون افزایش یافته و در محدوده  $545/7 \text{ Pa.s}^n$ – $468/4$  قرار داشت. ظرفیت زنجیره‌های پلیمری برای تشکیل ساختارهای سه‌بعدی می‌تواند دلیل افزایش ویسکوزیته ظاهری ژل امولسیون ایزوله پروتئین آب پنیر در حضور پلی‌ساقاریدها باشد.

مقدار شاخص رفتار جریان ( $n$ ) در نمونه شاهد بر اساس مدل قانون توان برابر با  $0.64$  بود. مقدار پارامتر  $n$  در نمونه‌های حاوی صمغ کاپاکاراگینان کمتر از نمونه شاهد بوده در محدوده  $0.38$ – $0.49$  قرار داشت. این نتایج نشان‌دهنده رفتار بسیار تضعیف شونده با برش نمونه‌های ژل امولسیون تهیه شده است. پارامتر  $n$  شدت تغییرات ویسکوزیته را در برابر درجه برش نشان می‌دهد. مقادیر پایین به دست آمده برای  $n$  با توجه به تغییرات زیاد ویسکوزیته ظاهری در برابر تغییرات کم درجه برش قابل توجیه است. به عنوان مثال، در نمونه شاهد مقدار ویسکوزیته از حدود  $25000 \text{ Pa.s}^8$  در درجه برش  $8^\circ$  به حدود  $12/5 \text{ Pa.s}^{10/1}$  در درجه برش  $10^\circ$  کاهش پیدا می‌کند، یعنی در این بازه محدود از درجه برش، مقدار ویسکوزیته ظاهری حدود  $2000$  مرتبه کاهش پیدا کرده است. به طور مشابه، لیو و همکاران ([Liu et al., 2022](#)) گزارش کردند که ژل‌های امولسیونی حاصل از ایزوله پروتئین آب پنیر-آلزینات سدیم که با استفاده از روش امولسیون لایه به لایه تشکیل شده بودند، بسیار به درجه برش حساس بوده و ویسکوزیته ظاهری با افزایش درجه برش به شدت کاهش پیدا می‌کرد به طوری که مقدار آن از حدود  $80000 \text{ Pa.s}^{10/1}$  در درجه برش  $10^\circ$  به کمتر از  $1000 \text{ Pa.s}^{10/1}$  در درجه برش  $8^\circ$  می‌رسید. همچنین، مقدار  $n$  مشابهی ( $0.19$ ) برای پروتئین‌های

بعد  $10$  میلی‌متر ارتفاع و  $4/8$  میلی‌متر قطر برش داده شدند. سپس با استفاده از میکرواسپاتول، نمونه‌ها درون میکروتیوب‌های فیلتر دار  $2$  میلی‌لیتری قرار داده شدند. این میکروتیوب‌ها درون تیوب‌های دیگری قرار گرفتند تا سرم رهایش یافته از ساختار ژل که از فیلتر عبور می‌کند در طی عمل سانتریفیوژ درون آن جمع آوری شود. عمل سانتریفیوژ با سرعت  $6000$  به مدت  $10$  دقیقه در دمای  $20^\circ$  درجه سانتی‌گراد انجام شد. پس از انجام عمل سانتریفیوژ، مایع زهکشی شده از تیوب داخلی به تیوب خارجی منتقل شده و تفاوت وزن بین تیوب خارجی قبل و بعد از سانتریفیوژ مطابق فرمول  $5$  برای محاسبه میزان سرم رهایش یافته از ساختار ژل امولسیون مورد استفاده قرار گرفت:

$$(5) \quad \frac{W_T - W_g}{W_T} \times 100 = (\%) \text{ ظرفیت نگهداری آب}$$

که در این معادله،  $W_T$  مقدار آب در نمونه‌های ژل امولسیون قبل از انجام سانتریفیوژ (برحسب گرم) و  $W_g$  مقدار آب خارج شده از نمونه‌ها طی انجام عمل سانتریفیوژ است. میزان آب موجود در ژل‌های امولسیونی با خشک کردن نمونه‌ها در دمای  $105^\circ$  درجه سانتی‌گراد به مدت  $10$  ساعت در آون تعیین شد. ظرفیت نگهداری آب برای دو نمونه از هر تیمار در دو روز مختلف انجام شد و هر نمونه تهیه شده سه بار مورد تکرار قرار گرفت ([۶ تکرار برای هر تیمار](#)).

## آنالیز آماری

تجزیه و تحلیل آماری داده‌های مربوط به ویژگی‌های رئومکانیکی و ظرفیت نگهداری آب ژل‌های پر شده امولسیونی به صورت آنالیز واریانس بک‌طرفه (one-way ANOVA) در سطح اطمینان  $95$  درصد ( $P < 0.05$ ) با استفاده از نرم‌افزار Minitab نسخه  $18$  انجام شد. همچنین، برای مقایسه میانگین‌ها از آزمون Tukey استفاده شد. برآش داده‌ها با نرم‌افزار Matlab نسخه  $2017b$  و رسم نمودارها با نرم‌افزار Excel نسخه  $2019$  انجام شد.

## نتایج و بحث

### آزمون تنش برشی پایا

رفتار جریان نمونه‌های ژل امولسیون ایزوله پروتئین آب پنیر به عنوان تابعی از غلظت کاپاکاراگینان در بازه درجه برشی  $8^\circ$ – $10^\circ$  در [شکل ۱](#) نشان داده شده است. همان‌طور که در این شکل مشخص است در تمامی نمونه‌ها، با افزایش درجه برش ویسکوزیته ظاهری کاهش یافته که نشانگر رفتار غیر نیوتی تضعیف شونده با برش آنها است. رفتار تضعیف شونده با برش بیانگر آن است که در این بازه از درجه برش سرعت تشکیل پیوندهای بین مولکولی از

1- Herschel-Bulkley

2- Cross

3- Carreau

4- Sisko

ضعیف). مقدار  $\tan \delta_{LVE}$  در نمونه شاهد برابر با  $17/0$  بوده و اضافه کردن صمغ کاپاکاراگینان به طور معنی داری مقدار این پارامتر را کاهش می‌دهد و به مقدار  $13/0$  در غلظت  $7/0$  درصد از این صمغ می‌رسد که نشان‌دهنده آن است که با افزایش غلظت کاپاکاراگینان، نمونه‌ها به سمت تشكیل ساختار ژل واقعی حرکت می‌کنند ( $1/0$ ). مقدار  $\tan \delta_{LVE}$  برای صمغ کاپاکاراگینان، در غلظت  $1\%$  و در دمای  $25^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد برابر با  $0/07$  گزارش شده است (Alghooneh, 2019).

پارامتر  $\gamma_L$  بیانگر طول ناحیه وسیکوالاستیک خطی است و حداقل کرنشی را نشان می‌دهد که پس از آن مدول الاستیک شروع به کاهش می‌کند. همان‌طور که در جدول ۲ مشخص است، بالاترین مقدار  $\gamma_L$  در نمونه شاهد مشاهده شد ( $2/53$ ). در حضور کاپاکاراگینان مقدار  $\gamma_L$  کاهش پیدا کرد و با افزایش درصد صمغ شدت کاهش مقدار  $\gamma_L$  مشهودتر بود به طوری که کمترین مقدار  $\gamma_L$  در نمونه ژل امولسیون حاوی  $7/0$  درصد کاپاکاراگینان مشاهده شد ( $1/0$  درصد). این رفتار نشان می‌دهد که در حضور صمغ کاپاکاراگینان، ساختار ژل امولسیون ایزوله پروتئین آب پنیر نسبت به کرنش در تعییر شکل‌های کوچکتر شکننده‌تر می‌شود (Behrouzian & Razavi, 2020). همان‌طور که در شکل ۲ مشخص است، در تمامی نمونه‌ها، مدول‌های الاستیک و ویسکوز به وضوح در ناحیه غیر خطی کاهش پیدا کرده و در نقطه‌ای با یکدیگر تلاقی پیدا می‌کنند. مقدار مدول در نقطه تقاطع ( $G_F$ ) می‌تواند به عنوان یک شاخص خوب برای توصیف استحکام یک سازه در نقطه شروع جریان مورد استفاده قرار بگیرد (Alghooneh, 2019). مقدار پارامتر  $G_F$  با افزایش غلظت کاپاکاراگینان افزایش پیدا کرده و از مقدار  $40/53$  پاسکال در نمونه شاهد به مقدار  $8/079$  در ژل امولسیون مرکب حاوی  $7/0$  درصد از صمغ می‌رسید.

پارامتر  $\tau_T$  بیانگر میزان تنش در نقطه تقاطع است و لذا حداقل مقاومت سازه را در مقابل تخریب و موقع جریان نشان می‌دهد (Sun & Gunasekaran, 2009). مقدار این پارامتر در تمامی ژل‌های امولسیونی مرکب بالاتر از مقدار آن در نمونه شاهد بوده ( $5/76$ ) بوده و بیشترین مقدار آن در نمونه حاوی  $5/0$  درصد از کاپاکاراگینان مشاهده شد ( $82/475$ ).

مقدار کرنش در نقطه جریان ( $\gamma_F$ ) نیز مورد محاسبه قرار گرفت. در نمونه ژل امولسیون شاهد برابر با  $0/808$  درصد بوده و مقدار آن در ژل‌های امولسیونی مرکب تحت تأثیر غلظت پلی‌ساقارید قرار داشته به طوری که غلظت  $7/0$  درصد کاپاکاراگینان سبب کاهش چشمگیر مقدار این پارامتر شده ( $0/73$  درصد) که بیانگر تردی بالای این نمونه است.

فیریل شده سفیده تخمر غرگ که از حرارت دادن محلول پروتئینی در شرایط اسیدی با زمان انکوباسیون  $48$  ساعت تشکیل شده بود، گزارش شده است (Alavi et al., 2020).

### کرنش متغیر

نمودارهای کرنش متغیر به دست آمده نمونه‌های ژل امولسیون به عنوان تابعی از غلظت کاپاکاراگینان در شکل ۲ و نتایج پارامترهای حاصل از این آزمون در جدول ۲ آرائه شده‌اند. طبق نتایج به دست آمده، در آزمون کرنش متغیر می‌توان دو ناحیه را از یکدیگر جدا کرد: (۱) یک ناحیه LVE که در آن  $G'$  و  $G''$  تقریباً موازی یکدیگر هستند و مقادیر ثابتی دارند و مقدار  $G'$  در این بخش در تمامی نمونه‌ها بالاتر از مقدار  $G''$  است که نشان‌دهنده رفتار جامد-مانند در نمونه‌ها در مقیاس زمانی  $1\text{ Hz}$  است؛ (۲) یک ناحیه غیر خطی که در این بخش مقادیر  $G'$  و  $G''$  با افزایش کرنش روند کاهشی پیدا کرده و در نقطه‌ای یکدیگر را قطع می‌کنند و پس از این نقطه مقادیر  $G''$  بالاتر از مقادیر  $G'$  می‌شود. همان‌طور که در شکل ۲ مشخص است، مدول  $G'$  با افزایش کرنش روند کاهشی پیدا کرده و در نقطه‌ای یکدیگر را قطع می‌کند و بنابراین، رفتار نمونه‌ها از نوع جهش ضعیف با کرنش<sup>۱</sup> است که این رفتار نشان‌دهنده پیچیدگی ساختاری بالای نمونه‌ها است (Hyun et al., 2002).

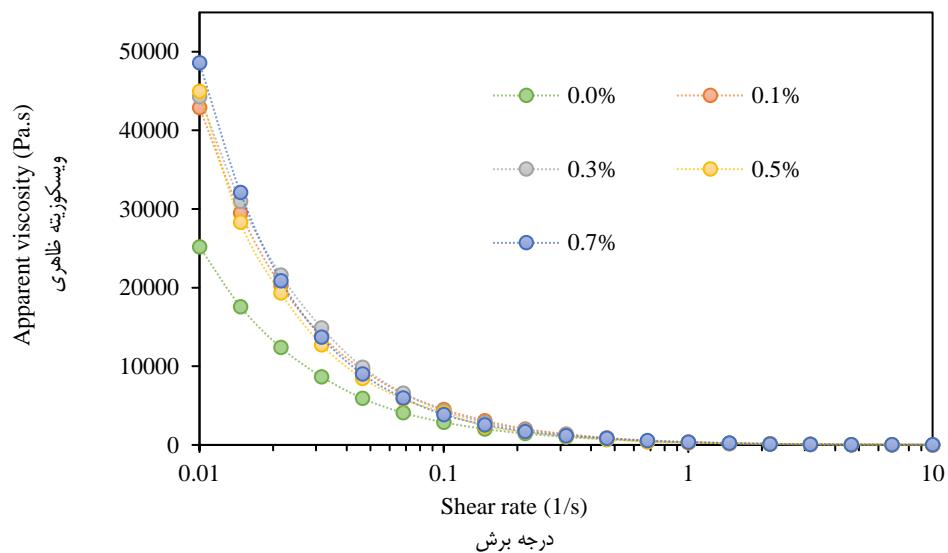
ساختاری نمونه‌ها را تضمین می‌کند و پارامترهای ویسکوالاستیکی به دست آمده در این ناحیه نشان‌دهنده خواص واقعی نمونه‌ها هستند که می‌تواند برای کنترل کیفیت محصولات غذایی مفید باشد (Moreno et al., 2020).

مقادیر  $G'_LVE$  و  $G''_{LVE}$  در نمونه ژل امولسیون شاهد به ترتیب برابر با  $3/4438$  و  $3/4438$  Pa بود. در تمامی نمونه‌های ژل امولسیون مرکب، مقدار پارامترهای  $G'_LVE$  و  $G''_{LVE}$  بالاتر از نمونه شاهد بوده و با افزایش غلظت صمغ افزایش پیدا می‌کرند و بیشترین مقدار این پارامترها در نمونه حاوی  $7/0$  درصد از کاپاکاراگینان به ترتیب برابر با  $5/15883$  و  $5/2066$  پاسکال بود. این نتایج بیانگر تقویت رفتار شبه جامدی شبکه ژلی ایزوله پروتئین آب پنیر در حضور پلی‌ساقارید کاپاکاراگینان در مقیاس زمانی  $1\text{ هرتز}$  است.

پارامتر  $\tan \delta_{LVE}$  که به صورت نسبت  $G''_{LVE}/G'_LVE$  تعریف می‌شود، بیانگر رفتار فیزیکی نمونه‌ها است. همان‌طور که در جدول ۲ نشان داده شده است، مقادیر  $1 < \tan \delta_{LVE} < 1/0$  است که بیانگر آن است که نمونه‌ها ژل واقعی نیستند و ساختاری بین بیopolymer با غلظت بالا و ژل واقعی<sup>۲</sup> دارند (وجود ساختار الاستیک در ژل بیopolymer

1- Weak strain overshoot

2- True gel



شکل ۱- اثر غلظت کاپاکاراگینان بر ویسکوزیته ظاهری ژلهای پر شده امولسیونی

Fig. 1. Effect of *k*-Carrageenan concentration on the apparent viscosity of emulsion-filled gels

جدول ۱- پارامترهای رئولوژیکی برشی ثابت ژلهای پر شده با امولسیون در غلظت‌های مختلف کاپاکاراگینان بر اساس مدل قانون توان

Table 1- Steady shear rheological parameters of emulsion-filled gels at different concentrations of *k*-Carrageenan based on the power-law model

<i>k</i> -Carrageenan (%) کاپاکاراگینان	<i>k</i> (Pa.s <sup><i>n</i></sup> ) ضریب قوام	<i>n</i> (-) شاخص رفتار جریان	<i>R</i> <sup>2</sup> ضریب تعیین
0.0	339.9 ± 24.03 <sup>b</sup>	0.064 ± 0.005 <sup>a</sup>	0.999
0.1	468.4 ± 19.9 <sup>a</sup>	0.019 ± 0.003 <sup>c</sup>	0.999
0.3	497.5 ± 35.2 <sup>a</sup>	0.023 ± 0.003 <sup>bc</sup>	0.999
0.5	513.2 ± 36.3 <sup>a</sup>	0.038 ± 0.005 <sup>b</sup>	0.994
0.7	545.7 ± 40.1 <sup>a</sup>	0.032 ± 0.004 <sup>bc</sup>	0.995

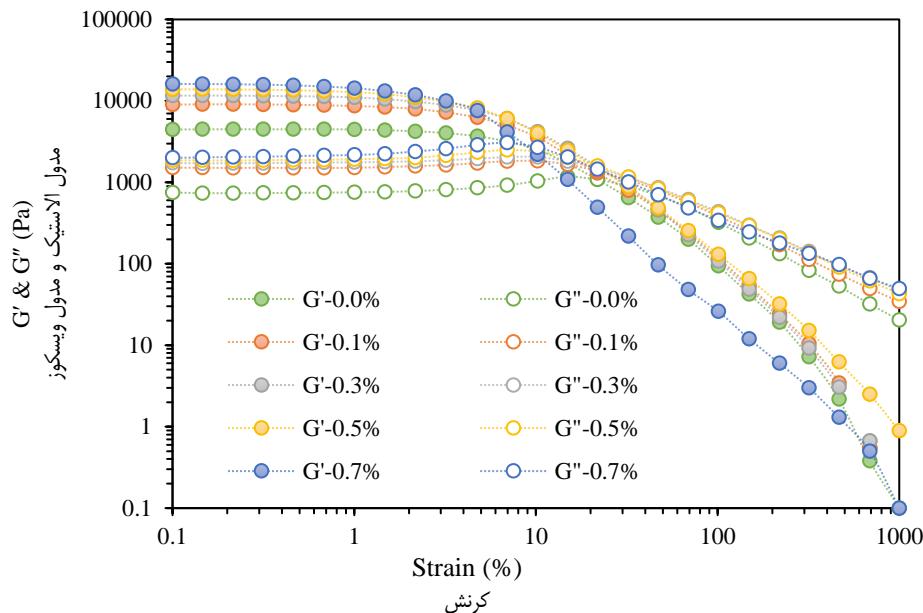
بالاترین های مختلف در هر ستون نشان دهنده تفاوت قابل توجهی در  $P < 0.05$  است. داده‌ها میانگین ± انحراف معیار هستند.

Different superscripts in each column represent a significant difference at  $P < 0.05$ . Data are means ± standard deviation.

به دست آمده از این برآوردهای بیانگر مناسب بودن مدل قانون توان برای پیش‌بینی میزان واپشتگی به فرکانس مدول‌های الاستیک و ویسکوز است. نتایج نشان داد که غلظت کاپاکاراگینان اثر بسیار معنی‌داری بر پارامترهای  $K'$  و  $K''$  دارد. مقادیر  $K'$  و  $K''$  به دست آمده در نمونه شاهد به ترتیب برابر با  $5311/8$  Pa و  $939/9$  بودند. در نمونه‌های ژل امولسیون حاوی پلی کاپاکاراگینان، با افزایش غلظت صمغ از  $0/1$  تا  $0/7$  درصد، مقدار پارامترهای  $K'$  و  $K''$  به طور مستقیم افزایش پیدا کرده و به ترتیب در محدوده‌های  $15939/4$ – $8782/2$  پاسکال و  $2388/7$ – $1626/6$  پاسکال قرار داشتند. افزایش مقادیر  $K'$  و  $K''$  در حضور کاپاکاراگینان بیانگر افزایش استحکام سیستم ژل امولسیونی ایزوله پروتئین آب پنیر به دلیل توانایی این پلی‌ساقارید در تشکیل شبکه‌های سه‌بعدی قدرتمند است.

### فرکانس متغیر

از مون فرکانس متغیر واکنش ماده به یک تغییر شکل ثابت در بازه‌های زمانی مختلف را نشان می‌دهد. نمودارهای فرکانس متغیر نمونه‌های ژل امولسیون در شکل ۳ نشان داده شده است. همان‌طور که در این شکل مشخص است، در تمامی دامنه فرکانس اعمال شده، مقدار مدول الاستیک بزرگ‌تر از مدول ویسکوز بوده و نمودارهای آنها کاملاً با یکدیگر موازی هستند و در هیچ نقطه‌ای هم‌دیگر را قطع نکرده و نیز واپشتگی اندکی به فرکانس از خود نشان می‌دهند. این نتایج تأیید کننده شبکه سه‌بعدی و جامد گونه نمونه‌های ژل امولسیون بوده که حتی در مقادیر بالای فرکانس نیز پایدار است. پارامترهای حاصل از برآورش بر داده‌های مدول الاستیک ( $n', K'$ ) و مدول ویسکوز ( $n'', K''$ ) با استفاده از معادله قانون توان در جدول ۲ ارائه شده است. مقادیر بالای  $R^2$  (۰/۹۹–۰/۸۶) در جدول ۲ ارائه شده است.



شکل ۲- وابستگی به کرنش متغیر مدول الاستیک ( $G'$ ) و مدول ویسکوز ( $G''$ ) ژلهای پر شده امولسیونی به عنوان تابعی از غلظت کاپاکاراگینان  
Fig. 2. Strain sweep dependency of elastic modulus ( $G'$ ) and viscose modulus ( $G''$ ) of emulsion-filled gels as a function of the  $k$ -Carrageenan concentration

جدول ۲- پارامترهای رئولوژیکی ژلهای پر شده امولسیونی تعیین شده توسط آزمون کرنش متغیر  
Table 2- Dynamic rheological parameters of emulsion-filled gels determined by the strain sweep test

$k$ -Carrageenan (%) کاپاکاراگینان	$G'_{(LVE)}$ (Pa) مدول الاستیک در ناحیه خطی	$G''_{(LVE)}$ (Pa) مدول ویسکوز در ناحیه خطی	$\tan \delta_{LVE}$ (-) مدول اتلاف	$\gamma_L$ (%) ناحیه کرنش خطی	$G_F$ (Pa) مدول در نقشه تقاطع	$\tau_F$ (Pa) تنش در نقشه جریان	$\gamma_F$ (%) کرنش در نقشه جریان
0.0	$4438.3 \pm 313.8^e$	$751.4 \pm 53.1^d$	$0.17 \pm 0.01^a$	$2.53 \pm 0.16^a$	$1053.4 \pm 59.6^c$	$327.76 \pm 15.30^d$	$22.08 \pm 0.94^a$
0.1	$8875.3 \pm 313.8^d$	$1512.8 \pm 59.9^c$	$0.17 \pm 0.01^a$	$1.51 \pm 0.10^b$	$1364.2 \pm 77.2^{bc}$	$407.23 \pm 16.13^{bc}$	$22.93 \pm 0.65^a$
0.3	$11426.7 \pm 646.4^c$	$1736.1 \pm 61.4^{bc}$	$0.15 \pm 0.01^{ab}$	$1.24 \pm 0.08^{bc}$	$1447.9 \pm 92.1^b$	$454.39 \pm 15.42^{ab}$	$22.85 \pm 0.97^a$
0.5	$13548.9 \pm 574.8^b$	$1883.8 \pm 53.3^{ab}$	$0.14 \pm 0.00^b$	$1.13 \pm 0.09^{bc}$	$1706.2 \pm 72.4^b$	$475.82 \pm 23.55^a$	$17.52 \pm 0.62^b$
0.7	$15883.5 \pm 629.0^a$	$2066.7 \pm 76.0^a$	$0.13 \pm 0.00^b$	$0.86 \pm 0.05^c$	$2790.1 \pm 125.3^a$	$344.37 \pm 9.74^{cd}$	$9.73 \pm 0.48^c$

بالانویس های مختلف در هر ستون نشان دهنده تفاوت قابل توجهی در  $P < 0.05$  است. داده ها میانگین  $\pm$  انحراف معیار هستند.

Different superscripts in each column represent a significant difference at  $P < 0.05$ . Data are means  $\pm$  standard deviation.

۳، مقدار پارامترهای '  $n'$  و ''  $n'$  به ترتیب در محدوده های  $-0/0.95$  و  $0/0.50$ - $0/0.90$ - $0/116$  متفاوت و نزدیک به مقدار مربوط به ژل حقیقی (صفر) بودند. این مقادیر نشان می دهد که مدول الاستیک نمونه ها تقریباً مستقل از فرکانس است که نشان دهنده الاستیسیته و قدرت بالای ساختار ژلهای امولسیونی تهیه شده است. این عدم وابستگی با افزایش غلظت کاپاکاراگینان تقویت شد به طوری که کمترین مقدار پارامترهای '  $n'$  و ''  $n'$  در نمونه ژل امولسیون حاوی  $0/7$  می توانند برای مشخص کردن خواص ویسکوالاستیک نمونه ها مورد بررسی قرار بگیرند به طوری که در ژلهای کاملاً الاستیک که وابستگی به فرکانس از خود نشان نمی دهند، مقدار پارامترهای '  $n'$  و ''  $n'$  برابر با صفر است، در حالی که مقادیر '  $n'$  و ''  $n'$  بالاتر از صفر نشان دهنده آن است که ژلهای به فرکانس وابسته بوده و خاصیت الاستیک کمتری دارند ( Razi et al., 2018; Salahi et al., 2022b; Yang et al., 2021).

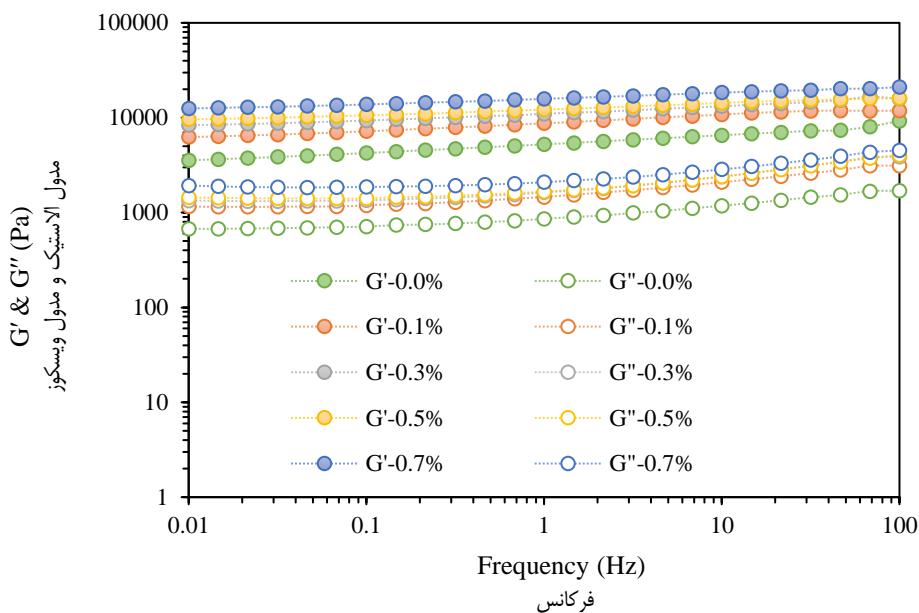
طبق جدول

پارامترهای '  $n'$  و ''  $n'$  می توانند برای مشخص کردن خواص ویسکوالاستیک نمونه ها مورد بررسی قرار بگیرند به طوری که در ژلهای کاملاً الاستیک که وابستگی به فرکانس از خود نشان نمی دهند، مقدار پارامترهای '  $n'$  و ''  $n'$  برابر با صفر است، در حالی که مقادیر '  $n'$  و ''  $n'$  بالاتر از صفر نشان دهنده آن است که ژلهای به فرکانس وابسته بوده و خاصیت الاستیک کمتری دارند ( Razi et al., 2018; Salahi et al., 2022b; Yang et al., 2021).

شدت رفتار جامد نمونه‌ها با افزایش بیشتر  $K''$  نسبت به  $K'$  همراه است. همان‌طور که در [جدول ۳](#) مشاهده می‌شود، مقدار  $K''/K'$  در تمامی نمونه‌ها کمتر از ۱ بوده و در محدوده ۰/۱۳ تا ۰/۱۹ قرار دارد که نشان‌دهنده ساختارهای ژلی قدرتمند در نمونه‌های ژل امولسیون تشکیل شده است. در نمونه شاهد مقدار  $K''/K'$  برابر با ۰/۱۸ بوده، با افزایش غلظت کاپاکاراگینان مقدار این پارامتر کاهش پیدا کرده و به مقدار ۰/۱۵ در غلظت ۷/۰ درصد از این پلی‌ساکارید می‌رسد که نشان‌دهنده تشکیل ساختار ژلی قدرتمند در این نمونه است.

درصد از این صمغ ثبت شد. مقدار  $n'$  در تمامی نمونه‌های ژل امولسیون تهیه شده کمتر از  $n''$  است. این بدان معنی است که با کاهش فرکانس، سرعت کاهش در مقدار  $K''$  کمتر از سرعت کاهش  $n'$  است ([Moreno et al., 2020](#)). مقادیر  $n'$  و  $n''$  گزارش شده برای صمغ کاپاکاراگینان در غلظت ۱ درصد و در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد به ترتیب برابر با ۰/۰۵ و ۰/۰۸ بودند ([Alghooneh, 2019](#)).

نسبت پارامتر  $K''/K'$  به پارامتر  $K''/K'$  نیز می‌تواند برای ارزیابی قدرت ژل‌ها مورد استفاده قرار بگیرد به‌طوری که افزایش



شکل ۳-وابستگی به فرکانس متغیر مدول الاستیک ( $G'$ ) مدول ویسکوز ( $G''$ ) ژل‌های پر شده امولسیونی به عنوان تابعی از غلظت کاپاکاراگینان

Fig. 3. Frequency sweep dependency of elastic modulus ( $G'$ ) and viscous modulus ( $G''$ ) of emulsion-filled gels as a function of the  $k$ -Carrageenan concentration

جدول ۳-پارامترهای رئولوژیکی ژل‌های پر شده امولسیونی تعیین شده با آزمون فرکانس متغیر

Table 3- Dynamic rheological parameters of emulsion-filled gels determined by the frequency sweep test

$k$ -Carrageenan (%)	$G' = K' \times (\omega)^{n'}$			$G'' = K'' \times (\omega)^{n''}$			$K''/K'(-)$
	$K'(\text{Pa})$	$n'(-)$	$R^2$	$K''(\text{Pa})$	$n''(-)$	$R^2$	
0.0	$5311.8 \pm 187.8$ d	$0.095 \pm 0.005$ a	0.988	$939.9 \pm 33.2$ c	$0.116 \pm 0.009$ a	0.934	$0.18 \pm 0.01$ a
0.1	$8767.2 \pm 248.0$ c	$0.079 \pm 0.004$ b	0.986	$1626.6 \pm 69.0$ b	$0.117 \pm 0.007$ a	0.941	$0.18 \pm 0.01$ a
0.3	$11212.7 \pm 412.3$ b	$0.070 \pm 0.003$ bc	0.983	$1865.7 \pm 92.3$ b	$0.120 \pm 0.005$ a	0.913	$0.17 \pm 0.01$ ab
0.5	$12298.5 \pm 434.8$ b	$0.060 \pm 0.003$ cd	0.995	$1922.1 \pm 68.2$ b	$0.110 \pm 0.003$ ab	0.888	$0.16 \pm 0.01$ ab
0.7	$15939.4 \pm 721.3$ a	$0.050 \pm 0.002$ d	0.996	$2388.7 \pm 94.6$ a	$0.090 \pm 0.004$ b	0.863	$0.15 \pm 0.01$ b

بالانویس‌های مختلف در هر ستون نشان‌دهنده تفاوت قابل توجهی در  $P < 0.05$  است. داده‌ها میانگین  $\pm$  انحراف معیار هستند.

Different superscripts in each column represent a significant difference at  $P < 0.05$ . Data are means  $\pm$  standard deviation.

کرده و در محدوده  $۳۰/۵۸-۶۲/۹۶$  kPa قرار داشت. با افزایش غلظت پلی‌ساقاریدها و افزایش دافعه بین پروتئین‌ها و پلی‌ساقاریدها، غلظت موضعی و اتصال بین تجمعات پروتئینی افزایش پیدا کرده که می‌تواند دلیلی برای افزایش سفتی ژل‌ها باشد (Munialo *et al.*, 2016). ولد (van de Velde & de Jong, 2007) وان دی و دی جونگ گزارش کردند که در ژل‌های مخلوط پروتئین آب پنیر و پلی‌ساقاریدها با چگالی بار متفاوت تهیه شده با روش ژل‌سازی سرد القاء شده با اسید، سفتی ژل‌ها با ریزساختار آنها مرتبط بوده به طوری که نتایج نشان داد که تعداد رشتہ‌های مؤثر<sup>۱</sup> و مدول رشتہ‌ها<sup>۲</sup> با مدول ظاهری الاستیسیته آنها رابطه مستقیمی دارد.

### تنش شکست واقعی

مقدار تنش شکست واقعی در نمونه شاهد برابر با  $۱۰/۳۹$  kPa بود (جدول ۵). در حضور صمغ کاپاکاراگینان به غیر از غلظت  $۰/۳$  درصد که کمترین میزان تنش شکست واقعی را در بین تمام نمونه‌ها داشت ( $۹/۶۷$  kPa)، در سایر سطوح غلظتی کاپاکاراگینان، مقدار این پارامتر افزایش پیدا کرده و بیشترین مقدار آن در غلظت  $۰/۷$  درصد از این پلی‌ساقارید مشاهده شد. در این نوع از ژل‌های مرکب، افزایش تنش شکست ممکن است ناشی از کاهش تخلخل و افزایش همگنی شبکه ژلی با افزایش درصد پلی‌ساقاریدها (Babaei *et al.*, 2019; Jang & Matsubara, 2005) و یا افزایش غلظت موضعی و اتصالات بین تجمعات پروتئین‌ها (Çakır & Foegeding, 2011) دریافتند که در ژل‌های مخلوط همکاران (Munialo *et al.*, 2016) دریافتند که در ژل‌های مخلوط ایزوله پروتئین آب پنیر و پولولان، با افزایش سطح صمغ از  $۰/۱$  تا  $۰/۱/۰$  درصد، تنش شکست نمونه‌ها به میزان قابل توجهی کاهش پیدا می‌کرد. آنها بیان کردند که کاهش تنش شکست نشان دهنده آن است که حضور پولولان ساختار شبکه سه‌بعدی ژل را مختل می‌کند. آنها همچنین بیان کردند که کاهش تنش شکست ژل‌ها ممکن است به تجمع استرس در نقاط تماس بین مولکول‌های پروتئین و پلی‌ساقارید نسبت داده شود که باعث افزایش ناهمگنی در ماتریکس ژل و در نتیجه کاهش تنش شکست می‌شود.

### کرنش شکست واقعی

کرنش شکست انعکاسی از ضعیف‌ترین نقطه در شبکه فضایی فاز جامد است و می‌تواند به عنوان معیاری برای تغییر شکل پذیری ژل‌ها در نظر گرفته شود (Munialo *et al.*, 2016; Vilela *et al.*, 2011).

1- Number of effective strands  
2- Modulus of the strands

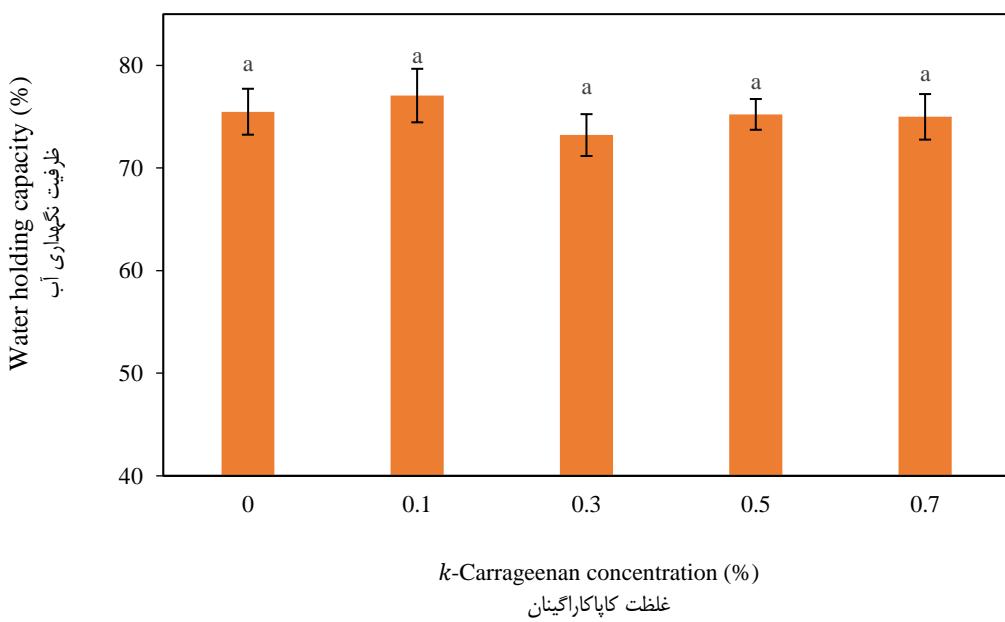
در ادامه، پارامترهای شبکه‌ای نمونه‌های ژل امولسیون تهیه شده شامل قدرت اتصالات (A) و تعداد اتصالات (یا توسعه شبکه) (z) از طریق برآش داده‌های مدول کمپکس ( $G^*$ ) در برابر فرکانس با مدل قانون توان، مورد بررسی قرار گرفتند. این پارامترها می‌توانند آگاهی‌های ارزشمندی در زمینه ساختارهای رئولوژیکی و خواص ماکروسکوپی در نمونه‌های ژل را نشان دهند به این شکل که ماده به عنوان شبکه‌ای از واحدها در نظر گرفته می‌شود که با یکدیگر برهmekش داشته و ساختار ژل را تشکیل می‌دهند. تعداد گره‌ها و رشتہ‌ها، و قدرت برهmekش بین این اجزاء به منظور ایجاد یک شبکه سه‌بعدی به ترتیب توسط پارامترهای z و A مورد مطالعه قرار می‌گیرند (Yu *et al.*, Khubber *et al.*, 2021; Anvari & Joyner, 2017) (2020). همان‌طور که در جدول ۴ ارائه شده است، مقادیر پارامتر A در نمونه‌های ژل امولسیون مرکب بالاتر از مقدار آن در نمونه شاهد ( $۵۳۸۰/۱$  Pa.s<sup>1/z</sup>) بوده و بیشترین مقدار این پارامتر در نمونه حاوی  $۰/۷$  درصد از کاپاکاراگینان ( $۱۶۰/۹۶$  Pa.s<sup>1/z</sup>) مشاهده شد. افزایش مقدار پارامتر A در ژل‌های مرکب احتمالاً به دلیل ایجاد برهmekش‌های مناسب بین ایزوله پروتئین آب پنیر و پلی‌ساقاریدها بوده که منجر به افزایش استحکام نمونه‌های ژل امولسیون می‌شود (Khubber *et al.*, 2021; Yu *et al.*, 2020) (2020). مقادیر پارامتر z در ژل‌های امولسیونی مرکب در بازه  $۱۲/۱۴-۱۶/۴۱$  ثبت شد که بالاتر از مقدار این پارامتر در نمونه شاهد ( $۱۰/۰/۵$ ) بوده و همانند پارامتر A بیشترین مقدار پارامتر z نیز در نمونه حاوی  $۰/۷$  درصد از کاپاکاراگینان مشاهده شد. مقدار پارامتر z می‌تواند تعیین کننده سختی و عدم انعطاف‌پذیری شبکه باشد و افزایش مقدار ایزوله پروتئین افزایش پیدا کرده و شبکه ژلی گستردگر شده است و افزایش ضربی ایزوله پروتئین می‌دهد که بزرگی برهmekش‌ها افزایش یافته است نشان می‌دهد که نمونه حاوی  $۰/۷$  درصد از کاپاکاراگینان دارای پیچیده‌ترین ساختار و بالاترین سطح برهmekش‌های بین پروتئین و پلی‌ساقارید است.

### ویژگی‌های مکانیکی بافتی مدول ظاهری الاستیسیته

مدول ظاهری الاستیسیته معیاری برای بیان سفتی ژل‌ها است (Oliver *et al.*, 2015). مقدار این پارامتر در نمونه ژل امولسیون شاهد برابر با  $۲۳/۲۲$  kPa بود (جدول ۵). نتایج نشان داد که در حضور صمغ کاپاکاراگینان و با افزایش غلظت آن از  $۰/۱$  تا  $۰/۷$  درصد، مقدار مدول ظاهری الاستیسیته به طور مستقیم افزایش پیدا

( $P > 0.05$ ) که این امر نشان می‌دهد نمونه‌ها از نظر مقدار کرنش شکست به تعادل رسیده‌اند. به طور مشابه، ویلیلا و همکاران (Vilela et al., 2011) در مطالعه خود روى ژل‌های مخلوط ایزوله پروتئین سویا-صمغ ژلان القاء شده با نمک  $\text{CaCl}_2$  دریافتند که مقادیر کرنش شکست مستقل از افزایش غلظت پلی‌ساکارید از  $0/0.7$  تا  $0/0.3$  درصد است که نشان می‌دهد این ویژگی تنها به وسیله برهمنکش‌های رخ داده بین بیopolymerها کنترل می‌شود.

مقدار کرنش شکست واقعی در نمونه شاهد برابر با  $0/0.57$  بود (جدول ۴). در غلظت  $0/0.1$  درصد از صمغ کاپاکاراگینان، مقدار کرنش شکست نسبت به نمونه شاهد اندکی کاهش پیدا کرد ( $P > 0.05$ ) اما در غلظت  $0/0.3$  درصد از این پلی‌ساکارید، مقدار کرنش شکست به مقدار بسیار قابل توجهی کاهش پیدا کرد ( $P < 0.05$ ) و به مقدار  $0/0.24$  رسید. در غلظت‌های  $0/0.5$  و  $0/0.7$  درصد کاپاکاراگینان، مقدار کرنش شکست واقعی مشابه بوده و وابستگی قابل توجهی به غلظت صمغ نداشت و از نظر آماری بین این دو نمونه اختلاف معنی‌داری مشاهده نشد.



شکل ۴- اثر غلظت کاپاکاراگینان بر ظرفیت نگهداری آب ژل‌های پر شده امولسیونی

Fig. 4. Effect of *k*-Carrageenan concentration on the water holding capacity of emulsion-filled gels

جدول ۴- پارامترهای قدرت شبکه ( $A$ ) و گسترش شبکه ( $z$ ) ژل‌های پر شده امولسیونی

Table 4- The parameters of strength of network ( $A$ ) and the network extension ( $z$ ) of emulsion-filled gels

<i>k</i> -Carrageenan (%) کاپاکاراگینان	$A$ (Pa. $s^{1/z}$ ) قدرت شبکه	$z$ (-) گسترش شبکه	$R^2$ ضریب تعیین
0.0	$5380.1 \pm 228.3^d$	$10.05 \pm 0.38^c$	0.977
0.1	$8929.4 \pm 315.7^c$	$12.14 \pm 0.34^b$	0.994
0.3	$11313.3 \pm 480.5^b$	$12.72 \pm 0.54^b$	0.997
0.5	$12446.7 \pm 352.0^b$	$15.73 \pm 0.56^a$	0.994
0.7	$16096.7 \pm 637.4^a$	$16.41 \pm 0.56^a$	0.995

بالانویس‌های مختلف در هر ستون نشان‌دهنده تفاوت قابل توجهی در  $P < 0.05$  است. داده‌ها میانگین ± انحراف معیار هستند.

Different superscripts in each column represent a significant difference at  $P < 0.05$ . Data are means ± standard deviation.

## جدول ۵- خواص مکانیکی ژل‌های پر شده امولسیونی اندازه‌گیری شده توسط آزمون فشاری تک محوره

Table 5- Mechanical properties of emulsion-filled gels measured by the uniaxial compression test

k-Carrageenan (%) کاپاکاراگینان	Initial tangent modulus (kPa) مدول ظاهری الاستیپسیته	True fracture stress (kPa) تنش شکست واقعی	True fracture strain (-) کرنش شکست واقعی	Fracture energy (mJ) انرژی شکست
0.0	23.22 ± 1.16 <sup>d</sup>	10.39 ± 0.83 <sup>cd</sup>	0.58 ± 0.04 <sup>a</sup>	22.65 ± 2.97 <sup>b</sup>
0.1	30.58 ± 2.62 <sup>c</sup>	11.17 ± 0.57 <sup>c</sup>	0.56 ± 0.03 <sup>a</sup>	27.57 ± 2.42 <sup>a</sup>
0.3	46.51 ± 2.59 <sup>b</sup>	9.67 ± 0.76 <sup>d</sup>	0.24 ± 0.03 <sup>c</sup>	9.15 ± 1.54 <sup>e</sup>
0.5	49.29 ± 3.72 <sup>b</sup>	12.99 ± 1.17 <sup>b</sup>	0.31 ± 0.02 <sup>b</sup>	13.60 ± 1.29 <sup>d</sup>
0.7	62.96 ± 2.76 <sup>a</sup>	16.78 ± 1.22 <sup>a</sup>	0.34 ± 0.03 <sup>b</sup>	19.70 ± 2.71 <sup>c</sup>

بالانویس‌های مختلف در هر سوتون نشان‌دهنده تفاوت قابل توجهی در  $P < 0.05$  است. داده‌ها میانگین ± انحراف میار هستند.

Different superscripts in each column represent a significant difference at  $P < 0.05$ . Data are means ± standard deviation.

Çakir (Vardhanabhuti & Zhang, 2014) و فوگدینگو کر، van den Berg (Foegeding & 2011)، ون دن برگ و همکاران (Salahi et al., 2007) و صلاحی و همکاران (et al., 2022b) گزارش کردند که، به ترتیب، در ژل‌های مرکب حاصل از ایزوله پروتئین آب پنیر با پلی‌ساکاریدهای پکتین با متوكسیل پایین، کاپاکاراگینان، ژلان با متوكسیل پایین و آگار، ظرفیت نگهداری آب در حضور پلی‌ساکاریدها کاهش پیدا می‌کرد. این پژوهشگران اظهار داشتند که تفاوت در ظرفیت این ژل‌های مرکب در حفظ فاز آبی در شبکه خود در طول سانتریفیوژ با تفاوت‌های مشاهده شده در برهمنکش‌های پروتئین-پلی‌ساکارید و ویژگی‌های ریزساختاری آنها مطابقت دارد؛ به طوری که با افزایش غلظت پلی‌ساکارید تغییری در ریزساختار ژل‌ها از حالت هموزن در نمونه شاهد به حالت دوپیوسته<sup>۱</sup> در ژل‌های مرکب مشاهده شده است. در طرف مقابل، رضی و همکاران (Razi et al., 2018) و صلاحی و همکاران (Salahi et al., 2022a) گزارش کردند صفحه دانه ریحان باعث افزایش ظرفیت نگهداری آب به ترتیب در ژل‌های مبتنی بر ایزوله پروتئین آب پنیر و آبومین تخم مرغ می‌شود که به دلیل تعامل بین مولکولی قدرتمند بین سیستم‌های پروتئین-پلی‌ساکارید بود.

### نتیجه‌گیری

در این پژوهش امکان تولید ژل‌های پر شده امولسیونی به روش سرد مبتنی بر ایزوله پروتئین آب پنیر به عنوان تابعی از غلظت پلی‌ساکارید کاپاکاراگینان بررسی شد. نمونه‌های تهیه شده تحت آزمون‌های برشی پایا، کرنش متغیر، فرکانس متغیر، TPA و ظرفیت نگهداری آب قرار گرفتند. نتایج حاصل از آزمون برشی پایا و برآش داده‌ها با مدل قانون توان، بیانگر رفتار به شدت غیر نیوتنی و تضعیف‌شونده با برش نمونه ژل امولسیون شاهد بوده امولسیون بوده ( $n=0.64$ ) و استفاده از صفحه دانه کاپاکاراگینان در تمامی سطوح غلظتی

### انرژی شکست

این پارامتر به عنوان مقدار انرژی مورد نیاز برای فشرده‌سازی نمونه تا نقطه شکست محاسبه می‌شود. مقدار پارامتر انرژی شکست در نمونه شاهد برابر با  $24/65 \text{ mJ}$  بود (جدول ۵). در حضور غلظت ۱٪ درصد از صفحه کاپاکاراگینان، مقدار انرژی شکست افزایش پیدا می‌کند، اما با ادامه افزایش غلظت این صفحه به ۳٪ درصد، مقدار این پارامتر کاهش پیدا کرده برابر با  $9/15 \text{ mJ}$  می‌شود. کاهش شدید میزان انرژی شکست در غلظت ۳٪ درصد به دلیل کاهش قابل توجه انرژی شکست در این نمونه‌ها است. در ادامه، با افزایش غلظت صفحه به سطح ۵٪ و ۷٪ درصد، مجدداً میزان انرژی شکست روند افزایش پیدا کرده و در غلظت ۷٪ درصد به مقدار  $19/70 \text{ mJ}$  می‌رسد. ژل‌های با انرژی شکست کمتر در طی فرآوری دهانی راحت‌تر به قطعات کوچک‌تر تجزیه شده و به تعداد سیکل‌های جویدن کمتری نیاز دارند (Luo et al., 2020).

### ظرفیت نگهداری آب

ظرفیت نگهداری آب نقش مهمی در ارزیابی کیفیت ژل دارد و به ریزساختار، فعل و اتفاعات بین ماتریکس ژل و آب و برهمنکش-های بین پروتئین و پلی‌ساکارید مرتبط است (Yang et al., 2021). شکل ۴ ظرفیت نگهداری نمونه‌های ژل امولسیون را به عنوان تابعی از غلظت کاپاکاراگینان نشان می‌دهد. در نمونه شاهد میزان ظرفیت نگهداری آب برابر با  $75/49\%$  بود. نتایج نشان داد که نمونه‌های ژل امولسیون حاوی ۱٪ و ۳٪ درصد به ترتیب دارای بیشترین ( $77/06$  درصد) و کمترین ( $73/21$  درصد) میزان ظرفیت نگهداری آب نسبت به نمونه شاهد هستند ( $P < 0.05$ ). با این حال از نظر آنالیز آماری، غلظت‌های مختلف کاپاکاراگینان تأثیر معنی‌داری بر این پارامتر نداشتند ( $P > 0.05$ ). پلی‌ساکاریدها می‌توانند اثرات متفاوتی بر ظرفیت نگهداری ژل‌های مبتنی بر پروتئین داشته باشند. به عنوان مثال ژانگ و وردہانابوتی

شکست واقعی افزایش و مقدار کرنش شکست واقعی و انرژی شکست کاهش پیدا کرد که بیانگر افزایش تردی نمونه‌های ژل امولسیون است. از نظر آماری، غلظت‌های مختلف کاپاکاراگینان تأثیر معنی داری بر مقدار پارامتر ظرفیت نگهداری آب نداشت. نتایج این پژوهش می‌تواند در طراحی سیستم‌های غذایی نوین از نظر بافتی و نیز حفظ، انتقال و رهایش ترکیبات ریزمغذی و طعمی در محیط دهان و دستگاه گوارش مفید باشد.

### تعارض منافع

نویسنده‌گان اعلام می‌کنند که هیچ تعارض منافعی ندارند.

مورد مطالعه ۰/۷-۰/۰ درصد) این رفتار تضعیف شونده با برش را تشیدید می‌کرد ( $n=۳۸/۰/۰$ ) که می‌تواند باعث احساس دهانی مطلوب شود. بر پایه اطلاعات بدست آمده از آزمون‌های برشی ناپایا (کرنش متغیر و فرکانس متغیر) می‌توان بیان کرد که حضور کاپاکاراگینان منجر به تقویت ساختمان شبکه ژل امولسیون ایزوله پروتئین آب پنیر و توسعه رفتار شبیه جامد آن شده به طوری که بیشترین مقدار مدول الاستیک و کمترین مقدار مدول اتلاف در آزمون کرنش متغیر و بیشترین مقدار  $K'$  و کمترین مقدار  $n'$  در آزمون فرکانس متغیر در نمونه ژل امولسیون حاوی ۰/۷ درصد کاپاکاراگینان مشاهده شد. طبق نتایج آزمون TPA، به طور میانگین، در حضور صمغ کاپاکاراگینان مدول ظاهری الاستیسیته و تنفس

### References

- Alavi, F., Emam-Djomeh, Z., Mohammadian, M., Salami, M., & Moosavi-Movahedi, A.A. (2020). Physico-chemical and foaming properties of nanofibrillated egg white protein and its functionality in meringue batter. *Food Hydrocolloids*, 101, 105554. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105554>
- Alghooneh, A. (2019). *Biopolymers identification and clustering based on rheological, thermal, and structural properties*. (Ph.D. thesis), Ferdowsi University of Mashhad. (In Persian)
- Anvari, M., Joyner, H.S. (2017). Effect of fish gelatin-gum arabic interactions on structural and functional properties of concentrated emulsions. *Food Research International*, 102, 1-7. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.09.085>
- Babaei, J., Mohammadian ,M., & Madadlou, A. (2019). Gelatin as texture modifier and porogen in egg white hydrogel. *Food Chemistry*, 270, 189-195. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.07.109>
- Bao, H., Ni, Y., Dong, H., & Liang, L. (2020).  $\alpha$ -Tocopherol and resveratrol in emulsion-filled whey protein gels: Co-encapsulation and in vitro digestion. *International Dairy Journal*, 104, 104649. <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2020.104649>
- Behrouzain, F., & Razavi, S.M.A. (2020). Structure-rheology relationship of basil seed gum-whey protein isolate mixture: Effect of thermal treatment and biopolymer ratio. *Food Hydrocolloids*, 102, 105608. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105608>
- Çakir, E., & Foegeding, E.A. (2011). Combining protein micro-phase separation and protein-polysaccharide segregative phase separation to produce gel structures. *Food Hydrocolloids*, 25(6), 1538-1546. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.02.002>
- Chen, H., Mao, L., Hou, Z., Yuan, F., & Gao, Y. (2020). Roles of additional emulsifiers in the structures of emulsion gels and stability of vitamin E. *Food Hydrocolloids*, 99, 105372. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105372>
- de Jong, S., & van de Velde, F. (2007). Charge density of polysaccharide controls microstructure and large deformation properties of mixed gels. *Food Hydrocolloids*, 21(7), 1172-1187. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2006.09.004>
- Farjami, T., & Madadlou, A. (2019). An overview on preparation of emulsion-filled gels and emulsion particulate gels. *Trends in Food Science and Technology*, 86, 85-94. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.02.043>
- Gabriele, D., Migliori, M., Di Sanzo, R., Rossi, C.O., Ruffolo, S.A., & De Cindio, B. (2009). Characterisation of dairy emulsions by NMR and rheological techniques. *Food Hydrocolloids*, 23(3), 619-628. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2008.05.002>
- Hyun, K., Kim, S.H., Ahn, K.H., & Lee, S.J. (2002). Large amplitude oscillatory shear as a way to classify the complex fluids. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 107, 51-65. [https://doi.org/10.1016/S0377-0257\(02\)00141-6](https://doi.org/10.1016/S0377-0257(02)00141-6)
- Jang, B.-K., & Matsubara, H. (2005). Influence of porosity on hardness and Young's modulus of nanoporous EB-PVD TBCs by nanoindentation. *Materials Letters*, 59(27), 3462-3466. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.06.014>
- Jiang, S., Altaf hussain, M., Cheng, J., Jiang, Z., Geng, H., & Sun, Y. (2018). Effect of heat treatment on physicochemical and emulsifying properties of polymerized whey protein concentrate and polymerized whey protein isolate. *LWT-Food Science and Technology*, 98, 134–140. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.08.028>

15. Kazemi-Taskooh, Z., & Varidi, M. (2021). Designation and characterization of cold-set whey protein-gellan gum hydrogel for iron entrapment. *Food Hydrocolloids*, 111, 106205. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106205>
16. Khubber, S., Chaturvedi, K., Thakur, N., Sharma, N., & Yadav, S.K. (2021). Low-methoxyl pectin stabilizes low-fat set yoghurt and improves their physicochemical properties, rheology, microstructure and sensory liking. *Food Hydrocolloids*, 111, 106240. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106240>
17. Liu, F., Liang, X., Yan, J., Zhao, S., Li, S., Liu, X., & McClements, D.J. (2022). Tailoring the properties of double-crosslinked emulsion gels using structural design principles: Physical characteristics, stability, and delivery of lycopene. *Biomaterials*, 280, 121265. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2021.121265>
18. Liu, K., Stieger, M., van der Linden, E., & van de Velde, F. (2015). Fat droplet characteristics affect rheological, tribological and sensory properties of food gels. *Food Hydrocolloids*, 44, 244-259. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.09.034>
19. Lu, Y., Mao, L., Hou, Z., Miao, S., & Gao, Y. (2019). Development of emulsion gels for the delivery of functional food ingredients: from structure to functionality. *Food Engineering Reviews*, 11(4), 245-258. <https://doi.org/10.1007/s12393-019-09194-z>
20. Luo, N., Ye, A., Wolber, F.M., & Singh, H. (2020). In-mouth breakdown behaviour and sensory perception of emulsion gels containing active or inactive filler particles loaded with capsaicinoids. *Food Hydrocolloids*, 108, 106076. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106076>
21. Maltais, A., Remondetto, G.E., & Subirade, M. (2010). Tabletted soy protein cold-set hydrogels as carriers of nutraceutical substances. *Food Hydrocolloids*, 24, 518-524. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.11.016>
22. Mao, L., Miao, S., Yuan, F., & Gao, Y. (2018). Study on the textural and volatile characteristics of emulsion filled protein gels as influenced by different fat substitutes. *Food Research International*, 103, 1-7. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.10.024>
23. Marcotte, M., Hoshahili, A.R.T., & Ramaswamy, H.S. (2001). Rheological properties of selected hydrocolloids as a function of concentration and temperature. *Food Research International*, 34(8), 695-703. [https://doi.org/10.1016/S0963-9969\(01\)00091-6](https://doi.org/10.1016/S0963-9969(01)00091-6)
24. Moreno, H.M., Domínguez-Timón, F., Díaz, M.T., Pedrosa, M.M., Borderías, A.J., & Tovar, C.A. (2020). Evaluation of gels made with different commercial pea protein isolate: Rheological, structural and functional properties. *Food Hydrocolloids*, 99, 105375. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105375>
25. Munialo, C.D., van der Linden, E., Ako, K., Nieuwland, M., Van As, H., & de Jongh, H.H.J. (2016). The effect of polysaccharides on the ability of whey protein gels to either store or dissipate energy upon mechanical deformation. *Food Hydrocolloids*, 52, 707-720. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.08.013>
26. Oliver, L., Scholten, E., & van Aken, G.A. (2015). Effect of fat hardness on large deformation rheology of emulsion-filled gels. *Food Hydrocolloids*, 43, 299-310. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.05.031>
27. Razi, S.M., Motamedzadegan, A., Shahidi, A., & Rashidinejad, A. (2018). The effect of basil seed gum (BSG) on the rheological and physicochemical properties of heat-induced egg albumin gels. *Food Hydrocolloids*, 82, 268-277. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.01.013>
28. Salahi, M.R., Razavi, S.M.A., & Mohebbi, M. (2022a). Physicochemical, rheological and structural properties of cold-set emulsion-filled gels based on whey protein isolate-basil seed gum mixed biopolymers. *Food Biophysics*, 17(4), 635-649. <https://doi.org/10.1007/s11483-022-09751-w>
29. Salahi, M.R., Razavi, S.M.A., & Mohebbi, M. (2022b). Analyzing the effects of agar gum on the textural and rheological properties of cold-set whey protein isolate emulsion-filled gel. *Research and Innovation in Food Science and Technology*. <https://doi.org/10.22101/JRIFST.2022.318480.1303>
30. Salahi, M.R., Razavi, S.M.A., & Mohebbi, M. (2024). Impact of *Lallemantia royleana* seed mucilage on the physicochemical, textural, rheological, and in-mouth breakdown behavior properties of cold-set whey protein isolate emulsion-filled gel. *LWT*, 191, 115691. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2023.115691>
31. Sun, A., & Gunasekaran, S. (2009). Yield stress in foods: measurements and applications. *International Journal of Food Properties*, 12(1), 70-101. <https://doi.org/10.1080/10942910802308502>
32. Urbonaite, V., De Jongh, H.H.J., Van der Linden, E., & Povreau, L. (2014). Origin of water loss from soy protein gels. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 62(30), 7550-7558. <https://doi.org/10.1021/jf501728t>
33. van den Berg, L., van Vliet, T., van der Linden, E., van Boekel, M.A.J.S., & van de Velde, F. (2007). Serum release: The hidden quality in fracturing composites. *Food Hydrocolloids*, 21(3), 420-432. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2006.05.002>
34. Vilela, J.A.P., Cavallieri, Â.L.F., & Da Cunha, R.L. (2011). The influence of gelation rate on the physical properties/structure of salt-induced gels of soy protein isolate-gellan gum. *Food Hydrocolloids*, 25(7), 1710-1718. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.03.012>

35. Xiong, W., Ren, C., Tian, M., Yang, X., Li, J., & Li, B. (2017). Complex coacervation of ovalbumin–carboxymethylcellulose assessed by isothermal titration calorimeter and rheology: Effect of ionic strength and charge density of polysaccharide. *Food Hydrocolloids*, 73, 41-50. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.06.031>
36. Yang, Q., Wang, Y.-R., Li-Sha, Y.-J., & Chen, H.-Q. (2021). The effects of basil seed gum on the physicochemical and structural properties of arachin gel. *Food Hydrocolloids*, 110, 106189. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106189>
37. Yu, B., Zheng, L., Cui, B., Zhao, H., & Liu, P. (2020). The effects of acetylated distarch phosphate from tapioca starch on rheological properties and microstructure of acid-induced casein gel. *International Journal of Biological Macromolecules*, 159, 1132-1139. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.05.049>
38. Zhang, S., & Vardhanabhuti, B. (2014). Acid-induced gelation properties of heated whey protein–pectin soluble complex (Part II): Effect of charge density of pectin. *Food Hydrocolloids*, 39, 95-103. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.12.020>
39. Zhao, H., Chen, J., Hemar, Y., & Cui, B. (2020). Improvement of the rheological and textural properties of calcium sulfate-induced soy protein isolate gels by the incorporation of different polysaccharides. *Food Chemistry*, 310, 125983. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125983>