



УНИВЕРЗИТЕТ „СВ. КЛИМЕНТ ОХРИДСКИ“ – БИТОЛА
ТЕХНОЛОШКО-ТЕХНИЧКИ ФАКУЛТЕТ – ВЕЛЕС



ДОКТОРСКА ДИСЕРТАЦИЈА

ИНОВАТИВНИ ФУНКЦИОНАЛНИ ФОРМУЛАЦИИ И
МУЛТИДИСЦИПЛИНАРНА АНАЛИЗА НА КВАЛИТЕТОТ НА ХУМУС СО
ИНКОРПОРИРАНО ЛАДНО ЦЕДЕНО МАСЛО ОД ЦРНО СЕМЕ
(*NIGELLA SATIVA*)

МЕНТОР:

Вонр. проф. д-р Везирка Јанкулоска

ИЗРАБОТИЛ:

м-р Елеонора Делиниколова

ВЕЛЕС, 2026

ЧЛЕНОВИ НА КОМИСИЈА:

Вонр. проф. д-р Везирка Јанкулоска, ментор

Технолошко-технички факултет – Велес,
Универзитет „Св. Климент Охридски“ – Битола

Ред. проф. д-р Даниела Николовска Неделкоска, член

Технолошко-технички факултет – Велес,
Универзитет „Св. Климент Охридски“ – Битола

Ред. проф. д-р Викторија Стаматовска, член

Технолошко-технички факултет – Велес
Универзитет „Св. Климент Охридски“ – Битола

Вонр. проф. д-р Тамара Јурина, член

Прехранбено биотехнолошки факултет Загреб
Универзитет во Загреб

Ред. проф. д-р Весна Книгхтс, член

Технолошко-технички факултет – Велес
Универзитет „Св. Климент Охридски“ – Битола

ИЗЈАВА ЗА ОРИГИНАЛНОСТ НА ТРУДОТ

Јас м-р Елеонора Делиниколова кандидат за одбрана на докторската дисертација со наслов **"ИНОВАТИВНИ ФУНКЦИОНАЛНИ ФОРМУЛАЦИИ И МУЛТИДИСЦИПЛИНАРНА АНАЛИЗА НА КВАЛИТЕТОТ НА ХУМУС СО ИНКОРПОРИРАНО ЛАДНО ЦЕДЕНО МАСЛО ОД ЦРНО СЕМЕ (*NIGELLA SATIVA*)"** изјавувам под морална, материјална и друга одговорност дека при изработката на трудот ги почитував законските прописи од областа на заштитата на интелектуалната сопственост и не користев трудови на други автори без да бидат почитувани пропишаните методолошки стандарди. Користената литература достоино ја бележев во подбелешките и во литературата, составен дел на темата. Тоа значи дека трудот е оригинален, не е плагијат.

Велес, 2026

Кандидат: м-р Елеонора Делиниколова

ИЗЈАВА ЗА ЛЕКТОРИРАЊЕ НА ДОКТОРСКИОТ ТРУД

Јас, м-р Елеонора Делиниколова, студент на трет циклус студии, на студиската програма Иновативни технологии за храна и нутриционизам, со број на досие 30, изјавувам дека докторскиот труд под наслов: „**ИНОВАТИВНИ ФУНКЦИОНАЛНИ ФОРМУЛАЦИИ И МУЛТИДИСЦИПЛИНАРНА АНАЛИЗА НА КВАЛИТЕТОТ НА ХУМУС СО ИНКОРПОРИРАНО ЛАДНО ЦЕДЕНО МАСЛО ОД ЦРНО СЕМЕ (*NIGELLA SATIVA*)**“ е лекториран од лектор Христијан Аџиоски.

Извршеното лекторирање е документирано на соодветен начин во моето досие.

Велес, 2026

Кандидат: м-р Елеонора Делиниколова

ТРУДОВИ ОБЈАВЕНИ ОД ОБЛАСТА НА ДОКТОРАТОТ

1. Delinikolova, E. & Jankuloska, V. (2025). Sensory analysis of chickpea hummus enriched with cold-pressed black seed oil. Knowledge - International Journal, 68(3), 343–347.
2. Delinikolova, E., Jankuloska, V. & Nakov, G. (2026) Changes in color parameters of hummus enriched with black seed (*Nigella sativa*) oil during storage. Knowledge - International Journal, 74(3), 347-352.

Благодарност

Изразувам длабока и искрена благодарност до мојот ментор, вонр. проф. д-р Везирка Јанкулоска, која по вторпат ја имаше улогата на ментор во моето академско и научно усовршување. Нејзината континуирана поддршка, довербата во моите способности и постојаното охрабрување имаа клучно значење во развојот на овој докторски труд. Со својата посветеност, јасна визија и исклучително чувство за препознавање и насочување на потенцијалот, таа знаеше како да го извлече мојот максимум и да ме мотивира да ги надминам сопствените граници.

Благодарност упатувам и до членовите на Комисијата за внимателното разгледување на трудот, како и за вредните и конструктивни забелешки и сугестии, кои значително придонесоа за унапредување на неговиот научен квалитет.

Благодарност изразувам и до Прехранбено-биотехнолошкиот факултет при Универзитетот во Загреб, како и до Прехранбено-технолошкиот факултет во Осиек при Универзитетот „Јосип Јурај Штросмајер“ во Осиек, каде што беше спроведен дел од експерименталниот и аналитичкиот дел на истражувањето. Им благодарам на институциите и стручниот кадар за обезбедените услови за работа, пристапот до лабораториска опрема и професионалната поддршка за време на мојот престој.

Најискрена благодарност му должам на мојот син Никола, кој беше и ќе остане моја најголема мотивација и сила, како и на моето семејство за безрезервната поддршка, разбирање и охрабрување во сите фази од моето академско и научно усовршување.

Посебна благодарност ѝ упатувам на мојата мајка, како ненадминлив пример за постојано стремење кон подобрување, посветеност и истрајност, чии вредности беа моја трајна инспирација и водилка во текот на целиот академски и животен пат.

М-р Елеонора Делиниколова

АПСТРАКТ

Овој докторски труд е насочен кон формулација и карактеризација на функционални примероци на хумус од наут збогатени со ладно цедено масло од *Nigella sativa*, со цел да се испита влијанието на додатокот на маслената фаза врз нутритивните, физичко-хемиските, реолошките, колориметриските, антиоксидативните, сензорните и микробиолошките својства на производот, како и нивната стабилност за време на складирање. Хумусните формулации беа подготвени со различни концентрации на масло од црно семе (0 %, 4 %, 6 %, 8 % и 12 %) и складирани при 4 °C во период од 21 ден.

Резултатите покажаа дека додавањето масло од црно семе најизразено се рефлектира преку реолошките својства и бојата на хумусот. Коефициентот на конзистенција (К) покажа статистички значајни разлики помеѓу контролниот примерок (0 %) и формулациите со 4 %, 8 % и 12 % масло, додека индексот на течење (n) укажа на поизразено псевдопластично однесување кај примероците со 6 % и 8 % масло. Колориметриската анализа покажа статистички значајни промени кај параметрите L^* , a^* , b^* и ΔE , при што формулацијата со 4 % масло од црно семе покажа најјасно мерлива вкупна промена на бојата во однос на контролниот примерок.

Хемиската стабилност, оценета преку пероксидниот број, беше доминантно зависна од времето на складирање, со пораст до 14-тиот ден и последователна стабилизација. Антиоксидативните параметри изразени преку FRAP методата и вкупните полифеноли останаа релативно стабилни, додека DPPH активноста покажа изразена временска динамика. Масно-киселинскиот профил беше генерално стабилен, со поединечна значајна разлика кај лигноцеринската киселина (C24:0), кај формулацијата со 12 % масло од црно семе. Во текот на складирањето не беше детектирана појава на патогени микроорганизми, што ја потврдува микробиолошката безбедност на производите.

Сензорната анализа потврди висока прифатливост на сите формулации, со пондерирани средни оценки во распон од 3,974 до 4,622. Најповолен и најбалансиран сензорен профил беше утврден кај примерокот со 6 % масло од црно семе, кој постигна највисока пондерирана средна оцена (4,622; 92,44 % од можниот квалитет) и единствено беше класифициран во категоријата производи со одличен квалитет, со највисоки оценки за вкус, мазивост и чувство во устата. Понатамошното зголемување на концентрацијата на масло над 6 % доведе до постепено намалување на одредени сензорни атрибути, главно поради поизразената карактеристична арома на маслото .

Резултатите потврдуваат дека хумусот од наут збогатен со масло од *Nigella sativa* претставува технолошки стабилен, сензорно прифатлив и функционално подобрен нутритивен производ.

Клучни зборови: Хумус од наут; масло од *Nigella sativa*; функционална храна; стабилност при складирање.

ABSTRACT

This doctoral dissertation is focused on the formulation and characterization of functional samples of chickpea hummus enriched with cold-pressed *Nigella sativa L.* oil, with the aim of examining the effect of the addition of the oil phase on the nutritional, physicochemical, rheological, colorimetric, antioxidant, sensory, and microbiological properties of the product, as well as their stability during storage.

The hummus formulations were prepared with different concentrations of black seed oil (0%, 4%, 6%, 8%, and 12%) and stored at 4 °C for a period of 21 days.

Results showed that the addition of black seed oil is most pronouncedly reflected through the rheological properties and the color of the hummus. The consistency index (K) showed statistically significant differences between the control sample (0%) and the formulations with 4%, 8%, and 12% oil, while the flow behavior index (n) indicated more pronounced pseudoplasticity in the samples with 6% and 8% oil. Colorimetric analysis showed statistically significant changes in the parameters L^* , a^* , b^* , and ΔE , whereby the formulation with 4% black seed oil showed the most clearly measurable overall color change compared to the control sample. The sensory analysis confirmed high acceptability of all formulations, with weighted mean scores ranging from 3.974 to 4.622.

Chemical stability, evaluated through the peroxide value, was dominantly dependent on the storage time, with an increase up to day 14 and subsequent stabilization, while the antioxidant parameters FRAP and total polyphenols remained relatively stable, and DPPH activity showed pronounced temporal dynamics.

The fatty acid profile was generally stable, with an individual significant difference observed for lignoceric acid (C24:0) in the formulation with 12% black seed oil. During storage, no occurrence of pathogenic microorganisms was detected, which confirms the microbiological safety of the products.

The most favorable and most balanced sensory profile was determined for the sample with 6% black seed oil, which achieved the highest weighted mean score (4.622; 92.44% of the possible quality) and was the only one classified in the category of products of excellent quality, with the highest scores for taste, spreadability, and mouthfeel. Further increase in the oil concentration above 6% led to a gradual decrease in certain sensory attributes, mainly due to the more pronounced characteristic aroma of the oil.

The results confirm that chickpea hummus enriched with *Nigella sativa* oil represents a technologically stable, sensorially acceptable, and functionally enhanced nutritional product.

Keywords: Chickpea hummus; *Nigella sativa* oil; functional food; storage stability

СОРЖИНА

1. ВОВЕД.....	12
2. ПРЕГЛЕД НА ЛИТЕРАТУРА	16
2.1. СОСТАВ И НУТРИТИВНИ КАРАКТЕРИСТИКИ НА ХУМУС	16
2.1.1. Наут (<i>Cicer arietinum L.</i>).....	16
2.1.2 Таан (сусамова паста).....	20
2.1.3. Маслиново масло	21
2.1.4. Јаболков оцет	22
2.1.5. Сол.....	23
2.1.6. Аквафаба.....	23
2.2. МАСЛО ОД <i>NIGELLA SATIVA</i> КАКО ФУНКЦИОНАЛНА СОСТОЈКА.....	24
2.2.1. Карактеристики и употреба.....	24
2.2.2 Масно-киселински профил и липидна композиција	25
2.2.3. Биоактивни молекули и хемиски профил на семето и маслото од <i>Nigella sativa</i>	28
2.2.4. Хемиски промени на ладноцедено масло од црно семе при преработка и складирање	32
2.2.5. Стратегии за стабилизација на масло од црно семе и сродни липидни системи	36
2.2.6. Примена на масло од <i>Nigella sativa</i> во прехранбената индустрија.....	38
2.3. ТЕХНОЛОШКИ И СТРУКТУРНИ КАРАКТЕРИСТИКИ НА ХУМУС	40
2.3.1. Влијание на технолошката обработка врз структурата и функционалноста	40
2.3.2. Интеракции помеѓу компонентите	41
2.4. ПАРАМЕТРИ ЗА УТВРДУВАЊЕ НА СТАБИЛНОСТ НА МАСЛА И СРОДНИ ЛИПИДНИ СИСТЕМИ.....	43
2.4.1. Пероксиден број (PV).....	44
2.5. АНТИОКСИДАТИВЕН КАПАЦИТЕТ КАКО ИНДИКАТОР ЗА ФУНКЦИОНАЛНА ВРЕДНОСТ.....	45
2.5.1. Методи базирани на пренос на електрон (SET)	47
2.5.2. Методи базирани на пренос на атом на водород (НАТ)	48
2.6. МИКРОБИЛОШКА СТАБИЛНОСТ НА РАСТИТЕЛНИ ПРОИЗВОДИ.....	50
2.6.1. Законска регулатива и микробиолошки критериуми.....	50
2.6.2. Физичко-хемиски фактори што ја определуваат микробиолошката стабилност (рН и a_w).....	51
2.6.3. Методи за постигнување на микробиолошката стабилност	52
2.7. СЕНЗОРНА АНАЛИЗА И ПРИФАТЛИВОСТ НА ПРОИЗВОДОТ	54
2.8. КОЛОРИМЕТРИСКИ ПАРАМЕТРИ.....	54
2.9. РЕОЛОШКИ ПАРАМЕТРИ.....	56
3. ЦЕЛИ НА ИСТРАЖУВАЊЕТО.....	57

4.	МАТЕРИЈАЛИ И МЕТОДИ.....	59
4.1.	МАТЕРИЈАЛИ	59
4.2.	МЕТОДИ	59
4.2.1.	Подготовка на примероците хумус	59
4.2.2.	Нутритивни параметри.....	61
4.2.3.	Методи за анализа на физичко-хемиски својства.....	64
4.2.4.	Методи за анализа на антиоксидативен капацитет	69
4.2.5.	Блиско-инфрацрвена спектроскопија (NIRs).....	73
4.2.6.	Микробиолошка анализа на примероците	74
4.2.7.	Сензорна анализа.....	74
4.2.8.	Статистичка обработка на податоци	75
5.	РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА	77
5.1.	АНАЛИЗА НА НУТРИТИВНИ ПАРАМЕТРИ	77
5.1.1.	Содржина на протеини во примероците хумус	77
5.1.2.	Содржина на вкупни масти во примероците хумус.....	80
5.1.3.	Содржина на јагленхидрати во примероците хумус.....	84
5.1.4.	Содржина на диететски влакна во примероците хумус.....	88
5.1.4.	Содржина на пепел во примероците хумус.....	91
5.1.6.	Содржина на сол (NaCl) во примероците хумус	95
5.2.	АНАЛИЗА НА ФИЗИЧКО-ХЕМИСКИ СВОЈСТВА	98
5.2.1.	pH во примероците хумус.....	98
5.2.2.	Содржина на вода во примероците хумус.....	101
5.2.3.	Активитет на вода (a_w) во примероците хумус.....	104
5.2.4.	Пероксиден број (PV) во примероците хумус	105
5.2.5.	Масно-киселински состав во примероците хумус.....	109
5.2.2.	Содржина на заситени масти во примероците хумус	115
5.2.7.	Боја (колоримерија) во примероците хумус	118
5.3.	АНАЛИЗА НА РЕОЛОШКИ КАРАКТЕРИСТИКИ.....	129
5.4.	АНАЛИЗИ ЗА АНТИОКСИДАТИВЕН КАПАЦИТЕТ	138
5.4.1.	Антиоксидативен капацитет според DPPH метода	138
5.4.2.	Антиоксидативен капацитет според FRAP метода.....	142
5.4.3.	Содржина на вкупни полифеноли (TPC) во примероците хумус	146
5.5.	БЛИСКО-ИНФРАЦРВЕНА СПЕКТРОСКОПИЈА (NIRs).....	149
5.6.	МИКРОБИОЛОШКА АНАЛИЗА НА ПРИМЕРОЦИТЕ ХУМУС	152

5.7. СЕНЗОРНА АНАЛИЗА НА ПРИМЕРОЦИТЕ ХУМУС	153
6. ЗАКЛУЧОК.....	157
7. КОРИСТЕНА ЛИТЕРАТУРА.....	161

1. ВОВЕД

Функционалната храна се дефинира како храна која, покрај основната нутритивна улога, обезбедува дополнителни здравствени придобивки кога се конзумира редовно и како дел од вообичаената исхрана (Granato et al., 2020). Здравствените ефекти треба да бидат научно потврдени и поврзани со присуство на биоактивни компоненти кои делуваат врз специфични физиолошки функции кај човекот (Martirosyan, 2025). Таа не се класифицира како лек или терапевтски препарат, туку како прехранбен производ со проширена физиолошка улога (Arshad et al., 2022).

Функционалноста произлегува од присуството на биоактивни компоненти, меѓутоа истата зависи од нивната стабилност, биорасположивост и интеракции со хранливиот матрикс (Granato et al., 2020). Биоактивните компоненти опфаќаат група соединенија, како полифеноли, диететски влакна, полинезаситени масни киселини, витамини и минерали кои имаат потенцијал да ги модулираат оксидативните и воспалителните процеси (Martirosyan, 2025).

Функционалната храна може да биде природна или технолошки модифицирана, а функционалноста поттекнува од зголемување на концентрацијата на природно присутните биоактивни компоненти или преку нивна целна и контролирана инкорпорација во прехранбениот матрикс. Според критериумите на Центарот за функционална храна (Functional Food Center – FFC), функционалните производи треба да покажат мерливи и репродуцибилни ефекти врз биомаркерите поврзани со здравјето, не компромитирајќи ја притоа безбедноста при употребата (Martirosyan & Singh, 2015). Со оглед на тоа што ефектите на биоактивните компоненти најчесто имаат кумулативен карактер, нивното дејство се поврзува со долгорочна и континуирана консумација на ваквите производи (Fekete et al., 2025).

Од перспектива на јавното здравје, функционалната храна сè почесто се разгледува како превентивен нутритивен пристап насочен кон намалување на ризикот од хронични незаразни заболувања, вклучувајќи кардиоваскуларни нарушувања, дијабетес и други метаболички дисфункции (Arshad et al., 2021). Клиничките докази укажуваат дека функционалната храна може да придонесе кон подобрување на липидниот профил, намалување на оксидативниот стрес и подобра метаболичка регулација. Интензитетот на овие ефекти варира меѓу поединци и е под влијание на повеќе фактори, вклучувајќи ги целокупниот режим на исхрана и животниот стил. (Fekete et al., 2025).

Индустриското производство на функционална храна се состои во усогласување

помеѓу научните сознанија и технолошките достигнувања, при што зачувувањето на биоактивните компоненти претставува клучен предизвик (Yuan et al., 2024) бидејќи прекумерната технолошка интервенција може да го наруши перципираниот кредибилитет на функционалната храна кај потрошувачите (Granato et al., 2020).

Перцепцијата на потрошувачите за функционалната храна претставува важна компонента за нејзината долгорочна прифатеност и интеграција во исхраната (Baker et al., 2022). Ограниченото или нејасно разбирање на поимот функционална храна може да доведе до забуна со други поими, како нутрацевтици или додатоци во исхраната (Ponte et al., 2025).

Социодемографските карактеристики (возраст, пол, место на живеење – урбана/рурална средина), нивото на здравствена свесност и знаење кај потрошувачите ја дефинира подготвеноста да ја прифатат функционалната храна како дел од секојдневната исхрана. Имено, повозрасните потрошувачи ја перципираат како средство за одржување на здравјето, додека помладите ја доживуваат повеќе како иновативен или трендовски аспект на исхраната (Sgroi et al., 2024).

Сензорните својства, пред сè, вкусот и текстурата, имаат пресудно влијание врз перцепцијата на функционалната храна, често надминувајќи ја важноста на здравствените придобивки (Baker et al., 2022). Според Ponte et al. (2025), потрошувачите не се подготвени да прифатат компромис во сензорниот квалитет во замена за функционалноста (Ponte et al., 2025).

Во целина, функционалната храна претставува комплексен концепт кој не може да се разбере исклучиво преку нутритивниот состав, туку и преку начинот на кој се перципира и интерпретира од страна на потрошувачите (Granato et al., 2020).

Во рамките на функционалната храна, растителните намази се идентификуваат како особено погодна матрица за инкорпорирање на биоактивни соединенија. Овие производи овозможуваат интеграција на функционални состојки без значително нарушување на сензорниот профил (Klug et al., 2018; Matheus et al., 2024).

Хумусот претставува растителен намаз, на база од мешунки, чија употреба потекнува од Блискиот Исток и Медитеранот. Традиционалната рецепта за подготовка вклучува мешање на варен наут со таан, лук, лимонев сок и маслиново масло (Ahmed et al., 2020).

Во согласност со растечкиот интерес за функционална храна, на пазарот се појавуваат бројни модифицирани формулации на намази од мешунки кои се означуваат како хумус, но не секогаш го следат класичниот рецепт. Иако овие производи често имаат

сличен нутритивен профил поради основата од мешунки, тие не се секогаш нутритивно идентични, поради процесите на индустриска обработка и измените во составот кои можат да влијаат врз биорасположивоста и стабилноста на одредени нутриенти и биоактивни соединенија (Wallace et al., 2016; Klug et al., 2018).

Во литературата се опишани примери на функционално збогатени намази, меѓу кои хумус формулации збогатени со алги, микроалги и зеленчук, при што е пријавено зголемување на антиоксидативниот потенцијал и нутритивната вредност. Кај формулациите на хумус со додадени алги и микроалги забележана е зголемена антиоксидативна активност и повисока содржина на фенолни соединенија во споредба со контролниот примерок, што укажува на можноста за подобрување на функционалниот профил преку природни извори на биоактивни компоненти (Matheus et al., 2024). Кај хумус збогатен со морска алга Вакаме (*Undaria pinnatifida*), формулацијата со 20 % рехидрирана Вакаме алга покажала највисока сензорна прифатливост и значително подобрен нутритивен профил. Овој производ содржел 42 µg јод по 20 g порција, што претставува околу 28 % од препорачаниот дневен внес, заедно со зголемена антиоксидативна активност, омега-3 масни киселини, калциум и β-каротен (Chopra et al., 2020). Хумусот збогатен со брокула и третиран со современи процесни технологии, како микробранови и висок притисок, покажал подобро задржување на антиоксидативниот потенцијал за време на складирањето, што дополнително ја потврдува применливоста на хумусот како функционална матрица (Klug et al., 2018).

Нутритивниот профил на хумусот претставува основа за неговата функционална вредност и здравствени придобивки. Од нутритивен аспект, хумусот се карактеризира со балансиран макронутритивен состав, при што 100 g производ обезбедува приближно 7 – 10 g растителни протеини и 6 – 8 g диететски влакна. Хумусот, како производ базиран на наут, се карактеризира со значајна содржина на мононезаситени и полинезаситени масни киселини, минерали и биоактивни пептиди, кои придонесуваат кон неговата нутритивна вредност и потенцијални функционални својства (Wallace et al., 2016).

Неговата редовна консумација може повољно да влијае врз гликемискиот одговор и регулацијата на апетитот, што се поврзува со заедничкото дејство на растителните протеини, диететските влакна и биоактивните соединенија. Овие компоненти ја модифицираат брзината на дигестија и апсорпција на јаглехидратите, со што позитивно се влијае врз постпрандијалниот метаболизам (Reister & Leidy, 2020; Nam et al., 2023).

Ваквите согледувања ја потврдуваат улогата на хумусот не само како хранлив производ, туку и како можен функционален елемент во исхраната насочена кон

превенција на метаболни нарушувања.

Во диететските обрасци, консумацијата на хумус и производи од наут е асоцирана со повисок внес на растителни влакна, полинезаситени масни киселини, витамини од групата Б, како и витамини А, Ц, Е и К. Истовремено, кај популацијата која редовно го консумира забележан е и понизок внес на додадени шеќери, вкупни масти, заситени и мононезаситени масни киселини, што дополнително го потврдува неговиот позитивен нутритивен профил (Frankenfeld & Wallace, 2020).

Прифатливоста на хумусот кај потрошувачите во голема мера е поврзана пред сè, поради перцепцијата дека претставува природна и здрава храна. Неговото позиционирање како производ со „чиста етикета“ е во согласност со зголемениот интерес за медитеранскиот модел на исхрана и растително ориентираните диети, особено традиционалната подготовка од природни состојки без употреба на синтетички адитиви има значајна улога во формирањето на позитивната потрошувачка перцепција (Frankenfeld & Wallace, 2020).

Од друга страна, хумусот е прехранбен производ кој се карактеризира со релативно ограничен рок на траење, а стабилноста при складирање често е условена од формулацијата и применетите методи на конзервирање (Karam et al., 2023). Неговата релативно висока активност на вода и рН вредностите во опсег од 4,5 до 4,8 создаваат поволна средина за развој на мезофилни бактерии, квасци и мувли (Al-Qadiri, 2020; Karam et al., 2023).

Технолошката стабилност на хумусот е зависна и од составот и интеракцијата на неговите поединечни компоненти. Состојки како наутот, таанот, маслиновото масло и компонентите со кисел карактер (оцет, лимонев сок) не само што придонесуваат за вкусот и текстурата, туку имаат значајна улога и врз оксидациската стабилност, микробиолошкиот раст и вкупниот квалитет на финалниот производ за време на складирањето (Wallace et al., 2016; Karam et al., 2023).

Ладно цеденото масло од црно семе (*Nigella sativa L.*) се карактеризира со антиоксидативни својства и здравствени придобивки (Abbas et al., 2024). Содржи широк спектар на биоактивни соединенија со значајни здравствено подобрувачки ефекти и се користи во различни прехранбени примени (Kiralan et al., 2020). Овие ефекти зависат од стабилноста и биорасположливоста на биоактивните соединенија. Маслото, како и сите природни извори, е подложно на хемиски промени како оксидација, хидролиза и термичка деградација за време на екстракција, обработка и складирање (Ozkan et al., 2019). Инкорпорирањето на маслото од *Nigella sativa* во емулзија масло-вода овозможува

подобра физичка стабилност, дисперзија и функционална ефикасност на липофилните биоактивни компоненти, преку распределување во водената фаза и зголемување на контактната површина помеѓу биоактивните компоненти и матрицата (Algahtani et al., 2021).

2. ПРЕГЛЕД НА ЛИТЕРАТУРА

2.1. СОСТАВ И НУТРИТИВНИ КАРАКТЕРИСТИКИ НА ХУМУС

Хумусот е традиционален растителен намаз чија современа примена значително се проширува надвор од регионот на Медитеранот и Блискиот Исток, при што денес е широко прифатен како нутритивно вреден производ во Европа и Северна Америка. Неговата популарност произлегува од комбинацијата на поволен нутритивен профил, прифатлив сензорен квалитет и усогласеност со современите нутриционистички препораки за растително ориентирана исхрана (Wallace et al., 2016; Frankenfeld & Wallace, 2020).

Составот и структура го позиционираат хумусот како погоден модел-систем за проучување на нутритивните, технолошките и функционалните аспекти на растителните намази. Во својата основна формулација, хумусот претставува растителна матрица составена од варен наут, таан (сусамова паста), растително масло, компонентите со кисел карактер (лимонов сок или оцет) и сол, чија меѓусебна интеракција ја дефинира текстурата, стабилноста и нутритивните карактеристики на производот (Ahmed et al., 2020).

2.1.1. Наут (*Cicer arietinum* L.)

Наутот (*Cicer arietinum* L.) е мешункаста растителна култура со широко распространета употреба во човечката исхрана и се смета за еден од поважните извори на растителни протеини. Неговата нутритивна улога е особено значајна во рег иони каде што протеините од растително потекло претставуваат основен нутритивен извор во секојдневната исхрана. Покрај наутот, во групата мешунки се вклучуваат и други култури како луцерката, детелината, грашокот, сојата, кикириките, сувиот грав и леќата, кои заеднички придонесуваат кон подобрување на квалитет на исхраната (Rebello et al., 2014).

Редовната консумација на мешунки е поврзана со подобрен нутритивен профил

на исхраната, кој вклучува зголемен внес на диететски влакна, растителни протеини и минерали како калиум и магнезиум. Овие нутриенти се асоцираат со поволни ефекти врз дигестивното здравје, кардиоваскуларниот систем и метаболната регулација, што ги позиционира мешунките како клучна група во здравите диететски модели, вклучително и медитеранската исхрана (Paranikolaou & Fulgoni, 2008; Rebello et al., 2014).

Како основна суровина за хумус, ½ чаша варен наут обезбедува приближно 134 kcal енергија, 22,5 g јаглехидрати, 7,27 g протеини, 2,12 g масти и 6,2 g диететски влакна (Rebello et al., 2014). Од минералните материи, најзастапени се железо (2,37 mg), магнезиум (39 mg), цинк (1,25 mg), манган (0,85 mg), калиум (177,4 mg) и фолна киселина (104,9 µg), а дополнително се присутни и значајни количини на витамини А и Ц, што го дефинира наутот како нутритивно густа и функционална намирница (Jha et al., 2024).

Полифенолите се доминантни антиоксиданси во растителната храна и во најголема мера се застапени во овошјето, зеленчукот, легуминозите и специфични пијалаци како чајот и црвеното вино. Присуството на овие соединенија овозможува директно дефинирање на органолептичките својства на производот, вклучувајќи ја карактеристичната боја, специфичниот профил на вкусот и изразената адстрингентност. Молекуларната конфигурација на полифенолите овозможува ефикасна инхибиција на липопротеинот со мала густина (Low-Density Lipoprotein; LDL) и редукција на оксидативниот стрес, додека кај патогени како *Escherichia coli* и *Staphylococcus spp.* покажуваат изразена антимицробна активност дури и при ниски концентрации (1 mg/L) (Landete, 2012).

Содржината на полифенолни соединенија во наутот се движи во опсег од 0,72 до 1,81 mg/g, додека антоцијанините можат да достигнат вредности до 14,9 mg/kg, но овие параметри значително варираат во зависност од сортата, бојата на семето и применетите аналитички методи за нивна детекција (Rachwa-Rosiak et al., 2015).

Распределбата на биоактивните соединенија во рамки на зрното на наутот не е хомогена. Истражувањата на Segev et al. (2011), забележале дека обвивката на зрното содржела значително повисоки концентрации на фенолни соединенија и флавоноиди во споредба со целите или излупените зрна. Вкупните феноли се движеле од 0,19 до 32,6 mg еквиваленти на катехин (catechin equivalents, CE) по грам примерок, додека вкупните флавоноиди биле во опсег од 0,12 до 7,2 mg CE/g, при што највисоките вредности биле забележани кај темно обоените обвивки (Segev et al., 2011).

И покрај широка конзумација на наутот, податоците за составот на неговите секундарни метаболити долго време биле ограничени. Mekky et al. (2015) спровеле

детална карактеризација на фенолниот профил кај седум египетски сорти на наут со примена на течна хроматографија во комбинација со масена спектрометрија и биле идентификувани вкупно 96 фенолни соединенија. Најзастапени подгрупи биле хидрокси-бензоевите киселини и флавоноидите, а биле детектирани и органски киселини, аминокиселини, нуклеозиди, пептиди и сапонини, што укажува на сложен и мултикомпонентен хемиски профил на наутот (Mekky et al., 2015).

Антиоксидативниот капацитет на наутот, изразен како Trolox еквиваленти (Trolox Equivalent Antioxidant Capacity, TEAC), покажува дека фенолните соединенија се главни носители на антиоксидативниот капацитет на наутот. Освен нив, диететските влакна од наутот се препознаени како функционални компоненти бидејќи служат како ферментабилен супстрат, додека фенолните соединенија ја покажуваат антиоксидативната активност и способност за намалување на оксидативниот стрес (Ajaay et al., 2024).

Покрај фенолните соединенија, значаен придонес во однос на антиоксидативниот капацитет на наутот имаат и протеините и биоактивните пептиди кои се ослободуваат при нивна хидролиза. Современите истражувања покажуваат дека протеинските хидролизати од наут, добиени со ултразвучна обработка во пулсен режим, можат да манифестираат изразена антиоксидативна активност. Во студијата на González-Osuna et al. (2023), протеинскиот хидролизат (protein hydrolysate, HGb) покажал висок антиоксидативен капацитет, изразен преку 91,44 % инхибиција на ABTS радикалот, FRAP вредност од 5185,57 $\mu\text{mol TE/g}$ и 73,04 % инхибиција на хемолиза на човечки еритроцити. Изолираните пептидни фракции целосно ја инхибирале хемолизата, што укажува на нивно заштитно дејство врз клеточните мембрани. Овие резултати ја нагласуваат можната примена на пептидите од наут како функционални состојки во храната и како природни агенси за заштита од оксидативни оштетувања (González-Osuna et al., 2023).

Специфичните пептидни фракции, благодарение на нивната способност за хелација на метални јони, покажале антиоксидативна активност споредлива или повисока од онаа на α -токоферолот, при што ваквиот биоактивен профил индиректно придонесува и за стабилизација на липофилните компоненти во производите на база на наут, зголемувајќи го нивниот антиоксидативен потенцијал (Juárez-Chairez et al., 2020).

Протеините од наут се одликуваат и со поволни технолошки својства, како што се стабилност и емулгирачка активност, особено во рН интервал од 4 до 6 (Martinez, 2021). Изолираните и концентрираните протеини од наут покажуваат емулгирачки капацитет

од 70–80 % и емулзиона стабилност од 60 до 70 %, додека капацитетот за врзување на масло достигнува 2,3–4,2 g масло/g протеин. Капацитетот за врзување на вода се движи во опсег од 2,4–3,6 g вода/g протеин, при што овие вредности значително варираат во зависност од сортата на наут и применетиот метод на екстракција (Patil et al., 2024).

Нутритивната и функционалната вредност на наутот е условена од генотипската варијабилност и морфолошките карактеристики на зрното. Во литературата се опишани најчесто два типа на наут – *Desi* и *Kabuli*, кои се разликуваат по големината, бојата и хемискиот состав на зрната. Забележано е дека потемната боја на обвивката на зрната е поврзана со повисок антиоксидативен капацитет (Zia-Ul-Haq et al., 2008).

Освен нив опишана е и сортата *Blanco Sinaloa* која се карактеризира со поволен нутритивен состав и изразена способност за апсорпција на вода и формирање емулзии со стабилна пена. Овие својства можат значајно да придонесат за текстурата и стабилноста на сложени прехранбени матрикси, како што е хумусот (Martínez-Preciado, 2019).

Антиоксидативниот капацитет на наутот е предмет на бројни компаративни студии. Zia-Ul-Haq et al. (2008) покажале дека сортите *Desi* од Пакистан имаат повисока содржина на вкупни феноли и флавоноиди во споредба со сортите *Kabuli*. Антиоксидативниот капацитет бил потврден со DPPH, ABTS и FRAP методи, при што DPPH IC₅₀ вредностите се движеле од 110 до 150 µg/mL, а FRAP вредностите од 2,6 до 3,9 µmol TE/g (Zia-Ul-Haq et al., 2008).

Дополнителни докази за генотипската варијабилност се дадени во студијата на Jameel et al. (2021), каде што биле анализирани 90 генотипови на наут. Највисока вредност на вкупната содржина на фенолни соединенија (TPC) била забележана кај сортата *Desi* CM-98, додека највисока концентрација на аскорбинска киселина била утврдена кај *Desi* WH-3. Во однос на ензимските антиоксиданси, највисока активност на аскорбат пероксидаза е регистрирана кај *Kabuli* Tamman-2013, а на супероксид дисмутаза кај *Desi* CH24 (Jameel et al., 2021).

Разликите меѓу *Desi* и *Kabuli* сортите се забележани и во истражувањето на Quintero-Soto et al. (2008), каде *Kabuli* сортите покажале повисока содржина на фенолни киселини, додека *Desi* сортите биле побогати со флавоноиди. Антиоксидативниот капацитет бил поврзан со присуството на синапинска киселина, гална киселина, кверцетин и катехин (Quintero-Soto et al., 2008).

Компаративните анализи со други мешунки дополнително го позиционираат антиоксидативниот потенцијал на наутот. Така, Xu et al. (2007) утврдиле дека, иако некои мешунки како леќата и обоениот грав имаат повисок антиоксидативен капацитет,

антиоксидативната активност кај сите анализирани мешунки е тесно поврзана со вкупната содржина на фенолни соединенија и бојата на семето.

2.1.2 Таан (сусамова паста)

Сусамовото семе претставува значаен извор на масло (50 – 60 %) и протеини (18 –25 %), со широка примена во пекарската и маслодајната индустрија. Стабилност на ова масло од оксидација овозможува долготрајно зачувување на неговиот квалитет, што примарно се должи на присуството на специфичните лигнани (сезамин и сезамолин) и токоферолите, кои покрај заштитата на полинезаситените масни киселини, индиректно придонесуваат и за нутритивната вредност на производот (Gharby et al., 2015).

Физичко-хемиските карактеристики на сусамовиот таан ја одредуваат стабилноста на хумусот како негова главна липидно-протеинска компонента. Ниската содржина на влага (0,4 %) овозможува подобра микробиолошка безбедност. Бидејќи рН вредностите на таанот (6,04 – 6,45) се блиску до неутралната средина, стабилноста на системот зависи од интеракцијата со додадените киселини и маслената фаза. Варијабилноста во содржината на масти (53,01 – 69,59%) и протеини (19 – 23,75%) директно влијае врз кремастата структура и емулзионата стабилност (Sdiq et al., 2025).

Таанот, како липидна емулзија со ниска активност на вода ($a_w = 0,16$), овозможува висока хемиска стабилност, но не гарантира целосна микробиолошка безбедност. Истражувањето на Osaili et al. (2020) потврдило дека патогени како *Salmonella spp.* можат да преживеат во овој матрикс до 12 месеци, при што ниската активност на вода, може да придонесе за нивно подолго преживување преку заштитни механизми во емулзиската структура на таанот. Ваквата динамика директно зависела од условите на средината, при што зголемувањето на температурата од 10 на 25 °C ги забрзувало инактивациските процеси, додека зголемувањето на a_w од 0,17 на 0,50 ја зголемувало нивната способност за преживување, особено при 10 °C. Присуството на фенолни соединенија и лигнани од сусамот (сезамол, сезамин, сезамолин) индиректно дејствувале синергистички со ниската a_w , водејќи кон постепена, но бавна редукција на микроорганизмите.

Оксидативната стабилност на таанот како пастозно/емулзиски матрикс обезбедува значително пониски вредности на пероксидниот број и *p*-анисидинската вредност при чување на собна температура во споредба со забрзаните услови на складирање на 65 °C, додека присуството на природни антиоксиданси во таанот обезбедиле подобра заштита на маслената фаза во споредба со чистото масло од истите

семиња (Abou-Gharbia et al., 1996).

2.1.3. Маслиново масло

Ладно цеденото маслиново масло е богато со мононезаситени масни киселини, каде олеинската киселина (C18:1) доминира со застапеност од 55% до 83%. Профилот на масни киселини, во синергија со α -токоферолот кој сочинува над 90% од вкупните токофероли (150–350 mg/kg), формира систем кој го штити липидниот матрикс од оксидативна деградација и при изложеност на високи температури од 170°C (Casal et al., 2010).

Фенолната фракција на маслото овозможува антиоксидативна заштита преку присуството на неколку класи специфични молекули. Меѓу најзначајните се секоиридоидите, како што се лигстрозидот и олеуропеинот, кој по својата хемиска структура претставува секоиридоиден гликозид изведен од еленолна киселина и манифестира антимикуробно дејство (Ghanbari et al., 2012), а истовремено придонесува за карактеристичната горчина и високата термостабилност на маслото. Застапени се и едноставните феноли, како хидрокситирозол, тирозол и олеокантал, кои поседуваат изразени антиинфламаторни својства (Servili et al., 2013).

Овие молекули, заедно со лигнаните како пинорезинол и високите нивоа на сквален (200–7500 mg/kg), формираат синергетска мрежа која индиректно го штити липидниот систем од предвремена оксидација (Ghanbari et al., 2012).

Термичката обработка може да редуцира до 50% од вкупната фенолна содржина, но квалитетот на маслото останува стабилен поради поволниот сооднос на олеинска наспроти линолна киселина, што спречува формирање на токсични алдехиди (Santos et al., 2013). Доколку се чува заштитено од светлина, забележано е дека пероксидниот број може да се задржи помеѓу 10 и 12 милиеквиваленти активен кислород по килограм (meq O₂/kg) дури и по 12 месеци (Vekari et al., 2007).

Консумацијата на ладно цеденото маслиново масло во рамките на медитеранскиот начин на исхрана, во количини од 25 до 50 mL на ден, овозможува значаен внес на биоактивни фенолни соединенија со докажани антиоксидативни и антиинфламаторни својства. Досега се идентификувани најмалку 36 различни феноли, чија концентрација варира во широк опсег од 0,02 до 600 mg/kg во зависност од сортата, регионот и начинот на преработка. Овие компоненти директно влијаат врз здравјето само доколку се биорасположиви, при што хидрокситирозолот и тирозолот покажуваат висока стапка на

апсорпција кај луѓето од 40% до 95% (Cicerale et al., 2011).

2.1.4. Јаболков оцет

Јаболковиот оцет претставува ферментиран производ кој, покрај органските киселини, содржи и значајни количини на фенолни соединенија со антиоксидативна активност, чиј состав зависи од суровината и применетиот технолошки процес. Овие биоактивни компоненти се поврзуваат со повисока антиоксидативна активност и нивната способност да делуваат како донори на водород и редуцирачки агенси, но и како потенцијални инхибитори на липидна пероксидација. Фенолните соединенија и органските киселини делуваат преку повеќе механизми, вклучувајќи неутрализација на слободни радикали, редукција на прооксидативни метални јони и стабилизација на реактивни интермедиери што е од особена важност кај системи кои содржат незаситени масни киселини и се подложни на оксидативни промени за време на складирањето (Oubannin et al., 2024).

Различните методи на подготовка (ферментација на парчиња, сок или хомогенизирано цело овошје), доведуваат до значајни разлики во содржината на полифеноли (од 981,8 до 1462,6 $\mu\text{g GAE/mL}$) и антиоксидативниот капацитет на финалниот производ. Покрај директниот антиоксидативен ефект, јаболковиот оцет придонесува и кон намалување на рН вредноста, што може индиректно да влијае врз стабилноста на фенолните соединенија и врз инхибирање на оксидативните и микробиолошките процеси (Kara et al., 2021).

Јаболков оцет како природна алтернатива на хемиските конзерванси е прифатлив поради неговата способност двојно да влијае врз стабилноста на хумусот. Оцетната киселина во неговиот состав ја намалува рН вредноста на матрицата, создавајќи неповолна средина за развој на патогени микроорганизми како *Salmonella* и *Escherichia coli* и за разлика од чистата лимонска киселина, јаболковиот оцет содржи и секундарни метаболити кои можат синергистички да го засилат антимикуробниот ефект (Karam et al., 2023).

Механизмот на антимикуробниот ефект е поврзан со намалување на рН вредноста, преку зголемување на фракцијата на недисоцирана оцетна киселина која полесно навлегува во микробните клетки и предизвикува нарушување на ензимската активност, енергетскиот метаболизам и синтезата на ДНК, што води кон инхибиција на растот или клеточна смрт (Karam et al., 2023).

Додавањето на оцет влијае на интеракциите помеѓу протеините од наут и водата, што може да ја модифицира вискозноста на производот. Најголемиот предизвик при неговата примена е балансот помеѓу микробиолошката безбедност и сензорната прифатливост, бидејќи повисоки концентрации можат да доведат до преизразен кисел вкус (Karam et al, 2023).

Во мајонез формулиран со јаболков оцет и ладноцедено масло од црно семе, фенолните соединенија и тимокинонот покажале повисока ефикасност, бидејќи ниската рН вредност ја намалила стапката на разложување на липидните хидропероксиди и влијаела врз распределбата на антиоксидансите во емулзијата. Ова укажува дека оцетот не е само сензорна компонента, туку и фактор што индиректно придонесува кон стабилноста на липидната фаза (Ozdemir et al., 2018).

2.1.5. Сол

Согласно Регулативата (ЕС) No 1333/2008 на Европскиот парламент и на Советот за адитиви во храна, конзервансите се дефинираат како супстанции што го продолжуваат рокот на употреба на храната преку заштита од микробиолошка деградација и раст на патогени микроорганизми. Иако натриум хлоридот (готварска сол) не е класифициран како адитив според оваа регулатива, неговата технолошка функција како средство за намалување на активноста на водата (a_w) и ограничување на микробиолошкиот раст е широко признаена во прехранбените системи (Silva et al., 2016).

Поради тоа, контролата на микробиолошкиот раст претставува клучен предизвик при развојот на функционални хумус формулации, особено во услови на минимална преработка и отсуство на синтетички конзерванси.

2.1.6. Аквафаба

Аквафаба е течноста што останува по варење или конзервирање на наут, претставува вредна водена-протеинска фаза богата со растворливи протеини и полифеноли, со изразени емулгирачки и пенливи својства (Lafarga et al., 2019). Во нејзиниот состав доминира вода (92–95%) и сува материја (5–8%), која содржи протеини (0,7–1,5 g/100 g), јаглехидрати (2–4 g/100 g), диететски влакна (2,4 g/100 g), сапонини (4,5–14 mg/g), фенолни соединенија (0,3–0,7 mg/g) и траги од токофероли (0,11 µg/mL). Капацитетот за врзување вода кај аквафаба од наут изнесува 1,46 g вода/g сува материја,

а капацитетот за врзување масло достигнува 3,22 g масло/g, што е повисоко во споредба со повеќето други легуминозни води за варење. Овие параметри директно влијаат на a_w , забавувајќи ја мобилноста на водата и липидите, и со тоа ја ограничуваат дифузијата на кислород и оксидативните реакции во липидната фаза (He et al., 2021).

Протеинската содржина на аквафата се движи околу 0,08–0,48 mg/100 mL, во зависност од соодносот на наут и вода, што е доволно за стабилизација на емулзии од типот вода-масло. При рН средина во опсег од 3,5–5,0, значително ја зголемува емулгирачката способност и стабилноста. Овој ефект е поврзан со зголемен нето-полнеж и флексибилност на протеините, што ја подобрува нивната адсорпција на маслено-водната меѓуповршина (Lafarga et al., 2019).

2.2. МАСЛО ОД *NIGELLA SATIVA* КАКО ФУНКЦИОНАЛНА СОСТОЈКА

2.2.1. Карактеристики и употреба

Nigella sativa L. е едногодишно цветно растение од фамилијата *Ranunculaceae*, кое има широка географска распространетост и се одгледува во региони на Јужна и Југозападна Азија, како и во медитеранските земји, Централна Европа и делови од Западна Азија (Hassanieh et al., 2015; Majdalawieh & Fayyad, 2015; Mazaheri et al., 2019; Fidan et al., 2019; Al-Uddat et al., 2024). Растението е познато по својата долга историја на употреба, при што археолошките податоци укажуваат дека неговото семе било користено уште во периодот на антички Египет (Ali & Blunden, 2003). Плодот се развива во форма на капсула со повеќе ситни црни семиња со карактеристичен ароматичен и горчлив вкус (Rahim et al., 2022).



Слика 1. *Nigella sativa*, семки и билка (Majdalawieh & Fayyad, 2015)

Во традиционалната медицина, црното семе со векови се применува како природен лек за различни здравствени состојби. Документирана е неговата употреба кај главоболки, респираторни заболувања, дигестивни нарушувања, дијабетес и артериска хипертензија, како и кај состојби поврзани со имунолошкиот систем и репродуктивното здравје (Ahmad et al., 2013; Hesamati & Namazi, 2015). Покрај тоа, *Nigella sativa* се користи како средство за јакнење на имунолошкиот одговор и како природен препарат против кашлица (Hassanieh et al., 2015; Mazaheri et al., 2019; Mokhtar et al., 2019; Jufri et al., 2022).

Современите фармаколошки истражувања потврдуваат дека *Nigella sativa* поседува широк спектар на биолошки активности како: аналгетско, антипиретично, антиоксидативно, антимикубно и антиинфламаторно дејство. Овие ефекти се поврзуваат, меѓу другото, со инхибиција на проинфламаторни цитокини како IL-1 β и IL-6 (Gurci et al., 2022; Rahim et al., 2022). Поради ваквиот биоактивен профил, маслото од *Nigella sativa* сè почесто се разгледува како потенцијален природен терапевтски адјувант кај автоимуни и метаболички нарушувања, вклучувајќи псоријаза, артритис, системски лупус и дијабетес тип 2 (Saifullah et al., 2024).

Покрај медицинската примена, црното семе има значајна улога и во исхраната и прехранбената индустрија, каде се користи како зачин и природен конзерванс во различни производи (Hassanieh et al., 2015; Kiralan et al., 2020).

Липидната оксидација претставува значаен предизвик во прехранбената индустрија, особено кај незаситените и полинезаситените масни киселини (PUFA), кои се склони кон деградација. Оксидацијата на овие липиди може да се одвива преку фотооксидација, автооксидација или ензимски катализирана оксидација (Sun et al., 2011).

2.2.2 Масно-киселински профил и липидна композиција

Липидната фракција претставува доминантна компонента во составот на семето од *Nigella sativa*, при што нејзиниот удел најчесто изнесува приближно 30–40%, а најголемиот дел од вкупните липиди се присутни во форма на триацилглицериди (Ahmad et al., 2013). Квалитативниот и квантитативниот состав на масните киселини има клучна улога во определувањето на нутритивната вредност и технолошките својства на маслото.

Полинезаситените масни киселини (PUFA) се најзастапената група во маслото од *Nigella sativa*, при што линолната киселина (C18:2, ω -6) сочинува околу 55–60% од вкупниот маснокиселински профил. Оваа есенцијална масна киселина има значајна физиолошка улога и е поврзана со модулација на воспалителните процеси и поддршка на

кардиоваскуларното здравје (Majdalawieh & Fayyad, 2015).

Во однос на мононезаситените масни киселини (MUFA), олеинската киселина (C18:1, ω -9) е доминантна и е присутна во концентрации од приближно 20–25%. Нејзиното присуство придонесува за антиоксидативната стабилност на маслото, како и за неговите потенцијални кардиопротективни ефекти (Ali & Blunden, 2003).

Заситените масни киселини (SFA), претежно палмитинската (C16:0) и стеаринската киселина (C18:0), се застапени во помал удел, најчесто во опсег од 10–15 %. Иако квантитативно се помалку доминантни, овие масни киселини придонесуваат кон физичката стабилност на маслото при складирање и термичка обработка (Salem et al., 2005).

Маснокиселинскиот профил на маслото од *Nigella sativa* покажува одреден степен на варијабилност, кој може да се припише на фактори како генотипот на растението, агроколошките услови на одгледување и применетите аналитички методи. Овие разлики се документирани во повеќе студии и се прикажани компаративно во Табела 1.

Табела 1. Компаративен маснокиселински состав (%), на масло од *Nigella sativa* со различно потекло (Nickavar et al., 2003; Fidan et al., 2019; Kabir et al., 2019; Agarwal & Mishra, 2021; Albakry et al., 2022).

Масна киселина	Ознака	Nickavar et al., 2003	Fidan et al., 2019	Kabir et al., 2019	Agarwal & Mishra, 2021	Albakry et al., 2022
Лауринска	C12:0	0,6	6,53	–	0,11	–
Тридеcanoинска	C13:0	–	–	–	–	–
Миристинска	C14:0	0,5	1,18	0,23	0,42	0,19
Миристолеинска	C14:1	–	–	–	–	0,02
Палмитинска	C16:0	12,5	9,62	13,10	13,10	12,17
Палмитолеинска	C16:1	–	0,20	0,28	0,22	0,14
Стеаринска	C18:0	3,4	8,18	2,47	2,80	2,31
Олеинска	C18:1	23,4	21,56	21,80	23,97	24,46
Линолна	C18:2	55,6	43,43	57,00	56,24	57,71
α -линоленска	C18:3 n-3	–	–	0,46	0,16	0,12
γ -линоленска	C18:3 n-6	–	5,38	–	–	0,19

Арахидинска	C20:0	–	–	0,18	0,16	0,33
Еикозеноична	C20:1	–	–	0,39	–	–
Еикозадиенска	C20:2	–	3,52	2,91	2,15	2,52
Арахидонска	C20:4 n-6	–	0,30	–	–	–

Од компаративниот маснокиселински состав на маслото од *Nigella sativa* (Табела 1), може да се забележи дека и покрај изразената географска и комерцијална варијабилност, маснокиселинскиот профил се покажува релативно стабилен, во однос на најзастапените: линолната киселина (~55%), олеинска (~22%) и палмитинска киселина (~12%), и вкупно со доминантен удел на полинезаситени масни киселини. Во студијата на Dąbrowski et al. (2024), анализирани се 13 различни масла од *Nigella sativa* естракхирани со хексан од семиња со потекло од Индија, Сирија, Египет и Полска, при што најзастапените масни-киселини (линолна, олеинска, палмитинска киселина) и составот на стероли покажале исто така мала варијација меѓу примероците.

Функционалните карактеристики на маслата и мастите можат да се евалуираат преку анализа на релативната застапеност и типот на триацилглицероли (Triacylglycerols; TAG), кои имаат клучна улога во нивното технолошко и нутритивно однесување. Распределбата на триацилглицеролите во маслото од семе на *Nigella sativa* покажува дека најзастапен триацилглицерол е олеоил-дилинолеоил-глицерол (Oleoyle-dilinooleoyl-glycerol; OLL) со 38,87%, по што следуваат палмитоил-олеоил-линолеоил-глицерол (Palmitoyle-oleoyle-linooleoyl-glycerol; POL) со 30,82% и трилинолеин (Trilinolein; LLL) со 22,79%, додека уделот на триолеин (Triolein; OOO) изнесува 7,52%. Ваквата распределба укажува на триацилглицероли богати со линолна и олеинска киселина, што е во согласност со идентификуваниот маснокиселински профил и има значење за оксидативната стабилност, реолошките својства и потенцијалната примена на маслото како функционална компонента во прехранбени матрикси (Albakry et al., 2022).

Триацилглицеридите се нерастворливи амфифилни молекули кои формираат емулзии кога се дисперзираат во присуство на површински активни соединенија, како фосфолипиди, протеини или нискомолекуларни органски киселини. Во кисела средина и во присуство на амфифилни молекули, масните киселини и триацилглицеридите се распоредуваат во површински слој околу маслените капки, што ја зголемува нивната изложеност на оксидативни процеси (Christodoulou et al., 2022).

Липидниот профил на ладноцеденото масло од *Nigella sativa* се споредува со оној

на маслиновото масло, што дополнително ја потврдува неговата нутритивна вредност и потенцијал за позитивно влијание врз метаболизмот и кардиоваскуларното здравје (Majdalawieh & Fayyad, 2015).

2.2.3. Биоактивни молекули и хемиски профил на семето и маслото од *Nigella sativa*

Црното семе (*Nigella sativa*) е зачин и лековито растение од семејството *Ranunculaceae*, богато со полифеноли, флавоноиди и други биоактивни метаболити кои придонесуваат за неговите нутритивни и терапевтски својства (Ravi et al., 2025).

Семето содржи 22–38% масло, 0,40–1,50% етерично масло, 20,8–31,2% протеини и 24,9–40% јаглехидрати, при што вкупната содржина на витамини изнесува 1–4%, а минерали 3,7–7% (Mukhtar et al., 2019). Споредбата на податоци од различни географски региони укажува на значајна варијабилност во содржината на масни киселини, фенолни и етерични соединенија, што се припишува на агро-климатските услови, генетскиот материјал и технолошката обработка (Fidan et al., 2019).

Компонентите на етеричното масло можат да се класифицираат во неколку хемиски групи, при што доминираат монотерпенските јаглеводороди (α -тујен, α -пинен, β -пинен, сабинен, β -мирцен, α -феландрен, лимонен, p -цимен, γ -терпинен, терпинолен), оксигенираните монотерпени (карвон, тимол, карвакрол), како и присуството на специфични кинонски соединенија (тимокинон) (Fidan et al., 2019; Liao et al., 2020).

Хемискиот состав на семето од *Nigella sativa* со потекло од Турција се карактеризира со доминација на монотерпенски јаглеводороди и кислородни терпеноиди. Меѓу идентификуваните соединенија, најзастапени се p -цименот (26,01 %), по што следуваат тимокинонот (21,09 %), α -тујенот (9,92 %) и тимолот (8,42 %). Во помали концентрации се присутни и γ -терпинен (5,16 %), β -пинен (4,32 %), α -пинен (2,28 %), α -феландрен (2,18 %) и α -карвакролен (1,98 %). Дополнителни монотерпени, како β -мирцен (0,61 %), α -феландрен (0,76 %), лимонен (0,71 %), терпинолен (0,23 %) и карвон (0,32 %), се детектирани во пониски удели. Ваквата терпеноидна распределба укажува на масло богато со p -цимен, тимокинон и фенолни монотерпени, кои се поврзуваат со изразен антиоксидативен и антимикробен капацитет (Inouye et al., 2001; Bakkali et al., 2008; Fidan et al., 2019).

Протеинската фракција на семето од *Nigella sativa* содржи вкупно 18 аминокиселини, при што девет од нив се есенцијални и сочинуваат околу 32,5 % од вкупниот аминокиселински состав. Меѓу неесенцијалните аминокиселини, највисоки

концентрации се забележани кај аргинин (20,12 g/100 g протеин), глутаминска киселина (16,25 g/100 g протеин) и аспарагинска киселина (3,29 g/100 g протеин), што укажува на аминокиселински профил поврзан со метаболизмот на азот и биосинтезата на протеини. Во рамките на есенцијалните аминокиселини, најзастапени се леуцин (10,01 g/100 g протеин) и валин (3,14 g/100 g протеин), по што следуваат фенилаланин (6,51 g/100 g протеин), метионин (5,55 g/100 g протеин), треонин (6,00 g/100 g протеин) и хистидин (5,52 g/100 g протеин). Пролин (6,31 g/100 g протеин), тирозин (5,92 g/100 g протеин), лизин (4,18 g/100 g протеин), аланин (2,05 g/100 g протеин), серин (1,72 g/100 g протеин) и цистеин (0,42 g/100 g протеин) се присутни во умерени до пониски концентрации. Ваквиот аминокиселински профил ја потврдува високата нутритивна вредност на протеинската фракција и ја потенцира улогата на семето од *Nigella sativa* како извор на биолошки активни протеини (Kabir et al., 2019).

Фосфолипидната компонента на маслото од *Nigella sativa* вклучува фосфатидилхолин, фосфатидилетаноламин, фосфатидилсерин и фосфатидилинозитол. Присуството на овие поларни липиди има значајна функционална улога, бидејќи придонесува за стабилизација на водно-липидните системи преку емулгаторно дејство и за подобрување на структурната стабилност на комплексните прехранбени матрици (Kiralan et al., 2020a).

Маслото од *Nigella sativa* се карактеризира со висока содржина на фитостероли, при што β -ситостеролот е доминантна компонента и е поврзан со изразено антиинфламаторно и антиканцерогено дејство (Salem et al., 2005). Дополнително, кампестеролот и стигмастеролот придонесуваат за подобрување на кардиоваскуларното здравје (Majdalawieh & Fayyad, 2015). Основниот механизам на дејство на фитостеролите се заснова на инхибиција на апсорпцијата на холестерол во дигестивниот тракт преку негово истиснување од жолчните мицели, при што е забележано намалување на интестиналната апсорпција на холестерол за околу 50 % кај β -ситостеролот и до 85 % кај стигмастеролот (Ling et al., 1995).

Семето од *Nigella sativa* се одликува и со значителна микронутритивна густина. Вкупната содржина на витамини се движи од 1 до 4 %, додека минералната фракција е застапена во опсег од 3,7 до 7 %, со забележлива варијабилност во зависност од сортата, географското потекло и агроеколошките услови на одгледување (Mukhtar, 2019). Меѓу хидросолубилните витамини, највисоки концентрации се утврдени кај витамините од Б-комплексот, при што највисока концентрација е утврдена за ниацин (2,323 mg/100 g), следен од тиамин (0,735 mg/100 g) и пиридоксин (0,253 mg/100 g), додека рибофлавиноот

и фолната киселина се присутни во пониски концентрации (0,042 и 0,005 mg/100 g, соодветно) (Fidan et al., 2019).

Покрај тоа, во семето се детектирани и значајни количества липосолубилни витамини, како α -токоферол (4,80–11,30 mg/g), β -токоферол (2,30 mg/100 g), γ -токоферол (190–342,3 mg/g) и δ -токоферол (4 mg/g), како и витамини А (0,15–0,42 mg/g), Д₁ (1,38 μ g/g), К₁ (1,85 μ g/g) и К₂ (2,15 μ g/g), што укажува на силен антиоксидативен капацитет на маслото (Mukhtar, 2019).

Минералниот профил на семето од *Nigella sativa* е доминиран од макроеlementи како калиум (1498,3 mg/100 g), фосфор (481,5 mg/100 g), калциум (366,7 mg/100 g) и магнезиум (355,2 mg/100 g). Дополнително, присутни се и микроelementи со биолошко значење, вклучувајќи железо (42,6 mg/100 g), цинк (6,7 mg/100 g) и манган (3,1 mg/100 g), кои имаат важна улога во нормалниот метаболизам и во антиоксидативната заштита на организмот (Osman et al., 2014; Gholamnezhad et al., 2016; Kabir et al., 2019).

Биоактивните компоненти на семето и маслото од *Nigella sativa* покажуваат и изразено антимикуробно дејство, со инхибиторен ефект врз повеќе Грам-позитивни и Грам-негативни бактерии, споредлив со дејството на синтетички антиоксиданси. Минималните инхибиторни концентрации изнесуваат околу 2560 μ g/mL за Грам-негативни и 1280 μ g/mL за Грам-позитивни бактерии (Hassanieh et al., 2015; Al-Sultani et al., 2022; Zouirech et al., 2023).

Во однос на редукциската способност, FRAP анализата при концентрација од 50 g/L покажала вредност од 3,33 mmol Trolox/L, што е без статистички значајна разлика во споредба со синтетичкиот антиоксиданс бутилхидрокситолуен (БНТ), за кој е измерена вредност од 3,39 mmol Trolox/L (Viuda-Martos et al., 2011). Исто така, изразена антирадикална активност е потврдена со DPPH методата, при што при концентрација од 50 g/L е регистрирана инхибиција од 95,89%, а IC₅₀ вредноста изнесувала 3,88 g/L (Viuda-Martos et al., 2011).

Во услови на забрзан тест на складирање на 65°C, по 8 дена било регистрирано намалување на антиоксидативните параметри (DPPH и ABTS), паралелно со деградацијата на биоактивните компоненти (Karaman et al., 2019). При инкубација на 60°C, поголемиот дел од монотерпените (α -тујен, α -пинен, сабинен, β -пинен, лимонен, γ -терпинен) покажале брз пад и исчезнување, додека р-цимен се намалил драматично по 18 дена. Спротивно на тоа, тимоквинон, 4-терпинеол, α -лонгипинен, карвакрол и изолонгифолен покажале повисока термичка и оксидативна стабилност и останале детектибилни и по 18 дена (Kıralan et al., 2013).

Високиот антиоксидативен капацитет на маслото од црно семе се должи на синергистичкото дејство на терпени, незаситени масни киселини и други фенолни компоненти присутни во целото масло, при што вкупниот антиоксидативен ефект го надминува оној на изолираните соединенија (Al-Nageeb et al., 2009).

Главен носител на антимикробната активност се фенолните соединенија, како што се р-цимен, тимол и карвакрол, кои можат да бидат одговорни за неговиот антимикробен потенцијал, но и останатите фенолни и терпеноидни соединенија како тимокинонот и тимолот синергистички допринесуваат кон ова дејство (Forouzanfar et al., 2014).

Тимокинонот (*Thymoquinone*, TQ) се смета за најкарактеристична биоактивна компоненти на семето од *Nigella sativa*, со широк спектар на фармаколошки и биолошки активности. Истражувањата укажуваат дека присуството на тимокинон е поврзано со антиоксидативни, антимикробни, имуно-модулаторни и антиинфламаторни ефекти, како и со потенцијално антиканцерогено дејство (Woo et al., 2012; Forouzanfar et al., 2014; Kazemi et al., 2014; El-Far et al., 2018). Анализата на комерцијално достапни масла од црно семе покажува дека содржината на тимокинон може значително да варира, при што измерените вредности се движат во интервал од 3,08 до 8,09 mg/100 g масло. Оваа варијабилност најчесто се поврзува со географското потекло на суровината, зрелоста на семето, условите на складирање и применетиот метод на екстракција (Khakin et al., 2022).

Највисоки концентрации на тимокинон се забележуваат кај масла добиени со ладно цедење, при што ниските температури и отсуството на органски растворувачи овозможуваат подобро зачувување на нутритивните и сензорните својства (Bulathsinghala et al., 2025).

Антиоксидативната активност на тимокинонот се смета за централен механизам преку кој се реализираат поголем дел од неговите биолошки дејства. Ова соединение покажува способност да ги неутрализира реактивните кислородни видови (Reactive Oxygen Species, ROS) и да влијае врз активноста на ендогените антиоксидативни ензими, вклучувајќи супероксид-дисмутаза, каталаза и глутатион-пероксидаза. Преку овие механизми се ограничуваат оксидативните оштетувања и процесите на липидна пероксидација, што придонесува за заштита на клеточните структури (Gali-Muhtasib et al., 2005; Bourgou et al., 2009; Goyal et al., 2017).

Покрај антиоксидативната активност, тимокинонот покажува и изразена антимикробна и антифунгална активност. Документирани се инхибиторни ефекти врз повеќе патогени микроорганизми, вклучувајќи соеви од родовите *Salmonella*, *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Klebsiella pneumoniae* и *Candida albicans*

(Gerige et al., 2009; Chaieb et al., 2011; Forouzanfar et al., 2014). Овие ефекти не се припишуваат исклучиво на тимокинонот, туку и на неговото синергистичко дејство со други компоненти на маслото, како тимол и карвакрол (Sarwar & Latif, 2014).

Практичната примена на тимокинонот може да биде ограничена поради неговата ниска растворливост во вода и релативно слаба орална биорасположливост (Kalam et al., 2017; Radwan et al., 2021). Дополнително, при изложување на повисоки температури, особено над 40°C, тимокинонот може да подлежи на термичка деградација, што резултира со намалување на неговата концентрација со текот на времето. Поради тоа, за оптимално зачувување на неговата биолошка активност се препорачуваат кисела средина, заштита од светлина и избегнување на високи температури за време на складирањето и преработката (Jufri et al., 2022).

2.2.4. Хемиски промени на ладноцедено масло од црно семе при преработка и складирање

Ладното цедење сè почесто се применува како метод за добивање растителни масла во современата прехранбена индустрија и се вбројува меѓу процесите кои се усогласени со концептот на „зелена технологија“ и принципите на Одржливите развојни цели на Обединетите нации. Начинот на преработка при ваквите технологии има директно влијание врз нутритивната вредност на маслото, неговата безбедност, како и врз еколошката одржливост на производствениот процес (Ramadan et al., 2020).

Ефикасноста на екстракцијата со ладно цедење во голема мера зависи од карактеристиките на суровината, вклучувајќи го типот на семето, неговата содржина на масло, степенот на влажност и присуството на лушпа, како и од процесните параметри како брзината на ротација, дијаметарот на пресата и температурата на работа. Зголемената влажност на семето, за околу 10 %, генерално се поврзува со намалување на приносот, додека соодветна оптимизација на ротационата брзина и матриксот овозможува добар баланс помеѓу приносот и квалитетот на добиеното масло. Во споредба со органската екстракција со растворувачи, ладното цедење обично резултира со понизок принос (приближно 11–15 % помал), при што во погачата може да остане околу 7 % резидуално масло (Çakaloglu et al., 2018).

Алтернативните методи на екстракција покажуваат значајни разлики во однос на приносот и квалитетот на маслото. Суперкритичната CO₂ екстракција може да обезбеди принос до 31,7 % и повисока содржина на антиоксидативни компоненти, додека Soxhlet

методата се карактеризира со релативно висок принос, во опсег од 29–35 %, но истовремено носи ризик од присуство на остатоци од растворувачи и зголемена оксидативна ранливост на маслото (Rahim et al., 2022).

Растворувачките методи генерално овозможуваат поголема ефикасност на екстракцијата, но со повисок ризик од контаминација со органски растворувачи. Од друга страна, механичкото цедење овозможува добивање масло со висока чистота, без ризик од резидуални органски соединенија, што го прави особено погоден избор за прехранбени и нутриционистички апликации (Zouirech et al., 2024).

Условите на кои маслото е изложено за време на преработката, пакувањето и складирањето претставуваат клучен фактор во одредувањето на неговата оксидативна стабилност. Присуството на кислород, влага, светлина, топлина, ензими, метални јони, пигменти и микроорганизми може значително да го забрза процесот на оксидација на маслата. Интензитетот на овие процеси е тесно поврзан со природата на маслото, односно со неговиот маснокиселински состав, степенот на незаситеност, присуството на прооксиданти и антиоксиданси, како и со концентрацијата на хелатори и други биоактивни соединенија (Tarasevičienė et al., 2023).

Температурата се смета за еден од доминантните фактори што ја регулираат брзината на оксидативната деградација (Ahmad et al., 2013). Зголемените температури доведуваат до забрзано формирање на пероксиди и секундарни оксидациони продукти. Кај ладноцеденото масло од црно семе, складирањето на температура од приближно 25 °C е поврзано со поинтензивна деградација на липидната фаза, што укажува на зголемена чувствителност на маслото кон термички услови (Majdalawieh & Fayyad, 2015).

Дополнителен фактор кој може да ја интензивира оксидацијата е присуството на метални јони, особено железо и бакар, кои често се внесуваат преку опремата или амбалажата. Овие метали делуваат како катализатори на оксидативните реакции, поради што се препорачува минимизирање на контактот со метални површини и употреба на пакувања кои го ограничуваат внесувањето на прооксидативни елементи (Gunstone et al., 2011).

Пакувањето и условите на складирање имаат суштинско значење за зачувување на квалитетот на маслото. Најсоодветни се ладни и темни услови, со употреба на амбалажа која обезбедува бариера против светлина и кислород, како што се темни стаклени шишиња или алуминиумски садови (Ali & Blunden, 2003; Majdalawieh & Fayyad, 2015).

При ладно складирање на маслото од црно семе може да се очекуваат мерливи

промени во пероксидниот број и антиоксидативниот капацитет. Споредбени студии на ладноцедени масла од сончоглед, млечен трн и црно семе покажале дека кај маслото од *Nigella sativa* киселинскиот број се зголемува од 10,26 % на 16,96 % за време на складирање од 4 °C во период од два до четири месеци. И покрај тоа, маслото задржува релативно висок антиоксидативен капацитет, при што вредностите се намалуваат од 140,19 mg GAE/100 g на 107,96 mg GAE/100 g. Оваа стабилност се поврзува со присуството на полифенолни соединенија и ω -3 масни киселини, кои влијаат и врз сензорните својства на маслото (Tarasevičienė et al., 2023).

Во одредени технолошки услови може да се забележи и привремен пораст на измерениот антиоксидативен капацитет, најчесто како резултат на ослободување на фенолни соединенија. Сепак, продолженото изложување на неповолни термички и процесни услови доведува до значително намалување на антиоксидативната активност (до околу 4 %), проследено со зголемување на пероксидниот број и формирање на секундарни оксидативни продукти (Ubanin et al., 2024).

Термичката стабилност и биолошката активност на црното семе се детерминирани од интензитетот на применетата температура. Умерената термичка обработка и контролираните температурни режими не го деградираат квалитетот на семето и можат да го подобрат неговиот биоактивен профил, за разлика од прекумерното загревање кое доведува до целосна инактивација на компонентите (Mohammed et al, 2021).

2.3.4.1. Оксидациска и хидролитичка деградација на маслото

Ладноцеденото масло од црно семе претставува комплексен биолошки активен продукт богат со незаситени масни киселини и фенолни соединенија, кои се чувствителни на оксидативни и хидролитички процеси за време на преработката и складирањето (Cheikh-Rouhou et al., 2006). Отпорноста на маслото кон овие процеси има значење во зачувувањето на неговиот квалитет, стабилност и рок на траење, што ја прави оксидациската стабилност еден од најзначајните критериуми за оценка на растителните масла (Saxena et al., 2022).

Најизразените промени што доведуваат до нарушување на квалитетот на маслото се поврзани со автооксидациската деградација на полинезаситените масни киселини. Овој процес се одвива преку низа последователни реакции кои вклучуваат иницијација, пропација и терминација, при што се формираат различни примарни и секундарни оксидациски продукти (Bourgou et al., 2007; Chandel et al., 2021).

Во почетната фаза доминира создавањето на липидни хидроперокси, кои под дејство на топлина, светлина или катализатори понатаму се разградуваат до соединенија како алдехиди, кетони и алкохоли. Акумулацијата на секундарните оксидациски продукти има директно влијание врз сензорните и нутритивните својства на маслото, манифестирајќи се преку развој на ранцидитет и намалување на хранливата вредност. Покрај тоа, одредени примарни оксидациски соединенија, како 13-хидроперокси-9,11-октадекадиенската киселина и 9-хидроперокси-10,12-октадекадиенската киселина, како и нивните секундарни продукти, вклучувајќи моноалдехиди и 4-хидроксиалкени, се поврзуваат со воспалителни реакции, процеси на стареење и потенцијални токсиколошки и канцерогени ефекти (Shahidi & Zhong, 2010; Zahin et al., 2010; Gharby et al., 2025)

Полинезаситените масни киселини се нутритивно вредни поради нивните физиолошки функции, но нивната хемиска нестабилност е висока, бидејќи повеќекратните двојни врски ја зголемуваат подложноста кон липидна пероксидација, а со тоа и формирање на примарни и секундарни оксидативни продукти и потенцијално влошување на квалитетот на храната (Calder et al., 2015). Интензитетот на оксидативните промени корелира не само со уделот, туку и со типот на PUFA, особено со содржината на α -линоленска киселина, што ја нагласува улогата на маснокиселинскиот профил во определувањето на стабилноста на маслата (Tanska et al., 2016). Во таа насока, Choo et al. (2006), забележале дека многу висока содржина на α -линоленска киселина (>50%) ја зголемува чувствителноста кон автооксидација и води кон засилено формирање на оксидативни продукти за време на складирањето.

За разлика од полинезаситените и моноситените масни киселини, заситените масни киселини се карактеризираат со повисока оксидациска стабилност и не претставуваат примарни носители на оксидациските промени за време на складирањето (Elmadfa & Kornsteiner, 2009).

Консензусниот документ од меѓународната конференција во Хаен истакнува дека антиоксидативниот капацитет на маслата е подеднакво важен како и нивниот маснокиселински профил, бидејќи фенолните соединенија и други биорасположливи микрокомпоненти можат да ја зголемат отпорноста на липидната фаза кон оксидација и директно да влијаат врз квалитетот, стабилноста и безбедноста на производите што ги содржат овие масла (Gaforio et al., 2019).

Ладно цеденото масло од *Nigella sativa* се карактеризира со ниска оксидативна стабилност, при што уште на денот на екстракција се регистрираат повисоки вредности на пероксиден (PV) и киселински број (AV), што се објаснува со активноста на липаза и

липоксигеназа во семето (Agah et al., 2024).

Тимокинонот, како уникатна компонента на маслото, е чувствителен на оксидација и фотодеградација (Burits & Vucar, 2000). Изложување на УВ-зрачење и високи температури може да доведе до распаѓање на тимокинонот, со последователно намалување на антиоксидативниот потенцијал и фармаколошката активност (Ali & Blunden, 2003).

Neunert et al. (2025), ги следеле промени на тимокинонот (TQ) при забрзан тест на складирање при 60 °C, во атмосфера богата со кислород (24 дена). Почетната концентрација на TQ изнесувала 9,5 mg/mL (UV) и 6,65 mg/mL (HPLC). Кај примероци чувани во затворен систем концентрацијата се зголемила за околу 25% по 3 дена и останала релативно стабилна речиси до крајот, додека во примероци изложени на кислород е забележал првичен раст (~10%) по што следувало значително намалување од 45–75%. Авторите заклучуваат дека почетниот пораст може да потекнува од трансформација на други терпенски соединенија (тимол, карвакрол), но истовремено истакнуваат дека фенолните соединенија остануваат главни носители на антиоксидативниот капацитет.

2.2.5. Стратегии за стабилизација на масло од црно семе и сродни липидни системи

Поради склоноста на липидната фаза кон оксидација, во прехранбените системи традиционално се применуваат синтетички антиоксиданси како ВНА (бутилхидроксианизол), ВНТ (бутилхидрокситолуен) и ТВНQ (терц-бутилхидрохинон). Иако се високо ефикасни, зголемената побарувачка за „чиста етикета“ производи го стимулира развојот и оценката на природни алтернативи. Како природни антиоксиданси со сличен ефект се наведуваат токофероли, овошни екстракти и растителни екстракти, чија ефективност може да се разликува меѓу масла во хомогена фаза и емулзии поради различната распределба на антиоксидансите во системот (McClements et al., 2015).

Инфузирањето на растителни масла со билки и зачини претставува природен пристап за подобрување на оксидативната стабилност и збогатување со фенолни соединенија, при што антиоксидативната активност може да расте во првите месеци поради дополнителна екстракција на феноли, а потоа постепено да опаѓа поради нивна деградација (Odeh et al., 2021). Природните фенолни екстракти, како екстракт од маслинови листови (400 ppm), покажале стабилизација на липидната фаза на масло од *Nigella sativa* со редукција на пероксидниот број до ниво споредливо со ТВНQ (Ben,

2008). Во литературата се наведуваат и други растителни екстракти, како коријандер (*Coriandrum sativum*) (Wangensteen et al., 2004; Ramadan et al., 2011), лук и хитозан (Osaili et al., 2024), нане (Temelkovska et al., 2024), рузмарин и магнонос (Temelkovska & Pavlovska, 2021).

Како понапредна технолошка стратегија, инкапсулацијата со *Saccharomyces cerevisiae*, особено со плазмозирани квасочни клетки, се покажала ефикасна за зачувување на концентрацијата и биоактивноста на тимокинонот при складирање во споредба со неинкапсулираното масло (Karaman et al., 2019).

Во истражувањето на Prescha et al. (2014), анализата на оксидационата стабилност на различни ладноцедени масла укажала дека присуството на природни антиоксиданси, како токофероли, фенолни соединенија и каротеноиди, е тесно поврзано со зголемена отпорност на маслата кон оксидациони процеси. Овие резултати ја потврдуваат оправданоста на нивната вклученост во систематската проценка на стабилноста на растителните масла и нивниот придонес кон зачувување на квалитетот при складирање.

Друга применлива стратегија е микробранов претретман на семето пред екстракција. Hossen et al. (2023), кај масло од *Nigella sativa* добиено од семки третирани со микробранова радијација (1–3 мин, 2450 MHz) забележале подобра оксидативна стабилност при складирање на 62°C, во споредба со масло од нетретирани семки.

Инкапсулацијата се разгледува како ефикасна технолошка постапка, која може да овозможи заштита на функционалните компоненти и продолжување на оксидативната стабилност при складирање и употреба во прехранбени производи. Со примена на техниката на лиофилизација за инкапсулација на ладноцедено масло од масло од црно семе постигната е стабилна дисперзија и електростатска репулзија помеѓу честичките во рамки на опсегот за стабилен емулзиски систем, сочуван масно - киселински профил, значително пониска пероксидна вредност во споредба со неинкапсулираното масло и забавена појава на секундарни оксидативни продукти (Makouie et al., 2020).

Како практична технолошка стратегија за подобрување на оксидативната стабилност, мешањето на масло од црно семе со други растителни масла се покажало како ефикасен пристап за модификација на липидниот систем. Инкорпорацијата на масло од *Nigella sativa* во сончогледово масло резултира со зголемување на вкупниот антиоксидативен капацитет на мешавината, при што ваквиот ефект се поврзува со присуството на биоактивни фенолни соединенија и токофероли (Mazaheri et al., 2019).

Според податоците на Kiralan et al. (2016), додавањето на ладноцедено масло од црно семе во сончогледово масло доведува до значително подобрување на оксидативната

стабилност на системот. Во услови на забрзана термичка оксидација (60°C), сончогледовото масло достигнало пероксиден број од 440,7 meq O₂/kg, додека кај мешавините со масло од црно семе биле забележани пониски вредности (околу 280,22 meq O₂/kg), а најниска вредност била измерена кај чистото масло од црно семе (117,8 meq O₂/kg), што укажува на неговиот стабилизирачки ефект врз липидната матрица.

Сличен тренд е забележан и при анализа на блендови од црн сусам, каде што додавањето на масло од црно семе и коријандер довело до значително подобрување на оксидативната стабилност при термички третман на 60 °C. Овие формулации покажале зголемен антирадикален капацитет, манифестиран преку инхибиција на DPPH радикалите до 36 % по 15 дена складирање, како и забавување на процесите на липидна пероксидација и продолжување на стабилноста на масната фаза (Ramadan et al., 2011).

Дополнително, комбинирањето на масло од црно семе со масло од репка и масло од оризови трици резултирало со зголемена содржина на биолошки активни липидни компоненти, вклучувајќи α- и γ-токоферол, токотриеноли, β-ситостерол и сквален. Овие промени биле придружени со намалување на односот PUFA/SFA, што во целина придонело за подобрена оксидативна стабилност на добиените мешавини (Rudzinska et al., 2015).

Nigella sativa се смета за безбедна растителна состојка со поволен безбедносен профил кога се користи како храна, зачин или растителен производ. Нејзината долготрајна традиционална употреба во исхраната дополнително ја потврдува безбедноста, а биоактивните ефекти (антиоксидативни и антимицробни) можат да се искористат без нарушување на безбедноста на производот, доколку се применува во количини што се технолошки и нутритивно оправдани. Оралната примена на маслото од црно семе не покажува значајни токсични ефекти при умерени дози, додека пријавените несакани/токсични ефекти се поврзуваат со фармаколошки високи концентрации, односно дози далеку над оние што реално може да се внесат преку храна. Дополнително, тимокинонот (како главна биоактивна компонента) има ниска орална биорасположивост, што создава природна безбедносна граница и го намалува ризикот од акумулација или токсичност при внес преку храна (Hannan et al., 2021).

2.2.6. Примена на масло од *Nigella sativa* во прехранбената индустрија

Маслото од црно семе сè почесто се разгледува како функционална состојка со потенцијална примена во прехранбената индустрија, а неговата инкорпорацијата во

различни прехранбени матрици може да придонесе кон зголемување на микробиолошката стабилност, зачувување на квалитетот и продолжување на рокот на траење на производите.

Антимикробната активност на маслото од *Nigella sativa* претставува дополнителна технолошка предност, бидејќи неговото дејство е ефикасно против широк спектар микроорганизми. Овие својства го позиционираат маслото како потенцијален природен конзерванс и функционален адитив, особено во системи каде што е потребна подобрена микробиолошка стабилност без примена на синтетички конзерванси (Viuda-Martos et al., 2011; Wojtasik-Kalinowska et al., 2017; Elmontab et al., 2020; Al-Kaabi et al., 2024).

Во студијата на Mahros et al. (2020), испитано е влијанието на масло од црно семе и црно семе во прав при складирање на месо, при што додавањето на 3% масло од црно семе резултирало со најголемо намалување на *Escherichia coli* за 1.6 log₁₀ cfu/g (24%), како и намалување на психотрофните бактерии во првата недела од складирањето.

Дополнително, Wojtasik-Kalinowska et al. (2017), утврдиле дека додавањето масло од *Nigella sativa* во ќофтиња од свинско месо ја забавува липидната оксидација за околу 60%, без нарушување на сензорните својства, што упатува на потенцијал за примена како природен конзерванс во месни производи.

Во млечната индустрија, инкорпорирањето на масла од *Moringa oleifera* и *Nigella sativa* во јогурт довело до подобрување на физичко-хемиските и микробиолошките параметри, при што сензорната анализа покажала подобрен вкус и текстура при концентрација од 4% (Elshiekh & Omar, 2024).

Есенцијалното масло од црно семе додадено во „Feta“ сирење значително го намалило бројот на бактерии и габи и истовремено ги подобрило сензорните карактеристики за време на 90-дневно складирање (Al-Kaabi et al., 2024).

Слично, при додавање на масло од црно семе во сирење „Edam“, се намалиле квасци и колиформни бактерии, а панелистите го прифатиле вкусот, изгледот и мирисот (Elmontaleb et al., 2020).

Инкорпорацијата на ладноцедено масло од црно семе во концентрации од 0,1 % и 0,2 % во сирењето „Domiat“ резултирала со значително намалување на присуството на патогени микроорганизми, вклучувајќи *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Listeria monocytogenes* и *Salmonella enteritidis* за време на складирање од 42 дена при температура од 4 °C. Забележаната антимикуробна ефикасност индиректно укажува на потенцијалот на ова масло да ја продолжи микробиолошката стабилност на производот, при што не биле регистрирани негативни промени во неговите физичко-хемиски и сензорни својства

(Mahgoub et al., 2013).

Сличен ефект е евидентиран и кај путер, каде што додавањето на етерично масло од црно семе, особено во концентрација од 0,2 %, довело до изразена антиоксидативна активност и редукција на вкупниот број бактерии за време на ладно складирање од 90 дена. При овие услови, примероците третирани со масло од *Nigella sativa* покажале подобра микробиолошка стабилност во споредба со контролите, па дури и со примероците третирани со синтетички антиоксиданс ВНТ во концентрација од 100 ppm, без негативно влијание врз прифатливоста на производот (Çakmakçi et al., 2014).

Маслото од црно семе се применува и во развој на функционални производи со намалени масти како крем за кафе со екстракт од масло добиено со суперкритична екстракција, кој добил високи оценки за сензорна прифатливост со потенцијал за масовно производство (Mohammed et al., 2019).

Во слаткарството, наноемулзија на *Nigella sativa* додадена во сладолед довела до подобрување на реолошките и сензорните својства, со најголема прифатливост при концентрација од 5% (Mohamed et al., 2020).

Апликацијата на масло од *Nigella sativa* (100–400 ppm) кај пасти од урми овозможила ефективна контрола на микробната пролиферација при собна температура (25 °C). Највисоката концентрација од 400 ppm резултирала со редукција на микрофлората за 2–3,7 логаритамски циклуси, при што по четири месеци складирање биле евидентирани супериорни сензорни својства во споредба со натриум бензоат (Al-Bahtiti et al., 2015).

Збогатувањето на леб со обезмастена погача од црно семе довело до значајно подобрен нутритивен профил: протеини од 15,10% до 17,73%, сурови влакна од 2,65% до 4,86% и пепел од 3,75% до 4,26% (Osman et al., 2014).

Колачиња збогатени со 6% масло од црно семе покажале најдобри сензорни и нутритивни квалитети (Bornare et al., 2015).

2.3. ТЕХНОЛОШКИ И СТРУКТУРНИ КАРАКТЕРИСТИКИ НА ХУМУС

2.3.1. Влијание на технолошката обработка врз структурата и функционалноста

Технолошката обработка претставува еден од клучните фактори кои го дефинираат квалитетот и функционалните својства на хумусот. Термичката обработка (варење, бланширање, печење) има двоен ефект врз антиоксидативниот потенцијал кај

мешунките. Од една страна, може да доведе до губиток на водорастворливи фенолни соединенија (до 82 % во некои мешунки), а од друга страна може да овозможи ослободување на врзаните фенолни соединенија поради нарушување на клеточната структура, што го објаснува феноменот на зголемена количина на фенолни соединенија и зголемена антиоксидативна активност по преработката (Vergheze et al., 2021).

Термичката обработка ја подобрува сварливоста и дигестибилноста на протеините и скробот, главно преку желатинизација на скробните гранули и намалување на анти-нутритивните фактори, како фенолни соединенија, фитати и инхибитори. Притоа доаѓа и до делумно отстранување на танините и фитинската киселина, што ја зголемува подложноста на ензимска деградација. Кај комерцијалниот хумус, ваквите микроструктурни промени по потопување и варење на наутот се очекува да бидат директно поврзани со реолошкото однесување и текстурата на финалниот производ (Alvarez et al., 2016).

Процесот на варење може да доведе до одредени загуби на антиоксидативните компоненти, но сепак претставува еден од најпогодните технолошки процеси за обработка на мешунки, бидејќи овозможува релативно подобро зачувување на антиоксидативниот капацитет во споредба со други термички третмани (Del Socorro López-Cortez et al., 2016).

Вкупно, хумусот претставува нутритивно богат, функционален растителен производ, кој комбинира поволен макронутритивен состав со присуство на биоактивни соединенија. Неговите физичко-хемиски карактеристики го прават чувствителен на микробиолошки и оксидативни промени, што ја оправдува потребата од понатамошни истражувања насочени кон подобрување на стабилноста и функционалниот профил преку природни состојки и иновативни формулации.

2.3.2. Интеракции помеѓу компонентите

Пастозните прехранбени намази, вклучувајќи го и хумусот, претставуваат комплексни емулзиски системи од тип масло-вода, при што липидната фаза е распределена во водена матрица богата со протеини, скроб и диететски влакна. Ваквата структурна организација има значително влијание врз реолошкото однесување, физичката стабилност и сензорните својства на финалниот производ (Adheeb et al., 2014).

Во растителните прехранбени матрици, стабилноста на производот е во голема мера условена од синергистичките интеракции помеѓу хидрофилните и липофилните

антиоксиданси. Фенолните киселини и флавоноидите можат да придонесат за регенерација на активната форма на токоферолите, додека липофилните антиоксиданси ја стабилизираат липидната фаза и го ограничуваат развојот на оксидациски процеси, со што се подобрува вкупната стабилност на производот. (Amorati & Valgimigli, 2018; Munteanu & Apetrei, 2021).

Интеракцијата помеѓу полифенолите и токоферолите овозможува воспоставување на синергистички антиоксидативен ефект, кој се засилува во присуство на аскорбинска и органски киселини. Оваа биохемиска комбинација резултира со значајно забавување на оксидативните процеси, особено при умерен рН (4.5–6.0) и при пониска активност на вода (a_w) (Gülçin et al., 2011).

Освен интеракциите меѓу биоактивните соединенија, структурните интеракции меѓу главните макронутриенти имаат исто така клучна улога во дефинирањето на функционалните својства на растителните намази. Интеракциите меѓу скробот, липидите и протеините претставуваат влијателен механизам кој ја дефинира структурата и функционалните својства на сложените прехранбени матрици. За време на термичка обработка и ладење, амилозата може да формира инклузивни комплекси со масни киселини (V-тип кристална структура), додека присуството на протеини овозможува формирање на тројни скроб–липид–протеин комплекси со поголема молекуларна уреденост и стабилност, што има директно влијание врз текстурата и стабилноста на крајниот производ (Wang et al., 2020).

Формирањето на скробно-липидни и скробно-липидно-протеински комплекси може значајно да ја намали способноста за желатинизација и ретроградација на скробот, а истовремено да ја успори неговата ензимска дигестија. Овие структурни промени резултираат со помала достапност на скробот за дигестивните ензими, што во одредени случаи се поврзува со подобрен нутритивен профил и потенцијално понизок гликемиски одговор кај производите базирани на скроб (Wang et al., 2020).

Кај комплексни и хетерогени прехранбени матрикси, каде квалитетот произлегува од интеракциите меѓу водата, протеините, липидите и биоактивните компоненти, блиско-инфрацрвената спектроскопија (near-infrared spectroscopy, NIR) овозможува интегрална анализа на матриксот. Методата се базира на апсорпција на електромагнетно зрачење во регионот 780–2500 nm, при што сигналот потекнува од обертонови и комбинациски вибрации на врските O–H, N–H и C–H. Појасите поврзани со O–H врските доминираат околу 1400–1450 nm и 1900–1950 nm (Muresan et al., 2016), C–H апсорпциите се карактеристични за липидите во регионите 1200 nm, 1700–1760 nm и над 2200 nm

(Menevseoglu et al., 2022), додека протеините покажуваат специфични карактеристики во интервалите 1450–1600 nm и 2050–2220 nm (Kaur et al., 2026).

Предобработката на спектрите е неопходна за намалување на ефектите од расејување и поместување на базната линија, при што техники како корекција на базната линија и стандардна нормална варијанта (Standard normal variate, SNV), ја подобруваат робусноста и интерпретабилноста на мултиваријантните модели (Muresan et al., 2016; Yan et al., 2025). Потоа, анализата на главни компоненти (Principal Component Analysis, PCA) се применува за намалување на димензионалноста и визуелизација на спектралните разлики меѓу примероците (Muresan et al., 2016).

Поради брзината, минималната подготовка и можноста за интегрална процена на составот, NIR се користи за следење на промените поврзани со процесирањето и складирањето на прехранбени производи (Nadimi & Paliwal, 2024), особено кога се комбинира со хеометриски пристапи за евалуација на структурните и составните промени во комплексни матрици како хумус (Cvetnić et al., 2023; Kaur et al., 2026).

2.4. ПАРАМЕТРИ ЗА УТВРДУВАЊЕ НА СТАБИЛНОСТ НА МАСЛА И СРОДНИ ЛИПИДНИ СИСТЕМИ

Оксидацијата на маслата за јадење за време на обработка и складирање се одвива преку два доминантни механизми: автооксидација и фотосензитивна (фото) оксидација. Автооксидацијата претставува верижна радикалска реакција иницирана со триплет кислород ($^3\text{O}_2$), при што се формираат липидни хидропероксиди како примарни оксидациони производи. Овие соединенија понатаму се разградуваат во секундарни продукти (алдехиди, кетони, алкохоли) кои се одговорни за влошување на сензорниот и нутритивниот квалитет на маслата (Choe et al., 2006).

Степенот на незаситеност на масните киселини е клучен параметар за оксидативната стабилност на маслата. Полинезаситените масни киселини се значително поподложни на оксидација во споредба со мононезаситените и заситените масни киселини, при што релативната брзина на оксидација на стеаринска, олеинска, линолеинска и линоленска киселина е пријавена во однос 1 : 100 : 1200 : 2500 (Shahidi & Zhong, 2010).

Со цел сеопфатна проценка на оксидативната стабилност на липидната фракција, во научните и технолошките испитувања се применуваат повеќе аналитички параметри кои овозможуваат следење на различните фази на оксидациониот процес, од

иницијалната до напредната деградација. Пероксидниот број претставува еден од најзначајните показатели за примарниот степен на оксидација на липидната фракција, бидејќи директно ја одразува концентрацијата на формираните хидропероксиди (Сное, 2006).

2.4.1. Пероксиден број (PV)

Хидропероксидите се првите стабилни продукти на автооксидацијата, а нивната акумулација го одразува раниот стадиум на липидна деградација, пред појавата на секундарни продукти како алдехиди и кетони. Пероксидниот број (PV) е дефиниран како мерка за содржината на кислород во форма на пероксиди и хидропероксиди и претставува најшироко прифатен показател за примарна липидна оксидација кај растителни масла и масно-богати системи. Методата за определување на пероксидниот број се базира на јодометриска титрација, при што пероксидите присутни во примерокот го оксидираат калиум јодид до јод, кој потоа се титрира со стандардизиран раствор на натриум тиосулфат (0.01 или 0.1 mol/L). Резултатите се изразуваат како милиеквиваленти на активен кислород по килограм масло (meq O₂/kg масло) (IFRA Analytical Working Group, 2019).

Квалитетот и безбедноста на растителните масла наменети за човечка исхрана се утврдуваат врз основа на меѓународно прифатени критериуми дефинирани од Codex Alimentarius. Овие критериуми опфаќаат составни и квалитативни параметри поврзани со маснокиселинскиот профил, физичко-хемиските својства и индикаторите на оксидациона стабилност на маслата.

Во рамките на кодекс-стандардот за именувани растителни масла (Codex Standard for Named Vegetable Oils; CODEX-STAN 210-1999), како и кодекс-стандардот за маслиново масло и масло од троп од маслинки (Codex Standard for Olive Oils and Olive-Pomace Oil; CODEX-STAN 33-1981, Rev. 1-1989), пероксидниот број (PV) е дефиниран како еден од примарните индикатори за следење на липидната оксидација. Квалитетот и безбедноста на растителните масла наменети за човечка исхрана се утврдуваат врз основа на меѓународно прифатени критериуми, дефинирани од Codex Alimentarius. Овие критериуми опфаќаат составни и квалитативни параметри кои се однесуваат на маснокиселинскиот профил, физичко - хемиските својства и индикаторите на оксидациона стабилност на маслата. Во рамките на Кодекс-стандардот за именувани растителни масла Codex Standard for Named Vegetable Oils (CODEX-STAN 210-1999), како и Кодекс-

стандардот за маслиново масло и маслиново помас масло Codex Standard for Olive Oils and Olive-Pomace Oils (CODEX-STAN 33-1981, Rev. 1-1989), пероксидниот број (PV) е дефиниран како еден од примарните индикатори за следење на липидната оксидација.

Пероксидниот број обезбедува информација за присуството на примарни оксидациски продукти и претставува критериум за проценка на свежината и оксидативниот статус на маслата. Според регулаторните препораки, максимално дозволените PV вредности изнесуваат до 10 meq O₂/kg за рафинирани растителни масла и до 15 meq O₂/kg за ладноцедени и девствено произведени масла. Истите претставуваат гранични вредности кои се применуваат како референтни при оценка на оксидативниот квалитет и стабилноста на растителните масла за време на складирањето и дистрибуцијата (Codex Alimentarius, FAO).

Определувањето на пероксидниот број претставува емпириска метода која е чувствителна на условите на изведување, вклучувајќи реакционо време, избор на растворувач и маса на примерок. Поради можноста од споредни реакции и различна реактивност на различни типови пероксиди, се препорачува изведување на анализите во репликати со цел обезбедување доверливи и репродуцибилни резултати (Zhang et al., 2021).

2.5. АНТИОКСИДАТИВЕН КАПАЦИТЕТ КАКО ИНДИКАТОР ЗА ФУНКЦИОНАЛНА ВРЕДНОСТ

Антиоксидансите се соединенија кои, дури и при ниски концентрации, можат значително да ја забават или инхибираат оксидацијата на чувствителни супстрати, како липиди, протеини и нуклеински киселини. На тој начин тие придонесуваат за стабилноста на храната и за намалување на оксидативниот стрес во биолошките системи (Gulcin et al., 2025).

Во сложени прехранбени матрици, вкупниот антиоксидативен капацитет зависи од хемиската природа на присутните антиоксиданси, нивната концентрација, реакциониот медиум и механизмот на дејство. Поради тоа, различните *in vitro* аналитички методи обезбедуваат комплементарни, но не идентични информации за антиоксидативниот капацитет на примерокот (Gulcin et al., 2025).

Антиоксидативната активност претставува кинетички параметар кој ја опишува брзината на неутрализација на радикалите, додека антиоксидативниот капацитет (Total Antioxidant Capacity, TAC) се однесува на вкупната способност на примерокот да

неутрализира радикали. Кај комплексни матрици, ТАС не може да се припише на поединечни компоненти, туку е резултат на синергистичкото дејство на сите присутни биоактивни соединенија, што ја оправдува примената на повеќе комплементарни методи за негова процена (Flieger et al., 2021).

Природните антиоксиданти од растително потекло претставуваат доминантна класа биоактивни соединенија со докажана антиоксидативна активност и способност за неутрализација на реактивните кислородни и азотни видови, при што најзастапени се фенолните соединенија. Антиоксидативното дејство на овие соединенија може да се реализира преку неколку комплементарни механизми, од кои најзначајни се преносот на атом на водород и преносот на електрон. Овие два механизми претставуваат основа врз која се темелат најчесто применуваните аналитички пристапи за проценка на антиоксидативниот капацитет, при што различните методи селективно ја одразуваат доминацијата на еден или друг пат на реакција (Antolovich et al., 2001; Prior et al., 2005).

Механизмот на пренос на атом на водород (Hydrogen Atom Transfer, HAT) се карактеризира со донација на цел водороден атом од антиоксидансот кон слободниот радикал, со што се прекинува радикалниот синџир и се стабилизира реактивната честичка. Овој механизам е особено типичен за фенолните соединенија, флавоноидите и токоферолите, при што HAT-базираните аналитички методи ја рефлектираат способноста на антиоксидансите да инхибираат радикални реакции и често се сметаат за биолошки релевантни модели (Antolovich et al., 2001; Amorati & Valgimigli, 2018).

Наспроти тоа, механизмот на пренос на електрон (Single Electron Transfer, SET) се базира на донација на еден електрон од антиоксидансот кон радикал или оксидирана молекула, што резултира со нивна редукција. Ефикасноста на овој механизам е силно зависна од реакционата средина, особено рН-вредноста, природата на растворувачот и редокс-потенцијалот на антиоксидансот. SET-базираните методи главно ја оценуваат редукциската моќ на антиоксидансите и затоа често се применуваат за компаративна анализа меѓу различни примероци (Huang et al., 2005; Apak et al., 2007; Munteanu & Apetrei, 2021).

Во реални прехранбени системи, голем дел од природните антиоксиданти, особено полифенолите, можат да делуваат преку комбиниран HAT/SET механизам. Доминантниот пат на реакција зависи од молекуларната структура на соединението и од условите на реакционата средина, поради што се препорачува употреба на повеќе аналитички методи засновани на различни механизми со цел сеопфатна проценка на антиоксидативниот потенцијал (Antolovich et al., 2001; Amorati & Valgimigli, 2018; Rumpf

et al., 2023).

2.5.1. Методи базирани на пренос на електрон (SET)

Најголемиот дел од аналитичките методи што се применуваат за проценка на антиоксидативниот капацитет функционираат преку механизам на пренос на електрон (SET), со кои се оценува редуциската моќ на антиоксидансите преку нивната способност да редуцираат стабилни радикални или оксидирани соединенија, а добиените резултати претставуваат индикатор за нивниот антиоксидативен капацитет.

Метода за неутрализација на радикалот 2,2-дифенил-1-пикрилхидразил (DPPH) се заснова на способноста на антиоксидансите да го редуцираат стабилниот DPPH• радикал, при што доаѓа до намалување на интензитетот на виолетовата боја. Намалувањето на апсорбацијата, измерено спектрофотометриски при 515 nm, претставува индикатор за антиоксидативниот капацитет на примерокот (Nerud et al., 2018).

Иако DPPH радикалот не се смета за директно биолошки релевантен индикатор на липидната пероксидација, методата е широко прифатена поради својата едноставност, брзина и репродуцибилност, особено при компаративна анализа на растителни екстракти и прехранбени матрици (Antolovich et al., 2001; Prior et al., 2005). Резултатите добиени со оваа метода во значителна мера зависат од растворувачот, рН-вредноста и кинетиката на реакцијата и затоа нивната интерпретација дозволува да биде земена како релативна (Huang et al., 2005; Thaipong et al., 2006; Karadag et al., 2009).

Во студијата на Grajzer et al. (2020) е утврдена негативна корелација помеѓу DPPH антирадикалната активност и порастот на пероксидниот број за време на тримесечно складирање, што укажува дека масла со повисок антиоксидативен капацитет, одреден со оваа метода, покажуваат побавен интензитет на оксидативни процеси.

2,2'-Азино-бис(3-етилбензотиазолин-6-сулфонска киселина) радикал-катјонска метода (ABTS) претставува пристап за проценка на антиоксидативниот капацитет во системи со различна поларност, при што може да се анализираат и хидрофилни и липофилни антиоксиданти. Се заснова на неутрализација на радикал-катјонот ABTS•⁺ од страна на антиоксидансите, при што интензитетот на редуцијата се користи како мерка за нивната антиоксидативен капацитет, а резултатите добиени се изразуваат како еквиваленти на Тролокс (Trolox Equivalent Antioxidant Capacity, TEAC), што овозможува стандардизирана споредба меѓу различни примероци. (Huang et al., 2005; Arak et al., 2007).

FRAP методата (Ferric Reducing Antioxidant Power) се базира на проценка на редукиривата способност на антиоксидансите преку нивната способност да редуцираат железо од Fe^{3+} во Fe^{2+} форма, додека CUPRAC методата (Cupric Reducing Antioxidant Capacity) ја оценува способноста на антиоксидансите да редуцираат бакарни јони од Cu^{2+} во Cu^{+} форма. Добиените промени претставуваат индикатор за вкупната редукирска моќ на примерокот и се користат како индиректна мерка за антиоксидативниот капацитет. (Aрак et al., 2007; Munteanu & Apetrei, 2021).

Folin–Ciocalteu методата претставува индиректен и неселективен аналитички пристап за определување на вкупната содржина на фенолни соединенија во прехранбените системи, при што добиените резултати се изразуваат како еквиваленти на гална киселина (Gallic Acid Equivalents, GAE) и се користат како индикатор за потенцијалниот антиоксидативен капацитет на примероците (Prior et al., 2005; Huang et al., 2005).

Сепак, примената на оваа метода има одредени ограничувања, особено при анализа на комплексни матрици каде присуството на нефенолни редукирачки соединенија и ограничената достапност на фенолните соединенија може да доведат до потценување на нивната реална содржина. Овие ограничувања се особено изразени кај хетерогени прехранбени системи, каде што интеракциите помеѓу компонентите влијаат врз аналитичката достапност на фенолите (Pontoni et al., 2017).

2.5.2. Методи базирани на пренос на атом на водород (НАТ)

Методите засновани на пренос на атом на водород (НАТ) се фокусираат на проценка на способноста на антиоксидансите директно да ги неутрализираат слободните радикали преку донација на водороден атом, со што се прекинуваат радикалните оксидативни реакции. Овие методи ја одразуваат ефикасноста на антиоксидансите во инхибиција на оксидативните процеси и се сметаат за особено релевантни за биолошки системи каде што доминираат пероксилни радикали.

Капацитетот за апсорпција на кислородни радикали, определен преку ORAC (Oxygen Radical Absorbance Capacity) методата, претставува еден од најчесто применуваните НАТ-пристапи бидејќи овозможува проценка на способноста на примероците да неутрализираат пероксилни радикали, кои се чести посредници во оксидативните процеси во живите системи. Поради ова, добиените резултати често се сметаат за индикативни за потенцијалното биолошко значење на антиоксидативната

активност (Prior et al., 2005; Amorati & Valgimigli, 2018).

TRAP методата (Total Radical-trapping Antioxidant Parameter) овозможува проценка на вкупната способност на антиоксидансите да „заробуваат“ радикали во системот, при што се зема предвид збирниот ефект на различни антиоксидативни компоненти. Овој пристап е особено корисен за анализа на комплексни системи во кои антиоксидативната активност произлегува од синергистичко дејство на повеќе соединенија, наместо од поединечни компоненти (Antolovich et al., 2001).

TBARS методот го мери оксидативното оштетување преку супстанции реактивни со тиобарбитурна киселина (Thiobarbituric Acid Reactive Substances; TBARS) кој иако е индиректен, се користи за проценка на ефективноста на антиоксидансите преку мерење на липидната пероксидација и формирањето на малондиалдехид како секундарен продукт (Karadag et al., 2009).

И покрај широката примена на поединечни аналитички методи, антиоксидативниот потенцијал на сложените прехранбени матрици не може да се опфати со единечен пристап, најчесто поради разликите во реакциските механизми, условите на анализа и чувствителноста кон различни класи на антиоксиданти резултираат со варијабилни, а во одредени случаи и тешко споредливи резултати. Поради тоа, насочуваат кон комбинирана примена на методи засновани на пренос на електрон (SET) и пренос на атом на водород (HAT), со цел да се добие сеопфатна и пообјективна слика за антиоксидативниот капацитет на испитуваните системи (Antolovich et al., 2001; Prior et al., 2005; Rumpf et al., 2023).

На резултатите од спектрофотометриските анализи значително влијаат физичко-хемиските својства на матриксот, особено рН-вредноста, распределбата на антиоксидансите меѓу водната и липидната фаза и нивната интеракција со другите компоненти. Промените во рН-вредноста можат да доведат до модификација на јонизацијата и редокс-однесувањето на фенолните соединенија, што се рефлектира врз измерената антиоксидативна активност, особено кај комплексни системи (Christodoulou et al., 2022).

Изборот на соодветна аналитичка методологија е значаен за прецизна интерпретација на добиените резултати, бидејќи антиоксидативната активност се манифестира различно и во зависност од тоа дали матриксот е во форма на емулзија, паста или хомогена фаза. Специфичноста на ABTS и CUPRAC методите нуди пореална слика за состојбата кај комплексните системи, бидејќи тие ги опфаќаат и липофилните и хидрофилните антиоксиданси додека FRAP прикажува значителни ограничувања кај

протеин-богати и кисели системи (Gülçin et al., 2012).

Поради наведеното, мултидисциплинарниот и мултианалитички пристап претставува неопходна основа за правилна евалуација на антиоксидативниот потенцијал, бидејќи овозможува подобро разбирање на улогата на поединечните биоактивни компоненти, како и нивната стабилност и функционалност за време на технолошката обработка и складирањето на производите (Amorati & Valgimigli, 2018; Munteanu & Apetrei, 2021).

2.6. МИКРОБИЛОШКА СТАБИЛНОСТ НА РАСТИТЕЛНИ ПРОИЗВОДИ

2.6.1. Законска регулатива и микробиолошки критериуми

Микробиолошката безбедност на храната во Република Северна Македонија се обезбедува преку национална законска рамка која е усогласена со европското законодавство за безбедност на храна. Барања во однос на микробиолошките критериуми за храна се дефинирани со Правилникот за посебните барања, кој претставува нормативен документ, хармонизиран со Регулацијата (ЕЗ) бр. 2073/2005 на Европската комисија и ги утврдува критериумите што се применуваат при верификација на безбедноста на производите во рамки на добрите хигиенски практики. Системскиот пристап кон управувањето со безбедноста на храната, примената на HACCP принципите (Hazard Analysis and Critical Control Points) претставува основа за контрола на микробиолошките ризици. Во рамки на Прилог 1 од правилникот се дефинирани специфични микробиолошки критериуми за различни категории на храна, при што посебно внимание се посветува на производи со висока влажност и неутрална до слабо кисела рН-вредност, како што се пастозните намази. За овие производи, како патоген од значење се наведува *Salmonella* spp., за која е пропишан критериум „отсуство во 25 g производ“, во согласност со националните и европските регулаторни барања (Агенција за храна и ветеринарство на РСМ; Службен весник на РСМ, бр. 100/2013).

Присуството на индикаторни микроорганизми од семејството *Enterobacteriaceae*, вклучувајќи ги *Escherichia coli* и други колиформи бактерии, има значајна улога при процената на хигиенскиот статус и микробиолошката стабилност на растителните намази. Овие микроорганизми најчесто се поврзуваат со прехранбени матрици со висока активност на вода и се сметаат за чувствителни индикатори на недоволна термичка обработка, контаминација на суровините или пропусти во санитарната контрола за време

на технолошкиот процес. Кај минимално обработените производи од растително потекло, дозволените концентрации на *Enterobacteriaceae* вообичаено се ограничени на вредности под 10^1 – 10^2 CFU/g, при што нивната детекција во финалниот производ може да укаже на компромитирана микробиолошка безбедност (Mladenović et al., 2021).

Квасците и мувлите претставуваат уште една значајна микробиолошка група кај пастозните растителни намази, при што доминираат родови како *Debaryomyces*, *Candida* и *Saccharomyces*. Овие микроорганизми се карактеризираат со висока адаптивност кон варијабилни pH и a_w услови и често се поврзуваат со процеси на несакана ферментација. Особено критичен е родот *Zygosaccharomyces*, кој може да продуцира гасови и алкохоли, што резултира со деградација на текстурата и нарушување на сензорниот профил на производот. Иако квасците и мувлите не се секогаш директно поврзани со здравствени ризици, нивното присуство во зголемени концентрации претставува индикатор за недоволен хигиенски режим или нестабилна микробна динамика, особено кај производи со висока влажност и продолжен период на складирање (Kováčs et al., 2025).

2.6.2. Физичко-хемиски фактори што ја определуваат микробиолошката стабилност (pH и a_w)

Во пракса, исполнувањето на микробиолошките критериуми не зависи само од термичката обработка (пастеризацијата), туку и од физичко-хемиските својства на матрицата (pH, a_w), нивото на хигиена во процесот и ризикот од пост-процесна контаминација, што е особено изразено кај готови пастозни производи како хумусот (Alshubaith et al., 2025).

Во примероци без конзерванси, со pH 4,5 и складирани на 5°C, рокот на траење изнесувал 15 дена, додека при складирање на температура од 10 до 15°C истиот се намалил на 4 дена (Yamani & Mehyar, 2011).

Активноста на водата (a_w) претставува еден од клучните фактори што ја определуваат микробиолошката динамика и потенцијалот за раст на микроорганизмите во прехранбените системи. Намалувањето на a_w не резултира со директно уништување на микроорганизмите, туку ја ограничува нивната метаболичка активност и способноста за размножување, како и синтезата на микробни токсини. Поради ова, контролата на a_w се смета за една од најефикасните „бариера-стратегии“ во современите концепти за безбедност на храната.

Патогените бактерии генерално не покажуваат раст при вредности на a_w под 0,95.

Видови како *Salmonella* spp., *Listeria monocytogenes* и *Clostridium botulinum* имаат минимални граници на раст во опсег од 0,91 до 0,95, додека *Staphylococcus aureus* претставува исклучок поради способноста да се размножува при a_w вредности до 0,86 во аеробни услови. За разлика од бактериите, квасците и мувлите покажуваат значително поголема толеранција кон ниска активност на вода, при што одредени ксерофилни мувли можат да растат и при a_w од 0,65 до 0,70. Под граница од 0,61, микробиолошка активност најчесто не се детектира, што ја потврдува значајната улога на a_w во контролата на микробиолошката стабилност (Taría et al., 2007).

2.6.3. Методи за постигнување на микробиолошката стабилност

Пастеризацијата претставува една од најшироко применуваните контролирани методи за редукција на патогени микроорганизми во храната. Процесот се базира на краткотрајно загревање на производот до релативно ниски температури, најчесто околу 55–70 °C, со цел да се постигне значајно намалување на микробиолошкиот товар без целосна стерилизација и без значително нарушување на нутритивните и сензорните својства. Современите технолошки пристапи сè почесто комбинираат термички и нетермички методи, со цел да се обезбеди доволна инактивација на најотпорните микроорганизми специфични за дадениот производ (Peng et al., 2015).

Веgetативните форми на *Escherichia coli* и *Salmonella* spp. генерално покажуваат релативно ниска термичка отпорност, при што редукција од еден логаритам (1 -log) може да се постигне со третман пократок од една минута на температура околу 70°C. Наспроти тоа, микроорганизмите како *Clostridium* spp., како и квасците и мувлите, поседуваат уште поголема термосензитивност и можат да бидат инактивирани за неколку секунди при 60°C (Peng et al., 2015). Поради ова, современите пристапи за микробиолошка контрола сè повеќе се насочени кон балансирање помеѓу ефикасноста на инактивацијата и зачувувањето на сензорниот квалитет на производот, при што се избегнуваат екстремни термички третмани кои би довеле до значителна деградација на структурата и органолептичките својства.

Со цел продолжување на рокот на траење, примената на комбиниран третман со гама-зрачење и ладно складирање (4 °C) резултирала со значителна редукција на мезофилни бактерии, квасци и мувли кај хумусот ($p < 0,05$). Дози од 1,5 до 2,5 kGy овозможиле одржување на микробниот квалитет во рамките на меѓународните стандарди до 35 дена складирање, при што патогените како *Listeria monocytogenes* и *Bacillus cereus*

не биле детектирани (Al-Qadiri et al., 2020).

Како ефикасна нетермичка алтернатива на класичните хемиски конзерванси, обработката под висок притисок (High Pressure Processing, HPP) сè почесто се применува за подобрување на микробиолошката стабилност на чувствителни прехранбени матрици, вклучувајќи и пастозни растителни намази како хумусот. Овој технолошки пристап овозможува инактивација на микроорганизмите преку примена на изостатички притисок, без значајно зголемување на температурата и без нарушување на свежината на производот.

Истражувањето на Osaili et al. (2025) покажало дека експозицијата на хумус на притисок од околу 350 МПа во краток временски интервал (1–5 минути) резултирало со значително подобрување на микробиолошката стабилност за време на складирањето. Зголемувањето на притисокот до 600 МПа, применето во траење од околу 6 минути, овозможило постигнување на минимален микробиолошки раст при едномесечно ладно складирање, што укажува на висока ефикасност на HPP во контрола на микробната динамика (Shahein et al., 2025).

Клучната предност на оваа метода е драстичната редукција на микробиолошкиот товар без негативно влијание врз автентичните сензорни својства и свежината на производот. Покрај тоа, комбинацијата на HPP со умерени термички третмани, како што се микробраново асистирани процеси, дополнително ја зголемува микробиолошката безбедност на хумусот од наут. Кај ваквите комбинирани третмани, вкупниот број на микроорганизми, како и бројот на квасци и мувли, останува под границата на детекција ($<10^1$ CFU/g) во текот на целиот период на складирање, без значајни промени во нутритивниот квалитет (Tenteresi et al., 2025).

Составот и типот на употребеното растително масло имаат значајно влијание врз микробиолошките својства и стабилноста на наутните намази. Намазите формулирани со маслиново масло се карактеризираат со пониска колиформна контаминација, при што измерените вредности биле под $4 \cdot 10^1$ CFU/g. Наспроти тоа, кај примероците со сончогледово масло се евидентирани повисоки микробиолошки вредности, во опсег од 10^1 – 10^3 CFU/g. Ваквите разлики се поврзуваат со специфичниот маснокиселински профил на маслиновото масло и присуството на природни биоактивни соединенија со антимикуробно дејство, кои можат да придонесат кон инхибиција на растот на индикаторните бактерии и подобрување на микробиолошката стабилност на производот (Zeleňáková et al., 2023).

2.7. СЕНЗОРНА АНАЛИЗА И ПРИФАТЛИВОСТ НА ПРОИЗВОДОТ

Сензорната анализа претставува научна дисциплина која ги испитува вкусот, аромата, текстурата, изгледот и мирисот на храната преку човечките сетила и има клучна улога во проценката на квалитетот и прифатливоста на прехранбените производи. Стандардно се спроведува преку дискриминативни, дескриптивни и хедонички тестови со обучени панели или потрошувачи, при што резултатите се подложни на одреден степен на субјективност и варијабилност. Сепак, и покрај овие ограничувања, сензорната анализа останува незаменлива алатка во развојот на нови производи, бидејќи директно ја одразува перцепцијата и очекувањата на потрошувачите. Интеграцијата на сензорните резултати со соодветна статистичка обработка овозможува подлабоко разбирање на факторите што ја детерминираат прифатливоста, квалитетот и пазарниот успех на иновативните и функционални прехранбени производи (Ruiz-Capillas & Herrero, 2021; Martínez-Velasco et al., 2024).

И покрај карактеристичниот интензивен вкус и арома на маслото од *Nigella sativa*, неговата инкорпорација во емулзиски прехранбени системи може да резултира со прифатливи сензорни својства. Инкорпорирани во функционален без-млечен кример како липидна фаза, микрокапсулираното масло покажало добра сензорна прифатливост, без значајни негативни ефекти врз вкусот, бојата и текстурата (Mohammed et al., 2019).

2.8. КОЛОРИМЕТРИСКИ ПАРАМЕТРИ

Бојата на прехранбените производи претставува визуелен показател за свежина, квалитет и стабилност, бидејќи директно ја одразува појавата на хемиски, биохемиски, микробиолошки и физички промени во матриксот за време на процесирањето и складирањето (Pathare et al., 2012). Примената на инструментална колориметрија овозможува објективно, репродуцибилно и квантитативно следење на овие промени, за разлика од субјективната визуелна проценка.

Во прехранбената индустрија најчесто се користи CIE $L^*a^*b^*$ колориметрискиот систем, кој овозможува прецизна квантификација на светлината (L^*) и хроматските координати (a^* и b^*). Овој систем е особено погоден за анализа на сложени и полутврди матрици, како што се и пастозните растителни намази и хумусот, каде што хетерогената структура и распределбата на компонентите влијаат врз визуелните карактеристики на производот (Dutta & Nath, 2023).

Кај растителните намази, бојата е резултат на сложена интеракција помеѓу водната и липидната фаза, протеинската мрежа и природно присутните биоактивни соединенија, што ја прави исклучително чувствителна на дури и мали промени во рецептурата или условите на обработка (MacDougall et al., 2010; Kiciak et al., 2025).

Бојата на производите базирани на наут е поврзана со содржината на фенолни соединенија и антиоксидативниот капацитет, при што потемните зрна вообичаено покажуваат повисока вкупна фенолна содржина и изразена антиоксидативна активност. Фенолните соединенија кај наутот претежно се концентрирани во обвивката на зрното, што резултира со забележливи разлики помеѓу потемните и посветлите сорти. Негативната корелација помеѓу параметарот на светлината (L^*) и фенолната содржина ($r \approx -0.79$) укажува дека колориметриските параметри можат да служат како индиректни маркери за нутритивно-функционалниот потенцијал на производите од наут (Xu et al., 2007; Segev et al., 2010).

Стабилноста на пигментите одговорни за бојата на прехранбените производи е значително зависна од физичко-хемиските услови во матрицот, при што промените во рН-вредноста за време на процесирањето можат да иницираат ензимски и неензимски реакции што резултираат со модификација на визуелните својства (Andrés-Bello et al., 2013). Ваквите реакции често се придружени со промени во светлината и хроматските координати, особено кај матрици со комплексен состав.

Кај хумусот, покрај рН-вредноста, бојата е под силно влијание и на активноста на водата, како и на оксидативните процеси, кои се меѓусебно поврзани и директно зависни од составот на производот и условите на складирање (Yamani & Mehyar, 2011).

Свежиот хумус претставува релативно нестабилен систем, во кој физичко-хемиските и микробиолошките промени за време на складирањето можат индиректно да се рефлектираат преку промени во бојата и перципираниот визуелен квалитет на производот (Shahein et al., 2025).

Колориметриските својства не зависат исклучиво од присуството на пигменти, туку и од микроструктурата на матрицот, расејувањето на светлината и меѓумолекуларните интеракции помеѓу компонентите, што ја наметнува потребата бојата да се разгледува како комплексен и мултифакторен параметар на квалитет (MacDougall et al., 2010).

Истражувањата покажуваат дека примената на различни технолошки третмани, во комбинација со варијации во составот на хумусот, доведува до појава на визуелно детективни промени кај потрошувачите, изразени преку зголемени ΔE вредности во

опсег од 2,4 до 7,7 (Martínez-Zamora et al., 2023).

Овие промени укажуваат дека колориметриските параметри претставуваат чувствителни индикатори за стабилноста на производот при различни услови на обработка и складирање.

2.9. РЕОЛОШКИ ПАРАМЕТРИ

Осцилаторната реологија овозможува детален преглед на микроструктурата на тест-примероците, дефинирајќи ги промените во вискоеластичното однесување на хумусот при различни технолошки третмани. Со оглед на тоа што хумусот претставува макроскопски хетероген систем, реолошките параметри нудат информации за внатрешната мрежа и интеракциите помеѓу компонентите со различни механички својства (Ahmed et al., 2020).

Примена на црно семе во скробен систем допринело за одложена желатинизација на скробот, што се манифестирало со повисока температура на желатинизација и пониска максимална вискозност (Peak Viscosity), поради физичкото обложување на скробните гранули од страна на црното семе со ограничување на хидратацијата и интеракциите гранула–гранула, како и на намалената содржина на скроб како главен носител на вискозноста (Osman et al., 2014).

Јонската рамнотежа, протеинската конформација, водо-врзувачкиот капацитет и стапката на хемиски реакции, вклучувајќи липидна оксидација и ензимска активност во прехранбените системи се под влијание на рН, која најчесто варира во опсег 3,5–7,0, при што дури и мали промени можат да иницираат значајни структурни трансформации, како денатурација и гелирање на протеините, растворливоста и стабилноста на пектините и интеракциите протеин–вода, што резултира со промени во вискозитетот, цврстината и еластичноста на матриксот (Andrés-Bello et al., 2013).

Анализите за вискозитет, проточни криви и динамички модули (G' и G'') обезбедуваат информации за структурната организација на системот и неговата отпорност кон гравитациско раздвојување. Промените во реолошките својства можат да укажуваат на физичка нестабилност, фазно раздвојување или деградација на матрицата, што директно влијае врз сензорната прифатливост и вкупниот квалитет на производот. Затоа, следењето на реолошките параметри претставува важен алат за проценка на ефектот од функционалното збогатување и стабилноста на растителните намази за време на складирањето (Kupikowska-Stobba et al., 2024)

3. ЦЕЛИ НА ИСТРАЖУВАЊЕТО

Целта на докторскиот труд е формулација и добивање на збогатени функционални примероци на хумус преку инкорпорирање на ладно цедено масло од *Nigella sativa* во концентрации од 0 %, 4 %, 6 %, 8 % и 12 %, со цел да се испитаат нивните нутритивни, физичко-хемиски, реолошки, антиоксидативни, микробиолошки и сензорни својства, како и нивната стабилност за време на складирањето. Крајна цел е добивање на технолошки стабилен производ и успешна инкорпорација на маслото од црно семе во матрицата на хумусот.

Истражувањето, спроведено преку мултидисциплинарен аналитички пристап, има за цел да го утврди влијанието на различните концентрации на масло од *Nigella sativa* врз испитуваните параметри на хумусот, како и влијанието на времето на складирање (ден 0, 7, 14 и 21) врз следените својства.

Се очекува да се добијат податоци кои ќе овозможат научно засновано формулирање на нови примероци на хумус со додадена вредност, базирана на примената на *Nigella sativa* како функционална состојка. Овие сознанија ќе придонесат кон проширување на можностите за развој на функционални намази во рамките на растително ориентираната храна. Добиените резултати ќе се однесуваат на нутритивните, физичко-хемиските, антиоксидативните, микробиолошките и сензорните својства во период на складирање од 21 ден на температура од +4°C.

Резултатите ќе овозможат целосна карактеризација на подготвените примероци преку анализа на:

- Нутритивни параметри: протеини, масти, заситени масти, јаглехидрати, диететски влакна, пепел и сол.
- Физичко-хемиски својства: рН, содржина на вода, активност на вода (a_w), пероксиден број, маснокиселински профил, параметри на боја (L^* , a^* , b^*).
- Реолошки карактеристики.
- Антиоксидативен капацитет: определен со DPPH метода, FRAP метода и анализа на вкупни полифеноли (Total Phenolic Content, TPC).
- Примена на блиско-инфрацрвена (NIR) спектроскопија за утврдување на структурните промени во примероците во тек на периодот на следење.
- Микробиолошки показатели: вкупен број на квасци и мувли, *Salmonella* spp. *Enterobacteriaceae* и *Escherichia coli* (β -глюкоронидаза позитивна)

- Сензорни карактеристики: врз основа на анализираните сензорни параметри ќе биде определена оцена за квалитет и сензорна прифатливост на примероците.

Овие податоци ќе претставуваат основа за научна анализа и понатамошна оптимизација на функционалните формулации.

Инкорпорирањето на ладно цедено масло од *Nigella sativa* се очекува да придонесе за збогатување на хумусот со биоактивни компоненти и унапредување на неговите функционални својства. На овој начин, истражувањето ќе придонесе кон поддршка на современите тенденции за развој на производи со природни состојки и додадена нутритивна и функционална вредност.

4. МАТЕРИЈАЛИ И МЕТОДИ

Процесот на подготовка на примероците хумус беше реализиран во производствениот погон на ДТПУ „Аронија“, Здрава храна ДООЕЛ – Биокосмос, Велес.

Испитувањата во рамките на истражувањето беа спроведени во повеќе институции. Дел од анализите беа извршени во лабораториите на Технолошко-техничкиот факултет – Велес, при Универзитетот „Св. Климент Охридски“ – Битола, како и во лабораториите на Институтот за јавно здравје на Република Северна Македонија (ИЈЗ). Додека дел од анализите беа реализирани во лабораториите на Прехранбено-биотехнолошкиот факултет при Универзитетот во Загреб (Република Хрватска), како и на Прехранбено-технолошкиот факултет во Осиек при Универзитетот „Јосип Јурај Штросмаер“ во Осиек (Република Хрватска).

4.1. МАТЕРИЈАЛИ

За подготовка на примероците хумус беа користени комерцијално достапни суровини. Главна суровина беа сурови зрна од наут (*Cicer arietinum*). Стандардната формулација ги вклучуваше следните состојки: варен и хомогенизиран наут, паста од сусам (таан), органски јаболков оцет и сол, кои беа набавени од компанијата за здрава храна ДТПУ „Аронија“, Биокосмос – Велес, Северна Македонија и ладно целено маслиново масло (бренд Аенаон, Грција).

Како функционална компонента за збогатување на формулациите беше користено ладно целено масло од црно семе (*Nigella sativa*) (Агрофила ДООЕЛ, Северна Македонија).

4.2. МЕТОДИ

4.2.1. Подготовка на примероците хумус

Изработката на примероците беше спроведена во неколку етапи. Најпрво, зрната од наут беа подложени на преттретман со потопување во вода во траење од приближно 8 часа, со цел нивно омекнување. Потоа, наутот беше варен при континуирано загревање во траење од околу 2,5 часа, сè до постигнување соодветна мекост. По завршувањето на

варењето, дел од водата во која се варела зрната (аквафаба) беше зачувана за понатамошна употреба во рецептурата.

Рецептурата вклучуваше мешавина од варени зрна од наут, аквафаба, паста од сусам (таан), сол и органски јаболков оцет, во која ладно цеденото маслиново масло и ладно цеденото масло од црно семе беа додавани во различни соодноси.

Беа подготвени вкупно пет примероци. Контролниот примерок (ХК0) содржеше исклучиво ладно цедено маслиново масло како липидна компонента. Преостанатите примероци, означени како ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12, содржеа ладно цедено масло од црно семе со заменски удел од масната фаза, во концентрации од 4 %, 6 %, 8 % и 12 %, соодветно.

По мерењето, состојките беа хомогенизирани со индустриски миксер со инка, со цел добивање на кремаста и мазна структура карактеристична за хумусот (Слика 2).



Слика 2. Мерење и хомогенизирање со индустриски миксер (авторско дело)

Подготвениот производ беше пакуван во стаклени тегли со капацитет од 200 g, со навојни метални капаци, кои пред употреба беа измениени со топла вода и детергент, испирани со дестилирана вода и подложни на дополнителна експозиција на УВ лампа. Веднаш по полнењето, теглите беа затворени со капак.

Пастеризацијата беше спроведена во водена бања во траење од 30 минути при температура од 63 до 65 °C. По пастеризацијата, примероците беа складирани при контролирани услови (4 ± 1 °C), а испитувањата беа реализирани на ден 0, 7, 14 и 21 од складирањето (Слика 3).



Слика 3. Пастеризација и складирање (авторско дело)

4.2.2. Нутритивни параметри

4.2.2.1. Метода за определување на содржина на протеини

Содржината на протеини во примероците хумус беше определена според Kjeldahl методата (AOAC Official Method 978.04; ISO 8968-1:2014).

4.2.2.2. Метода за определување на содржина на масти

Содржината на масти во примероците од хумус беше определена со киселинска хидролиза проследена со Soxhlet екстракција (Weibull–Stoldt method), во согласност со AOAC Official Method 922.06 и ISO 8262-1 (ISO, 2001, при што беше следена лабораториската постапка опишана од Trajković et al. (1983).

Од хомогенизираниот примерок беа одмерени 10 g хумус во стаклена колба, по што беа додадени 45 mL зовриена дестилирана вода и 55 mL 25 % хлороводородна киселина (HCl). Смесата беше хидролизирана со варење на умерен пламен во тек од 20 до 30 min. По ладењето, примерокот беше филтриран, а цврстиот остаток беше исплакнет повеќепати со врела дестилирана вода. Остатокот беше сушен на 103 – 105°C до постигнување на константна маса, а потоа пренесен во Soxhlet-апарат. Во екстракционата колба беа додадени 150 mL петролетер, и екстракцијата беше изведена во траење од најмалку четири часа. По завршувањето, петролетерот беше отстранет со предестилација, а екстракционата колба со екстрахираните масти беше сушена на 103 –

105°C во тек од 30 min. Потоа, колбата беше оладена во ексикатор и беше измерена нејзината маса.

4.2.2.3.Метода за определување на содржина на јаглехидрати

Содржината на јаглехидрати во примероците хумус беше определена пресметковно, како разлика помеѓу вкупната маса на примерокот и збирот на претходно определените основни компоненти (FAO, 2003). Во пресметката беа вклучени резултатите за влага, протеини, масти и пепел. Содржината на јаглехидратите беа пресметани според формула (1):

$$\% \text{ јаглехидрати} = 100 - (\% \text{ влага} + \% \text{ протеини} + \% \text{ масти} + \% \text{ пепел}) \quad (1)$$

Резултатите беа изразени како масен процент на јаглехидрати во финалниот примерок од хумус.

4.2.2.4.Метода за определување на содржина на диететски влакна

Содржината на диететски влакна во примероците хумус беше определена според стандардната ензимско-гравиметриска метода AOAC 991.43 (AOAC, 1995).

Од хомогенизираниот примерок беа одмерени 8–10 g хумус во алуминумски сад за сушење, по што примерокот беше сушен при 105°C во тек од 4 часа. Од исушениот хумус беа одмерени по 1 g во две претходно измерени стаклени чаши од 250 mL – едната за определување на протеини, а другата за определување на пепел. Примерокот беше подложен на ензимска дигестија со последователна примена на α -амилаза, протеаза и амилоглукозидаза, со цел да се отстранат скробот и протеините.

Најпрво, примерокот беше инкубиран со термостабилна α -амилаза во MES–Tris пуфер (pH 8,2) при 100°C во тек од 30 min за разложување на скробот. Потоа беше додадена протеаза и смесата беше инкубирана на 60°C во тек од 30 min за хидролиза на протеините.

На крај, беше додадена амилоглукозидаза, по што смесата беше повторно инкубирана на 60°C во тек од 30 min за конверзија на преостанатиот скроб во глукоза. По завршувањето на ензимската дигестија, смесата беше филтрирана низ стаклен филтрационен сад тип Gooch (P2), претходно жарен во печка заедно со околу 1 g целит.

Нерастворливите влакна (IDF) останаа на филтерот, по што беа сушени на 105°C до константна маса, оладени во ексикатор и измерени. Еден дел од филтрациониот остаток беше користен за определување на содржината на протеини, додека друг дел беше искористен за определување на содржината на пепел.

Филтратот беше преципитиран со 95% етанол во волумен четири пати поголем од волуменот на примерокот (4:1, v/v) при 60°C, по што беше оставен да стои 1 час. Потоа беше филтриран, сушен и мерен за определување на растворливите диететски влакна (Soluble dietary fiber, SDF). Вкупните диететски влакна (Total dietary fiber, TDF) беа пресметани како збир од растворливите и нерастворливите фракции (Insoluble dietary fiber, IDF), според формулата (2):

$$TDF=IDF+SDF \quad (2)$$

Резултатите беа изразени како масен процент (% TDF, SDF, IDF) во свеж примерок хумус, по одземање на содржината на пепел и протеини од остатоците.

4.2.2.5.Метода за определување на пепел

Содржината на вкупна пепел во примероците од хумус беше определена со гравиметриска метода на суво согорување, во согласност со стандардот МКС EN ISO 2171:2023 – Cereals, pulses and by-products — Determination of ash yield by incineration (Житарки, мешунки и нус-производи — определување на количината на пепел со спалување), при што беше следена лабораториската постапка опишана од Trajković et al. (1983).

Од хомогенизираниот примерок беа одмерени 5 g хумус во претходно изжарен и измерен порцелански сад. Примерокот беше карбонизиран на пламен до појава на сивкаст остаток, по што беше спален во електрична печка при $550 \pm 25^\circ\text{C}$ до постигнување на константна маса. По ладењето во ексикатор, садот со пепелта беше измерен со точност од $\pm 0,001$ g.

Содржината на вкупна пепел беше пресметана според формулата (3):

$$W = \frac{m_2 - m_0 \times 100}{m} \quad (3)$$

каде што:

w – содржина на пепел (%)

m_0 – маса на празен порцелански сад (g)

m_2 – маса на сад со пепел (g)

m – маса на примерок (g)

Резултатот беше изразен како масен процент на вкупна пепел во свеж примерок хумус.

4.2.2.6. Метода за определување на содржина на сол (NaCl)

Содржината на сол (NaCl) во примероците од хумус беше определена со аргентометриска титриметриска метода со сребро нитрат (AgNO_3) според Мооровата постапка, во согласност со AOAC Official Method 941.18 – Standard Solution of Silver Nitrate (AOAC, 2019), при што беше следена лабораториската постапка опишана од Trajković et al. (1983).

Од хомогенизираниот примерок беа одмерени околу 1 g хумус, кој беше растворен со дестилирана вода во ерленмаер од 300 mL. По целосното растворање или хомогенизација, беа додадени 1–2 mL заситен раствор на калиум хромат (K_2CrO_4) како индикатор, и примерокот беше титриран со 0.1 M раствор на AgNO_3 до појава на црвенкасто-кафеава боја (формирање на Ag_2CrO_4).

Содржината на сол беше пресметана според формула (4):

$$\%NaCl = \frac{A \cdot 0.00585 \cdot 100}{m} \quad (4)$$

каде што:

A – број на милилитри 0,1 M AgNO_3 потрошени при титрацијата;

m – маса на примерокот (g).

Резултатот беше изразен како масен процент на NaCl во свеж примерок хумус.

4.2.3. Методи за анализа на физичко-хемиски својства

4.2.3.1. Метода за определување на pH

За мерење на рН беше употребен комбиниран инструмент рН метар/кондуктометар (модел 914 рН/ Conductometer, производител Metrohm – Швајцарија). По калибрирање на инструментот, мерењата беа изведени, така што чувствителниот дел на електродата имаше целосен контакт со матриксот на производот. При стабилизирање на сигналот, вредноста на рН беше регистрирана. Мерењата беа извршени при температура од 25 ± 1 °C. Резултатите беа изразени како рН вредност на свеж примерок хумус.

4.2.3.2. Метода за определување на содржина на вода

Содржината на вода во примероците од хумус беше определена со гравиметриска метода на сушење, во согласност со АОАС Official Method 925.10 – Moisture in Foods (АОАС, 2019), при што беше следена лабораториската постапка опишана од Трајковиќ et al. (1983), со примена на варијантата со етанол и песок поради присуството на протеини и јаглехидрати кои ја врзуваат водата.

Од хомогенизираниот примерок беа одмерени 3 – 5 g хумус во претходно исушен и измерен алуминиумски сад со капак. Во садот беа додадени околу 30 g испран и изжарен песок и 15 mL етанол (96 %). Сместата беше испарена двапати на водена бања при 50–60°C, со цел целосно отстранување на водата.

Потоа, садот со примерокот беше поставен во сушница на 105 ± 2 °C и беше сушен до константна маса (околу 1,5 часа). По сушењето, садот беше оладен во ексикатор околу 1 час и беше измерен со точност од $\pm 0,001$ g. Постапката беше повторена сè додека разликата помеѓу две последователни мерења не беше помала од 1–3 mg.

Содржината на вода беше пресметана според формула (5):

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \% \quad (5)$$

каде што:

w – содржина на вода во примерокот (%),

m_0 – маса на садот (g),

m_1 – маса на садот со примерок пред сушење (g),

m_2 – маса на садот со примерок по сушење (g).

Резултатот беше изразен како масен процент на вода во свеж примерок хумус.

4.2.3.3.Метода за определување на активност на вода (a_w)

Активноста на водата (a_w) во примероците хумус беше определена со употреба на уред за мерење на активност на вода (модел LubTouch a_w , производител Novasina – Швајцарија). Пред започнување на мерењето, уредот беше калибриран со стандардни соли со познати вредности на a_w , согласно упатството на производителот.

Од хомогенизираниот примерок хумус беше земена соодветна количина и беше поставена во мерната комора на уредот, при што се внимаваше примерокот да го покрие дното на садот во рамномерен слој, без создавање воздушни меури или празнини. Капачето на мерната комора беше затворено, а уредот автоматски ја следеше стабилизацијата на водната активност.

По постигнување на стабилен сигнал, вредноста на a_w беше регистрирана. Секое мерење беше извршено, при температура од 25 ± 1 °C. Резултатите беа изразени како активност на вода (a_w) во свеж примерок хумус.

4.2.3.4.Метода за определување на пероксиден број (PV)

За да се добие екстракт од маслената фаза потребно за определување на пероксидниот број, 5 g хумус беа одмерени во туба со капак (25 mL), погодна за центрифугирање. Во тубата беа додадени 15 mL хексан, по што смесата беше енергично мешана 1 min. Потоа беа додадени 10 mL 2-пропанол (изопропанол) и повторно беше мешана 1 min. Сместата беше оставена да отстои 30 min, по што беше центрифугирана 10 min при 3000 rpm.

Горниот течен слој (маслената фаза) беше внимателно префрлен во претходно измерен ерленмаер. Хексанот беше отстранет со ротавапор до целосно испарување, а преостанатата маслена фракција беше досушена 1 час на 105°C. По ладењето во ексикатор, садот беше измерен, а разликата во маса ја претставуваше точната количина масло употребена за анализата на пероксидниот број. По изведената екстракција, постапката продолжи според методата на Wheeler (Wheeler, 1932).

Пероксидниот број во екстрахираната маслена фаза од хумус беше определен според методата на Wheeler, која се заснова на ослободување на јод при реакцијата на пероксидите со јодид во кисела средина, по што ослободениот јод се титрира со натриум тиосулфат. За изведување на анализата беа употребени концентрирана глацијална оцетна киселина и хлороформ, свежо измешани во сооднос 3:2 за подготовка на

пероксидниот реагенс, како и заситен раствор на калиум јодид (свежо подготвен, 1,5 g KI на 1 mL вода), 1 % раствор на скроб (индикатор) и 0,01 M натриум тиосулфат за титрација.

По 1 g од екстрахираната маслена фаза беше одмерен во 100 mL ерленмаер со чеп, по што беа додадени 10 mL пероксиден реагенс и 0,2 mL свежо подготвен раствор на калиум јодид.

Сместата беше внимателно промешана околу една минута и беше оставена една минута на темно. Потоа беа додадени 20 mL дестилирана вода и неколку капки скробен индикатор, по што растворот доби виолетова боја. Титрацијата беше изведена со 0,01 M натриум тиосулфат до целосно исчезнување на бојата. Истовремено беше изведена и слепа проба. Пероксидниот број (PV) беше пресметан според формулата (6):

$$PV = \frac{(A-B) \times 5}{m} \quad (6)$$

каде што

A – волумен на натриум тиосулфат потрошен за примерок (mL),

B – волумен на натриум тиосулфат потрошен за слепа проба (mL),

m – маса на примерок (g),

факторот 5 – беше применуван поради стандардната маса од 5 g неопходна за оваа метода; при отстапување, пресметката се коригира пропорционално.

4.2.3.5.Метода за анализа на состав на масни киселини

Составот на масните киселини беше определен според стандардот ISO 12966-4:2015, со подготовка на метилни естри на масни киселини (FAMES) согласно ISO 12966-2.

Анализата на метилните естри на масни киселини (FAMES) беше извршена со гасна хроматографија со пламено-јонизациски детектор (GC-FID), опремена со капиларна колона 100 m × 0,25 mm × 0,20 μm со високо поларна неподвижна фаза (100 % суанпорорупил silicone; CP-Sil 88 или еквивалентна). Како носечки гас беше користен водород со проток од приближно 1,0 mL/min. Температурата на инјекторот и детекторот беше поставена на 250°C, во сооднос 1:100 и волумен на инјекција од 1 μL. Температурната програма на колоната започнуваше од 120 °C (1 min), по што следеше загревање до 175 °C со стапка од 10°C/min (задржување 10 min), а потоа до 240°C со стапка од 3–4°C/min, со задржување на конечната температура 7 – 15 min.

4.2.3.6.Метода за анализа на боја

Анализата на боја беше определена со помош на хромаметар Konica Minolta CR-400, опремен со соодветен наставок за прашкасти и пасто-образни материјали.

Пред секое мерење инструментот беше калибриран со стандардна калибрациска плочка согласно препораките на производителот, со цел обезбедување точност и репродуцибилност на резултатите. За секој примерок беа извршени пет независни мерења во CIE $L^*a^*b^*$ колорен систем, а резултатите беа изразени како средна вредност \pm стандардна девијација. Податоците за параметрите на бојата беа прикажани табеларно.

Во CIE $L^*a^*b^*$ системот беа определени три основни параметри на бојата: параметарот L^* , кој ја опишува светлината на примерокот и има вредности во опсег од 0 (црна боја) до 100 (бела боја), параметарот a^* , кој го изразува односот меѓу црвената (позитивни вредности) и зелената боја (негативни вредности), како и параметарот b^* , кој го прикажува односот меѓу жолтата (позитивни вредности) и сината боја (негативни вредности).

Вкупната промена на бојата (ΔE) беше пресметана врз основа на разликите во CIE $L^*a^*b^*$ параметрите според формулата (7):

$$\Delta E = \sqrt{(L^* - L^{0*})^2 + (a^* - a^{0*})^2 + (b^* - b^{0*})^2} \quad (7)$$

при што параметрите со индекс „0“ ги означуваат вредностите на бојата на контролниот примерок на хумус измерен на 0-тиот ден од складирањето.

Вредности на вкупната промена на бојата ΔE поголеми од 1 укажуваат на суптилни промени во бојата што стануваат забележливи за обучен набљудувач, $\Delta E > 2$ означува јасно видлива промена за просечен потрошувач, додека $\Delta E > 3$ претставува изразена разлика во бојата што лесно се перципира со голо око (Pathare et al., 2012).

4.2.3.7.Метода за анализа на реолошки својства

Реолошките својства на подготвените примероци хумус беа одредени со помош на ротациски реометар HAAKE Viscotester iQ Air-Bearing (Thermo Scientific™), опремен со коаксијално цилиндрично мерно тело (CCB25) и соодветен сад за мерење (CC25).

Оваа конфигурација овозможува прецизно следење на однесувањето на пастообразни и вискозни прехранбени матрикси при контролирани услови на смолкнување.

При мерењата беа применети растечки и опаѓачки брзини на смолкнување. Во фазата со растечки брзини, брзината на смолкнување беше зголемувана од 0 s^{-1} до 300 s^{-1} , додека во фазата со опаѓачки брзини истата беше намалувана од 300 s^{-1} до 0 s^{-1} . Сите мерења беа спроведени на контролирана температура од $25 \text{ }^\circ\text{C}$.

Реолошките параметри, односно коефициентот на конзистенција (K) и индексот на течење (n), беа определени со примена на Ostwald–de Waele моделот, кој ја опишува зависноста помеѓу смолкнувачкото напрегање и брзината на смолкнување (формула 8):

$$\tau = K \cdot \gamma^{\{n\}} \quad (8)$$

каде што τ претставува смолкнувачко напрегање (Pa), K е коефициентот на конзистенција ($\text{Pa} \cdot \text{s}^n$), γ е брзината на смолкнување (s^{-1}), а n е индексот на течење (Barnes et al., 1989).

4.2.4. Методи за анализа на антиоксидативен капацитет

За потребите на овие методи на денот на спроведување на анализите, најнапред се вршеше екстракцијата на примероците. За добивање на супернатант, по 2,5 g од секој примерок беа одмерени во стаклена чаша погодна за мешање. Во секоја чаша беа додадени 25 mL раствор од 70 % етанол/вода ($\text{Et}/\text{H}_2\text{O} = 70:30, \text{ v/v}$), по што смесата беше мешана на магнетна мешалка во траење од 30 min, со јачина 450 rpm (Segev et al., 2010; Matheus et al., 2024) (Слика 4а).

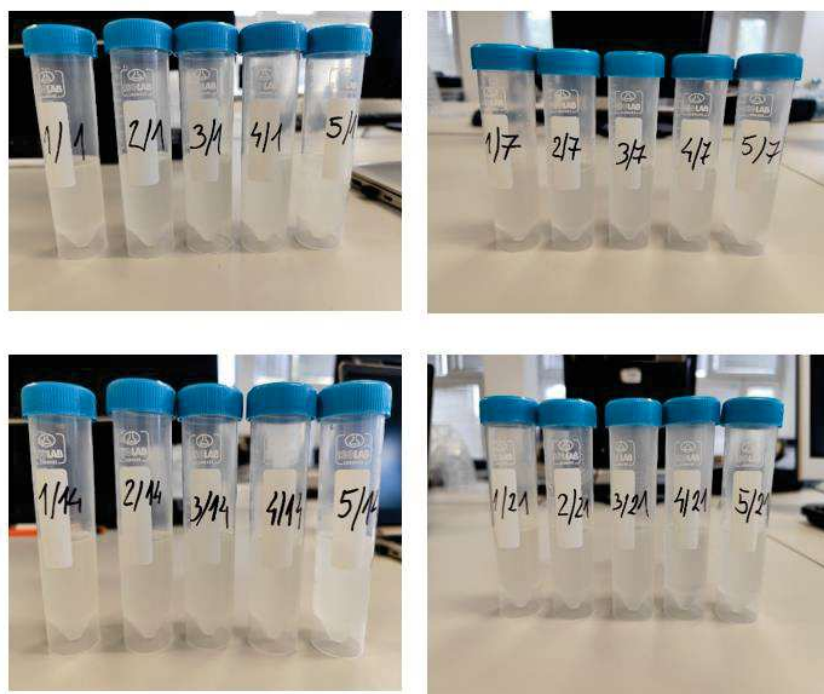
По завршување на мешањето, смесата од примерок и растворувач беше префрлена во погоден сад за центрифугирање и центрифугирана 10 min при 5500 rpm (Слика 4б).



Слика 4. Фази на припрема на примерок:

а) магнетна мешалка; б) центрифугирање; в) филтрација со вакуум (авторско дело)

По извршеното центрифугирање, супернатантот беше филтриран со помош на вакуум (Слика 4в). Добиениот филтриран супернатант понатаму беше користен како екстракт за понатамошните спектрофотометриски анализи (Слика 5).



Слика 8. Екстракти (авторско дело)

Сите спектрофотометриски мерења (вклучително и определување на антиоксидативниот капацитет и вкупната содржина на фенолни соединенија) беа извршени со UV-Vis спектрофотометар – Biochrom® Libra S11, при соодветни бранови должини карактеристични за секој метод. Мерењата на апсорбанцата беа изведувани во

кварцни кивети, а резултатите беа изразени како средна вредност од две паралелни мерења.

4.2.4.1. DPPH метода за анализа на антиоксидативен капацитет

Оваа метода се темели на редукција на 1,1-дифенил-2-пикрилхидразил (DPPH) радикалот во метанолен раствор. DPPH радикалот, поради присуството на неспарен електрон, покажува силна апсорпција во видливиот дел од спектарот (517 nm). Во присуство на електрон-донор (АН), односно антиоксиданс кој ги неутрализира слободните радикали, доаѓа до стабилизација на DPPH радикалот преку спарување на електроните и до промена на виолетовата боја на растворот (оксидиран облик) во жолта боја (редуциран облик на радикалот). Оваа промена се мери преку намалување на апсорбанцата на реакциската смеса во дефинирано време, во однос на ефектот постигнат со стандарден редуценс (Trolox) (Brand-Williams et al., 1995).

Беше подготвен раствор на 1,1-дифенил-2-пикрилхидразил (DPPH) со концентрација од $0,1 \text{ mmol L}^{-1}$ во метанол. Во стаклена епрувета беа отпипетирани $100 \mu\text{L}$ од екстракт, по што беа додадени $3,9 \text{ mL}$ од DPPH растворот ($c = 0,1 \text{ mmol L}^{-1}$), а смесата беше добро хомогенизирана со вортекс. Реакцијата се одвиваше во темни услови во времетраење од 30 min. Слепата проба се состоеше од реакциска смеса која ги содржеше сите реагенси освен примерокот, при што наместо екстракт, беше додаден растворувач (70 % EtOH/вода, 1:3).

По завршување на реакцијата беше измерена апсорбанцата на реакциската смеса при 517 nm, во однос на слепа проба. Антиоксидативниот капацитет беше пресметан врз основа на равенката на калибрациската крива подготвена со Trolox (Trolox = $0-0,5 \text{ mmol L}^{-1}$). Резултатите беа изразени како μmol еквиваленти на Trolox по грам сува материја ($\mu\text{mol TE g}^{-1} \text{ с.м.}$).

4.2.4.2. FRAP метода за анализа на антиоксидативен капацитет

Антиоксидативниот капацитет на примероците беше определен со FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power) метода, која се темели на редукција на безбојниот комплекс железно (III)–трипиридилтриазин (Fe^{3+} –TPTZ) во редуцирана железно (II) форма (Fe^{2+} –TPTZ), карактеризирана со интензивна сина боја. Интензитетот на развиената боја е пропорционален на редукциската способност, односно на антиоксидативниот капацитет

на анализираниот примерок, определен со спектрофотометриско мерење на апсорбанцата при бранова должина од 593 nm, согласно методата опишана од Benzie и Strain (1996).

За изведување на анализата беше подготвен FRAP реагенс кој се состои од ацетатен пуфер (300 mM), раствор на 2,4,6-трипиридил-1,3,5-триазин (TPTZ) со концентрација од 10 mM и воден раствор на железо(III)-хлорид хексахидрат ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) со концентрација од 20 mM, при што растворите се мешаа во волуменски сооднос 10 : 1 : 1. Ацетатниот пуфер беше подготвен со растворање на натриум-ацетат трихидрат во присуство на концентрирана оцетна киселина, додека TPTZ растворот беше подготвен во 40 mM раствор на хлороводородна киселина, а растворот на $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ во дестилирана вода.

Постапката на мерење се изведуваше со мешање на 50 μL од екстрактот на примерокот со 950 μL свежо подготвен FRAP реагенс во кивета, по што реакционата смеса се инкубираше точно 4 min. По истекот на реакционото време се мереше апсорбанцата при 593 nm во однос на слепа проба, подготвена со замена на екстрактот со иста количина дестилирана вода.

Антиоксидативниот капацитет беше пресметан врз основа на калибрациона крива подготвена со железо (II)-сулфат хептахидрат ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) во концентрационен опсег од 0 до 1 mmol L⁻¹, а резултатите беа изразени како μmol еквиваленти на $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ по грам сува материја ($\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}/\text{g с.м.}$).

4.2.4.3. Метода за анализа на содржина на вкупни полифеноли

Вкупните полифеноли се определуваат спектрофотометриски според методата која се темели на колориметриската реакција на фенолните соединенија со Folin–Ciocalteu реагенс (Singleton и Rossi, 1965). Folin–Ciocalteu реагенсот претставува мешавина од фосфоволфрамова и фосфомолибденова киселина, која реагира со феноксидниот јон од примерокот, при што феноксидниот јон се оксидира, а Folin–Ciocalteu реагенсот се редуцира до сино обоени волфрамови и молибденови оксиди. Интензитетот на формираното сино обоено соединение се определува спектрофотометриски при 765 nm и е пропорционален на уделот на полифенолните соединенија во примерокот (Lachman et al., 1998). За анализата беа употребени Folin–Ciocalteu реагенс, разреден со вода во сооднос 1:2 и 20 % раствор на натриум-карбонат (Na_2CO_3) (Matheus et al., 2024).

Во епрувета беа отпипетирани 2,9 mL дестилирана вода, 100 μ L од екстрактот, 500 μ L Folin–Ciocalteu реагенс и 1,5 mL 20 % раствор на Na_2CO_3 . По додавањето на 20 % растворот на Na_2CO_3 беше иницирана реакцијата, при што примероците стоеја 30 мин. на собна температура, заштитени од светлина. По завршување на реакцијата, беше измерена апсорбанцата на развиеното сино обоено соединение при бранова должина од 765 nm. Покрај примероците, беше подготвена и слепа проба, на ист начин како и реакциската смеса за примероците, при што наместо екстракт од примерок содржеше 100 μ L растворувач (70 % EtOH/вода, 1:3).

Содржината на вкупни полифеноли (TPC) беше пресметана врз основа на равенката на калибрациската крива добиена со гална киселина ($\gamma\text{GAE} = 0\text{--}200 \text{ mg L}^{-1}$), а резултатите беа изразени како mg еквиваленти на гална киселина по грам сува материја ($\text{mg GAE g}^{-1} \text{ с.м.}$)

4.2.5. Блиско-инфрацрвена спектроскопија (NIRs)

Континуираните NIR спектри на примероците од хумус од наут збогатени со 4 %, 6 %, 8 % и 12 % ладно цедено масло од црно семе, како и на контролниот примерок (0%, кој содржи само маслиново масло), беа снимени со помош на NIR спектрометар (AvaSpec-NIR256-2.5-HSC-EVO, Avantes, САД). Уредот работи во бранов опсег од 1000 nm до 2500 nm. Спектрите беа анализирани со користење на софтверот AvaSoft (Avantes, САД). Мерењата се изведуваа со потопување на фибер-оптичка сонда во секој од примероците.

Необработените спектри на примероците од хумус беа третирани со две методи на претпроцесирање – корекција на основната линија (baseline correction) и стандардна нормална варијанта (Standard Normal Variate – SNV), со користење на софтверот Unscrambler X (верзија 10.1, CAMO AS, Осло, Норвешка).

4.2.6. Микробиолошка анализа на примероците

За анализа на микробиолошката безбедност и стабилност на хумусот, примероците беа испитани за присуство на квасци и мувли, *Salmonella* spp., *Enterobacteriaceae* и *Escherichia coli* (β -глукоронидаза позитивна).

- Броењето на квасци и мувли во примероците хумус беше изведено според стандардот ISO 21527-1:2011
- Испитувањето на присуство на *Salmonella* spp. во примероците хумус беше изведено според стандардот ISO 6579-1:2017
- Броењето на бактерии од фамилијата *Enterobacteriaceae* во примероците од хумус беше изведено според стандардот ISO 21528-2:2017
- Броењето на *Escherichia coli* во примероците од хумус беше изведено според стандардот ISO 16649-2:2008

4.2.7. Сензорна анализа

Сензорната анализа на примероците од хумус (контролен примерок и примероците со инкорпорирано ладно цедено масло од црно семе) е спроведена на првиот ден по производството во просториите на Технолошко-техничкиот факултет во Велес, РС Македонија и во просториите на ДТПУ Аронија, Здрава храна ДООЕЛ–Биокосмос во Велес од страна на 27 оценувачи од различен пол, на возраст од 30 до 60 години.

Категоризацијата на општата оцена за квалитет е направена според Германскиот стандард за сензорна проценка (Deutsche Landwirtschafts-Gesellschaft-DLG) според кој, испитуваните производи се поделени во неколку групи (Табела 2.)

Табела 2. Категоризација на производите според DLG (Radovanovic & Popov-Raljić, 2000).

Категорија на квалитет	Просечно пондерирана оцена
Одличен квалитет	4,5 – 5,0
Многу добар квалитет	3,5 – 4,5
Добар квалитет	2,5 – 3,5
Не ги исполнува барањата за квалитет	< 2,5

Користен е системот на бодување коригиран петобален бод, според кој се оценуваше мирисот, вкусот, бојата, изгледот, текстурата, сјајноста, чувството во устата и мазивоста на примероците. Определен е коефициент на важност за секое од испитуваните својства и истите се вреднувани со оценки од 1 до 5, при што 1 е најниската оценка, а 5 е највисоката. Оцената за секое својство беше помножена со коефициентот на важност, а нивниот збир изразен во проценти (%) означува процент од максималниот квалитет. Оваа вредност поделена со збирот на коефициентот на важност ($\Sigma=20$), ја дава пондерирана средна вредност, односно општа оценка на квалитетот на испитуваните примероци.

4.2.8. Статистичка обработка на податоци

За потребите на оваа докторска дисертација, согласно целите на трудот, статистичката обработка на добиените резултати од спроведените анализи има за цел да утврди дали различната концентрација на масло од црно семе инкорпорирано во хумусот од наут доведува до значајни разлики за период на чување од 21 ден. Анализата се заснова на две аналитички нивоа: на ниво на примерок (XK0–XЦ12) и на ниво на ден на мерење (д0, д7, д14 и д21).

Првично, за сите променливи е пресметана дескриптивна статистика: просек, медијана, стандардна девијација (Standard Deviation, SD), опсег и коефициент на варијација (Coefficient of Variation, CV), вкупно, според примерок и според денови на складирање. Понатаму, спроведен е тест за нормален распоред на податоците, Шапиро–Вилков тест (Shapiro–Wilk test) (Shapiro & Wilk, 1965), при што во случај на утврдено отстапување од нормалниот распоред кај поголемиот дел од променливите, натамошната анализа се базира на непараметарски статистички тестови, кај кои претпоставката за нормален распоред на податоците не претставува неопходен услов.

За споредба на параметрите помеѓу петте примероци со различна рецептура применет е Крускал–Валис тест (Kruskal–Wallis test), како непараметарска алтернатива на еднофакторската анализа на варијанса (One-way ANOVA) за независни групи (Kruskal & Wallis, 1952). Овој тест овозможува утврдување дали постои статистички значајна разлика во медијалните вредности помеѓу најмалку две од испитуваните групи. Во случаите кога Крускал–Валис тестот укажува на статистички значајна вкупна разлика, се спроведуваат пост-хок споредби по парови со помош на Ман–Витни У тест (Mann–Whitney U test) (Mann & Whitney, 1947). Со оглед на фокусот на истражувањето,

споредбите по парови се ограничени на споредба помеѓу контролниот примерок (XK0) и секој од останатите примероци (XЦ4–XЦ12), со што се минимизира бројот на тестирања и ризикот од акумулација на грешка од тип 1 (false positive).

За анализа на промените низ различни временски точки се применува Фридманов тест (Friedman test), како непараметарска алтернатива на анализа на варијанса со повторени мерења (Repeated measures ANOVA) (Friedman, 1937). Овој тест овозможува проценка на постоење на вкупни разлики во медијалните вредности на променливите низ времето. Во ситуации кога Фридмановиот тест укажува на статистички значајни разлики, се применуваат пост-хок споредби со Вилкоксон тест за рангови на зависни примероци (Wilcoxon signed-rank test) (Wilcoxon, 1945). Повторно, земајќи го предвид концептуалниот интерес за споредба на иницијалната состојба со состојбата по одредено време на чување, споредбите по парови се извршени помеѓу мерењата на денот д0 и секое од наредните мерења на деновите д7, д14 и д21.

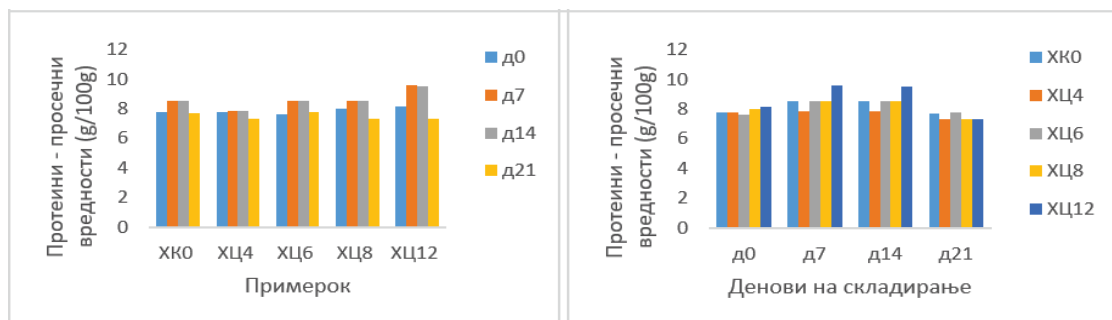
При спроведување на повеќекратни споредби по парови вообичаена практика е да се применува Бонферони корекција (Bonferroni correction) со цел контрола на веројатноста за грешка од тип 1 (Armstrong, 2014). Корекцијата се спроведе со делење на основното ниво на значајност ($\alpha = 0,05$) со бројот на извршени споредби, односно бројот на парови за кои е спроведен соодветниот тест (Ман–Витни У или Вилкоксон тест за рангови на зависни примероци) (Dunn, 1961). Така, за споредбите на ниво на примерок (четири парови) коригираното ниво на значајност по аплицирана Бонферони корекција изнесува $\alpha = 0,0125$, додека за споредбите на ниво на ден (три парови) $\alpha = 0,0167$. Со други зборови, пресметаната р-вредност за секој тест се споредува со соодветните коригирани нивоа на значајност, при што $p < \alpha$ укажува на постоење на статистички значајни разлики помеѓу споредуваните групи. Ваквиот пристап овозможува покonzервативна и методолошки оправдана интерпретација на резултатите, особено при повеќе паралелни тестирања.

5. РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

5.1. АНАЛИЗА НА НУТРИТИВНИ ПАРАМЕТРИ

5.1.1. Содржина на протеини во примероците хумус

Резултатите од истражувањето за содржината на протеини во испитуваните примероци хумус од наут, изразени како просечни вредности за секој примерок (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12) и за секој период на складирање (д0, д7, д14 и д21), се прикажани на Графикон 1.



Графикон 1. Просечни вредности на протеини (g/100g), според примерок и според денови на складирање

Анализата на резултатите од истражувањето покажа дека содржината на протеини во хумусот од наут се движи од 7,26 до 9,65 g/100 g, со просечна вредност од 8,14 g/100 g и медијана од 7,89 g/100 g. Варијабилноста е умерена (SD = 0,66 g/100 g; CV ≈ 8,1%), што е очекувано за параметар што во најголем дел потекнува од наутот, кој е фиксиран во рецептурата, но може да варира по 100 g производ поради промени во водната фаза и хомогеноста на матрицата при складирање.

Дескриптивната статистика за содржината на протеини е прикажана во Табела 3.

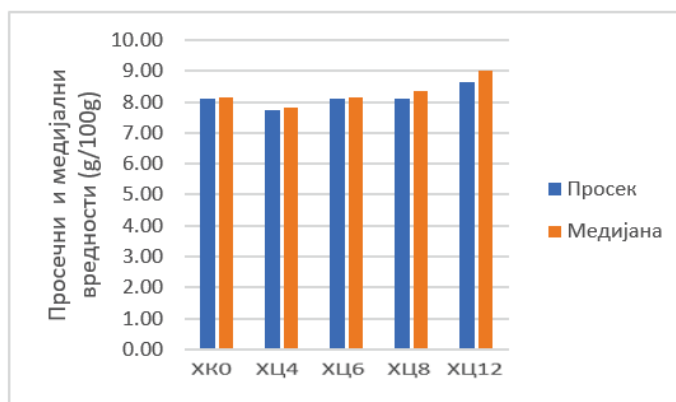
Табела 3. Дескриптивна статистика на протеините (g/100g), според примерок примерок и според денови на складирање

Индикатор	Вкупно	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	8,14	8,11	7,72	8,11	8,10	8,66	7,87	8,61	8,60	7,49
Медијана	7,89	8,15	7,83	8,15	8,37	9,02	7,79	8,54	8,52	7,40

Минимум	7,26	7,63	7,31	7,48	7,26	7,30	7,48	7,80	7,85	7,26
Максимум	9,65	8,55	7,96	8,55	8,55	9,65	8,55	9,65	9,62	7,79
SD	0,66	0,43	0,24	0,46	0,55	1,06	0,31	0,60	0,57	0,20
Опсег	2,39	0,92	0,65	1,07	1,29	2,35	1,07	1,85	1,77	0,53
CV (%)	8,1	5,4	3,1	5,7	6,8	12,2	4,0	7,0	6,6	2,7

Доколку се погледне движењето на просечните вредности вкрстено по примерок и по ден, доминира временскиот образец. Протеините се пониски на д0 (просек 7,87 g/100 g; медијана 7,79 g/100 g), потоа растат на д7 (просек 8,61 g/100 g; медијана 8,54 g/100 g) и се задржуваат на слично ниво на д14 (просек 8,60 g/100 g; медијана 8,52 g/100 g), по што бележат пад на д21 (просек 7,49 g/100 g; медијана 7,40 g/100 g). Овој профил сугерира дека во првите две недели може да дојде до релативно „концентрирање“ на протеинската фракција, најчесто поради промени во врзувањето или распределбата на водата, односно минимални промени во сувата материја.

На ниво на примерок, просечните вредности се релативно блиски: ХК0 има просек 8,11 g/100 g (медијана 8,15 g/100 g), ХЦ4 7,72 g/100 g (медијана 7,83 g/100 g), ХЦ6 8,11 g/100 g (медијана 8,15 g/100 g), ХЦ8 8,10 g/100 g (медијана 8,37 g/100 g), додека највисоки вредности има ХЦ12 со просек 8,66 g/100 g и медијана 9,02 g/100 g, но и најголема дисперзија (SD = 1,06 g/100 g; опсег = 2,35 g/100 g). Овие односи графички се прикажани на Графикон 2.

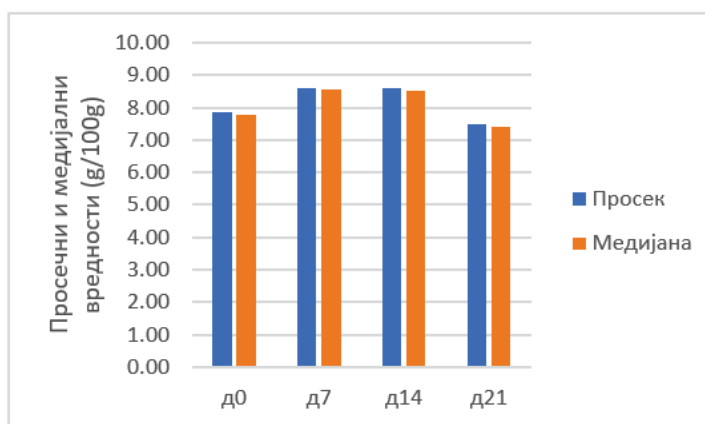


Графикон 2. Просечни и медијални вредности на протеини кај испитуваните примероци (според примерок)

И покрај овие дескриптивни разлики (особено повисоките вредности кај ХЦ12),

Крускал–Валис тестот не покажува статистички значајни разлики меѓу петте примероци ($p = 0,440$). Оттука, не може инференцијално да се тврди дека измерените концентрации на протеините кај контролниот примерок (XK0) значајно се разликуваат од некој друг конкретен примерок.

Од временски аспект, просечните и медијалните вредности по денови на складирање се прикажани на Графикон 3.



Графикон 3. Просечни и медијални вредности на протеини кај испитуваните примероци (според денови на складирање)

Фридмановиот тест укажа на статистички значајни разлики помеѓу четирите временски точки на складирање (ден 0, 7, 14 и 21) ($p = 0,004$), што е во согласност со утврдениот образец на движење: раст на д7 и д14, и пад на д21.

За подетално испитување на разликите помеѓу поединечните денови на складирање беше применет Вилкоксон тест по парови, а резултатите се прикажани во Табела 4.

Табела 4. Вилкоксон тест по парови за протеините по денови

Параметар	д7–д0	д14–д0	д21–д0
Статистика на тест	-2,023	-2,023	-1,483
р-вредност	0,043	0,043	0,138

* Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha=0,0167$)

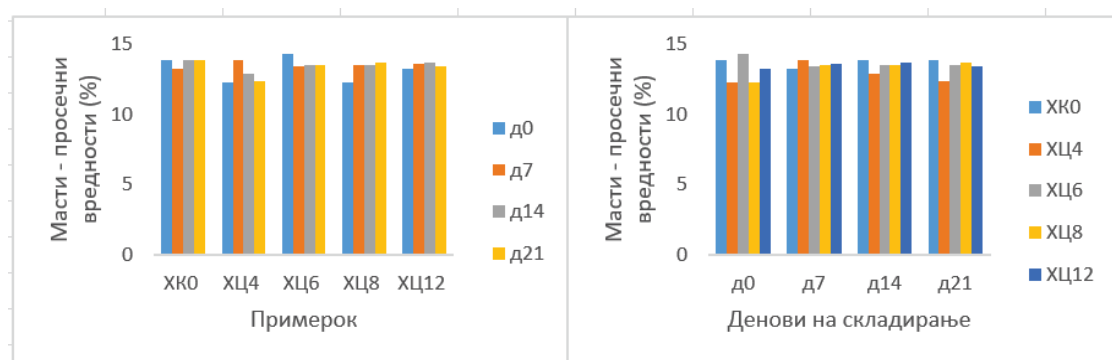
Сепак, кога д0 се споредува поединечно со секое следно мерење, анализата не покажува статистички значајни разлики по применетата Бонферони корекција на нивото на значајност ($\alpha = 0,0167$). Практично, ова значи дека целокупната разлика во протеините

кај хумусот од наут низ времето е генерално доволно изразена, но промените во однос на д0 поединечно не се доволно силни за да се потврдат како статистички значајни.

Ваквите резултати сугерираат дека утврдената вредност на протеините во 100 g производ најчесто се менува поради промени во соодносот на вода и сувата материја, односно структурни промени во матрицата (Patil et al., 2024). Оттука, додатокот на масло од црно семе не покажува јасен и статистички потврден ефект врз протеините, додека времето на чување покажува препознатлива динамика (повисоко на д7–д14, пониско на д21). Согласно истражувањето на Makhloufi и Yamani (2023), протеинската содржина кај хумус од наут и други легуминозни намази се движела околу 7–8 g/100 g, во зависност од рецептурата и содржината на водната фаза. Утврдените вредности во нашето истражување (7,26–9,65 g/100 g) се приближни со истражувањето на Makhloufi и Yamani (2023).

5.1.2. Содржина на вкупни масти во примероците хумус

Резултатите од анализата на содржината на вкупни масти во испитуваните примероци хумус, изразени како просечни вредности според примерок (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12) и според денови на складирање (д0, д7, д14 и д21), се прикажани на Графикон 4.



Графикон 4. Просечни вредности на вкупни масти кај испитуваните примероци (според примерок и денови на складирање)

Во анализираните примероци хумус, променливата „Масти“, изразена како масен удел (%), има вредности во опсег од 12,26 % до 14,27 %, со просечна вредност од 13,40 % и медијана од 13,52 %. Стандардната девијација изнесува 0,55 процентни поени, а

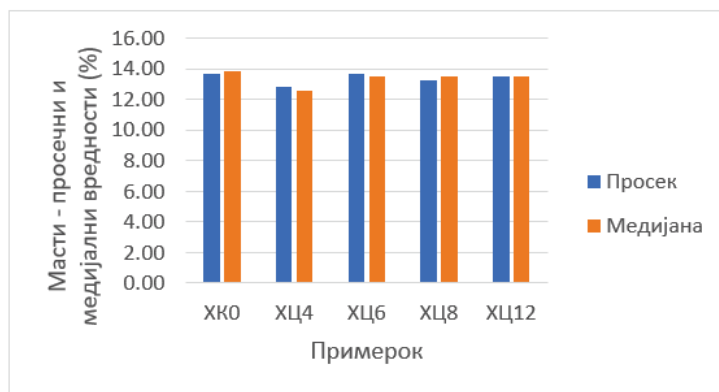
варијабилноста е ниска ($CV \approx 4,1\%$), што укажува на релативно стабилен вкупен масен удел кај сите примероци и во текот на целиот период на следење. Ваквиот резултат е во согласност со фактот дека вкупната масна фаза во рецептурата останува приближно иста, при што варира соодносот помеѓу маслиновото масло и маслото од црно семе, без значително менување на вкупната содржина на масти во финалниот производ. Дескриптивната статистика за содржината на вкупни масти е прикажана во Табела 5.

Табела 5. Дескриптивна статистика на мастите (%) (според примерок и според денови на складирање)

Индикатор	Вкупно	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	13,40	13,72	12,85	13,69	13,26	13,49	13,20	13,54	13,50	13,38
Медијана	13,52	13,89	12,60	13,53	13,50	13,53	13,22	13,52	13,54	13,53
Минимум	12,26	13,13	12,26	13,42	12,30	13,22	12,26	13,13	12,86	12,31
Максимум	14,27	13,90	13,90	14,27	13,73	13,73	14,27	13,90	13,89	13,90
SD	0,55	0,31	0,70	0,36	0,59	0,21	0,85	0,24	0,36	0,58
Опсег	2,01	0,77	1,64	0,85	1,43	0,51	2,01	0,77	1,03	1,59
KV (%)	4,1	2,3	5,4	2,6	4,4	1,5	6,4	1,8	2,6	4,3

Доколку се разгледа движењето на просечните вредности вкрстено по примерок и ден, на ниво на денови просекот е најнизок на д0 (13,20 %), потоа расте на д7 (13,54 %), по што се забележува тренд на благо намалување на д14 (13,50 %) и д21 (13,38 %).

На ниво на примероци, контролниот примерок ХК0 има стабилни вредности низ времето и се движи во тесен распон, со просек 13,72 % и медијана 13,89 %. Примерокот ХЦ4 се издвојува со најниски вредности (просек 12,85 %; медијана 12,60 %). Примерокот ХЦ6 има релативно висок масен удел (просек 13,69 %; медијана 13,53 %), додека ХЦ8 и ХЦ12 се околу средината (ХЦ8: просек 13,26 %; медијана 13,50 %; ХЦ12: просек 13,49 %; медијана 13,53 %). Овие односи графички се прикажани на Графикон 5.



Графикон 5. Просечни и медијални вредности на вкупни масти кај испитуваните примероци (според примерок)

Иако дескриптивната статистика укажува на одредени разлики помеѓу просечните вредности на масниот удел, Крускал–Валис тестот не дава формална потврда дека истите се статистички значајни на ниво на значајност од 0,05 ($p = 0,066$).

Во споредбите по парови, XK0 наспроти останатите примероци (Ман–Витни У тест), се добиваат p -вредности помеѓу 0,038 и 0,721, а резултатите се прикажани во Табела 6.

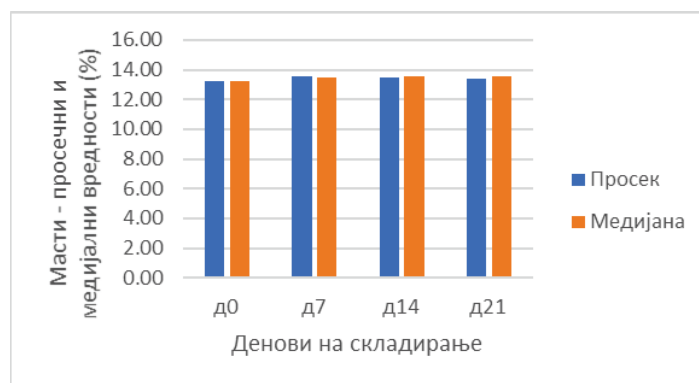
Табела 6: Ман-Витни У тест во парови, контролниот примерок наспроти останатите примероци

Променлива	Индикатор	XK0–XЦ4	XK0–XЦ6	XK0–XЦ8	XK0–XЦ12
Масли	Статистика на тест	12,0	28,0	12,0	14,0
	p -вредност	0,038	0,721	0,038	0,065

**Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0125$).*

Меѓутоа, со применета Бонферони корекција ($\alpha = 0,0125$), помеѓу утврдените разлики не е пронајдена статистичка значајност. Практично, тоа значи дека иако може да се забележи тенденција контролниот примерок да има повисоки вредности од XЦ4 (и делумно од XЦ8), доказите не се доволно силни за да се заклучи дека концентрацијата на масло од црно семе предизвикува статистички потврдена промена на масниот удел во однос на контролниот примерок.

Од временски аспект, просечните и медијалните вредности по денови на складирање се прикажани на Графикон 6.



Графикон 6. Просечни и медијални вредности на вкупни масти кај испитуваните примероци (според денови на складирање)

Забележливо е мало зголемување од 13,20 % (д0) кон 13,54 % (д7) и 13,50 % (д14), со благо намалување на 13,38 % (д21). Дополнително, варијабилноста е најголема на д0 (стандардна девијација околу 0,85 процентни поени), што укажува дека иницијално постои поголема разноликост помеѓу примероците, а потоа распределбата станува потесна на д7 и д14.

Сепак, Фридмановиот тест не укажува на статистички значајни разлики помеѓу деновите кога се вршени мерењата ($p = 0,782$). Кај пост-хок споредбите со Вилкоксон ранг тестот (д0 наспроти останатите денови), p -вредностите се движат помеѓу 0,043 и 0,893, но со применета Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$) ниту една споредба не е статистички значајна. Оттука, може да се констатира дека и од временски аспект нема статистички потврдена промена на масниот удел (%) во однос на иницијалната состојба. Од стручен аспект, ваквиот исход е очекуван, бидејќи примероците беа складирани на температура од 4 ± 1 °C, во контролирани услови и без изложување на светлина, што придонесува за зачувување на стабилноста на масната фаза во период до 21 ден. Во набљудуваните примероци, објаснувањето за малите разлики (особено тенденцијата мастите да бидат пониски кај ХЦ4) најверојатно е комбинација од микронееднаква распределба на масната фаза и варијации при земање и хомогенизација на примероците, а не суштинска промена на вкупната количина масти.

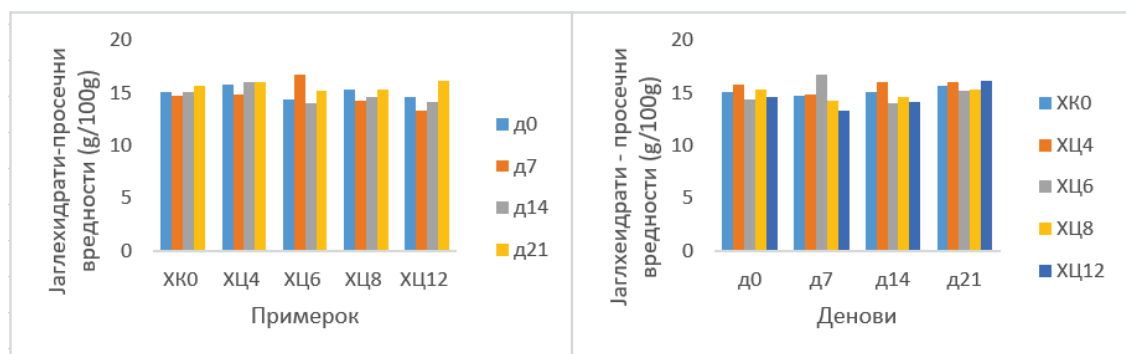
Слични механизми на стабилизација на липидите во сложени хранливи системи се опишани и во истражувањето на Wang et al. (2020), каде се нагласува дека интеракциите помеѓу липидите и макромолекулите придонесуваат за задржување на липидите во матрисот без нивна миграција или загуба, сè додека не дојде до нарушување

на микроструктурата или условите на складирање. Дополнително, зголемувањето на измерената содржина на масти од ден 0 до ден 7 и 14 може да се објасни со текот на липидната оксидација, која се карактеризира со почетен индукциски период без изразени промени. По истекот на оваа фаза, структурните промени во матрицата на хумусот може да доведат до зголемена достапност и детектибилност на липидните фракции, што се манифестира како пораст на вредностите (Shahidi & Zhong, 2010).

Општо, може да се заклучи дека во опсегот 0–12% масло од црно семе, при складирање на $4 \pm 1^\circ\text{C}$ во период од 21 ден, не е утврден статистички значаен ефект врз масниот удел. Забележаните разлики се мали и не покажуваат систематски формулациски или временски ефект.

5.1.3. Содржина на јаглехидрати во примероците хумус

Резултатите од анализата на содржината на јаглехидрати кај испитуваните примероци хумус од наут, изразени како просечни вредности според примерок (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12) и според денови на складирање (д0, д7, д14 и д21), се прикажани на Графикон 7.



Графикон 7 . Просечни вредности на јаглехидрати кај испитуваните примероци (според примерок и денови на складирање)

Содржината на јаглехидрати кај сите мерења и сите примероци се движи од 13,26 до 16,82 g/100 g, со просечна вредност од 15,05 g/100 g и медијана од 15,09 g/100 g. Варијабилноста е умерена ($SD = 0,84$ g/100 g; $CV \approx 5,6\%$), што укажува дека јаглехидратите како параметар се релативно стабилни, но сепак чувствителни на разлики во матрицата (состав/структура) и на ефектите од чувањето, особено преку промени во

водната фаза.

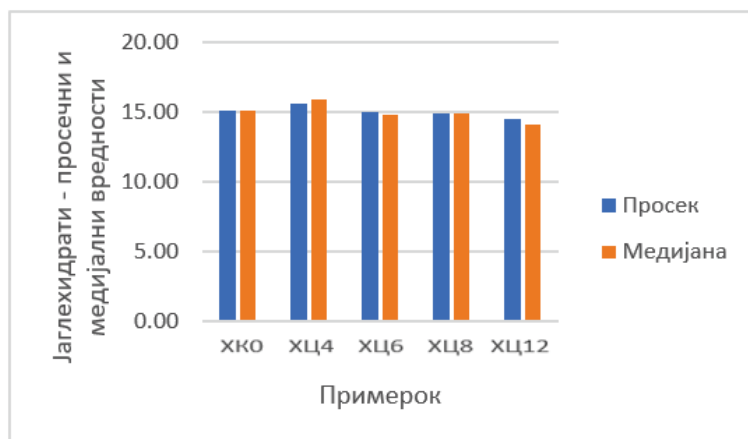
Дескриптивната статистика за содржината на јаглехидрати е прикажана во Табела 7.

Табела 7. Дескриптивна статистика на јаглехидратите (g/100g) (според примерок и според денови на складирање)

Индикатор	Вк.	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	15,05	15,12	15,66	15,05	14,90	14,53	15,02	14,76	14,77	15,65
Медијана	15,09	15,10	15,95	14,78	14,93	14,10	15,10	14,64	14,66	15,64
Минимум	13,26	14,60	14,68	13,92	14,23	13,26	14,03	13,26	13,92	15,07
Максимум	16,82	15,68	16,02	16,82	15,51	16,26	15,94	16,82	16,00	16,26
SD	0,84	0,37	0,52	1,11	0,49	1,14	0,62	1,16	0,76	0,42
Опсег	3,56	1,08	1,34	2,90	1,28	3,00	1,91	3,56	2,08	1,19
CV(%)	5,6%	2,5%	3,3%	7,4%	3,3%	7,8%	4,1%	7,9%	5,2%	2,7%

Кога се разгледува движењето на просечните вредности вкрстено по примерок и по ден, временскиот профил е поизразен од разликите по рецептурата. По денови, просекот изнесува околу 15,02 g/100 g на д0, потоа се намалува на д7 и д14 (14,76–14,77 g/100 g), а на д21 се зголемува и достигнува највисока просечна вредност од 15,65 g/100 g (медијана 15,64 g/100 g). Ова сугерира дека во средината на периодот (д7–д14) јаглехидратите се нешто пониски, додека кон крајот (д21) доаѓа до нивна поголема концентрација, најчесто како последица на промени во содржината и распределбата на вода (минимална дехидратација или промена на вкупната сува материја), што ја менува релативната застапеност на јаглехидратните фракции изразена на 100 g производ.

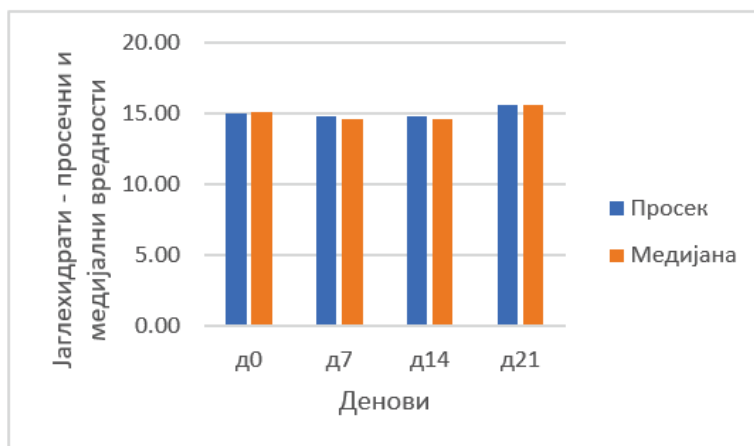
Овие разлики помеѓу примероците графички се прикажани на Графикон 8.



Графикон 8. Просечни и медијални вредности на јаглехидрати кај испитуваните примероци (според примерок)

На ниво на примерок, просечните вредности се слични, но со мали забележливи разлики. Контролниот примерок XК0 има просек 15,12 g/100 g (медијана 15,10 g/100 g). Највисоки просечни и медијални вредности има XЦ4 (просек 15,66 g/100 g; медијана 15,95 g/100 g), додека најниски вредности има XЦ12 (просек 14,53 g/100 g; медијана 14,10 g/100 g), со најширок опсег кај XЦ12 (13,26–16,26 g/100 g), што укажува на поголема хетерогеност кај оваа рецептура. Сепак, Крускал–Валис тестот не потврдува вкупна статистички значајна разлика меѓу петте примероци ($p = 0,148$), што значи дека разликите не се доволно конзистентни за формална статистичка потврда.

Просечните и медијалните вредности на содржина на јаглехидрати според денови на складирање се прикажани на Графикон 9.



Графикон 9. Просечни и медијални вредности на содржина на јаглехидрати кај

испитуваните прмероци (според денови на складирање)

Фридмановиот тест укажува на слаби разлики меѓу четирите временски точки, кои се статистички значајни единствено на ниво на значајност 0,1 ($p = 0,095$). За подетално споредување на поединечните денови беше применет Вилкоксон тест по парови (д0 наспроти останатите денови), а резултатите се прикажани во Табела 8.

Табела 8. Вилкоксон тест по парови за јаглехидрати по денови

Индикатор	д7-д0	д14-д0	д21-д0
Статистика на тест	-0,674	-1,214	-1,753
p-вредност	0,500	0,225	0,080

**Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$)*

Пост-хок споредбите не покажуваат статистички значајни разлики во нивото на јаглехидрати во однос на д0 (д7–д0: $p = 0,500$; д14–д0: $p = 0,225$; д21–д0: $p = 0,080$). Оттука, во рамки на 21 ден, јаглехидратите се однесуваат како релативно стабилен параметар, со дескриптивен профил во форма на „U“ (пониско на д7/д14, повисоко на д21), но без доволно силни докази дека секоја од тие промени е статистички значајна во однос на д0 како референтен ден.

Врз основа на резултатите од спроведената статистичка анализа, најлогично објаснување за пониските вредности кај ХЦ12 е т.н. „ефект на разредување/замена“, односно повисокиот удел на додадено масло (липидна фаза) може да го намали релативниот удел на јаглехидратната фракција на 100 g производ, особено ако има и промени во врзувањето на водата и структурата што влијаат на хомогеноста. Од друга страна, покачувањето на д21 најчесто се јавува кога има минимална загуба на вода или промена на распределбата на водата (и/или на сува материја), па јаглехидратите се појавуваат со повисок удел изразен на 100 g производ.

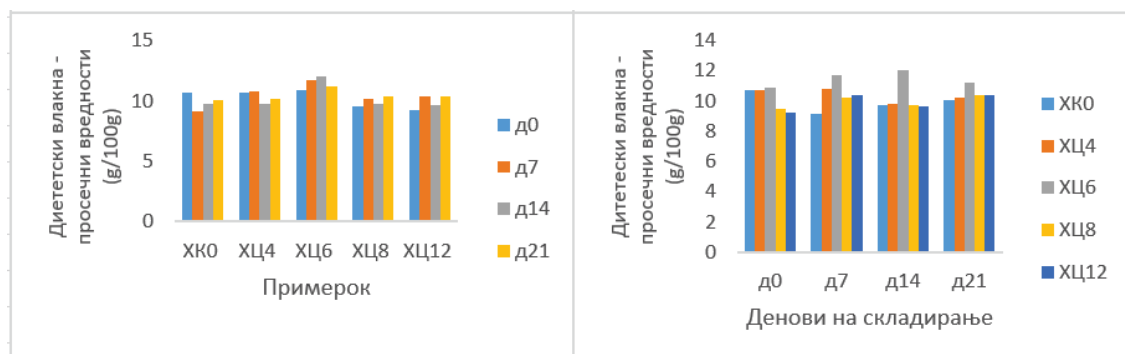
Од добиените резултати, може да се заклучи дека концентрацијата на масло од црно семе нема јасен, линеарен ефект врз јаглехидратите кај сите нивоа, но највисоката концентрација (ХЦ12) се издвојува со пониски вредности во однос на контролниот примерок, додека времето на чување покажува умерен тренд без статистички силна поткрепа во однос на д0.

Во истражувањето на Martinez-Velasco et al. (2024), умерените варијации на јаглехидратите без статистички значаен временски ефект се објаснуваат преку

интеракциите помеѓу јаглехидратната фракција (скроб и не-скробни полисахариди) и водата во комплексниот растителен матрикс. Кај хомогенизирани производи од растително потекло, јаглехидратите имаат изразена способност за врзување и задржување на вода, при што мали промени во распределбата на водната фаза доведуваат до варијации во релативниот состав изразен на 100 g производ, без да имплицираат хемиска промена или деградација на јаглехидратите (Martinez-Velasco et al., 2024). Слични вредности за вкупната содржина на јаглехидрати (≈ 16 g/100 g) во комерцијални хумуси се пријавени и од страна на Reister et al. (2020), што е во склад со резултатите добиени од анализираните примероци.

5.1.4. Содржина на диететски влакна во примероците хумус

Резултатите од анализата на содржината на диететски влакна кај испитуваните примероци хумус, изразени како просечни вредности според примерок (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12) и според денови на складирање (д0, д7, д14 и д21), се прикажани на Графикон 10.



Графикон 10. Просечни вредности на диететски влакна (g/100g) кај испитуваните примероци (според примерок и според денови на складирање)

Вкупната содржина на диететски влакна во примероците од хумус од наут се движи од 9,13 до 12,11 g/100 g, со просечна вредност од 10,32 g/100 g и медијана од 10,26 g/100 g. Варијабилноста е умерена ($SD = 0,76$ g/100 g; $CV \approx 7,38\%$), што е очекувано за параметар кој во основа зависи од уделот на наут (фиксен во рецептурата), но на 100 g производ може да варира поради хетерогеност на матрицата и релативни промени во водната фаза за време на чувањето.

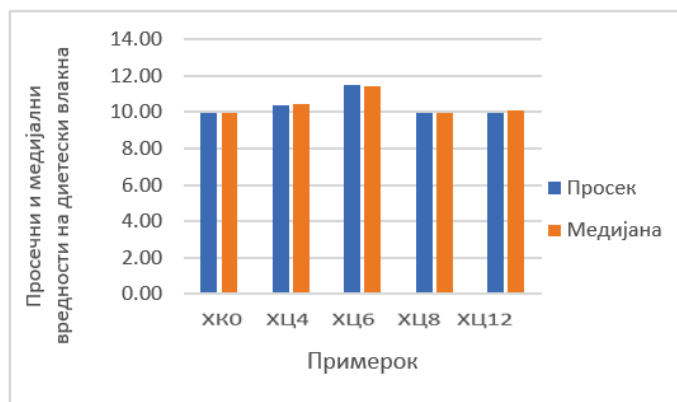
Дескриптивната статистика за содржината на диететски влакна е прикажана во Табела 9.

Табела 9. Дескриптивна статистика за содржина на диететски влакната (g/100g) кај испитуваните примероци (според примерок и според денови на складирање)

Индикатор	Вкупно	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	10,32	9,92	10,37	11,47	9,94	9,92	10,22	10,45	10,18	10,45
Медијана	10,26	9,93	10,46	11,43	9,98	10,06	10,66	10,41	9,78	10,32
Минимум	9,13	9,13	9,73	10,88	9,45	9,22	9,22	9,13	9,55	10,02
Максимум	12,11	10,77	10,79	12,11	10,45	10,44	10,95	11,78	12,11	11,27
SD	0,76	0,60	0,44	0,47	0,38	0,53	0,74	0,86	0,99	0,43
Опсег	2,98	1,64	1,06	1,23	1,00	1,22	1,73	2,65	2,56	1,25
CV(%)	7,4%	6,0%	4,2%	4,1%	3,9%	5,4%	7,2%	8,2%	9,8%	4,1%

Ако се разгледа движењето на просечните вредности вкрстено по примерок и по ден, по денови се забележува релативно стабилна слика: просекот е 10,22 g/100 g на д0, расте до 10,45 g/100 g на д7, потоа е многу сличен на д14 (10,18 g/100 g) и повторно е околу 10,45 g/100 g на д21. Овие разлики се мали и не укажуваат на јасен и конзистентен временски тренд.

Разликите по примероци графички се прикажани на Графикон 11.



Графикон 11. Просечни и медијални вредности на диететски влакна кај испитуваните примероци (според примерок)

По примероци, разликите се поизразени: ХЦ6 има највисоки вредности (просек 11,47 g/100 g; медијана 11,43 g/100 g), додека ХК0, ХЦ8 и ХЦ12 се многу блиски (просеци

околу 9,92–9,94 g/100 g), а ХЦ4 е умерено повисок (просек 10,37 g/100 g). Ова сугерира дека главниот извор на варијација кај диететските влакна е поврзан со рецептурата (разлики меѓу примероците), а не со времето на складирање.

На ниво на примерок, Крускал–Валис тестот покажува статистички значајни разлики помеѓу петте примероци ($H = 21,49$; $p = 0,0003$), што значи дека барем еден примерок има медијална вредност на диететски влакна која се разликува од останатите. За идентификација на конкретните разлики беа применети пост-хок споредби по парови со Ман–Витни У тест, а резултатите се прикажани во Табела 10.

Табела 10. Ман–Витни У тест за диететски влакна, контролниот наспроти останатите примероци

Индикатор	ХК0-ХЦ4	ХК0-ХЦ6	ХК0-ХЦ8	ХК0-ХЦ12
Статистика на тест	16,5	0,0	31,0	32,0
р-вредност	0,105	0,000	0,959	1,000

**Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0125$)*

Пост-хок споредбите покажуваат дека единствената статистички значајна разлика и по применетата Бонферони корекција ($\alpha = 0,0125$) е онаа помеѓу ХК0 и ХЦ6 ($p = 0,000$), додека за останатите споредби не се утврдени статистички значајни разлики. Оттука, може да се заклучи дека утврдената вкупна разлика меѓу примероците главно се должи на примерокот ХЦ6, додека останатите рецептури не се разликуваат значајно од контролниот примерок во однос на содржината на диететски влакна. Од временски аспект, Фридмановиот тест не укажува на статистички значајни разлики помеѓу четирите временски точки на мерење (д0, д7, д14 и д21), ($\chi^2=2,04$; $p=0,564$). Ова е во целосна согласност со дескриптивната статистика, каде што просечните вредности по денови се блиски и без изразена насока на промена.

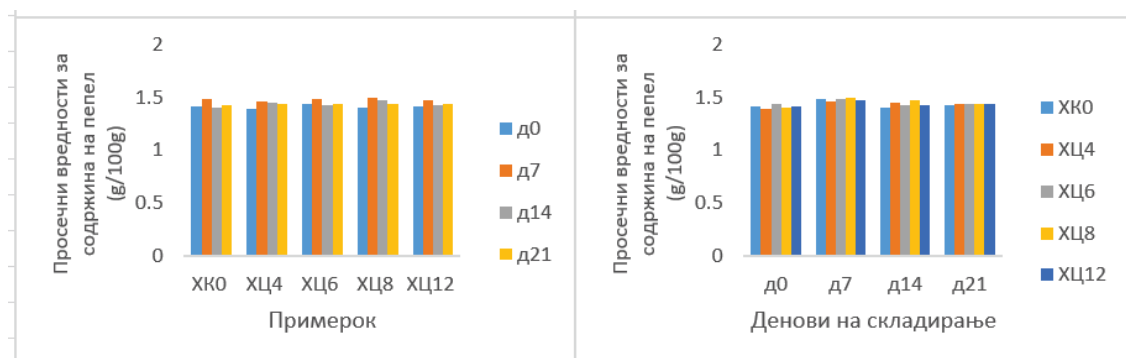
Во контекст на добиените резултати, диететските влакна се претежно стабилна фракција и во производ како што е хумусот не се очекува суштинска деградација за период од три недели при складирање на 4 ± 1 °C. Следствено, отсуството на статистички значајни временски разлики е во согласност со технолошките карактеристики на производот. Разликите меѓу примероците најверојатно се поврзани со варијации во уделот на додаденото масло, кое може да влијае на распределбата на водната и масната фаза и на степенот на хомогеност на матриксот, што индиректно се одразува врз

изразувањето на фракција од диететски влакна на 100 g производ. Најизразен ваков ефект се забележува кај примерокот ХЦ6, додека низ времето параметарот останува релативно стабилен.

Добиените резултати споредбено се повисоки со содржина на диететски влакна на комерцијален хумус во истражувањето на Alvarez et al. (2016), каде се пријавени 8,4 g диететски влакна/100 g производ, при што е назначено дека производот се карактеризира со висока содржина на диететски влакна и е класифициран како „high in fiber“, бидејќи ги исполнува критериумите на ЕУ регулативата за нутритивна изјава (≥ 6 g влакна/100 g). Во истото истражување е заклучено дека високата содржина на диететски влакна кај хумусот не треба да се разгледува исклучиво од нутритивен аспект, туку и како клучен технолошки фактор кој ја дефинира распределбата на водата и стабилноста на комплексниот растителен матрикс за време на складирањето, без притоа да дојде до вистинска деградација на фракција (Alvarez et al., 2016).

5.1.4. Содржина на пепел во примероците хумус

Резултатите од анализата на содржината на пепел кај испитуваните примероци хумус, изразени како просечни вредности според примерок (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12) и според денови на складирање (д0, д7, д14 и д21), се прикажани на Графикон 13.



Графикон 13. Просечни вредности на содржината на пепел (g/100g) кај испитуваните примероци (според примерок и денови на складирање)

Содржината на пепел во примероците од хумус од наут, разгледана вкупно за сите примероци, се движи од 1,39 до 1,50 g/100 g, со просечна вредност од 1,44 g/100 g и медијана од 1,44 g/100 g. Варијабилноста е многу ниска ($SD = 0,031$ g/100 g; $CV \approx 2,1\%$),

што укажува дека овој параметар е генерално стабилен и дека измерените промени се мали во апсолутни вредности.

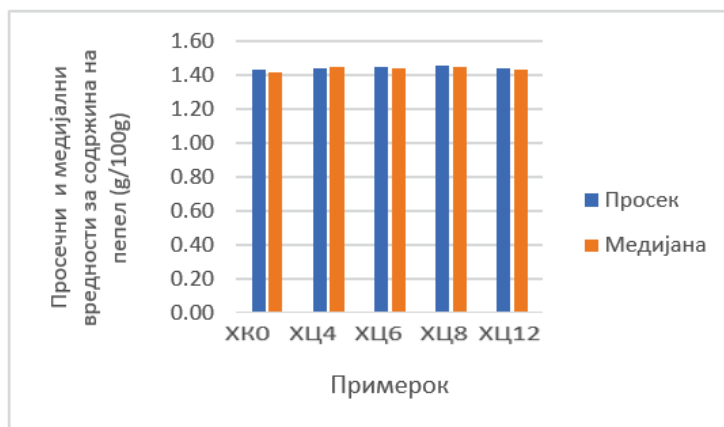
Дескриптивната статистика за содржината на пепел е прикажана во Табела 11.

Табела 11. Дескриптивна статистика на содржина на пепел (g/100g) кај испитуваните примероци (според примерок и според денови на складирање)

Индикатор	Вкупно	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	1,44	1,44	1,44	1,45	1,45	1,44	1,42	1,48	1,44	1,44
Медијана	1,44	1,42	1,45	1,44	1,45	1,43	1,42	1,48	1,44	1,44
Минимум	1,39	1,40	1,39	1,42	1,40	1,42	1,39	1,45	1,40	1,42
Максимум	1,50	1,50	1,48	1,50	1,50	1,48	1,44	1,50	1,48	1,46
SD	0,03	0,03	0,03	0,03	0,04	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Опсег	0,11	0,10	0,09	0,08	0,10	0,06	0,05	0,05	0,08	0,04
CV(%)	2,1%	2,3%	2,3%	2,0%	2,6%	1,7%	1,2%	1,2%	1,7%	1,2%

Во вкрстен приказ по примерок и ден се забележува дека кај сите примероци се јавува изразен максимум на д7, по што вредностите повторно се приближуваат до почетните нивоа. Кај ХК0, содржината на пепел се зголемува од 1,42 g/100 g на д0 на 1,485 g/100 g на д7, потоа се намалува на 1,41 g/100 g на д14 и се стабилизира на 1,43 g/100 g на д21. Слична динамика се забележува и кај останатите примероци: ХЦ4 (1,39 → 1,465 → 1,45 → 1,445 g/100 g), ХЦ6 (1,435 → 1,49 → 1,43 → 1,44 g/100 g) и ХЦ12 (1,42 → 1,47 → 1,43 → 1,44 g/100 g). Најизразено зголемување на д7 се забележува кај ХЦ8, каде содржината достигнува 1,50 g/100 g, по што се намалува на 1,47 g/100 g на д14 и 1,435 g/100 g на д21. Генерално, кај сите рецептури доминира временска флукуација со максимум на д7, наместо постепен тренд на раст или намалување.

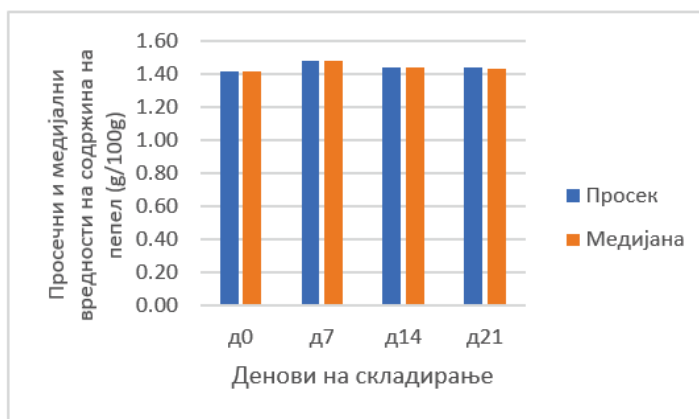
Разликите меѓу примероците графички се прикажани на Графикон 14.



Графикон 14. Просечни и медијални вредности (g/100g) на содржина на pepел кај испитуваните примероци (според примерок)

Разгледано на ниво на примерок, просечните вредности се речиси идентични и се движат во тесен интервал од 1,436 до 1,454 g/100 g, со многу блиски медијани (1,42–1,45 g/100 g). Крускал–Валис тестот не покажува статистички значајни разлики помеѓу петте примероци ($p = 0,747$), што укажува дека додатокот на масло од црно семе, во испитуваните концентрации, не доведува до значајно различна средна или медијална содржина на pepел во однос на контролниот примерок.

Просечните и медијалните вредности на pepел според денови на складирање се прикажани на Графикон 15.



Графикон 15 . Просечни и медијални вредности (g/100g) на pepел кај испитуваните примероци (според денови на складирање)

На ниво на ден, најниска просечна вредност е забележана на д0 (1,415 g/100 g), додека највисока е на д7 (1,482 g/100 g). Потоа следи стабилизација на д14 и д21

(просечни вредности 1,438 g/100 g), што укажува дека почетниот пораст е привремен. Фридмановиот тест укажува на статистички значајна разлика помеѓу четирите временски точки ($p = 0,0109$). За подетална анализа на поединечните разлики беше применет Вилкоксон тест по парови, а резултатите се прикажани во Табела 12.

Табела 12. Вилкоксон тест по парови за содржина на пепел кај испитуваните примероци

Индикатор	д7-д0	д14-д0	д21-д0
Статистика на тест	-2,023	-1,089	-2,023
p-вредност	0,043	0,276	0,043

**Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$)*

Сепак, при поединечни споредби на д0 со останатите денови, Вилкоксонскиот тест не покажува статистички значајни разлики по применетата Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$). Ова укажува дека иако временската анализа покажува одредена варијабилност, разликите не се доволно силни за да се потврдат како статистички значајни во однос на почетното мерење.

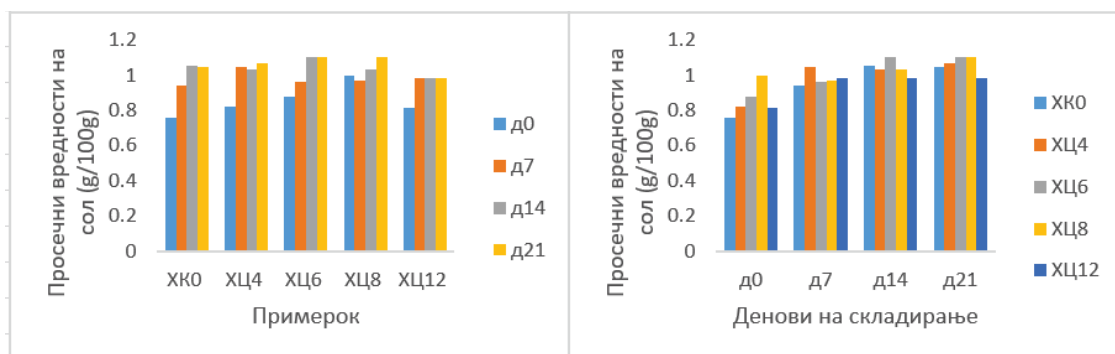
Согласно горенаведеното, минералната фракција на хумусот суштински не се менува со чување, па затоа и разликите во содржината на пепел се мали. Забележаниот максимум кај просечните вредности на д7 најверојатно е резултат на матрични ефекти, а не реална промена на минералниот состав. Генералниот заклучок е дека содржината на пепел е стабилен параметар, без статистички потврден ефект од рецептурата, додека времето покажува мала, не-линеарна флукуација со максимум на д7, без соодветно поткрепени статистички разлики во однос на д0.

Вредностите на содржина на пепел кај примероците се во согласност со пријавените 2–3 % пепел кај мешунка-базирани растителни намази, при што варијациите се припишуваат на минералниот состав на наутот и рецептурните додатоци како сол, а не на технолошкиот третман (Mladenović et al., 2021; Tenderis et al., 2025). Вредностите за содржина на пепел кај анализираниите примероци хумус се во согласност со пријавениот опсег од 2,1–3,4 %, за производи базирани на мешунки, при што варијациите се припишуваат на природната минерална содржина на суровината и рецептурните додатоци, особено солта (Tenderis et al., 2025). Литературните податоци укажуваат дека содржинат на пепел останува стабилна и при термички третмани (обработка со висок хидростатски притисок) и може релативно да се зголеми за време на складирањето поради концентрационен ефект како последица на губиток на вода, без значајни промени

во Na⁺ содржината (Peng et al., 215; Shahein et al.,2025).

5.1.6. Содржина на сол (NaCl) во примероците хумус

Резултатите од анализата на содржината на сол во испитуваните примероци хумус, како просечни вредности според примерок и според денови на складирање, се прикажани на Графикон 16.



Графикон 16. Просечни вредности на содржина на сол (g/100g) кај испитуваните примероци (според примерок и според денови на складирање)

Содржината на сол во хумусот од наут, гледано вкупно за сите примероци и сите временски точки, се движи во опсег од 0,75 до 1,12 g/100 g (\approx %), со просечна вредност од 0,98 g/100 g и медијана од 0,99 g/100 g. Варијабилноста е умерена (ст. дев. 0,10 g/100 g; коефициент на варијација околу 10,3%), што е очекувано за параметар кој во основа е поставен со рецепт, но може да варира поради хетерогеност на матрицата и распределбата на солта во производот.

Дескриптивната статистика за содржината на сол е прикажана во Табела 13.

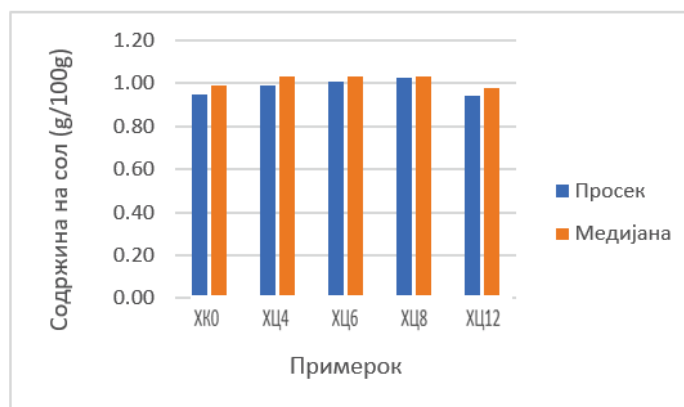
Табела 13. Дескриптивна статистика за содржина на сол кај испитуваните примероци (вкупно, според примерок и според денови на складирање)

Индикатор	Вкупно	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	0,98	0,95	0,99	1,01	1,03	0,94	0,85	0,98	1,04	1,06
Медијана	0,99	0,99	1,04	1,04	1,03	0,98	0,83	0,98	1,05	1,07
Минимум	0,75	0,75	0,81	0,87	0,91	0,81	0,75	0,94	0,98	0,97
Максимум	1,12	1,06	1,08	1,11	1,12	0,99	1,09	1,07	1,11	1,12
SD	0,10	0,13	0,11	0,10	0,07	0,08	0,10	0,04	0,04	0,05

Опсег	0,37	0,31	0,27	0,24	0,21	0,18	0,34	0,13	0,13	0,15
CV(%)	10,3%	13,6%	11,0%	10,1%	7,2%	8,3%	11,4%	4,2%	3,9%	4,6%

Кога се следи движењето на просечните вредности вкрстено по примерок и по ден, најочигледна е временската компонента: солта е најниска на иницијалното мерење (д0: просек 0,85 g/100 g; медијана 0,83 g/100 g), по што расте на д7 (просек 0,98 g/100 g; медијана 0,98 g/100 g), продолжува да се зголемува на д14 (просек 1,04 g/100 g; медијана 1,05 g/100 g) и го достигнува максимумот на д21 (просек 1,06 g/100 g; медијана 1,07 g/100 g). Овој раст е придружен со намалена варијабилност по денови во однос на д0 (на д7–д21 стандардните девијации се околу 0,04–0,05 g/100 g, наспроти 0,10 g/100 g на д0), што сугерира дека по иницијалното мешање/хомогенизација и стабилизација во текот на чувањето, мерењата стануваат поконзистентни меѓу примероците.

Распределбата на просечните и медијалните вредности на содржина на сол по примероци е прикажана на Графикон 17.

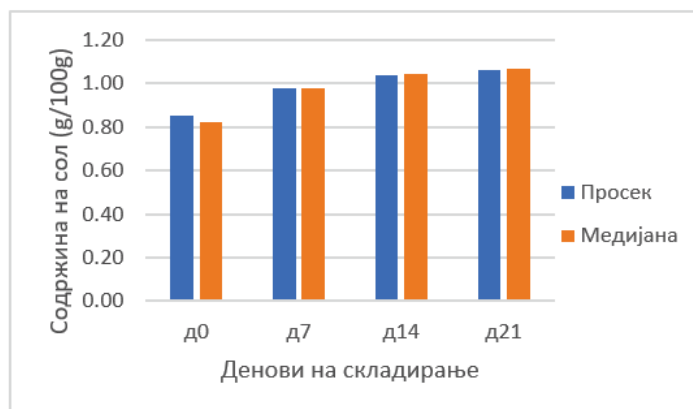


Графикон 17. Просечни и медијални вредности на содржина на сол (g/100g) кај испитуваните примероци (според примерок)

На ниво на примерок, просечните вредности се релативно блиски: контролниот примерок ХК0 има просек 0,95 g/100 g (медијана 0,99 g/100 g), ХЦ4 0,99 g/100 g (медијана 1,04 g/100 g), ХЦ6 1,01 g/100 g (медијана 1,04 g/100 g), ХЦ8 1,03 g/100 g (медијана 1,03 g/100 g), а ХЦ12 0,94 g/100 g (медијана 0,98 g/100 g). Иако забележливо е дека ХЦ8 и ХЦ6 имаат нешто повисоки средни/медијални вредности во однос на ХК0, а ХЦ12 нешто пониски (Графикон 17), Крускал–Валис тестот не укажува на статистички значајни разлики помеѓу петте примероци ($p = 0,273$). Оттука, во контекст на целта (ХК0 наспроти

ХЦ4–ХЦ12), нема доволно докази дека додатокот на масло од црно семе во различни концентрации суштински ја менува анализираната содржина на сол.

Распределбата на просечните и медијалните вредности на содржина на сол според денови на складирање е прикажана на Графикон 18.



Графикон 18. Просечни и медијални вредности на содржина на сол (g/100g) кај испитуваните примероци (според денови на складирање)

Според просечните и медијалните вредности за време на складирање, Фридмановиот тест покажува дека постојат статистички значајни разлики помеѓу четирите временски точки ($p = 0,030$), што е во линија со трендот на пораст на просекот од д0 кон д21. Меѓутоа, кога се споредува д0 како референтен ден со секој од следните денови, Вилкоксоновите споредби не покажуваат статистички значајни разлики по применета Бонферони корекција (д7–д0: $p = 0,080$; д14–д0: $p = 0,043$; д21–д0: $p = 0,043$; односно во сите случаи $p > 0,0167$) (Табела 14).

Табела 14. Вилкоксон тест по парови за содржина на сол по денови на складирање

Променлива	Индикатор	д7–д0	д14–д0	д21–д0
Сол	Статистика на тест	-1,753	-2,023	-2,023
	p-вредност	0,080	0,043	0,043

*Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$)

Практично, ова значи дека трендот на пораст постои и е конзистентен во дескриптивна смисла, но разликата во однос на д0 не е доволно изразена за да се потврди како статистички значајна во поединечни парови, при строга корекција на нивото на

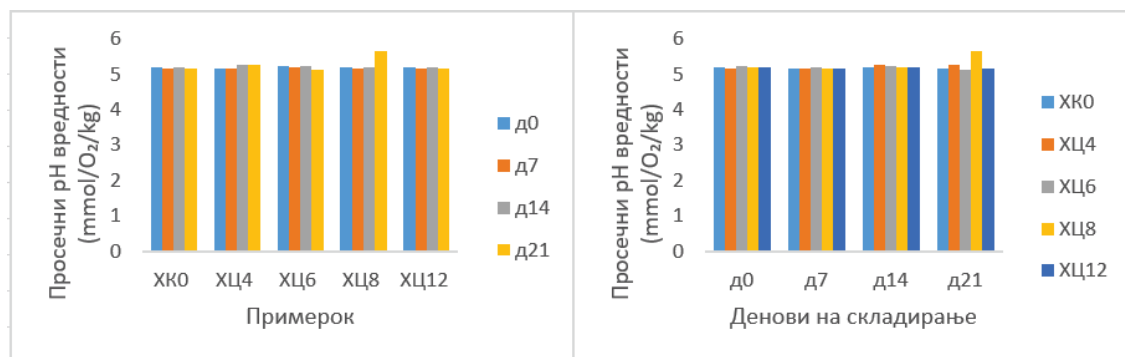
значајност, туку веројатно се работи за постепено акумулирање на промена низ повеќе последователни интервали.

Во истражувањето на Wallace et al. (2016), содржината на сол е прикажана преку содржината на натриум (Na), која кај традиционален хумус е пријавена како 114 mg Na на порција од 2 супени лажици, што приближно одговара на околу 450–500 mg Na/100 g, односно $\approx 1,1\text{--}1,3$ g сол/100 g, што е во ранг на добиените резултати од ова истражување. За споредба со резултатите, изразени како вкупна сол (NaCl), е применета стандардна нутритивна конверзија ($\text{NaCl} = \text{Na} \times 2,54$), во согласност со FAO/WHO препораките (Elmadfa & Kornsteiner, 2009).

5.2. АНАЛИЗА НА ФИЗИЧКО-ХЕМИСКИ СВОЈСТВА

5.2.1. pH во примероците хумус

Резултатите од истражувањето за параметарот pH во испитуваните примероци од хумус (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12), како средни вредности по примерок и по период на складирање (д0, д7, д14 и д21), се прикажани на Графикон 19.



Графикон 19. Просечни вредности на pH во испитуваните примероци (според примерок и според денови на складирање)

pH-вредноста кај хумусот од наут, вкупно за сите примероци, се движи од 5,13 до 6,16 со просек 5,22 и медијана 5,19. Варијабилноста е умерена ($SD = 0,16$), но резултат на присуство на една екстремна вредност (максимум 6,16), додека најголемиот дел од мерењата се групирани околу $\sim 5,15\text{--}5,27$ pH единици.

Дескриптивната статистика на pH-вредноста кај испитуваните примероци хумус, разгледана вкупно, како и според примерок и денови на складирање, е прикажана во

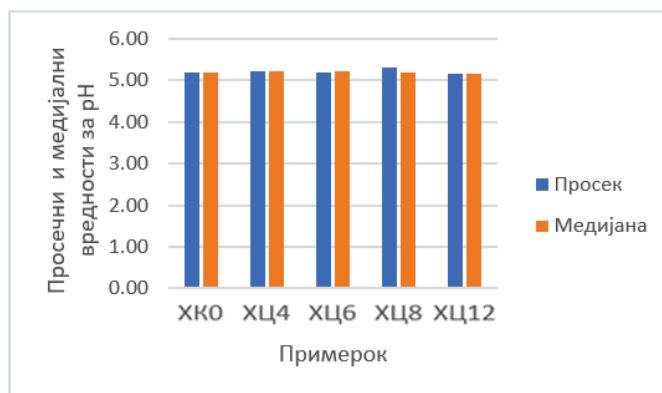
Табела 15.

Табела 15. Deskriptivna statistika na pH кај испитуваните примероци (вкупно, според примерок и денови на складирање)

Индикатор	Вкупно	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	5,22	5,19	5,22	5,20	5,31	5,18	5,20	5,17	5,22	5,27
Медијана	5,19	5,19	5,22	5,22	5,19	5,17	5,20	5,17	5,22	5,16
Минимум	5,13	5,16	5,14	5,13	5,15	5,15	5,18	5,14	5,19	5,13
Максимум	6,16	5,23	5,28	5,27	6,16	5,21	5,23	5,27	5,26	6,16
SD	0,16	0,03	0,06	0,05	0,35	0,03	0,02	0,04	0,02	0,32
Опсег	1,03	0,07	0,14	0,14	1,01	0,06	0,05	0,13	0,07	1,03
CV(%)	3,0%	0,5%	1,1%	1,0%	6,5%	0,5%	0,4%	0,7%	0,5%	6,0%

Во вкрстен приказ по примерок и ден, pH е генерално стабилен и без јасен линеарен тренд низ времето. На ниво на денови, просечните вредности се 5,20 на д0, па има мал пад на 5,17 на д7, потоа благо покачување на 5,22 на д14 и највисок просек на 5,27 на д21. Ова „зголемување“ на д21 не е генерален феномен кај сите примероци, туку најмногу е поврзано со поизразено покачување во еден примерок (ХЦ8).

Распределбата на просечните и медијалните вредности за pH по примероци е прикажана на Графикон 20.

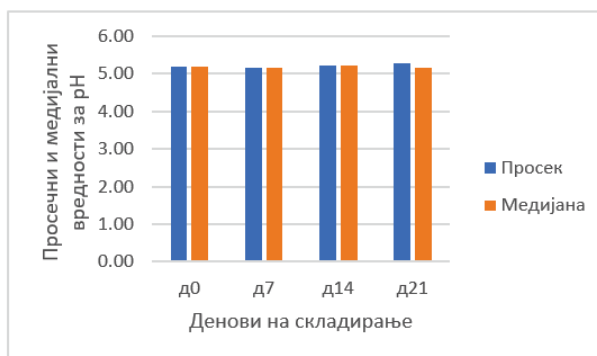


Графикон 20. Просечни и медијални вредности на pH кај испитуваните примероци (според примерок)

На ниво на примерок, просечните вредности се многу блиски, при што ХЦ8 е највисок пред сè поради зголемувањето на д21 (Графикон 20). Сепак, Крускал-Валис

тестот не покажува статистички значајни разлики помеѓу петте примероци ($p = 0,5257$), односно нема доволно докази дека рецептурата (контролен примерок наспроти примероци со масло од црно семе во различни концентрации) доведува до систематска промена кај рН вредноста на хумусот од наут.

Распределбата на вредностите за рН според денови на складирање е прикажана на Графикон 21.



Графикон 21. Просечни и медијални вредности на рН кај испитуваните примероци (според денови на складирање)

Од временски аспект, Фридмановиот тестот исто така не покажува статистички значајни разлики меѓу д0, д7, д14 и д21 ($p = 0,1417$), односно малите флукуации кои се забележуваат при дескриптивната анализа не се доволно конзистентни низ сите примероци за да се третираат како статистички значајна временска промена во однос на д0.

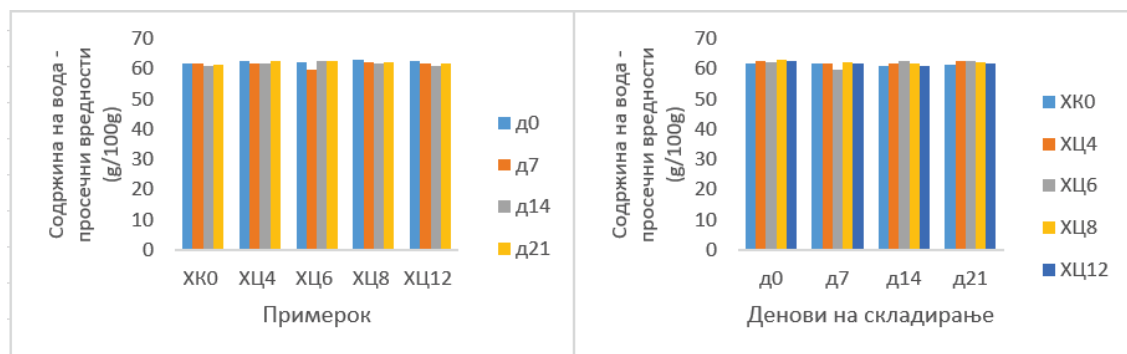
Согласно теоретските аспекти, може да се заклучи дека стабилноста на рН вредноста е очекувана. Имено, рН кај хумус со јаболков оцет и релативно стабилна матрица обично останува во слабокисел опсег. Малите варијации низ денови може да се должат на природни промени во киселинско-базната рамнотежа и микро-структурни промени. Изразеното покачување кај ХЦ8 на д21 најверојатно е резултат на специфична појава во тој примерок (локална хетерогеност, процес на распаѓање/микробиолошка активност во подпримерокот, или отстапка во мерењето). Генералниот заклучок е дека рН во примероците на хумусот од наут е стабилен параметар, со едно изразено отстапување кај ХЦ8 на д21 кое малку ја зголемува целокупната варијабилност.

Во истражувањето на Zelenáková et al. (2023) е забележана помалку кисела, односно поблиску до неутрална средина кај испитуваните наутни намази, при што рН-вредностите се движеле во интервал од 6,16 до 6,45. Авторите го посочуваат рН како

значаен фактор што влијае врз микробиолошката стабилност и рокот на траење на производот. Во споредба со тие резултати, кај испитуваните примероци во ова истражување е утврдена пониска рН-вредност, што укажува на поизразена киселост и потенцијално поповолни услови за ограничување на развојот на одредени микроорганизми.

5.2.2. Содржина на вода во примероците хумус

Графички приказ на средните вредности за содржината на вода во испитуваните примероци од хумус (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12), според периодите на складирање (д0, д7, д14 и д21), е прикажан на Графикон 22.



Графикон 22. Просечни вредности на содржина на вода (g/100g) кај испитуваните примероци (според примерок и според денови на складирање)

Содржината на вода во примероците од хумусот од наут, се движи од 59,71 до 62,93 g/100 g, со просек 61,96 g/100 g и медијана 61,99 g/100 g. Варијабилноста е релативно мала (ст. дев. 0,71 g/100 g, коеф. на варијација ~1,15%), што укажува дека параметарот е прилично стабилен во целина, без големи осцилации меѓу добените вредности.

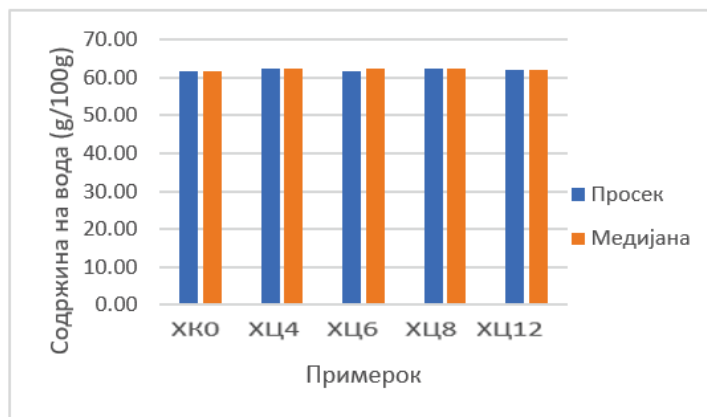
Дескриптивната статистика за содржината на вода, разгледана вкупно, како и според примерок и денови на складирање, е прикажана во Табела 16.

Табела 16. Дескриптивна статистика на содржина на вода (g/100g), вкупно, според примерок и според денови на складирање

Индикатор	Вкупно	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	61,96	61,58	62,32	61,79	62,29	61,84	62,47	61,57	61,70	62,12
Медијана	61,99	61,61	62,37	62,33	62,20	61,85	62,54	61,98	61,78	62,19
Минимум	59,71	61,08	61,73	59,71	61,80	61,18	61,83	59,71	61,08	61,34
Максимум	62,93	61,99	62,88	62,80	62,93	62,56	62,93	62,20	62,55	62,88
SD	0,71	0,39	0,52	1,22	0,41	0,52	0,38	0,92	0,54	0,59
Опсег	3,22	0,91	1,15	3,09	1,13	1,38	1,10	2,49	1,47	1,54
CV (%)	1,2%	0,6%	0,8%	2,0%	0,7%	0,8%	0,6%	1,5%	0,9%	1,0%

Кога се гледа движењето на просечните вредности вкрстено по денови, д0 има највисок просек (62,47 g/100 g), потоа има пад на д7 (61,57 g/100 g), по што вредностите повторно се блиску до иницијалните на д14 (61,70 g/100 g) и д21 (62,12 g/100 g). Ваквите резултати сугерираат дека иницијално високата влажност е проследена со краткотрајна флукуација на првата контрола, по што настанува стабилизација. На ниво на примерок по денови се гледа дека повеќето примероци имаат умерен пад на д7/д14 и потоа стабилизација, при што ХЦ6 се издвојува со изразен и привремен пад на д7.

Распределбата на просечните и медијалните вредности по примероци е прикажана на Графикон 23.



Графикон 23. Просечни и медијални вредности на содржина на вода (g/100g) кај испитуваните примероци (според примерок)

На ниво на примерок, просечните вредности се многу блиски: ХК0 = 61,58 g/100 g, ХЦ4 = 62,32 g/100 g, ХЦ6 = 61,79 g/100 g, ХЦ8 = 62,29 g/100 g, ХЦ12 = 61,84 g/100 g. Согласно ова, ХЦ4 и ХЦ8 се издвојуваат со малку повисоки вредности во однос на контролниот примерок.

Во однос на статистичката значајност помеѓу примероците, Крускал-Валис тестот има p -вредност еднаква на 0,054, што е на граница на статистичка значајност. Дополнително, пост-хок споредбите со Ман-Витни U тестот (контролниот примерок наспроти останатите) укажуваат дека постои статистички значајна разлика помеѓу контролниот примерок ХК0 и примерокот ХЦ8 ($p = 0,005$), при што таквата разлика останува значајна и по аплицирање на Бонферони корекцијата ($\alpha = 0,0125$) (Табела 17)

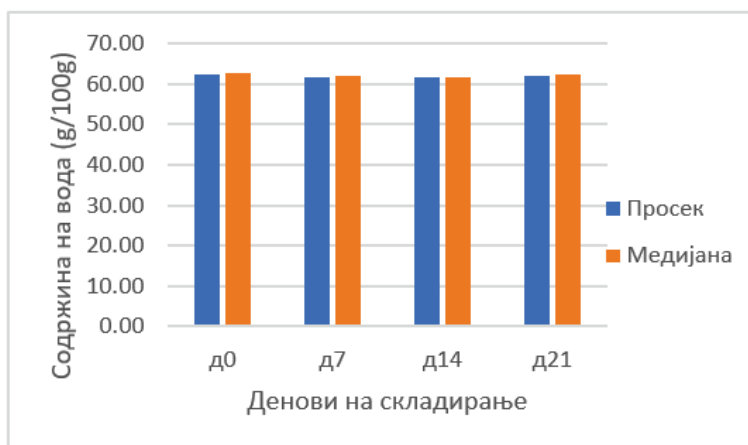
Табела 17. Ман-Витни U тест за содржина на вода, контролниот наспроти останатите примероци

Променлива	Индикатор	ХК0-ХЦ4	ХК0-ХЦ6	ХК0-ХЦ8	ХК0-ХЦ12
Вода	Статистика на тест	11,0	16,0	6,5	22,0
	p -вредност	0,028	0,105	0,005	0,328

*Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha=0,0125$)

За останатите споредби на ХК0 со ХЦ4, ХЦ6 и ХЦ12, одредени разлики се утврдени помеѓу ХК0 и ХЦ4 ($p = 0,028$), но истите се незначајни по аплицирање на Бонферони корекцијата. Во останатите случаи не се утврдени статистички значајни разлики (p -вредностите се 0,105 и 0,328 соодветно за ХК0-ХЦ6 и ХК0-ХЦ12 споредбите). Оттука, ефектот на рецептурата кај примероците хумус врз водата е селективен и најизразен кај ХЦ8, а не генерален кај сите концентрации.

Распределбата на вредностите за содржината на вода според денови на складирање е прикажана на Графикон 24.



Графикон 24. Просечни и медијални вредности на содржина на вода (g/100g) кај испитуваните примероци (според денови на складирање)

Од временски аспект, Фридмановиот тест не покажува статистички значајни разлики меѓу д0, д7, д14 и д21 ($p = 0,241$). Следствено, може да се констатира дека содржината на вода во хумусот од наут е висока и стабилна, а малиот пад на д7 најверојатно е поврзан со варијации во хомогеноста или со привремена реорганизација на матрицата (врзување/ослободување вода), по што системот се стабилизира.

Согласно горенаведеното, не постојат цврсти статистички докази дека додатокот на масло од црно семе или времето на чување предизвикуваат значајни промени во водата во примероците на хумус од наут.

5.2.3. Активитет на вода (a_w) во примероците хумус

Активитетот на вода кај хумусот од наут е релативно висок и многу стабилен низ сите примероци и низ целиот 21-дневен период. Вкупно, вредностите се движат од 0,97 до 0,97, со просек 0,9734 и медијана 0,973, при многу мала варијабилност (ст. дев. 0,001374, опсег 0,006). Ова укажува на конзистентна „слободна“ водна фаза во производот, без изразени осцилации кои би упатиле на силни структурни промени во матрицата (Табела 18).

Табела 18. Дескриптивна статистика на активитетот на водата (вкупно, според примерок и според денови на складирање)

Индикатор	Вк.	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97
Медијана	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97
Минимум	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97	0,97
Максимум	0,98	0,98	0,97	0,97	0,98	0,98	0,98	0,98	0,97	0,98
SD	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Опсег	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00
CV(%)	0,1%	0,2%	0,1%	0,1%	0,1%	0,1%	0,1%	0,2%	0,1%	0,2%

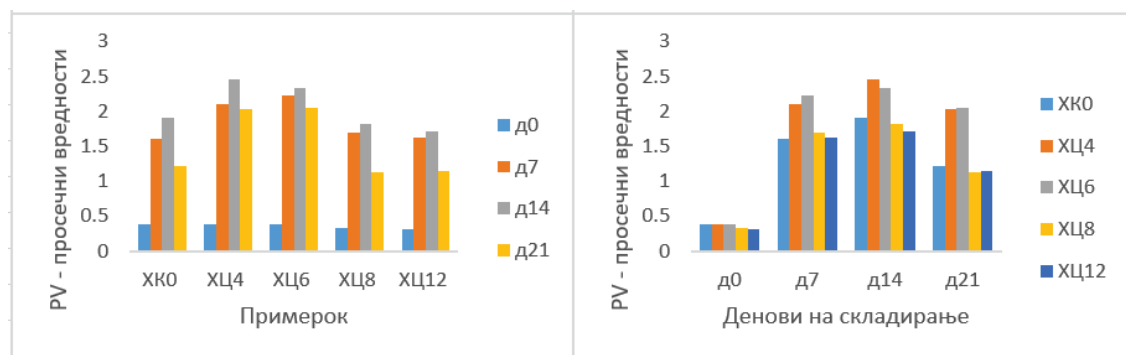
Активитет на вода од околу 0,97 е карактеристичен за производи со висока „расположлива“ вода и затоа е параметар кој повеќе говори за микробиолошки ризик и стабилност отколку за рецептурни разлики во липидната фаза. Маслото од црно семе,

како липидна компонента, може индиректно да влијае преку емулзификација и врзување на водата во матрицата, но согласно резултатите од спроведената анализа тој ефект е премногу мал и неконзистентен за статистички да се потврди. Генералниот заклучок е дека активитетот на вода останува стабилен и не се менува значајно ниту по рецептура, ниту по време.

Слично на добиените резултати, кај анализирани наутни намази вредностите на активноста на водата се движеле во опсег од 0,95 до 0,99, при што овие параметри биле идентификувани како клучни фактори што ја ограничуваат микробиолошката стабилност и го скратуваат рокот на траење (Zeleňáková et al., 2023).

5.2.4. Пероксиден број (PV) во примероците хумус

Графички приказ на просечните вредности на пероксидниот број во испитуваните примероци од хумус (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12), според периодите на складирање (д0, д7, д14 и д21), е прикажан на Графикон 25.



Графикон 25 . Просечни вредности на пероксиден број (mmol O₂/kg) кај испитуваните примероци (според примерок и според денови на складирање)

Доколку се погледне графичкиот приказ, може да се забележи дека пероксидниот број е значително понизок на д0 (околу 0,36 mmol O₂/kg во просек), истиот постепено се зголемува на д7 и д14, по што бележи благ пад на д21. Кај примероците, движењето на пероксидниот број по денови ја следи истата шема за секој примерок, при што примероците ХЦ4 и ХЦ6 (со 4% и 6% масло од црно семе) имаат генерално повисоки измерени вредности, при што максимумот е утврден кај ХЦ4 на ден14 (2,455 mmol O₂/kg).

Дескриптивната статистика за пероксидниот број кај испитуваните примероци, разгледана вкупно, како и според примерок и денови на складирање, е прикажана во

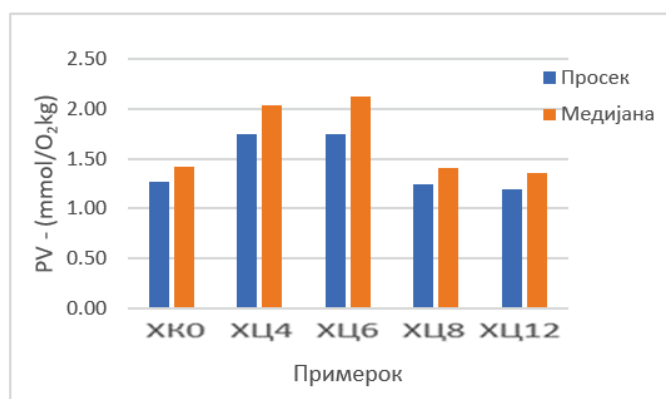
Табела 19.

Табела 19. Дескриптивна статистика на вредностите на пероксидниот број (вкупно, според примерок и според денови на складирање).

Индикатор	Вкупно	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	1,44	1,28	1,74	1,75	1,24	1,20	0,36	1,85	2,05	1,51
Медијана	1,66	1,42	2,04	2,12	1,41	1,36	0,37	1,71	1,91	1,22
Минимум	2,55	0,37	0,37	0,37	0,32	0,31	0,31	1,57	1,69	1,07
Максимум	0,31	1,95	2,55	2,35	1,86	1,75	0,39	2,25	2,55	2,05
SD	0,73	0,61	0,86	0,85	0,63	0,59	0,03	0,28	0,31	0,46
Опсег	2,24	1,58	2,18	1,98	1,54	1,44	0,08	0,68	0,86	0,98
CV(%)	50,4%	47,9%	49,4%	48,7%	51,0%	49,4%	8,8%	15,1%	15,4%	30,1%

Пероксидниот број (PV), кај примероците на хумусот од наут покажува умерена оксидација кај сите примероци, за целиот 21-дневен период на складирање. Опсегот на измерени вредности се движи од 0,31 до 2,55 mmol O₂/kg, со просечна измерена вредност од 1,44 mmol O₂/kg, односно медијана од 1,66 mmol O₂/kg. Широкиот опсег на вредности и високата варијабилност (коэффициент на варијација од 50,4%) се показател за хетерогеноста на овој хемиски параметар, која главно се должи на разликите во составот помеѓу примероците и периодот на складирање.

Распределбата на просекот и медијана за вредноста на пероксидниот број кај испитуваните примероци е прикажана на Графикон 26.



Графикон 26. Просечни и медијални вредности на пероксиден број (mmol O₂/kg) кај испитуваните примероци (според примерок и денови на складирање)

На ниво на примерок, медијалните вредности варираат од 1,36 mmol O₂/kg за

примерокот со 12% масло од црно семе, до 2,12 mmol O₂/kg кај примерокот со 6% масло од црно семе. Просечните вредности се нешто пониски и се движат од 1,2 до 1,75 mmol O₂/kg. Видно од графикон 26, додатокот на масло од црно семе во хумусот од наут води кон зголемена иницијална оксидација (примероците со 4% и 6% додаток на масло од црно семе), при што натамошно зголемување на неговата количина води кон намалување на просечните и на медијалните вредности (примероците со 8% и 12% соодветно), сугерирајќи дека преку антиоксидансите застапени во маслото од црно семе повисоките дози водат до стабилизација на овој хемиски параметар.

Врз основа на спроведените статистички тестови, согласно утврдениот методолошки пристап, Крускал–Валис тестот укажа на постоење на вкупна разлика во пероксидниот број помеѓу примероците (статистика на тест еднаква на 10,53 и соодветна р-вредност од 0,032), односно дека барем еден од овие примероци има медијална вредност која статистички се разликува од останатите. Меѓутоа, пост-хок споредбите по парови (Ман–Витни У тест), за првиот наспроти останатите примероци, не идентификуваа ниту еден конкретен пар со статистички значајни разлики (сите р-вредности се поголеми од нивото на значајност $\alpha=0,0125$) (Табела 20).

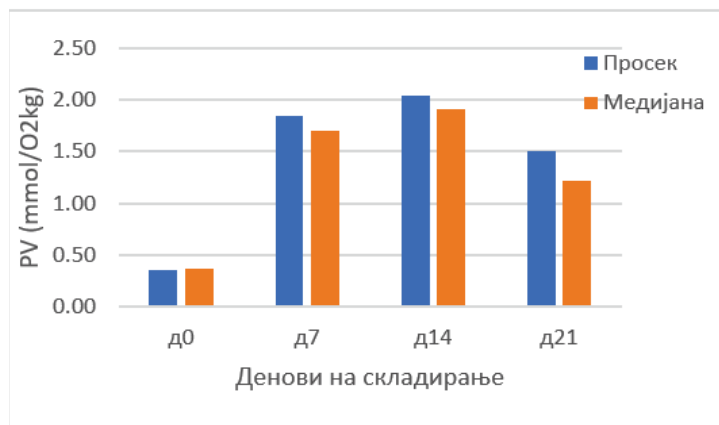
Табела 20. Ман–Витни У тест за пероксидниот број, контролниот примерок наспроти останатите примероци

Променлива	Индикатор	ХК0- ХЦ4	ХК0- ХЦ6	ХК0- ХЦ8	ХК0- ХЦ12
Пероксиден број (PV)	Статистика на тест	14,0	14,0	29,0	26,0
	р-вредност	0,065	0,065	0,798	0,574

**Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0125$)*

Оттука, иако анализата обезбедува докази за постоење на генерална статистички значајна разлика кај пероксидниот број помеѓу примероците со различна концентрација на масло од црно семе, не постојат доволно цврсти докази кои може да потврдат дека истата се јавува помеѓу контролниот примерок и останатите примероци.

Распределбата на вредностите за пероксидниот број според денови на складирање е прикажана на Графикон 27.



Графикон 27. Просечни и медијални вредности на пероксиден број (mmol O₂/kg) кај испитуваните примероци (според денови на складирање)

Набљудувано од временски аспект, најстабилни и најниски просечни вредности се забележани при иницијалното мерење, односно на денот д0. Вредностите при ова мерење се движат од 0,31 до 0,39 mmol O₂/kg (тесен опсег на вредности од 0,08), со просек од 0,36 mmol O₂/kg и стандардна девијација од 0,03, што резултира со коефициент на варијација од 8,8%, карактеристично за свеж хумус без значителна оксидација. Зголемувањето на пероксидниот број кулминира по две недели, односно на д14, кога просекот достигнува до 2,05 mmol O₂/kg (медијаната изнесува 1,91 mmol O₂/kg), со коефициент на варијација од 15,4% и зголемен опсег (0,86). При последното мерење, на д21, просекот паѓа на 1,51 mmol O₂/kg (медијана 1,22 mmol O₂/kg), но се зголемува коефициентот на варијација, кој достигнува 30,1%, укажувајќи на забрзана, но неуниформна деградација.

Согласно спроведената статистичка анализа, Фридмановиот тест укажа на статистички значајни разлики во пероксидниот број помеѓу четирите временски точки на следење (статистиката на тест изнесува 15, додека соодветната р-вредност е еднаква на 0,002). Меѓутоа, пост-хок анализите со примена на Вилкоксоновиот ранг тест, споредувајќи го првиот со секој од останатите денови на мерење, не покажаа статистички значајни разлики за ниту еден од тестираните парови (пресметаните р-вредности се поголеми од утврденото ниво на значајност $\alpha=0,0167$) (Табела 21).

Табела 21. Вилкоксон тест по парови за пероксидниот број по денови на складирање

Променлива	Индикатор	д7-д0	д14-д0	д21-д0
Пероксиден бр. (PV)	Статистика на тест	-2,023	-2,023	-2,023
	p-вредност	0,043	0,043	0,043

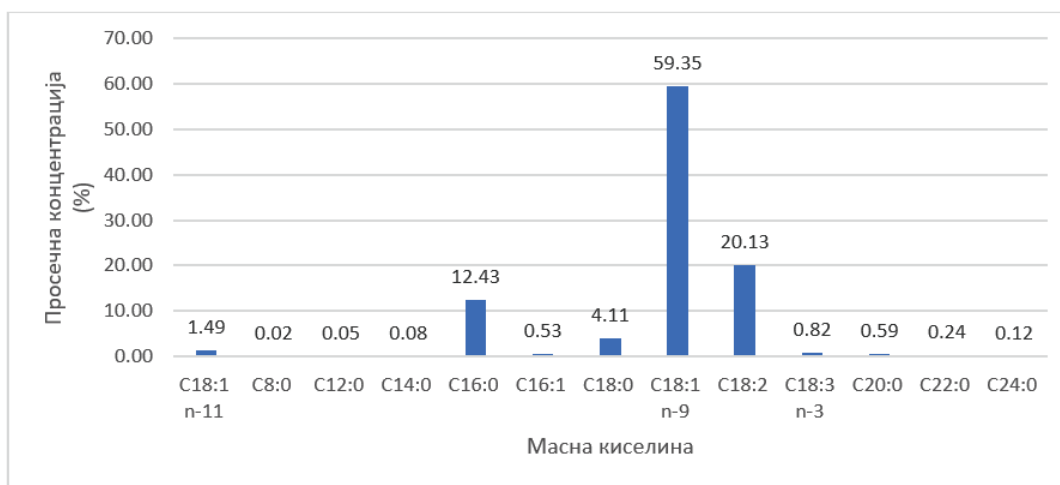
*Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$)

Ваквиот резултат укажува дека идентификуваните разлики не се доволно изразени за да може со сигурност да се каже дека истите се статистички значајни, доколку се споредува првиот ден, како референтна точка, во однос на секој нареден ден на мерење.

Со индикативна споредба на трендовите, релативно ниските вредности на пероксиден број во хумусот од наут, особено во повисоките концентрации (8 % и 12 %), укажуваат на висока оксидативна стабилност на системот. Постои сличност и во истражувањето направено од Ozdemir et al. (2018) односно кај емулзиските системи збогатени со масло од *Nigella sativa* (5 %, 10 % и 20 %) е забележано намалување на оксидацијата со зголемување на уделот на ова масло.

5.2.5. Масно-киселински состав во примероците хумус

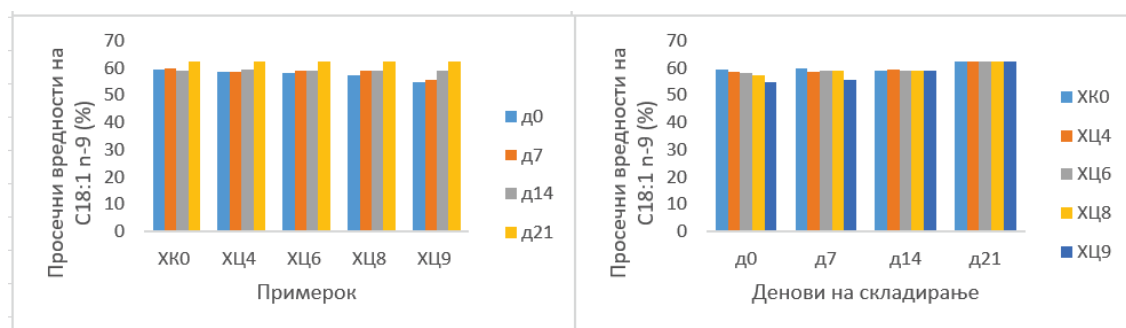
Масно-киселинскиот профил на примероците од хумус од наут, изразен во % е прикажан преку просечните концентрации на утврдените масни киселини на Графикон 28.



Графикон 28 . Просечни концентрации (%) на утврдените масни киселини, вкупно за сите примероци

Масно-киселинскиот профил кај примероците од хумус од наут, изразен во %, покажува доминација на мононезаситената олеинска киселина C18:1 n-9, со просечен удел од вкупните масни киселини од 59,35%; потоа полинезаситената C18:2 линолна киселина, со просечен удел од 20,13%; заситената C16:0 палмитинска киселина, со просечен удел од 12,43%; и C18:0 стеаринска киселина, со просечен удел од 4,11%. Останатите масни киселини се присутни во ниски удели (<2%), додека пак дел се во мали трагови. Доколку се гледаат просечните вредности вкрстено по примерок и ден, анализата покажа дека кај доминантните киселини се забележуваат умерени осцилации по денови.

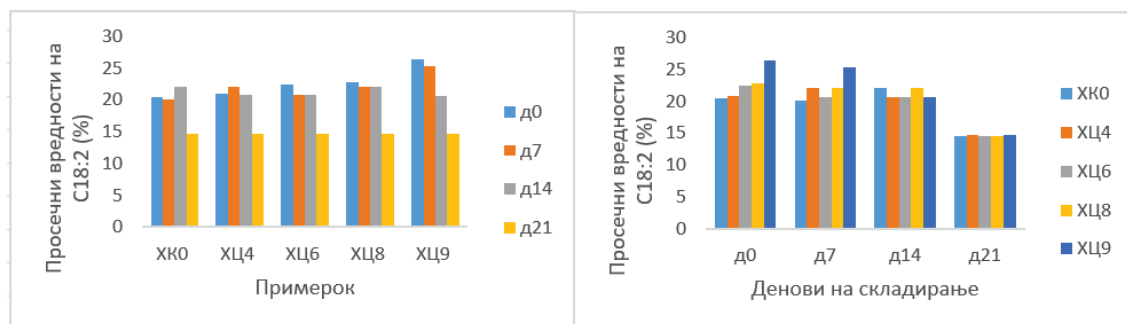
Просечните вредности на најзастапената олеинската киселина C18:1 n-9 (%), според примерок и според денови на складирање се прикажани на Графикон 29.



Графикон 29. Просечни вредности на олеинската киселина C18:1 n-9 (%) кај испитуваните примероци (според примерок и според денови на складирање)

Вредностите за олеинската киселина C18:1 n-9 се движат од 57,59% на д0 кон 59,01% на д7, и достигнуваат повисоко ниво од 62,38% на д14, и повторно се спуштаат на 58,42% на д21.

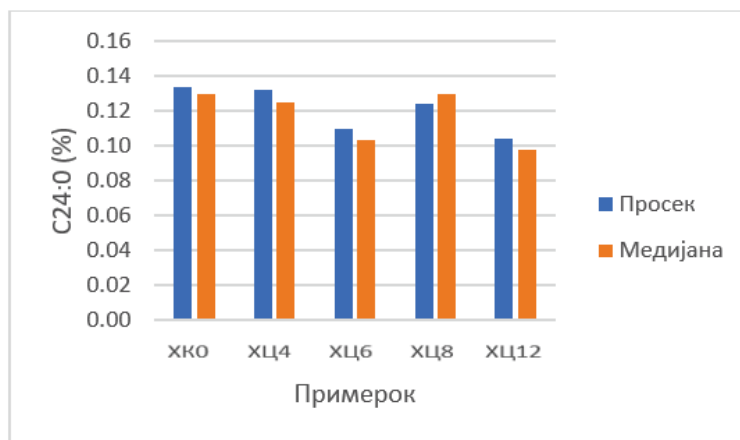
Просечните вредности на линолната киселина C18:2, според примерок и според денови на складирање се прикажани на Графикон 30.



Графикон 30. Просечни вредности на линолната киселина C18:2 (%) кај испитуваните примероци (според примерок и според денови на складирање)

Наспроти тоа, линолната киселина C18:2 има обратен образец, со 22,60 % на д0, 21,25 % на д7, изразено пониско 14,63 % на д14, и 22,04 % на д21.

На ниво на примерок, за речиси сите масни киселини не се утврдени статистички значајни разлики меѓу примероците (p-вредностите од спроведениот Крускал–Валис тест се поголеми од 0,05), што значи дека додатокот на масло од црно семе во опсегот 4–12% не довел до „конзистентно“ поместување на релативниот удел (%) на поединечните киселини во однос на контролниот примерок, барем не на ниво кое е статистички значајно. Исклучок од ова е C24:0, лигноцеринска киселина (Крускал–Валис p=0,015) (Графикон 31).



Графикон 31. Просечни и медијални вредности на лигноцеринска киселина (C24:0) кај испитуваните примероци (според примерок)

Применетите пост-хок споредби покажуваат дека разликата е најизразена меѓу контролниот примерок и примерокот со највисока концентрација на масло од црно семе (ХК0–ХЦ12), со $p = 0,005$, што укажува на статистички значајна разлика дури и со аплицирана Бонферони корекција на нивото на значајност ($\alpha = 0,0125$). Во овој контекст, ХК0 има повисока просечна концентрација на оваа масна киселина од ХЦ12, 0,133 % (медијана 0,130 %) наспроти 0,104 % (медијана 0,098 %) за ХЦ12, што упатува дека со повисок удел на масло од црно семе се намалува релативниот удел на оваа заситена киселина во масната фракција, најверојатно поради разредување/поместување на профилот кон доминантните незаситени киселини.

На ниво на ден, спроведениот Фридманов тестот покажува дека кај речиси сите масни киселини (со исклучок на лауринската киселина С12:0) постојат одредени разлики низ времето (p-вредности помали од 0,05), при што главно се забележуваат разлики помеѓу иницијалното мерење (д0) и последното контролно мерење (д21). Сепак, доколку се набљудуваат споредбено контролните мерења со иницијалното мерење (д0 наспроти останатите мерења), спроведените статистички тестови, по направена Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$), не укажуваат на статистички значајни разлики за ниту една масна киселина (p-вредностите за сите споредби на д0 со останатите мерења се $\geq 0,039$). Ваквиот резултат најверојатно значи дека временската разлика е водена од мали но конзистентни поместувања што стануваат видливи во рангирањето на повеќе услови, но не се доволно силни кога д0 се зема како единствена референтна точка со строга корекција (Бонферони корекција на нивото на значајност).

Во продолжение е даден краток осврт на резултатите од спроведената статистичка анализа на секоја масна киселина одделно, при што сумарната евалуација е прикажана во Табела 22.

Табела 22. Сумарна статистичка евалуација на масно-киселинскиот состав (% од вкупните масни киселини) кај испитуваните примероци

Масна киселина	Вкупен просек (%)	Ефект на примерок (Крускал–Валис p)	Ефект на ден (Фридманов p)	Пост-хок д0 наспроти останати
С18:1 n-11	1,49	0,604	0,026	ns
С8:0	0,020	0,574	0,0067	ns
С12:0	0,050	0,345	0,106	ns

C14:0	0,082	0,546	0,026	ns
C16:0	12,43	0,778	0,021	ns
C16:1	0,529	0,670	0,015	ns
C18:0	4,11	0,670	0,026	ns
C18:1 n-9	59,35	0,320	0,007	ns
C18:2	20,13	0,351	0,0126	ns
C18:3 n-3	0,820	0,483	0,022	ns
C20:0	0,595	0,815	0,0090	ns
C22:0	0,243	0,153	0,0135	ns
C24:0	0,121	0,015	0,0386	p = 0,005

*ns = статистички незначајно по Бонферони корекција ($\alpha = 0,0125$ за примероци; $\alpha = 0,0167$ за денови).

Цис-вакценска киселина (C18:1 n-11) е присутна како мала, но стабилна фракција (1,49%), без статистички значајни разлики меѓу примероците (Крускал–Валис тест, $p = 0,604$). По денови е утврдена вкупна разлика (Фридманов тест, $p = 0,026$), но споредбите д0 наспроти д7/д14/д21 не се статистички значајни по Бонферони корекција.

Каприлна киселина (C8:0) е детектирана во траги (0,020 %), без значајни разлики меѓу примероците (Крускал–Валис тест, $p = 0,574$). По денови е утврдена вкупна разлика (Фридманов тест, $p = 0,0067$), но споредбите со д0 не покажуваат статистички значајни разлики по Бонферони корекција.

Лауринска киселина (C12:0) е присутна со просечна концентрација од околу 0,05% и не покажува статистички значајни разлики ниту меѓу примероците (Крускал–Валис тест, $p = 0,345$) ниту по денови (Фридманов тест, $p = 0,106$).

Миристинска киселина (C14:0) е застапена во низок удел (0,082%), без статистички значајни разлики меѓу примероците (Крускал–Валис тест, $p = 0,546$). По денови е утврдена вкупна разлика (Фридманов тест, $p = 0,026$), но парните споредби со д0 не се статистички значајни по Бонферони корекција.

Палмитинска киселина (C16:0) претставува главна заситена компонента во хумусот од наут (12,43%), без статистички значајни разлики меѓу примероците (Крускал–Валис тест, $p = 0,778$). По денови постои вкупна разлика (Фридманов тест, $p = 0,021$), но споредбите д0 наспроти останатите денови не се статистички значајни.

Палмитоолеинска масна киселина (C16:1) има просечен удел од 0,529%, без значајни разлики меѓу примероците (Крускал–Валис, $p = 0,670$). Иако по денови е

утврдена вкупна разлика (Фридман, $p = 0,015$), споредбите со d_0 не се статистички значајни.

Стеаринската киселина (C18:0) има умерен удел (4,11%) и не покажува значајни разлики меѓу примероците (Крускал–Валис, $p = 0,670$). По денови постои вкупна разлика (Фридман, $p = 0,026$), но без значајни разлики во споредбите со d_0 .

Олеинската киселина (C18:1 n-9) е доминантна (59,35%) и не покажува значајни разлики меѓу примероците (Крускал–Валис, $p = 0,320$). По денови е утврдена вкупна разлика (Фридман, $p = 0,0070$), но споредбите со d_0 не се статистички значајни.

Линолната киселина (C18:2) има висок удел (20,13%) и не покажува значајни разлики меѓу примероците (Крускал–Валис, $p = 0,351$). По денови е утврдена вкупна разлика (Фридман, $p = 0,0126$), но без значајни разлики во споредбите со d_0 .

Линоленската киселина (C18:3 n-3) е присутна во низок удел (0,820 %), без значајни разлики меѓу примероците (Крускал–Валис, $p = 0,483$). По денови е утврдена вкупна разлика (Фридман, $p = 0,022$), но без статистички значајни поместувања во однос на d_0 .

Арахидонската киселина (C20:0) има просечен удел од 0,595% и не покажува значајни разлики меѓу примероците (Крускал–Валис, $p = 0,815$). По денови е утврдена вкупна разлика (Фридман, $p = 0,0090$), но споредбите со d_0 не се статистички значајни.

Бехенската киселина (C22:0) е присутна во низок удел (0,243%), без значајни разлики меѓу примероците (Крускал–Валис, $p = 0,153$). Иако по денови е утврдена вкупна разлика (Фридман, $p = 0,0135$), споредбите со d_0 не се статистички значајни.

Лигноцеринската киселина (C24:0) има најнизок удел (0,121%), но единствено покажува статистички значајни разлики меѓу примероците (Крускал–Валис, $p = 0,015$), при што контролниот примерок се разликува од примерокот со највисока концентрација на масло од црно семе (Ман–Витни У, $p = 0,005$). По денови е утврдена вкупна разлика (Фридман, $p = 0,0386$), но споредбите со d_0 не се статистички значајни по Бонферони корекција.

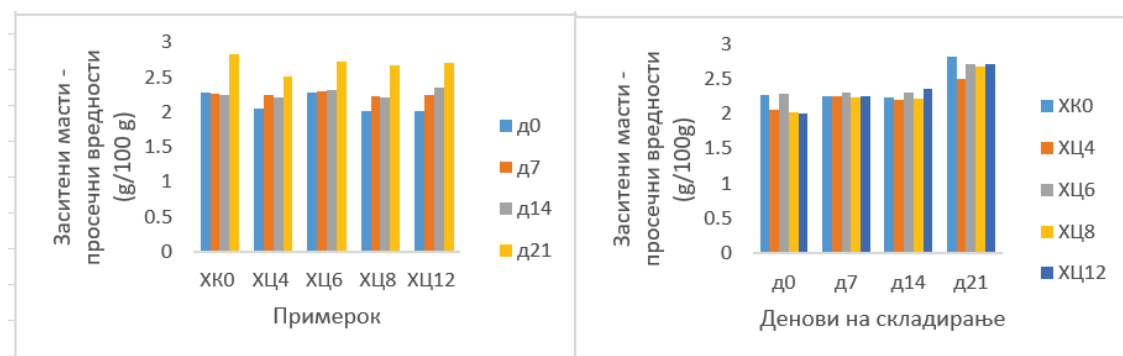
Доминацијата на незаситените масни киселини во испитуваните примероци на хумусот е во согласност со литературните податоци кои укажуваат дека хумусот е значаен извор на полинезаситени и мононезаситени масни киселини (Wallace et al., 2016). Подетално, наутот како суровина се карактеризира со масно-киселински профил во кој доминира линолната киселина (C18:2, приближно 46–62%), додека олеинската киселина (C18:1) е застапена со понизок удел (околу 24–29%), што е типично за мешунките (Jha et al., 2024). Кај таанот, олеинската и линолната киселина се присутни со релативно

блиски удели, најчесто во интервал од околу 35–50 % за секоја (Gharby et al., 2015; Sdiq et al., 2025).

Маслото од *Nigella sativa* се карактеризира со содржина на линолна киселина (40–45%) како најзастапена и понизок удел на олеинската киселина (20 – 25 %), што го класифицира како линолно-олеински тип масло (Fidan, 2019). Добиениот масно-киселински профил на хумусот со доминантна олеинска киселина (~59 %) и умерен удел на линолна (~20 %) упатува на формулации во кои маслиновото масло има значаен придонес, бидејќи кај маслиновото масло олеинската киселина доминира, додека линолната е застапена со понизок и варијабилен удел (Casal et al., 2010).

5.2.2. Содржина на заситени масти во примероците хумус

Резултатите од истражувањето за содржината на заситени масти во испитуваните примероци од хумус (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12), како средни вредности по примерок и по период на складирање (д0, д7, д14 и д21), се прикажани на Графикон 32.



Графикон 32. Просечни вредности на заситени масти во испитуваните примероци (според примерок и според денови на складирање)

Заситените масти во примероците покажуваат релативно стабилен профил во текот на целиот период на следење, со умерена варијабилност и без изразени екстремни флукутации. Вкупната содржина се движи во опсег од 2,01 до 2,83 g/100 g, со просечна вредност од околу 2,33 g/100 g и медијана од 2,27 g/100 g. Стандардната девијација изнесува приближно 0,23 g/100 g, што укажува на умерена дисперзија и релативно хомоген состав на заситените масти помеѓу сите анализирани мерења.

Дескриптивната статистика на заситените масти, разгледана вкупно, како и според

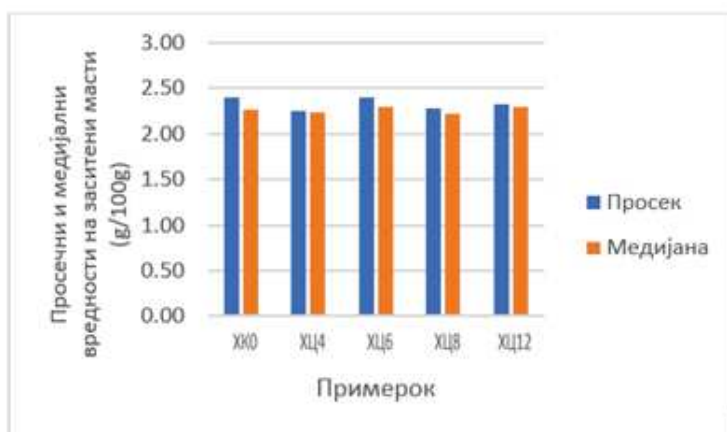
примерок и според денови на складирање, е прикажана во Табела 23.

Табела 23. Дескриптивна статистика на заситените масти (g/100g), според примерок и според денови на складирање

Индикатор	Вкупно	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	2,33	2,40	2,25	2,40	2,28	2,33	2,13	2,26	2,26	2,68
Медијана	2,27	2,27	2,23	2,30	2,22	2,30	2,05	2,26	2,24	2,71
Минимум	2,01	2,23	2,05	2,28	2,02	2,01	2,01	2,20	2,18	2,46
Максимум	2,83	2,83	2,55	2,77	2,78	2,75	2,28	2,31	2,37	2,83
SD	0,23	0,26	0,18	0,20	0,26	0,27	0,13	0,03	0,06	0,13
Опсег	0,82	0,60	0,50	0,49	0,76	0,74	0,27	0,11	0,19	0,37
CV(%)	10,0%	10,9%	7,9%	8,3%	11,5%	11,6%	6,1%	1,3%	2,8%	4,7%

Кога се разгледува движењето на просечните вредности вкрстено по примерок и по ден, може да се забележи дека кај сите примероци заситените масти имаат тенденција на благ пораст со текот на времето. На иницијалното мерење (д0) просечната содржина е најниска, околу 2,13 g/100 g, по што се забележува умерено зголемување на д7 и д14, додека највисоки просечни вредности се регистрирани на д21 (околу 2,68 g/100 g). Овој тренд е присутен кај сите примероци, без оглед на концентрацијата на масло од црно семе, што сугерира дека времето на чување има влијание врз содржината на заситените масти.

Распределбата на просечните и медијалните вредности на заситени масти според примерок е прикажана на Графикон 33.

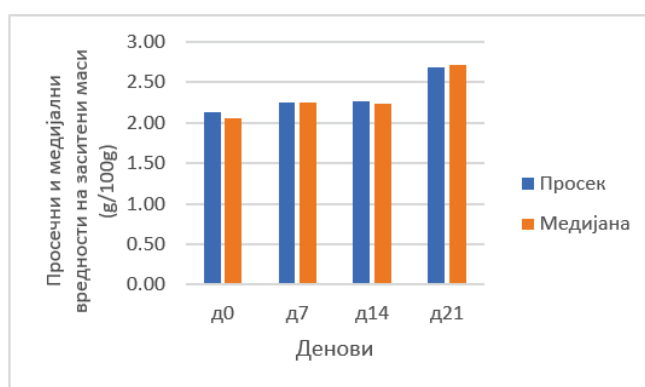


Графикон 33. Просечни и медијални вредности на заситени масти (g/100g) кај

испитуваните примероци (според примерок)

На ниво на примерок, просечните вредности на заситените масти се движат во тесен интервал, од приближно 2,25 g/100 g до 2,40 g/100 g. Контролниот примерок (ХК0) има просечна вредност од околу 2,40 g/100 g, додека примероците со додаток на масло од црно семе (ХЦ4–ХЦ12) покажуваат слични или малку пониски вредности, без јасно изразен тренд на зголемување или намалување со растечката концентрација на маслото.

Распределбата на просечните и медијалните вредности на заситени масти според денови на складирање е прикажана на Графикон 34.



Графикон 34. Просечни и медијални вредности на заситени масти кај испитуваните примероци (според денови на складирање)

Од временски аспект за просечните и медијалните вредности на заситени масти според денови на складирање, дескриптивната статистика укажа на јасен, но умерен пораст на заситените масти од д0 кон д21. Иако вкупниот тест за разлики помеѓу деновите укажува на постоење на статистички значајна промена низ времето (Фридман тест $p=0,014$), пост-хок споредбите, со фокус на првиот ден наспроти останатите, не идентификуваат јасно изразени и конзистентни статистички значајни разлики, особено по аплицирање на соодветна Бонферони корекција на нивото на значајност (Табела 24).

Табела 24. Вилкоксон тест по парови за заситените масти по денови на складирање

Индикатор	д7-д0	д14-д0	д21-д0
Статистика на тест	-1,753	-1,625	-2,023
р-вредност	0,080	0,104	0,043

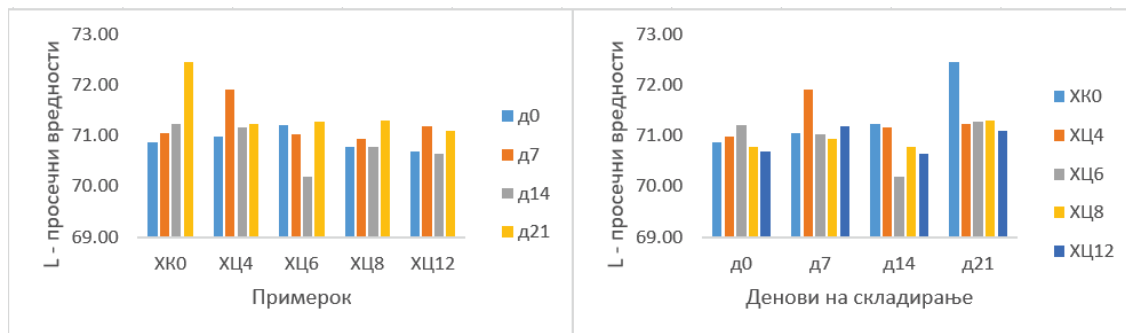
*Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$)

Ваквиот тренд може да се објасни со поголемата подложност на незаситените масни киселини кон оксидациона деградација за време на складирањето. Со нивното постепено намалување, релативниот удел на позаситените и постабилни масни киселини во вкупниот липиден профил се зголемува, што може да се манифестира како умерен пораст на заситените масти изразен во проценти.

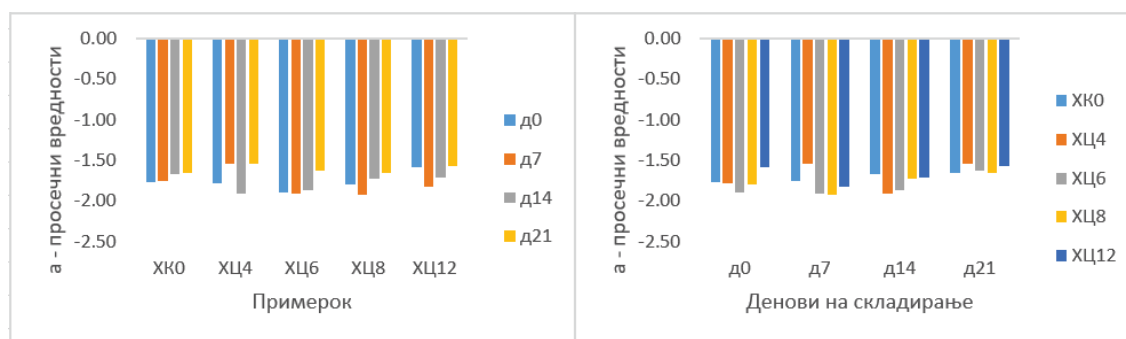
Добиените вредности во ова истражување се пониски во однос на податоците пријавени за комерцијален шпански хумус, каде содржината на заситени масни киселини изнесувала околу 4,0 g/100 g (Alvarez et al., 2016), што укажува на тоа дека испитуваните примероци во ова истражување имаат поповолен липиден профил.

5.2.7. Боја (колоримерија) во примероците хумус

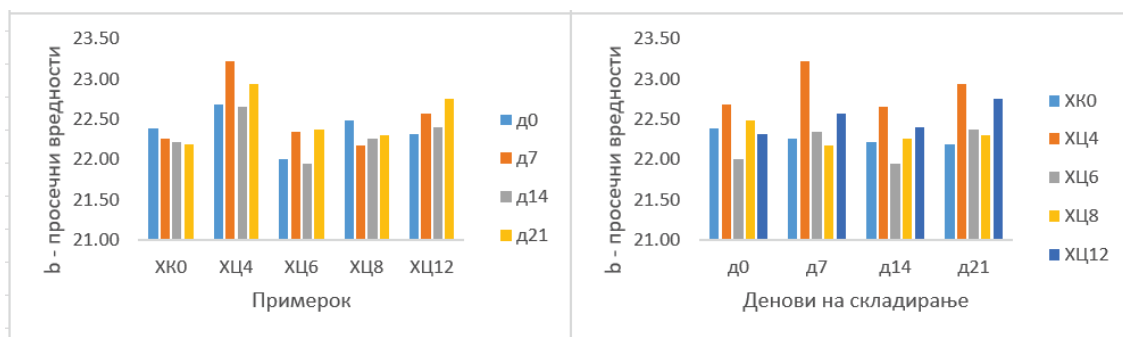
Резултатите од истражувањето за колориметриските параметри на испитуваните примероци од хумус (L^* , a^* , b^* и ΔE), како просечни вредности по примерок (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12) и по период на складирање (д0, д7, д14 и д21), се прикажани на Графикони 35, 36, 37 и 38.



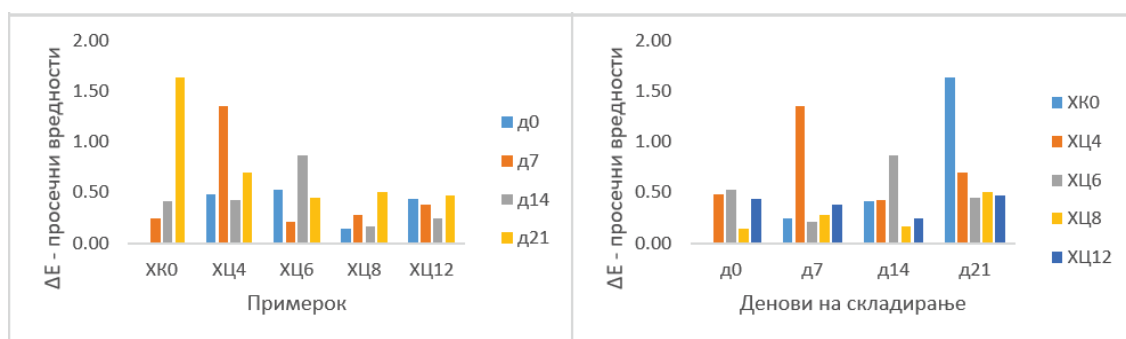
Графикон 35. Просечни вредности на параметарот L^* кај испитуваните примероци (според примерок и денови на складирање)



Графикон 36. Просечни вредности на параметарот a^* кај испитуваните примероци (според примерок и денови на складирање)



Графикон 37. Просечни вредности на параметарот b^* кај испитуваните примероци (според примерок и денови на складирање)



Графикон 38. Просечни вредности на пераматерот ΔE^* кај испитуваните примероци (според примерок и денови на складирање)

Колориметриските резултати генерално укажуваат дека примероците од хумус од наут задржуваат релативно стабилен визуелен профил низ 21 ден, но со јасни разлики помеѓу формулациите, особено кај жолтеникавата компонента (b^*) и кај кумулативната разлика во боја (ΔE). Вкупно земено, светлината (L^*) има просек 71,10 единици (медијана 71,095), што значи дека производот во целина е во „светла“ зона, со умерена варијабилност ($SD = 0,741$, $CV \approx 1,04\%$). Параметарот a^* е негативен (вкупен просек -1,736 CIE $L^*a^*b^*$ единици, медијана -1,73), што е очекувано за хумус и укажува дека доминира зеленикав тон во однос на црвен. Параметарот b^* е јасно позитивен и релативно висок (вкупен просек 22,425 CIE $L^*a^*b^*$ единици, медијана 22,36), што ја одразува типичната жолтеникава нота на наут/таан матрицата. ΔE има вкупен просек 0,497 (медијана 0,414), што во просек укажува на мали промени во бојата, но истовремено

постои екстремна вредност (максимум 6,359) кој ја зголемува варијабилноста (стандардна девијација 0,690). Практично, ова значи дека кај најголемиот дел од мерењата промените се мали, но кај одредени комбинации примерок–ден се јавува изразен скок во ΔE , најверојатно поврзан со одредена локална нестабилност/раздвојување или оксидативни промени на површината.

Дескриптивната статистика на колориметриските параметри L^* , a^* , b^* и ΔE , вкупно, како и според примерок и денови на складирање, е прикажана во Табела 25.

Табела 25. Дескриптивна статистика на колориметриските параметри L^* , a^* , b^* и ΔE кај испитуваните примероци (вкупно, според примерок и според денови на складирање)

Пара-метар	Индикатор	Вк.	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
L^*	Просек	71.101	71.399	71.323	70.928	70.951	70.904	70.905	71.224	70.801	71.472
	Медијана	71.095	71.175	71.210	71.110	70.875	71.070	70.880	71.070	70.770	71.250
	Минимум	68.360	70.820	70.870	68.360	70.640	70.490	70.490	70.920	68.360	70.780
	Максимум	77.220	77.220	71.990	71.320	71.490	71.390	71.390	71.990	71.290	77.220
	SD	0.741	1.380	0.363	0.647	0.260	0.309	0.254	0.358	0.568	1.206
	Опсег	8.860	6.400	1.120	2.960	0.850	0.900	0.900	1.070	2.930	6.440
	CV (%)	0.010	0.019	0.005	0.009	0.004	0.004	0.004	0.005	0.008	0.017
	a^*	Просек	-1.737	-1.712	-1.698	-1.822	-1.778	-1.674	-1.764	-1.794	-1.777
Медијана		-1.730	-1.705	-1.660	-1.890	-1.765	-1.680	-1.780	-1.840	-1.720	-1.620
Минимум		-1.990	-1.820	-1.990	-1.960	-1.940	-1.880	-1.910	-1.940	-1.990	-1.730
Максимум		-1.520	-1.620	-1.520	-1.590	-1.630	-1.530	-1.550	-1.520	-1.610	-1.530
SD		0.132	0.059	0.168	0.136	0.105	0.115	0.110	0.142	0.118	0.054
Опсег		0.470	0.200	0.470	0.370	0.310	0.350	0.360	0.420	0.380	0.200
CV (%)		-0.076	-0.034	-0.099	-0.075	-0.059	-0.069	-0.062	-0.079	-0.066	-0.034
b^*		Просек	22.425	22.265	22.878	22.169	22.303	22.510	22.375	22.516	22.298
	Медијана	22.360	22.250	22.895	22.205	22.266	22.480	22.380	22.340	22.260	22.370
	Минимум	21.460	22.150	22.000	21.460	22.170	22.300	21.990	22.170	21.460	22.150
	Максимум	23.260	22.430	23.260	22.400	22.510	22.770	22.890	23.260	22.690	22.960
	SD	0.319	0.083	0.295	0.238	0.116	0.173	0.278	0.389	0.264	0.291
	Опсег	1.800	0.280	1.260	0.940	0.340	0.470	0.900	1.090	1.230	0.810

	CV (%)	0.014	0.004	0.013	0.011	0.005	0.008	0.012	0.017	0.012	0.013
ΔE	Просек	0.497	0.572	0.740	0.516	0.274	0.384	0.322	0.494	0.423	0.749
	Медијана	0.414	0.347	0.583	0.429	0.215	0.409	0.430	0.287	0.369	0.483
	Минимум	0.000	0.000	0.349	0.179	0.081	0.206	0.000	0.176	0.142	0.163
	Максимум	6.359	6.359	1.436	2.679	0.654	0.539	0.586	1.436	2.679	6.359
	SD	0.690	1.374	0.377	0.524	0.172	0.097	0.217	0.442	0.484	1.175
	Опсег	6.359	6.359	1.088	2.500	0.573	0.333	0.586	1.260	2.537	6.196
	CV (%)	1.387	2.401	0.510	1.016	0.626	0.252	0.674	0.894	1.143	1.569

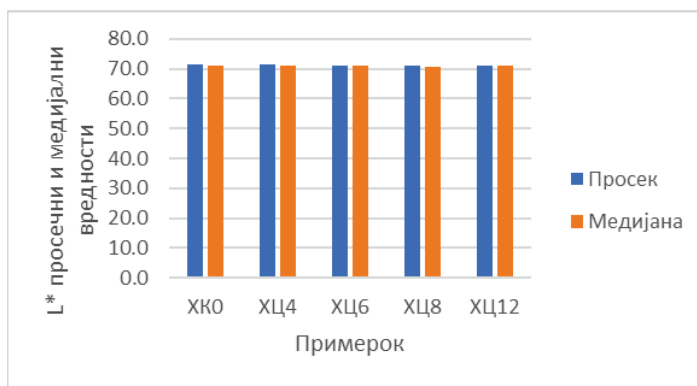
Кога се гледа вкрстено по примерок и ден, кај L^* се забележува одредена временска динамика: просекот е 70,905 на д0, расте на 71,224 на д7, паѓа на 70,801 на д14, и достигнува највисоко ниво на д21 (71,472). Овие осцилации се во рамки на приближно 0,7 единици и практично значат дека светлината варира благо, но во просек не покажува позначајна деградација.

Трендот кај a^* е минимален и се движи во тесен опсег, што сугерира дека зеленикаво–црвената компонента е најстабилна во времето.

Постоењето на одредена временска чувствителност е поочигледно кај параметарот b^* за кој просекот е: 22,375 на д0, 22,516 на д7, паѓа на 22,298 на д14, и повторно расте на 22,510 на д21, што значи дека жолтеникавоста во просек е релативно стабилна, со мали осцилации.

Најјасна динамика во просеците се гледа кај ΔE : 0,322 на д0, 0,494 на д7, 0,423 на д14 и највисоко на д21 (0,749). Ова сугерира дека кумулативната разлика во бојата расте со времето и најмногу се изразува кон крајот на периодот, иако медијаните покажуваат дека кај повеќето мерења промените се умерени (медијана на д21 е 0,483), а повисокиот просек е делумно поттикнат од поединечни повисоки вредности.

Со цел подетално да се согледа влијанието на рецептурата врз колориметриските параметри, во продолжение е анализирана варијабилноста на вредностите на ниво на примерок. Распределбата на просечните и медијалните вредности на параметарот L^* според примерок е прикажана на графикон 39.



Графикон 39. Просечни и медијални вредности за параметарот L^* кај испитуваните примероци (според примерок)

На ниво на примерок, L^* покажува мали, но статистички значајни разлики помеѓу формулациите. Просечните вредности се движат од 70,904 CIE $L^*a^*b^*$ единици (XЦ12) до 71,399 (XK0), односно контролниот примерок има највисок просек на L^* . Спроведениот Крускал-Валис тест ја потврдува разликата помеѓу примероците ($\chi^2 = 16,488$; $p = 0,00243$) (Табела 26).

Табела 26. Крускал-Валис тест за колориметрискиот параметар L^*

Индикатор	Статистика на тест	Степени на слобода	p-вредност
L^*	16,488	4	0,002

Сепак, кога се гледа на ниво на парови, споредбено со XK0, Ман-Витни У тестот со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0125$), покажува статистички значајна разлика само за XK0-XЦ8 ($p = 0,011$), додека останатите споредби се статистички незначајни, особено по направена корекција (Табела 27).

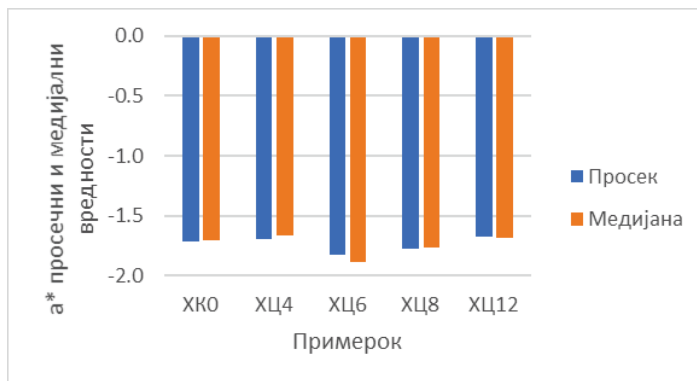
Табела 27. Ман-Витни У тест за колориметрискиот параметар L^* , контролниот наспроти останатите примероци

Променлива	Индикатор	XK0-XЦ4	XK0-XЦ6	XK0-XЦ8	XK0-XЦ12
L^*	Статистика на тест	155,5	183,0	107,5	121,5
	p-вредност	0,231	0,659	0,011	0,033

Ова практично значи дека разликите во светлина помеѓу примероците постојат, но се суптилни и најјасно се издвојува примерокот XЦ8 во однос на контролниот

примерок.

Распределбата на просечните и медијалните вредности на параметарот a^* според примерок е прикажана на графикон 40.



Графикон 40. Просечни и медијални вредности за параметарот a^* кај испитуваните примероци (според примерок)

Кај a^* , разликите меѓу примероците се исто така статистички гледано целокупно ($\chi^2 = 16,237$; $p = 0,002717$)(Табела 28).

Табела 28. Крускал-Валис тест за колориметрискиот параметар a^*

Индикатор	Статистика на тест	Степени на слобода	p-вредност
a^*	16,237	4	0,003

Меѓутоа, пост-хок споредбите не даваат доволно цврст доказ дека контролниот примерок се разликува од секој од останатите поединечно, особено по аплицирање на Бонферони корекцијата.

Табела 29. Ман–Витни U тест за колориметрискиот параметар a^* , контролниот наспроти останатите примероци

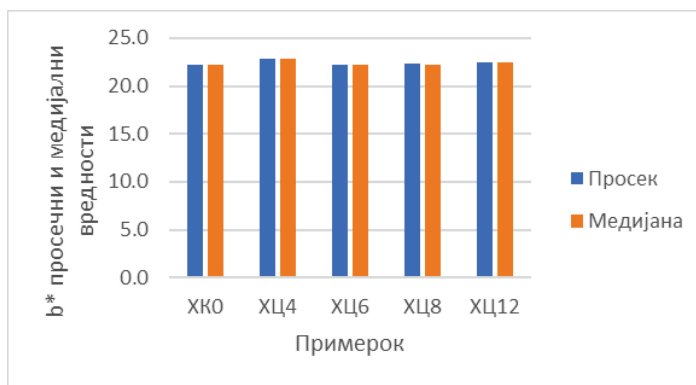
Променлива	Индикатор	XK0–XC4	XK0–XC6	XK0–XC8	XK0–XC12
a^*	Статистика на тест	174,5	111,0	130,5	155,5
	p-вредност	0,495	0,015	0,060	0,231

*Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0125$)

Оттука, иако формулациите генерално се разликуваат според параметарот a^* ,

контролниот примерок не е конзистентно различен од сите останати, туку разликите се распределени и меѓу самите примероци.

Распределбата на просечните и медијалните вредности на параметарот b^* според примерок е прикажана на графикон 41.



Графикон 41. Просечни и медијални вредности за параметарот b^* кај испитуваните примероци (според примерок)

Ефектот на рецептурата е најсилен и најизразен кај параметарот b^* , за кој просекот за контролниот примерок е 22,265, додека највисок просек има ХЦ4 (22,878), а најнизок е ХЦ6 (22,169); апсолутните разлики изгледаат умерени, но варијабилноста и распоредот по примероци се ниски и конзистентни, што овозможува да се добие силен статистички сигнал.

Во овој контекст, Крускал-Валис тестот е изразено статистички значаен ($\chi^2 = 54,853$; $p \approx 0,000$), што значи дека барем еден примерок има различна медијана од останатите (Табела 30).

Табела 30. Крускал-Валис тест за колориметрискиот параметар b^*

Индикатор	Статистика на тест	Степени на слобода	p-вредност
b^*	54,853	4	0,000

Во споредбите по парови на контролниот примерок со секој од останатите примероци, по аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0125$), се потврдуваат статистички значајни разлики за ХК0–ХЦ4 ($p \approx 0,000$) и ХК0–ХЦ12 ($p \approx 0,000$), додека ХК0–ХЦ6 ($p = 0,301$) и ХК0–ХЦ8 ($p = 0,253$) не се значајни (Табела 31).

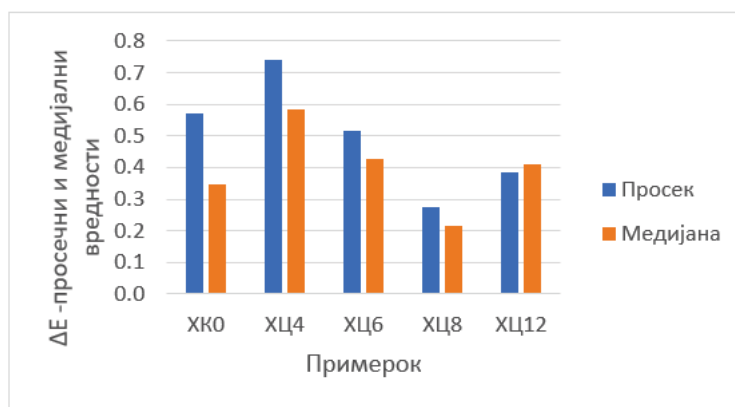
Табела 31. Ман–Витни У тест за колориметрискиот параметар b^* , контролниот примерок наспроти останатите примероци

Променлива	Индикатор	ХК0–ХЦ4	ХК0–ХЦ6	ХК0–ХЦ8	ХК0–ХЦ12
b^*	Статистика на тест	20,0	161,5	157,0	36,0
	р-вредност	0,000	0,301	0,253	0,000

*Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0125$)

Практично, тоа значи дека во однос на жолтеникавоста, контролниот примерок најјасно се разликува од рецептурите со 4% и со 12% масло од црно семе, додека 6% и 8% не даваат доволно различен профил на параметарот b^* во однос на контролниот.

Распределбата на просечните и медијалните вредности на параметарот ΔE според примерок е прикажана на графикон 41.



Графикон 43 . Просечни и медијални вредности за параметарот ΔE кај испитуваните примероци (според примерок)

Кај параметарот ΔE , како интегрален индикатор за разлика во боја, спроведената анализа потврдува значајна вкупна разлика помеѓу примероците ($\chi^2 = 32,582$; $p = 0,000001$) (Табела 32).

Табела 32. Крускал–Валис тест за колориметрискиот параметар ΔE

Индикатор	Статистика на тест	Степени на слобода	р-вредност
ΔE	32,582	4	0,000

Дескриптивно, највисок просек има ХЦ4 (0,740), потоа ХК0 (0,572) и ХЦ6 (0,516),

додека најнизок е ХЦ8 (0,274), што укажува дека кај ХЦ8 промените во боја се најмали и најстабилни. Пост-хок споредбите со контролниот примерок покажуваат дека по Бонферони корекцијата значајна е само разликата ХК0–ХЦ4 ($p \approx 0,000$), додека пак споредбите ХК0–ХЦ6 ($p = 0,033$), ХК0–ХЦ8 ($p = 0,620$) и ХК0–ХЦ12 ($p = 0,157$) не се статистички значајни (Табела 33).

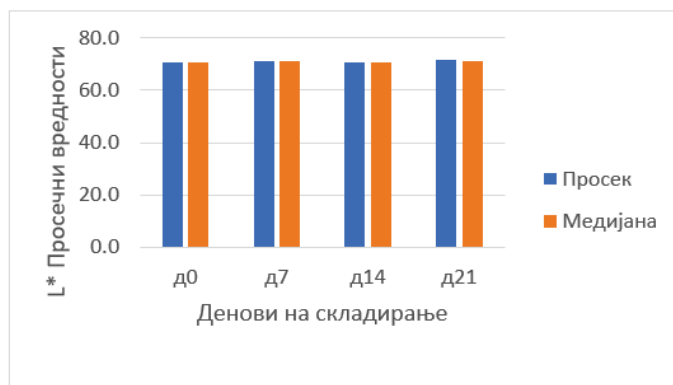
Табела 33. Ман–Витни У тест за колориметрискиот параметар ΔE , контролниот наспроти останатите примероци

Променлива	Индикатор	ХК0–ХЦ4	ХК0–ХЦ6	ХК0–ХЦ8	ХК0–ХЦ12
ΔE	Статистика на тест	49,0	121,0	181,0	147,0
	p-вредност	0,000	0,033	0,620	0,157

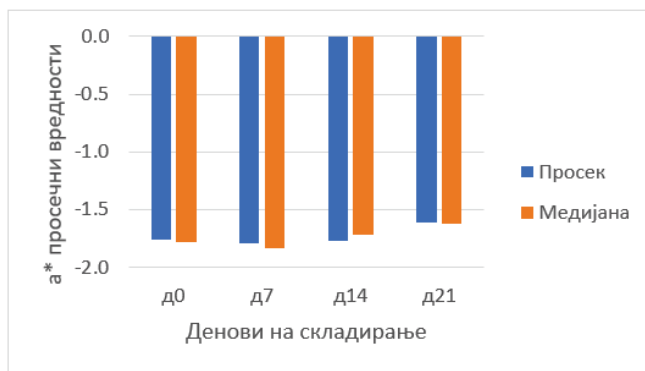
**Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0125$)*

Оттука, најјасен и статистички потврден ефект кај ΔE во однос на контролниот примерок се јавува кај ХЦ4, што е важно бидејќи тоа укажува дека токму оваа формулација најмногу отстапува од контролниот колориметриски профил.

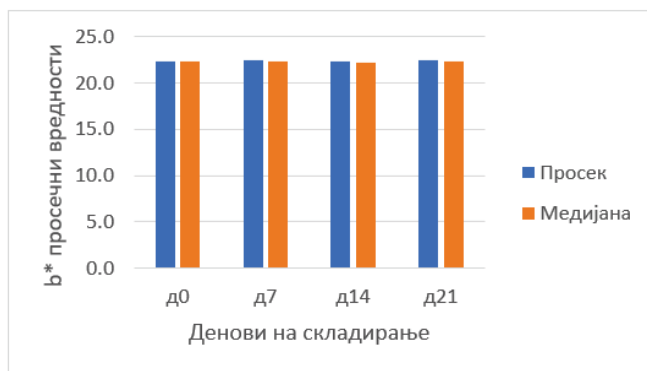
Со цел подетално да се согледа влијанието на денови на складирање врз колориметриските параметри, во продолжение е анализирана варијабилноста на вредностите според денови на складирање. Распределбата на просечните и медијалните вредности на колориметриските параметарите L^* , a^* , b^* ΔE , според денови на складирање е прикажана на графикон 44, 45, 46, и 47.



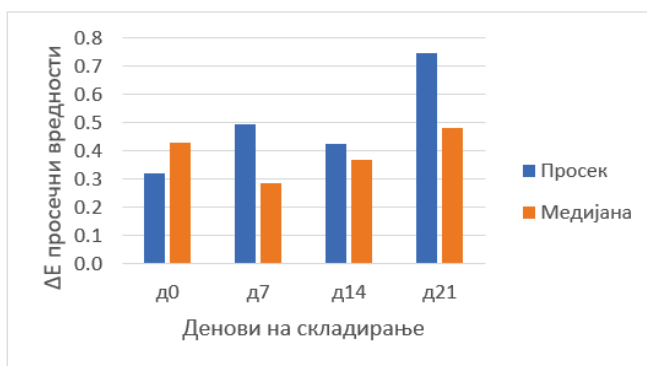
Графикон 44. Проечни вредности на параметарот L^* кај испитуваните примероци (според денови на складирање)



Графикон 45. Просечни вредности на параметрот a^* кај испитуваните примероци (според денови на складирање)



Графикон 46. Просечни вредности на параметарот b^* кај испитуваните примероци (според денови на складирање)



Графикон 47. Просечни вредности на параметарот ΔE кај испитуваните примероци (според денови на складирање)

Според дескриптивната статистика, L^* и a^* покажуваат мала, но забележлива

временска варијација. Спроведениот Фридманов тест покажува статистички значајни разлики по денови за L^* ($\chi^2 = 8,388$; $p = 0,038642$) и за a^* ($\chi^2 = 9,96$; $p = 0,018909$), што значи дека на агрегатно ниво времето има ефект врз овие параметри. Кај b^* и ΔE , Фридмановиот тест не покажува значајни разлики (b : $\chi^2 = 3,48$; $p = 0,323365$; ΔE : $\chi^2 = 3,48$; $p = 0,323365$), што значи дека, иако дескриптивно ΔE расте кон д21, варијацијата не е доволно изразена за да биде и статистички потврдена (Табела 34).

Табела 34. Фридман тест за колориметриските параметри, според денови на складирање

Променлива	Статистика на тест	Степени на слобода	p-вредност
L^*	8,388	3	0,039
a^*	9,960	3	0,019
b^*	3,480	3	0,323
ΔE	3,480	3	0,323

Дополнително, пост-хок споредбите на д0 со останатите денови преку Вилкоксон тест со Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$), за L^* и a^* даваат едногласни резултати, односно не се потврдува значајна разлика во однос на почетната точка (д0). Најниска p-вредност за двата параметри (L^* и a^*) има за д21–д0 (0,043), но иако оваа вредност е блиску до 0,05, сепак не е статистички значајна, односно се наоѓа над коригираниот праг 0,0167. Ова значи дека утврдените временски разлики кај L^* и a^* најверојатно се должат на акумулирани мали поместувања, но не доволно силни за да се тврди дека секој нареден ден е јасно различен од д0 кога се контролира за повеќекратни споредби (Табела 35).

Табела 35. Вилкоксон тест по парови за колориметриските параметри L^* и a^* , според денови на складирање

Променлива	Индикатор	д7–д0	д14–д0	д21–д0
L^*	Статистика на тест	-1,483	0,000	-2,023
	p-вредност	0,138	1,000	0,043
a^*	Статистика на тест	-1,483	0,000	-2,023
	p-вредност	0,138	1,000	0,043

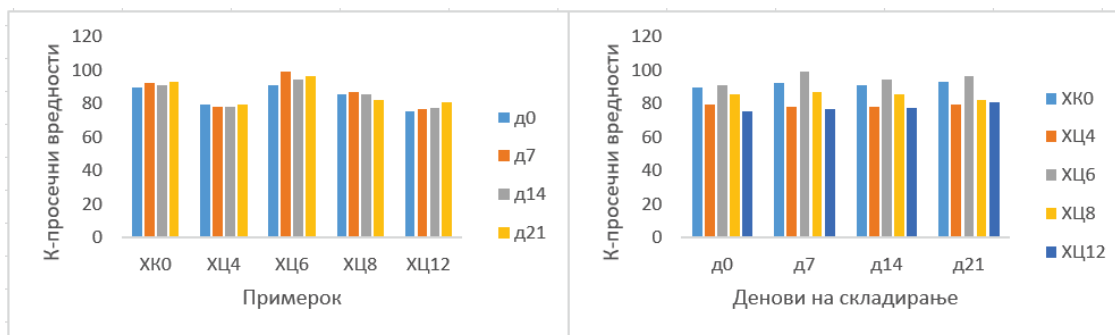
*Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$)

Суштински, колориметриската слика покажува дека додатокот на масло од црно семе влијае повеќе на параметрите што ја опишуваат нијансата и перцепцијата на промена во бојата, отколку на самата светлина. Најизразени и статистички најконзистентни разлики меѓу формулациите се добиваат кај b^* и ΔE , што е логично бидејќи маслото од црно семе и неговите природни пигменти најпрво одразуваат на жолтеникавите и кафеникави тонови и во интегралниот индикатор за промена. Времето на складирање, од друга страна, има ограничено влијание, односно може да се појави благо поместување на L^* и a^* низ неделите, но без јасни, статистички потврдени разлики со иницијалните мерења, што укажува дека во просек бојата се одржува релативно стабилна во рамките на 21 ден, а главните разлики доаѓаат од рецептурата, не од денот на мерење.

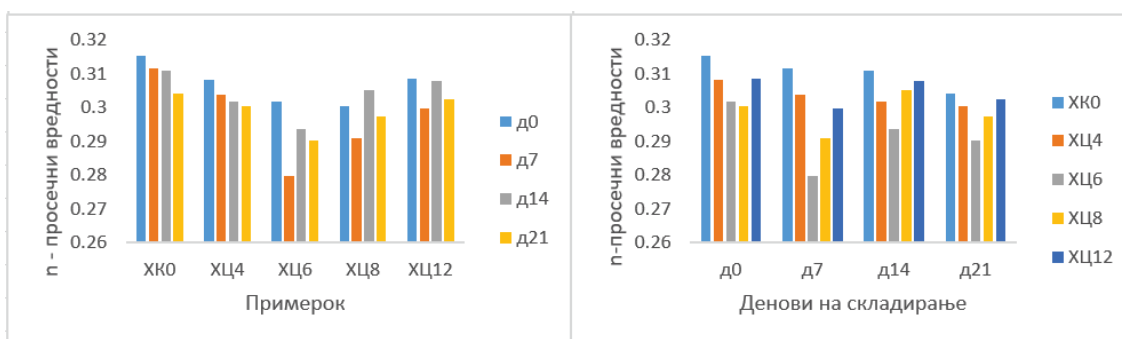
Улогата на липидната фаза во дефинирањето на колориметриските својства на хумусот е потврдено и со истражувањето Cheikh-Rouhou et al. (2007), каде е забележано дека маслата богати со биоактивни соединенија и природни пигменти можат да влијаат врз светлината и хроматските координати на финалниот производ. Кај маслото од *Nigella sativa*, утврдена корелација помеѓу промените во L^* , a^* и b^* параметрите и оксидативната стабилност, како и пероксидната вредност, што ја нагласува улогата на бојата не само како визуелен атрибут, туку и како индиректен функционален индикатор за квалитет и стабилност (Arslan & Acar, 2024). Збогатувањето на мајонез со масло од *Nigella sativa* резултирало со стабилен рН, зголемена вискозност и без значајни сензорни отстапувања, при што формулациите биле оценети како прифатливи од панелистите, а промените во бојата биле минимални ($\Delta E < 3$) (Zeyada et al., 2023).

5.3. АНАЛИЗА НА РЕОЛОШКИ КАРАКТЕРИСТИКИ

Резултатите од истражувањето за реолошките параметри (K и n) на испитуваните примероци хумус од наут, како просечни вредности по примерок (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12) и по период на складирање (д0, д7, д14 и д21), се прикажани на Графикони 48 и 49.



Графикон 48. Просечни вредности на параметарот (К) кај испитуваните примероци (според примерок и денови на складирање)



Графикон 49. Просечни вредности на параметарот (n) кај испитуваните примероци (според примерок и денови на складирање)

Дескриптивната статистика на реолошките параметри на испитуваните примероци од хумус (К и n), вкупно, како и според примерок и денови на складирање, е прикажана во Табела 36.

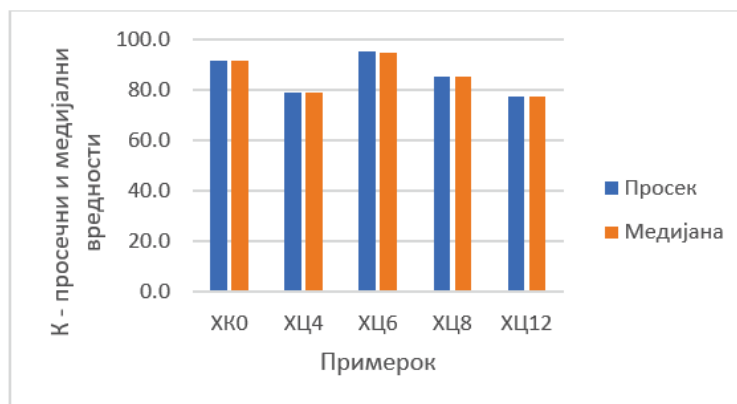
Табела 36. Дескриптивна статистика на реолошките параметри (К и n), (вкупно, по примерок и по ден на складирање)

Параметар	Индикатор	Вкупно	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
К	Просек	85.614	91.486	78.868	95.123	85.034	77.560	84.142	86.596	85.201	86.517
	Медијана	85.255	91.710	78.775	94.955	85.255	77.195	85.270	86.870	85.255	82.595
	Минимум	74.760	87.390	75.260	86.520	81.310	74.760	74.760	75.560	76.780	79.140
	Максимум	100.200	94.510	84.020	100.200	88.880	82.090	94.930	100.200	94.340	98.520
	SD	7.471	2.354	2.465	4.144	2.574	2.512	7.090	8.839	7.203	7.552
	Опсег	25.440	7.120	8.760	13.680	7.570	7.330	20.170	24.640	17.560	19.380
	CV(%)	0.087	0.026	0.031	0.044	0.030	0.032	0.084	0.102	0.085	0.087
n	Просек	0,302	0,310	0,304	0,291	0,298	0,305	0,307	0,297	0,304	0,299

Медијана	0,304	0,311	0,302	0,290	0,303	0,306	0,308	0,302	0,305	0,298
Минимум	0,276	0,299	0,298	0,276	0,280	0,289	0,293	0,276	0,289	0,289
Максимум	0,317	0,317	0,314	0,308	0,308	0,312	0,317	0,315	0,311	0,310
SD	0,010	0,006	0,005	0,010	0,010	0,008	0,008	0,014	0,007	0,007
Опсег	0,041	0,018	0,017	0,032	0,028	0,023	0,024	0,039	0,022	0,020
CV(%)	3,3%	1,8%	1,7%	3,3%	3,3%	2,5%	2,6%	4,7%	2,2%	2,4%

Кога се разгледуваат просечните вредности на реолошките параметри вкрстено, по примерок и по ден, се забележува јасен тренд кај коефициентот на конзистенција (К). Имено, контролниот примерок (ХК0) генерално има пониски вредности на (К) во споредба со примероците со додадено масло од црно семе, што укажува на помека и помалку структурирана текстура. Со додавање на масло од црно семе (ХЦ4–ХЦ12), коефициентот на конзистенција се зголемува, особено кај средните концентрации, што сугерира зајакнување на внатрешната структура на системот.

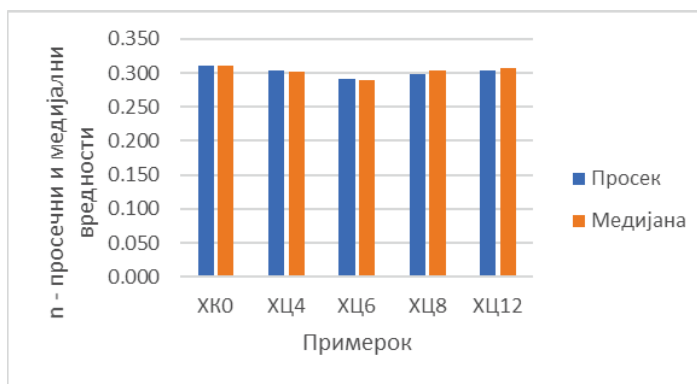
Просечните и медијалните вредности за параметарот (К) според примерок, графички се прикажани на Графикон 39.



Графикон 39. Просечни и медијални вредности за параметарот (К) кај испитуваните примероци (според примерок)

Од временски аспект, кај повеќето примероци се забележува тенденција на благ пораст на (К) во првите 7 до 14 дена, по што вредностите се стабилизираат или благо опаѓаат на д21. Ова однесување е конзистентно со постепено структурно реорганизирање на хумусот за време на складирањето, при што почетното „стегање“ на матрицата е проследено со делумна релаксација на структурата.

Просечните и медијалните вредности за параметарот (n) според примерок, графички се прикажани на Графикон 40.



Графикон 40. Просечни и медијални вредности за параметарот (n) кај испитуваните примероци (според примерок)

Индексот на течење (n) покажува помалку изразени промени и по примерок и по ден. Вредностите остануваат релативно стабилни, со мали осцилации околу типичниот опсег за псевдопластични системи, што укажува дека додатокот на масло од црно семе и времето на чување во поголема мера влијаат врз коефициентот на конзистенцијата (K), отколку врз самиот индекс на течење (n).

На ниво на примерок, реолошките параметри покажуваат дека (K и n) статистички се разликуваат помеѓу петте формулации, што упатува дека рецептурата, односно концентрацијата на масло од црно семе има реален ефект врз реолошкото однесување на хумусот од наут.

За параметарот (K) (коефициент на конзистенција изразен во $\text{Pa} \cdot \text{s}^n$), Крускал-Валис тестот дава $\chi^2 = 33,433537$ со $p = 0,000001$, односно постои силна вкупна разлика меѓу примероците (Табела 37).

Табела 37. Крускал-Валис тест за реолошките параметри, според примерок

Променлива	Статистика на тест	Степени на слобода	p-вредност
K	33,434	4	0,000

Во овој контекст, согласно претходната табела, примерокот ХЦ6 има највисоки просечни и медијални вредности (просек $\approx 95,12 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$, медијана $\approx 94,96 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$). По него следи контролниот примерок ХК0 (просек $\approx 91,49 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$, медијана $\approx 91,71 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$), додека пониски вредности се забележуваат кај ХЦ8 (просек $\approx 85,03 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$), ХЦ4 (просек $\approx 78,87 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$) и ХЦ12 (просек $\approx 77,56 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$). Овие резултати укажуваат дека контролниот примерок припаѓа на групата примероци со релативно погуста структура. Најизразена

конзистенција, односно најголем отпор кон течење, се забележува кај примерокот ХЦ6.

Пост-хок споредбите со Ман–Витни У тестот, фокусирани на контролниот примерок (ХК0) наспроти останатите примероци и со Бонферони корекција ($\alpha = 0,0125$), покажуваат статистички значајни разлики за (К) помеѓу ХК0–ХЦ4 ($p = 0,000$), ХК0–ХЦ8 ($p = 0,001$) и ХК0–ХЦ12 ($p = 0,000$), додека разликата ХК0–ХЦ6 ($p = 0,210$) не е статистички значајна (Табела 38).

Табела 38. Ман–Витни У тест за реолошкиот параметар (К), контролниот наспроти останатите примероци

Променлива	Индикатор	ХК0-ХЦ4	ХК0-ХЦ6	ХК0-ХЦ8	ХК0-ХЦ12
К	Статистика на тест	0,0	10,0	0,0	0,0
	p-вредност	0,000	0,210	0,001	0,000

Практично, ова значи дека во споредба со контролниот примерок, рецептурите со 4%, 8% и 12% масло од црно семе даваат значајно поинаква конзистентност (К), но примерокот со 6% (ХЦ6) иако има највисок (К), не се разликува статистички од ХК0, што укажува дека разликите кај (К) се нелинеарни.

Кај индексот на течење (n), Крускал-Валис тестот дава $\chi^2 = 16,96$ со $p \approx 0,002$, што значи дека постои вкупна разлика и во „типот“ на течење меѓу примероците, а не само во цврстината (Табела 39).

Табела 39. Крускал-Валис тест за реолошкиот параметар (n), според примерок

Променлива	Статистика на тест	Степени на слобода	p-вредност
n	16,960	4	0,002

Дескриптивно, контролниот ХК0 има највисок просек ($\approx 0,310$), додека најнизок е ХЦ6 ($\approx 0,291$), а ХЦ8 исто така има понизок индекс на течење ($\approx 0,298$). Пониски p-вредности значат поизразено псевдопластично однесување (Табела 36).

Ман–Витни У пост-хок тестовите (со $\alpha = 0,0125$) потврдуваат статистички значајни разлики за (n) помеѓу ХК0–ХЦ6 ($p = 0,000$) и ХК0–ХЦ8 ($p = 0,003$), додека ХК0–ХЦ4 ($p = 0,038$) и ХК0–ХЦ12 ($p = 0,065$) не се значајни по корекција.

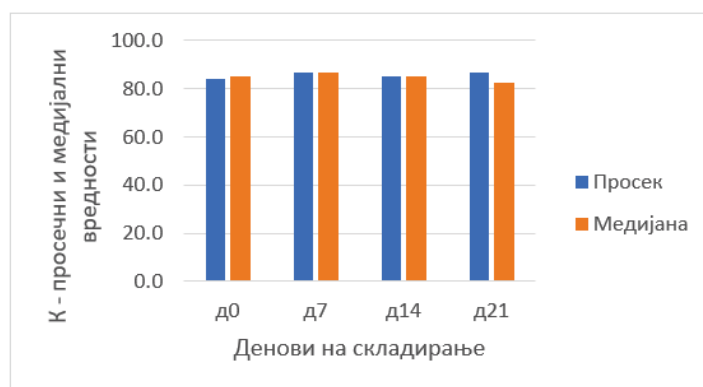
Табела 37. Ман–Витни У тест за реолошкиот параметар (n), контролниот наспроти останатите примероци

Променлива	Индикатор	ХК0-ХЦ4	ХК0-ХЦ6	ХК0-ХЦ8	ХК0-ХЦ12
n	Статистика на тест	12,0	1,5	5,0	14,0
	p-вредност	0,038	0,000	0,003	0,065

*Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0125$)

Оттука, маслото од црно семе кај формулациите со концентрации 6% и 8%, може да го засили и степенот на псевдопластично однесување во однос на контролниот примерок. Ваквиот образец на ниво на примерок е логичен за емулзиски системи како хумус. Додатокот на масна фаза може да делува двојно: како лубрикант кој ја олеснува подвижноста помеѓу честичките и ја намалува конзистентноста, но и како фактор што ја менува микро-структурата преку емулзификација и реорганизација на честичната мрежа, што може да доведе до локално зајакнување или до поизразено псевдопластично однесување. Клучниот заклучок на ниво на примерок е дека ефектот на маслото од црно семе врз реолошките својства е дозно-зависен, но нелинеарен, при што контролниот примерок (ХК0) покажува релативно високи вредности на коефициентот на конзистенција К. Статистички значајни отстапувања од овој примерок се забележуваат кај ХЦ4, ХЦ8 и ХЦ12 за параметарот К, како и кај ХЦ6 и ХЦ8 за параметарот n .

Просечните и медијалните вредности за параметарот (К) според денови на складирање, графички се прикажани на Графикон 41.



Графикон 41. Просечни и медијални вредности за параметарот (К) кај испитуваните параметри (според денови на складирање)

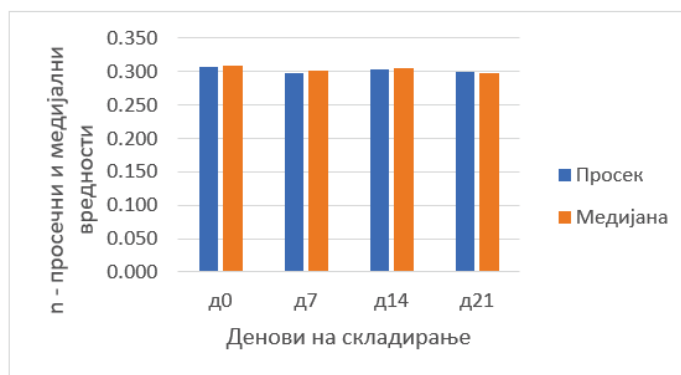
Набљудувано од временски аспект, коефициентот на конзистентностија (K) ($\text{Pa} \cdot \text{s}^n$) покажува релативно мали поместувања низ 21-дневниот период (Графикон 52). Просечната вредност е најниска на d_0 ($84,142 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$), потоа се зголемува на d_7 ($86,596 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$), благо паѓа на d_{14} ($85,201 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$) и повторно е висока на d_{21} ($86,517 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$). Медијаните ја следат сличната логика во првите две недели (d_0 : $85,27 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$; d_7 : $86,87 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$; d_{14} : $85,255 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$), но кај d_{21} медијаната е пониска ($82,595 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$), што укажува дека на крајот од периодот кај дел од мерењата има изразено пониски вредности, додека истовремено просекот останува релативно висок. Тоа се потврдува и преку варијабилноста. На d_7 стандардната девијација е највисока ($8,839 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$) и коефициентот на варијација е најголем ($CV \approx 10,21\%$), со најширок опсег ($24,64 \text{ Pa} \cdot \text{s}^n$), што значи дека по една недела разликите меѓу примероците се најизразени. Во целина, иако има забележливи осцилации на (K) спроведениот Фридманов тест не покажува статистички значајни разлики меѓу деновите (статистика 3,0; $p = 0,3916$) (Табела 38).

Табела 38. Фридман тест за параметарот (K), според денови на складирање

Променлива	Статистика на тест	Степени на слобода	p-вредност
K	3,000	3	0,392

Ова значи дека промените на (K) низ времето повеќе се должат на варијации во мерењата, отколку на конзистентна систематска промена.

Просечните и медијалните вредности за параметарот (n) според денови на складирање, графички се прикажани на Графикон 42.



Графикон 42. Просечни и медијални вредности за параметарот (n) кај испитуваните

параметри (според денови на складирање)

Кај индексот на течење (n) се забележува појасен временски образец. Просекот е највисок на d_0 (0,30685), потоа опаѓа на d_7 (0,29718), повторно расте на d_{14} (0,30385) и повторно е понизок на d_{21} (0,29889). И медијаните го потврдуваат ова движење (d_0 : 0,3079; d_7 : 0,3015; d_{14} : 0,30505; d_{21} : 0,29845). Бидејќи пониска вредност на индексот на течење (n) укажува на поизразено псевдопластично однесување, добиените резултати покажуваат дека хумусот во просек демонстрира најизразено псевдопластично однесување околу d_7 , како и повторно кон d_{21} , додека во средината на периодот на складирање (d_{14}) вредностите на n укажуваат на однесување поблиску до иницијалната состојба.

Во однос на статистичката значајност, Фридмановиот тест за (n), е статистички значаен (статистика 9,24; $p = 0,0263$), што значи дека вкупно постои разлика помеѓу деновите (Табела 39).

Табела 39. Фридман тест за параметрот (n), според денови на складирање

Променлива	Статистика на тест	Степени на слобода	p-вредност
n	9,240	3	0,0263

Меѓутоа, кога се гледаат пост-хок споредбите со Вилкоксон тестот (d_0 наспроти останатите денови) и по применета Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$), не се потврдува значајна разлика помеѓу d_0 и ниту едно од контролните мерења (Табела 40).

Табела 40. Вилкоксон тест по парови за реолошките параметри по денови на складирање

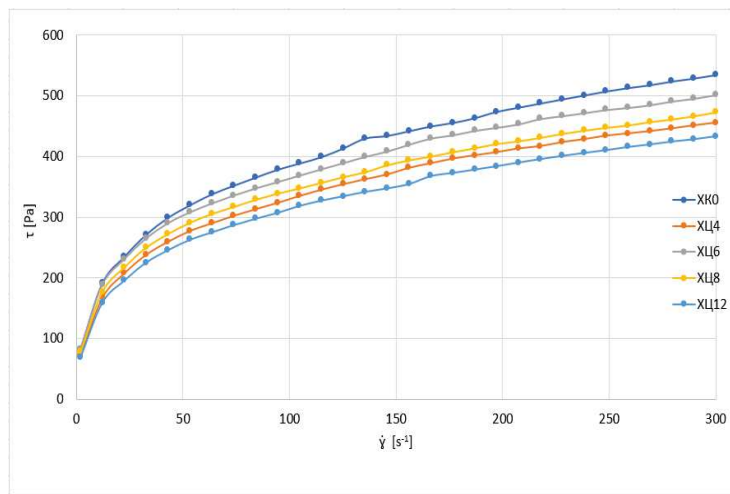
Променлива	Индикатор	d_7-d_0	$d_{14}-d_0$	$d_{21}-d_0$
K	Статистика на тест	-1,483	-1,214	-1,214
	p-вредност	0,138	0,225	0,225
n	Статистика на тест	-2,023	-1,214	-2,023
	p-вредност	0,043	0,225	0,043

*Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$)

Практично, ова значи дека сигналот за вкупна разлика кој го потврдува Фридмановиот тест е најверојатно резултат на мали поместувања низ временските точки,

но не е доволно силни за да се потврдат како јасна разлика во однос на d_0 како референтна точка.

Сумирано за ниво на ден, (К) дескриптивно покажува осцилации и зголемена хетерогеност (особено на d_7), но без статистички потврдена временска промена, додека (п) покажува временска динамика со вкупно значајна разлика, но без доволно изразени разлики помеѓу d_0 и останатите денови. Овие резултати укажуваат дека складирањето не доведува до значајни промени во конзистенцијата на системот (К), но може да влијае на степенот на псевдопластично однесување (п), преку постепени и нецелосно линеарни структурни реорганизации во системот.



Графикон 43. Криви на течење (напон на смолкнување (τ) во функција на брзина на смолкнување ($\dot{\gamma}$)) на хумусните примероци

Од Графиконот 43, може да се заклучи дека при зголемување на брзината на смолкнување ($\dot{\gamma}$), напонот на смолкнување (τ) расте нелинеарно кај сите испитувани примероци, што укажува на псевдопластично однесување на хумусот.

Сличната форма на кривите покажува дека типот на течење е идентичен кај сите формулации ($n < 1$), додека вертикалното поместување на кривите укажува на разлики во коефициентот на конзистенција (К), односно во структурната цврстина и отпорот кон течење, додека повисоките вредности на (τ) при иста ($\dot{\gamma}$) се поврзуваат со поразвиена внатрешна мрежа, додека пониските вредности укажуваат на помека и полесно деформабилна структура.

Согласно спроведената анализа, реолошките параметри укажуваат дека сите анализирани примероци на хумус од наут покажуваат карактеристично

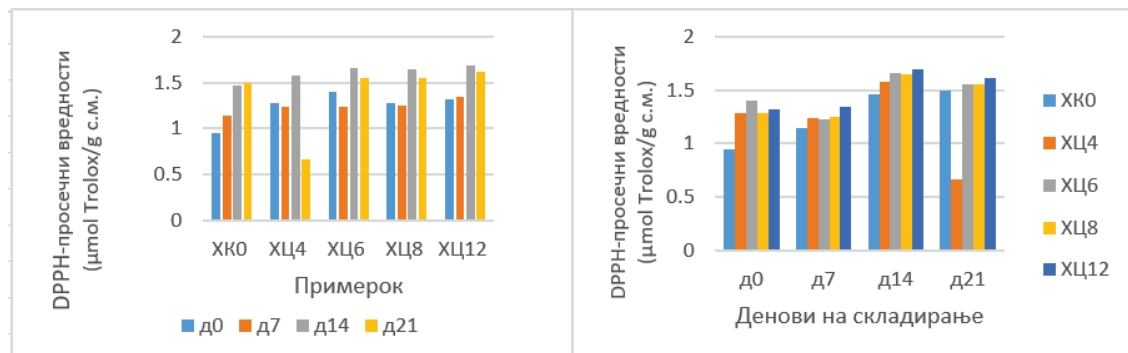
псевдопластично однесување, што е типично за полуцврсти емулзиски системи како што е хумусот. Псевдопластично однесување е забележано кај хумус-примероци, вклучувајќи формулации со различен состав и водна фаза (Nikolić et al., 2020), како и термички обработените намази од наут (Amr & Yaseen, 1994), при што вредностите на индексот на течење $n < 1$ укажуваат на стабилен псевдопластичен карактер на овие пастести системи. Вкупно земено, вредностите на коефициентот на кознистенција (K) се движат во релативно широк опсег, што укажува на изразени разлики во структурната цврстина и отпорот кон течење помеѓу примероците и низ времето. Спротивно на ова, индексот на течење (n) покажува потесен опсег на варијација и вредности пониски од 1.

Висината на варијабилноста кај (K) е поголема во споредба со (n), што е очекувано бидејќи коефициентот на кознистенција е значително почувствителен на промени во составот (додаток на масло од црно семе) и на структурните промени што се јавуваат при складирање. Поврзаноста со зголемувањето на вискозитетот со други компоненти е образложено и во истражувањето на Amr et al. (1994), каде протеините од сусам (таан), при термичка обработка покажуваат зголемена способност за згуснување, интеракциите меѓу протеините, скробот и водната фаза.

5.4. АНАЛИЗИ ЗА АНТИОКСИДАТИВЕН КАПАЦИТЕТ

5.4.1. Антиоксидативен капацитет според DPPH метода

Резултатите од анализата на антиоксидативниот капацитет определен со DPPH метода, изразени во $\mu\text{mol Trolox/g}$ сува материја (с.м.), како просечни вредности по примерок (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12) и по период на складирање (д0, д7, д14 и д21), се прикажани на Графикон 44.



Графикон 55. Просечни вредности од анализа на антиоксидативен капацитет определен со DPPH метода ($\mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.) кај испитуваните примероци (според примерок и според денови на складирање)

DPPH активноста, разгледана вкупно за целиот податочен сет, покажува релативно тесен, но јасно структуриран распон низ примероците и деновите на складирање. Во текот на целиот 21-дневен период, измерените вредности се движат од 0,64 до 1,77 $\mu\text{mol Trolox/g}$ с.м., со просечна вредност од 1,37 $\mu\text{mol Trolox/g}$ с.м. и медијана од 1,36 $\mu\text{mol Trolox/g}$ с.м. Варијабилноста е умерена (стандардна девијација 0,26 $\mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.; коефициент на варијација 19,1%), што укажува дека разликите меѓу примероците и временските точки постојат, но не се изразени во голема мера и најчесто се концентрирани околу одредени периоди на складирање.

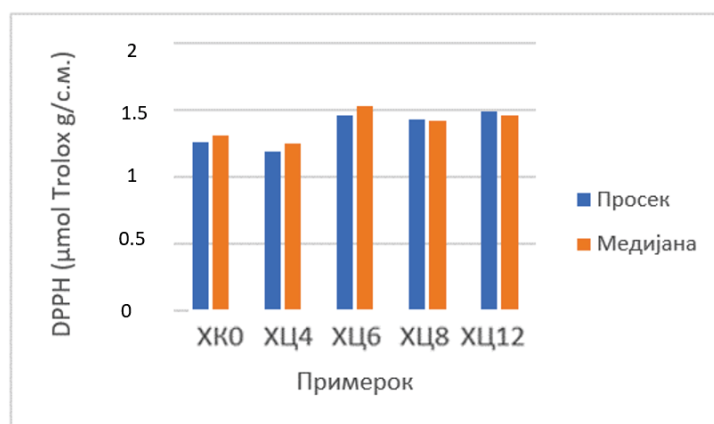
Дескриптивната статистика на вредностите на DPPH антиоксидативниот капацитет, вкупно, како и според примерок и денови на складирање, е прикажана во Табела 41.

Табела 41. Дескриптивна статистика од анализа на антиоксидативен капацитет според DPPH метода ($\mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.) вкупно, според примерок и според денови на складирање

Индикатор	Вк.	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	1.37	1.26	1.19	1.46	1.44	1.49	1.25	1.24	1.61	1.37
Медијана	1.36	1.31	1.25	1.53	1.42	1.46	1.28	1.24	1.63	1.53
Минимум	0.64	0.82	0.64	1.21	1.22	1.28	0.82	1.10	1.45	0.64
Максимум	1.77	1.54	1.64	1.77	1.69	1.75	1.54	1.37	1.77	1.67
SD	0.26	0.26	0.36	0.19	0.19	0.18	0.19	0.07	0.11	0.38
Опсег	1.13	0.72	0.99	0.56	0.47	0.47	0.72	0.26	0.33	1.03
CV (%)	19.1	20.4	30.1	13.3	13.1	12.2	15.1	6.0	6.8	27.6

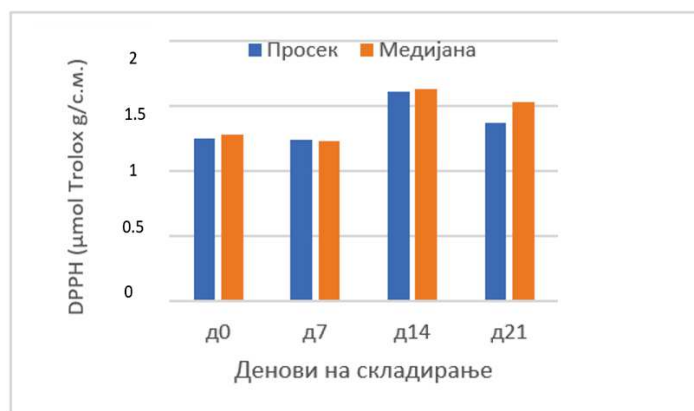
Кога резултатите се разгледуваат вкрстено по примерок и ден на складирање, најконзистентен образец е зголемувањето на DPPH активноста кон втората недела. Имено, кај примерокот ХК0 вредностите се зголемуваат од д0 ($\approx 0,95 \mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.) преку д7 ($\approx 1,14 \mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.) до максимум на д14 ($\approx 1,47 \mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.), при

што остануваат високи и на д21 ($\approx 1,50 \mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.). Кај примероците ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12 се забележува сличен профил, односно релативно стабилни вредности на д0 и д7 ($\approx 1,23\text{--}1,41 \mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.), изразен пораст на д14 ($\approx 1,65\text{--}1,70 \mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.) и задржување или благ пад на д21 ($\approx 1,54\text{--}1,62 \mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.). Најизразено отстапување се забележува кај примерокот ХЦ4, каде по очекуваниот пораст до д14 ($\approx 1,58 \mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.) следи нагол пад на д21 ($\approx 0,66 \mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.), што може да укажува на побрза деградација на антиоксидативните компоненти во оваа формулација или на поголема чувствителност на параметарот на варијации при мерење во доцната фаза на складирање.



Графикон 56. Просечни и медијални вредности од анализа на антиоксидативен капацитет според DPPH метода ($\mu\text{mol Trolox/g/c.m.}$) кај испитуваните параметри (според примерок)

На ниво на примерок, просечните и медијалните вредности за антиоксидативниот капацитет се движат во релативно тесен интервал. Просечно најниска вредност е забележана кај примерокот ХЦ4 ($1,19 \mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.), додека највисоки просечни вредности имаат ХЦ12 ($1,49 \mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.) и ХЦ6 ($1,46 \mu\text{mol Trolox/g}$ с.м.). Контролниот примерок ХК0 се позиционира во средината, со просечна вредност на DPPH од $1,26 \mu\text{mol Trolox/g}$ с.м. Сепак, и покрај овие трендови, Крускал–Валис тестот не потврдува статистички значајни разлики помеѓу примероците ($p = 0,100$), што укажува дека, во целина, разликите во медијалните вредности меѓу примероците не се доволно изразени за да се сметаат за систематски.



Графикон 57. Просечни и медијални вредности од анализа на антиоксидативен капацитет според DPPH метода ($\mu\text{mol Trolox g/c.m.}$) кај испитуваните примероци (според денови на складирање)

На Графикон 57, се прикажани просечните вредности според ден на складирање, додека дескриптивната анализа покажува дека д14 има највисока вредност (просек $1,60 \mu\text{mol Trolox/g c.m.}$; медијана $1,60 \mu\text{mol Trolox/g c.m.}$). Деновите д0 и д7 имаат слични просечни вредности (просек $1,20 \mu\text{mol Trolox/g c.m.}$), додека на д21 се забележува одреден пад на вредностите (просек $1,37 \mu\text{mol Trolox/g c.m.}$). Ваквите разлики се поткрепени и со Фридмановиот тест, кој покажува дека помеѓу мерењата постои вкупна статистички значајна разлика ($p = 0,0028$). Сепак, кога се споредува референтното мерење на д0 со секое наредно контролно мерење поединечно, споредбите направени со помош на Вилкоксоновиот тест не остануваат статистички значајни по имплементација на Бонферони корекцијата ($\alpha = 0,0167$). Имено, сите утврдени р-вредности се поголеми од нивото на значајност утврдено на $0,0167$, што укажува дека сигналот за разлика низ времето најверојатно произлегува од разлики помеѓу подоцнежните денови на складирање (особено околу д14), а не од јасно и конзистентно отстапување на секој ден во однос на почетната состојба (д0) (Табела 42).

Табела 42. Вилкоксон тест по парови од анализа на антиоксидативен капацитет со DPPH метода, според денови на складирање

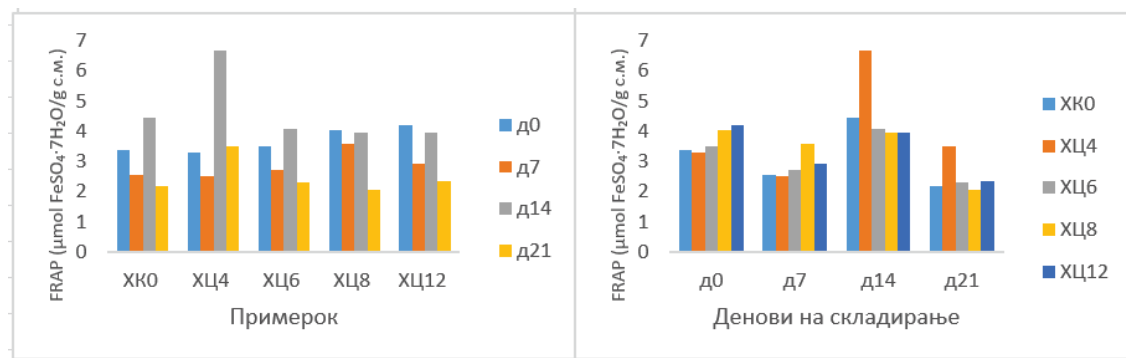
Променлива	Индикатор	д7-д0	д14-д0	д21-д0
DPPH	Статистика на тест	-2,023	-2,023	-1,753
	р-вредност	0,043	0,043	0,080

*Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$)

Зголемувањето на DPPH активноста во текот на првите две недели може да се поврзе со постепено ослободување и/или зголемена екстрактивност на фенолните фракции (слободни, конјугирани и врзани) од растителниот матрикс на наутот. Ваквото толкување е во согласност со студии спроведени на мешунки и производи од наут, каде што за време на складирањето или технолошката обработка се забележува зголемена достапност на редуктивни соединенија поради матриксни промени (Pérez-Pérez et al., 2021). Во подоцнежната фаза на складирање (д21), дел од антиоксидативните соединенија може да оксидираат (да се деградираат) или да се врзат во системот, што се манифестира како намалување на DPPH. Овој феномен е забележан и кај емулзиски хранлив систем со какао-путер, каде што со времето на складирање од 28 дена е забележан пад на DPPH и истиот се поврзува со оксидација на маслената фаза (Mohamad et al., 2019).

5.4.2. Антиоксидативен капацитет според FRAP метода

Резултатите од анализата на антиоксидативниот капацитет определен со FRAP метода, изразени во $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g с.м.}$, како просечни вредности по примерок (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12) и по период на складирање (д0, д7, д14 и д21), се прикажани на Графикон 44.



Графикон 44. Просечни вредности од анализа на антиоксидативен капацитет определен со FRAP метода ($\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g с.м.}$) кај испитуваните примероци (според примерок и според денови на складирање)

FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power) антиоксидативниот капацитет,

разгледан за целиот податочен сет, покажува умерена варијабилност и релативно јасно изразен временски образец, но без статистички потврдени разлики помеѓу примероците и деновите на мерење.

Во целина, измерените вредности се движат во интервал од 1,9 до 8,2 $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м., со просечна вредност 3,4 $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м. и медијана 3,4 $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м. Коефициентот на варијација изнесува 33,1%, што укажува на постоење на одредени осцилации кај поединечни примероци во одредени денови на складирање. Сепак, овие варијации не се доволно изразени и конзистентни за да укажат на јасни систематски разлики од статистичка гледна точка.

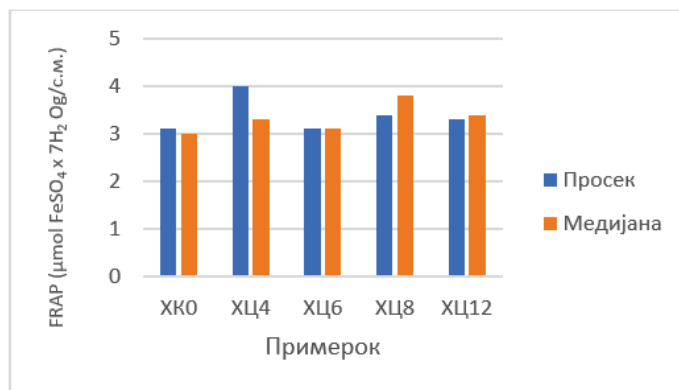
Дескриптивната статистика на вредностите на FRAP антиоксидативниот капацитет, вкупно, како и според примерок и денови на складирање, е прикажана во Табела 41.

Табела 41. Дескриптивна статистика на примероци од хумус, од анализа на антиоксидативен капацитет според FRAP метода ($\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.), вкупно, според примерок и според денови на складирање

Индикатор	Вк.	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	3.41	3.15	3.98	3.15	3.40	3.36	3.68	2.85	4.63	2.48
Медијана	3.43	2.98	3.34	3.11	3.72	3.42	3.54	2.73	4.23	2.26
Минимум	1.99	2.18	2.43	2.22	1.99	2.30	3.16	2.43	3.64	1.99
Максимум	8.30	4.56	8.30	4.53	4.08	4.43	4.43	3.63	8.30	3.71
Ст. дев.	1.13	0.94	1.92	0.78	0.86	0.82	0.41	0.42	1.35	0.56
Опсег	6.31	2.39	5.87	2.30	2.09	2.12	1.27	1.20	4.65	1.72
CV (%)	33.1	29.8	48.2	24.8	25.1	24.4	11.1	14.8	29.3	22.6

Вкрстено по примерок и ден на складирање, највисоки вредности на FRAP генерално се забележуваат кај д14, додека д7, а особено д21, покажуваат пониски вредности. Кај контролниот примерок ХК0, вредностите на FRAP опаѓаат од д0 (3,3 $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.) на д7 (2,5 $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.), по што следи јасен пораст на д14 (4,4 $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.), а потоа повторно се намалуваат на д21 (2,1 $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.). Слична динамика се забележува и кај примероците ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12, каде што се регистрира пад на д7, пораст на д14, а потоа повторен пад на д21. Најизразено отстапување има кај примерокот ХЦ4, каде на д14 се јавува највисоката

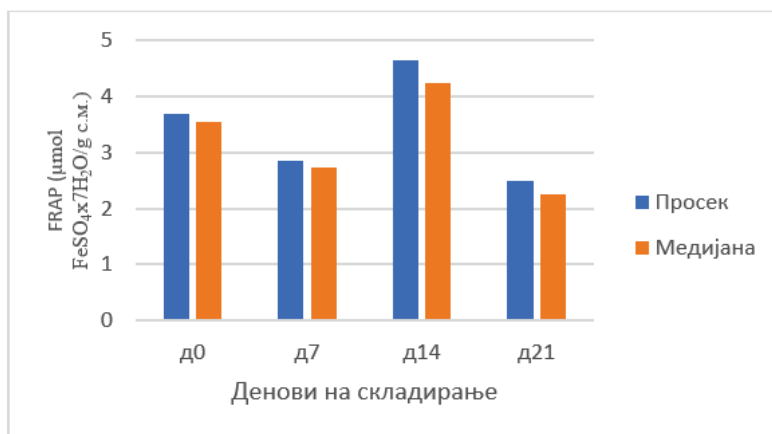
просечна вредност во целата матрица ($6,6 \mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.), по што вредноста повторно се враќа на умерено ниво на д21 ($3,4 \mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.). Ова се совпаѓа и со фактот дека ХЦ4 покажува и најголема варијабилност ($CV \approx 48,2\%$), односно најизразена нестабилност на FRAP вредностите низ времето.



Графикон 45. Просечни и медијални вредности од анализа на антиоксидативен капацитет определен со FRAP метода ($\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.) кај испитуваните примероци (според примерок)

На ниво на примерок, разликите во просечните и медијалните вредности се релативно мали и во голема мера се преклопуваат. Најниски просечни вредности имаат ХК0 и ХЦ6 ($3,1 \mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.), додека највисока просечна вредност има ХЦ4 ($3,9 \mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.). Примероците ХЦ8 ($3,4 \mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.) и ХЦ12 ($3,3 \mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.) се позиционираат во средниот дел од распонот.

И покрај тоа што примерокот ХЦ4 дескриптивно покажува нешто повисока просечна вредност на FRAP, Крускал–Валис тестот не потврдува статистички значајни разлики помеѓу примероците ($p = 0,878$). Следствено, иако формулацијата ХЦ4 покажува благо повисок просек, статистичката анализа не укажува на систематско влијание на инкорпорираното масло од црно семе врз FRAP вредностите во однос на контролниот примерок.



Графикон 59. Просечни и медијални вредности од анализа на антиоксидативен капацитет определен со FRAP метода ($\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.) кај испитуваните примероци (според денови на складирање)

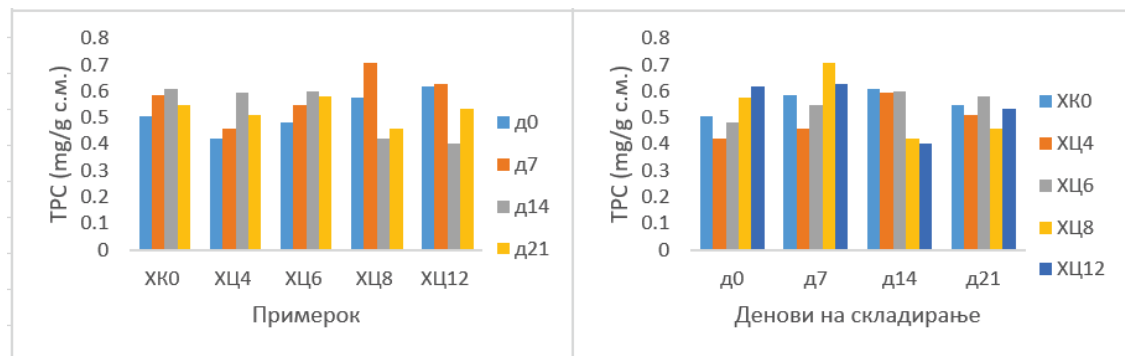
На ниво на ден, највисок антиоксидативен капацитет определен со FRAP методата е регистриран на д14 (просек $4,63 \mu\text{mol}$ еквиваленти на $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.; медијана $4,23 \mu\text{mol}$ еквиваленти на $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.), додека д0 ($3,68 \mu\text{mol}$ еквиваленти на $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.) е повисок од д7 ($2,85 \mu\text{mol}$ еквиваленти на $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.), а најниска просечна вредност на антиоксидативниот капацитет определен со FRAP методата се забележува на д21 ($2,48 \mu\text{mol}$ еквиваленти на $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O/g}$ с.м.) (Графикон 59). Иако дескриптивно се забележува ваков образец, Фридмановиот тест не потврдува статистички значајни разлики низ времето ($p = 0,564$).

Од теоретска гледна точка, образецот во движењето на вредностите од FRAP методата – „пад на д7 – пик на д14 – пад на д21“ – може да се поврзе со динамиката на антиоксидативните компоненти во комплексната матрица на производот. Имено, во првата недела е можно привремено намалување на измерената редуциска моќ поради рани оксидативни процеси и/или врзување на антиоксидативните соединенија во матрицата. Во текот на втората недела може да се зголеми екстрактивноста и достапноста на редуktivните соединенија, додека во третата недела повторно се намалува редуktivниот капацитет поради постепена деградација или исцрпување на дел од антиоксидативните компоненти.

Иако не се утврдува јасен статистички тренд во периодот од 0 до 21 ден, дескриптивно се забележува тенденција на повисоки вредности околу 14-тиот ден, особено кај примерокот ХЦ4, што може да укажува на потенцијално привремено подобрување на антиоксидативниот капацитет во однос на контролниот примерок.

5.4.3. Содржина на вкупни полифеноли (TPC) во примероците хумус

Резултатите од определувањето на вкупните полифеноли (Total Phenolic Content, TPC), изразени во mg/g сува материја (с.м.), како просечни вредности по примерок (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12) и по период на складирање (д0, д7, д14 и д21), се прикажани на Графикон 60.



Графикон 60. Просечни вредности за TPC (mg/g с.м.) кај испитуваните примероци (според примерок и според денови на складирање)

Вкупната содржина на фенолни соединенија (полифеноли) (Total Phenolic Content, TPC) во примероците од хумус од наут се движи во интервал од 0,397 mg/g с.м. до 0,709 mg/g с.м., со просечна вредност 0,539 mg/g с.м. и медијана 0,561 mg/g с.м. Варијабилноста е умерена (стандардна девијација 0,082 и коефициент на варијација 15,2%), што укажува дека содржината на TPC се менува низ времето и меѓу примероците, но без конзистентно издвојување на одреден примерок над останатите.

Дескриптивната статистика на вредностите на TPC, вкупно, како и според примерок и денови на складирање, е прикажана во Табела 46.

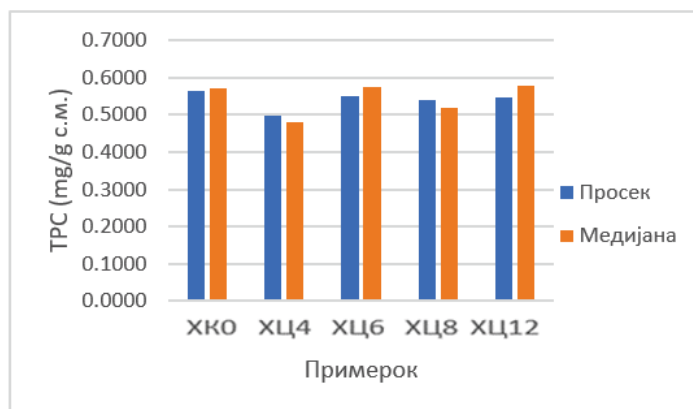
Табела 46. Дескриптивна статистика на TPC (mg/g с.м.), вкупно, според примерок и според денови на складирање

Индикатор	Вк.	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12	д0	д7	д14	д21
Просек	0,5391	0,5622	0,4962	0,5514	0,5405	0,5450	0,5194	0,5847	0,5252	0,5270
Медијана	0,5606	0,5705	0,4790	0,5738	0,5200	0,5791	0,5070	0,5850	0,5869	0,5397
Минимум	0,3972	0,4909	0,4138	0,4612	0,4130	0,3972	0,4138	0,4385	0,3972	0,4516
Максимум	0,7094	0,6172	0,6075	0,6037	0,7094	0,6372	0,6372	0,7094	0,6172	0,5955
SD	0,0817	0,0446	0,0733	0,0530	0,1211	0,0973	0,0753	0,0897	0,0987	0,0486

Опсег	0,3122	0,1264	0,1936	0,1425	0,2964	0,2400	0,2233	0,2708	0,2201	0,1440
CV(%)	15,2%	7,9%	14,8%	9,6%	22,4%	17,8%	14,5%	15,3%	18,8%	9,2%

Кога се гледа вкрстено по примерок и ден, најчесто се забележува повисоко ниво во средината на периодот, но со различни профили по примерок. Имено, кај контролниот ХК0, ТРС расте од д0 (0,503 mg/g с.м.) на д7 (0,585 mg/g с.м.) и дополнително на д14 (0,611 mg/g с.м.), а потоа опаѓа на д21 (0,550 mg/g с.м.). Кај ХЦ4 има постепено покачување до д14 (0,420 → 0,458 → 0,595 mg/g с.м.), па пад на д21 (0,512 mg/g с.м.). Кај ХЦ6 трендот е сличен со „раст до д14“ и задржување релативно високо на д21 (0,480 → 0,546 → 0,597 → 0,583 mg/g с.м.). Кај ХЦ8 и ХЦ12, пак, се гледа поинаква динамика: ХЦ8 има изразен максимум на д7 (0,709 mg/g с.м.), проследен со силен пад на д14 (0,419 mg/g с.м.) и останува пониско на д21 (0,458 mg/g с.м.), додека кај ХЦ12 ТРС е високо на д0/д7 (0,618–0,625 mg/g с.м.), па нагло опаѓа на д14 (0,403 mg/g с.м.) и повторно се враќа на средното ниво на д21 (0,533 mg/g с.м.).

За појаснување на разликите меѓу формулациите, просечните и медијалните вредности на ТРС според примерок се прикажани на Графикон 61.

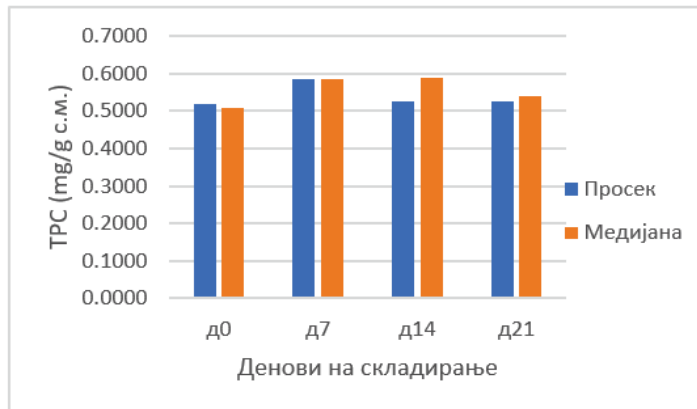


Графикон 61 . Просечни и медијални вредности за ТРС (mg/g с.м.) кај испитуваните примероци (според примерок)

На ниво на примерок, најниска просечна вредност има ХЦ4 (просек 0,496 mg/g с.м.; медијана 0,479 mg/g с.м.), додека останатите се многу блиску меѓусебно: ХК0 0,562 mg/g с.м., ХЦ6 0,551 mg/g с.м., ХЦ8 0,541 mg/g с.м. и ХЦ12 0,545 mg/g с.м. (медијаните се во сличен распон). Иако дескриптивно контролниот ХК0 има повисока средна/медијална вредност од ХЦ4 и е блиска до ХЦ6–ХЦ12, Крускал-Валис тестот не

покажува статистички значајни разлики помеѓу петте примероци ($p = 0,560$).

Временскиот профил на ТРС е дополнително прикажан на Графикон 62, а резултатите од парните споредби се дадени во Табела 47.



Графикон 62. Просечни и медијални вредности за ТРС (mg/g с.м.) кај испитуваните примероци (според денови на складирање)

На ниво на ден, дескриптивно највисоко ниво има д7 (просек 0,585 mg/g с.м.; медијана 0,585 mg/g с.м.), додека д0 е пониско (0,519 mg/g с.м.), а д14 и д21 се блиску и нешто пониски (0,525 и 0,527 mg/g с.м.).

Сепак, Фридмановиот тест потврдува статистички значајни разлики низ времето само на ниво на значајност од 0,1 (p -вредноста на овој тест изнесува 0,0503), односно станува збор за граничен резултат, иако формално 0,05.

Дополнително, според Вилкоксон споредбите на д0 со останатите денови, иако се забележливи одредени разлики (на пример д0 со д7 или д0 со д21) добиените резултати не покажуваат присуство на статистички значајни разлики и по аплицирање на Бонферони корекција ($\alpha=0,0167$) (табела 47).

Табела 47. Вилкоксон тест по парови за ТРС според денови на складирање

Променлива	Индикатор	д7-д0	д14-д0	д21-д0
ТРС	Статистика на тест	-2,023	-0,135	-1,753
	p -вредност	0,043	0,893	0,080

*Ниво на значајност со аплицирана Бонферони корекција ($\alpha = 0,0167$)

Имено, пресметаните p -вредности за сите набљудувани парови се поголеми од утврденото ниво на значајност од 0,0167. Оттука, не може да се заклучи дека ТРС се

менува статистички сигурно во текот на 21 ден, иако дескриптивно се гледа краткорочен пораст околу првата недела.

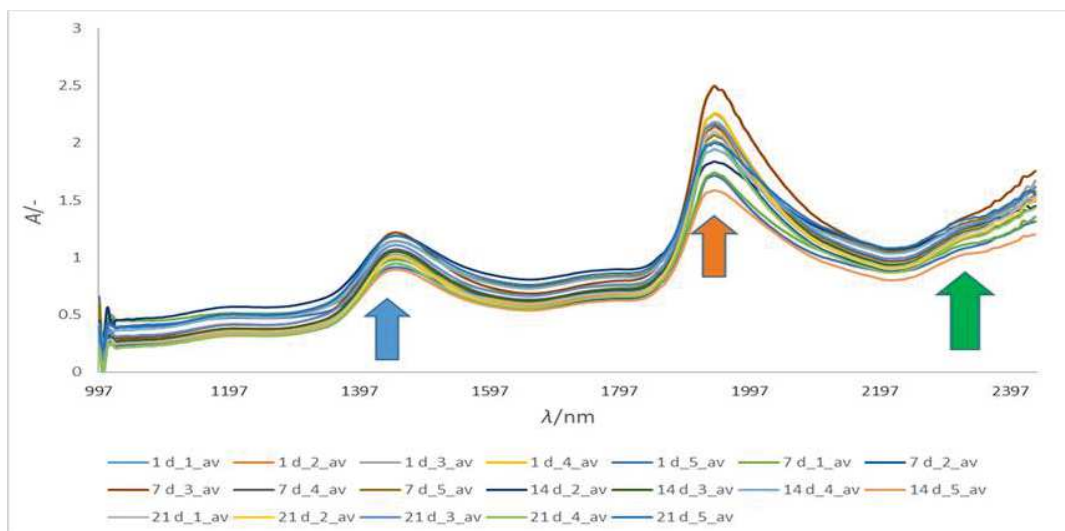
Од теоретски аспект, може да се каже дека ваквите резултати за ТРС се очекувани, особено што истиот не реагира само на феноли туку и на други редуктивни компоненти, кои во сложена матрица како хумус дополнително влијаат на распределба на масната фаза и можни интеракции со протеини/јаглехидрати.

Оттука, може да се заклучи дека промените во ТРС се повеќе поврзани со варијабилноста меѓу самите примероци на хумус.

5.5. БЛИСКО-ИНФРАЦРВЕНА СПЕКТРОСКОПИЈА (NIRs)

Поради комплексниот матрикс на хумусот, кој истовремено содржи вода, протеини и липиди со преклопени спектрални информации, беше избрана блиско-инфрацрвена (NIR) спектроскопија како брза и недеструктивна аналитичка метода за следење на промените и разграничување на примероците со различна содржина на масло од црно семе.

Континуираните сурови NIR спектри на примероците од хумус со различна содржина на ладно цедено масло од црно семе се прикажани на Графикон 63.



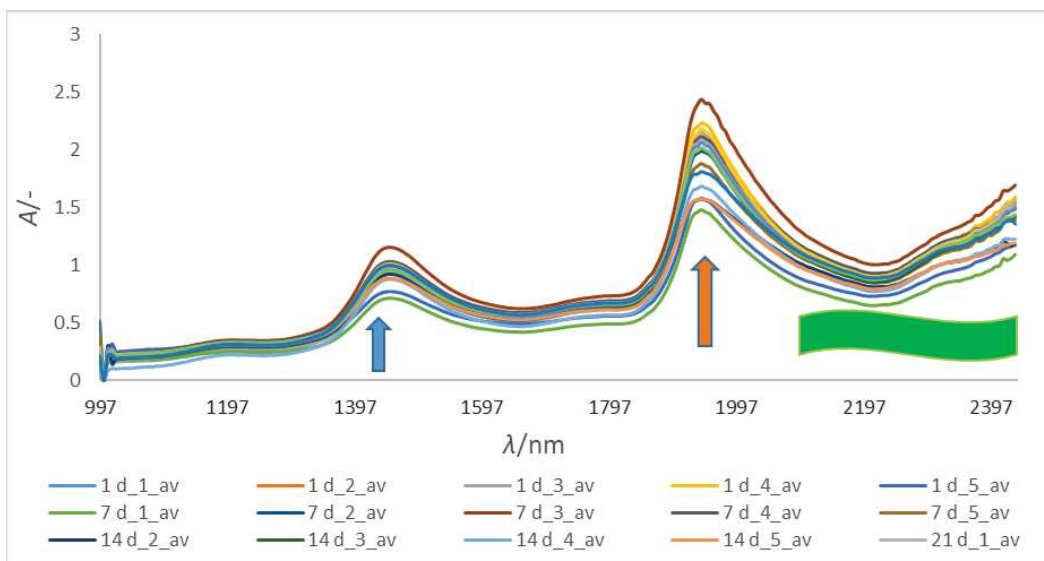
Графикон 63. Просечни вредности (av) на оригиналните (сурови) блиско-инфрацрвени (NIR) спектри, според примерок и денови на складирање *Ознаките 1–5 се однесуваат на примероците: 1 – ХК0 (контролен примерок), 2 – ХЦ4, 3 – ХЦ6, 4 – ХЦ8 и 5 – ХЦ12, соодветно по денови на складирање.

Како што може да се забележи, NIR спектрите кај сите примероци следат ист тренд, при што најинтензивните апсорпциони пикови се јавуваат на приближно 1450 nm и 1940 nm. Во литературата овие бранови должини се поврзуваат со првиот обертон на О–Н истегнувањето и со комбинираниите вибрациони апсорпциони ленти, кои најчесто потекнуваат од водата присутна во матрицата на храната (Mureşan et al., 2016; Sokač Svetnić et al., 2023; Kaur et al., 2026).

Брановиот регион помеѓу 1450 nm и 1550 nm, според теоретските спектроскопски интерпретации, се поврзува со вибрационите фреквенции на N–H врските кои потекнуваат од протеините (Sirovec et al., 2023). Дополнително, опсегот од 2300 до 2350 nm во литературата се поврзува со комбинираниите C–H вибрациони ленти карактеристични за липидите (Sharma et al., 2025).“

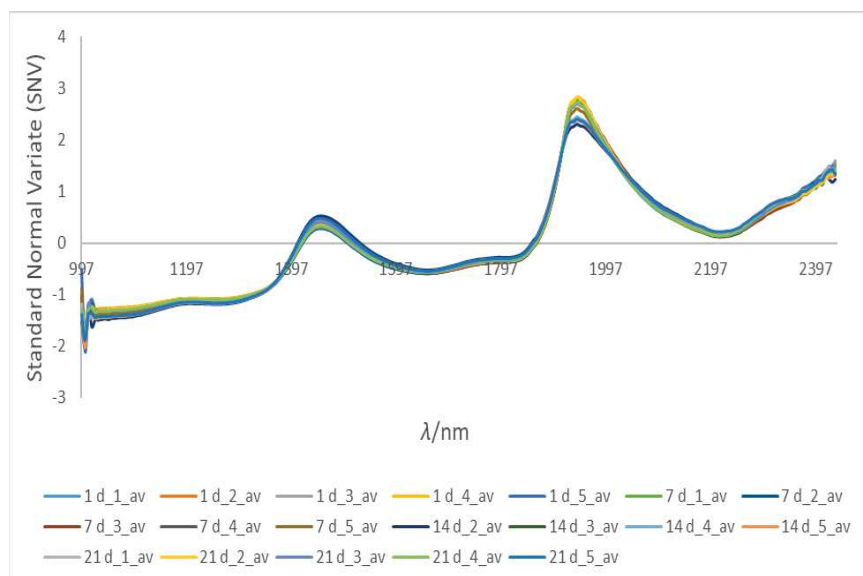
Поради комплексноста на NIR спектрите, беа применети методи на претобработка, како корекција на основната линија (baseline correction) и стандардна нормална варијанта (SNV), со цел да се извлечат релевантни информации за физичко-хемиските карактеристики на примероците од хумус. Значителен дел од варијансата, која потекнува од различната интензитетност на рефлексијата и може да се поврзе со физичките својства на примерокот, беше редуциран. Оваа редукција овозможи основните хемиски разлики, манифестирани преку апсорпцијата, појасно да дојдат до израз.

Претобработените NIR спектри кај сите примероци следеа ист тренд: пиковите на 1450 nm и 1940 nm останаа доминантни, додека варијациите во брановиот опсег 2100–2400 nm, карактеристичен за маслото од црно семе (Menevseoglu et al., 2022), станаа појасно дефинирани како разлики во спектралната форма (Графикон 64).



Графикон 64. Просечни вредности (av) на претобработените блиско-инфрацрвени (NIR) спектри (метод на корекција на основната линија), според примерок и денови на складирање *Ознаките 1–5 се однесуваат на примероците: 1 – ХК0 (контролен примерок), 2 – ХЦ4, 3 – ХЦ6, 4 – ХЦ8 и 5 – ХЦ12, соодветно по денови на складирање.

NIR спектрите на примероците од хумус со различна содржина на ладно целено масло од црно семе, обработени со алгоритмот на стандардна нормална варијанта (SNV), се прикажани на Графикон 65.



Графикон 65. Просечни вредности (av) на претобработените блиско-инфрацрвени (NIR) спектри (метод на стандардна нормална варијанта, SNV), според примерок и ден на

складирање *Ознаките 1–5 се однесуваат на примероците: 1 – ХК0 (контролен примерок), 2 – ХЦ4, 3 – ХЦ6, 4 – ХЦ8 и 5 – ХЦ12, соодветно по денови на складирање

Методата SNV е клучна за намалување на ефектите од расејување на светлината и варијациите во големината на честичките, со што се овозможува понатамошната анализа првенствено да биде фокусирана на хемиските варијации помеѓу примероците.

NIR спектрите покажуваат неколку јасно дефинирани бранови региони кои корелираат со органските соединенија присутни во хумусот. Апсорпциониот пик околу 1450 nm се поврзува со првиот обертон на О–Н истегнувањето, кое најчесто се асоцира со присуството на вода или фенолни соединенија, како и со N–H истегнувањето, што може да укажува на содржината на влага и на присуството на протеински компоненти во матриксот. Најизразениот пик во опсегот 1900–1950 nm е карактеристичен за комбинираниите вибрациони апсорпциони ленти на водата (О–Н), при што високата интензивност во овој регион укажува на варијации во хидратацијата на примероците. Помалите пикови забележани во регионот над 2200 nm соодветствуваат на комбинираниите апсорпциони ленти на C–H врските, кои најчесто се поврзуваат со липидните компоненти, односно мастите, потекнати од ладно целеното масло од црно семе.

5.6. МИКРОБИОЛОШКА АНАЛИЗА НА ПРИМЕРОЦИТЕ ХУМУС

Резултатите од микробиолошката анализа на примероците од хумус за време на складирањето се прикажани во Табела 48.

Табела 48. Микробиолошки резултати на примероците хумус за време на складирање

Микробиолошки параметар	ХК0	ХЦ4	ХЦ6	ХЦ8	ХЦ12
Квасци и мувли (CFU/g)	н.д.	н.д.	н.д.	н.д.	н.д.
<i>Salmonella</i> spp.	отсуство / 25 g	отсуство / 25 g	отсуство / 25 g	отсуство / 25 g	отсуство / 25 g
<i>Enterobacteriaceae</i> (37 °C, CFU/g)	н.д.	н.д.	н.д.	н.д.	н.д.

<i>Escherichia coli</i> (β -glucuronidase, CFU/g)	н.д.	н.д.	н.д.	н.д.	н.д.
--	------	------	------	------	------

н.д. – не детектирано до границата на методот.

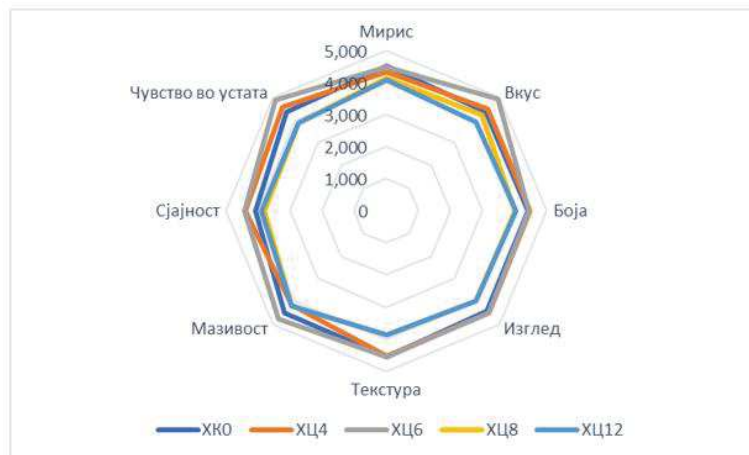
Резултатите се добиени при мерења спроведени на ден 1, 7, 14 и 21 од складирањето; не се утврдени разлики меѓу деновите.

Во сите испитувани примероци на хумус присуството на квасци и мувли, *Salmonella* spp. (отсуство во 25 g), *Escherichia coli* и *Enterobacteriaceae* во текот на целиот период на следење беше под границата на детекција. Како што е прикажано во Табела 48, резултатите укажуваат на висок степен на микробиолошка безбедност и усогласеност со микробиолошките критериуми пропишани со националниот Правилник за посебните барања во однос на микробиолошките критериуми за храна (Агенција за храна и ветеринарство на РСМ; Службен весник на РСМ, бр. 100/2013).

Слични наоди се пријавени и во студијата на Karam et al. (2023), каде кај хумус складиран на 4 °C е потврдено отсуство на патогени микроорганизми и контролиран раст на индикаторните микроорганизми, што се поврзува со примената на оцет како природен антимикробен агенс кој ја подобрува микробиолошката стабилност и го продолжува рокот на траење на производот

5.7. СЕНЗОРНА АНАЛИЗА НА ПРИМЕРОЦИТЕ ХУМУС

Проценката на сензорниот квалитет беше извршена со примена на пондериран бодовен систем, при што поединечните својства беа вреднувани според однапред дефинирани коефициенти на важност. Најголем коефициент беше доделен на чувството во устата (CV = 5), по што следуваа вкусот (CV = 4), мирисот и изгледот (CV = 3), текстурата и мазивоста (CV = 2), додека бојата и сјајноста имаа најнизок коефициент (CV = 1). Сензорната анализа покажа дека сите испитувани примероци на хумус се високо оценети, при што просечните оценки за поединечните сензорни атрибути се движат во интервал од 3,78 до 4,93, што укажува на добра до многу добра општа прифатливост на производот. Резултатите од сензорната евалуација на примероците хумус со различна концентрација на масло од црно семе (ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12) се прикажани на (Графикон 66).



Графикон 66: Сензорни оценки на контролниот примерок и примероците со инкорпорирано масло од црно семе во различни концентрации

За параметарот мирис, највисока оценка беше забележана кај контролниот примерок ХК0 (4,52), како и кај примерокот ХЦ6 (4,49), додека примероците со повисока концентрација на масло од црно семе (ХЦ8 и ХЦ12) покажаа нешто пониски оценки (4,15 и 4,07), што може да се поврзе со поизразената карактеристична арома на маслото.

Вкусот беше највисоко оценет кај примерокот ХЦ6 (4,93), што укажува дека додавањето на 6 % масло од црно семе придонесува за оптимален баланс на вкусот. Контролниот примерок и примерокот ХЦ4 покажаа слични и високи оценки (4,37 и 4,49), додека кај ХЦ12 беше забележана најниска оцена за вкус (3,93).

Во однос на визуелната прифатливост на бојата, сите примероци покажаа релативно мали разлики, со оценки во распон од 4,00 до 4,49. Највисоки оценки за боја беа забележани кај ХЦ4 и ХЦ6 (4,49 и 4,44), додека кај ХЦ8 беше регистрирана најниска оцена (4,00).

Изгледот и текстурата беа најповолно оценети кај примероците ХЦ4 и ХЦ6, со оценки од 4,52 и 4,56, додека кај примероците ХЦ8 и ХЦ12 беа забележани пониски, но сè уште прифатливи оценки 3,96 и 3,88, соодветно.

Мазивоста беше највисоко оценета кај примерокот ХЦ6 (4,75), што укажува на подобрени структурни својства и лесна размачкувачка способност, додека останатите примероци покажаа слични вредности во распон од 4,15 до 4,49.

Сјајноста и чувството во устата следеа сличен тренд, при што највисоки оценки повторно беа забележани кај примерокот ХЦ6 (4,41 и 4,89), додека кај примероците со 8 % и 12 % масло од црно семе оценките беа пониски, што укажува дека повисоките концентрации може негативно да влијаат на целокупниот сензорен квалитет.

Генерално, резултатите од сензорната анализа укажуваат дека примерокот ХЦ6 покажува најбалансиран и најповолен сензорен профил во однос на испитуваните атрибути, додека зголемувањето на концентрацијата на масло од црно семе над 6 % доведува до постепено намалување на одредени сензорни својства.

Пресметаната пондерирана средна оцена за ХК0, ХЦ4, ХЦ6, ХЦ8 и ХЦ12 изнесуваше 4,401, 4,428, 4,622, 4,002 и 3,974, додека процентот од можен квалитет изнесуваше 88,02 %, 85,48 %, 92,44 %, 80,04 % и 79,48 % соодветно.

Резултатите од пондерираната сензорна евалуација јасно укажуваат дека примерокот ХЦ6 претставува оптимална формулација, со пондерирана средна оцена од 4,622, со што единствено се класифицира во категоријата одличен квалитет (4,5 – 5,0). Во споредба со него, контролниот примерок ХК0 (4,401) и примерокот ХЦ4 (4,428), иако високо оценети, остануваат во категоријата многу добар квалитет, што укажува дека инкорпорирањето на масло од црно семе во концентрација од 6 % резултира со најповолен синергетски ефект врз вкупниот сензорен профил. Понатамошното зголемување на концентрацијата на масло (ХЦ8 и ХЦ12) доведува до намалување на пондерираните оценки (4,002 и 3,974, соодветно), што сугерира дека повисоките нивоа на инкорпорација не придонесуваат дополнително кон сензорниот квалитет. Овие резултати ја потврдуваат 6 % концентрацијата како најсоодветна од аспект на сензорна прифатливост, обезбедувајќи рамнотежа помеѓу интензитетот на карактеристичните својства на маслото и очекуваниот сензорен профил на хумусот.

Според добиените пондерирани средни оценки и дефинираните категории на квалитет, примероците ХК0 и ХЦ4 се класифицираат во категоријата на производи со многу добар квалитет и се блиску до границата за одличен квалитет. Од друга страна, примероците ХЦ8 и ХЦ12 се исто така категоризирани како многу добар квалитет, но со пониски вредности во однос на контролата и ХЦ6. Ниту еден од испитуваните примероци не припаѓа на категориите на производи со добар квалитет или во категоријата на производи кои не ги исполнуваат барањата за квалитет, што укажува на општо високо ниво на сензорна прифатливост на сите формулации.

Маслото од *Nigella sativa*, со одликува со карактеристичен интензивен вкус и арома и неговата инкорпорација во емулзиски прехранбени системи може да се одрази

на прифатливоста на сензорните својства, во зависност од употребената концентрација. Инкорпорирано во функционален производ како липидна фаза, микрокапсулираното масло покажало добра сензорна прифатливост, без значајни негативни ефекти врз вкусот, бојата и текстурата (Mohammed et al., 2019).

6. ЗАКЛУЧОК

Спроведеното истражување овозможи сеопфатна евалуација на влијанието на различните концентрации на ладно цедено масло од *Nigella sativa* и времето на складирање врз нутритивните, физичко-хемиските, реолошките, антиоксидативните, микробиолошките и сензорните својства на хумусот.

Параметрите вкупни масти, сол, јаглехидрати, активитет на вода (a_w) и рН не покажаа статистички значајни разлики помеѓу примероците (ХК0 наспроти ХЦ4–ХЦ12). На ниво на денови, дел од овие параметри следат очекувана динамика при чување (најчесто стабилни или умерено променливи вредности), но без јасно издвојување на д0 во однос на останатите денови по пост-хок споредбите.

Статистички значајна разлика на ниво на примерок е утврдена кај диететските влакна, при што ХЦ6 се издвојува од контролниот ХК0 (значајна разлика ХК0–ХЦ6), што упатува дека рецептурата со 6 % масло од црно семе има поинаков профил на влакна од контролниот хумус. Значајна разлика ХК0–ХЦ8 е утврдена и во содржината на вода, при што примерокот со 8% масло од црно семе покажува поинаков (практично понизок) воден удел во однос на контролата, што е конзистентно со ефектот на липидната фаза врз распределбата и задржувањето на вода во матрицата.

Пепелта не покажа разлики помеѓу примероците, но се регистрирани значајни разлики меѓу деновите (вкупно), со образец на пораст околу д7 и враќање/стабилизација кон д14–д21. Сепак, споредбите д0 наспроти останатите контролни мерења не издвојуваат поединечна временска точка како статистички различна од д0, што укажува дека вкупната временска разлика можеби повеќе се должи на варијации помеѓу контролните мерења, отколку на линеарна промена од почетокот па натаму.

Хемиската стабилност во класична смисла на оксидација е оценета преку пероксидниот број, при што доминира временскиот ефект на складирање (раст до две недели, потоа стабилизација/пад), додека разликите помеѓу контролниот примерок и примероците со инкорпорирано масло од црно семе се присутни на вкупно ниво, но без поединечни разлики на контролниот примерок со останатите.

Пероксидниот број покажува статистички значајна разлика помеѓу примероците, но контролниот ХК0 не се разликува значајно од ниту еден поединечен примерок во пост-хок споредбите. Образецот низ време е јасен и технолошки очекуван: д0 е најнизок, потоа следи раст на д7 и максимум околу д14, со благ пад на д21, што упатува на развој на примарна оксидација во текот на складирањето и делумна транзиција/разградување на пероксидите кон крајот на периодот. На ниво на ден се регистрирани значајни разлики

(вкупно), но споредбите д0 наспроти д7/д14/д21 не покажуваат статистичка значајност, што значи дека сигналот најверојатно варира по примероци, односно не претставува остар скок во една конкретна точка во однос на иницијалниот период.

Анализата на масно-киселинскиот состав покажа дека на ниво на примерок статистички се издвојува С24:0 (лигноцеринска киселина), при што ХЦ12 се разликува од контролниот примерок ХК0, што укажува дека највисоката доза (12 % масло од црно семе) го менува траг-профилот на оваа заситена масна киселина. Останатите масни киселини не покажаа значајни разлики на ниво на примерок. На ниво на денови, повеќе масни киселини покажуваат значајни вкупни разлики, но без поединечни значајни разлики кога д0 се споредува со секој нареден ден, што укажува дека временската динамика постои, но не е доволно изразена за статистички сигурна потврда.

Колориметриската анализа покажа статистички значајни разлики помеѓу примероците за речиси сите параметри: за L^* значајно се издвојува ХЦ8 од ХК0 (промена во светлината/осветленоста), за параметарот b^* значајно се разликуваат ХЦ4 и ХЦ12 од контролниот ХК0 (поместување кон жолтиот тон), а за ΔE значајно се разликува ХЦ4 од ХК0, што значи дека 4 % додаток на масло од црно семе дава најјасно мерлива целокупна промена на бојата во однос на контролниот примерок. За параметарот a^* постои вкупна разлика помеѓу примероците, но контролниот примерок не се издвојува значајно во однос на останатите одделно. По денови, L^* и a^* покажуваат вкупни разлики, но без статистички потврдено издвојување на д0 во пост-хок тестовите, додека b^* и ΔE не покажуваат значајни временски разлики.

Спроведената анализа укажува дека инкорпорирањето на масло од црно семе најконзистентно и најјасно се одразува преку реолошките својства (K , n) и бојата (L^* , b^* и ΔE), односно маслената фаза директно влијае на микроструктурата (својството на течење) и оптичките својства на производот. Параметарот K покажува силни разлики меѓу примероците: ХЦ4, ХЦ8 и ХЦ12 се значајно различни од ХК0, што значи дека инкорпорирањето масло (особено 4 %, 8 % и 12 %) го менува коефициентот на конзистентност. Кај параметарот n се утврдени значајни разлики ХК0–ХЦ6 и ХК0–ХЦ8, што упатува дека средните концентрации (6 % и 8 %) поизразено го менуваат степенот на псевдопластичност. По денови, K не покажува значајни разлики, додека кај n постои вкупна временска разлика, но без јасно издвојување на д0 во пост-хок споредбите.

Антиоксидативните тестови генерално се постабилни по формулација (FRAP/TPC без јасни разлики), додека определувањето со DPPH метода покажува временска динамика со врв околу д14, што е компатибилно со промени во достапноста

на антиоксидативни компоненти во матрицата при чување. Во рамки на антиоксидативните параметри, DPPH покажува значајни разлики меѓу деновите (вкупно) со најизразен пораст околу д14, додека меѓу примероците не се утврдува значајно издвојување на контролниот примерок во однос на формулациите со инкорпорирано масло.

Примената на блиско-инфрацрвената (NIR) спектроскопија се покажа како соодветна и ефективна метода за анализа на комплексниот матрикс на хумусот и за разликување на примероците со различна содржина на ладно цедено масло од *Nigella sativa*. Доминантните апсорпциони пикови околу 1450 nm и 1940 nm се поврзуваат со O–H и N–H врските и ја одразуваат улогата на водата и протеините, додека варијациите во регионот 2100 – 2400 nm овозможуваат појасно идентификување на спектралните разлики поврзани со липидната фаза.

Микробиолошката анализа на сите испитувани формулации покажа отсуство на патогени микроорганизми (*Salmonella* spp., *Enterobacteriaceae* и *Escherichia coli*) во текот на целиот период на складирање од 21 ден, што укажува на високо ниво на микробиолошка безбедност на производите. Вкупниот број на квасци и мувли остана под детекциските граници или во рамки на прифатливите вредности.

Сензорната анализа покажа висока прифатливост на сите формулации (пондерирани оценки 3,974 – 4,622), при што примерокот со 6 % масло од *Nigella sativa* постигна највисок вкупен квалитет (4,622; 92,44%) и единствен беше класифициран како одличен. Формулациите со 8 % и 12 % масло покажаа умерено пониски оценки (4,002 и 3,974), што укажува дека концентрацијата од 6 % претставува оптимален компромис од аспект на сензорна прифатливост.

Врз основа на спроведените анализи и добиените резултати, може да се констатира дека поставените цели на истражувањето беа реализирани, при што беше овозможена успешна инкорпорација на ладно цеденото масло од *Nigella sativa* во матрицата на хумусот и добивање на технолошки стабилен производ со дефинирани нутритивни, физичко-хемиски, реолошки, антиоксидативни, микробиолошки и сензорни својства.

Резултатите од дисертацијата отвораат можности за понатамошни истражувања во повеќе насоки, особено:

- проширување на испитувањето кон подолги периоди на складирање

- квантитативна анализа и следење на тимокинонот како индикатор за стабилноста на маслото од *Nigella sativa* во производот;
- инкорпорирање на различни ладно цедени масла во растителни намази од хумус и други зачински додатоци;
- примена на сличен формулациски пристап кај други растителни намази и функционални производи.

Ваквите истражувања би придонеле кон понатамошна научна и практична примена на *Nigella sativa* во развој на иновативни функционални производи.

7. КОРИСТЕНА ЛИТЕРАТУРА

1. Abbas, M., Gururani, M. A., Ali, A., Bajwa, S., Hassan, R., Batool, S. W., Imam, M., & Wei, D. (2024). Antimicrobial Properties and Therapeutic Potential of Bioactive Compounds in *Nigella sativa*: A Review. *Molecules*, 29(20), 4914. <https://doi.org/10.3390/molecules29204914>
2. Abou-gharbia, H., Shehata, A. a. Y., Youssef, M., & Shahidi, F. (1996). Oxidative stability of sesame paste (Tehina) *Journal of Food Lipids*, 3(2), 129–137. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4522.1996.tb00060.x>
3. Agah, M. S., Azadmard-Damirchi, S., & Bodbodak, S. (2024). Quality of oil extracted by cold press from *Nigella sativa* seeds conditioned and pre-treated by microwave. *Food Science & Nutrition*, 12(5), 3529–3537. <https://doi.org/10.1002/fsn3.4021>
4. Agarwal, S., & Mishra, N. (2021). Evaluation of fatty acid profile of *Nigella sativa* L. seeds. *Plant Archives*, 21(Supplement-1), 2078–2081. <https://doi.org/10.51470/plantarchives.2021.v21.s1.342>
5. Ahmad, A., Husain, A., Mujeeb, M., Khan, S. A., Najmi, A. K., Siddique, N. A., Damanhour, Z. A., & Anwar, F. (2013). A review on therapeutic potential of *Nigella sativa*: A miracle herb. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 3(5), 337–352. [https://doi.org/10.1016/s2221-1691\(13\)60075-1](https://doi.org/10.1016/s2221-1691(13)60075-1)
6. Ahmed, J., Thomas, L., & Mulla, M. (2020). High-pressure treatment of hummus in selected packaging materials: Influence on texture, rheology, and microstructure. *Journal of Food Process Engineering*, 43(7). <https://doi.org/10.1111/jfpe.13425>
7. Ajay, A., Gaur, S. S., Shams, R., Dash, K. K., Mukarram, S. A., & Kovács, B. (2024). Chickpeas and gut microbiome: Functional food implications for health. *Heliyon*, 10(20), e39314. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e39314>
8. Al-Bahtiti, N. H. (2015). Chemical investigation and preservative effect of Jordanian *Nigella sativa* L. seed oil on date paste. *International Journal of Research Studies in Biosciences*, 3(4), 120–124.
9. Al Sultani, T. D. M., Fakhri, S. A., & Al-Zuhairi, W. H. N. (2022). Comparison of the antimicrobial activity of *Nigella sativa* aqueous and oil extracts. *Iranian Journal of War and Public Health*, 13(4), 305–311. <https://doi.org/10.29252/acadpub.ijwph.13.4.305>
10. Albakry, Z., Karrar, E., Ahmed, I. a. M., Oz, E., Proestos, C., Sheikha, A. F. E., Oz, F., Wu, G., & Wang, X. (2022). Nutritional Composition and Volatile Compounds of Black Cumin (*Nigella sativa* L.) Seed, Fatty Acid Composition and Tocopherols,

- Polyphenols, and Antioxidant Activity of Its Essential Oil. *Horticulturae*, 8(7), 575. <https://doi.org/10.3390/horticulturae8070575>
11. Algahtani, M. S., Ahmad, M. Z., Shaikh, I. A., Abdel-Wahab, B. A., Nourein, I. H., & Ahmad, J. (2021). Thymoquinone Loaded Topical Nanoemulgel for Wound Healing: Formulation design and In-Vivo Evaluation. *Molecules*, 26(13), 3863. <https://doi.org/10.3390/molecules26133863>
 12. Ali, B. H., & Blunden, G. (2003). Pharmacological and toxicological properties of *Nigella sativa*. *Phytotherapy Research*, 17(4), 299–305. <https://doi.org/10.1002/ptr.1309>
 13. Ali, S. S., Kasoju, N., Luthra, A., Singh, A., Sharanabasava, H., Sahu, A., & Bora, U. (2007). Indian medicinal herbs as sources of antioxidants. *Food Research International*, 41(1), 1–15. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2007.10.001>
 14. Al-Kaabi, A. B., Davati, N., & Karami, M. (2024). Effect of *Nigella sativa* L. essential oil on oxidative stability and microbial growth of local white Feta cheese. *International Food Research Journal*, 31(3), 567–577. <https://doi.org/10.47836/ifrj.31.3.03>
 15. Al-Naqeeb, G., Ismail, M., & Al-Zuba, A. S. (2009). Fatty Acid Profile, α -Tocopherol Content and Total Antioxidant Activity of Oil Extracted from *Nigella sativa* Seeds. *International Journal of Pharmacology*, 5(4), 244–250. <https://doi.org/10.3923/ijp.2009.244.250>
 16. Al-Qadiri, H., Amr, A., Al-Holy, M. A., & Shahein, M. (2020). Effect of gamma irradiation against microbial spoilage of hummus preserved under refrigerated storage. *Food Science and Technology International*, 27(7), 598–607. <https://doi.org/10.1177/1082013220975891>
 17. Alshubaith, I. H., Abohelaika, S., Alhajri, S. M., Alhajri, A. S., Alsultan, R. A., Alshubayth, M., Alturaifi, H. R., & Al-Hamad, A. M. (2025). Evaluation of the microbial burden of grilled food and hummus from restaurants in Al-Ahsa region of Saudi Arabia. *Discover Food*, 5, 181. <https://doi.org/10.1007/s44187-025-00482-8>
 18. Alu'datt, M. H., Rababah, T., Al-u'datt, D. G. F., Gammoh, S., Alkandari, S., Allafi, A., Alrosan, M., Kubow, S., & Al-Rashdan, H. K. (2024). Designing novel industrial and functional foods using the bioactive compounds from *Nigella sativa* L. (black cumin): Biochemical and biological prospects toward health implications. *Journal of Food Science*, 89(4), 1865–1893. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.16981>
 19. Alvarez, M. D., Fuentes, R., Guerrero, G., & Canet, W. (2016). Characterization of commercial Spanish hummus formulation: Nutritional composition, rheology, and

- structure. *International Journal of Food Properties*, 20(4), 845–863. <https://doi.org/10.1080/10942912.2016.1186692>
20. Amorati, R., & Valgimigli, L. (2018). Methods to measure the antioxidant activity of phytochemicals and plant extracts. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 66(13), 3324–3329. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.8b01079>
21. Andrés-Bello, A., Barreto-Palacios, V., García-Segovia, P., Mir-Bel, J., & Martínez-Monzó, J. (2013). Effect of pH on color and texture of food products. *Food Engineering Reviews*, 5(3), 158–170. <https://doi.org/10.1007/s12393-013-9067-2>
22. Antolovich, M., Prenzler, P. D., Patsalides, E., McDonald, S., & Robards, K. (2001). Methods for testing antioxidant activity. *The Analyst*, 127(1), 183–198. <https://doi.org/10.1039/b009171p>
23. AOAC. (1995). *Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists* (16th ed.). Method 991.43 – Total, Soluble, and Insoluble Dietary Fiber in Foods. AOAC International, Gaithersburg, MD, USA.
24. AOAC. (2005). *Official Methods of Analysis* (18th ed.), Method 978.04. AOAC International, Gaithersburg, MD, USA.
25. AOAC. (2019). *Official Methods of Analysis of AOAC International* (21st ed.). AOAC International, Gaithersburg, MD. Method 922.06.
26. AOAC. (2019). *Official Methods of Analysis of AOAC International* (21st ed.). AOAC International, Gaithersburg, MD. Method 941.18.
27. AOAC. (2019). *Official Methods of Analysis of AOAC International* (21st ed.). AOAC International, Gaithersburg, MD. Method 925.10 – Moisture in Foods.
28. Apak, R., Güçlü, K., Demirata, B., Özyürek, M., Çelik, S. E., Bektaşoğlu, B., Berker, K. I., & Özyurt, D. (2007). Comparative Evaluation of Various Total Antioxidant Capacity Assays Applied to Phenolic Compounds with the CUPRAC Assay. *Molecules*, 12(7), 1496–1547. <https://doi.org/10.3390/12071496>
29. Armstrong, R. A. (2014). When to use the Bonferroni correction. *Ophthalmic and Physiological Optics*, 34(5), 502–508. <https://doi.org/10.1111/opo.12131>
30. Arshad, M. S., Khalid, W., Ahmad, R. S., Khan, M. K., Ahmad, M. H., Safdar, S., Kousar, S., Munir, H., Shabbir, U., Zafarullah, M., Nadeem, M., Asghar, Z., & Suleria, H. a. R. (2021). Functional Foods and Human Health: An Overview. In *IntechOpen eBooks*. <https://doi.org/10.5772/intechopen.99000>
31. Arslan, D., & Acar, A. (2024). Effects of different postharvest storage conditions of black cumin seeds on the oxidative stability of cold pressed oil. *La Rivista Italiana Delle*

- Sostanze Grasse, 101, 165–174.
32. Baker, M. T., Lu, P., Parrella, J. A., & Leggette, H. R. (2022). Consumer Acceptance toward Functional Foods: A Scoping Review. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 19(3), 1217. <https://doi.org/10.3390/ijerph19031217>
 33. Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., & Idaomar, M. (2007). Biological effects of essential oils – A review. *Food and Chemical Toxicology*, 46(2), 446–475. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2007.09.106>
 34. Barnes, H. A., Hutton, J. F., & Walters, K. (1989). *Rheology: Principles, measurements, and applications*. Elsevier.
 35. Benzie, I. F., Strain, J. J. (1996). The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of antioxidant power: The FRAP assay. *Analytical Biochemistry*, 239(1), 70–76. <https://doi.org/10.1006/abio.1996.0292>
 36. Bornare, D. T., Pathan, J. Y., Ahmed, S. T., & Mit, A. I. (2015). Extraction and utilization of *Nigella sativa* L. oil in development of value added cookies. *International Journal of Engineering Research And*, V4(08). <https://doi.org/10.17577/ijertv4is080417>
 37. Bourgou, S., Ksouri, R., Bellila, A., Skandrani, I., Falleh, H., & Marzouk, B. (2007). Phenolic composition and biological activities of Tunisian *Nigella sativa* L. shoots and roots. *Comptes Rendus Biologies*, 331(1), 48–55. <https://doi.org/10.1016/j.crvi.2007.11.001>
 38. Bourgou, S., Pichette, A., Marzouk, B., & Legault, J. (2009). Bioactivities of black cumin essential oil and its main terpenes from Tunisia. *South African Journal of Botany*, 76(2), 210–216. <https://doi.org/10.1016/j.sajb.2009.10.009>
 39. Brand-Williams W., Cuvelier M.E., Berset C. (1995). Use of a free radical method to evaluate activity. *Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie*, 28(1), 25–30. [https://doi.org/10.1016/S0023-6438\(95\)80008-5](https://doi.org/10.1016/S0023-6438(95)80008-5)
 40. Bucar M., & Bucar F. (2000). Antioxidant activity of *Nigella sativa* essential oil. *Phytother. Res.*, 14, 323-328.
 41. Bulathsinhala, H., Srimali, N., & Rajapaksha, S. (2025). Enhanced Thymoquinone Recovery from Cold-Pressed Black Seeds (*Nigella sativa* L.) through Freeze-Thaw and Microwave Pretreatment Techniques. *Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology*, 13(4), 927–933. <https://doi.org/10.24925/turjaf.v13i4.927-933.7351>
 42. Çakaloğlu, B., Özyurt, V. H., & Ötleş, S. (2018). Cold press in oil extraction. A review. *Ukrainian Food Journal*, 7(4), 640–654. <https://doi.org/10.24263/2304-974x-2018-7-4->

9

43. Çakmakçı, S., Gündoğdu, E., Dağdemir, E., & Erdoğan, Ü. (2014). Tereyağı Stabilitesi Üzerine Çörekotu (*Nigella sativa* L.) Uçucu Yağı Kullanılabilirliğinin Araştırılması. *Kafkas Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi*, 20(4), 533-539
<https://doi.org/10.9775/kvfd.2013.10550>
44. Calder, P. C. (2015). Functional roles of fatty acids and their effects on human health. *Journal of Parenteral and Enteral Nutrition*, 39(1S), 18S-32S.
<https://doi.org/10.1177/0148607115595980>
45. Casal, S., Malheiro, R., Sendas, A., Oliveira, B. P., & Pereira, J. A. (2010). Olive oil stability under deep-frying conditions. *Food and Chemical Toxicology*, 48(10), 2972–2979. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2010.07.036>
46. Chaieb, K., Kouidhi, B., Jrah, H., Mahdouani, K., & Bakhrouf, A. (2011). Antibacterial activity of Thymoquinone, an active principle of *Nigella sativa* and its potency to prevent bacterial biofilm formation. *BMC Complementary and Alternative Medicine*, 11(1), 29. <https://doi.org/10.1186/1472-6882-11-29>
47. Chandel, N. S. (2021). Lipid metabolism. *Cold Spring Harbor Perspectives in Biology*, 13(9), a040576. <https://doi.org/10.1101/cshperspect.a040576>
48. Cheikh-Rouhou, S., Besbes, S., Hentati, B., Blecker, C., Deroanne, C., & Attia, H. (2006). *Nigella sativa* L.: Chemical composition and physicochemical characteristics of lipid fraction. *Food Chemistry*, 101(2), 673–681.
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.02.022>
49. Choe, E., & Min, D. B. (2006). Mechanisms and factors for edible oil oxidation. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 5(4), 169–186.
<https://doi.org/10.1111/j.1541-4337.2006.00009.x>
50. Choo, W., Birch, J., & Dufour, J. (2006). Physicochemical and quality characteristics of cold-pressed flaxseed oils. *Journal of Food Composition and Analysis*, 20(3–4), 202–211. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2006.12.002>
51. Chopra, H., Sharma, C., & Awasthi, M. (2024). Nutritional profile and sensory characteristics of hummus with the addition of wakame (*Undaria pinnatifida*). *Journal of Food and Nutrition Research*, 63(4), 318–322.
52. Christodoulou, M. C., Palacios, J. C. O., Hesami, G., Jafarzadeh, S., Lorenzo, J. M., Domínguez, R., Moreno, A., & Hadidi, M. (2022). Spectrophotometric methods for measurement of antioxidant activity in food and pharmaceuticals. *Antioxidants*, 11(11), 2213. <https://doi.org/10.3390/antiox11112213>

53. Cicerale, S., Lucas, L., & Keast, R. (2011). Antimicrobial, antioxidant and anti-inflammatory phenolic activities in extra virgin olive oil. *Current Opinion in Biotechnology*, 23(2), 129–135. <https://doi.org/10.1016/j.copbio.2011.09.006>
54. Codex Standard for Named Vegetable Oils (CODEX-STAN 210 - 1999)
Codex Standard for Olive Oil, Virgin and Refined and for Refined Olive-Pomace Oil (CODEX STAN 33-1981, Rev. 1-1989).
55. Cvetnić, T. S., Krog, K., Benković, M., Jurina, T., Valinger, D., Redovniković, I. R., Kljusurić, J. G., & Tušek, A. J. (2023). Application of Near-Infrared spectroscopy for monitoring and/or control of composting processes. *Applied Sciences*, 13(11), 6419. <https://doi.org/10.3390/app13116419>
56. Dąbrowski, G., Czaplicki, S., & Konopka, I. (2024). Variation in the Composition and Quality of *Nigella sativa* L. Seed Oils—The Underestimated Impact on Possible Health-Promoting Properties. *Molecules*, 29(6), 1360. <https://doi.org/10.3390/molecules29061360>
57. Del Socorro López-Cortez, M., Rosales-Martínez, P., Arellano-Cárdenas, S., & Cornejo-Mazón, M. (2016). Antioxidants Properties and effect of processing methods on bioactive compounds of legumes. In *InTech eBooks*. <https://doi.org/10.5772/63757>
58. Dutta, K., & Nath, R. (2023). Application of colorimetry in food industries. In *IntechOpen eBooks*. <https://doi.org/10.5772/intechopen.112099>
59. Dunn, O. J. (1961). *Journal of the American Statistical Association*, 56(293), 52–64. <https://doi.org/10.1080/01621459.1961.10482090>
60. El-Far, A. H., Jaouni, S. K. A., Li, W., & Mousa, S. A. (2018). Protective roles of thymoquinone nanoformulations: Potential nanonutraceuticals in human diseases. *Nutrients*, 10(10), 1369. <https://doi.org/10.3390/nu10101369>
61. Elmontaleb, H. A., Galal, E., Abdelmageed, D., & Hamdy, S. (2020). Biochemical and microbiological properties of Edam cheese with black cumin oil. *Egyptian Journal of Food Science*, 0(0), 0. <https://doi.org/10.21608/ejfs.2020.26081.1046>
62. Elshiekh, A., & Omar, M. (2024). Physicochemical properties of functional yoghurt fortified with microencapsulated moringa and black cumin oils. *Al-Azhar Journal of Agricultural Research*, 0(0), 0. <https://doi.org/10.21608/ajar.2024.237090.1265>
63. Emulsion and it's applications in food processing – a review. (2014). *Int. Journal of Engineering Research And Applications*, 4(4), 241–248.
64. FAO. (2003). *Food energy – methods of analysis and conversion factors*. Rome: Food and Agriculture Organization of the United Nations.

65. Faridy, J. M., Stephanie, C. M., Gabriela, M. O., & Cristian, J. (2020). Biological Activities of Chickpea in Human Health (*Cicer arietinum* L.). A Review. *Plant Foods for Human Nutrition*, 75(2), 142–153. <https://doi.org/10.1007/s11130-020-00814-2>
66. Fekete, M., Lehoczki, A., Kryczyk-Poprawa, A., Zábó, V., Varga, J., Bálint, M., Fazekas-Pongor, V., Csípó, T., Rzaşa-Duran, E., & Varga, P. (2025). Functional foods in Modern Nutrition Science: Mechanisms, evidence, and public health implications. *Nutrients*, 17(13), 2153. <https://doi.org/10.3390/nu17132153>
67. Fidan, H., Stankov, S., Daraba, A., Doğan, H., Alexieva, I., Stoyanova, A., & Ercisli, S. (2019). Phytochemical composition of black cumin (*Nigella sativa* L.) seeds from Turkey as an unconventional source for the food industry. *Journal of Food and Nutrition Research*, 58(2), 115–123.
68. Flieger, J., Flieger, W., Baj, J., & Maciejewski, R. (2021). Antioxidants: classification, natural sources, Activity/Capacity measurements, and usefulness for the synthesis of nanoparticles. *Materials*, 14(15), 4135. <https://doi.org/10.3390/ma14154135>
69. Forouzanfar, F., Fazly Bazzaz, B. S., & Hosseinzadeh, H. (2014). Black cumin (*Nigella sativa*) and its constituent (thymoquinone): A review on antimicrobial effects. *Iranian Journal of Basic Medical Sciences*, 17, 929–938.
70. Frankenfeld, C. L., & Wallace, T. C. (2020). Dietary patterns and nutritional status in relation to consumption of chickpeas and hummus in the U.S. population. *Applied Sciences*, 10(20), 7341. <https://doi.org/10.3390/app10207341>
71. Friedman, M. (1937). *Journal of the American Statistical Association*, 32(200), 675–701. <https://doi.org/10.1080/01621459.1937.10503522>
72. Gaforio, J. J., Visioli, F., Alarcón-De-La-Lastra, C., Castañer, O., Delgado-Rodríguez, M., Fitó, M., Hernández, A. F., Huertas, J. R., Martínez-González, M. A., Menendez, J. A., De La Osada, J., Papadaki, A., Parrón, T., Pereira, J. E., Rosillo, M. A., Sánchez-Quesada, C., Schwingshackl, L., Toledo, E., & Tsatsakis, A. M. (2019). Virgin Olive Oil and Health: Summary of the III International Conference on Virgin Olive Oil and Health Consensus Report, JAEN (Spain) 2018. *Nutrients*, 11(9), 2039. <https://doi.org/10.3390/nu11092039>
73. Gali-Muhtasib, H., Roessner, A., & Schneider-Stock, R. (2005). Thymoquinone: A promising anti-cancer drug from natural sources. *The International Journal of Biochemistry & Cell Biology*, 38(8), 1249–1253. <https://doi.org/10.1016/j.biocel.2005.10.009>
74. Gerige, S. J., Gerige, M. K. Y., Rao, M., & Ramanjaneyulu. (2009). GC-MS analysis

- of *Nigella sativa* seeds and antimicrobial activity of its volatile oil. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 52(5), 1189–1192. <https://doi.org/10.1590/s1516-89132009000500016>
75. Ghanbari, R., Anwar, F., Alkharfy, K. M., Gilani, A., & Saari, N. (2012). Valuable Nutrients and Functional Bioactives in Different Parts of Olive (*Olea europaea* L.)—A Review. *International Journal of Molecular Sciences*, 13(3), 3291–3340. <https://doi.org/10.3390/ijms13033291>
76. Gharby, S., Asbbane, A., Ahmed, M. N., Gagour, J., Hallouch, O., Oubannin, S., Bijla, L., Goh, K. W., Bouyahya, A., & Ibourki, M. (2025). Vegetable oil oxidation: Mechanisms, impacts on quality, and approaches to enhance shelf life. *Food Chemistry X*, 28, 102541. <https://doi.org/10.1016/j.fochx.2025.102541>
77. Gharby, S., Harhar, H., Bouzoubaa, Z., Asdadi, A., Yadini, A. E., & Charrouf, Z. (2015). Chemical characterization and oxidative stability of seeds and oil of sesame grown in Morocco. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 16(2), 105–111. <https://doi.org/10.1016/j.jssas.2015.03.004>
78. Gholamnezhad, Z., Havakhah, S., & Boskabady, M. H. (2016). Preclinical and clinical effects of *Nigella sativa* and its constituent, thymoquinone: A review. *Journal of Ethnopharmacology*, 190, 372–386. <https://doi.org/10.1016/j.jep.2016.06.061>
79. González-Osuna, M. F., Torres-Arreola, W., Márquez-Ríos, E., Wong-Corral, F. J., Lugo-Cervantes, E., Rodríguez-Figueroa, J. C., García-Sánchez, G., Ezquerria-Brauer, J. M., Soto-Valdez, H., Castillo, A., & Del-Toro-Sánchez, C. L. (2023). Antioxidant Activity of Peptide Fractions from Chickpea Globulin Obtained by Pulsed Ultrasound Pretreatment. *Horticulturae*, 9(4), 415. <https://doi.org/10.3390/horticulturae9040415>
80. Goyal, S. N., Prajapati, C. P., Gore, P. R., Patil, C. R., Mahajan, U. B., Sharma, C., Talla, S. P., & Ojha, S. K. (2017). Therapeutic potential and pharmaceutical development of thymoquinone: a multitargeted molecule of natural origin. *Frontiers in Pharmacology*, 8, 656. <https://doi.org/10.3389/fphar.2017.00656>
81. Grajzer, M., Szmalczel, K., Kuźmiński, Ł., Witkowski, M., Kulma, A., & Prescha, A. (2020). Characteristics and antioxidant potential of Cold-Pressed Oils—Possible strategies to improve oil stability. *Foods*, 9(11), 1630. <https://doi.org/10.3390/foods9111630>
82. Granato, D., Barba, F. J., Kovačević, D. B., Lorenzo, J. M., Cruz, A. G., & Putnik, P. (2020). Functional foods: product development, technological trends, efficacy testing, and safety. *Annual Review of Food Science and Technology*, 11(1), 93–118.

<https://doi.org/10.1146/annurev-food-032519-051708>

83. Gülçin, İ. (2011). Antioxidant activity of food constituents: an overview. *Archives of Toxicology*, 86(3), 345–391. <https://doi.org/10.1007/s00204-011-0774-2>
84. Gulcin, İ. (2025). Antioxidants: a comprehensive review. *Archives of Toxicology*, 99(5), 1893–1997. <https://doi.org/10.1007/s00204-025-03997-2>
85. Gunstone, F. D. (2011). Production and Trade of Vegetable Oils. <https://onlinelibrary.wiley.com/>, 1–24. <https://doi.org/10.1002/9781444339925.ch1>
86. Hannan, M. A., Rahman, M. A., Sohag, A. a. M., Uddin, M. J., Dash, R., Sikder, M. H., Rahman, M. S., Timalcina, B., Munni, Y. A., Sarker, P. P., Alam, M., Mohibullah, M., Haque, M. N., Jahan, I., Hossain, M. T., Afrin, T., Rahman, M. M., Tahjib-Ul-Arif, M., Mitra, S., . . . Kim, B. (2021). Black Cumin (*Nigella sativa* L.): A Comprehensive Review on Phytochemistry, Health Benefits, Molecular Pharmacology, and Safety. *Nutrients*, 13(6), 1784. <https://doi.org/10.3390/nu13061784>
87. Hassanien, M. F. R., Assiri, A. M. A., Alzohairy, A. M., & Oraby, H. F. (2015). Health-promoting value and food applications of black cumin essential oil: an overview. *Journal of Food Science and Technology*, 52(10), 6136–6142. <https://doi.org/10.1007/s13197-015-1785-4>
88. He, Y., Meda, V., Reaney, M. J., & Mustafa, R. (2021). Aquafaba, a new plant-based rheological additive for food applications. *Trends in Food Science & Technology*, 111, 27–42. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.02.035>
89. Hernández-Salazar, M., Osorio-Díaz, P., Loarca-Piña, G., Reynoso-Camacho, R., Tovar, J., & Bello-Pérez, L. A. (2010). In vitro fermentability and antioxidant capacity of the indigestible fraction of cooked black beans (*Phaseolus vulgaris* L.), lentils (*Lens culinaris* L.) and chickpeas (*Cicer arietinum* L.). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 90(9), 1417–1422. <https://doi.org/10.1002/jsfa.3954>
90. Heshmati, J., & Namazi, N. (2015). Effects of black seed (*Nigella sativa*) on metabolic parameters in diabetes mellitus: A systematic review. *Complementary Therapies in Medicine*, 23(2), 275–282. <https://doi.org/10.1016/j.ctim.2015.01.013>
91. Hossen, J., Ali, M. A., Othman, N. H., & Noor, A. M. (2023). Oxidative stability and compositional characteristics of oil from microwave irradiated black cumin seed under accelerated oxidation condition. *Grasas Y Aceites*, 74(1), e493. <https://doi.org/10.3989/gya.0908212>
92. Huang, D., Ou, B., & Prior, R. L. (2005). The Chemistry behind Antioxidant Capacity Assays. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(6), 1841–1856.

<https://doi.org/10.1021/jf030723c>

93. IFRA Analytical Working Group. (2019). Determination of the peroxide value. International Fragrance Association (IFRA) Analytical Method (2nd rev.). Geneva, Switzerland.
94. Inouye, S., Takizawa, T., & Yamaguchi, H. (2001). Antibacterial activity of essential oils and their major constituents against respiratory tract pathogens by gaseous contact. *Journal of Antimicrobial Chemotherapy*, 47(5), 565–573.
95. ISO. (2001). ISO 8262-1: Milk products and milk-based foods — Determination of fat content — Gravimetric method (Weibull–Stoldt method). International Organization for Standardization, Geneva.
96. ISO. (2008). Microbiology of food and animal feeding stuffs — Horizontal method for the enumeration of β -D-glucuronidase-positive *Escherichia coli* — Part 2: Colony-count technique at 44°C using 5-bromo-4-chloro-3-indolyl β -D-glucuronide. (ISO 16649-2:2008). International Organization for Standardization
97. ISO. (2011). Microbiology of food and animal feeding stuffs — Horizontal method for the enumeration of yeasts and moulds — Part 1: Colony count technique in products with water activity greater than 0.95 (ISO 21527-1:2011). International Organization for Standardization.
98. ISO. (2014). Milk and milk products — Determination of nitrogen content — Part 1: Kjeldahl method (ISO 8968-1:2014). International Organization for Standardization
99. ISO. (2015). Animal and vegetable fats and oils — Gas chromatography of fatty acid methyl esters — Part 4: Determination by capillary gas chromatography (ISO 12966-4:2015). International Organization for Standardization
100. ISO. (2017). Microbiology of the food chain — Horizontal method for the detection and enumeration of Enterobacteriaceae — Part 2: Colony-count technique. (ISO 21528-2:2017). International Organization for Standardization.
101. ISO. (2017). Microbiology of the food chain — Horizontal method for the detection, enumeration and serotyping of *Salmonella* — Part 1: Detection of *Salmonella* spp. (ISO 6579-1:2017). International Organization for Standardization.
102. ISO. (2023). MKC EN ISO 2171:2023. Cereals, pulses and by-products — Determination of ash yield by incineration. International Organization for Standardization, Geneva.
103. Jameel, S., Hameed, A., & Shah, T. M. (2021). Biochemical Profiling for Antioxidant and Therapeutic Potential of Pakistani Chickpea (*Cicer arietinum* L.) Genetic Resource.

- Frontiers in Plant Science, 12, 663623. <https://doi.org/10.3389/fpls.2021.663623>
104. Jha, U. C., Nayyar, H., Thudi, M., Beena, R., Prasad, P. V. V., & Siddique, K. H. M. (2024). Unlocking the nutritional potential of chickpea: strategies for biofortification and enhanced multnutrient quality. *Frontiers in Plant Science*, 15, 1391496. <https://doi.org/10.3389/fpls.2024.1391496>
105. Jufri, M., Namirah, J., & Suryadi, H. (2022). Formulation and stability study of black cumin (*Nigella sativa* L.) seed oil emulsion using sucrose palmitate as emulsifier. *International Journal of Applied Pharmaceutics*, 14(5), 113–118. <https://doi.org/10.22159/ijap.2022v14i5.44945>
106. Kabir, Y., Shirakawa, H., & Komai, M. (2019). Nutritional composition of the indigenous cultivar of black cumin seeds from Bangladesh. *Progress in Nutrition*, 21(1-S), 428–434. <https://doi.org/10.23751/pn.v21i1-S.6556>
107. Kalam, M. A., Raish, M., Ahmed, A., Alkharfy, K. M., Mohsin, K., Alshamsan, A., Al-Jenoobi, F. I., Al-Mohizea, A. M., & Shakeel, F. (2017). Oral bioavailability enhancement and hepatoprotective effects of thymoquinone by self-nanoemulsifying drug delivery system. *Materials Science and Engineering C*, 76, 319–329. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2017.03.088>
108. Kara M, Assouguem A, Zerhouni AR, Bahhou J. (2021). Phytochemical Content and Antioxidant Activity of Vinegar Prepared from Four Apple Varieties by Different Methods. *Tropical Journal of Natural Product Research*, 5(9), 1578–1585. <https://doi.org/10.26538/tjnpr/v5i9.9>
109. Karadag, A., Ozcelik, B., & Saner, S. (2009). Review of methods to determine antioxidant capacities. *Food Analytical Methods*, 2(1), 41–60. <https://doi.org/10.1007/s12161-008-9067-7>
110. Karam, L., Ghonim, F., Dahdah, P., Attieh, G., Al-Ahmad, S., Ghonim, S., & Osaili, T. (2023). Beyond Chemical Preservatives: Enhancing the Shelf-Life and Sensory Quality of Ready-to-Eat (RTE) Hummus with Vinegar and Other Natural Antimicrobials. *Foods*, 12(15), 2947. <https://doi.org/10.3390/foods12152947>
111. Karaman, K. (2019). Characterization of *Saccharomyces cerevisiae* based microcarriers for encapsulation of black cumin seed oil: Stability of thymoquinone and bioactive properties. *Food Chemistry*, 313, 126129. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.126129>
112. Kaur, S., Padhi, S. R., T, M., Singh, N., Tomar, M., John, R., Kumar, A., Verma, V. K., Singh, M., Tripathy, K., Gayacharan, Kumar, V., Kalia, R. K., Singh, A. K.,

- Wankhede, D. P., Rana, J. C., Bhardwaj, R., & Riar, A. (2026). Protein informatics: Development and validation of a universal NIR spectroscopy-based deep learning and chemometric models for protein quantification in legume crops—A high-throughput approach for large germplasm screening. *Future Foods*, 13, 100909. <https://doi.org/10.1016/j.fufo.2026.100909>
113. Kazemi, M. (2014). Phytochemical composition, antioxidant, anti-inflammatory and antimicrobial activity of *Nigella Sativa* L. Essential oil. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 17(5), 1002–1011. <https://doi.org/10.1080/0972060x.2014.914857>
114. Khaikin, E., Chrubasik-Hausmann, S., Kaya, S., & Zimmermann, B. F. (2022). Screening of Thymoquinone Content in Commercial *Nigella sativa* Products to Identify a Promising and Safe Study Medication. *Nutrients*, 14(17), 3501. <https://doi.org/10.3390/nu14173501>
115. Kiciak, A., Kuczka, N., Barczyńska, R., Staśkiewicz-Bartecka, W., Białek-Dratwa, A., Sapała, A., Kowalski, O., & Kardas, M. (2025). Analysis of the quality of selected vegetarian products available on the Polish market compared to their homemade equivalents. *Foods*, 14(5), 891. <https://doi.org/10.3390/foods14050891>
116. Kiralan, M., Kiralan, S. S., Ozkan, G., & Ramadan, M. F. (2020a). Composition and Functionality of *Nigella sativa* Fixed Oil. In *Food bioactive ingredients* (pp. 319–333). https://doi.org/10.1007/978-3-030-48798-0_20
117. Kiralan, M., Kiralan, S. S., Ozkan, G., & Ramadan, M. F. (2020b). Food Applications of *Nigella sativa* Fixed Oil. In *Food bioactive ingredients* (pp. 349–360). https://doi.org/10.1007/978-3-030-48798-0_22
118. Kiralan, M., Ulaş, M., Özyaydin, A., Özdemir, N., Özkan, G., Bayrak, A., & Ramadan, M. F. (2016). Blends of Cold Pressed Black Cumin Oil and Sunflower Oil with Improved Stability: A Study Based on Changes in the Levels of Volatiles, Tocopherols and Thymoquinone during Accelerated Oxidation Conditions. *Journal of Food Biochemistry*, 41(1), e12272. <https://doi.org/10.1111/jfbc.12272>
119. Kiralan, M. (2013). Changes in volatile compounds of black cumin (*Nigella Sativa* L.) seed oil during thermal oxidation. *International Journal of Food Properties*, 17(7), 1482–1489. <https://doi.org/10.1080/10942912.2012.723231>
120. Klug, T. V., Martínez-Hernández, G. B., Collado, E., Artés, F., & Artés-Hernández, F. (2018). Effect of Microwave and High-Pressure processing on quality of an innovative broccoli hummus. *Food and Bioprocess Technology*, 11(8), 1464–1477. <https://doi.org/10.1007/s11947-018-2111-8>

121. Kovács, M., Pomázi, A., Taczman-Brückner, A., Kiskó, G., Dobó, V., Kocsis, T., Mohácsi-Farkas, C., & Belák, Á. (2025). Detection and Identification of Food-Borne Yeasts: An Overview of the relevant methods and their evolution. *Microorganisms*, 13(5), 981. <https://doi.org/10.3390/microorganisms13050981>
122. Kruskal, W. H., & Wallis, W. A. (1952). *Journal of the American Statistical Association*, 47(260), 583–621. <https://doi.org/10.1080/01621459.1952.10483441>
123. Kupikowska-Stobba, B., Domagała, J., & Kasprzak, M. M. (2024). Critical Review of Techniques for Food Emulsion Characterization. *Applied Sciences*, 14(3), 1069. <https://doi.org/10.3390/app14031069>
124. Lachman, J., Hosnedl, V., Pivec V., Orsak, M., (1998) Polyphenols in cereals and their positive and negative role in human and animal nutrition. *Proc. of Cereals for Human Health and Preventive Nutrition*, July 7–11, Brno, 118–125.
125. Lafarga, T., Villaró, S., Bobo, G., & Aguiló-Aguayo, I. (2019). Optimisation of the pH and boiling conditions needed to obtain improved foaming and emulsifying properties of chickpea aquafaba using a response surface methodology. *International Journal of Gastronomy and Food Science*, 18, 100177. <https://doi.org/10.1016/j.ijgfs.2019.100177>
126. Landete, J. M. (2012). Updated Knowledge about Polyphenols: Functions, Bioavailability, Metabolism, and Health. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 52(10), 936–948. <https://doi.org/10.1080/10408398.2010.513779>
127. Liao, W., Badri, W., Alhibshi, A. H., Dumas, E., Ghnimi, S., Gharsallaoui, A., Errachid, A., & Elaissari, A. (2020). Food Applications of *Nigella sativa* Essential Oil. In *Food bioactive ingredients* (pp. 433–455). https://doi.org/10.1007/978-3-030-48798-0_28
128. Ling, W., & Jones, P. (1995). Dietary phytosterols: A review of metabolism, benefits and side effects. *Life Sciences*, 57(3), 195–206. [https://doi.org/10.1016/0024-3205\(95\)00263-6](https://doi.org/10.1016/0024-3205(95)00263-6)
129. Macdougall, D. (2010). Colour measurement of food: principles and practice. In Elsevier eBooks (pp. 312–342). <https://doi.org/10.1533/9780857090195.2.312>
130. Mahgoub, S. A., Ramadan, M. F., & El-Zahar, K. M. (2013). Cold Pressed *Nigella sativa* Oil Inhibits the Growth of Foodborne Pathogens and Improves the Quality of Domiati Cheese. *Journal of Food Safety*, 33(4), 470–480. <https://doi.org/10.1111/jfs.12078>
131. Mahros, M. M., Abd-Elghany, S. M., Sayed-Ahmed, M. Z., Alqahtani, S. S., & Sallam, K. I. (2020). Improving the microbiological quality, health benefits, and storage time of cold-stored ground mutton supplemented with black seed. *LWT*, 138, 110673.

<https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.110673>

132. Majdalawieh, A. F., & Fayyad, M. W. (2015). Immunomodulatory and anti-inflammatory action of *Nigella sativa* and thymoquinone: A comprehensive review. *International Immunopharmacology*, 28(1), 295–304. <https://doi.org/10.1016/j.intimp.2015.06.023>
133. Makouie, S., Alizadeh, M., Maleki, O., & Khosrowshahi, A. (2020). Investigation of physicochemical properties and oxidative stability of encapsulated *Nigella sativa* seed oil. *Flavour and Fragrance Journal*, 36(2), 233–242. <https://doi.org/10.1002/ffj.3638>
134. Mann, H. B., & Whitney, D. R. (1947). *The Annals of Mathematical Statistics*, 18(1), 50–60. <https://doi.org/10.1214/aoms/1177730491>
135. Martinez, K. a. A., Yang, M. M., & De Mejia, E. G. (2021). Technological properties of chickpea (*Cicer arietinum*): Production of snacks and health benefits related to type-2 diabetes. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 20(4), 3762–3787. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12762>
136. Martínez-Preciado, A. H., Ponce-Simental, J. A., Schorno, A. L., Contreras-Pacheco, M. L., Michel, C. R., Rivera-Ortiz, K. G., & Soltero, J. F. A. (2019). Characterization of nutritional and functional properties of “Blanco Sinaloa” chickpea (*Cicer arietinum* L.) variety, and study of the rheological behavior of hummus pastes. *Journal of Food Science and Technology*, 57(5), 1856–1865. <https://doi.org/10.1007/s13197-019-04220-8>
137. Martinez-Velasco, J. D., Filomena-Ambrosio, A., & Garzón-Castro, C. L. (2024). Technological tools for the measurement of sensory characteristics in food: A review. *F1000Research*, 12, 340. <https://doi.org/10.12688/f1000research.131914.2>
138. Martínez-Zamora, L., Castillejo, N., & Artés-Hernández, F. (2023). Ultrasound and microwave treatments preserved quality of a pepper-based hummus enriched in mustard sprouts. *LWT*, 185, 115178. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2023.115178>
139. Martirosyan, D. (2025). Functional food science and bioactive compounds. *Bioactive Compounds in Health and Disease - Online ISSN 2574-0334 Print ISSN 2769-2426*, 8(6), 218–229. <https://doi.org/10.31989/bchd.v8i6.1667>
140. Martirosyan, D., Lampert, T., & Ekblad, M. (2022). Classification and regulation of functional food proposed by the Functional Food Center. *Functional Food Science - Online ISSN 2767-3146*, 2(2), 25. <https://doi.org/10.31989/ffs.v2i2.890>
141. Matheus, J., Alegria, M. J., Nunes, M. C., & Raymundo, A. (2024). Algae-Boosted Chickpea Hummus: Improving Nutrition and Texture with Seaweeds and Microalgae. *Foods*, 13(14), 2178. <https://doi.org/10.3390/foods13142178>

142. Mazaheri, Y., Torbati, M., Azadmard-Damirchi, S., & Savage, G. P. (2019). A comprehensive review of the physicochemical, quality and nutritional properties of *Nigella sativa* oil. *Food Reviews International*, 35(4), 342–362. <https://doi.org/10.1080/87559129.2018.1563793>
143. McClements, D. J. (2015). *Food emulsions: Principles, Practices, and Techniques*, Third Edition. CRC Press.
144. Mekky, R. H., Del Mar Contreras, M., El-Gindi, M. R., Abdel-Monem, A. R., Abdel-Sattar, E., & Segura-Carretero, A. (2015). Profiling of phenolic and other compounds from Egyptian cultivars of chickpea (*Cicer arietinum* L.) and antioxidant activity: a comparative study. *RSC Advances*, 5(23), 17751–17767. <https://doi.org/10.1039/c4ra13155j>
145. Menevseoglu, A. (2022). Evaluation of Portable Vibrational Spectroscopy Sensors as a Tool to Detect Black Cumin Oil Adulteration. *Processes*, 10(3), 503. <https://doi.org/10.3390/pr10030503>
146. Mladenović, K. G., Grujović, M., Kiš, M., Furmeg, S., Tkalec, V. J., Stefanović, O. D., & Kocić-Tanackov, S. D. (2021). Enterobacteriaceae in food safety with an emphasis on raw milk and meat. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 105(23), 8615–8627. <https://doi.org/10.1007/s00253-021-11655-7>
147. Mohamad, R., Agus, B. a. P., & Hussain, N. (2019). Changes of Phytosterols, Rheology, Antioxidant Activity and Emulsion Stability of Salad Dressing with Cocoa Butter During Storage. *Food Technology and Biotechnology*, 57(1), 59–67. <https://doi.org/10.17113/ftb.57.01.19.5692>
148. Mohammed, N. K., Muhialdin, B. J., & Hussin, A. S. M. (2020). Characterization of nanoemulsion of *Nigella sativa* oil and its application in ice cream. *Food Science & Nutrition*, 8(6), 2608–2618. <https://doi.org/10.1002/fsn3.1500>
149. Mohammed, N. K., Tan, C. P., Manap, M. Y. A., Muhialdin, B. J., & Hussin, A. S. M. (2019). Production of Functional Non-dairy Creamer using *Nigella sativa* oil Via Fluidized Bed Coating Technology. *Food and Bioprocess Technology*, 12(8), 1352–1365. <https://doi.org/10.1007/s11947-019-02294-y>
150. Mohammed, T., Krishnan, R., Sh, A., & Kumar, G. S. (2021). *Nigella sativa*: Properties, processing and food applications. *The Pharma Innovation*, 10(5S), 173–184. <https://doi.org/10.22271/tpi.2021.v10.i5sc.6204>
151. Mukhtar, H., Qureshi, A. S., Anwar, F., Mumtaz, M. W., & Marcu, M. (2019). *Nigella sativa* L. seed and seed oil: potential sources of high-value components for development

- of functional foods and nutraceuticals/pharmaceuticals. *Journal of Essential Oil Research*, 31(3), 171–183. <https://doi.org/10.1080/10412905.2018.1562388>
152. Munteanu, I. G., & Apetrei, C. (2021). Analytical methods used in Determining antioxidant Activity: a review. *International Journal of Molecular Sciences*, 22(7), 3380. <https://doi.org/10.3390/ijms22073380>
153. Mureșan, V., Danthine, S., Mureșan, A. E., Racoța, E., Blecker, C., Muste, S., Socaciu, C., & Baeten, V. (2016). In situ analysis of lipid oxidation in oilseed-based food products using near-infrared spectroscopy and chemometrics: The sunflower kernel paste (tahini) example. *Talanta*, 155, 336–346. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2016.04.019>
154. Nadimi, M., & Paliwal, J. (2024). Recent applications of Near-Infrared Spectroscopy in food quality analysis. *Foods*, 13(16), 2633. <https://doi.org/10.3390/foods13162633>
155. Nam, T., Kim, A., & Oh, Y. (2023). Effectiveness of chickpeas on Blood Sugar: A Systematic Review and Meta-Analysis of Randomized Controlled Trials. *Nutrients*, 15(21), 4556. <https://doi.org/10.3390/nu15214556>
156. Nerdy, N., & Manurung, K. (2018). Spectrophotometric method for antioxidant activity test and total phenolic determination of red dragon fruit leaves and white dragon fruit leaves. *Rasayan Journal of Chemistry*, 11(3), 1183–1192. <https://doi.org/10.31788/rjc.2018.1134018>
157. Neunert, G., Kamińska, W., & Nowak-Karnowska, J. (2025). Evaluating the Thymoquinone Content and Antioxidant Properties of Black Cumin (*Nigella sativa* L.) Seed Oil During Storage at Different Thermal Treatments. *Applied Sciences*, 15(1), 377. <https://doi.org/10.3390/app15010377>
158. Nickavar, B., Mojab, F., Javidnia, K., & Amoli, M. a. R. (2003). Chemical Composition of the Fixed and Volatile Oils of *Nigella sativa* L. from Iran. *Zeitschrift Für Naturforschung C*, 58(9–10), 629–631. <https://doi.org/10.1515/znc-2003-9-1004>
159. Odeh, D., Kraljić, K., Skukan, A. B., & Škevin, D. (2021). Oxidative Stability, Microbial Safety, and Sensory Properties of Flaxseed (*Linum usitatissimum* L.) Oil Infused with Spices and Herbs. *Antioxidants*, 10(5), 785. <https://doi.org/10.3390/antiox10050785>
160. Osaili, T., Al-Nabulsi, A., Nazzal, D., Al-Holy, M., Olaimat, A., Obaid, R., & Holley, R. (2020). Effect of water activity and storage of tahini on the viability of stressed *Salmonella* serovars. *Food Science and Technology*, 41(1), 144–150. <https://doi.org/10.1590/fst.39219>
161. Osaili, T. M., Al-Nabulsi, A. A., Taybeh, A. O., Olaimat, A. N., Taha, S., Karam, L.,

- Ayyash, M., Hasan, F., Dabbas, M. M. A., Bamigbade, G. B., Al-Holy, M., Savvaidis, I. N., Obaid, R. S., & Holley, R. (2024). Garlic and chitosan improve the microbial quality of hummus and reduce lipid oxidation. *Foods*, 13(24), 4074. <https://doi.org/10.3390/foods13244074>
162. Osaili, T. M., Dhanasekaran, D. K., Hasan, F., Obaid, R. S., Al-Nabulsi, A. A., Olaimat, A. N., Ismail, L. C., Hasan, H., Ayyash, M., Bamigbade, G. B., Ortiz, J., & Holley, R. (2025). High pressure processing of hummus: Enhancing microbial safety and stability, and reducing lipid oxidation. *Heliyon*, 11(4), e42590. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2025.e42590>
163. Osman, M., Alamri, Mohamed, A., Hussain, S., Gassem, M., & Rahman, I. A. (2014). Black cumin-fortified flat bread: formulation, processing, and quality. *Quality Assurance and Safety of Crops & Foods*, 7(2), 233–238. <https://doi.org/10.3920/qas2013.0335>
164. Oubannin, S., Jadouali, S. M., Atifi, H., Bijla, L., Ibourki, M., Gagour, J., Bouzid, H. A., Aabd, N. A., Bouyahya, A., Harhar, H., Goh, K. W., Ming, L. C., Razi, P., & Gharby, S. (2024). Antioxidant activity, physico-chemical properties, and bioactive compounds of *Nigella sativa* seeds and oil impacted by microwave processing technique. *Heliyon*, 10(18), e37603. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e37603>
165. Ozdemir, N., Kantekin-Erdogan, M. N., Tat, T., & Tekin, A. (2018). Effect of black cumin oil on the oxidative stability and sensory characteristics of mayonnaise. *Journal of Food Science and Technology*, 55(4), 1562–1568. <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3075-4>
166. Ozkan, G., Franco, P., De Marco, I., Xiao, J., & Capanoglu, E. (2018). A review of microencapsulation methods for food antioxidants: Principles, advantages, drawbacks and applications. *Food Chemistry*, 272, 494–506. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.07.205>
167. Papanikolaou, Y., & Fulgoni, V. L. (2008). Bean Consumption Is Associated with Greater Nutrient Intake, Reduced Systolic Blood Pressure, Lower Body Weight, and a Smaller Waist Circumference in Adults: Results from the National Health and Nutrition Examination Survey 1999-2002. *Journal of the American College of Nutrition*, 27(5), 569–576. <https://doi.org/10.1080/07315724.2008.10719740>
168. Pathare, P. B., Opara, U. L., & Al-Said, F. A. (2012). Colour measurement and analysis in fresh and Processed foods: a review. *Food and Bioprocess Technology*, 6(1), 36–60. <https://doi.org/10.1007/s11947-012-0867-9>
169. Patil, N. D., Bains, A., Sridhar, K., Bhaswant, M., Kaur, S., Tripathi, M., Lanterbecq,

- D., Chawla, P., & Sharma, M. (2024). Extraction, Modification, Biofunctionality, and Food Applications of Chickpea (*Cicer arietinum*) Protein: An Up-to-Date Review. *Foods*, 13(9), 1398. <https://doi.org/10.3390/foods13091398>
170. Peng, J., Tang, J., Barrett, D. M., Sablani, S. S., Anderson, N., & Powers, J. R. (2015). Thermal pasteurization of ready-to-eat foods and vegetables: Critical factors for process design and effects on quality. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 57(14), 2970–2995. <https://doi.org/10.1080/10408398.2015.1082126>
171. Ponte, L. G. S., Ribeiro, S. F., Pereira, J. C. V., Antunes, A. E. C., Bezerra, R. M. N., & Da Cunha, D. T. (2025). Consumer Perceptions of Functional Foods: A scoping review focusing on Non-Processed Foods. *Food Reviews International*, 41(6), 1738–1756. <https://doi.org/10.1080/87559129.2025.2453030>
172. Pontoni, L., Panico, A., Matanò, A., Van Hullebusch, E. D., Fabbricino, M., Esposito, G., & Pirozzi, F. (2017). Modified sample Preparation approach for the determination of the Phenolic and Humic-Like substances in natural organic materials by the Folin Ciocalteu method. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 65(48), 10666–10672. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.7b04942>
173. Prescha, A., Grajzer, M., Dedyk, M., & Grajeta, H. (2014). The antioxidant activity and oxidative stability of Cold-Pressed oils. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 91(8), 1291–1301. <https://doi.org/10.1007/s11746-014-2479-1>
174. Prior, R. L., Wu, X., & Schaich, K. (2005). Standardized methods for the determination of antioxidant capacity and phenolics in foods and dietary supplements. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(10), 4290–4302. <https://doi.org/10.1021/jf0502698>
175. Quintero-Soto, M. F., Saracho-Peña, A. G., Chavez-Ontiveros, J., Garzon-Tiznado, J. A., Pineda-Hidalgo, K. V., Delgado-Vargas, F., & Lopez-Valenzuela, J. A. (2018). Phenolic profiles and their contribution to the antioxidant activity of selected chickpea genotypes from Mexico and ICRISAT collections. *Plant Foods for Human Nutrition*, 73(2), 122–129. <https://doi.org/10.1007/s11130-018-0661-6>
176. Rachwa-Rosiak, D., Nebesny, E., & Budryn, G. (2015). Chickpeas—Composition, nutritional value, health benefits, Application to bread and snacks: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 55(8), 1137–1145. <https://doi.org/10.1080/10408398.2012.687418>
177. Radovanović, R., & Popov-Raljić, J. (2001). Senzorna analiza prehrambenih proizvoda (pp. 242–245). Beograd: Tehnološki fakultet.
178. Radwan, M. F., El-Moselhy, M. A., Alarif, W. M., Orif, M., Alruwaili, N. K., &

- Alhakamy, N. A. (2021). Optimization of Thymoquinone-Loaded Self-Nanoemulsion for management of Indomethacin-Induced ulcer. *Dose-Response*, 19(2), 15593258211013655. <https://doi.org/10.1177/15593258211013655>
179. Rahim, M. A., Shoukat, A., Khalid, W., Ejaz, A., Itrat, N., Majeed, I., Koraqi, H., Imran, M., Nisa, M. U., Nazir, A., Alansari, W. S., Eskandrani, A. A., Shamlan, G., & Al-Farga, A. (2022). A Narrative Review on Various Oil Extraction Methods, Encapsulation Processes, Fatty Acid Profiles, Oxidative Stability, and Medicinal Properties of Black Seed (*Nigella sativa*). *Foods*, 11(18), 2826. <https://doi.org/10.3390/foods11182826>
180. Ramadan, M. F. (2020). Introduction to cold pressed oils: Green technology, bioactive compounds, functionality, and applications. In Elsevier eBooks (pp. 1–5). <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-818188-1.00001-3>
181. Ramadan, M. F., & Wahdan, K. M. M. (2011). Blending of corn oil with black cumin (*Nigella sativa*) and coriander (*Coriandrum sativum*) seed oils: Impact on functionality, stability and radical scavenging activity. *Food Chemistry*, 132(2), 873–879. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.11.054>
182. Ravi, Y., Vethamoni, P. I., Saxena, S. N., Kaviyapriya, M., Santhanakrishnan, V. P., Raveendran, M., Ashoka, N. N., Choudhary, S., Verma, A. K., Harisha, C. B., Dhamotharan, P., & Bhardwaj, V. (2025). Anticancer potential of Thymoquinone from *Nigella sativa* L.: An in-silico and cytotoxicity study. *PLoS ONE*, 20(6), e0323804. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0323804>
183. Rebello, C. J., Greenway, F. L., & Finley, J. W. (2014). Whole Grains and Pulses: A comparison of the nutritional and health benefits. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 62(29), 7029–7049. <https://doi.org/10.1021/jf500932z>
184. Reister, E. J., & Leidy, H. J. (2020). An afternoon hummus snack affects diet quality, appetite, and glycemic control in healthy adults. *Journal of Nutrition*, 150(8), 2214–2222. <https://doi.org/10.1093/jn/nxaa139>
185. Rudzińska, M., Hassanein, M. M. M., Abdel-Razek, A. G., Ratusz, K., & Siger, A. (2015). Blends of rapeseed oil with black cumin and rice bran oils for increasing the oxidative stability. *Journal of Food Science and Technology*, 53(2), 1055–1062. <https://doi.org/10.1007/s13197-015-2140-5>
186. Ruiz-Capillas, C., & Herrero, A. M. (2021). Sensory Analysis and Consumer Research in New Product Development. *Foods*, 10(3), 582. <https://doi.org/10.3390/foods10030582>
187. Rumpf, J., Burger, R., & Schulze, M. (2023). Statistical evaluation of DPPH, ABTS,

- FRAP, and Folin-Ciocalteu assays to assess the antioxidant capacity of lignins. *International Journal of Biological Macromolecules*, 233, 123470. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.123470>
188. Saifullah, K. M. (2024). Evaluating the therapeutic benefits of *Nigella sativa* oil in autoimmune disorders: Evidence from clinical trials. *Health Companion Journal, Naturoveda Health World*. <https://www.researchgate.net/publication/383977420>
189. Salem, M. L. (2005). Immunomodulatory and therapeutic properties of the *Nigella sativa* L. seed. *International Immunopharmacology*, 5(13–14), 1749–1770. <https://doi.org/10.1016/j.intimp.2005.06.008>
190. Santos, C. S., Cruz, R., Cunha, S. C., & Casal, S. (2013). Effect of cooking on olive oil quality attributes. *Food Research International*, 54(2), 2016–2024. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2013.04.014>
191. Sarwar, A., & Latif, Z. (2014). GC–MS characterisation and antibacterial activity evaluation of *Nigella sativa* oil against diverse strains of *Salmonella*. *Natural Product Research*, 29(5), 447–451. <https://doi.org/10.1080/14786419.2014.947493>
192. Saxena, S., Kushwaha, P., & Shukla, B. (2022). Effect of liposomal encapsulation on oxidative stability of cold-pressed *Nigella sativa* L. seed oil and virgin coconut oil. *Annals of Phytomedicine an International Journal*, 11(1), 601–605, <https://doi.org/10.54085/ap.2022.11.1.70>
193. Sdiq, S. J. M., Omer, Z. O., Salih, A. M., Ali, R. A., Mahmood, A. A., Sirwan, K., & Hameed, K. (2025). Comparative analysis of physicochemical and sensory properties of local sesame tahini. *European Journal of Nutrition & Food Safety*, 17(5), 74–83. <https://doi.org/10.9734/ejnf/2025/v17i51709>
194. Segev, A., Badani, H., Galili, L., Hovav, R., Kapulnik, Y., Shomer, I., & Galili, S. (2011). Total Phenolic Content and Antioxidant Activity of Chickpea (<i>Cicer</i> <i>arietinum</i> L.) as Affected by Soaking and Cooking Conditions. *Food and Nutrition Sciences*, 02(07), 724–730. <https://doi.org/10.4236/fns.2011.27099>
195. Segev, A., Badani, H., Kapulnik, Y., Shomer, I., Oren-Shamir, M., & Galili, S. (2010). Determination of Polyphenols, Flavonoids, and Antioxidant Capacity in Colored Chickpea (*Cicer arietinum* L.). *Journal of Food Science*, 75(2), S115–9. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2009.01477.x>
196. Servili, M., Sordini, B., Esposto, S., Urbani, S., Veneziani, G., Di Maio, I., Selvaggini, R., & Taticchi, A. (2013). Biological activities of phenolic compounds of extra virgin

- olive oil. *Antioxidants*, 3(1), 1–23. <https://doi.org/10.3390/antiox3010001>
197. Sgroi, F., Sciortino, C., Baviera-Puig, A., & Modica, F. (2024). Analyzing consumer trends in functional foods: A cluster analysis approach. *Journal of Agriculture and Food Research*, 15, 101041. <https://doi.org/10.1016/j.jafr.2024.101041>
198. Shahein, M., Albawarshi, Y., Al-Khamaiseh, A., El-Eswed, B., Kanaan, O., & Majdalawi, M. (2025). Non-thermal shelf-life extension of fresh hummus by high hydrostatic pressure and refrigerated storage. *Discover Food*, 5, 111. <https://doi.org/10.1007/s44187-025-00363-0>
199. Shahidi, F., & Zhong, Y. (2010). Lipid oxidation and improving the oxidative stability. *Chemical Society Reviews*, 39(11), 4067. <https://doi.org/10.1039/b922183m>
200. Shapiro, S. S., & Wilk, M. B. (1965). *Biometrika*, 52(3–4), 591–611. <https://doi.org/10.1093/biomet/52.3-4.591>
201. Silva, M., & Lidon, F. (2016). Food preservatives - An overview on applications and side effects. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 28(6), 366. <https://doi.org/10.9755/ejfa.2016-04-351>
202. Singleton, V. L., Rossi, J. A. Jr. (1965) Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdicphosphotungstic acid reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, 16, 144-158.
203. Sun, Y., Wang, W., Chen, H., & Li, C. (2011). Autoxidation of unsaturated lipids in food emulsion. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 51(5), 453–466. <https://doi.org/10.1080/10408391003672086>
204. Tańska, M., Roszkowska, B., Skrajda, M., & Dąbrowski, G. (2016). Commercial cold pressed flaxseed oils quality and oxidative stability at the beginning and the end of their shelf life. *Journal of Oleo Science*, 65(2), 111–121. <https://doi.org/10.5650/jos.ess15243>
205. Tapia, M. S., Alzamora, S. M., & Chirife, J. (2007). Effects of water activity (aw) on microbial stability as a hurdle in food preservation. *Water activity in foods* (2nd ed.), (pp. 239–271), Blackwell Publishing. <https://doi.org/10.1002/9780470376454>
206. Tarasevičienė, Ž., Laukagalis, V., Paulauskienė, A., Baltušnikienė, A., & Meškinytė, E. (2023). Quality Changes of Cold-Pressed Black Cumin (*Nigella sativa* L.), Safflower (*Carthamus tinctorius* L.), and Milk Thistle (*Silybum marianum* L.) Seed Oils during Storage. *Plants*, 12(6), 1351. <https://doi.org/10.3390/plants12061351>
207. Temelkowska, K., & Pavlovska, G. (2021). Reducing the oxidation of cold pressed sunflower oil by adding rosemary or parsley. *International Journal of Food Science and Nutrition*, 6(5), 65–69. <https://www.foodsciencejournal.com/>

208. Temelkovska, K., Pavlovska, G., Pavlova, V., & Stamatovska, V. (2024). Increasing the oxidative stability of cold-pressed sunflower oil by adding garlic and mint. *Journal of Hygienic Engineering and Design*, 47, 51–55.
209. Tenderis, B., Tang, Z., Lin, H., Bohnet, S., Tang, J., & Sablani, S. S. (2025). Development of vitamin C-Enriched lentil hummus with innovative microwave technologies. *Journal of Food Process Engineering*, 48, e70104. <https://doi.org/10.1111/jfpe.70104>
210. Thaipong, K., Boonprakob, U., Crosby, K., Cisneros-Zevallos, L., & Byrne, D. H. (2006). Comparison of ABTS, DPPH, FRAP, and ORAC assays for estimating antioxidant activity from guava fruit extracts. *Journal of Food Composition and Analysis*, 19(6–7), 669–675. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2006.01.003>
211. Trajković, J., Mirkić, M., Baras, J., & Šiler, S. (1983). *Analiza životnih namirnica*. Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd.
212. Ugur, A., Dagi, H., Ozturk, B., Tekin, G., & Findik, D. (2016). Assessment of In vitro antibacterial activity and cytotoxicity effect of *Nigella sativa* oil. *Pharmacognosy Magazine*, 12(47), 471. <https://doi.org/10.4103/0973-1296.191459>
213. Vekiari, S. A., Papadopoulou, P., & Kiritsakis, A. (2007). Effects of processing methods and commercial storage conditions on the extra virgin olive oil quality indexes. *Grasas Y Aceites*, 58(3), 237–242. <https://doi.org/10.3989/gya.2007.v58.i3.178>
214. Verghese, M., Willis, S., Boateng, J., Gomaa, A., & Kaur, R. (2021). Effect of food processing on antioxidant potential, availability, and bioavailability. *Annual Review of Food Science and Technology*, 12(1), 307–329. <https://doi.org/10.1146/annurev-food-062420-105140>
215. Viuda-Martos, M., Mohamady, M., Fernández-López, J., ElRazik, K. A., Omer, E., Pérez-Alvarez, J., & Sendra, E. (2011). In vitro antioxidant and antibacterial activities of essential oils obtained from Egyptian aromatic plants. *Food Control*, 22(11), 1715–1722. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2011.04.003>
216. Wallace, T., Murray, R., & Zelman, K. (2016). The nutritional value and health benefits of chickpeas and hummus. *Nutrients*, 8(12), 766. <https://doi.org/10.3390/nu8120766>
217. Wang, S., Chao, C., Cai, J., Niu, B., Copeland, L., & Wang, S. (2020). Starch–lipid and starch–lipid–protein complexes: A comprehensive review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 19(3), 1056–1079. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12550>
218. Wangensteen, H., Samuelsen, A. B., & Malterud, K. E. (2004). Antioxidant activity in

- extracts from coriander. *Food Chemistry*, 88(2), 293–297.
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.01.047>
219. Wheeler, D. H. (1932). Peroxide formation as a measure of autoxidative deterioration. *Oil & Soap*, 9(3), 89–97.
220. Wilcoxon, F. (1945). *Biometrics Bulletin*, 1(6), 80–83.
<https://doi.org/10.2307/3001968>
221. Wojtasik-Kalinowska, I., Guzek, D., Brodowska, M., Godziszewska, J., Górska-Horczyk, E., Pogorzelska, E., Sakowska, A., Gantner, M., & Wierzbicka, A. (2017). The effect of addition of *Nigella sativa* L. oil on the quality and shelf life of pork patties. *Journal of Food Processing and Preservation*, 41(6), e13294.
<https://doi.org/10.1111/jfpp.13294>
222. Woo, C. C., Kumar, A. P., Sethi, G., & Tan, K. H. B. (2011). Thymoquinone: Potential cure for inflammatory disorders and cancer. *Biochemical Pharmacology*, 83(4), 443–451.
<https://doi.org/10.1016/j.bcp.2011.09.029>
223. Xu, B., Yuan, S., & Chang, S. (2007). Comparative analyses of phenolic composition, antioxidant capacity, and color of cool season legumes and other selected food legumes. *Journal of Food Science*, 72(2), S167-77. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2006.00261.x>
224. Yamani, M. I., & Mehyar, G. F. (2011). Effect of chemical preservatives on the shelf life of hummus during different storage temperatures. *Jordan Journal of Agricultural Sciences*, 7(1), 19–31. <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:62901169>
225. Yan, C. (2025). A review on spectral data preprocessing techniques for machine learning and quantitative analysis. *iScience*, 28(7), 112759.
<https://doi.org/10.1016/j.isci.2025.112759>
226. Yuan, X., Zhong, M., Huang, X., Hussain, Z., Ren, M., & Xie, X. (2024). Industrial production of functional foods for human health and sustainability. *Foods*, 13(22), 3546.
<https://doi.org/10.3390/foods13223546>
227. Zahin, M., Aqil, F., & Ahmad, I. (2010). Broad spectrum antimutagenic activity of antioxidant active fraction of *Punica granatum* L. peel extracts. *Mutation Research/Genetic Toxicology and Environmental Mutagenesis*, 703(2), 99–107.
<https://doi.org/10.1016/j.mrgentox.2010.08.001>
228. Zelenakova, L., Kolesarova, A., Mendelova, A., Fikselova, M., & Ziarovska, J. (2023). Hygienic quality of chickpea spreads in relation to the used ingredients and storage conditions. *Journal of Microbiology Biotechnology and Food Sciences*, e10556.

<https://doi.org/10.55251/jmbfs.10556>

229. Zeyada, N., Massoud, M., & Hashem, S. (2023). Enhancing Oxidative Stability of Nigella Sativa Oil with Some Agro-Industrial Wastes Extracts and its Utilization in Mayonnaise. *Alexandria Science Exchange Journal*, 44(3), 349–362. <https://doi.org/10.21608/asejaiqsae.2023.312017>
230. Zhang, N., Li, Y., Wen, S., Sun, Y., Chen, J., Gao, Y., Sagymbek, A., & Yu, X. (2021). Analytical methods for determining the peroxide value of edible oils: A mini-review. *Food Chemistry*, 358, 129834. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.129834>
231. Zia-ul-haq, M., Iqbal, S., Ahmad, S., Bhangar, M. I., Wiczowski, W., & Amarowicz, R. (2008). Antioxidant potential of desi chickpea varieties commonly consumed in Pakistan. *Journal of Food Lipids*, 15(3), 326–342. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4522.2008.00122.x>
232. Zouirech, O., Kamari, F. E., Metouekel, A., Barnossi, A. E., Siddique, F., Nadeem, S., Mikou, K., Bourhia, M., Nafidi, H., Dawoud, T. M., Daelbait, M., Lyoussi, B., & Derwich, E. (2024). Comparative analysis of Nigella sativa L. oil extraction processes: impacts on chemical composition, antioxidant and antimicrobial properties. *International Journal of Food Properties*, 27(1), 838–857. <https://doi.org/10.1080/10942912.2024.2367063>
233. Zouirech, O., Moussaoui, A. E., Saghrouchni, H., Gaafar, A. Z., Nafidi, H., Bourhia, M., Khallouki, F., Lyoussi, B., & Derwich, E. (2023). Prefatoryin silicostudies andin vitroinsecticidal effect ofNigella sativa(L.) essential oil and its active compound (carvacrol) against theCallosobruchus maculatusadults (Fab), a major pest of chickpea. *Open Chemistry*, 21(1). <https://doi.org/10.1515/chem-2023-0133>