

**Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”**

Faculdade de Ciências Farmacêuticas

**Identificação, caracterização e valorização de
mangas com distúrbio fisiológico por meio de
métodos instrumentais**

Fernanda Campos Alencar Oldoni

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Alimentos e Nutrição para obtenção do título de Doutora em Alimentos e Nutrição.

Área de Concentração: Ciência de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Marcos David Ferreira
Coorientador: Prof. Dr. Luiz Alberto Colnago

Araraquara
2022

Identification, characterization and valorization of mangoes with physiological disorders through instrumental methods

Fernanda Campos Alencar Oldoni

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Alimentos e Nutrição para obtenção do título de Doutora em Alimentos e Nutrição.

Área de Concentração: Ciência de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Marcos David Ferreira
Coorientador: Prof. Dr. Luiz Alberto Colnago

Araraquara
2022

0532i

Oldoni, Fernanda Campos Alencar.

Identificação, caracterização e valorização de mangas com distúrbio fisiológico por meio de métodos instrumentais / Fernanda Campos Alencar Oldoni. – Araraquara: [S.n.], 2022.
159 f. : il.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista. "Júlio de Mesquita Filho". Faculdade de Ciências Farmacêuticas. Programa de Pós Graduação em Alimentos e Nutrição. Área de Concentração em Ciência de Alimentos.

Orientador: Marcos David Ferreira.

Coorientador: Luiz Alberto Colnago.

1. *Mangifera indica* L. 2. Colapso interno. 3. Análises espectroscópicas. 4. Qualidade de frutos. 5. Voláteis de aroma. 6. Filmes comestíveis. I. Ferreira, Marcos David, orient. II. Colnago, Luiz Alberto, coorient. III. Título.

Diretoria do Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação - Faculdade de Ciências Farmacêuticas
UNESP - Campus de Araraquara

CAPES: 33004030055P6

Esta ficha não pode ser modificada

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA TESE: Identificação, caracterização e valorização de mangas com distúrbio fisiológico por meio de métodos instrumentais

AUTORA: FERNANDA CAMPOS ALENCAR OLDONI

ORIENTADOR: MARCOS DAVID FERREIRA

COORIENTADOR: LUIZ ALBERTO COLNAGO

Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de Doutora em ALIMENTOS E NUTRIÇÃO, área: Ciência dos Alimentos pela Comissão Examinadora:

Prof. Dr. MARCOS DAVID FERREIRA (Participação Virtual)
EMBRAPA Instrumentação Agropecuária

Profa. Dra. KATIA SIVIERI (Participação Virtual)
Faculdade de Ciências Farmacêuticas - UNESP- Araraquara

Profa. Dra. MILENA MARTELLI TOSI (Participação Virtual)
Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos / Universidade de São Paulo

Profa. Dra. MARTA HELENA FILLET SPOTO (Participação Virtual)
Departamento de Agroindústria, Alimentos e Nutrição / Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz do
Câmpus de Piracicaba da USP

Araraquara, 27 de abril de 2022

**Dedico à minha família e a todos que cruzaram meu caminho durante a
minha trajetória acadêmica.**

Agradecimentos

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, pela bolsa concedida, Código de Financiamento 001.

Ao professor Dr. Marcos David Ferreira pela orientação ao longo de todo o doutorado.

Ao professor Dr. Luiz Alberto Colnago pela confiança, amizade e coorientação.

A Deus. Para Ele me faltam palavras para descrever todo o amor incondicional.

Ao meu marido Henrique Oldoni pelo companheirismo, confiança, colo, amor. Reviveria todos os momentos com você por mais infinitos anos. O seu coração é grandioso e gostaria que todos pudessem se espelhar no homem que você é. Obrigada por tudo!

À minha família por todo apoio e amor. Em especial: minha mainha (Adeliana Campos Belarmino Alencar), minha sobrinha (Letícia Alencar de Castro), minhas irmãs (Ricelly Campos Alencar e Viviane Campos Alencar). Sem o apoio, colo e amor de vocês, eu nada seria. Vocês sempre acreditaram em mim. Obrigada por tudo!

Ao meu painho Oliveira Siqueira Alencar (*in memoriam*).

Ao meu cunhado Robério Barreto Duarte (*in memoriam*).

Aos analistas, bolsistas e estagiários da Embrapa Instrumentação pelo apoio durante a realização dos experimentos.

À Faculdade de Ciências Farmacêuticas - UNESP.

À Embrapa Instrumentação pela utilização da infraestrutura laboratorial.

À CEAGESP e a todos do Centro de Qualidade Hortigranjeira – CQH.

Obrigada!

Resumo

Objetivo: O estudo objetivou: i) avaliar o uso de técnicas espectroscópicas não destrutivas para identificação do colapso interno em frutos de manga Palmer; ii) caracterizar o perfil mineral e compostos orgânicos voláteis de modo a identificar se frutos acometidos pelo colapso possuem qualidade sensorial e nutricional para ser destinado a outras finalidades na indústria alimentícia, reduzindo o desperdício alimentar. iii) Avaliar o uso de polpa de manga com colapso interno para elaboração de filmes para uso em revestimentos comestíveis. **Metodologia:** Frutos de manga cv. Palmer foram selecionados quanto à ausência de danos mecânicos, lesões por insetos, podridões, uniformidade de tamanho e peso, lavados e sanitizados para desinfecção e secos em temperatura ambiente. Posteriormente foram mantidos em câmara fria a 15 °C, e analisados quando maduros por meio das espectroscopias de infravermelho próximo (NIR), médio (MIR) e de ressonância magnética nuclear no domínio do tempo (RMN-DT). O perfil mineral e de voláteis orgânicos foram analisados com espectrometria de emissão óptica de plasma acoplado indutivamente (ICP-OES) e cromatografia gasosa e espectrometria de massa, respectivamente. Os filmes comestíveis de mangas com colapso foram preparados com a homogeneização da polpa e produzidos por casting contínuo. **Resultados:** Os dados de NIR, MIR e RMN-DT foram analisados com um algoritmo de regressão logística simples, obtendo previsões de 83,9%, 79,2% e 67,7%, respectivamente. Os resultados obtidos para a classificação de mangas com e sem colapso, com técnicas de mineração de dados foram de até 77,5%. Frutos com colapso interno apresentam menor firmeza (2.91 N), conteúdo de fibra (12%) e maior pH (5,57). Na composição mineral maiores teores de N na casca (9.4 g kg⁻¹) e polpa (9.6 g kg⁻¹), P na polpa (1,9 g kg⁻¹), K (14,6 g kg⁻¹), S (0,9 g kg⁻¹), B (6,3 mg kg⁻¹) e menor teor de Ca na casca (2,1 g kg⁻¹). Isso demonstra a importância do estudo para identificar e compreender a associação dos parâmetros na ocorrência do distúrbio em mangas 'Palmer'. A análise de componentes principais (PCA) e análise discriminante de mínimos quadrados parciais (PLS-DA) dos dados mostram que a cor, a firmeza e os compostos voláteis são importantes para fornecer informações sobre as alterações fisiológicas causadas pelo colapso interno. Os compostos voláteis ácido metacrílico, éster etílico, etanoato de isopentil, óxido de limoneno, (E)-2-pentenal, tetradecano e γ -elemeno foram identificados como marcadores químicos de colapso interno. Filmes obtidos a partir de polpas de manga com maior teor de colapso interno apresentam menor espessura e permeabilidade ao vapor d'água, e maior alongamento e opacidade, além de apresentarem um tempo de compostagem curto (10 dias). As propriedades físicas dos filmes comestíveis de manga são influenciadas pela composição físico-química da polpa, que originalmente muda com a progressão do colapso interno. **Conclusão:** Foi obtido um bom desempenho da técnica de mineração de dados para a classificação de mangas com e sem colapso, demonstrando uma capacidade de acurácia acima de 60%. A classificação das mangas conforme a presença e ausência de colapso com base no algoritmo de regressão logística simples apresentou boa sensibilidade de previsão do colapso por meio das técnicas de NIR e MIR. A composição mineral dos frutos de manga 'Palmer' mostra-se como indicativo da existência do colapso interno, com destaque para os macronutrientes nitrogênio, fósforo, potássio, cálcio e enxofre e do micronutriente boro. Identificar a composição mineral permite auxiliar um bom

manejo no pomar, reduzindo o colapso interno e garantindo a qualidade pós-colheita em frutos de manga. A detecção de compostos voláteis pode ser utilizada para futuras separações entre mangas com e sem colapso na pós-colheita, porém, mais estudos são necessários para entender como a expressão de compostos voláteis está associada às mangas com a presença desse distúrbio fisiológico. Filmes de polpas de manga com colapso produzidos por casting continuous apresentam boas características como invólucro em alimentos.

Palavras-chave: *Mangifera indica* L.; colapso interno; análises espectroscópicas; qualidade de frutos; voláteis de aroma; filmes comestíveis.

Abstract

Objective: The study aimed to: i) evaluate the use of non-destructive spectroscopic techniques to identify internal collapse in Palmer mango fruits; ii) characterize the mineral profile and volatile organic compounds in order to identify whether fruits affected by collapse have sensory and nutritional quality to be used for other purposes in the food industry, reducing food waste. iii) Evaluate the use of mango pulp with internal breakdown for the elaboration of films for use in edible coatings. **Methodology:** Mango fruits cv. Palmer were selected for absence of mechanical damage, insect injury, rot, uniformity in size and weight, washed and sanitized for disinfection, and dried at room temperature. Subsequently, they were kept in a cold chamber at 15 °C, and analyzed when ripe by means of near-infrared (NIR), medium (MIR) and time-domain nuclear magnetic resonance (DT-NMR) spectroscopy. The mineral and organic volatiles profile were analyzed with inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) and gas chromatography and mass spectrometry, respectively. Edible films of collapsed mangoes were prepared with pulp homogenization and produced by continuous casting. **Results:** The NIR, MIR and NMR-DT data were analyzed with a simple logistic regression algorithm, obtaining predictions of 83.9%, 79.2% and 67.7%, respectively. The results obtained for the classification of mangoes with and without collapse, with data mining techniques were up to 77.5%. Fruits with internal breakdown have lower firmness (2.91 N), fiber content (12%) and higher pH (5.57). In the mineral composition, higher levels of N in the peel (9.4 g kg⁻¹) and pulp (9.6 g kg⁻¹), P in the pulp (1.9 g kg⁻¹), K (14.6 g kg⁻¹), S (0.9 g kg⁻¹), B (6.3 mg kg⁻¹) and lower Ca content in the peel (2.1 g kg⁻¹). This demonstrates the importance of the study to identify and understand the association of parameters in the occurrence of the disorder in 'Palmer' mangoes. Principal component analysis (PCA) and partial least squares discriminant analysis (PLS-DA) of the data show that color, firmness and volatile compounds are important in providing information about the physiological changes caused by internal breakdown. The volatile compounds methacrylic acid, ethyl ester, isopentyl ethanoate, limonene oxide, (E)-2-pentenal, tetradecane and γ -elemene were identified as chemical markers of internal collapse. Films obtained from mango pulps with higher internal collapse content have less thickness and permeability to water vapor, and greater elongation and opacity, in addition to having a short composting time (10 days). The physical properties of edible mango films are influenced by the physicochemical composition of the pulp, which originally changes with the progression of internal collapse. **Conclusion:** A good performance of the data mining technique was obtained for the classification of mangos with and without collapse, demonstrating an accuracy capacity above 60%. The classification of sleeves according to the presence and absence of collapse based on the simple logistic regression algorithm showed good sensitivity for predicting collapse using the NIR and MIR techniques. The mineral composition of 'Palmer' mango fruits is indicative of the existence of internal breakdown, with emphasis on the macronutrients nitrogen, phosphorus, potassium, calcium and sulfur and the micronutrient boron. Identifying the mineral composition allows for a good management in the orchard, reducing internal collapse and ensuring post-harvest quality in mango fruits. The detection of volatile compounds can be used for future separations between mangoes with and without post-harvest collapse, however, more studies are needed to understand how the expression of volatile compounds

is associated with mangoes with the presence of this physiological disorder. Collapsed mango pulp films produced by continuous casting have good characteristics as a food wrapper.

Key-words: *Mangifera indica* L.; internal breakdown; spectroscopic analyses; fruit quality; aroma volatiles; edible films.

Sumário

	Página
Resumo	lii
Abstract	v
Introdução expandida	3
Capítulo 1. Predição não destrutiva de distúrbio fisiológico em manga “Palmer” usando técnicas espectroscópicas	15
Introdução	17
Material e Métodos	19
Resultados e Discussão	23
Conclusão	29
Referências	30
Capítulo 2. Composição mineral de frutos de manga com colapso interno assistida por ICP-OES	32
Introdução	34
Material e Métodos	35
Resultados e Discussão	41
Conclusão	52
Referências	53
Capítulo 3. Fruit quality parameters and volatile compounds from 'Palmer' mangoes with internal breakdown	59
Introduction	62
Material and methods	63
Results and discussion	67
Conclusion	81
References	83
Capítulo 4. Valorization of mangoes with internal breakdown through the production of edible films by continuous solution casting	96
Introduction	99
Material and methods	100
Results and discussion	107

Conclusion	121
References	122
Considerações Finais	129
Referências	130
Apêndices	140

Introdução expandida

A manga (*Mangifera indica* L.) é um dos frutos mais importantes e populares no Brasil devido à sua fácil adaptação a diferentes climas (subúmidos a semiáridos), disponibilidade de variedades melhoradas e sua riqueza como fonte de vitaminas e minerais (1,2). O país ocupa a sétima posição de maior produtor de manga no mundo (3). Além de ser autossuficiente na produção de manga, o Brasil também é o maior exportador da fruta, com 179 mil toneladas exportadas em 2016 (4).

Pertencente à família Anacardiaceae, a manga é a cultura mais difundida nas áreas tropicais e subtropicais do mundo. Ela é amplamente consumida no mundo devido à sua suculência, sabor exótico e valor nutricional. A qualidade dos atributos de seus frutos, como cor, aroma, sabor, sabor e textura, é de grande importância comercial (5). Além disso, seu fruto é rico em carotenóides, ácido ascórbico, fibras, polifenóis, quercetina e mangiferina (6), compostos bioativos que contribuem para a promoção da saúde humana, confirmando a importância e a qualidade dos seus frutos devido ao crescente interesse do consumidor.

A manga é classificada como um fruto climatérico, cujo início do amadurecimento é marcado por um considerável aumento da taxa respiratória e da produção de etileno (climatérico), e, em seguida, ocorre um declínio acentuado que sinaliza o início da senescência (7). Sua vida útil é limitada devido à alta taxa de respiração, produção de etileno e amadurecimento excessivo, pragas, doenças que resultam cumulativamente nas perdas pós-colheita de nutrientes valiosos e no valor de mercado. Aliado a isso, a rejeição

pelo consumidor de mangas frescas é atribuída à maturação imprópria dos frutos, injúrias mecânicas causadas durante a colheita ou manuseio no campo (8).

O consumo de manga vem crescendo juntamente com a exigência dos consumidores por frutos de qualidade. Contudo, o mercado nacional e internacional tem enfrentado diferentes questões relacionadas ao manejo de frutas na fase pós-colheita (9). A redução da qualidade dos frutos causa perdas econômicas significativas (10) para produtores, comerciantes, distribuidores e exportadores, que têm seus lucros diminuídos e o prestígio de seu produto comprometido, quanto para os consumidores, que irão ter à sua mesa a disponibilização de menos produto, maiores preços e mangas com qualidade mercadológica inferior (11,12).

Os dados de perdas e desperdícios de alimento no mundo são alarmantes, estima-se que se perde ou se desperdiça 1,3 bilhão de toneladas de alimentos todos os anos no mundo (13). Com esse número seria possível abastecer as necessidades nutricionais das 815 milhões de pessoas que, em 2016, estavam subalimentadas (14). No Brasil, estima-se que aproximadamente 10% dos alimentos produzidos são perdidos ou desperdiçados. Com o crescimento da população mundial, em 2050 a população deve atingir 9,8 bilhões de pessoas. Para abastecer esse número de pessoas é necessário que a produção de alimentos cresça de 60 a 70% (15).

A manga é considerada um produto frutícola de grande importância nutricional e econômica (16). Do ponto de vista nutricional é uma excelente

fonte de antioxidantes preventivos do câncer e possui níveis significativos de betacaroteno e de vitaminas A e C (17). Do ponto de vista econômico, a manga tem uma expressiva contribuição na exportação de fruta brasileira, sendo o Vale do São Francisco responsável por mais 84% das exportações do fruto *in natura* (18), contribuindo para o Brasil ser um dos maiores exportadores de manga, com quase 10% do mercado mundial (19), portanto, com significativa importância econômica e social para o país.

Como todos os frutos, a manga pode ter a sua qualidade comprometida por diversos fatores, tornando-se uma preocupação nas cadeias comerciais (20). Um dos fatores que contribuem para as perdas em frutos de manga é o distúrbio fisiológico denominado de colapso interno, o qual constitui-se em uma das principais desordens que causam perdas na pós-colheita (21).

O termo colapso é utilizado para descrever um ou mais distúrbios fisiológicos em frutos de manga caracterizados pelo amadurecimento prematuro e desigual do mesocarpo, o que resulta em desequilíbrios no metabolismo induzidos por causas diversas, geralmente relacionadas a fatores ambientais na pré ou pós-colheita, contribuindo ao colapso celular e ao surgimento de áreas escuras e aquosas na polpa (22). Algumas causas já foram identificadas, porém, a dificuldade para equacionar o problema ainda persiste.

Pelo fato do problema ter se tornado cosmopolita e de difícil solução da possível causa, muitos produtores, na tentativa de minimizar as perdas, têm colhido os frutos fisiologicamente imaturos e aplicado etefon (regulador

de crescimento) na fase de pré-colheita, ou imediatamente após a colheita para acelerar o amadurecimento dos mesmos (23). Essa prática aparentemente resolveria o problema, porém, houve redução na qualidade, produzindo frutos com baixos teores de sólidos solúveis e sem sabor, oferecendo ao mercado frutos de baixa qualidade, além de enfrentar problemas com maiores custos de produção.

De acordo com Filgueiras et al. (24), o distúrbio pode ser caracterizado de diferentes maneiras, dentre eles: cavidade na extremidade do pedúnculo (*stem-end cavity*): caracterizado, inicialmente, pela desintegração do sistema vascular na região de ligação entre o pedúnculo e o endocarpo, na fase pré-colheita. Essa desintegração é seguida da formação de um espaço vazio, podendo ocorrer escurecimento do tecido (Fig. 1A); Nariz mole (*soft nose*): caracterizado pelo amadurecimento parcial da polpa na extremidade oposta ao pedúnculo (Fig. 1B); Semente gelatinosa (*jelly seed*): apresenta-se com um amadurecimento avançado próximo ao caroço do fruto (Fig. 1C); Tecido esponjoso (*spongy tissue*): caracterizado pelo amadurecimento de áreas na polpa que se assemelham a uma esponja com uma coloração acinzentada (Fig. 1D).

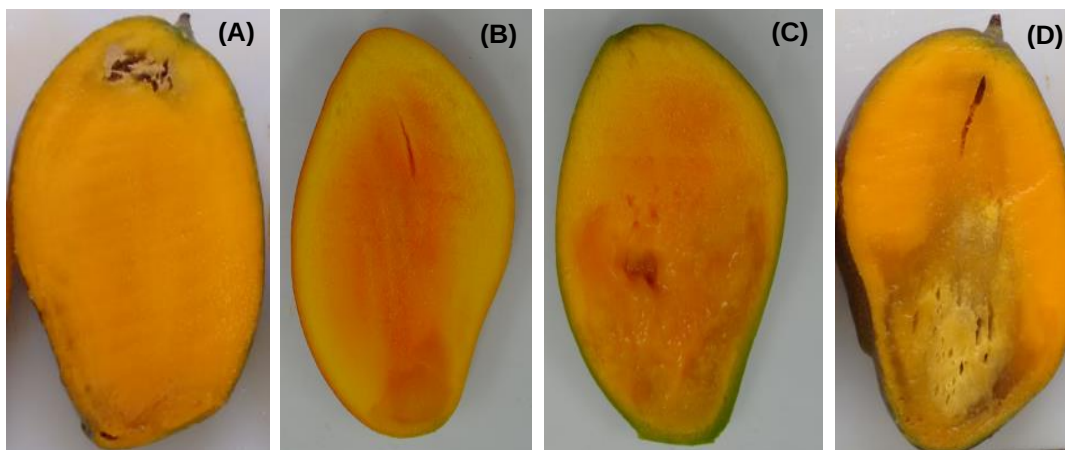


Figura 1. Sintomas do distúrbio fisiológico conhecido como colapso interno em mangas em pós-colheita. Cavidade na extremidade do pedúnculo (A), nariz mole (B), semente gelatinosa (C), tecido esponjoso (D). Foto: Oldoni, FCA (A e D) e De Oliveira, SL (B e C).

As causas do colapso são bastante complexas e ainda não são totalmente esclarecidas, porém, existem relatos de que o desequilíbrio nutricional especialmente entre os nutrientes nitrogênio e cálcio (25) podem atenuar o distúrbio e influenciar na qualidade e na aparência dos frutos. Fatores associados ao material genético do fruto também são mencionados, uma vez que, variedades submetidas às mesmas condições de ambiente e manejo, diferem entre si quanto a susceptibilidade à desordem (26).

Embora algumas das prováveis causas tenham sido identificadas, ainda há dificuldade para solucionar o problema. O distúrbio tem ocasionado enormes prejuízos econômicos, principalmente por ser de difícil detecção externamente, sendo na maioria das vezes constatado apenas no momento do consumo.

O problema do colapso interno é abordado pela comunidade científica desde a década passada e, de acordo com Pinto (27), os danos causados pelo distúrbio na Índia foram de ordem de 30%. Malo e Campbell (28),

relataram que na Flórida os danos por colapso levaram a uma perda de 50% dos frutos. Na Austrália, Meurant et al. (29) afirmaram que em determinados pomares chegou-se a 100% dos frutos comprometidos pelo distúrbio, causando enormes prejuízos aos produtores. Atualmente, o problema ainda persiste, no Quênia, as perdas devido a este distúrbio são estimadas em 30% (30). Em geral, a desvalorização do produto afetado chega a 60% (23).

Frente ao problema, a busca por alternativas que identifiquem e caracterizem o colapso em mangas antes de chegar ao consumidor final é de fundamental importância para que os frutos sejam destinados a outras finalidades, reduzindo perdas e desperdícios na cadeia produtiva.

Previamente à aplicação de métodos para identificação e caracterização do colapso interno em mangas ‘Palmer’, uma pesquisa com 30 atacadistas foi desenvolvida na CEAGESP, localizada em São Paulo – SP em parceria com a Embrapa Instrumentação, São Carlos – SP. O estudo teve como objetivo investigar e explorar o distúrbio fisiológico por meio de aplicação de questionários. Os mesmos foram fundamentados com base na literatura e na percepção dos atacadistas acerca do colapso interno (Apêndice A). Os atacadistas que concordaram em colaborar com o questionário assinaram um termo de consentimento livre esclarecido (Apêndice B). A partir dos dados coletados foi possível compreender melhor as causas e traçar um perfil para caracterização do colapso interno. A avaliação dos questionários foi realizada por meio da análise descritiva e o resultado publicado no Simpósio Nacional de Instrumentação Agropecuária – 2019 (Apêndice C).

Atualmente, métodos não invasivos têm sido empregados para avaliar a qualidade interna dos frutos aos quais permitem a medição e análise de frutos individuais (31). Como o próprio nome diz, os métodos não são invasivos, ou seja, permite manipular os frutos sem destruí-los.

As técnicas são conhecidas como espectroscópicas, que de acordo com Dufour (32), a espectroscopia é o estudo da interação da radiação eletromagnética com a matéria, podendo ser dividida em regiões de energia. As técnicas espectroscópicas são utilizadas para avaliação dos atributos de qualidade interna e externa de produtos hortícolas de maneira não invasiva. Estas técnicas incluem a ressonância magnética nuclear no domínio do tempo e por imagem (33,34) e as espectroscopias no infravermelho próximo (31) e médio (35).

A espectroscopia por ressonância magnética nuclear (RMN) pode ser subdividida em aplicações em baixa e alta resolução. As técnicas não destrutivas de ressonância magnética de baixo campo ou também chamada de RMN no domínio do tempo (RMN-DT) e por imagem (RMNI) têm sido aplicadas para avaliar a qualidade interna em uma ampla variedade de espécies frutíferas. Zhang e McCarthy (34) estudaram a relação entre os atributos de qualidade como o teor de sólidos solúveis (SS), acidez titulável (AT), pH e *ratio* (SS/AT) e o tempo de relaxamento T2 em frutos de romã cv. Wonderful e relataram uma forte correlação entre o T2 e o teor de SS.

Flores et al. (36) avaliaram o potencial da RMN-DT, por meio dos sinais de decaimento da sequência CPMG, para classificar laranjas intactas em classes de baixo (classe 1) e alto (classe 2) teor de SS. Posteriormente,

foi realizada a aceitação sensorial que corroborou com a classificação instrumental, o qual revelou que os sucos da classe 2 eram mais doces que os sucos da classe 1 dentro de um intervalo de 95% de confiança. Em trabalho realizado por Pereira et al. (37), também foi possível classificar ameixas intactas por diferentes classes do teor de SS, totalizando 89% (classe 1), ameixas menos doces e mais de 93% (classe 2) para ameixas mais doces, com um nível de 95% de confiança. Khoshroo et al. (38) investigando a viabilidade da RMNI para avaliar a maturação de romãs, encontraram uma acurácia de classificação de 100%, 98,47% e 100% para frutos semi-maduros, maduros e super maduros, respectivamente.

Outra aplicação da técnica é em avaliar danos causados por insetos (39), colapso em nectarinas (40) e injúrias em maçãs (41). Detectar espaços vazios em melancia (42), detectar e monitorar o desenvolvimento do escurecimento interno em maçãs 'Fuji' e peras 'Conferência' (43,44) e doença interna em romãs (39).

Zur et al. (45) utilizaram a RMNI para prever a incidência da divisão de frutos de mandarinas cv. Nova. As plantas foram submetidas a baixos e altos níveis de irrigação e analisando as dimensões do tecido interno, os autores foram capazes de prever a incidência da divisão dois meses antes da primeira aparição do distúrbio no campo pelas dimensões do umbigo.

A radiação de infravermelho corresponde à parte do espectro eletromagnético situada entre a região do visível e das micro-ondas, subdividido em infravermelho próximo ($4000-12500\text{ cm}^{-1}$), infravermelho médio ($400-4000\text{ cm}^{-1}$) e distante ($100-400\text{ cm}^{-1}$) (32). Estudos têm demonstrado o potencial

das técnicas não destrutivas de infravermelho próximo (NIR) e médio (MIR) para caracterização quantitativa em frutos.

O NIR tem sido utilizado para avaliar a qualidade interna de frutos frescos, como pêssego (46) e manga (47). Estudos mostraram que o NIR tem a capacidade de avaliar o teor de sólidos solúveis e matéria seca em frutos de mangas maduras cv. Caraboa (48). Maniwaru et al. (49) com o objetivo de determinar os atributos de qualidade interna, usaram a faixa de comprimento de onda de 600 a 1090 nm para avaliar o teor sólidos solúveis, acidez titulável e ácido ascórbico no maracujá.

O caminho óptico do fruto (considerado um dos pontos mais importantes durante a aquisição espectral NIR) e a densidade óptica (DO) podem diferir significativamente devido às diferenças no tamanho do fruto, da espessura da casca e formato (50,51). A manga apresenta uma casca fina e, como a casca dos frutos é parte do caminho da luz, o espectro de DO variará dependendo das mudanças na DO da casca (50). A partir dessa premissa, a espessura da barreira óptica afeta a profundidade de penetração (52).

Apesar do desafio da espessura óptica de algumas cascas de frutos, o NIR tem sido usado com sucesso para detectar defeitos da superfície do pêssego (53), distúrbios do kiwi (lesão por frio e podridão de frutos) durante o armazenamento (54) e ruptura da casca em mandarinas (55). Arendse et al. (56) avaliando escaldadura da casca, distúrbio fisiológico que se manifesta durante o armazenamento e transporte em frutos de romã, conseguiram uma precisão na classificação de frutos de 100% saudáveis, 92,6% com escurecimento moderado e 93% com escurecimento severo utilizando o NIR.

A técnica da espectroscopia no MIR permite a identificação de moléculas orgânicas e a caracterização de grupos funcionais, tais como polissacarídeos (8). Ela tem se mostrado adequada no auxílio em análises de qualidade de alimentos, como também para estimar a composição de várias amostras dos mesmos, principalmente de produtos líquidos como sucos (57).

Em trabalho realizado por Macedo (58), foi possível identificar e quantificar a adulteração em leite bovino. Rodriguez-Saona e Allendorf (59) quantificaram os carotenoides presentes em suco de tomate, e Cadavid (60) analisou amostras de suco de tomate, determinando o teor de sólidos solúveis, pH, glicose, frutose e viscosidade. Bureau et al. (61,62) utilizaram a espectroscopia MIR para determinar os teores de açúcar, ácido orgânico e polifenol em damasco e maçã. Em estudo com espectroscopia do MIR conduzido por Kos et al. (63) na detecção de infecção fúngica em milho, foi possível descrever que dois aglomerados compostos por grãos brancos e contaminados eram obviamente distinguíveis pela análise de componentes principais (PCA) com precisão de 79%.

De acordo com Khaled (64), pode-se observar que a espectroscopia NIR pode detectar doenças com uma precisão de 90 a 96%. No entanto, para espectroscopia MIR, pode-se ter uma precisão de 79 a 92%. Diante disso, as técnicas tornam-se promissoras na avaliação rápida, não invasiva e econômica para detecção e monitoramento da qualidade dos frutos, despertando interesse na indústria, a partir da crescente demanda do consumidor por garantia de qualidade externa e interna de produtos frescos.

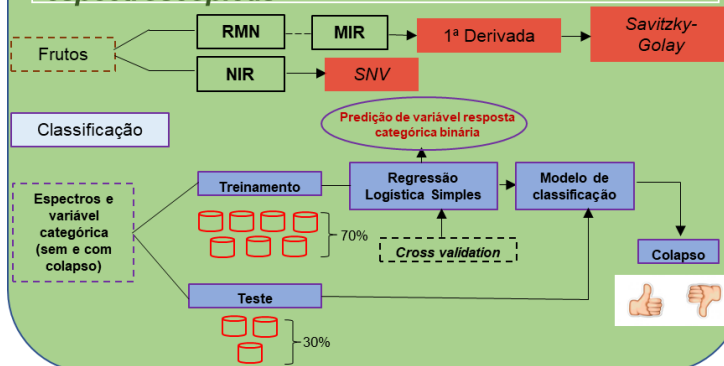
Os métodos não destrutivos permitem a mínima manipulação da amostra, garantindo o controle de qualidade de frutas e hortaliças ao longo de um período, tornando-se possível o monitoramento durante transporte, armazenamento e comercialização e sem geração de resíduos (65,66).

A caracterização do perfil mineral e volátil de frutos com colapso interno também são ferramentas que auxiliam identificar diferenças entre os grupos de frutos sintomáticos e assintomáticos. A partir da caracterização, é possível traçar uma estratégia de manejo que diminua a perda na pós-colheita de mangas, além de permitir identificar se os frutos são seguros para serem consumidos.

Diante do exposto, o objetivo do trabalho foi avaliar o uso de técnicas não destrutivas como as espectroscopias de ressonância magnética nuclear no domínio do tempo (RMN-DT), infravermelho próximo (NIR) e médio (MIR), para identificação do colapso interno em frutos intactos. Além da caracterização do perfil mineral e volátil por meio das técnicas de espectrometria de emissão óptica de plasma acoplado indutivamente (ICP-OES) e compostos orgânicos voláteis por microextração em fase sólida (SPME) e cromatografia gasosa e espectrometria de massa (GC-MS), visando identificar se frutos acometidos pelo colapso possuem qualidade nutricional para serem destinados a outras finalidades na indústria alimentícia, reduzindo o desperdício alimentar.

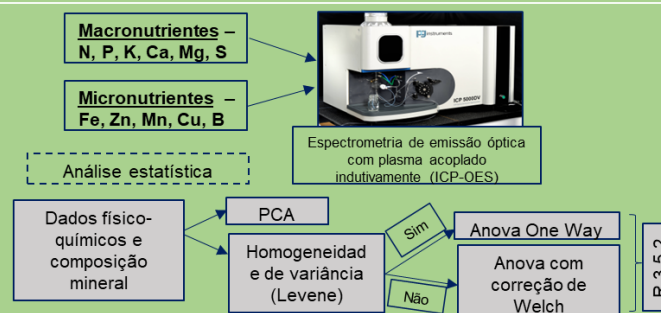
Capítulo 1

Predição não destrutiva de distúrbio fisiológico em manga "Palmer" usando técnicas espectroscópicas



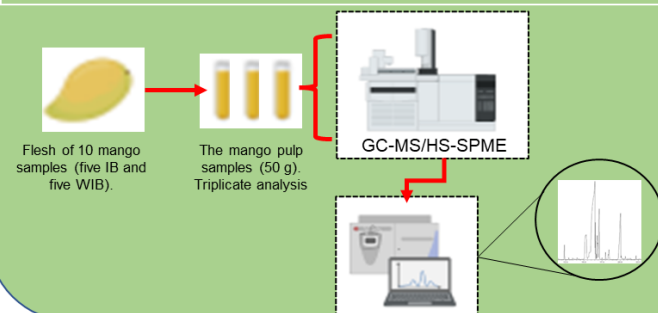
Capítulo 2

Composição mineral de frutos de manga com colapso interno assistida por ICP-OES



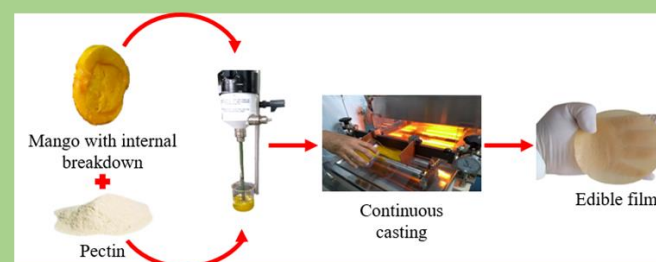
Capítulo 3

Fruit quality parameters and volatile compounds from 'Palmer' mangoes with internal breakdown



Capítulo 4

Valorization of mangoes with internal breakdown through the production of edible films by continuous solution casting



Capítulo 1.

**Predição não destrutiva de distúrbio fisiológico em manga “Palmer”
usando técnicas espectroscópicas**

Oldoni, F.C.A, Colnago, L. A., e Ferreira, M. D

Predição não destrutiva de distúrbio fisiológico em manga “Palmer” usando técnicas espectroscópicas

Resumo

O colapso interno apresenta-se como um problema em todas as regiões produtoras de manga e causa enormes prejuízos econômicos, principalmente por ser de difícil detecção externa, sendo muitas vezes constatado apenas no momento do consumo. As técnicas espectroscópicas de ressonância magnética nuclear e na região do infravermelho têm sido utilizadas como métodos não invasivos para avaliação da qualidade interna de frutos, como alternativa aos métodos tradicionais. Neste contexto, as técnicas de mineração de dados permitem verificar as relações existentes entre os dados espectrais da manga e a presença ou ausência do colapso interno. Para isso, utilizou-se o algoritmo de regressão logística simples para predição de mangas ‘Palmer’ quanto ao distúrbio fisiológico. Diante disso, o objetivo do trabalho foi desenvolver modelos de predição para diferenciar frutos com e sem colapso interno na pós-colheita de manga ‘Palmer’ com o auxílio de ferramentas quimiométricas de pré-tratamento dos espectros e regressão logística simples. Frutos de manga cv. Palmer, destinados ao consumo *in natura*, foram obtidos diretamente da CEAGESP, oriundos da região Nordeste. A ocorrência de colapso interno foi avaliada em todos os frutos. A amostra foi composta por 120 frutos, dos quais 80 utilizados no conjunto de treinamento e outros 40, utilizados para o conjunto teste, sendo incluídos frutos com e sem colapso interno. Com base no algoritmo de regressão logística simples, foi obtido uma boa sensibilidade de predição por meio das técnicas de NIR (83,9%) e MIR (79,2%) e moderada sensibilidade com a utilização da técnica de RMN (67,7%). Os resultados obtidos mostram-se promissores, com uma capacidade de precisão de até 77,5% com a utilização da técnica de mineração de dados para a classificação de mangas com e sem colapso do cv. Palmer.

Palavras-chave: *Mangifera indica* L., colapso interno, técnicas espectroscópicas, mineração de dados, aprendizagem de máquinas.

1. INTRODUÇÃO

A manga (*Mangifera indica* L.) é uma fruta perecível e está sujeita a perdas quantitativas e qualitativas durante o seu transporte, comercialização e consumo (Ntsoane et al., 2019). As perdas de frutos são acentuadas quando há o desenvolvimento de distúrbios fisiológicos, alguns dos quais se desenvolvem internamente nos últimos estágios de amadurecimento, ou seja, quando o fruto está apto para o consumo (Brecht, 2019; Brecht et al., 2019).

Um dos distúrbios fisiológicos que afeta a manga é conhecido como semente gelatinosa, e é caracterizada por um tecido transparente ao redor da semente com consistência gelatinosa que eventualmente se torna um anel marrom envolvendo a semente (Brecht et al., 2019). Os sintomas do distúrbio são geralmente associados à nutrição e amadurecimento pré-maturo dos frutos (Raymond et al., 1998; Brecht et al., 2019).

O distúrbio fisiológico ao se desenvolver nos estágios finais da maturação torna-se de difícil detecção externa, sendo muitas vezes constatado apenas pelo consumidor final. A partir disso, técnicas que viabilizem a identificação de frutos no momento da colheita, sem destruí-los, garantiria a comercialização de mangas de qualidade, aumentando a confiança do consumidor final.

Técnicas não destrutivas disponíveis para analisar propriedades químicas e físicas em frutos configurariam um cenário ideal para prever problemas antes de chegar à mesa do consumidor.

Diversas técnicas espectroscópicas têm sido utilizadas para a avaliação dos atributos de qualidade interna e externa de produtos hortícolas

de maneira não invasiva. Estas técnicas incluem espectroscopia da ressonância magnética nuclear no domínio do tempo (Marcone et al., 2013; Zhang e McCarthy, 2013), infravermelho próximo (Nicolai et al., 2007) e médio (Müller et al., 2011).

Uma forma de interpretar dados espectroscópicos é por meio da modelagem. A utilização de modelos com fins de predição pode ser aplicada para distinguir frutos com e sem colapso, tornando-se uma ferramenta importante.

A modelagem logística é uma técnica de classificação probabilística utilizada para representar uma resposta binária de um preditor. Nesse caso, o modelo infere a probabilidade de uma observação pertencer a um grupo. Através do modelo logístico pode-se avaliar o impacto que as variáveis explicativas (independentes) exercem sobre a variável resposta (Khatiwada et al., 2016; Garson, 2010). No presente trabalho, as variáveis respostas do tipo categórica binária (ou dicotômica), para classificação de frutos de manga sem e com colapso, foram representadas genericamente por “0” e “1”, respectivamente.

Diante do exposto o objetivo do trabalho foi desenvolver modelos de predição para diferenciar frutos com distúrbios fisiológicos de sadios na pós-colheita de manga.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Obtenção da matéria-prima

Frutos de manga cv. Palmer, destinados ao consumo *in natura*, foram obtidos diretamente da CEAGESP, oriundos da região Nordeste. Os frutos foram selecionados quanto à ausência de danos mecânicos, lesões por insetos, podridões, uniformidade de tamanho e peso e, posteriormente, foram levados ao laboratório de pós-colheita da Embrapa Instrumentação, no município de São Carlos-SP, onde foram lavados com água corrente e sanitizados com solução de hipoclorito de sódio (200 mg L^{-1}) durante 3 min para desinfecção, e secos em temperatura ambiente.

A ocorrência de colapso interno foi avaliada em todos os frutos. A amostra foi composta por 120 frutos, dos quais 80 utilizados o conjunto de treinamento e outros 40, utilizados para o conjunto teste. Foram incluídos frutos com e sem colapso interno.

Os frutos foram mantidos em câmara fria a 15°C , e analisados quando maduros por meio dos sinais das técnicas de RMN, NIR, MIR, para avaliação de uma possível alteração provocada pelo colapso interno.

2.2. Medições de RMN-DT, NIR e MIR

2.2.1. Ressonância magnética nuclear no domínio do tempo (RMN-DT)

As mangas inteiras foram analisadas com espectrômetro de RMN SLK-MRI-1400 (Malagueño Córdoba, Argentina) equipado com um ímã permanente, campo magnético estático (B_0), de 0,21 T (8,5 MHz para ^1H), com 10 cm de diâmetro e 10 cm de comprimento. Será obtida a sequência CPMG

desenvolvida por Carr-Purcell-Meibom-Gill. A CPMG consiste em uma sequência de pulsos que irá gerar um decaimento exponencial com tempo de relaxação transversal (T_2). Os parâmetros da CPMG foram: pulsos de $90^\circ = 32\mu$ e $180^\circ = 64\mu$, tempo de eco de $\tau = 5000\mu s$, e número total de ecos igual a 1500 com 8 *scans* cada obtidos em duplicata para cada amostra. As medidas de RMN foram obtidas em laboratório com temperatura controlada a $21^\circ C \pm 1$ e U.R. $50\% \pm 10$.

2.2.2. Infravermelho próximo (NIR)

Para as análises não destrutivas os espectros de absorbância da região do infravermelho próximo (NIR) foram coletados pelo espectrômetro de infravermelho comercial, modelo Spectrum 100N (Perkin-Elmer Corp, Norwalk, CT). Foram obtidos oito espectros nas regiões conhecidas de aparecimento do colapso em cada fruto (Figura 1).

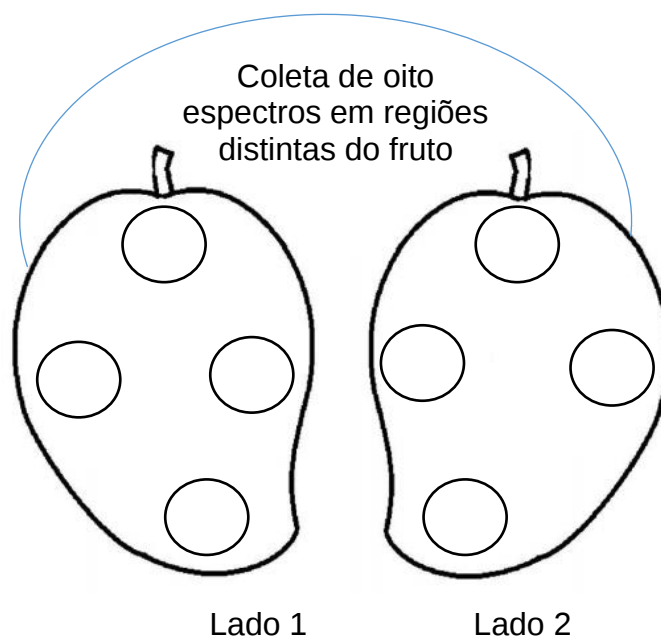


Figura 1. Regiões de aparecimento do colapso interno e aquisição dos espectros do NIR e MIR.

2.2.3. Infravermelho médio (MIR)

Para as análises não destrutivas os espectros de absorbância da região do infravermelho médio (MIR) foram coletados pelo espectrômetro Agilent Cary 630 FTIR. Foram obtidos oito espectros nas regiões conhecidas de aparecimento do colapso em cada fruto (Figura 1).

2.3. Processamento dos dados

Para as análises espectroscópicas todos os dados foram normalizados. Nos espectros de RMN foi utilizado o pré-tratamento de derivada de primeira ordem para reduzir o desvio de linha de base dos espectros, utilizando o filtro *Savitzky–Golay* (Rinnan et al., 2009; Savitzky & Golay, 1964), para os espectros de NIR foi realizado a correção de espalhamento aditivo e multiplicativo por meio do *SNV* (variação do desvio normal), apropriada para remover interferências de espalhamento e de tamanho de partícula sólida (Stevens & Ramirez–Lopez, 2014) e para os espectros de MIR, também foi utilizado o filtro *Savitzky–Golay* (Rinnan et al., 2009; Savitzky & Golay, 1964).

O pré-tratamento e desenvolvimento dos modelos de treinamento e teste foram realizados pelos *softwares* Unscrambler X 10.4 e Weka versão 3.8.3, respectivamente. Para a técnica de regressão foi utilizado o algoritmo de regressão logística simples. Nesta etapa foi utilizado os valores médios dos espectros e aplicada a divisão dos conjuntos de treinamento e teste, através do processo *k-fold cross validation* com $k = 10$. Para avaliar o desempenho dos algoritmos de classificação, o trabalho utilizou as métricas Acurácia (Ac.),

que possui valores entre 0 e 100%, e a *F-Measure* (F) que tem o seu melhor valor em 1 e o pior em 0, e foi utilizada para avaliar o desempenho de predição do classificador nas classes com e sem colapso. A estatística Kappa também é fornecida como resultado de classificação e informa o quanto as predições se afastam das verdadeiras classes, indicando o quão legítimas são as interpretações dadas pela matriz de confusão. Sua escala é interpretada pelos intervalos: 0,01-0,20 (levemente concordante); 0,21-0,40 (razoavelmente concordantes); 0,41-0,60 (moderadamente concordantes); 0,61-0,80 (substancialmente concordantes); 0,81-0,99 (quase perfeitamente concordantes) (Moghimipour & Ebrahimpour, 2014).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Com o intuito de se estabelecer os parâmetros ideais para a geração de um modelo capaz de prever e inferir as classes de mangas com e sem colapso, utilizou-se a matriz de confusão (ou a matriz de erro) como metodologia base para o levantamento e identificação da assiduidade entre classes positivas classificadas como positivas (VP) e classes negativas classificadas como negativas (VN).

Devido à natureza binária da classificação, a avaliação do desempenho do modelo foi feita por meio da matriz de confusão (ou matriz de contingência), das medidas de F, da estatística Kappa, da acurácia, da sensibilidade e da especificidade.

Nas Tabelas 1 e 2 são apresentados os resultados obtidos dos modelos induzidos por RMN para classificação do colapso interno em mangas por meio da regressão logística simples para os conjuntos de treinamento e teste. De acordo com a matriz de confusão (Tabela 1), o total de acertos para os conjuntos de treinamento e teste foram superiores quando comparados às classes classificadas incorretamente.

Tabela 1. Matriz de confusão resultante da classificação a partir do modelo de regressão logística simples nos espectros de RMN para os conjuntos de treinamento e teste de frutos de mangas sem e com colapso.

		Sem colapso	Com colapso
Conjunto de treinamento	Sem colapso	29	11
	Com colapso	7	33
Conjunto de teste	Sem colapso	21	10
	Com colapso	4	5

Tabela 2. Parâmetros de classificação do modelo de regressão logística simples nos espectros de RMN para os conjuntos de treinamento e teste de frutos de mangas com e sem colapso.

Parâmetros	Conjunto de treinamento	Conjunto de teste
NTI	80	40
ICC	62	26
ICI	18	14
Acurácia (%)	77,5	65,0
Sensibilidade (%)	72,5	67,7
Especificidade (%)	82,5	55,6
Kappa	0,550	0,188
F-Measure	0,774	0,675

NTI: número total de instâncias; ICC: instâncias classificadas corretamente; ICI: instâncias classificadas incorretamente; F-Measure: desempenho de predição do classificador.

Analisando os parâmetros de classificação do modelo de regressão logística simples nos espectros de RMN para os conjuntos de treinamento e teste (Tabela 2), pode-se observar que a precisão dos modelos foi satisfatória, havendo uma redução na sensibilidade do modelo do conjunto teste (67,7%), quando comparado ao conjunto de treinamento (72,5%). Em relação à especificidade dos modelos, houve uma redução no conjunto teste (55,6%), demonstrando estar dentro dos parâmetros aceitáveis para classificação. O índice Kappa de 0,188 para o conjunto teste, indica que o modelo induzido apresenta leve concordância entre as variáveis dependentes e as classes. O desempenho de predição do classificador de 0,675 para o conjunto teste, mostra-se moderado.

Por meio da técnica de ressonância magnética nuclear de baixo campo e utilizando o modelo de PLS-DA com toda a faixa espectral, Shichend et al. (2021) alcançaram uma acurácia de 91,18% (conjunto de validação) na

detecção de frutos de mirtilo em decomposição. Estudos conduzidos por Milczarek et al. (2019), usando espectroscopia de ressonância magnética nuclear e modelo de PLS-DA na adstringência de caquis variantes de polinização, encontraram erros de predição variando de 16,7 a 22,2% e sensibilidade entre 0 a 93% de acordo com os limiares de adstringência.

Nas Tabelas 3 e 4 são apresentados os resultados obtidos dos modelos induzidos por NIR para classificação do colapso interno em mangas por meio da regressão logística simples para os conjuntos de treinamento e teste. De acordo com a matriz de confusão (Tabela 3), o total de acertos para os conjuntos de treinamento e teste foram superiores quando comparados às classes classificadas incorretamente.

Tabela 3. Matriz de confusão resultante da classificação a partir do modelo de regressão logística simples nos espectros de NIR para os conjuntos de treinamento e teste de frutos de mangas sem e com colapso.

		Sem colapso	Com colapso
Conjunto de treinamento	Sem colapso	26	14
	Com colapso	15	25
Conjunto de teste	Sem colapso	26	5
	Com colapso	4	5

Tabela 4. Parâmetros de classificação do modelo de regressão logística simples nos espectros de NIR para os conjuntos de treinamento e teste de frutos de mangas com e sem colapso.

Parâmetros	Conjunto de treinamento	Conjunto de teste
NTI	80	40
ICC	51	31
ICI	29	09
Acurácia (%)	63,8	77,5
Sensibilidade (%)	65,0	83,9
Especificidade (%)	62,5	55,6
Kappa	0,275	0,379
F-Measure	0,637	0,779

NTI: número total de instâncias; ICC: instâncias classificadas corretamente; ICI: instâncias classificadas incorretamente; F-Measure: desempenho de predição do classificador.

Pode-se observar que ao utilizar os parâmetros de classificação do modelo de regressão logística simples nos espectros de NIR para os conjuntos de treinamento e teste (Tabela 4), houve uma significativa melhora na precisão, passando de 63,8% para 77,5%, respectivamente. O modelo para a técnica de infravermelho próximo possui uma boa sensibilidade de classificação de frutos com e sem colapso no conjunto teste, sendo observada uma aceitável especificidade. O índice Kappa de 0,379 para o conjunto teste,

indica que o modelo induzido apresenta razoável concordância entre as variáveis dependentes e as classes. O desempenho de predição do classificador de 0,779 para o conjunto teste, mostra-se moderado.

No estudo conduzido por Mogollón et al. (2020) foi possível encontrar resultados de 65, 78 e 49% de acurácia, sensibilidade e especificidade, respectivamente, para o conjunto teste utilizando regressão logística na classificação de mangas 'Keitt' com distúrbios fisiológicos. Os mesmos autores ao delimitarem a faixa espectral entre 550 e 650 nm obtiveram resultados de 71, 75 e 67% de acurácia, sensibilidade e especificidade no conjunto teste. Isso mostra que o modelo logístico para o NIR apresentado no presente trabalho, abrangendo toda a faixa espectral é eficiente na detecção de frutos acometidos por colapso interno em mangas. Ao avaliarem o escurecimento interno da polpa em maçãs intactas utilizando o VIS/NIR, Khatiwada et al. (2016) alcançaram uma acurácia de 99.7% utilizando o modelo de regressão logística.

Nas Tabelas 5 e 6 são apresentados os resultados obtidos dos modelos induzidos por MIR para classificação do colapso interno em mangas por meio da regressão logística simples, para os conjuntos de treinamento e teste. De acordo com a matriz de confusão (Tabela 5), o total de acertos para o conjunto de treinamento foi superior aos comparados às classes classificadas incorretamente. Porém, no conjunto teste, ao classificar sete amostras com colapso interno, o modelo errou nove, apresentando um desempenho razoável.

Tabela 5. Matriz de confusão resultante da classificação a partir do modelo de regressão logística simples nos espectros de MIR para os conjuntos de treinamento e teste de frutos de mangas sem e com colapso.

		Sem colapso	Com colapso
Conjunto de treinamento	Sem colapso	31	09
	Com colapso	09	31
Conjunto de teste	Sem colapso	19	05
	Com colapso	09	07

Tabela 6. Parâmetros de classificação do modelo de regressão logística simples nos espectros de MIR para os conjuntos de treinamento e teste de frutos de mangas com e sem colapso.

Parâmetros	Conjunto de treinamento	Conjunto de teste
NTI	80	40
ICC	62	26
ICI	18	14
Acurácia (%)	77,5	65,0
Sensibilidade (%)	77,5	79,2
Especificidade (%)	77,5	43,8
Kappa	0,550	0,239
F-Measure	0,775	0,638

NTI: número total de instâncias; ICC: instâncias classificadas corretamente; ICI: instâncias classificadas incorretamente; F-Measure: desempenho de predição do classificador.

Infere-se que ao utilizar os parâmetros de classificação do modelo de regressão logística simples nos espectros de MIR, para os conjuntos de treinamento e teste, houve uma redução considerável na acurácia, passando de 77,5% para 65,0%, respectivamente (Tabela 6). O modelo para a técnica de infravermelho médio possui uma considerável sensibilidade de classificação de frutos com e sem colapso no conjunto teste, sendo observada uma especificidade relativamente baixa. O índice Kappa de 0,239 para o

conjunto teste, indica que o modelo induzido apresenta razoável concordância entre as variáveis dependentes e as classes. O desempenho de predição do classificador de 0,638 para o conjunto teste, mostra-se moderado.

4. CONCLUSÕES

As técnicas de RMN, NIR e MIR foram utilizadas com sucesso para rastrear de forma não destrutiva grupos de mangas com e sem colapso, minimizando perda na pós-colheita.

O estudo demonstrou o potencial dos modelos de regressão logística para predição de frutos de manga com distúrbio fisiológico.

Foi obtido um bom desempenho com o modelo de regressão logística para a predição de mangas com e sem colapso do cv. Palmer, demonstrando uma capacidade de acurácia acima de 60%.

A classificação das mangas conforme a presença e ausência de colapso com base no algoritmo de regressão logística simples apresentou boa sensibilidade de predição do colapso por meio das técnicas de NIR e MIR.

Como alternativa para uma melhor predição dos grupos de manga seria interessante realizar a fusão dos dados espectroscópicos.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES, Brasil - Código de Finanças 001) e FAPESP (bolsa n: 2019/13656-8 e 2019/05159-7) pelo apoio financeiro.

6. REFERÊNCIAS

Brecht, J. K. (2019). Mango. In: de Freitas, S.T., Pareek, S. (Eds.), *Postharvest Physiological Disorders in Fruit and Vegetables*. CRC Press, Boca Raton Florida, pp. 443–466.

Brecht, J., Schaffer, B., Crane, J., Li, Y., & Vargas, A. (2019). Mango Internal Discoloration (“Cutting Black” or “Corte Negro”). National Mango Board, Florida, USA (accessed 20 Jan 2022). https://www.mango.org/wp-content/uploads/2019/07/Mango_Internal_Discoloration_ENG.pdf.

Khatiwada, B. P., Subedi, P. P., Hayes, C., Carlos Jnr, L. C. C., & Walsh, K. B. (2016). Assessment of internal flesh browning in intact apple using visible-short wave near infrared spectroscopy. *Postharvest Biology and Technology* 120, 103-111. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2016.06.001>

Marcone, M. F., Wang, S., Albabish, W., Nie, S.; Somnarain, D.; & Hill, A. (2013). Diverse food-based applications of nuclear magnetic resonance (NMR) technology. *Food Research International*, 51, 729–747.

Milczarek, R. R., Liang, P.-S., Wong, T., Augustine, M. P., Smith, J. L., Woods, R. D., ... Breksa, A. P. (2019). Nondestructive determination of the astringency of pollination-variant persimmons (*Diospyros kaki*) using near-infrared (NIR) spectroscopy and nuclear magnetic resonance (NMR) relaxometry. *Postharvest Biology and Technology*, 149, 50–57. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2018.11>.

Moghimpour, I., & Ebrahimpour, M. (2014). Comparing decision tree method over three data mining software. *International Journal of Statistics and Probability*, 3(3).

Mogollón, R., Contreras, C., da Silva Neta, M. L., Marques, E. J. N., Zoffoli, J. P., & de Freitas, S. T. (2020). Non-destructive prediction and detection of internal physiological disorders in “Keitt” mango using a hand-held Vis-NIR spectrometer. *Postharvest Biology and Technology*, 167, 111251. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2020.11>

Müller, A. L. H. (2011). Attenuated total reflectance with Fourier transform infrared spectroscopy (ATR/FTIR) and different PLS Algorithms for simultaneous determination of clavulanic acid and amoxicillin in powder pharmaceutical formulation. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 22(10), 1903-1912.

Ntsoane, M.L., Zude-Sasse, M., Mahajan, P., & Sivakumar, D. (2019). Quality assesment and postharvest technology of mango: a review of its current status and future perspectives. *Sci. Hortic.* 249, 77–85. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2019.01.033>.

Nicolai, B. M., Beullens, K., Bobelyn, E., Peirs, A., Saeys, W., Theron, K. I., & Lammertyn, J. (2007). Nondestructive measurement of fruit and vegetable quality by means of NIR spectroscopy: A review. *Postharvest Biology and Technology*, 46(2), 99–118.

Raymond, L., Schaffer, B., Brecht, J.K., Crane, J.H., 1998. Internal breakdown in mango fruit: symptomology and histology of jelly seed, soft nose and stem-end cavity. *Postharvest Biol. Technol.* 13, 59–70. [https://doi.org/10.1016/S0925-5214\(97\)00074-4](https://doi.org/10.1016/S0925-5214(97)00074-4).

Rinnan, A., Berg, F. & Engelsen, S. B. (2009). Review of the most common pre-processing techniques for near-infrared spectra. *Trends in Analytical Chemistry*, 28, 1201–1222.

Savitzky, A. & Golay, M. J. E. (1964). Smoothing and differentiation of data by simplified least squares procedures. *Analytical Chemistry*, 36(8), 1627–1639.

Shicheng, Q., Youwen, T., Qinghu, W., Shiyuan, S., & Ping, S. (2021). Nondestructive detection of decayed blueberry based on information fusion of hyperspectral imaging (HSI) and low-Field nuclear magnetic resonance (LF-NMR). *Computers and Electronics in Agriculture*, 184, 106100. <https://doi.org/10.1016/j.compag.2021.106100>.

Stevens, A., & Ramirez-Lopez, L. An introduction to the prospectr package. *Package Vignette*, 3(1), 2014.

Zhang, L., & McCarthy, M. J. (2013). Assessment of pomegranate postharvest quality using nuclear magnetic resonance. *Postharvest Biology Technology*, 77, 59–66.

Capítulo 2.

Composição mineral de frutos de manga com colapso interno assistida por ICP-OES

Oldoni, F.C.A, Oldoni, H, Jordão, C.E.K.M.C., Bresolin, J.D., Florencio, C.,
Colnago, L. A., e Ferreira, M. D

Composição mineral de frutos de manga com colapso interno assistida por ICP-OES

Resumo

Frutos de manga ‘Palmer’ são acometidos por colapso interno, um distúrbio fisiológico que causa depreciação da aparência interna e compromete a qualidade sensorial do produto, levando-o ao descarte pelo consumidor. A partir disso, torna-se fundamental uma investigação da composição mineral para compreender o grau de associação entre os minerais com frutos sadios e sintomáticos, reduzindo o distúrbio e garantindo a qualidade pós-colheita de mangas. Diante disso, o objetivo do trabalho foi avaliar a diferença na composição mineral de casca e polpa de mangas com e sem colapso interno por meio do ICP-OES, além de avaliar os atributos físico-químicos dos frutos. O estudo relata o perfil de 11 elementos minerais, ou seja, nitrogênio (N), fósforo (P), potássio (K), Ca, Mg, S, Cu, Fe, Mn, Zn e B, além de atributos físico-químicos como densidade aparente (DA), firmeza (F), potencial hidrogeniônico (pH), sólidos solúveis (SS), acidez titulável (AT), ratio (SS/AT), matéria seca (MS) e teor de fibra (TF). Ao conjunto amostral (15) foi previamente realizado uma análise de componentes principais (PCA) para verificar a separação entre os parâmetros e posteriormente foi realizada a ANOVA com intuito de identificar diferença significativa entre as amostras. As análises estatísticas foram realizadas usando o R.3.5.2 (R CORE TEAM, 2018). Com base nos resultados foi possível observar que frutos com colapso interno apresentam menor F (2.91 N), conteúdo de fibra (12%) e maior pH (5.57). Na composição mineral maiores teores de N na casca (9.4 g kg⁻¹) e polpa (9.6 g kg⁻¹), P na polpa (1.9 g kg⁻¹), K (14.6 g kg⁻¹), S (0.9 g kg⁻¹), B (6.3 mg kg⁻¹) e menor teor de Ca na casca (2.1 g kg⁻¹). Isso demonstra a importância do estudo para identificar e compreender a associação dos parâmetros na ocorrência do distúrbio em mangas ‘Palmer’.

Palavras-chave: *Mangifera indica* L., desordem fisiológica, perfil mineral, espectrometria

1. Introdução

A manga (*Mangifera indica* L.), pertencente à família Anacardiaceae, é uma das frutas mais consumidas do mundo. A produção e o comércio de manga estão cada vez mais em expansão (Singh et al., 2013) e, atualmente, o Brasil contribui com uma produção de 1.414.338 toneladas e um rendimento médio de 21.007 kg ha⁻¹ (IBGE, 2019). Associado a isso, a exigência dos consumidores quanto à qualidade interna e nutricional dos frutos também tem aumentado (Cortés, 2016).

Rica em compostos bioativos, como vitamina C, β -caroteno e polifenóis, os quais contribuem para as propriedades antioxidantes e nutricionais (Sivakumar et al., 2011), as mangas apresentam um alto valor nutricional e isso é influenciado pela cultivar, estágio de maturação, condições de armazenamento e tecnologias pós-colheita (Singh e Zaharah, 2015).

A manga é classificada como um fruto climatérico, sendo colhida na fase verde-madura (Singh et al., 2013) e posteriormente amadurecida para atingir as características de sabor e textura desejáveis (Cortés, 2016). Por ser altamente perecível, ela apresenta perdas quantitativas e qualitativas na pós-colheita durante a sua comercialização.

Uma das perdas mais significativas na cultura da manga é o distúrbio fisiológico conhecido como colapso interno. Esse tipo de distúrbio é caracterizado por um quadro sintomatológico que acarreta em um amadurecimento prematuro dos seus frutos (Vasanthaiah, et al., 2006; Raymond et al., 1998) e que afeta as características sensoriais. As desordens fisiológicas estão intimamente relacionadas ao manejo nutricional das plantas, porém, para o problema do colapso interno, ainda faltam estudos que mostrem a relação direta com o aporte nutricional.

Alguns autores associam a causa do distúrbio fisiológico a níveis inferiores de Ca e K e superiores de P e Mg em polpas de mangas ‘Tommy Atkins’ quando comparados a frutos sadios (Lima et al., 1997). Wainwright e Burbage (1989) observaram que o teor de minerais em mangas com desordem é bastante variável, necessitando de estudos entre cultivares, diferentes regiões e estações do ano.

Dessa forma, torna-se importante estudar o perfil da composição mineral de frutos com colapso interno para entender o desbalanço nutricional e traçar uma estratégia de manejo que diminua a perda na pós-colheita de mangas. A espectrometria de emissão óptica de plasma acoplado indutivamente (ICP-OES) é uma técnica robusta para determinar o conteúdo mineral nos frutos e pode analisar simultaneamente macro e micronutrientes presentes na amostra (Danbaba et al., 2015).

Diante disso, o objetivo do trabalho foi avaliar a diferença na composição mineral e dos atributos físico-químicos de frutos de mangas com e sem colapso interno por meio do ICP-OES.

2. Material e Métodos

2.1. Amostras

Frutos da manga ‘Palmer’ foram obtidos na Companhia de Entrepósitos e Armazéns Gerais de São Paulo (CEAGESP) em um pomar comercial localizado no Vale do Rio São Francisco. Um conjunto de 15 frutos foi selecionado para o estudo quanto à ausência de danos mecânicos, lesões por insetos, podridão, tamanho e uniformidade de peso. Os frutos foram lavados, higienizados, secos ao ar e, em seguida, armazenados em câmara fria a 15 °C e 85% de umidade relativa (UR) até atingirem a maturidade para consumo *in natura* de acordo com os aspectos de cor da

casca, amaciamento e aroma (Tharanathan et al., 2006). Para verificar a decomposição interna, os frutos foram cortados e inspecionados visualmente (Brecht, 2019).

2.1.1. Análises físico-químicas

O peso dos frutos (g) foi determinado por uma balança semi-analítica Bel S2202H (7Lab, Rio de Janeiro, Brasil). Os diâmetros longitudinal e transversal (mm), foram determinados com paquímetro digital (Mitutoyo Sul Americana Ltda., Suzano, Brasil). A densidade aparente (g cm^{-3}) foi obtida pela imersão do fruto em um béquer com volume conhecido de água destilada, a uma temperatura constante de 25 °C, medindo-se a altura da coluna d'água deslocada com o auxílio de um paquímetro digital (Mitutoyo Sul Americana Ltda.) e calculando a relação entre a massa e o volume de água deslocado pelo fruto. A firmeza do fruto (F, em N) foi realizada com o auxílio do Analisador de Textura TA.XT plus (Stable Micro Systems Ltd., Inglaterra, Reino Unido), equipado com uma sonda de aço inoxidável de 4 mm de diâmetro. Para a análise da matéria seca (%) foram utilizados aproximadamente 5,0 g de cada amostra em placas de Petri e mantidas em estufa a 65°C por 24 h. O procedimento foi repetido até atingir massa constante. Todas estas análises físicas foram realizadas em triplicado.

A cor da casca e da polpa foi determinada com o colorímetro CR 400 (Konica Minolta, Osaka, Japão) usando o sistema CIELab (L^* - brilho, a^* - vermelho-verde e b^* - amarelo-azul) (Abbott, 1999; Pathare, et al., 2013). O cálculo do ângulo de matiz (h°) considerado o atributo qualitativo da cor foi realizado por meio da Equação 1 (Shewfelt, et al., 1988; McGuire, 1992). O cálculo do índice de croma (C^*) (Pathare et al., 2013; Shewfelt et al., 1988) considerou o atributo quantitativo da cor (Pathare et al., 2013) e foi realizado por meio da Equação 2.

$$h^\circ = \tan^{-1} (b^*/a^*) \quad \text{Eq. (1)}$$

$$C^* = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2} \quad \text{Eq. (2)}$$

O potencial hidrogeniônico (pH) foi determinado pela imersão do eletrodo do equipamento QX 1500 QUALSTRON (Hexis Científica, Jundiaí, Brasil) na polpa de manga. A acidez titulável (AT, em %) foi determinada pela titulação de 10 g do extrato de polpa homogeneizado em 50 mL de água destilada, com solução de NaOH 0,1 M (Zenebon et al., 1985). Os sólidos solúveis (SS) foram quantificados em um refratômetro de bancada Atago RX-5000cx (Honcho, Itabashi-ku, Japão) inserindo-se uma alíquota de 2-3 mL da polpa de manga no equipamento. A razão SS/AT ou razão foi obtida pela relação entre SS e AT. Os parâmetros físico-químicos foram determinados em triplicata para cada amostra e os dados médios apresentados com desvios padrão e teor total de fibra alimentar conforme relatado por Prosky et al. (1985) (AOAC, 985,29 enzimático-gravimétrico).

2.2. Análise Mineral

2.2.1. Digestão por microondas

Amostras de mangas liofilizadas e maceradas foram digeridas por digestão por microondas (CEM One Touch TMTechnology, CEM Technologies e EUA). Aproximadamente 0.5 g de cada amostra foi pesada em tubos de Teflon (MAR SXpress - High Throughput Vessels), e misturada com 10 mL de HNO³. Uma solução em branco consistindo apenas o ácido de digestão (ou seja, sem amostra) foi preparada e digerida junto com as amostras. As condições de temperatura do digestor de microondas foram as seguintes: o programa de temperatura foi de 25–170 °C por 10 min e 170 °C– 240 °C por mais 10 min a 1000 W, seguido de ventilação imediata em temperatura ambiente por 20 min. As soluções resultantes foram resfriadas e

completadas até a marca com água Milli-Q (Millipore, Bedford, MA) em um balão volumétrico de 50 mL.

2.2.2. *Análise de espectrometria de emissão óptica de plasma indutivamente acoplado (ICP-OES)*

Soluções padrão de estoque e de trabalho foram preparadas usando soluções padrão ICP-OES de cada mineral a ser analisado. As concentrações variaram de 0,1 a 40 µg/mL e as amostras foram analisadas para nitrogênio (N), cálcio (Ca), magnésio (Mg), fósforo (P), potássio (K), enxofre (S), cobre (Cu), ferro (Fe), manganês (Mn), zinco (Zn) e boro (B). As amostras foram então analisadas em um equipamento ICP-OES (Spectro ARCOS, Spectro Analytical Instruments, Kleve, Alemanha), sob as condições instrumentais apresentadas na Tabela 1. Os resultados obtidos foram expressos em mg/kg de peso seco da amostra.

Tabela 1. Condições de trabalho do ICP-OES

Parâmetros	Condições
Potência de RF (intensidade de emissão)	1,3 kW
Tipo de nebulizador	Câmara de nebulização: ciclônica; nebulizador: OneNeb
Fluxo do nebulizador	0,60 L/min
Gás (como 600 kpa)	550 kpa
Fluxo de gás plasma	15,0 L/min
Fluxo de gás auxiliar	1,50 L/min
PMT kVA	2,9 kVA
Fluxo de amostra	15 s
Tempo de enxágue	20 s

Foi aplicada a análise de componentes principais (PCA) aos dados físico-químicos e minerais das mangas com e sem colapso, para melhor compreensão do comportamento dos mesmos.

2.3. Análise estatística

Para os parâmetros físico-químicos e composição mineral, inicialmente foi realizada uma PCA com todos os 19 parâmetros para verificar a separação entre eles. A análise foi realizada usando o software Origin version 6.0 (Origin Lab, Northampton, MA, USA). Antes da análise de variância unilateral (ANOVA), a equivalência das variâncias foi testada usando o teste de Levene. Welch-ANOVA foi aplicada quando os dados não eram homocedásticos. As análises estatísticas dos dados foram realizadas usando R 3.5.2 (R CORE TEAM, 2018).

3. Resultados e Discussão

3.1. Análise de componentes principais

A partir da PCA identificou-se que os dois primeiros componentes (PC1 e PC2) explicaram 57.95% da variância total dos dados (Fig. 1). Deste percentual, 40.98% foi explicada apenas pela PC1, o que permitiu uma clara separação dos frutos com e sem colapso interno, com os scores de maior valor pertencendo à maioria das amostras com colapso.

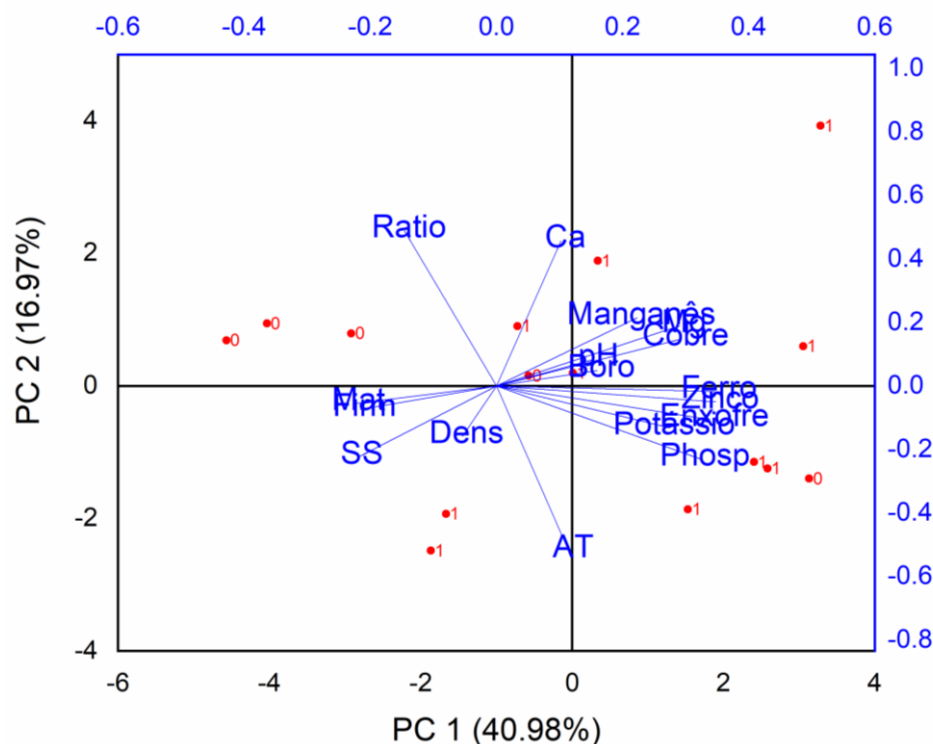


Fig. 1. Escores e cargas dos componentes principais das características físico-químicas e composição mineral da polpa de manga com e sem colapso interno. 0 = sem colapso interno; 1 = com colapso interno; AD = densidade aparente; F = firmeza; pH = potencial hidrogeniônico; SS = sólidos solúveis TA = acidez titulável; Ratio = SS/TA; DM = matéria seca; FC = teor de fibra; N = nitrogênio; Ca = cálcio; Mg = magnésio; P = fósforo; K = potássio; S = enxofre; Cu = cobre; Fe = ferro; Mn = manganês; Zn = zinco; B = boro.

A PCA permitiu identificar que a maioria dos parâmetros referentes à composição mineral dos frutos apresentaram-se diretamente correlacionados com a PC1, ou seja, a concentração destes foi maior nos frutos com colapso interno com exceção apenas para o Ca que não apresentou correlação com esta componente (Fig. 1). Quanto aos atributos físico-químicos, a maioria apresentou correlação inversa com a PC1, principalmente para os atributos F, DM, SS e Ratio, ou seja, estes apresentaram maiores concentrações nos frutos sem colapso.

3.2. Análises físico-químicas e composição mineral

A caracterização físico-química mostrou diferença significativa nos parâmetros de firmeza ($p < 0.001$) e pH ($p < 0.01$) entre os frutos com e sem colapso (Table 1.). A análise dos dados mostrou que na presença do distúrbio fisiológico os frutos apresentaram menor firmeza (2.91 N). A pectina é considerada o principal componente da parede celular e suas propriedades funcionais estão relacionadas à qualidade da fruta, especificamente com a firmeza (Liu et al., 2017).

O amadurecimento pré-maturo de frutos acometidos pelo colapso é caracterizado pela desorganização das células e ruptura da parede celular (Van Eeden, 1992), provocando a perda de firmeza do fruto e consequentemente solubilização e despolimerização da pectina, podendo ser atribuída à ação de enzimas (Figueroa et al., 2010). As enzimas responsáveis pela alteração da pectina são a poligalacturonase (PG) e a pectina metilesterase (PME). A PME remove o grupo carboxila da cadeia molecular da pectina, a qual desmetila a pectina, proporcionando as condições necessárias para a catálise de PG (Gwanpua et al., 2017).

Frutos na presença do colapso interno apresentaram aumento no valor de pH (5.57). O amadurecimento mais rápido em frutos com colapso, e consequentemente um aumento no pH está associado à oxidação de ácidos orgânicos no processo respiratório durante o amadurecimento, bem como sua conversão em açúcares por gliconeogênese (Eskin et al., 2013).

A fibra alimentar é constituída por polissacarídeos presentes na parede celular, como a pectina (Kossori et al., 2000). A pectina desempenha um papel importante na consistência e alterações texturais durante o processo de amadurecimento de frutos e isso se deve à sua capacidade como agente gelificante (Sharma et al., 1996).

Com base nos resultados encontrados, foi possível observar uma diferença significativa ($p<0.05$) na polpa de frutos com (12%) e sem (15.7%). O amolecimento dos tecidos é atribuído à sua degradação enzimática, bem como à solubilização das protopectinas (Prasanna et al., 2007). Enzimas como a poligalacturonase (PG), pectina metilesterase (PME) e a pectato liase (PEL), causam perdas na textura e também na viscosidade de frutos de tomate durante o processamento, ocasionando menor qualidade no mercado (Bartley et al., 1994; Verlent et al., 2005). Uma melhoria na integridade de frutos armazenados e produtos de tomate, foi observada por uma inibição do PG (Brummell e Harpster, 2001), reduzindo o amolecimento do fruto e estendendo a vida de prateleira.

Table 1. Valores médios ($\pm$ desvio padrão da média) e resultados da análise de variância da densidade aparente (AD), firmeza (F), potencial hidrogeniônico (pH), sólidos solúveis (SS), acidez titulável (TA), matéria seca (DM) e teor de fibra (FC) de mangas 'Palmer' com e sem colapso interno (IB).

IB	AD (g cm ⁻³)	F (N)	pH	SS (°Brix)	TA (%)	SS/TA	DM (%)	FC (%)
Com	0.90 $\pm$ 0.05	2.91 $\pm$ 1.10	5.57 $\pm$ 0.30	17.46 $\pm$ 1.37	0.16 $\pm$ 0.06	125.84 $\pm$ 43.10	17.21 $\pm$ 1.29	12.0 $\pm$ 3.2
Sem	0.92 $\pm$ 0.06	6.62 $\pm$ 2.25	4.93 $\pm$ 0.45	17.32 $\pm$ 2.34	0.15 $\pm$ 0.05	130.31 $\pm$ 41.91	16.66 $\pm$ 1.85	15.7 $\pm$ 2.5
<i>p</i> -valor	0.525	<0.001***	<0.01**	0.882	0.721	0.851	0.518	0.039*

*, ** e *** diferença significativa ao nível de 5, 1 e 0,1%, respectivamente, pelo teste F.

A caracterização da composição mineral da casca e da polpa de frutos de manga na presença e ausência de colapso interno realizada por ICP-OES pode ser observada na Tabela 2. Foram avaliadas três variações no p-valor ($p < 0.05$, $p < 0.01$ e $p < 0.001$) da análise de variância para identificar possíveis diferenças significativas entre os nutrientes presentes nos frutos com e sem o distúrbio fisiológico. De acordo com estudos encontrados na literatura (Maldonado-Celis et al., 2019; Njiru et al., 2014) alguns nutrientes são encontrados em maiores níveis na casca dos frutos de manga do que na polpa, no presente estudo observou-se maiores níveis de Ca, K, Mg, Fe, Mn e Zn na casca do que na polpa. A presença desses minerais essenciais nos frutos de manga atinge níveis recomendados para a saúde humana (National Resource council of USA, 1989).

Os resultados da Tabela 2 mostram que a composição mineral da casca apresentou diferenças significativas entre os frutos com e sem colapso interno para os macronutrientes N e Ca.

Trabalho conduzido com manga ‘Tommy Atkins’ com suprimento de nitrogênio e cálcio para efeitos da incidência do colapso interno nos frutos foi possível verificar que o grau do distúrbio foi consideravelmente maior em todos os tratamentos com alto teor de N (Torres et al., 2004). Resposta também observada por Young e Miner (1961), em que o alto suprimento de N agravou a incidência do colapso no mesocarpo, porém pode ser neutralizada pelo aumento do Ca.

Alguns estudos iniciais da literatura sugeriram que a deficiência do Ca poderia ocasionar distúrbios nos frutos de manga (Shear, 1975; Young, 1957). Os resultados do presente trabalho mostram que os maiores valores do mineral Ca foram observados na casca dos frutos sem colapso interno ao invés de frutos com o distúrbio.

O resultado apoia o encontrado por Torres et al., (2004), em que o distúrbio fisiológico está fortemente relacionado com o déficit de cálcio. Com base no menor conteúdo de fibra e de Ca encontrados na polpa e casca de frutos sintomáticos, respectivamente, os íons Ca interagem com polímeros pécnicos formando redes reticuladas que acarretam no aumento à resistência mecânica, retardando a senescência e controlando distúrbios fisiológicos em frutas e vegetais (Fritz et al., 2019). Isso pode explicar um dos fatores que ocasiona o surgimento do colapso interno em frutos de manga

Em trabalhos conduzidos por Brown et al., (1996), Michailidis et al., (2017); Devi et al., (2018); Bakeer, (2016), Davarpanah et al., (2018); Devi et al., (2018) e Kadir, (2005) foi possível reduzir distúrbios fisiológicos relacionados a rachaduras na pele em cerejas doces, limões e romãs, além da incidência de escaldadura em maçãs, com pulverizações de Ca nos frutos. Com relação à aplicação foliar de Ca, foi possível observar na pós-colheita uma redução do escurecimento interno em pêssegos (Val & Fernández, 2011) e maçãs (Wojcik, 2002), a sensibilidade das maçãs ao caroço amargo (Wojcik, 2002; Lötze & Theron, 2006), além da lesão por frio em mandarins (D'Aquino et al., 2005).

Em estudos conduzidos García et al. (1996) e Picchioni et al. (1998), foi possível observar que a aplicação de Ca em pós-colheita manteve o turgor celular, integridade da membrana, a firmeza do tecido e retardou o catabolismo lipídico da membrana, permitindo uma maior vida de prateleira de frutos frescos.

Para a análise da composição mineral realizada nas amostras de polpa dos frutos as diferenças significativas entre os frutos com e sem colapso interno foram observadas para os nutrientes N, P, K, S e B.

Na polpa o conteúdo de N foi significativamente ($p<0.05$) maior em frutos acometidos pelo colapso (9.6 g kg^{-1}) quando comparados aos frutos sadios (6.5 g kg^{-1}). O efeito do teor de N pode ser explicado pelo déficit de absorção de cálcio nos frutos, não apenas pela absorção insuficiente, mas também pela competição entre os pontos de crescimento na planta e frutos pelo Ca disponível (Torres et al., 2004). Como a mobilidade do Ca é limitada nas plantas, a sua concentração em órgãos de baixa transpiração, como os frutos, será baixa (Hocking et al., 2016). O elevado teor de N induz o aumento do crescimento vegetativo e consequentemente o desenvolvimento mais rápido dos frutos e isso resulta em uma diluição da concentração do Ca, aumentando a chance do Ca no tecido dos frutos cair abaixo do nível crítico necessário para a manutenção da integridade da membrana e estabilidade da parede celular, o que pode acarretar no desenvolvimento do colapso interno (Marschner, 1995; Raymond et al., 1998).

O fósforo (P) foi significativamente diferente ($p<0.05$) em frutos com (1.9 g kg^{-1}) e sem (1.5 g kg^{-1}) colapso interno. Elevado teor de P em manga ‘Alphonso’ com colapso interno também foi observado por Murthy, (1981). O acúmulo de acetaldeído desempenha um papel fundamental na deterioração fisiológica de frutos e outros materiais vegetais (Smagula e Bramlage, 1977), isso porque em condições anaeróbicas, o piruvato, que está mantido no citosol, é quebrado em dióxido de carbono e acetaldeído pela reação catalisada pela piruvato descaboxilase (Taiz & Zeiger; Lehninger et al., 2007)

O potássio (K) foi significativamente diferente ($p<0.001$) entre frutos com e sem colapso, sendo mais expressivo na polpa de frutos com o distúrbio fisiológico (14.6 g kg^{-1}). O macronutriente é considerado o cátion mais abundante no citoplasma

das células e exerce a função de ativação de enzimas, síntese de proteínas, movimento estomático, fotossíntese e extensão celular (Botelho & Müller, 2020). Embora o K esteja relacionado à atributos de qualidade em frutos (tamanho, firmeza, teor de sólidos solúveis, ácidos orgânicos, sabor, rendimento em suco) e apresentar uma alta mobilidade no floema (Botelho & Müller, 2020), o que resultará em uma boa distribuição na polpa do fruto, altas concentrações do macronutriente no solo podem inibir a absorção de Ca, acarretando em distúrbios fisiológicos como “bitter pit” (maçãs e peras) e “watercore” em maçãs (Basso et al., 2003; Hudina & Stampar, 2002). Os resultados corroboram com os encontrados no trabalho, evidenciando que o excesso de K pode desencadear distúrbios também em mangas.

Considerado um dos principais nutrientes para as plantas juntamente com N, P e K, o enxofre (S) está envolvido em várias funções fisiológicas das plantas, como melhor retenção de frutos, aumento de frutos por planta, equilíbrio entre acidez e açúcares, conferindo-lhes sabor (Singh & Schwan, 2019). Por outro lado, seu excesso pode afetar negativamente o rendimento e a estrutura das plantas. O teor do macronutriente foi significativamente diferente ($p < 0.05$) entre os frutos com (0.9 g kg^{-1}) e sem colapso (0.7 g kg^{-1}). Como o suprimento do S está intimamente relacionado à eficiência de utilização do N (Singh & Schwan, 2019), era esperado também a maior concentração em polpa de frutos acometidos pelo distúrbio fisiológico.

O boro (B) foi significativamente diferente ($p < 0.01$) em frutos com (6.3 mg kg^{-1}) e sem (3.4 mg kg^{-1}) colapso interno. O micronutriente está relacionado ao metabolismo de carboidratos e fenólicos, divisão celular, formação da parede celular, germinação do pólen, crescimento do tubo polínico e integridade das membranas (Gimeno et al., 2012; O'Neill, 2004).

Alguns estudos demonstraram que o aumento da absorção de B causou uma redução na proporção de equivalente cátion-ânion nas folhas e aumento nas raízes de alfafa (Wallace & Bear, 1949), assim como também em folhas da beterraba (Vlamis & Ulrich, 1971). Além disso, outros estudos mostraram que o B atua não só na planta, mas também no meio nutriente, afetando assim a absorção de nutrientes (Santra et al., 1989), ou seja, o micronutriente está indiretamente envolvido no balanço nutricional das plantas, acarretando no aumento ou diminuição do seu crescimento e produção. O boro, por meio da alteração da permeabilidade do plasmalema na superfície da raiz, aumenta a absorção de P (Morsey & Taha, 1986). Esse resultado também foi encontrado no presente estudo, a maior concentração de B em frutos com colapso refletiu em uma maior concentração de P em frutos acometidos pelo distúrbio. É importante ressaltar que as interações do B com os demais nutrientes na planta são bastante complexas e os resultados podem ser antagônicos ou sinérgicos, conforme as espécies, além das condições ambientais (Mousavi & Motesharezadeh, 2020.).

Table 2. Valores médios ($\pm$ desvio padrão da média) e resultados da análise de variância da composição mineral de casca e polpa de frutos de manga ‘Palmer’ com e sem colapso (IB).

IB	N	Ca	Mg	P	K	S	Cu	Fe	Mn	Zn	B
	----- (g kg ⁻¹) -----						----- (mg kg ⁻¹) -----				
	Casca										
Com	9.4±1.9	2.1±0.6	2.0±0.4	1.8±0.5	15.6±3.1	1.0±0.3	2.6±1.7	18.4±4.4	32.5±14.1	9.7±3.6	14.6±2.7
Sem	6.7±2.3	2.8±0.5	1.6±0.3	1.5±0.4	14.1±2.8	0.8±0.2	2.4±1.0	16.7±5.5	38.8±26.2	7.6±4.8	12.9±1.4
<i>p</i> -valor	0.029*	0.038*	0.082	0.204	0.388	0.071	0.807	0.530	0.549	0.335	0.111
	Polpa										
Com	9.6±1.6	0.7±0.3	0.6±0.1	1.9±0.2	14.6±1.3	0.9±0.1	3.0±0.9	11.3±2.4	14.3±6.3	6.0±1.8	6.3±4.0
Sem	6.5±2.6	0.8±0.2	0.5±0.1	1.5±0.4	10.5±1.9	0.7±0.2	2.2±0.8	9.2±3.8	11.4±7.2	4.4±3.2	3.4±1.3
<i>p</i> -valor	0.012*	0.530	0.196	0.034*	<0.001***	0.044*	0.471	0.205	0.445	0.248	0.003**

N: nitrogênio; Ca: cálcio; Mg: magnésio; P: fósforo; K: potássio; S: enxofre; Cu: cobre; Fe: ferro; Mn: manganês; Zn: zinco; B: boro; *, ** e *** diferença significativa ao nível de 5, 1 e 0,1%, respectivamente, pelo teste F.

4. Conclusões

Mangas com colapso interno apresentam menor firmeza, teor de fibra e maior pH.

A composição mineral dos frutos de manga ‘Palmer’ mostra-se como indicativo da existência do colapso interno, com destaque para os macronutrientes nitrogênio, fósforo, potássio, cálcio e enxofre e do micronutriente boro.

O excesso de nitrogênio na polpa influencia o aparecimento do colapso interno em frutos de manga ‘Palmer’.

Identificar a composição mineral permite auxiliar um bom manejo no pomar, reduzindo o colapso interno e garantindo a qualidade pós-colheita em frutos de manga.

5. Agradecimentos

Os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES, Brasil - Código de Finanças 001) e FAPESP (bolsa n: 2019/13656-8 e 2019/05159-7) pelo apoio financeiro.

Referências

- Abbott, J. A. Quality measurement of fruits and vegetables (1999). *Postharvest Biology and Technology*, 15, 207–225. [https://doi.org/10.1016/S0925-5214\(98\)00086-6](https://doi.org/10.1016/S0925-5214(98)00086-6)
- Bakeer, S. M. (2016). Effect of ammonium nitrate fertilizer and calcium chloride foliar spray on fruit cracking and sunburn of Manfalouty pomegranate trees. *Scientia Horticulturae*, 209, 300–308. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2016.06.043>.
- Bartley, D. A., Nielsen, S. S., & Nelson, P. E. (1994). Comparison of invertase and pectinesterase inactivation in processed tomato pulp. *Journal of Food Quality*, 17(4), 311–320. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4557.1994.tb00153.x>
- Basso, C., Freire, C. J. S., & Suzuki, A. (2003). Soils, fertilization and nutrition. In: Quezada, A.C., Nakasu, B. H., Herter, F.G. (Eds.), *Pear: Production*. Embrapa, Brasília, pp. 55–67.
- Botelho, R. V., & Müller, M. M. L. (2020). Nutrient redistribution in fruit crops: Physiological implications. *Fruit Crops*, 33–46. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-818732-6.00003-4>.
- Brecht, J. K. (2019). Mango. In: *Postharvest Physiological Disorders in Fruit and Vegetables*. Boca Raton: CRC Press. ISBN 13: 9781138035508
- Brown, G. S., Kitchener, A. E., McGlasson, W. B., & Barnes, S. (1996). The effects of copper and calcium foliar sprays on cherry and apple fruit quality. *Scientia Horticulturae*, 67(3–4), 219–227. [https://doi.org/10.1016/S0304-4238\(96\)00937-5](https://doi.org/10.1016/S0304-4238(96)00937-5).
- Brummell, D. A., & Harpster, M. H. (2001). Cell wall metabolism in fruit softening and quality and its manipulation in transgenic plants. *Plant Molecular Biology*, 47, 311–340.
- Cortés, V., Ortiz, C., Aleixos, N., Blasco, J., Cubero, S., Talens, P. (2016). A new internal quality index for mango and its prediction by external visible and near-infrared reflection spectroscopy. *Postharvest Biol. Technol.*, 118, 148–158. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2016.04.011>
- D'Aquino, S., Palma, A., Tedde, M., Fronteddu, F. (2005). Effect of preharvest and postharvest calcium treatments on chilling injury and decay of cold stored “fortune” mandarins. *Acta Horticulturae*, 682, 631–638. <https://doi.org/10.17660/ActaHortic.2005.682.81>.
- Danbaba, N., Nkama, I., Badau, M. H. (2015). Application of response surface methodology (RSM) and central composite design (CCD) to optimize minerals composition of rice-cowpea composite blends during extrusion cooking. *International Journal of Food Science and Nutrition Engineering*, 5(1), 40–52. <https://doi.org/10.5923/j.food.20150501.06>.

Davarpanah, S., Tehranifar, A., Abadía, J., Val, J., Davarynejad, G., Aran, M., & Khorassani, R. (2018). Foliar calcium fertilization reduces fruit cracking in pomegranate (*Punica granatum* cv. Ardestani). *Scientia Horticulturae*, 230, 86–91. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2017.11.023>.

Devi, K., Kumar, R., Wali, V. K., Bakshi, P., Sharma, N., Arya, V. M. (2018). Effect of foliar nutrition and growth regulators on nutrient status and fruit quality of Eureka lemon (*Citrus limon*). *Indian Journal Agricultural Sciences*, 88(5), 704–708.

_____. Produção Agrícola 2019 (Lavoura Permanente). Rio de Janeiro: IBGE. 2016. Disponível em: <<https://cidades.ibge.gov.br/brasil/pesquisa/15/0?indicador=11992>>. Acesso em 29/10/2016.

Eskin, N. A. M., Hoehn, E., & Shahidi, F. (2013). Fruits and vegetables. In: N. A. M. Eskin, & F. Shahidi (Eds.), *Biochemistry of foods* (pp. 49–126). Academic Press: San Diego.

Figuerola, C. R., Rosli, H. G., Civello, P. M., Martínez, G. A., Herrera, R., Moya-León, M. A. (2010). Changes in cell wall polysaccharides and cell wall degrading enzymes during ripening of *Fragaria chiloensis* and *Fragaria x ananassa* fruit. *Scientia Horticulturae*, 124(4), 454–462. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2010.02.003>.

Fritz, A. R. M., Fonseca, J. M., Trevisol, T. C., Fagundes, C., & Valencia, G. A. (2019). Active, Eco-Friendly and Edible Coatings in the Post-Harvest – A Critical Discussion. *Polymers for Agri-Food Applications*, 433–463. https://doi.org/10.1007/978-3-030-19416-1_22.

García, J. M., Herrera, S., Morilla, A. (1996). Effects of Postharvest Dips in Calcium Chloride on Strawberry. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 44, 30–33. <https://doi.org/10.1021/jf950334l>.

Gimeno, V., Simón, I., Nieves, M., Martínez, V., Cámara-Zapata, J.M., García, A.L., & García-Sánchez, F. (2012). The physiological and nutritional responses to an excess of boron by Verna lemon trees that were grafted on four contrasting rootstocks. *Trees*, 26, 1513–1526. <https://doi.org/10.1007/s00468-012-0724-5>.

Gwanpua, S. G., Verlinden, B. E., Hertog, M. L. A. T. M., Nicolai, B. M., Hendrickc, M., Geeraerd, A. (2017). A transcriptomics-based kinetic model for enzyme-induced pectin degradation in apple (*Malus x domestica*) fruit. *Postharvest Biology and Technology*, 130, 64–74. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2017.04.008>.

Hudina, M., Stampar, F. (2002). Effect of phosphorus and potassium foliar fertilization on fruit quality of pears. *Acta Horticulturae*, 594, 487–493. <https://doi.org/10.17660/ActaHortic.2002.594.63>.

Kadir, S. A. (2005). Fruit quality at harvest of “Jonathan” apple treated with Foliarly-applied calcium chloride. *Journal of Plant Nutrition*, 27(11), 1991–2006. <https://doi.org/10.1081/PLN-200030102>.

Kossori, R. L. E., Sanchez, C., Boustani, E. S. E., Maucourt, M. N., Sauvaire, Y., Méjean, L., & Villaume, C. (2000). Comparison of effects of prickly pear (*Opuntia ficus indica* sp) fruit, arabic gum, carrageenan, alginic acid, locust bean gum and citrus pectin on viscosity and *in vitro* digestibility of casein. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 80, 359-364. [https://doi.org/10.1002/1097-0010\(200002\)80:3<359::AID-JSFA534>3.0.CO;2-8](https://doi.org/10.1002/1097-0010(200002)80:3<359::AID-JSFA534>3.0.CO;2-8).

LIMA, L. C. de O. Tecido esponjoso em manga 'Tommy Atkins': Transformações químicas e bioquímicas no mesocarpo durante o armazenamento. 1997. 147f. Tese (Doutorado em Ciências dos Alimentos) Universidade Federal de Lavras, Lavras, 1997.

Liu, Q., Tan, C. S. C., Yang, H. Wang, S. (2017). Treatment with low-concentration acidic electrolysed water combined with mild heat to sanitise fresh organic broccoli (*Brassica oleracea*). *LWT - Food Science and Technology*, 79, 594-600. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2016.11.012>

Lotze, E., & Theron, K. I. (2006). Dynamics of calcium uptake with pre-harvest sprays to reduce bitter pit in 'Golden delicious'. *Acta Horticulturae*, 721, 313–319. <https://doi.org/10.17660/ActaHortic.2006.721.44>.

Marschner, H. 1995. Mineral nutrition of higher plants. Academic Press: London, UK.

Mc Guire, R. G. (1992). Reporting of objective color measurements. *Hort Science*, 27, 12, 1254-1255. <https://doi.org/10.21273/HORTSCI.27.12.1254>

Michailidis, M., Karagiannis, E., Tanou, G., Karamanoli, K., Lazaridou, A., Matsi, T., & Molassiotis. (2017). Metabolomic and physico-chemical approach unravel dynamic regulation of calcium in sweet cherry fruit physiology. *Plant Physiology and Biochemistry*, 116, 68–79. <https://doi.org/10.1016/j.plaphy.2017.05.005>.

Mousavi, S. M., & Motesharezadeh, B. (2020). Boron deficiency in fruit crops. *Fruit Crops*, 191–209. doi:10.1016/b978-0-12-818732-6.00015-0.

Morsey, M. A., Taha, E. M. (1989). Effect of boron, manganese and their interaction on sugar beet under El-Minia conditions. 2: Concentration and uptake of N, P, K, B and Mn. *Annals of Agricultural Sciences*, 31, 1241-1259.

Murthy, S. K. (1981). Chemical Studies on Internal Breakdown in Alphonso Mango (*Mangifera Indica* Linn.). *Journal of Horticultural Science*, 56(3) 24 7-250. <https://doi.org/10.1080/00221589.1981.11514996>

National Research Council (US) (1989). “Subcommittee on the Tenth Edition of the Recommended Dietary Allowances,” in *Recommended Dietary Allowances*, 10th Edition (Washington (DC): National Academies Press (US)), 2. Definition and Applications. Available at: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK234926/> (Accessed July 5, 2021).

Njiru, M. K., Nawiri, P. M., Wanjau, R., and Odundo, J. O. (2014). Residues of *Mangifera indica* L. as alternative animal feed in Embu county, Kenya. *Green Chem.* 16, 1–10.

O'Neill, M. A., Ishii, T., Albersheim, P., & Darvill, A. G. (2004). Rhamnogalacturonan II: Structure and function of a borate cross-linked cell wall pectic polysaccharide. *Annual Review of Plant Biology*, 55, pp.109-139. <https://doi.org/10.1146/annurev.arplant.55.031903.141750>.

Pathare, P. B.; Opara, U. L.; Al-Said, F. A. (2013). Colour Measurement and Analysis in Fresh and Processed Foods: A Review. *Food and Bioprocess Technology*, 6, 36-60. <https://doi.org/10.1007/s11947-012-0867-9>

Picchioni, G. A., Watada, A. E., Conway, W. S., Whitaker, B. D., & Sams, C. E. (1998). Postharvest calcium infiltration delays membrane lipid catabolism in apple fruit. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46, 2452-2457. <https://doi.org/10.1021/jf971083e>.

Prasanna, V., Prabha, T. N., & Tharanathan, R. N. (2007). Fruit Ripening Phenomena—An Overview, 47(1), 1-19. <https://doi.org/10.1080/10408390600976841>.

Prosky, L., Asp, N. G., Furda, I., Devries, J. W., Schweizer, T. F., & Harland. B. F. (1985). The determination of total dietary fiber in foods, food products: Collaboratory study. *Journal of the Association of Official Analytical Chemists*, 68 (4), pp.677-679.

R Core Team (2018). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. URL <https://www.R-project.org/>.

Raymond, L., Schaffer, B., Brecht, J. K., Crane, J. H. (1998). Internal breakdown in mango fruit: symptomology and histology of jelly seed, soft nose and stem-end cavity. *Postharvest Biology and Technology*, 13, 59–70. [https://doi.org/10.1016/S0925-5214\(97\)00074-4](https://doi.org/10.1016/S0925-5214(97)00074-4).

Santra, G. H., Das, D. K., & Mandal, B. K. (1989). Relationship of boron with iron, manganese, copper and zinc with respect to their availability in rice soil. *Environment and Ecology*, 7(4), 874–877.

Sharma, S. K., LeMaguer, M., Liptay, A., & Poysa, V. (1996). Effect of composition on the rheological properties of tomato thin pulp. *Food Research International*, 29(2), 175-179.

Shewfelt, R. L.; Thai, C. M.; Davis, J. W. (1988). Prediction of changes in color of tomatoes during ripening at different constant temperatures. *Journal of Food Science*, 53(5), 1433-1437. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1988.tb09293.x>

- Singh, S. P., & Schwan, A. L. (2019). Sulfur Metabolism in Plants and Related Biotechnologies. *Comprehensive Biotechnology*, 221–236. <https://doi.org/10.1016/b978-0-444-64046-8.00225-1>.
- Singh, Z., Singh, R. K., Sane, V A., Nath, P. (2013). Mango - Postharvest Biology and Biotechnology. *Critical Reviews in Plant Sciences*, 32(4), 217-236. <https://doi.org/10.1080/07352689.2012.743399>
- Sivakumar, D., Jiang, Y., Yahia, E. M. (2011). Maintaining mango (*Mangifera indica* L.) fruit quality during the export chain. *Food Research International*, 44(5), 1254-1263. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2010.11.022>.
- Smagula, J. M., & Bramlage, W. J. (1977). Acetaldehyde accumulation. Is it a cause of physiological deterioration of fruits? *HortScience*, 12,200-203.
- Taiz, L.; Zeiger, E. *Fisiologia vegetal*. Porto Alegre: Artmed, 2003. 720p.
- Tharanathan, R. N., Yashoda, H. M, & Prabha, T. N. (2006). Mango (*Mangifera indica* L.), “The King of Fruits” – An Overview. *Food Reviews International*, 22(2), 95-123. <https://doi.org/10.1080/87559120600574493>.
- Torres, A. C., Ballarín, M.C. C., Monzón, A. R. S., Galván, D. F., García, P. R., Saúco, V. G. (2004). Effects of nitrogen and calcium supply on the Incidence of Internal Fruit Breakdown in ‘Tommy Atkins’ mangoes (*Mangifera indica* L.) grown in a soilless system. *Acta Horticulturae*, 645, 387-393. <https://doi.org/10.17660/ActaHortic.2004.645.48>
- Vasanthaiiah, H. K. N., Ravishankar, K. V., Shivashankara, K. S., Anand, L., Narayanaswamy, P., Mukunda, G., Prasad, T. G. (2006). Cloning and characterization of differentially expressed genes of internal breakdown in mango fruit (*Mangifera indica*). *Journal of Plant Physiology*, 163, 671-679. <https://doi.org/10.1016/j.jplph.2005.06.017>
- Van Eeden, S. J. (1992). Calcium infiltration as a possible postharvest treatment to increase storage potential of mango fruit. *South African Mango Growers' Association Yearbook*, Tzaneen, 12, 26–27.
- Val, J., & Fernández, V. (2011). In-season calcium-spray formulations improve calcium balance and fruit quality traits of peach. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 174(3), 465–472. <https://doi.org/10.1002/jpln.201000181>.
- Verlent, I., Smout, C., Duvetter, T., Hendrickx, M. E., Van Loey, A. (2005). Effect of temperature and pressure on the activity of purified tomato polygalacturonase in the presence of pectins with different patterns of methyl esterification. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 6(3), 293-303. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2005.02.003>

Wojcik, P. (2002). Yield and “Jonagold” apple fruit quality as influenced by spring sprays with commercial Rosatop material containing calcium and boron. *Journal of Plant Nutrition*, 25(5), 999–1010. <https://doi.org/10.1081/PLN-120003934>.

Young, T.W., & Miner, J. T. (1961). Relationship of nitrogen and calcium to “soft-nose” disorder in mango fruits. *Journal of the American Society for Horticultural Science*, 78, 201-208.

Zenebon, O., Pascuet, N. S., Tinglea, P. (2008). *Métodos físico-químicos para análises de alimentos*. 4 ed. São Paulo: IMESP.

Capítulo 3.

**Fruit quality parameters and volatile compounds from 'Palmer'
mangoes with internal breakdown**

Artigo aceito na revista Food Chemistry em 03/04/2022

ISSN: 0308-8146

Fruit quality parameters and volatile compounds from 'Palmer' mangoes with internal breakdown

Fernanda Campos Alencar Oldoni ^{a*}, Camila Florencio ^b, Giovana Brait Bertazzo ^c,
Pamela Aparecida Grizotto ^c, Stanislaw Bogusz Junior ^c, Renato Lajarim Carneiro ^d,
Luiz Alberto Colnago ^b, Marcos David Ferreira ^b

^aDepartment of Food and Nutrition, São Paulo State University “Júlio de Mesquita Filho” (UNESP), Rod. Araraquara Jaú, Km 01 – s/n, 14800-903, Araraquara, SP, Brazil.

^bBrazilian Agricultural Research Corporation (EMBRAPA), Embrapa Instrumentation, XV de Novembro Street, 1452, 13560-970, Sao Carlos, SP, Brazil.

^cSao Carlos Institute of Chemistry (IQSC), University of Sao Paulo (USP), Trab. Sao Carlense Av., 400 – Arnold Schimidt Park, 13566-590, Sao Carlos, SP, Brazil.

^dDepartment of Chemistry, Federal University of Sao Carlos (UFSCar), Rod. Washington Luis, Km 235, 310, 13565-905, Sao Carlos, SP, Brazil.

*Corresponding author: Fernanda Campos Alencar Oldoni. São Paulo State University “Júlio de Mesquita Filho” (UNESP), School of Pharmaceutical Sciences, Rod. Araraquara-Jaú Km 01 - s/n, 14800-903, Araraquara, SP, Brazil. Phone: +55 87 98807-7515. E-mail: fca.oldoni@gmail.com

Authors ORCID

Fernanda Campos Alencar Oldoni <http://orcid.org/0000-0002-1642-9800>

Camila Florencio <https://orcid.org/0000-0001-9573-5824>

Giovana Brait Bertazzo <https://orcid.org/0000-0002-2446-1149>

Pamela Aparecida Grizotto <https://orcid.org/0000-0002-9390-031X>

Stanislaw Bogusz Junior <http://orcid.org/0000-0002-4382-5745>

Renato Lajarim Carneiro <http://orcid.org/0000-0002-6857-2190>

Luiz Alberto Colnago <http://orcid.org/0000-0002-9516-9022>

Marcos David Ferreira <https://orcid.org/0000-0003-4544-8784>

Abstract

The internal breakdown (IB) is a premature and uneven mango pulp ripening physiological disorder that is noticed only when the fruit is sliced for consumption. Thus, there is a demand for analytical methods to detect IB in mangoes to avoid consumer dissatisfaction and reduce postharvest waste. In this work, physicochemical and volatile compounds were determined to evaluate the ability to predict pulp IB. Principal components analysis (PCA) and partial least squares discriminant analysis (PLS-DA) of the data show that color, firmness, and volatiles compounds are important to give some information about the physiological changes caused by IB. The volatile compounds methacrylic acid, ethyl ester, isopentyl ethanoate, limonene oxide, (E)-2-pentenal, tetradecane, and γ -elemene were identified as chemical markers of IB. Therefore, mango physical and chemical characteristics combined with PCA and PLS-DA were successfully employed for the identification of IB in mangoes, showing significant differences between healthy and IB fruits.

Keywords: Mango physiological disorder, volatiles, postharvest quality, chemometrics.

1. Introduction

Mango is a stone fruit from the *Mangifera* genus of Anacardiaceae family. Mango fruits vary in size, shape, peel color, flesh color, taste and aroma, depending on the cultivar (Dar et al., 2016). Mango is an increasingly important fruit in the global market (Mwaurah et al., 2020) with a production around 55.9 million of tones in 2019 (FAO, 2019). The largest producers, in decreasing order are: India, Indonesia, China, Mexico, Pakistan and Brazil (FAO, 2019).

Mangoes can be consumed as fresh fruit or used to make juices, smoothies, ice cream, fruit bars, pies, sweet chili sauce (Fasoli & Righetti, 2013) and widely used in Asian cuisine (Righetti, Esteve, D' Amato, Fasoli, Marina, & García, 2015). In Central America, mango is either eaten as ripe or as immature fruits, mixed with salt, vinegar, black pepper, and hot sauce (Righetti et al., 2015).

From a nutritional point of view, a portion of 100 g of fresh mango (cv. Palmer) gives: 72 kcal; 0.4 g of proteins; 0.2 g of lipids; 19.4 g of carbohydrates; 1.6 g of fibers; 783 ug of retinol equivalents and 65.5 mg of vitamin C (TACO, 2011). Like other fruits, its quality can be affected by biotic or abiotic factors. Among them, all physical and chemical agents stand out, such as: solar radiation, temperature, rainfall, water available, winds, soil (abiotic factors); as well as living organisms, such as pests and diseases present at a given location and which can have an effect on the quality of mangoes (Fraire-Velázquez & Balderas-Hernández, (2013); Harborne, (1999); Pavarini, Pavarini, Niehues, & Lopes, (2012). The fruit quality such as appearance, texture and flavor are important factors for consumer choice. In this respect, the quality and acceptance of mango fruits can be affected by a physiological disorder known as internal breakdown (Oldoni, Bernardo, Oliveira Filho, De Aguiar et al., 2021). This disorder is characterized by a premature and uneven pulp ripening (Raymond, Schaffer, Brecht, & Crane, 1998; Gapper, Mcquinn, & Giovannoni, 2013). There is no agreement about the origin of the internal breakdown (IB), although this disorder has been associated with nutritional problems of the plant due to the management, especially with regard high in nitrogen and low in calcium (Wainwright & Burbage, 1989) and correction of the soil (Schaffer & Andersen, 1997; Vasanthaiah et al., 2006). Collapsed mangoes are often discarded as the disorder still remains unknown to most consumers. The disposal of fruits represents a waste of fruits that

still have high nutritional value, and can be destined for other purposes, thus reducing food waste (Okawa, 2015; Parfitt, Barthel, & Macnaughton, 2010). As an alternative, broken mangoes could serve as raw material for the production of edible films (Oldoni et al., 2021).

Mango pulp IB is difficult to detect externally and is often observed only by the final consumer when the fruit is sliced for consumption. It is possible that some pre- or post-harvest procedures can contribute to cellular collapse of the fruit, causing dark and watery areas on the pulp (Wainwright & Burbage, 1989). Although the causes of IB are still unknown there are several losses related to this disorder in all mango production areas (Krishna, Sharma, & Srivastav, 2020). The presence of IB in mangoes contributes to the problem of food waste since the affected fruits are usually discarded.

Our hypothesis for this research is that mangoes with internal breakdown (IB) and without IB (WIB) may have different physical characteristics and chemical composition. Physical analysis of mango mass, longitudinal and transverse diameters, apparent density, peel color attributes were evaluated by univariate and multivariate methods to detect the problem in intact mangoes. Mangoes firmness and pulp pH, titratable acidity, soluble solids content, and especially volatile organic compounds were determined in IB and WIB mangoes and analyzed using chemometric methods. The results show statistically significant differences between IB and WIB mangoes.

2. Materials and methods

2.1. Samples

Mango fruits (cv. Palmer) were obtained at Companhia de Entrepósitos e Armazéns Gerais de São Paulo (CEAGESP) from a commercial orchard located in the São Francisco River Valley. The fruits were washed, sanitized, dried in the air, and then stored in a cold chamber at 15 °C and 85% of relative humidity (RH) until they reached maturity for fresh consumption according to the aspects of skin color, softening, and aroma (Tharanathan, Yashoda, & Prabha, 2006). Sliced fruits were used to visually determine the presence or absence of pulp IB (Brecht, 2019). Triplicate analysis of 5 fruits with internal breakdown (IB) (Fig 1A) and 5 fruits without internal breakdown (WIB) (Fig 1B) were used in the measurements. It is important to say that symptomatic fruits showed collapse at their most advanced level.

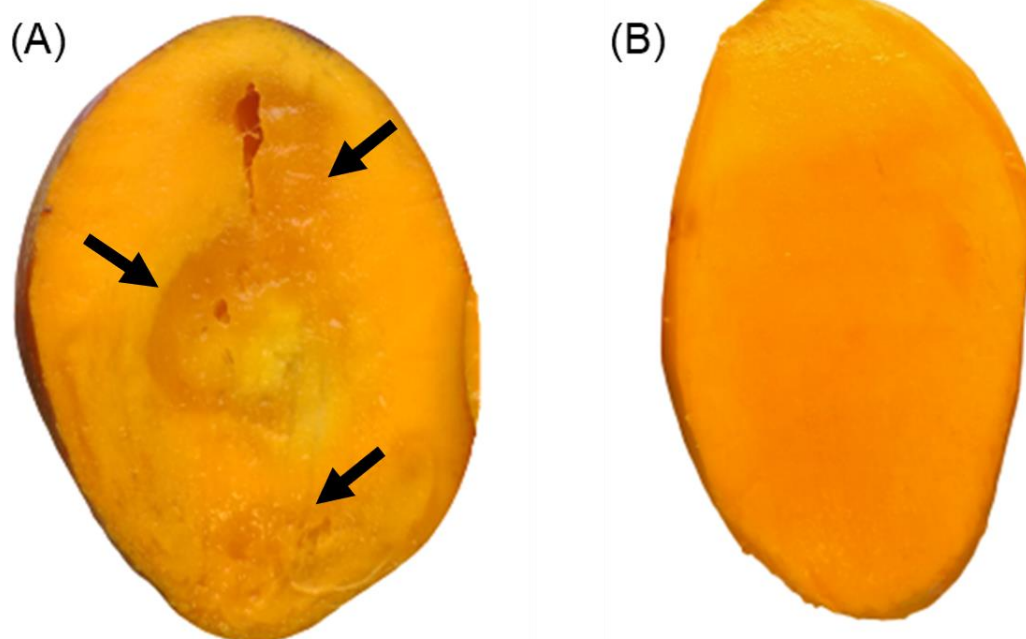


Fig. 1. Pictures of 'Palmer' mangoes pulps with IB (A) and without IB (B). Black arrows indicate the location of the internal breakdown. Photo: Fernanda, C. A. Oldoni (2019).

2.2. Physical-chemical analysis

Mass (g) of fruits was determined by a Bel S2202H semi-analytical balance (7Lab, Rio de Janeiro, Brazil). The longitudinal and transverse diameters (mm), were determined by a digital caliper (Mitutoyo Sul Americana Ltda., Suzano, Brazil). The apparent density (g cm^{-3}) was obtained by immersing the fruit in a beaker with a known volume of distilled water, at a constant temperature of 25 °C, measuring the height of the displaced water column with the aid of a digital caliper (Mitutoyo Sul Americana Ltda.) and calculating the ratio between the mass and the volume of water displaced by the fruit. The fruit firmness (F, in N) was determined with a TA.XT plus Texture Analyzer (Stable Micro Systems Ltd., England, United Kingdom), equipped with a 4 mm diameter stainless steel probe. For the analysis of dry matter (%) approximately 5.0 g of each sample was placed in Petri dishes and kept in an oven at 65 °C for 24 h. The procedure was repeated until reaching constant mass. All these physical analyses were performed in triplicate.

The color of the skin and pulp were determined using the CR 400 colorimeter (Konica Minolta, Osaka, Japan) using the CIELab system (L^* - brightness, a^* - red-green, and b^* - yellow-blue) (Abbott, 1999; Pathare, Opara, & Al-Said, 2013). The calculation of the hue angle (h°) considered the qualitative color attribute was performed using Equation 1 (Shewfelt, Thai, & Davis, 1988; McGuire, 1992). The calculation of the chroma index (C^*) (Pathare et al., 2013; Shewfelt et al., 1988) considered the quantitative attribute of color (Pathare et al., 2013) and was performed using Equation 2.

$$h^\circ = \tan^{-1} (b^*/a^*) \quad \text{Eq. (1)}$$

$$C^* = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2} \quad \text{Eq. (2)}$$

The hydrogen potential (pH) was determined by immersing the electrode of the QX 1500 QUALSTRON equipment (Hexis Científica, Jundiaí, Brazil) in the mango pulp. The titratable acidity (AT, in %) was determined by titration of 10 g of the homogenized pulp extract in 50 mL of distilled water, with 0.1 M NaOH solution (Zenebon, Pascuet, & Tigle, 1985). The total soluble solids content (SS) were quantified in an Atago RX-5000cx bench refractometer (Honcho, Itabashi-ku, Japan) by inserting a 2-3 mL aliquot of the mango pulp into the equipment. The SS/AT or ratio was obtained by the relationship between SS and AT. The physical-chemical parameters were determined in triplicate for each sample and the average data presented with standard deviations.

2.3. Organic Volatile Compounds by Solid-Phase Microextraction (SPME) and gas chromatography and mass spectrometry (GC-MS)

Flesh of 10 mango samples (five IB and five WIB) were used for volatile analysis. The mango pulp samples (50 g) were stored in polyethylene bottles with screw caps and frozen (-20 °C) until the analysis. The mango fruit volatiles were extracted by headspace solid phase micro-extraction (HS-SPME) according to Bogusz, Tavares, Teixeira Filho, Zini, & Godoy, 2012, with minor modifications. Aliquots of the frozen pulp were grounded in a domestic blender and 1 g of the ground material was weighed into 60 mL SPME glass vial with screw cap and PTFE/silicone septa (Supelco - Bellefonte, PA, USA). After weighing the samples, 2 mL of saturated sodium chloride solution were added to the vials. The volatiles were extracted under

the following optimized conditions: equilibration for 15 min, magnetic stirrer at 500 rpm, extraction time for 30 min, and temperature of extraction at 40 °C. The analyses were performed in triplicate.

The GC-MS analyses were performed on a Shimadzu GC-MS 2010 plus (Shimadzu, Kyoto, Japan), using a J & W Scientific (Agilent Technologies, USA) fused silica HP-5MS capillary column (30 m × 0.25 mm i.d. × 0.25 µm). The instrumental parameters used were as follows: injector in splitless mode for 1.0 min at 220 °C; helium at 1.0 mL min⁻¹; oven, 40 °C to 250 °C at 3 °C min⁻¹; interface temperature, 250 °C; electron ionization at 70 eV; quadrupole mass analyzer; and mass range 35–350 m/z.

The Van Den Dool and Kratz linear temperature programmed retention indexes (LTPRI) of the volatile compounds were calculated using a mixture of aliphatic hydrocarbons (C₈–C₂₄) (Supelco, PA, USA) injected under the same conditions as the mango samples (Van Den Dool & Kratz, 1963). The organic volatile compounds were identified by comparing the LTPRI and the mass spectra obtained from the samples with the LTPRI and mass spectra obtained from the literature (NIST 2011), using criteria of at least 85% similarity for the mass spectra and maximum variation of the retention indices of ± 10.

2.4. Statistical analysis

Partial least squares, discriminant analysis (PLS-DA) was used to find volatile compounds whose variability was related to the fruit internal breakdown. The data set was auto scaled to minimize the influence of compounds in high concentrations on the total variance of the data. Through the analysis of the PLS-DA result, those that presented loadings below -0.15 and above +0.15, in the first latent variable, were selected as the most important volatile compounds in the identification of the collapse, since it was responsible for the separation between the groups with the collapse of those without collapse.

After that, a principal component analysis (PCA) was carried out, also with staggering data, with the most important variables selected by the PLS-DA, to verify if these variables could be used as a fingerprint indicative of the collapse.

For the physical-chemical parameters, a PCA was initially performed with all 30 parameters. Observing the separation, the main variables were identified and a new PCA was performed with the selected variables, always using autoscaling. Both PCA and PLS-DA analysis were performed using Matlab 2011A software, using PLS_Toolbox 6.2.

Before the one-way analysis of variance (ANOVA), the equivalence of variances was tested using the Levene test. Welch-ANOVA was applied when the data were not homoscedastic. Pearson's correlation coefficient (r) was used when data were normally distributed (Shapiro-Wilk test). Statistical analyzes of the data were performed using R 3.5.2 (R CORE TEAM, 2018).

3. Results and discussion

3.1. Physical-chemical analysis of 'Palmer' mango

Tables 1, 2 and 3 shows the means, standard deviations and ANOVA p values for the physical-chemical analysis of 'Palmer' mango fruits, with (IB) and without internal breakdown (WB). Table 1 shows the data for mass (M); longitudinal (LD) and transverse (TD) diameters, firmness (F), apparent density (AD) and dry matter (DM) for IB and WB mangoes. Firmness was the only parameter analyzed (Table 1) that shows significant difference ($p \leq 0.05$) between the means of IB and WIB mangoes.

Table 1. Means, standard deviations and ANOVA p -values of the data of mass (M), longitudinal (LD) and transverse (TD) diameters, firmness (F), apparent density (AD) and dry matter (DM) for IB and WIB of 'Palmer' mangoes.

Mangoes	M (g)	LD (mm)	TD (mm)	F (N)	AD (g cm ⁻³)	DM (%)
IB	503.7±8.9	137.17±4.0	88.3±3.6	2.9±1.6	0.9±0.1	17.0±1.9
WIB	508.2±61.4	138.5±7.2	87.1±4.1	5.4±3.0	0.9±0.1	17.4±1.9
p -value	0.876	0.724	0.651	<0.001*	0.601	0.753

*, significant difference ($p \leq 0.05$) by ANOVA and F test.

Mangoes firmness is an important postharvest commercial characteristic and is associated with fruit softness. During the ripening process, the occurrence of structural changes in the cell wall is widely recognized, such as the increase of softness in the fruits due to the enzymatic action (Huber, 1983). Cell walls are composed of cellulose microfibrils embedded in a hydrated matrix of non-cellulosic

polysaccharides and proteins. The three main components of plant cell primary walls are cellulose, hemicellulose, and lignin, which give a high resistance to the plant structure (Cosgrove, (2005); Höfte, Peaucelle & Braybrook, (2012). In addition to these components, the cells walls have pectins (homogalacturonans, ramnogalacturonans I, and II), glycoproteins, among other differentiated components (Johnson, Gidley, Bacic, & Doblin, 2018). When the fruit reaches physiological maturity, the softening process begins, and this is due to the solubilization of pectins with the highest enzyme activity (Batisse, Fils-Lycaon, & Buret, (1994); Fischer & Bennett, (1991).

Therefore, the low firmness mean value in IB fruits (Table 1) can be related to premature or uneven ripening of the pulp by the fruit endogen enzymes. The reduction of cell wall stiffness and the rupture of hydrogen bonds between cellulose, cellulose microfibrils, and xyloglucans may be due to the action of expansive, a group of extracellular proteins with the characteristic property of cell wall loosening that regulate the extension of the cell wall during plant cell growth, disrupting the hydrogen bonds between cellulose microfibrils and xyloglucans (Cosgrove, Li, Cho, Hoffmann-Benning, Moore et al., (2002); Li, Jones, & McQueen-Mason, (2003); Rose, Catala, Gonzalez-Carranza, & Roberts, (2003). They are shown to play an important role along with other cell wall degrading enzymes (Rose & Bennett, 1999), in the fruit softening phenomenon (Rose et al., 2003). Removal of the xyloglucan causes the cellulose microfibrils to collapse, causing them to lose spacing and orientation (Hayashi 1989). Pectin-modifying enzymes also play an important role in controlling cell wall plasticity. These include polygalacturonase, pectin methylesterase, pectate lyase (Ruiz-May & Rose, 2013; Marowa, Ding, & Kong, 2016; Yashoda, Prabha, & Tharanathan, 2007; Goulao, Santos, Souza, & Oliveira, 2007). The more pronounced softening in the tissues of IB fruits indicates that the condition of the more advanced fruit maturation stage influences the expression of the enzyme activity and, consequently, the pectin degradation.

Table 2 shows the means, standard deviations and ANOVA p values of color parameters L*, a*, b*, chroma (C*) e angle hue (°h) for the peels and pulps of IB and WB mangoes. The means of a* was the only peels parameter (Table 2) that shows significant difference ($p \leq 0.05$) between IB and WIB mangoes. This result indicates

that the fruits with collapse showed an increase in the red hue in the peel. The peel color is one of the main indicators of fruit quality, as well as consumer acceptance (Saranwong, Sornsrivichai, & Kawano, 2004; Vásquez-Caicedo, Sruamsiri, Carle, & Neidhart, 2005). In mango, the color of the peel, in addition to providing important elements for the recognition of the point of harvest, changes in color at the beginning of maturation. During fruit development, the color of the peel has an olive green tone, the predominant color in most varieties, later, with maturation, the green is replaced by a lighter tone, predominating a more yellowish color (Jha, Kingsly & Chopra, 2006). The change in the pigmentation of the peel is due to the chlorophyll degradation and the pigments appearance, such as carotenoids and flavonoids (Ntsoane, Luca, Zude-Sasse, Sivakumar, & Mahajan, 2019). Regarding the colorimetric parameters of the peel, there was a significant difference ($p \leq 0.05$) for the attribute a^* , setting a higher value (25.7) in fruits that contained the physiological disorder (Table 2). For the other color coordinates of the peel, there was no significant difference.

Table 2. Means, standard deviations and Welch ANOVA p-values of color parameters L^* , a^* , b^* , chroma (C^*) e angle hue ($^{\circ}h$) of peel and pulp of IB and WIB mangoes.

Mangoes	L^*	a^*	b^*	C^*	$^{\circ}h$
Peel					
IB	39.9±3.8	25.7±3.5	25.3±4.9	38.0±3.1	41.8±6.9
WB	41.0±5.9	14.9±9.3	24.5±10.1	30.8±11.1	56.1±15.0
<i>p</i> -value	0.724	0.040*	0.875	0.222	0.088
Pulp					
IB	63.4±2.3	15.9±1.1	68.3±2.5	70.2±2.4	76.8±0.9
WB	68.5±1.9	12.4±2.5	73.0±3.0	74.1±2.9	80.3±2.1
<i>p</i> -value	<0.01*	0.029*	0.028*	0.049*	<0.01*

*, significant difference ($p \leq 0.05$) by ANOVA and F test.

The mean values of all pulp color parameters showed a significant difference ($p \leq 0.05$) between IB and WIB fruits (Table 2). The mean of L^* values IB pulps was smaller (63.4) than the values of WIB pulp fruits (68.5) with $p \leq 0.05$. This reduction in L^* may be associated with an increase in carotenoids content (Ornelas-Paz, Yahia, & Gardea, 2008). The L^* decrease was also observed in mangoes cv. Keitt at different stages of maturation (Ibarra-Garza, Ramos-Parra, Hernández-Brenes, & Jacobo-Velázquez, 2015).

The means of a^* coordinate parameter for the pulps of IB fruits showed a higher value (15.9) when compared to WIB fruits (12.4), with $p \leq 0.05$. The higher a^* value related to more intense red color shows a possible increase in the metabolism of the fruits and, consequently, an increase in their ripening, since it suggests the degradation of chlorophylls and synthesis of carotenoids and flavonoids (Ntsoane et al., 2019).

The means values of b^* , C^* B pulps were significantly different ($p \leq 0.05$). The pulps of WIB fruits showed higher b^* and C^* values than in IB fruits, indicating higher intensity of the yellow color, showing a greater color saturation when perceptible to the human eye (Pathare et al., 2013; Shewfelt et al., 1988). The lower means of h^* (76.8) value for the pulp of IB than WIB (80.3) fruits pulp color changes from green to yellow during ripening, indicating again this characteristic resulting from the degradation of chlorophyll, associated with the synthesis of yellow and red pigments in the flesh (Nordey, Joas, Davrieux, Génard, & Léchaudel, 2014). Red, yellow and orange carotenoids pigments are synthesized and accumulated during fruit development and have a significant increase in the final stages of maturation (Zerbini et al., 2015; Ma, Zheng, Ma, Xu, Wu, & Wang, 2018) once more indicating more advance ripening process in IB mangoes.

Table 3 shows the means, standard deviations and Welch ANOVA p values of soluble solids content (SS), hydrogen potential (pH), titratable acidity (TA) and SS/TA ratio of pulps of IB and WIB mangoes. The means of the IB and WIB solid soluble content (SS) values were the only parameter without statistical significance. The pulps of IB mangoes show higher pH and lower TA values than WIB mangoes ($p \leq 0.05$) indicating a higher consumption of organic acids in IB mangoes. The organic acids can be converted in CO_2 and H_2O in the respiratory process during the ripening, as well as conversion into sugars by gluconeogenesis (Eskin, Hoehn, & Shahidi, 2013). They are also involved in the biosynthesis of aromatic amino acids and volatiles, which further influences to fruit taste (Chen et al., 2012), which were also observed by Oliveira et al. (2017) in passion fruit at different stages of ripeness. Organic acids are considered one of the most important indices to determine the taste and quality of fruits (Cohen et al., 2014).

Table 3. Means, standard deviations and Welch ANOVA p values of soluble solids content (SS), hydrogen potential (pH), titratable acidity (TA) and SS/TA ratio of pulps of IB and WIB mangoes.

Mangoes	SS (°Brix)	pH	TA (%)	SS/TA
IB	16.4±1.4	5.54±0.3	0.11±0.02	153.4±16.0
WB	17.5±2.1	4.82±0.3	0.17±0.04	100.8±28.1
<i>p</i> -value	0.11	<0.001*	<0.05*	<0.001*

*, significant difference ($p \leq 0.05$) by ANOVA and F test.

The means SS/TA ratio were higher in IB than WIB pulps ($p \leq 0.05$) indicating that the IB mangoes have a more advanced maturation stage. The SS/TA ratio is an important parameter of fruit quality and is commonly used to determine the palatability and ripeness of the fruits (Oldoni, Lima, Cavalcante, De Sousa, Carneiro, & De Carvalho, 2018). Although there was no statistical difference for soluble solids in mangoes without and with internal breakdown, a statistical difference was observed between the SS/TA ratio ($p \leq 0.05$). This parameter can be used as a reference for the maturity index indicating that the collapsed mangoes present a more advanced stage of maturation.

3.2. Mango volatiles compounds analysis

The GC-MS analyzes of volatile compounds (Table 4) of IB and WIB mangoes cv Palmer identified 108 volatile compounds distributed in different chemical classes: alkanes (2), halides (1), alcohols (7), aldehydes (14), ketones (3), esters (9), monoterpenes (29), sesquiterpenes (16), and unidentified compounds (27). Some of these compounds, like 3-carene, limonene; terpinolene; α -felandrene, β -myrcene; 2-hexenal (E) and 3-hexen-1-ol (Z) have already been reported by other studies as predominant volatiles in different mango varieties (Pino, Mesa, Munoz, Marti, & Marbot, 2005; Lebrun, Plotto, Goodner, Ducamp, & Baldwin, 2008; Thiruchelvam, Landahl, & Terry, 2020).

Table 4. Volatile compounds identified by GC-MS analyzes of mangoes cv Palmer with (IB) and without internal breakdown (WIB).

Compounds	IB	WIB	Sig
<i>Alkanes</i>			

tetradecane	ND	0.01 ± 0.00	
heptadecane	0.16 ± 0.24	0.06 ± 0.03	ns
<i>Halides</i>			
Pentane, 1-chloro-	1.06 ± 1.85	0.78 ± 0.40	ns
<i>Alcohols</i>			
1-penten-3-ol	2.67 ± 1.43	10.74 ± 17.73	ns
isopentyl alcohol	2.18 ± 2.91	1.60 ± 0.87	ns
1-butanol, 2-methyl-	2.67 ± 2.47	0.97 ± 0.87	*
(Z)-3-hexen-1-ol	37.08 ± 18.50	40.03 ± 19.84	ns
1-hexanol	2.91 ± 3.43	2.29 ± 2.23	ns
1-pentanol	1.04 ± 1.01	1.80 ± 0.79	*
(Z)-2-penten-1-ol	1.55 ± 3.27	9.03 ± 1.62	*
<i>Aldehydes</i>			
isopentanal	1.97 ± 3.04	0.31 ± 0.22	*
butanal, 2-methyl-	5.78 ± 4.57	1.22 ± 0.87	*
(E)-2-pentenal	ND	0.16 ± 0.03	
(E)-3-hexenal	2.99 ± 3.15	2.63 ± 1.73	ns
hexanal	15.45 ± 10.52	10.16 ± 3.68	ns
(E)-2-hexenal	42.95 ± 35.80	17.41 ± 15.23	*
heptanal	2.90 ± 2.11	3.14 ± 0.75	ns
(Z)-2-heptenal	3.40 ± 3.59	1.93 ± 1.50	ns
nonanal	4.95 ± 2.04	6.54 ± 1.98	*
(E, Z)-2,6-nonadienal	20.35 ± 9.81	16.38 ± 9.50	ns
(E)-2-nonenal	2.04 ± 0.24	ND	
decanal	0.97 ± 2.63	6.63 ± 3.10	*
undecanal	0.19 ± 0.09	0.24 ± 0.19	ns
hexadecanal	0.28 ± 0.20	0.12 ± 0.07	*
<i>Ketones</i>			
1-penten-3-one	8.79 ± 8.76	15.93 ± 6.22	*
2-heptanone, 4-methyl-	ND	0.01 ± 0.00	
sulcatone	1.96 ± 1.60	2.43 ± 1.04	ns
<i>Esters</i>			
methyl methacrylate	12.02 ± 12.28	0.31 ± 0.65	*
ethyl butanoate	0.21 ± 0.12	ND	
methacrylic acid, ethyl ester	24.94 ± 17.59	0.61 ± 0.70	*

ethyl crotonate	0.22 ± 0.11	ND	
isopentyl ethanoate	2.10 ± 3.22	0.16 ± 0.09	*
butanoic acid, 2-butyl ester	0.01 ± 0.00	ND	
methyl caprylate	0.03 ± 0.02	ND	
(E)-3-hexenyl valerate	0.06 ± 0.06	0.08 ± 0.17	ns
2-ethyl-3-hydroxyhexyl 2-methylpropanoate	0.52 ± 0.48	0.46 ± 0.82	ns

Monoterpenes

α -thujene	0.25 ± 0.13	0.18 ± 0.11	ns
α -pinene	12.21 ± 5.58	11.10 ± 5.15	ns
camphene	2.62 ± 1.33	2.11 ± 1.59	ns
β -pinene	1.12 ± 0.57	1.22 ± 0.38	ns
β -myrcene	60.05 ± 37.44	49.38 ± 38.75	ns
2-carene	3.55 ± 1.85	3.80 ± 1.80	ns
α -felandrene	11.62 ± 11.05	7.29 ± 6.13	ns
3-carene	368.33 ± 155.55	338.11 ± 152.92	ns
α -terpinene	18.26 ± 10.41	14.51 ± 9.53	ns
p-cymene	20.77 ± 11.06	18.96 ± 11.00	ns
sylvestrene	8.73 ± 4.77	8.18 ± 5.26	ns
limonene	60.20 ± 31.19	56.67 ± 32.88	ns
(Z)- β -ocimene	1.04 ± 0.69	0.96 ± 0.82	ns
(E)- β -ocimene	4.21 ± 2.84	3.34 ± 2.67	ns
p-cymenene	0.63 ± 0.34	0.50 ± 0.25	ns
terpinolene	81.79 ± 46.66	71.39 ± 45.68	ns
linalool	0.79 ± 0.37	0.71 ± 0.44	ns
1,3,8-p-menthatriene	0.87 ± 0.50	0.67 ± 0.44	ns
(Z)-allo-ocimene	0.38 ± 0.30	0.31 ± 0.32	ns
(Z)-p-menth-2,8-dien-1-ol	3.87 ± 1.96	2.95 ± 1.47	ns
limonene oxide	0.28 ± 0.16	0.13 ± 0.13	*
p-cymenol	0.37 ± 0.41	0.27 ± 0.58	ns
dihydrocarvone	0.67 ± 0.63	0.33 ± 0.21	ns
β -cyclocitral	0.34 ± 0.22	0.39 ± 0.12	ns
β -citral	0.19 ± 0.26	0.07 ± 0.15	ns
eucarvone	6.15 ± 6.00	2.29 ± 2.64	*
(E)-nerol	4.52 ± 8.16	7.00 ± 5.87	ns
geranial	0.45 ± 0.71	0.61 ± 0.61	ns
geranyl butanoate	ND	0.05 ± 0.04	

Sesquiterpenes

α -cubebene	0.01 ± 0.02	0.01 ± 0.03	ns
α -copaene	0.95 ± 0.48	0.75 ± 0.82	ns
β -elemene	0.01 ± 0.03	0.05 ± 0.12	ns
caryophyllene	0.19 ± 0.10	0.20 ± 0.27	ns
α -gurjunene	1.62 ± 0.71	2.46 ± 2.59	ns
(E)- β -caryophyllene	15.05 ± 6.05	14.24 ± 12.75	ns
aromadendrene	0.53 ± 0.23	0.54 ± 0.69	ns
γ -elemene	0.01 ± 0.01	ND	
humulene	10.00 ± 4.07	9.37 ± 8.05	ns
γ -gurjunene	ND	0.03 ± 0.00	
β -chamigrene	0.20 ± 0.10	0.28 ± 0.54	ns
β -selinene	4.66 ± 1.80	5.72 ± 5.98	ns
valencene	0.35 ± 0.15	0.47 ± 0.62	ns
α -selinene	0.87 ± 0.42	1.40 ± 1.87	ns
delta-cadinene	0.02 ± 0.03	0.05 ± 0.11	ns
α -panasinsene	0.14 ± 0.07	0.16 ± 0.29	ns
Unidentifieds			
39-41-55-77-83-94-100	ND	0.18 ± 0.02	
39-41-42-55-68-69-104	7.17 ± 7.66	10.76 ± 2.49	ns
41-43-57-67-81-109-121	0.30 ± 0.14	0.30 ± 0.26	ns
41-55-69-81-109-137	1.16 ± 0.97	0.56 ± 0.37	*
71-55-67-79-95-123	2.10 ± 1.90	1.03 ± 0.92	ns
79-93-107-121-136	0.91 ± 0.61	0.72 ± 0.47	ns
41-79-91-105-121-136-	0.52 ± 0.35	0.43 ± 0.41	ns
41-43-57-69-82-95-123	0.48 ± 0.29	0.82 ± 0.49	*
39-41-55-67-69-82-112	1.25 ± 0.42	ND	
77-79-91-107-135-150	0.27 ± 0.21	0.14 ± 0.05	*
39-41-55-67-69-82	0.57 ± 0.79	0.98 ± 0.98	ns
39-41-55-67-69-83-132-125	0.92 ± 1.43	0.17 ± 0.23	ns
41-57-70-81-95-123	0.04 ± 0.05	0.08 ± 0.17	ns
43-57-71-85-113-150	0.02 ± 0.04	0.04 ± 0.08	ns
41-55-67-82-83-101	1.06 ± 1.19	0.68 ± 0.43	ns
41-43-56-71-89-159	0.05 ± 0.07	0.05 ± 0.11	ns
43-56-71-83-89-98-143	0.15 ± 0.35	0.22 ± 0.46	ns
41-43-55-69-83-97	0.06 ± 0.02	ND	
41-55-67-81-93-107-189	0.08 ± 0.03	0.05 ± 0.12	ns
41-79-91-93-105-161	0.02 ± 0.04	0.06 ± 0.14	ns
41-79-91-105-119-133	0.42 ± 0.18	0.46 ± 0.58	ns

41-57-71-91-105-119-161	0.29 ± 0.10	0.19 ± 0.39	ns
41-55-79-91-105-121-133	0.53 ± 0.22	0.70 ± 0.88	ns
41-81-91-105-119-161	0.17 ± 0.12	0.28 ± 0.39	ns
41-54-55-67-68-81-95	0.08 ± 0.01	ND	
91-105-119-133-161-204	ND	0.01 ± 0.00	
43-57-71-84-113	0.06 ± 0.03	0.06 ± 0.15	ns

Sig = statistical significance, ns = not significant, *, significant difference by the ANOVA and F test ($p \leq 0.05$) and ND = not detected. Results of peak area divided by 10^6 . The peak area results are presented as the mean of triplicate experiments.

An important result is that nine volatile compounds were found only in the group of mangos with IB, which are (E)-2-nonenal; ethyl butanoate; ethyl crotonate; butanoic acid-2-butyl ester; methyl caprylate; γ -elemene; and three unidentified compounds (41-55-69-81-109-137 and 77-79-91-107-135-150). The (E)-2-nonenal (aldehyde) was the most abundant volatile compound present only in IB mangoes. One study carried out the volatiles characterization of five mango cultivars originating in China and identified the compound (E)-2-nonenal in only one of the cultivars (Liu et al., 2020). Another study carried out on fresh and processed fruits identified the presence of the volatile compound (E)-2-nonenal at higher levels in fresh fruits than in dry fruits (Bonneau et al., 2018).

Another volatile compound identified in the present work is the ester compound ethyl butanoate which is considered responsible for the mango flavor (Lopes, Fraga, & Rezende, 1999). Some volatiles were found only in the group of WIB mangoes, which were tetradecane; (E)-2-pentenal; 4-methyl-2-heptanone; geranyl butanoate and γ -gurjunene compounds.

It is important to highlight that the ester methyl methacrylate, and the methacrylic acid, ethyl ester, and isopentyl ethanoate were found with more intense chromatogram peak areas just in the IB fruits (significant difference $p \leq 0.05$).

Three alcoholic compounds were found with areas of intense peaks in the chromatogram, with emphasis on the compound 1-butanol, 2-methyl, which was present in higher concentration in the IB fruits ($p \leq 0.05$). On the other hand, 1-pentanol and (Z)-2-penten-1-ol were found with intense chromatogram peak area in WIB fruits, statistically differing ($p \leq 0.05$) from those fruits with IB. During the ripening process,

fruit metabolism converts some fatty acids into esters, ketones and alcohols (Defilippi, Manríquez, Luengwilai, & González-Agüero, 2009).

In the IB mangoes aldehyde volatile compounds like isopentanal, butanal, 2-methyl-, hexadecanal and specially (E)-2-hexenal were found with intense chromatogram peak areas. According to the literature, the presence of aldehydes occurs in significant amounts in the mango seed (Oliver-Simancas, Muñoz, Díaz-Maroto, Pérez-Coello, & Alañón, 2020). In addition, some research attributed a tendency in the increase of aldehydes in ripe fruits, (Beaulieu & Lea, 2003; Bartley & Schwede, 1987; Gholap, 1975; MacLeod & Snyder, 1985).

The presence of the volatile compound butanal, 2-methyl-, formed by branched-chain amino acids and known to have a pungent fruit aroma, increased with maturation (Narain, Galvão & Madruga, 2007) in symptomatic fruits. Regarding the biochemical formation of (E)-2-hexenal, Liu et al, (2020) report the pathway via auto-oxidation of linolenic acid. The high intensity of the compound imparts a green aroma, increasing the perception of bitter taste in fruits with IB (Caporale, Policastro & Monteleone, 2004). Besides that, these aldehydes are recognized as potent and important contributors to the flavor of fresh mango pulp, found in different varieties of mangoes (Zhang, Dong, Lao, Liu, Liao, & Wu, 2019). Nonanal and decanal aldehydes, found in different mango varieties (Pino & Mesa, 2006) and described with floral and sweet aromas, were found with greater peak area in WIB fruits, differing statistically ($p \leq 0.05$) from fruits with IB.

On the other hand, the ketone 1-penten-3-one was found with intense chromatogram peak area in asymptomatic fruits ($p \leq 0.05$). There are several routes for the formation of ketones, and their precursors may be fatty acids, amino acids, as well as sugars (Campo, Ferreira, Escudero, Marqués, & Cacho, 2006; Câmara, Marques, Alves, & Ferreira, 2004). The 1-penten-3-one has been identified in previous studies with mango fruits and the aroma of this ketone has been described as mushroom, this compound is also among the most important contributors of mango aroma (Liu et al., 2020).

The class of volatile esters was one of the main compounds identified in the study between IB and WIB mangoes. The perception of sweet and fruity odors is assigned to the chemical class of the esters (Rita, Zanda, Daina, & Dalija, 2011).

Esters, representative of fruity aromatic volatiles, typical in ripe fruits, are produced through the esterification of acyl-CoAs and alcohols during the lipoxygenase (LOX) pathway (Chen, Quek, Fedrizzi, & Kilmartina, 2020; Defilippi et al., 2009).

Three ester compounds (methacrylic acid, ethyl ester, methyl methacrylate, and isopentyl ethanoate) with intense chromatogram peak areas were identified in IB fruits. The formation of esters occurs through the action of alcohol acyltransferase (AAT) enzymes and the fermentative metabolism that can be potentiated in the fruit through stress factors, such as intrinsic factors (maturation, senescence), biotic (microbial growth) and extrinsic factors (temperature, in addition to of hypoxic conditions) (White, Blake, Taylor, & Monks, 2016; Caleb et al., 2013). Furthermore, the greater release of esters in IB fruits indicates a more accelerated ripening of the fruits, since the synthesis of these compounds is increase during ripening as shown in studies with Shelly' and 'Delta R2E2' mango fruits (Ntsoane et al., 2019; Lalel, Singh, & Tan, 2005).

Terpenes are considered one of the largest classes of plant secondary metabolites. These compounds have defense functions against pathogens and herbivores, in addition to protection against environmental stress (Goyal, Lambert, Cluzet, Merillon, & Ramawat, 2012; Huang et al., 2010; Tholl, 2006). The monoterpenes (10 carbons) and sesquiterpenes (15 carbons) volatilize easily at room temperature and contribute with floral aromas to essential oils, vegetables, and fruits (Dudareva & Pichersky, 2008). Monoterpenes are the primary compounds that contribute to mango taste (Pino & Mesa, 2006).

The monoterpenes IB fruits with high chromatogram peak areas was eucarvone, ($p \leq 0.05$). In a study conducted in three locations (with geographic variation), it was possible to detect greater amounts of total and individual monoterpenes in mature Alphonso fruits compared to the other stages (Kulkarni, Chidley, Pujari, Giri, & Gupta, 2012).

3.3. Chemometric analysis of physical and chemical and volatiles mango fruit quality parameters

The determination of the physical-chemical parameters is essential to monitor the ripening process of the fruits, and when related to analyzes such as GC-MS, they

become even more interesting for the investigation of disorders such as the internal breakdown that affects mango fruits.

The discriminant analysis by PLS-DA was performed using all physical and chemical data and the 108 volatile compounds and with the fruits classified into mangoes IB and WIB. Fig 2 shows the score plot of the first two latent variables explained that explain 27.22% of the total variance and mangos with IB and without IB have scores > 0 and scores < 0 , respectively. It is important to notice that the focus of the PLS-DA is not used to maximize the explanation of the variance in each component (as in principal component analysis-PCA), but rather to maximize the explanation of the variance that is correlated with the separation of assigned groups.

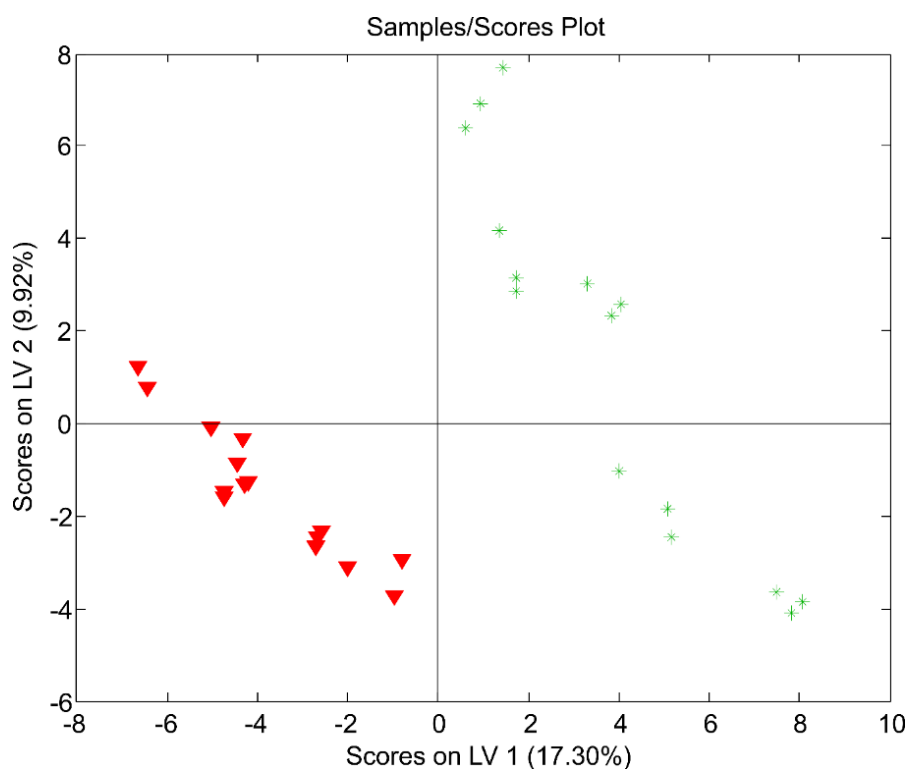


Fig. 2. Partial least square-discrimination analysis (PLS-DA) score plot of IB (*) and WIB (▼) mangoes samples, obtained with all physical and chemical data and with the 108 volatiles compounds.

With the verification of the separation of the two groups by the first latent variable in the PLS-DA, an analysis of the loadings was carried out in order to select the most important volatiles (variables) in the separation of fruits with and without IB, as shown in Fig 2. Regarding the physical-chemical data, there were a total of 30 variables. The analysis of these data was performed through PCA, which directly

indicated the possibility of separation between groups in the first main component. This first PCA was used to identify the most important variables for the separation of the two groups using only the physical-chemical data. Of the initial 30 variables, 13 were identified as most responsible for the separation between groups, from 1 to 13 respectively: pH, titratable acidity (TA), ratio (SS/TA), firmness, a^* , and C^* (peel) and L^* , a^* , b^* , C^* , $^{\circ}h$, $dp\ a^*$ and $dp\ ^{\circ}h$ (pulp).

Fig 3 shows the score (A) and loading (B) plots of the PCA for the selected variables from the physical-chemical data. Fig 3A shows a reasonable separation between the two classes in PC1. The fruits IB and WIB were in negative and positive score values of PC1, with the exception of a non-collapsed healthy sample. The loadings (Fig 3B) show that the most important variables in the mangoes WIB are AT (%), firmness, mean L^* and b^* of the peel, mean C^* and $^{\circ}h$ of the pulp. In IB mangoes, the most important variables were pH, ratio (SS/AT), mean a^* and C^* of the peel, mean a^* , $dp\ a^*$ and $dp\ ^{\circ}h$ of the pulp.

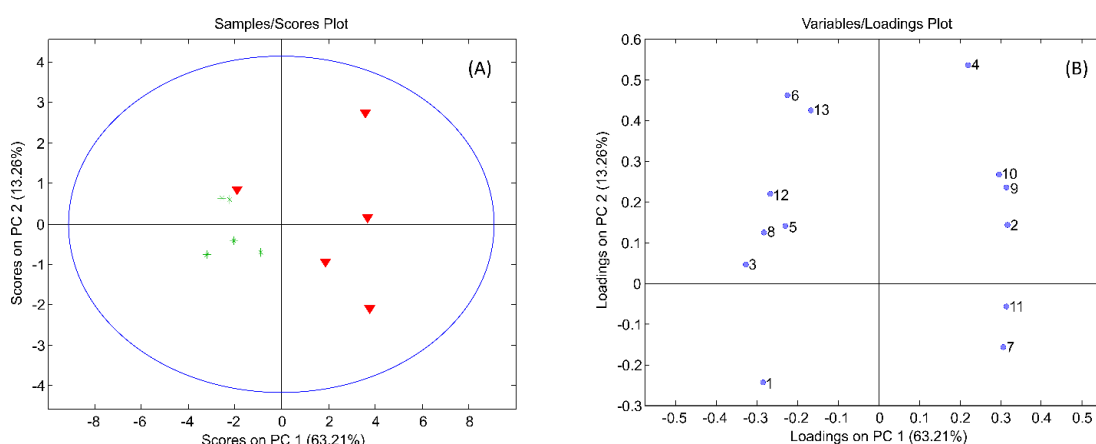


Fig. 3. Principal component analysis (PCA) of the most important physical-chemical parameters of IB and WIB. Fig. 3A shows the PCA scores plot where IB (*) and WIB (▼) mangoes. Fig. 4B shows a PCA loading plot where, 1: pH; 2: titratable acidity (TA); 3: ratio (SS/TA); 4: firmness; 5: a^* (peel); 6: C^* (peel); 7: L^* (pulp); 8: a^* (pulp); 9: b^* (pulp); 10: C^* (pulp); 11: $^{\circ}h$ (pulp); 12: $dp\ a^*$ (pulp) and 13: $dp\ ^{\circ}h$ (pulp).

Eleven volatile compounds were selected as potential candidates for IB markers i.e. (E)-2-pentenal, (Z)-2-penten-1-ol, methacrylic acid, ethyl ester, isopentyl ethanoate, limonene oxide, (E)-2-nonenal, decanal, tetradecane, γ -elemene and two unidentifieds pics (39-41-55-77-83-94-100 and 39-41-55-67-69-82-112). In order to verify the possibility of creating a model to predict IB mango, a new PLS-DA was

carried using the 11 selected variables. The model classified all samples in their respective groups using cross-validation, with a determination coefficient equal 0.969 for calibration and 0.769 for cross-validation. Such result indicates that it is possible to create a model to predict mangoes with IB using these 11 volatiles.

A PCA analysis was performed with these variables to verify whether these 11 selected volatiles compounds could generate a fingerprint in relation to the IB. Fig 4 presents the scores and loadings plots of the PCA analysis, with the separation between the two classes clearly occurring in PC1. Fruits IB and WIB are in the positive and negative values of PC1 (Fig 4A), respectively. Fig. 4B shows that the mangoes WIB, in negative side of PC1 have high concentration of compounds 1, 2, 3, 9 and 10, which correspond to compounds 39-41-55-77 -83-94-100, (E)-2-pentenal, (Z)-2-penten-1-ol, decanal and tetradecane, respectively. On the positive side of PC1 (Fig 4B) are the mangoes IB, which have a higher concentration of volatiles compounds 4, 5, 6, 7, 8 and 11, which correspond to the compounds methacrylic acid, ethyl ester, isopentyl ethanoate, limonene oxide, (E)-2-nonenal, 39-41-55-67-69-82-112 and γ -elemene, respectively.

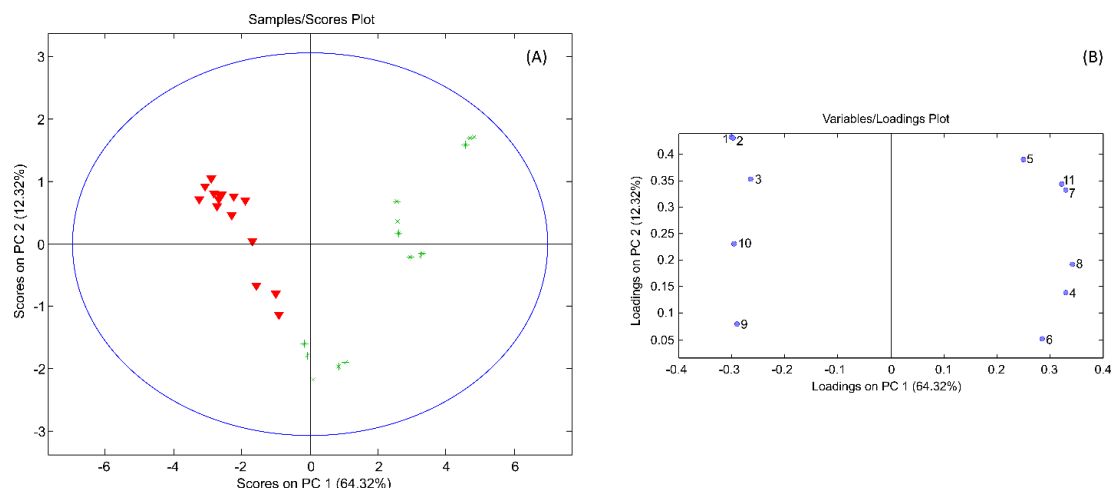


Fig.4. Principal component analysis (PCA) or the differentiation between mangoes with and without IB from the 11 most important volatile compounds. Fig. 4A scores plot PCA where * mangoes with IB ▼ and WIB mangoes. Fig. 4B loading plot PC1 where, 1: 39-41-55-77 -83-94-100; 2: (E)-2-pentenal; 3: (Z)-2-penten-1-ol; 4: methacrylic acid, ethyl ester; 5: isopentyl ethanoate; 6: limonene oxide; 7: (E)-2-nonenal; 8: 39-41-55-67-69-82-112; 9: decanal; 10: tetradecane and 11: γ -elemene.

4. Conclusions

The chemometric evaluation was adequate to identify the physical-chemical parameters and the most important volatile compounds in the differentiation of fruits with and without IB. The fruits IB have an increase in the color index (a^* of the peel and pulp), softening of the pulp, enhancement of the flavor (pH and SS/TA). Quantitative differences in volatile compounds were observed for both IB and WIB mangoes. The compounds methacrylic acid, ethyl ester, isopentyl ethanoate, limonene oxide, (E)-pentenal, unidentified (39-41-55-67-69-82-112), tetradecane and γ -elemene are indicative of markers of IB fruits and (Z)-2-penten-1-ol, (E)-2-nonenal, decanal and the unidentified (39-41-55-77-83-94-100), are indicative markers for WIB fruits.

The results revealed that the detection of volatile compounds can be used for future separations between IB and WIB mangoes in the postharvest, however, more studies are needed to understand how the expression of volatile compounds is associated with mangoes with the presence of this physiological disorder. The volatile compounds identified in sliced mangoes were initially evaluated for a better understanding of the physiological point of view between the mango groups with and without collapse. It is believed that these results may assist future studies regarding the refinement of the methodology for the identification of different volatiles in intact mango fruits.

5. Acknowledgments

The authors are grateful to Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel (CAPES, Brazil - Finance Code 001), and FAPESP (grant n: 2019/13656-8 and 2019/05159-4) for the financial support.

6. References

- Abbott, J. A. Quality measurement of fruits and vegetables (1999). *Postharvest Biology and Technology*, 15, 207–225. [https://doi.org/10.1016/S0925-5214\(98\)00086-6](https://doi.org/10.1016/S0925-5214(98)00086-6)
- Bartley, J. P., & Schwede, A. (1987). Volatile Flavor Components in the Headspace of the Australian or “Bowen” Mango. *Journal of Food Science*, 52(2), 353–355. <https://doi.org/doi:10.1111/j.1365-2621.1987.tb06611.x>.
- Batisse, C., Fils-Lycaon, B., & Buret, M. (1994). Pectin changes in ripening cherry fruit. *Journal of Food Science*, 59(2), 389-393. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1994.tb06974.x>
- Beaulieu, J. C., & Lea, J. M. (2003). Volatile and quality changes in fresh-cut mangos prepared from firm-ripe and soft-ripe fruit, stored in clamshell containers and passive MAP. *Postharvest Biology and Technology*, 30(1), 15–28. [https://doi.org/10.1016/s0925-5214\(03\)00081-4](https://doi.org/10.1016/s0925-5214(03)00081-4)
- Bogusz, S. J., Tavares, A. M., Teixeira Filho, J., Zini, C. A., & Godoy, H. T. (2012). Analysis of the volatile compounds of Brazilian chilli peppers (*Capsicum* spp.) at two stages of maturity by solid phase micro-extraction and gas chromatography-mass spectrometry. *Food Research International*, 48(1), 98-107. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.02.005>
- Bonneau, A., Boulanger, R., Lebrun, M, Maraval, I., Valette, J., Guichard, É., & Gunata, Z. (2018). Impact of fruit texture on the release and perception of aroma compounds during in vivo consumption using fresh and processed mango fruits. *Food Chemistry*, 239, 806-815. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.07.017>
- Brecht, J. K. (2019). Mango. In: S. T. de Freitas & S. Pareek (Eds.), *Postharvest Physiological Disorders in Fruit and Vegetables* (pp 443-466). Boca Raton: CRC Press.

Caleb, O. J., Opara, U. L., Mahajan, P. V., Manley, M., Mokwena, L., & Tredoux, A. G. J. (2013). Effect of modified atmosphere packaging and storage temperature on volatile composition and postharvest life of minimally-processed pomegranate arils (cvs. “Acco” and “Herskawitz”). *Postharvest Biology and Technology*, 79, 54–61. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2013.01.006>.

Câmara, J. S., Marques, J. C., Alves, M. A., & Ferreira, A. C. S. (2004). 3-Hydroxy-4,5- dimethyl-2(5H)-furanone levels in fortified Madeira wines: relationship to sugar content. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52, 6765–6769. <https://doi.org/10.1021/jf049547d>.

Campo, E., Ferreira, V., Escudero, A., Marqués, J. C., & Cacho, J. (2006). Quantitative gas chromatography–olfactometry and chemical quantitative study of the aroma of four Madeira wines. *Analytica Chimica Acta*, 563, 180–187. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2005.10.035>

Chen, M., Jiang, Q., Yin, X. R., Lin, Q., Chen, J. Y., Allan, A. C., Xu, C. J., & Chen, K. S. (2012). Effect of hot air treatment on organic acid- and sugar-metabolism in Ponkan (*Citrus reticulata*) fruit. *Scientia Horticulturae*, 12, 118-125. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2012.09.011>

Chen, X., Quek, S. Y., Fedrizzi, B., & Kilmartina, P. A. (2020). Characterization of free and glycosidically bound volatile compounds from tamarillo (*Solanum betaceum* Cav.) with considerations on hydrolysis strategies and incubation time. *LWT - Food Science and Technology*, 124. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109178>

Cohen, S., Itkin, M., Yeselson, Y., Tzuri, G., Portnoy, V., Harel-Baja, R., ..., & Schaffer, A. A. (2014). The *PH* gene determines fruit acidity and contributes to the evolution of sweet melons. *Nature Communications*, 5, 1-9. <https://doi.org/10.1038/ncomms5026>

Caporale, G., Policastro, S., & Monteleone, E. (2004). Bitterness enhancement induced by cut grass odorant (cis-3-hexen-1-ol) in a model olive oil. *Food Quality and Preference*, 15(3), 219–227. [https://doi.org/10.1016/s0950-3293\(03\)00061-2](https://doi.org/10.1016/s0950-3293(03)00061-2)

Cosgrove, D. J., Li, L. C., Cho, H. T., Hoffmann-Benning, S., Moore, R. C., & Blecker, D. (2002). The growing world of expansins. *Plant Cell Physiology*, 43, 1436–1444. <https://doi.org/10.1093/pcp/pcf180>

Cosgrove, D. J. (2005). Growth of the plant cell wall. *Nature Reviews Molecular Cell Biology*, 6(11), 850–861. <https://doi.org/10.1038/nrm1746>

Dar, M. S., Oak, P., Chidley, H., Deshpande, A., Giri, A., & Gupta, V. (2016). Nutrient and Flavor Content of Mango (*Mangifera indica* L.) Cultivars: An Appurtenance to the List of Staple Foods. In M. S. J. Simmonds, & V. R. Preedy (Eds.), *Nutrition Composition of Fruit Cultivars* (pp. 445–467). London: Academic Press. <https://doi.org/10.1016/C2012-0-06575-1>

Defilippi, B. G., Manríquez, D., Luengwilai, K., & González-Agüero, M. (2009). Aroma volatiles: biosynthesis and mechanisms of modulation during fruit ripening. In: J. C. Kader, & M. Delseny (Eds.), *Advances in Botanical Research*, 50, (pp. 1–37). Academic Press: San Diego.

Dudareva, N., & Pichersky, E. (2008). Metabolic engineering of plant volatiles. *Current Opinion in Biotechnology*, 19, 181–189. <https://doi.org/10.1016/j.copbio.2008.02.011>

Eskin, N. A. M., Hoehn, E., & Shahidi, F. (2013). Fruits and vegetables. In: N. A. M. Eskin, & F. Shahidi, (Eds.), *Biochemistry of foods* (pp. 49–126). Academic Press: San Diego.

FAO, 2019. Mango production worldwide from 2000 to 2019 (in million metric tons) Statista. Statista Inc (2019). <https://www.statista.com/statistics/577951/world-mango-production/>, Accessed 07 June, 2021.

Fasoli, E., & Righetti, P. G. (2013). The peel and pulp of mango fruit: A proteomic samba. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - Proteins and Proteomics*, 1834(12), 2539-2545. <https://doi.org/10.1016/j.bbapap.2013.09.004>.

Fischer, R. L., & Bennett, A. B. (1991). Role of cell wall hydrolases in fruit ripening. *Annual Review Physiology Plant Molecular Biology*, 42, 675-703. <https://doi.org/10.1146/annurev.pp.42.060191.003331>.

Fraire-Velázquez, S., & Balderas-Hernández, V. E. (2013). Abiotic stress in plants and metabolic responses. In: K. Vadhati, & C. Leslie, (Eds.), *Abiotic Stress - Plant Responses and Applications in Agriculture* (pp. 25-48). InTech: Croatia.

Gapper, N. E., Mcquinn, R. P., & Giovannoni, J. J. (2013). Molecular and genetic regulation of fruit ripening. *Plant Molecular Biology*, 82(6), 575–591. <https://doi.org/10.1007/s11103-013-0050-3>.

Gholap, A.S., & Bandyopadhyay, C. (1977). Characterisation of green aroma of raw mango (*Mangifera indica* L.). *Journal of the Science of Food Agriculture*. 28, 885-888. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740281003>.

Goulao, L. F.; Santos, J.; Souza, I., & Oliveira, C. M. (2007). Patterns of enzymatic activity of cell wall-modifying enzymes during growth and ripening of apples. *Postharvest Biology and Technology*, 43, 307-318. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2006.10.002>

Goyal, S., Lambert, C., Cluzet, S., Merillon, J. M., & Ramawat, K. G. (2012). Secondary metabolites and plant defence. In: J. M. Merillon, & K. G. Ramawat, (Eds.), Plant defence: biological control (pp. 109-138). Springer: Switzerland.

Hayashi, T. (1989). Xyloglucans in the primary cell wall. Annual Review of Plant Physiology and Plant Molecular Biology, 40, 139-168. <https://doi.org/10.1146/annurev.pp.40.060189.001035>.

Harborne, J. B. (1999). Classes and Functions of secondary metabolites from plants. In: N. J. Walton, D. E. Brown, (Eds.), Chemicals from Plants: Perspectives on Plant Secondary Products (pp. 1-25). Imperial College Press: London.

Höfte, H., Peaucelle, A., & Braybrook, S. (2012). Cell wall mechanics and growth control in plants: The role of pectins revisited. Frontiers in Plant Sciences, 3(121). <https://doi.org/10.3389/fpls.2012.00121>

Huang, M., Abel, C., Sohrabi, R., Petri, J., Haupt, I., Cosimano, J., Gershenzon, J., & Tholl, D. (2010). Variation of herbivore-induced volatile terpenes among Arabidopsis ecotypes depends on allelic differences and subcellular targeting of two terpene synthases, TPS02 and TPS03. Plant Physiology, 1293–1310. <https://doi.org/10.1104/pp.110.154864>

Huber, D. J. (1983). The role of cell wall hydrolases in fruit softening. In: D. P. Ormrod, R. D. William, H. K. Wutscher, (Eds), Horticultural Reviews (pp. 169-219). AVI Publishing Co Inc.: New York.

Ibarra-Garza, I. P., Ramos-Parra, P. A., Hernández-Brenes, C., & Jacobo-Velázquez, D. A. (2015). Effects of postharvest ripening on the nutraceutical and physicochemical properties of mango (*Mangifera indica* L. cv Keitt). Postharvest Biology and Technology, 103, 45-54. <http://dx.doi.org/10.1016/j.postharvbio.2015.02.014>

Jha, S. N., Kingsly, A. R. P., & Chopra, S. (2006). Physical and mechanical properties of mango during growth and storage for determination of maturity. *Journal of Food Engineering*, 72, 73-76. <https://doi.org/doi:10.1016/j.jfoodeng.2004.11.020>

Johnson, K. L., Gidley, M. J., Bacic, A., & Doblin, M.S. (2018). Cell wall biomechanics: a tractable challenge in manipulating plant cell walls 'fit for purpose'. *Current Opinion Biotechnology*, 49, 163-171. <https://doi.org/10.1016/j.copbio.2017.08.013>

Krishna, K. R., Sharma, R. R., & Srivastav, M. (2020). Physiological and biochemical attributes associated with jelly-seed disorder in mango (*Mangifera indica* L.). *Acta Physiologiae Plantarum*, 42, 1-12. <https://doi.org/10.1007/s11738-020-03079-z>.

Kulkarni, R. S., Chidley, H. G., Pujari, K. H., Giri, A. P., & Gupta, V. S. (2012). Geographic variation in the flavour volatiles of Alphonso mango. *Food Chemistry*, 130(1), 58–66. <https://doi.org/doi:10.1016/j.foodchem.2011.06.05>

Lalel, H. J. D., Singh, Z., & Tan, S. C. (2005). Controlled atmosphere storage affects fruit ripening and quality of “Delta R2E2” mango. *The Journal of Horticultural Science and Biotechnology*, 80(5), 551–556. <https://doi.org/10.1080/14620316.2005.11511976>.

Lebrun, M.; Plotto, A.; Goodner, K.; Ducamp, M.; & Baldwin, E. (2008). Discrimination of mango fruit maturity by volatiles using the electronic nose and gas chromatography. *Postharvest Biology and Technology*, 48, 122–131. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2007.09.010>

Li, Y., Jones, L., & McQueen-Mason, S. J. (2003). Expansins and plant cell growth. *Current Opinion in Plant Biology*, 6, 603–610. <https://doi.org/10.1016/j.pbi.2003.09.003>.

Liu, H., An, K., Su, S., Yu, Y., Wu, J., Xiao, G., & Xu, Y. (2020). Aromatic characterization of mangoes (*Mangifera indica* L.) using solid phase extraction coupled with gas chromatography-mass spectrometry and olfactometry and sensory analyses. *Foods*, 9(1), 1-20. <https://doi.org/10.3390/foods9010075>

Lopes, D. C., Fraga, S. R., & Rezende, C. M. (1999). Aroma impact substances on commercial Brazilian mangoes by HRGC-OAEDA-MS. *Química Nova*, 22, 31-36. <https://doi.org/10.1590/S0100-40421999000100007>

Ma, X., Zheng, B., Ma, Y., Xu, W., Wu, H., & Wang, S. (2018). Carotenoid accumulation and expression of carotenoid biosynthesis genes in mango flesh during fruit development and ripening. *Scientia Horticulturae*, 237, 201–206. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2018.04.009>

MacLeod, A.J., & de Troconis, N.G. (1982). Volatile flavour components of mango fruit. *Phytochemistry*, 21(10), 2523-2526. [https://doi.org/10.1016/0031-9422\(82\)85249-7](https://doi.org/10.1016/0031-9422(82)85249-7)

Marowa, P., Ding, A., & Kong, Y. (2016). Expansins: roles in plant growth and potential applications in crop improvement. *Plant Cell Reports*, 35, 949-965. <https://doi.org/10.1007/s00299-016-1948-4>

Mc Guire, R. G. (1992). Reporting of objective color measurements. *Hort Science*, 27, 12, 1254-1255. <https://doi.org/10.21273/HORTSCI.27.12.1254>

Mwaurah, P. W., Kumar, S., Kumar, N., Panghal, A., Attkan, A. K., Singh, V. K., & Garg, M. K. (2020). Physicochemical characteristics, bioactive compounds and industrial applications of mango kernel and its products: A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 19, 2421–2446. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12598>

Narain, N., Galvão, M. S., & Madruga, M. S. (2007). Volatile compounds captured through purge and trap technique in caja-umbu (*Spondias* sp.) fruits during maturation. *Food Chemistry*, *102*(3), 726-731. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.06.003>

Nordey, T., Joas, J., Davrieux, F., Génard, M., & Léchaudel, M. (2014). Non-destructive prediction of color and pigment contents in mango peel. *Scientia Horticulturae*, *171*, 37–44. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2014.01.025>

Ntsoane, M. L., Luca, A., Zude-Sasse, M., Sivakumar, D., & Mahajan, P. V. (2019). Impact of low oxygen storage on quality attributes including pigments and volatile compounds in ‘Shelly’ mango. *Scientia Horticulturae*, *250*, 174-183. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2019.02.041>.

Okawa, K. (2015). Market and trade impacts of food loss and waste reduction, OECD, food, agriculture and fisheries papers, No. 75. OECD Publishing. <https://doi.org/10.1787/5js4w29h0wr2-en>. (Accessed 03 Mar 2022).

Oldoni, F. C. A., Bernardo, A. P., Oliveira Filho, J. G., Aguiar, A. C., Moreira, F. K. V., Mattoso, L. H. C., Colnago, L. A., & Ferreira, M. D. (2021). Valorization of mangoes with internal breakdown through the production of edible films by continuous solution casting. *LWT - Food Science and Technology*, *145*, 111339. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111339>

Oldoni, F. C. A., Lima, A. M. N., Cavalcante, I. H. L., De Sousa, K. S. M., Carneiro, M. A., & De Carvalho, I. R. B. (2018). Boron fertilizing management on fruit production and quality of mango cv. Palmer in Semiarid. *Revista Brasileira de Fruticultura*, *40*(3), 1-8. <https://doi.org/10.1590/0100-29452018622>.

Oliveira, A. B., Lopes, M. M. A., Moura, C. F. H., Oliveira, L. S., Souza, K. O., Gomes Filho, E., Urban, L., & Miranda, M. R. A. (2017). Effects of organic vs. conventional farming systems on quality and antioxidant metabolism of passion fruit

during maturation. *Scientia Horticulturae*, 222, 84-89.
<https://doi.org/10.1016/j.scienta.2017.05.021>

Oliver-Simancas, R., Muñoz, R., Díaz-Maroto, M. C, Pérez-Coello, M. S., & Alañón, M. E. (2020). Mango by-products as a natural source of valuable odor-active compounds. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 100(13), 4688-4695.
<https://doi.org/10.1002/jsfa.10524>

Ornelas-Paz, J. D. J., Yahia, E. M., & Gardea, A. A. (2008). Changes in external and internal color during postharvest ripening of ‘Manila’ and ‘Ataulfo’ mango fruit and relationship with carotenoid content determined by liquid chromatography-APCI+ -time-of-flight mass spectrometry. *Postharvest Biology Technology*, 50, 145–152. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2008.05.001>

Pathare, P. B., Opara, U. L., & Al-Said, F. A. (2013). Colour Measurement and Analysis in Fresh and Processed Foods: A Review. *Food and Bioprocess Technology*, 6, 36-60. <https://doi.org/10.1007/s11947-012-0867-9>.

Parfitt, J., Barthel, M., & Macnaughton, S. (2010). Review food waste within food supply chains: Quantification and potential for change to 2050. *Philosophical Transactions of The Royal Society B*, 365, 3065–3081.
<https://doi.org/10.1098/rstb.2010.0126>.

Pavarini, D. P., Pavarini, S. P., Niehues, M., & Lopes, N. P. (2012). Exogenous influences on plant secondary metabolite levels. *Animal Feed Science and Technology*, 176(1-4), 5–16. <https://doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2012.07.002>

Pino, J. A., & Mesa, J. (2006). Contribution of volatile compounds to mango (*Mangifera indica* L.) aroma. *Flavour and Fragrance Journal*, 21, 207–213.
<https://doi.org/10.1002/ffj.1703>

Pino, J. A., Mesa, J., Munoz, Y., Marti, M. P., & Marbot, R. (2005). Volatile components from mango (*Mangifera indica* L.) cultivars. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53, 2213-2223. <https://doi.org/10.1021/jf0402633>

R Core Team (2018). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. URL <https://www.R-project.org/>.

Raymond, L., Schaffer, B., Brecht, J. K., & Crane, J. H. (1998). Internal breakdown in mango fruit: symptomology and histology of jelly seed, soft nose and stem-end cavity. *Postharvest Biology and Technology*, 13(1), 59-70. [https://doi.org/10.1016/S0925-5214\(97\)00074-4](https://doi.org/10.1016/S0925-5214(97)00074-4)

Righetti, P. G., Esteve, C., D'Amato, A., Fasoli, E., Marina, M. L., & García, M. C. (2015). A sarabande of tropical fruit proteomics: Avocado, banana, and mango. *Proteomics*, 15, 1639–1645. <https://doi.org/10.1002/pmic.201400325>

Rita, R. D., Zanda, K., Daina, K., & Daliija, S. (2011). Composition of aroma compounds in fermented apple juice: effect of apple variety, fermentation temperature and inoculated yeast concentration. *Procedia Food Science*, 1709 – 1716. <https://doi.org/10.1016/j.profoo.2011.09.252>

Rose, J. K. C., Catala, C., Gonzalez-Carranza, Z. H., & Roberts, J. A. (2003). Cell wall disassembly. *Annual Plant Reviews*, 8, 264–324.

Rose, J. K. C., & Bennet, A. B. (1999). Cooperative disassembly of the cellulose–xyloglucan network of plant cell walls: parallels between cell expansion and fruit ripening. *Trends in Plant Science*, 4, 176–183. [https://doi.org/10.1016/S1360-1385\(99\)01405-3](https://doi.org/10.1016/S1360-1385(99)01405-3)

Ruiz-May, E., & Rose, J. K. (2013). Cell wall architecture and metabolism in ripening fruit and the complex relationship with softening. In: G. B. Seymour, M.

Poole, J. J. Giovannoni, G. A. Tucker, (Eds.), *The Molecular Biology and Biochemistry of Fruit Ripening* (pp. 163-187). Wiley Blackwell: New Jersey.

Saranwong, S., Sornsrivichai, J., & Kawano, S. (2004). Prediction of ripe-stage eating quality of mango fruit from its harvest quality measured nondestructively by near infrared spectroscopy. *Postharvest Biology Technology*, 31(2), 137–145. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2003.08.007>.

Schaffer, B. & Andersen, P.C. (1997). *Handbook of Environmental Physiology of Fruit Crops*. *Biologia Plantarum*, 40, 372 p. <https://doi.org/10.1023/A:1001150921950>.

Shewfelt, R. L., Thai, C. M., & Davis, J. W. (1988). Prediction of changes in color of tomatoes during ripening at different constant temperatures. *Journal of Food Science*, 53(5), 1433-1437. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1988.tb09293.x>

TACO, 2011. Tabela brasileira de composição de alimentos/NEPA – UNICAMP – 4. ed. Campinas, NEPA-UNICAMP, 2011. https://www.cfn.org.br/wp-content/uploads/2017/03/taco_4_edicao_ampliada_e_revisada.pdf, Accessed 07 June, 2021.

Tharanathan, R. N., Yashoda, H. M., & Prabha, T. N. (2006). Mango (*Mangifera indica* L.), “The King of Fruits”—An Overview. *Food Reviews International*, 22(2), 95–123. <https://doi.org/10.1080/87559120600574493>

Thiruchelvam, T., Landahl, S., & Terry, L. A. (2020). Temporal variation of volatile compounds from Sri Lankan mango (*Mangifera indica* L.) fruit during ripening. *Journal of Agriculture and Food Research*, 2, 1-10. <https://doi.org/10.1016/j.jafr.2020.100053>

Tholl, D. (2006) Terpene synthases and the regulation, diversity and biological roles of terpene metabolism. *Current Opinion in Plant Biology*, 9, 297–304. <https://doi.org/10.1016/j.pbi.2006.03.014>

Van Den Dool, H., & Kratz, P. D. (1963). A generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas–liquid partition chromatography. *Journal of Chromatography*, 11, 463–471. [https://doi.org/10.1016/S0021-9673\(01\)80947-X](https://doi.org/10.1016/S0021-9673(01)80947-X)

Vasanthaiah, H. K. N., Ravishankar, K. V., Shivashankara, K. S., Anand, L., Narayanaswamy, P., Mukunda, G., & Prasad, T. G. (2006). Cloning and characterization of differentially expressed genes of internal breakdown in mango fruit (*Mangifera indica*). *Journal of Plant Physiology*, 163, 671–679. <https://doi.org/10.1016/j.jplph.2005.06.017>

Vásquez-Cañedo, A. L., Sruamsiri, P., Carle, R., & Neidhart, S. (2005). Accumulation of all-trans- β -carotene and its 9-cis and 13-cis stereoisomers during postharvest ripening of nine Thai mango cultivars. *Journal Agricultural and Food Chemistry*, 53(12), 4827–4835. <https://doi.org/10.1021/jf048168h>

Wainwright, H. & Burbage, M. B. (1989). Physiological disorders in mango (*Mangifera indica* L.) fruit. *Journal of Horticultural Science*, 64(2), 125–135. <https://doi.org/10.1080/14620316.1989.11515936>

White, I. R., Blake, R. S., Taylor, A. J., & Monks, P. S. (2016). Metabolite profiling of the ripening of mangoes *Mangifera indica* L. cv. “Tommy Atkins” by real-time measurement of volatile organic compounds. *Metabolomics*, 12(3), 1–11. <https://doi.org/10.1007/s11306-016-0973-1>.

Yashoda, H. M., Prabha, T. N., & Tharanathan, R. N. (2007) Mango ripening – Role of carbohydrases in tissue softening. *Food Chemistry*, 102(3), 691–698. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.06.001>

Zhang, W., Dong, P., Lao, F., Liu, J., Liao, X., & Wu, J. (2019). Characterization of the major aroma-active compounds in Keitt mango juice: Comparison among fresh, pasteurization and high hydrostatic pressure processing juices. *Food Chemistry*, 289, 215-222. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.03.064>

Zenebon, O., Pascuet, N. S., & Tiglea, P. (2008). Métodos físico-químicos para análises de alimentos (4 ed). São Paulo: IMESP.

Zerbini, P. E., Vanoli, M., Rizzolo, A., Grassi, M., Pimentel, R. M. A., Spinelli, L., & Torricelli, A. (2015). Optical properties, ethylene production and softening in mango fruit. *Postharvest Biology and Technology*, 10, 58-65. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2014.11.008>

Capítulo 4.

**Valorization of mangoes with internal breakdown through the
production of edible films by continuous solution casting**

Artigo publicado na revista LWT em 20/03/2021

ISSN: 0023-6438

Valorization of mangoes with internal breakdown through the production of edible films by continuous solution casting

Fernanda C. A. Oldoni^a, Marcela P. Bernardo^b, Josemar G. Oliveira Filho^a, Aline C de Aguiar^c, Francys K.V. Moreira^d, Luiz H. C. Mattoso^b, Luiz A. Colnago^b, Marcos D. Ferreira^{b*}

^aDepartment of Food and Nutrition, São Paulo State University (UNESP), Rod. Araraquara Jaú, Km 01 – s/n, 14800-903, Araraquara, SP, Brazil

^bBrazilian Agricultural Research Corporation, Embrapa Instrumentation, XV de Novembro Street, 13560-970, São Carlos, SP, Brazil

^cDepartment of Agronomy, Federal University of Paraná (UFPR), Pioneiro Street, 85950-000, Palotina, PR, Brazil

^dDepartment of Materials Engineering (DEMa), Federal University of São Carlos (UFSCar), Rod. Washington Luis, Km 235, 13565-905, São Carlos, SP, Brazil

*Corresponding author: São Paulo State University (UNESP), School of Pharmaceutical Sciences, Rod. Araraquara-Jaú Km 01 - Campos Ville -, 14800-903, Araraquara, SP, Brazil. Phone no.: +55 87 98807-7515. E-mail: fca.oldoni@gmail.com

Abstract

Mangoes are usually wasted by consumers due to a physiological disorder that damages the pulp known as Internal breakdown (IB). In this study, Palmer mangoes affected by IB were valorized by turning them into edible films by continuous solution casting. The films were produced using mango pulps with different IB levels, being 0 (no IB), 2 (1/3 - 2/3 of IB-affected pulp) and 3 (more than 2/3 of IB-affected pulp), and pectin as a matrix former. The influence of IB level on physicochemical composition of mango pulps was assessed by pH, soluble solid content, and fiber content analyses. Continuous casting allowed for high yields of mango edible films with natural color attributes. The films obtained from mango pulps with the highest IB level displayed lowest thickness and water vapor permeability, and largest elongation and opacity, in addition to exhibiting a short composting time (10 days). The physical properties of mango edible films are influenced by the pulp physiochemical composition, which originally change with IB progression.

Keywords: Co-products, pectin, biodegradable films, physiological disorder, sustainability.

1. Introduction

Mango (*Mangifera indica* L.) is one of the most important tropical fruits worldwide, mainly due to its large production (FAO, 2019), consumption (pleasant aroma and flavor) and nutritional value (Ntsoane, Zude-Sasse, Mahajan & Sivakumar 2019). During postharvest, mangoes usually develop a physiological disorder known as internal breakdown (IB). This disorder refers to one or more physiological processes induced by environmental factors that accelerate the mango pulp ripening in a premature and uneven way, leading to a collapse and appearance of dark watery stains in the pulp (Raymond, Schaffer, Brecht & Crane, 1998; Wainwright & Burbage, 1989). IB reduces the sensory quality of mangoes, causing a significant economic loss, not only for the mango supply chain, but also for consumers due to low availability, high price, and inferior quality of mangoes in the market (Variyan & Jordan, 1988).

Collapsed mangoes are often discarded because IB still remains unknown for most consumers. The disposal of aesthetically imperfect mangoes represents a waste of fruits that still contain a high nutritional value and could be used for other purposes, thereby reducing food waste (Parfitt, Barthel & Macnaughton, 2010; Okawa, 2015). As an alternative, collapsed mangoes could serve as raw materials of edible films (Viana, Sá, Barros, Borges & Azeredo, 2018).

Edible films have attracted significant interest within the perspective of replacing non-biodegradable polymers with compostable, and non-toxic materials (Kaya et al., 2018). Recent researches have demonstrated the potential of edible films that contain purees or fruit juices (Azeredo et al., 2016; Viana et al., 2018; Tran, Roach, Nguyen, Pristijono & Vuong, 2020). Fruit components play different roles in the films, for instance, polysaccharides and low molecular weight sugars can act as matrix formers and plasticizers, respectively, while the fruit's bioactive compounds provide

the films with unique sensory properties (Viana et al., 2018). In this sense, valorizing collapsed mangoes by turning them into edible films is aligned with sustainability concepts, but it is also a suitable approach to develop innovative edible packaging (Song et al., 2017).

This study aimed to develop edible films from mangoes affected by the internal breakdown (IB) disorder. We hypothesized that films produced from mangoes with physiological disorders can also meet the requirements of a food packaging material concerning food protection against external contamination, reduction of volatile, gas and moisture exchanges, and wrapping efficiency due to a set of mechanical and optical properties. To put an industrial perspective herein, continuous solution casting was applied to scale up the production of the mango films. This processing method has been recently proved to be effective in obtaining edible films from wasted fruits in a soft and highly productive fashion (Munhoz et al., 2018). Pectin was used as a matrix-forming aid as it can be easily solubilized without heating. The effect of different IB stages was particularly examined with respect to the mango pulp composition, which is hypothesized to play a role on the mechanical, optical and barrier properties of ensuing films. The susceptibility of collapsed mango films to biodegradation was also quantitatively scrutinized by indoor composting tests.

2. Materials and methods

2.1. Materials

Mangoes (*Mangifera indica* L.) 'Palmer' ('Type 12' classification - 12 fruits in a 6.0 kg box) (Ceagesp, 2017) were purchased from CEAGESP - SP, Brazil. The fruits were selected, sanitized, and stored at 15 °C in a cold chamber until they reached

the proper ripeness degree for consumption *in natura* according to skin color, softening, flavor, and aroma (Tharanathan, Yashoda & Prabha, 2006). The mangoes were cut and classified according to the absence or presence of IB, the later indicated by a gelatinous seed. The fruits were classified by the IB damage level, being: without IB (WIB), level 2 (IB2, 1/3 - 2/3 of IB-affected pulp) and level 3 (IB3, more than 2/3 of IB-affected pulp), as shown in Fig. 1 (Brecht, 2019). Citrus pectin with an esterification degree (DM) of 74% and an average molecular weight (M_w) of 1.3×10^5 g mol⁻¹ was purchased from CPKelco (Niplan Engenharia, Limeira, Brazil).



Fig. 1. Visual symptoms of jeely seed in 'Palmer' mango pulps. Fruits without (WIB), level 2 (IB2), and level 3 (IB3) of internal breakdown (IB). Photo: Fernanda, C. A. Oldoni (2019).

2.2. Pulp processing and characterization

The mango films were obtained from five samples composed of pulps according to the classification of internal breakdown levels (WIB, IB2 and IB3). The samples were homogenized and processed in a centrifuge to isolate the pulp from the juice in two different portions. The pulps were weighed and evaluated for their soluble solid contents (°Brix) using an Atago RX-5000cx (Honcho, Itabashi-ku, Japan) bench refractometer, pH using a QX 1500 QUALSTRON (Hexis Científica, Jundiaí, Brazil)

equipment, and total dietary fiber content performed as reported by Prosky et al. (1985) (AOAC, 985.29 enzymatic-gravimetric). The pulps were subsequently kept in a freezer (-20 °C) to preserve their sensory attributes.

2.3. Continuous solution casting

The edible films were produced from filmogenic solutions composed of mango pulps added with 5 wt.% pectin on a pulp mass basis.. The filmogenic solutions were added to a polyacetal vessel ($V_{\text{total}} = 2.6 \text{ dm}^3$) and vigorously homogenized at 25 °C and 7168g for 10 min using an ultraturrax. The solutions were degassed by applying vacuum at -400 mmHg alongside mechanical agitation and were immediately dried into monolayer films on a KTF-B laboratory coating machine (Werner Mathis AG, Zurich, Switzerland). Briefly, the solution was deposited on the coating device equipped with a doctor blade type B, in which a wet solution layer with thickness of 1.5 mm was formed using a comparative dial pair ($\pm 0.001 \text{ mm}$). The wet layer was dried by transport at a speed of 12 cm min^{-1} through an IR pre-dryer with emission power of 40 - 55%, then through an air circulation oven (total length of 80 cm) at 100 °C. The films were collected at the oven outlet and stored for further characterizations. Fig. 2. shows the steps of manual feeding, wet solution layer transport, pre-drying, and formation of dried mango film using the continuous casting machine. A pure pectin film (no mango pulp addition) was also prepared and used as a control.

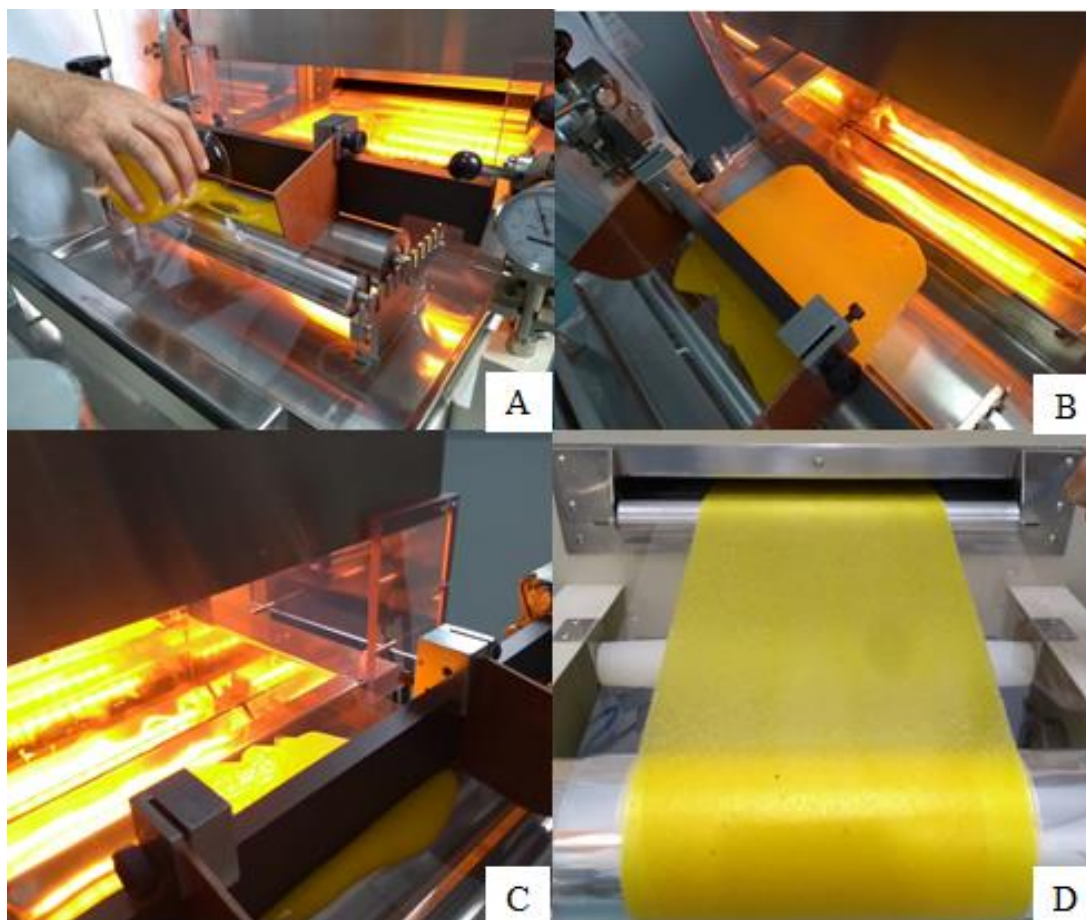


Fig. 2. Elaboration of edible mango pulp films by continuous solution casting: manual feeding of the mango solution (A); formation of wet solution layer at the coating device with thickness control (1.5 mm) (B); Pre-drying by IR radiation (C); Monolayer film collection after the last drying step (D). Photo: Fernanda, C. A. Oldoni (2019).

2.4. Characterization

2.4.1. Scanning electron microscopy (SEM)

Film morphology was assessed using a scanning electron microscope JEOL-JSM 6510 (Jeol, Tokyo, Japan). The films were conditioned in a desiccator with silica gel, cut in small pieces, mounted on a stub with an adhesive carbon tape, and finally coated with a thin gold layer. The micrographs were taken with an accelerating voltage of 15 kV and magnification of 1000x.

2.4.2. X-ray Diffraction (XRD)

X-ray diffraction analyses were carried out on a XRD-6000 diffractometer (Shimadzu, Kyoto, Japan) with 2θ range between 5 and 40° and scanning speed of 1° min^{-1} . The crystallinity index was determined from the ratio between the areas under the peaks and amorphous halo after Gaussian deconvolution using the Origin software, version 6.0 (Origin Lab, Northampton, MA, USA).

2.4.3. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

The FTIR spectra were determined with a Cary 630 FTIR (Agilent, Santa Clara, USA) spectrometer using the attenuated total reflectance (ATR) mode. The spectra were collected in the wavenumber range from 4000 to 400 cm^{-1} with resolution of 4 cm^{-1} .

2.5. Physical and mechanical properties

2.5.1. Thickness and moisture content

Film thickness was determined with a portable digital micrometer (Mitutoyo Co., Kawasaki-Shi, Japan) to the nearest 0.001 mm . The measurements were carried out in at least three points of each film. Square-shaped (2 cm^2) film samples were weighed before and after drying at 105°C for 24 h , and the moisture content was calculated.

2.5.2. Water vapor permeability (WVP)

The WVP of films was determined in triplicate ($n=3$) using the classical gravimetric method (E96/E96M-16, 2016). The films were sealed onto permeation

cups (35 mm in diameter) containing 6 mL of distilled water (RH = 100 %). The cups were then placed in an air circulating oven (Solab SL-102, Piracicaba, Brazil) at 40 °C containing activated silica gel (RH = 0%) and were weighed at least 10 times over 32 h. WVP (g mm/h cm² Pa) was calculated according to Eq. 1.

$$WVP = WVT \cdot \frac{x}{A \cdot \Delta p} \quad \text{Eq. (1)}$$

Where *WVT* is the water vapor transmission rate (g s⁻¹ m⁻²), determined as the slope of the mass loss (g) vs. time (h) curve, *A* is the film permeation area (m²), *x* is the film thickness (mm), and Δp is the pressure gradient between the inside and outside of the permeation cup.

2.5.3. Tensile tests

Uniaxial tensile tests were performed with 10 replicates (*n* = 10) for each film sample using a Texture Analyzer TA.XT Plus (Stable Micro System, Surrey, United Kingdom) equipped with a 50 N load cell and tensile clamps initially separated by 20 mm. The tests were performed on strip specimens (50 mm × 10 mm) using a crosshead speed of 80 mm min⁻¹ (ASTM D882-97). The stress-strain curves were plotted for each specimen for determining the maximum stress (σ_{max} , MPa) and elongation at break (ε_{max} , %) of films.

2.6. Optical properties

The color of films was determined on a CR 400 colorimeter (Konica Minolta, Osaka, Japan) using the CIELab system (*L** - brightness, *a** - red-green, and *b** -

yellow-blue) (Abbott, 1999; Pathare, Opara & Al-Said, 2013). The hue angle (h°) which represents the qualitative attribute of color was calculated using Eq. 2 (Shewfelt, Thai & Davis, 1988; McGuire, 1992). The chroma index (C^*) (Pathare et al., 2013; Shewfelt et al., 1988) which is the quantitative color attribute and the total color difference (ΔE^*) (Pathare et al., 2013) were calculated using Eqs. 3 and 4, respectively.

$$h^\circ = \tan^{-1} (b^*/a^*) \quad \text{Eq. (2)}$$

$$C^* = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2} \quad \text{Eq. (3)}$$

$$(\Delta E = \sqrt{(L^* - L)^2 + (a^* - a)^2 + (b^* - b)^2}) \quad \text{Eq. (4)}$$

The optical properties (total luminous transmittance, haze, and clarity) of films were determined on rectangular specimens according to ASTM D 1003-07 and measured on a BYK-Gardner opacimeter, model Haze-Gard Plus (Labequip, Markham, Canada). Total transmittance is the ratio of transmitted light to the incident light. Haze and clarity refer to the loss of contrast due to light diffusion through the film structure, deviating from the incident light beam at angles greater and smaller than 2.5° , respectively. The tests were performed in triplicate at room temperature.

2.7. Indoor composting tests

Soil composting tests were carried out according to the method described by Stoll, Silva, Costa, Flôres & Rios (2017), with modifications. Natural organic soil contained in plastic boxes was used as a composting medium. The film samples (triplicate) were cut ($2 \text{ cm} \times 3 \text{ cm}$), dried at 60°C to a constant weight (w_0), placed in aluminum meshes (previously dried and weighed) to guarantee contact between the

film and the soil and facilitate films collection after a composting time. Subsequently, the film samples were buried at a depth of 5 cm below the composting soil surface. The soil was watered to maintain a moisture level of approximately 40%. The samples were evaluated after 10 days (w_{10}) and their apparent degradation rate was calculated by Eq. 5.

$$\text{Degradation rate} = \frac{w_0 - w_{10}}{w_0} \times 100 \quad \text{Eq. (5)}$$

2.8. Statistical analysis

The results were subjected to unidirectional analysis of variance (ANOVA), and the mean values were compared using the Tukey's test at a 95% confidence level ($p < 0.05$), using Origin software, version 6.0 (Origin Lab, Northampton, MA, USA).

3. Results and discussion

3.1. Characterization of mango pulps

Table 1 reports the composition of Palmer mango pulps WIB, IB2, and IB3. No significant difference was observed between these three pulps ($p > 0.05$) in relation to the soluble solid content. Regarding pH, the WIB pulp (4.93) was significantly more acidic than the IB3 pulp (5.75) ($p < 0.05$). The highest pH value was observed for the pulp with the highest IB level, IB3 (5.75), which may relate to the accentuated ripening of mangoes affected by the highest IB level (IB3). The mango ripeness degree has been found to be propotional to the fruit acidity content, increasing the pulp pH value.

Table 1. Physicochemical composition of mango pulps without (WIB), level 2 (IB2) and level 3 (IB3) of internal breakdown (IB).

Sample	Soluble solid content (°Brix)	pH	Fiber content (%)
WIB	17.32 ± 2.34 ^a	4.93 ± 0.45 ^b	17.14 ± 1.88 ^a
IB2	18.08 ± 1.11 ^a	5.40 ± 0.33 ^{ab}	12.54 ± 2.18 ^{ab}
IB3	16.84 ± 1.43 ^a	5.75 ± 0.13 ^a	11.55 ± 2.10 ^b

Mean ± standard deviation. Values in the same column bearing different letters are significantly different ($p < 0.05$) as per the Tukey's test.

For the fiber content, a significant difference ($p < 0.05$) was also observed between the WIB (17.14) and IB3 (11.55) pulps. The results corroborate with those found in the literature (Raymond et al., 1998; Wainwright & Burbage, 1989; Singh, Ram & Yadava, 2013). According to Malo & Campbell (1978), mangoes with high fiber content are little or almost unaffected by IB, while genetically improved mango varieties, which have a low fiber content, such as the 'Palmer' variety, are more susceptible to this physiological disorder. Thus, mango pulps affected by the most advanced IB stages had a lower fiber content than the pulp extracted from healthy fruits. The middle lamella of the plant cell wall is composed of pectins that contribute to gelation, emulsion stability, and distribution of nutritional fibers (Thakur, Singh, Handa & Rao, 1997). Pulps from fruits affected by IB tend to show decreased calcium (Ca) content, which results in impaired membrane integrity and cell wall stability (Tagliavini, Scandellari & Toselli, 2016; Brunetto, Melo, Toselli, Quartieri & Tagliavini, 2015; Amarante et al., 2013; Freitas, Amarante, Labavitch & Mitcham, 2010).

3.2. Characterization of edible collapsed mango films

The images of the pure pectin (control), WIB, IB2 and IB3 films are shown in Fig. 3.

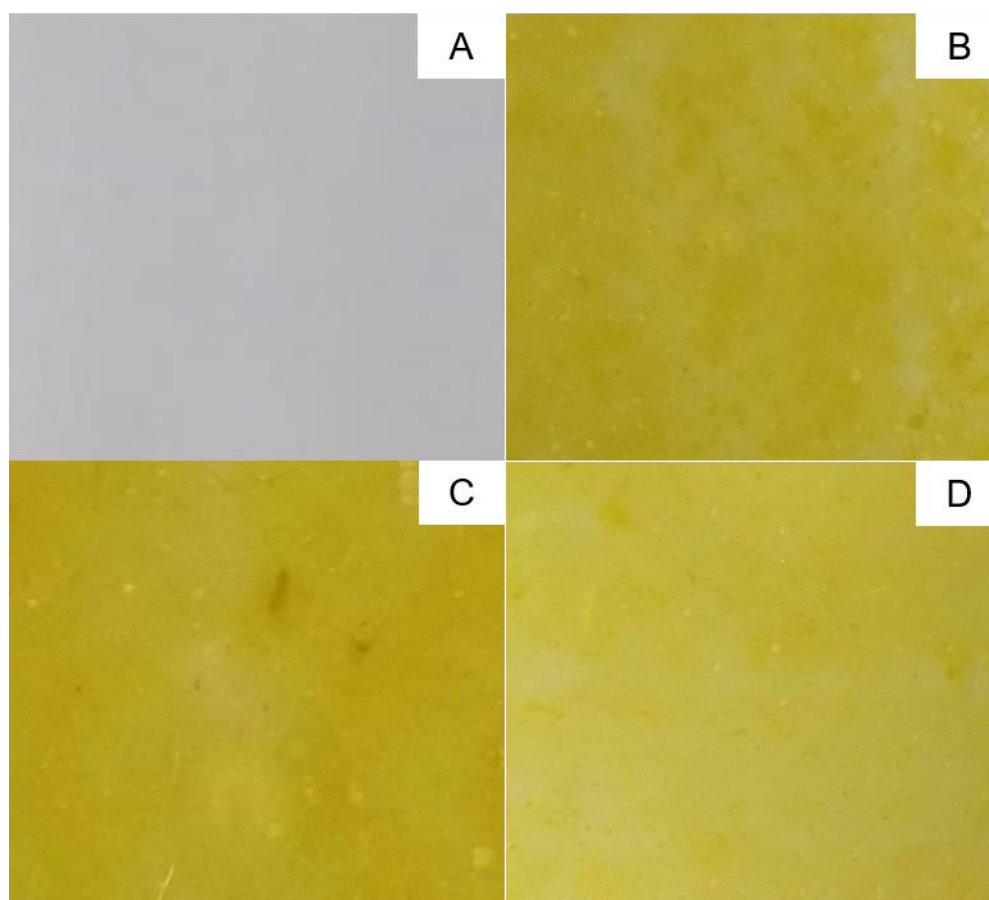


Fig. 3. Images from the films of pure pectin (A), WIB (B), IB2 (C) and IB3 (D).

3.2.1. *Morphological analysis*

Fig. 4. shows the micrographs of the cross-sectional surface of the control, WIB, IB2 and IB3 films. The control film displayed a smooth and homogeneous microstructure, as the matrix is solely composed of pectin (Fig. 4A). In comparison, the collapsed mango films (Figs. 4B-D) presented a thicker and rougher structure, as previously found for pectin/tare gum edible films (Chen et al., 2020). This characteristic may be associated with the presence of fibers in the mango pulp (Table 1), as observed in edible films from fruit and vegetable residues enriched with pectin (Brito, Carrajola, Gonçalves, Martelli-Tosi & Ferreira, 2019). The SEM micrographs

revealed that film with cohesive matrix with no substantial processing defects were obtained by continuous solution casting, regardless of the IB level.

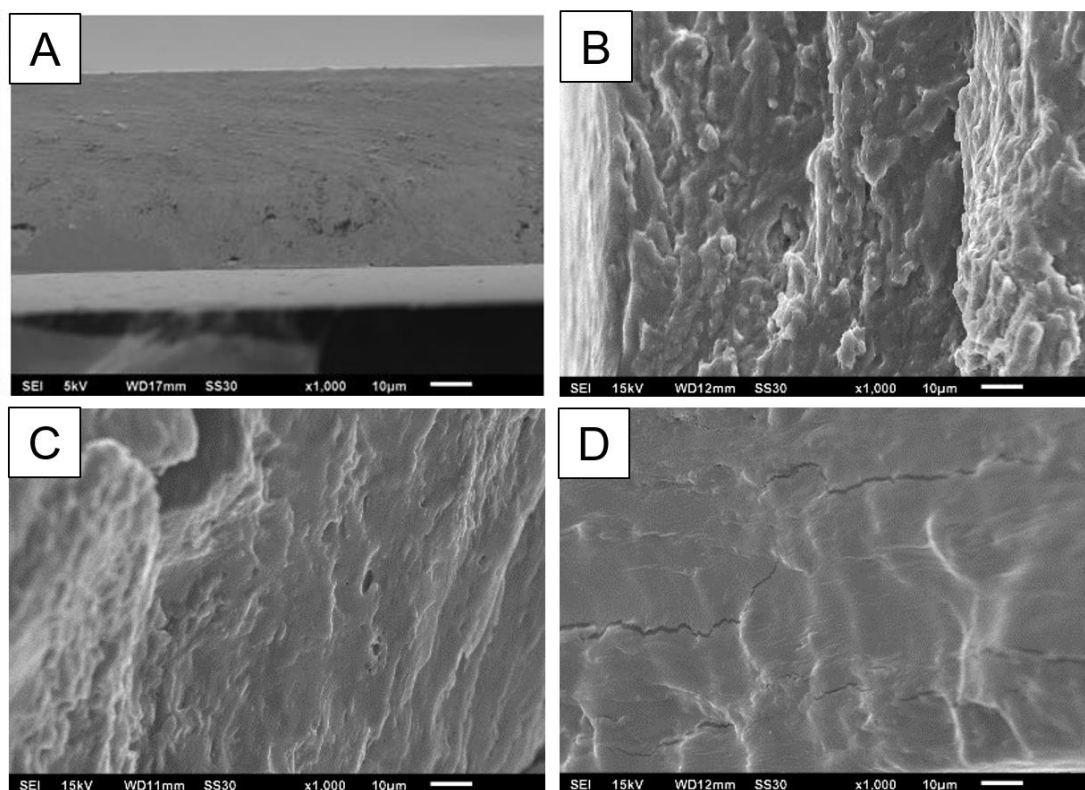


Fig. 4. Scanning electron microscopy (SEM) images of films: WIB (A, B and C), IB2 (D, E and F), IB3 (G, H and I) with magnifications of 1000 $\times$, 1500 $\times$ and 3500 $\times$ and pure pectin (J) with magnifications of 1000 $\times$.

3.2.2. X-ray diffraction (XRD)

XRD analyses were carried out to determine the structure (amorphous or crystalline) of the mango films (Fig. 5). The XRD patterns of pure pectin (Fig. 5D) powder exhibited no reflections, which denotes the amorphous state of pectin (Moreira, De Camargo, Marconcini & Mattoso, 2013). The mango films (Figs. 5A, B and C) present reflections at 17.0 $^{\circ}$, 19.1 $^{\circ}$ and 22.2 $^{\circ}$ of 2θ , probably related to the starch content in the mango pulp (Oliveira et al., 2018). Therefore, regardless of the IB level, the mango films exhibit a semicrystalline structure, in agreement with the film precursors (mango pulp and pectin).

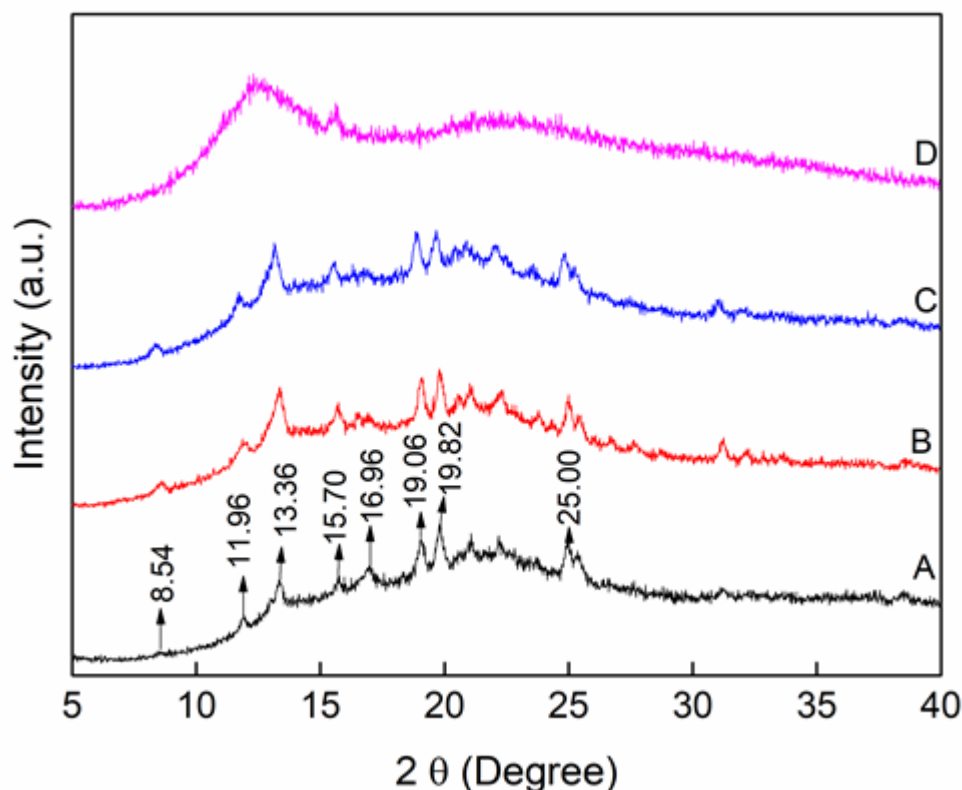


Fig. 5. XRD of mango films WIB (A), IB2 (B) and IB3 (3), and pure pectin (D).

3.2.3. Spectroscopic characterization by FTIR

The pure pectin film and those containing mango pulp with different IB levels were chemically investigated by ATR-FTIR (Fig. 6). The spectra of WIB, IB2, IB3 and pure pectin (Figs. 6A, B, C and D) exhibited typical vibration bands from 3600 to 3000 cm^{-1} associated with O-H stretching of hydroxyl groups of water molecules and pectin, drawing attention to the broadband in the region of the film spectrum pure pectin that is typical of polysaccharide vibrations (Singthong, Cui, Ningsanond & Douglas Goff, 2004). Similar findings were also found by Norcino et al. (2020) in pectin films with copaiba oil nanoemulsions, as well as in pectin-based films with lemon residues (Dash, Ali, Das & Mohanta, 2019). Bands between 3000 - 2800 cm^{-1} correspond to symmetric and asymmetric C-H stretching, also observed by Sucheta,

Rai, Chaturvedi & Yadav (2019). The intensities of the bands at 1850 - 1630 cm^{-1} correspond to the stretching vibration of carbonyl group ($\text{C}=\text{O}$), as also observed in films based on cellulose and pectin added with fruit puree (Viana et al., 2018). The bands between 1200 and 900 cm^{-1} correspond to C-O-H bending vibrations in carbohydrates (Nataraj, Schomäcker, Kraume, Mishra & Drews, 2008; Shen & Wu, 2003; Wang, Ahmed, Feng, Li & Song, 2008). These bands comprehend the “fingerprint region” of polysaccharides (Szymanska-Chargot & Zdunek, 2013). The bands at 1045 and 1076 cm^{-1} are also associated with sugars such as arabinose, xylose, and galactose. In general, the spectra were similar, except for a slight increase in some band intensities. This indicates no significant reaction between pectin and mango pulp components during the continuous casting process.

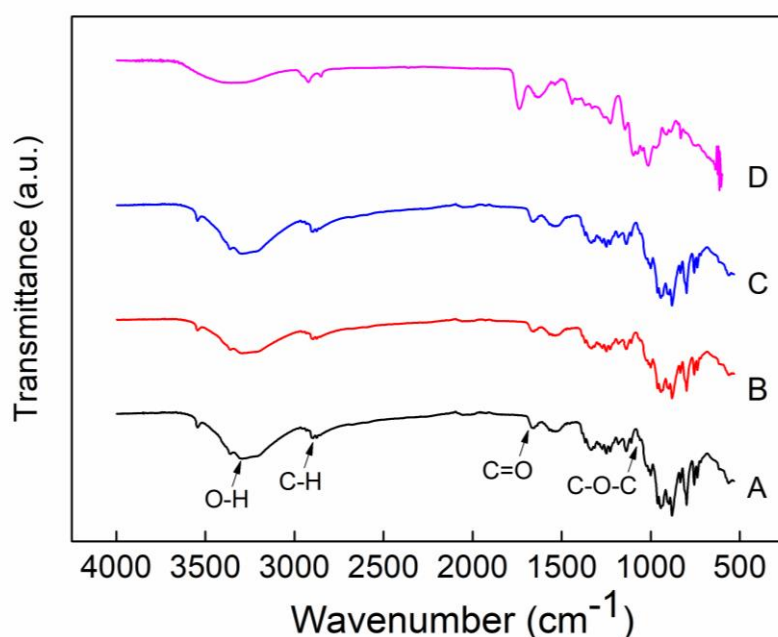


Fig. 6. ATR-FTIR spectra of WIB (A), IB2 (B), IB3 (C) and pure pectin (D) films.

3.2.4. Physical properties of collapsed mango films

Table 2 presents the thickness, moisture content, WVP and mechanical properties of the pure pectin, WIB, IB2 and IB3 films. The thickness values varied

from 0.08 to 0.28 mm, showing a significant difference ($p < 0.05$) between the mango films and the control. The thickness increased in the order WIB = IB2 > IB3 > pectin. This increase may be associated with the presence of sugars in the mango pulp, which give the film a more plasticizing effect (McHugh, Huxsoll & Krochta, 1996). Among the mango films, WIB and IB2 showed significantly greater thicknesses when compared to IB3. This behavior may be related to the higher fiber content of mango pulps (Table 1). A similar behavior was reported by Liu, Lin, Lopez-Sanchez & Yang, (2020), in bacterial cellulose nanofiber-reinforced edible films, whose thickness increased with the increasing nanofiber content. The thickness of mango film found herein were higher than those found by Martelli, Barros, Moura, Mattoso & Assis, (2013) for films based on ripe banana puree with addition of chitosan, ranging from 0.12 to 0.20 mm, as well as for pectin films with yellow passion fruit residues, ranging from 0.07 to 0.17 mm (Munhoz et al., 2018). In addition, the moisture content of the films ranged from 0.22 to 6.36% and there was a significant difference between the mango films and the control ($p < 0.05$). The presence of sugar in the mango pulps reduces the moisture permeation in the film (Krochta, 2002) Similar results were for puree mango films with a moisture content of 7.96% (Sothornvit & Rodsamran, 2008).

Table 2. Thickness (mm), moisture content (%), water vapor permeability (WVP) and mechanical properties (tensile strength (TS) and elongation at break (ϵ)) of films pure pectin and mango without (WIB), level 2 (IB2) and level 3 (IB3) of internal breakdown (IB).

Filmes	Thickness (mm)	Moisture content (%)	WVP (g mm kPa ⁻¹ h ⁻¹ m ⁻²)	TS (MPa)	ϵ (%)
Pectin	0.08 ± 0.004 ^c	0.22 ± 0.17 ^b	0.13 ± 0.07 ^c	35.57 ± 2.81 ^a	4.27 ± 1.08 ^c
WIB	0.28 ± 0.01 ^a	6.36 ± 1.14 ^a	1.18 ± 0.02 ^b	7.64 ± 1.60 ^b	25.73 ± 6.71 ^b
IB2	0.29 ± 0.03 ^a	5.66 ± 0.55 ^a	1.54 ± 0.09 ^a	3.40 ± 0.57 ^c	72.63 ± 7.57 ^a
IB3	0.23 ± 0.02 ^b	5.98 ± 0.31 ^a	1.03 ± 0.04 ^b	3.38 ± 0.71 ^c	62.55 ± 17.32 ^a

Mean $\pm$ standard deviation. Values in the same column bearing different letters are significantly different ($p < 0.05$) as per the Tukey's test.

The WVP values of the film samples were significantly different ($p < 0.05$) ranging from 0.13 to 1.54 g mm kPa⁻¹ h⁻¹ m⁻², with a significant increase in WIB (1.18), IB2 (1.54) and IB3 (1.03) compared to the control (0.13). The main polysaccharides present in fruit pulps are pectic and cellulosic substances, in addition, different low molecular weight sugars, with hydrophilic nature, acts as plasticizing agents in the films (McHugh, Huxsoll & Krochta, 1996). In line with the moisture content results (Table 2), the presence of sugars in the pulps decreases the water vapor permeation (Krochta, 2002) in the films. The WVP of the mango pulp films was lower than those of açai pulp- (Espitia et al., 2014), apple- (Ravishankar, Zhu, Olsen, McHugh & Friedman, 2009; Ravishankar et al., 2012), papaya- (Lorevice, Moura, Aouada & Mattoso, 2012) and tomato-based films (Otoni et al., 2014). Therefore, it is possible to state that the mango films (WIB, IB2 and IB3) are within the same range of water barrier properties for food packaging applications.

Mechanical properties are considered to be key requirements of packaging films. Low strength or elasticity hinders film functionality in the production, handling, and storage stages (Shafie, Yusof, Samsudin & Gan, 2020). The tensile test results showed that the pure pectin film (control) had significantly ($p < 0.05$) greater tensile strength and lower elongation at break when compared to the mango pulp films. This behavior can be explained by the plasticizing effect of the sugars present in the mango pulp. The pectin matrix free of plasticizers encompasses polymer chains with less mobility, reducing the ductility and providing large mechanical resistance to the film (Shafie & Gan, 2020).

The significant difference in tensile strength indicates that the IB level influenced the mechanical resistance of the films. The tensile strength of WIB was 7.64 MPa, significantly higher than the values found for the IB2 and IB3 films, 3.40 and 3.38 MPa, respectively. This may be due to the lower fiber content found in the collapsed pulps (Table 1) since fibers have a reinforcing effect on polymer matrices.

Films loaded with fibers have good mechanical properties, which are related to good adhesion at the polymer-fiber interface, which promotes an effective transfer of stresses from the polymeric matrix to the fiber (Kuciel, Mazur & Jakubowska, 2019). The increase in tensile strength with increasing fiber content of fruit puree-based films has been reported in other studies (Ma et al., 2020; Varghese, Pulikkalparambi, Rangappa, Siengchin & Parameswaranpillai, 2020; Kuciel et al., 2019).

The elongation at break (Table 2) increased significantly in the films composed of collapsed mango pulp (IB2 and IB3), corroborating with the plasticizing effect of the mango pulp sugars (Munhoz et al., 2018, Viana et al., 2018). The high sugar content in the corresponding pulps relates to the IB stage because the collapse accelerates mango ripening (Seshadri, Manoharan & Singh, 2019). making them more flexible.

3.2.5. Optical properties

Optical properties are important parameters of food packaging materials, as they relate to the acceptance of the product by the consumer (Song, Zuo & Chen, 2018). Table 3 presents the color analysis results of the pure pectin, WIB, IB2 and IB3 films.

As observed in Table 3, the WIB and IB2 films showed a slightly darker color than the pure pectin film, based on the L^* (brightness) values, 80.6 and 78.7,

respectively. L^* values above 70 represent films with light colors, which is recurrent in edible films (Basiak, Debeaufort & Lenart, 2015; Galus & Kadzi, 2016). Regarding the chromatic coordinates, the a^* values ranged from -0.2 to 3.5 and a significant difference was observed between IB2 and IB3 ($p < 0.05$). The IB3 film was slightly greenish, while the IB2 film showed a slightly reddish color based on its positive a^* value. For the b^* values, a significant variation from -7.8 to 68.6 was observed between the mango films and the control ($p < 0.05$). The mango pulp provided color to the films, which is evidenced by the increase in the yellowish tone (positive b^* coordinate values) ranging from 60.2 to 68.6 ($p < 0.05$). Munhoz et al. (2018) also observed an increase in the yellowish color of films based on passion fruit pulp, as well as in films with a 50/50 pectin/passion fruit peel ratio. Positive a^* and b^* coordinates imply in predominant red and yellow colors in the films, respectively. The a^* value may be related to the predominance of carotenoids and lycopene and the parameter b^* relates to the orange color of mango fruits due to β -carotene (Pathare et al., 2013).

Table 3. Colorimetric parameters of luminosity (L*), a*, b* chroma (C*), hue angle (h°), total color difference (ΔE^*), transmittance (%), haze (%) and clarity (%) of pure pectin films, WIB, IB2 and IB3.

Films	L*	a*	b*	C*	h°	ΔE^*	Transmittance (%)	Haze (%)	Clarity (%)
Pectin	89.8 $\pm$ 0.2 ^a	1.1 $\pm$ 0.02 ^{ab}	-7.8 $\pm$ 0.03 ^d	7.9 $\pm$ 0.04 ^d	278.1 $\pm$ 0.2 ^a	7.8 $\pm$ 0.0 ^d	87.9 $\pm$ 0.7 ^a	7.0 $\pm$ 0.7 ^d	96.9 $\pm$ 0.1 ^a
WIB	80.6 $\pm$ 1.3 ^b	2.0 $\pm$ 1.1 ^{ab}	64.4 $\pm$ 1.6 ^b	64.4 $\pm$ 1.6 ^b	88.3 $\pm$ 0.9 ^b	65.8 $\pm$ 1.8 ^b	71.7 $\pm$ 0.4 ^c	77.9 $\pm$ 0.3 ^b	13.1 $\pm$ 0.2 ^b
IB2	78.7 $\pm$ 2.0 ^c	3.5 $\pm$ 1.7 ^a	68.6 $\pm$ 1.7 ^a	68.7 $\pm$ 1.8 ^a	87.1 $\pm$ 1.4 ^c	70.3 $\pm$ 1.7 ^a	66.7 $\pm$ 0.5 ^d	82.2 $\pm$ 0.3 ^a	12.1 $\pm$ 0.1 ^c
IB3	83.6 $\pm$ 0.3 ^{ab}	-0.2 $\pm$ 0.3 ^b	60.2 $\pm$ 0.9 ^c	60.2 $\pm$ 0.9 ^c	90.2 $\pm$ 0.3 ^{ab}	61.1 $\pm$ 0.9 ^c	77.5 $\pm$ 0.3 ^b	74.5 $\pm$ 0.2 ^c	13.4 $\pm$ 0.1 ^b

Mean $\pm$ standard deviation. Values in the same column bearing different letters are significantly different ($p < 0.05$) as per the Tukey's test.

The C* values of the films ranged from 7.9 to 68.7 ($p<0.05$), with greater saturation for the IB2 film and the lowest value for the control. The increase in C* is indicative of chlorophyll degradation and carotenoid synthesis, which reflects an increase in the yellowish color intensity observed in the mango films (Lawless & Heymann, 2010).

The h° values, which defines red at 0° , yellow at 90° , green at 180° , and blue at 270° , ranged from 87.1 to 278.1, indicating that the films had a predominance of yellow tint, except for IB3, whose h° value between the yellowish and bluish interpretation, when compared to the pure pectin film. The total color difference (ΔE^*) ranged from 7.8 to 70.3 and significant differences are observed between all samples ($p<0.05$), demonstrating that the films had different colors distinguishable with the naked eye. Thus, the mango films were clear (L^* value closer to 100), with yellow (h° close to 90°) and more saturated (C* more distant from zero) tones.

The light barrier properties are important properties of packaging films in terms of food protection against deterioration caused by visible and ultraviolet light, since photosensitive foods can suffer oxidation, lose nutrients, and develop unpleasant flavors (Crizel et al., 2018; Han, Yu & Wang, 2018). Luminous transmittance (%) represents the total percentage of incident light that is transmitted through the packaging material. Films with transmittance above 90% are considered as transparent structures (Hernandez, 1997). The transmittance values ranged from 66.7 to 87.9% ($p<0.05$), the haze values ranged from 7.0 to 82.2% ($p<0.05$), whereas the clarity values (%) ranged from 12.1 to 96.9, with significant differences ($p<0.05$) between the mango films and the control, the latter being the clearest sample.

According to these results, the mango films with different IB levels were opaque and more colorful, with tones ranging from light yellow to dark, which is pulp chemical composition at the different IB levels, particularly the presence of pigments (carotenoids and lycopene, β -carotene related to the orange color of mango fruits) (Solovchenko, Yahia & Chen, 2019). Given these characteristics, the collapsed mango films developed herein can be suitable to pack light-sensitive foods (Crizel et al., 2018).

3.2.6. Biodegradability

To give a preliminary insight into the biodegradability of mango films, a qualitative soil composting study was performed using indoor conditions. The film weight could not be determined precisely because the soil impregnated the sample after they were removed from the composting medium. The images of the films after the test are shown in Fig. 7.

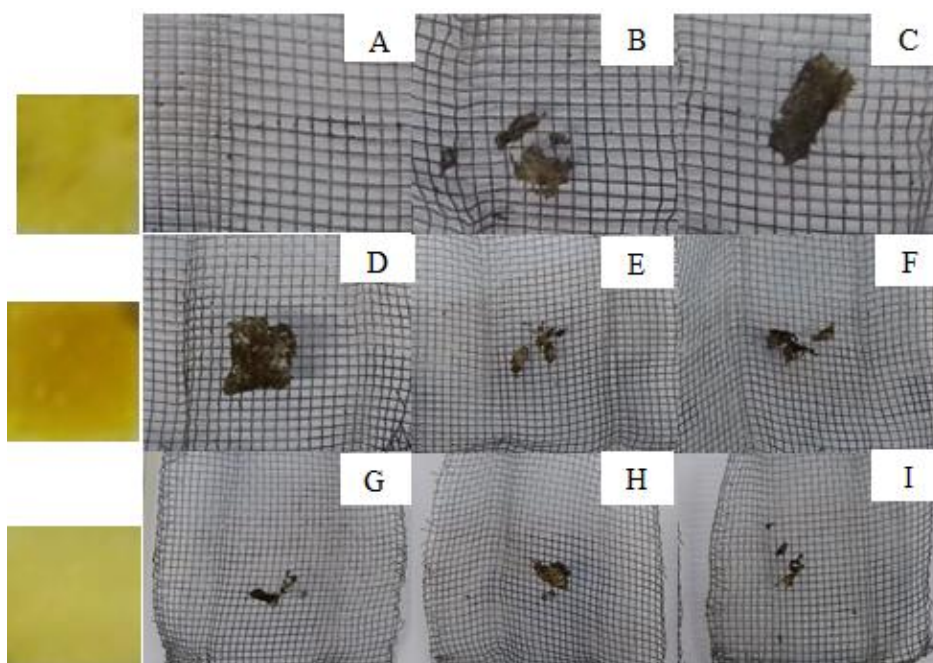


Fig. 7. Image of WIB (A, B and C), IB2 (D, E and F) and IB3 (G, H and I) after 10 days of composting test.

It can be seen that all films have changed their tonality. The disintegration of the films occurred almost entirely over the 10th day of incubation. Overall, the low molecular weight sugars of mango pulp, such as glucose, fructose, and sucrose, are easily assimilated by microorganisms (Cinelli et al., 2014; Medina Jaramillo, Gutiérrez, Goyanes, Bernal & Famá, 2016). IB-affected mango pulps tend to show a low calcium (Ca) concentration. This impairs the maintenance of the membrane integrity and stability of the cell wall (Tagliavini et al., 2016; Amarante et al., 2013; Freitas et al., 2010), favoring the decomposition of mango pulp macromolecules. The degradation of pectic substances, in specific, can follow two main routes: (i) depolymerization by β elimination reactions catalyzed by pectin lyase of microbiological origin or (ii) demethylation with the aid of pectin esterase, followed by acid hydrolysis of α (1 $\rightarrow$ 4) bonds by polygalacturonases (Singthong, Cui, Ningsanond & Douglas Goff, 2004).

Considering the short disintegration time of the mango films work (10 days), it is possible to suggest that the films obtained from IB-affected mango pulps can be composted, favoring a rapid mineralization by the soil microbiota and the metabolization of biopolymers, converting them into elementary substances (carbon dioxide, methane, water, biomass) (Mohee, Unmar, Mudhoo & Khadoo, 2008). Therefore, the production of edible films from IB-affected mangoes becomes an alternative to add value to fruits that could potentially be rejected by consumers, while it is a sustainable approach to produce films that could replace petroleum-derived materials, thus reducing the environmental impact caused by non-biodegradable plastic packaging.

4. Conclusion

Mangoes with pulp affected by IB were successfully turned into edible films by continuous solution casting. This technique allowed for the retention of the natural mango pulp color in the films, while increasing the edible film productivity. The edible film properties were found to be affected by IB, as the physicochemical parameters of the mango pulps changed with the IB progression. Thin films with highest water vapor permeability, and largest ductility and opacity were obtained from mango pulps affected by the most advanced IB stage. Overall, injured mango pulps can be used as raw materials to produce edible films with suitable properties for food packaging applications. In a broader perspective, the approach described here can be applied to other injured fruits as a means of valorizing fruits that are typically wasted due to aesthetical imperfection.

Acknowledgments

The authors are grateful to the Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel (CAPES, Brazil - Finance Code 001), FAPESP (grant n°: 2018/07860-9), and DEMa/UFSCar for the financial support. All experimental work reported in this article was supported by the staff (P. Lasso, V. Farias and A. Thomazi) of Embrapa Instrumentation, Brazil.

5. References

- Abbott, J. A. Quality measurement of fruits and vegetables (1999). *Postharvest Biology and Technology*, 15, 207–225. [https://doi.org/10.1016/S0925-5214\(98\)00086-6](https://doi.org/10.1016/S0925-5214(98)00086-6)
- Amarante, C. V. T., Miqueloto, A., Freitas, S. T., Steffens, C. A., Silveira, J. P. G., & Corrêa, T. R. (2013). Fruit sampling methods to quantify calcium and magnesium contents to predict bitter pit development in ‘Fuji’ apple: A multivariate approach. *Scientia Horticulturae*, 157(1), 19-23. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2013.03.021>
- ASTM E96-E96M (2016). ASTM E96-E96M Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials West Conshohocken. West Conshohocken: ASTM International
- ASTM D1003 (2007). ASTM D1003 - Standard test methods for haze and luminous transmittance of transparent plastics.
- ASTM D882-97 (1997). ASTM D882-97 – Standard test methods for tensile properties of thin plastic sheeting.
- Azeredo, H. M. C., Morrugares-Carmona, R., Wellner, N., Cross, K., Bajka, B., & Waldron, K.W. (2016). Development of pectin films with pomegranate juice and citric acid *Food Chemistry*, 198, 101–106. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.10.117>
- Basiak, E., Debeaufort, F., & Lenart, A. (2015). Effect of oil lamination between plasticized starch layers on film properties. *Food Chemistry*. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.04.09>
- Brecht, J. K. (2019). Mango. In S. T. de Freitas, & S. Pareek (Eds.), *Postharvest Physiological Disorders in Fruit and Vegetables* (pp. 443-466). Boca Raton: CRC Press.
- Brito, T. B., Carrajola, J. F., Gonçalves, E. C. B. A., Martelli-Tosi, M., & Ferreira, M. S. L. (2019). Fruit and vegetable residues flours with different granulometry range as raw material for pectin-enriched biodegradable film preparation. *Food Research International*, 121, 412–421. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.03.058>
- Brunetto, G., Melo, G. W. B., Toselli, M., Quartieri, M., & Tagliavini, M. (2015). The role of mineral nutrition on yields and fruit quality in grapevine, pear and apple. *Revista Brasileira de Fruticultura*, 37, 1089- 1104. <https://doi.org/10.1590/0100-2945-103/15>

- Cartilha Técnica: A medida das frutas - São Paulo: CEAGESP - Companhia de Entrepósitos e Armazéns Gerais de São Paulo. Centro de Qualidade, Pesquisa e Desenvolvimento, 2017. 16p. 1. Classificação. 2. Frutas. I Título
- Chen, Y., Xu, L., Wang, Y., Chen, Z., Zhang, M., & Chen, H. (2020). Characterization and functional properties of a pectin/tara gum based edible film with ellagitannins from the unripe fruits of *Rubus chingii* Hu. *Food Chemistry*, 325. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126964>
- Cinelli, P., Schmid, M., Bugnicourt, E., Wildner, J., Bazzichi, A., Anguillesi, I., & Lazzeri, A. (2014). Whey protein layer applied on biodegradable packaging film to improve barrier properties while maintaining biodegradability. *Polymer Degradation and Stability*, 108, 151–157. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2014.07.00>.
- Crizel, T. de Moraes, de Oliveira Rios, A., Alves, V. D., Bandarra, N., Moldão-Martins, M., & Flôres, S. H. (2018). Biodegradable films based on gelatin and papaya peel microparticles with antioxidant properties. *Food and bioprocess technology*, 11(3), 536-550. <https://doi.org/10.1007/s11947-017-2030-0>.
- Dash, K. K., Ali, N. A., Das, D., & Mohanta, D. (2019). Thorough evaluation of sweet potato starch and lemon-waste pectin based-edible films with nano-titania inclusions for food packaging applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 139, 449–458. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.07.193>.
- Espitia, P. J. P., Avena-Bustillos, R. J., Du, W. X., Teófilo, R. F., Soares, N. F. F., & McHugh, T. H. (2014). Optimal antimicrobial formulation and physical–mechanical properties of edible films based on açai and pectin for food preservation. *Food Packaging and Shelf Life*, 2, 38-49. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2014.06.002>.
- FAO. (2019). Mango production worldwide from 2000 to 2017 (in million metric tons). Statista. Statista Inc. Accessed on: May 10, 2020. <<https://www.statista.com/statistics/577951/world-mango-production/>>.
- Freitas, S. T., Amarante, C. V. T., Labavitch, J. M., & Mitcham, E. J. (2010). Cellular approach to understand bitter pit development in apple fruit. *Postharvest Biology and Technology*, 57(1), 6-13. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2010.02.006>
- Galus, S., & Kadzi, J. (2016). Whey protein edible films modified with almond and walnut oils. *Food Hydrocolloids*, 52, 78–86. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.06.013>.
- Han, Y., Yu, M., & Wang, L. (2018). Preparation and characterization of antioxidant soy protein isolate films incorporating licorice residue extract. *Food hydrocolloids*, 75, 13-21.

- Hernandez, R. J. (1997). Food Packaging Materials, Barrier Properties, and Selection. In K. J. Valentas, E. Rotstein, & R. P. Singh (Eds.), *Handbook of Food Engineering Practice* (pp. 307–360). Boca Raton: CRC Press.
- Kaya, M., Ravikumar, P., Ilk, S., Mujtaba, M., Akyuz, L., Labidi, J., & Erkul, S. K. (2018). Production and characterization of chitosan based edible films from *Berberis crataegina*'s fruit extract and seed oil. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 45, 287-297. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2017.11.013>.
- Kuciel, S., Mazur, K., & Jakubowska, P. (2019). Novel biorenewable composites based on poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) with natural fillers. *Journal of Polymers and the Environment*, 27(4), 803-815. <https://doi.org/10.1007/s10924-019-01392-4>.
- Krochta, J. M. (2002). Proteins as raw materials for films and coatings: definitions, current status, and opportunities. In A. Gennadios (Ed.), *Protein-based films and coatings* (pp. 1–41). Boca Raton: CRC Press.
- Lawless, H. T., & Heymann, H. (2010). Sensory evaluation of food: Principles and practices (2nd ed.). New York: Springer.
- Liu, Z., Lin, D., Lopez-Sanchez, P., & Yang, X. (2020). Characterizations of bacterial cellulose nanofibers reinforced edible films based on konjac glucomannan. *International Journal of Biological Macromolecules*, 145, 634-645. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.12.109>.
- Lorevice, M. V., Moura, M. R., Aouada, F. A., & Mattoso, L. H. C. (2012). Development of novel guava puree films containing chitosan nanoparticles. *Journal of Nanoscience Nanotechnology*, 12, 1–7. <https://doi.org/10.1166/jnn.2012.5716>.
- Ma, Y., Teng, A., Zhao, K., Zhang, K., Zhao, H., Duan, S. & Wang, W. (2020). A top-down approach to improve collagen film's performance: The comparisons of macro, micro and nano sized fibers. *Food chemistry*, 309, 125-624. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125624>
- Malo, S. E., & Campbell, C. W. (1978). Studies on mango fruit breakdown in Florida. *Proceedings of the American Society for Horticultural Science*, 22, 1-15.
- Martelli, M. R., Barros, T. T., Moura, M. R., Mattoso, L. H. C., & Assis, O. B. G. (2013). Effect of chitosan nanoparticles and pectin content on mechanical properties and water vapor permeability of banana puree films. *Journal of Food Science*, 78, 98-104, 2013. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2012.03006.x>
- McGuire, R. G. (1992). Reporting of Objective Color Measurements. *HortScience*, 27(12), 1254- 1255. <https://doi.org/10.21273/HORTSCI.27.12.1254>

- Medina Jaramillo, C., Gutiérrez, T. J., Goyanes, S., Bernal, C., & Famá, L. (2016). Biodegradability and plasticizing effect of yerba mate extract on cassava starch edible films. *Carbohydrate Polymers*, 151, 150–159. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.05.025>.
- Mohee, R., Unmar, G. D., Mudhoo, A., & Khadoo, P. (2008). Biodegradability of biodegradable/ degradable plastic materials under aerobic and anaerobic conditions. *Waste Manage*, 28, 1624–1629. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2007.07.003>
- Moreira, F. K. V., De Camargo, L. A., Marconcini, J. M., & Mattoso, L. H. C. (2013). Nutraceutically inspired pectin-Mg(OH)² nanocomposites for bioactive packaging applications. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 61, 7110–7119. <https://doi.org/10.1021/jf402110g>
- Mchugh, T. H., Huxsoll, C. C., & Krochta, J. M. (1996). Permeability properties of fruit puree edible films. *Journal of Food Science*, 61(1), 88–91. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1996.tb14732.x>
- Munhoz, D. R., Moreira, F. K. V., Bresolin, J. D., Bernardo, M. P., De Sousa, C. P., & Mattoso, L. H. C. (2018). Sustainable production and *in vitro* biodegradability of edible films from yellow passion fruit coproducts via continuous casting. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 6, 9883–9892 <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.8b01101>
- Nataraj, S., Schomäcker, R., Kraume, M., Mishra, I. M., & Drews, A. (2008). Analyses of polysaccharide fouling mechanisms during crossflow membrane filtration. *Journal of Membrane Science*, 308, 152–161. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2007.09.060>
- Norcino, L. B., Mendes, J. F., Natarelli, C. V. L., Manrich, A., Oliveira, J. E., & Mattoso, L. H. C. (2020). Pectin films loaded with copaiba oil nanoemulsions for potential use as bio-based active packaging. *Food Hydrocolloids*, 1–64. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.105862>
- Ntsoane, M. L., Zude-Sasse, M., Mahajan, P., & Sivakumar, D. (2019). Quality assesment and postharvest technology of mango: A review of its current status and future perspectives. *Scientia Horticulturae*, 249, 77–85. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2019.01.033>.
- Okawa, K. (2015). Market and Trade Impacts of Food Loss and Waste Reduction, OECD, Food, Agriculture and Fisheries Papers, No. 75. OECD Publishing: <<http://dx.doi.org/10.1787/5js4w29h0wr2-en>>. Accessed on: May 21, 2020.
- Oliveira, A. V., Silva, A. P. M., Barros, M. O., Filho, M., De Sá, M. S., Rosa, M. F., & Azeredo, H. M. C. (2018). Nanocomposite Films from Mango Kernel or Corn Starch with Starch Nanocrystals. *Starch*, 1–30.

<https://doi.org/10.1002/star.201800028>

- Otoni, C. G., Moura, M. R., Aouada, F. A., Camilloto, G. P., Cruz, R. S., Lorevice, M. V., Soares, N. F. F., & Mattoso, L. H. C. (2014). Antimicrobial and physicalmechanical properties of pectin/papaya puree/cinnamaldehyde nanoemulsion edible composite films. *Food Hydrocolloids*, 41, 188–194. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.04.013>
- Parfitt, J., Barthel, M., & Macnaughton, S. (2010). Review Food waste within food supply chains: quantification and potential for change to 2050. *Philosophical Transactions of The Royal Society B*, 365, 3065–3081. <https://doi.org/10.1098/rstb.2010.0126>
- Pathare, P. B., Opara, U. L., & Al-Said, F. A. (2013). 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>
- Prosky, L., Asp, N. G., Furda, I., Devries, J. W., Schweizer, T. F., & Harland, B. F. (1985). The determination of total dietary fiber in foods, food products: collaboratory study. *Journal of the Association of Official Analytical Chemists*, 68(4), 677-679,
- Raymond, L., Schaffer, B., Brecht, J. K., & Crane, J. H. (1998). Internal breakdown in mango fruit: symptomology and histology of jelly seed, soft nose and stem-end cavity. *Postharvest Biology and Technology*, 13, 59–70. [https://doi.org/10.1016/S0925-5214\(97\)00074-4](https://doi.org/10.1016/S0925-5214(97)00074-4)
- Ravishankar, S., Jaroni, D., Zhu, L., Olsen, C., McHugh, T., & Friedman, M. (2012). Inactivation of *Listeria monocytogenes* on ham and bologna using pectin-based apple, carrot, and hibiscus edible films containing carvacrol and cinnamaldehyde. *Journal Food Science*, 77(7). <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2012.02751.x>.
- Ravishankar, S., Zhu, L., Olsen, C. W, McHugh, T. H., & Friedman, M. (2009). Edible apple film wraps containing plant antimicrobials inactivate foodborne pathogens on meat and poultry products. *Journal Food Science*, 74(8), M440–445. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2009.01320.x>.
- Seshadri, S., Manoharan, S., & Singh, H. S. (2019). Preventive regulation of jelly seed disorder in ‘Amrapali’ mango (*Mangifera indica*) by preharvest spray. *Horticultural Plant Journal*, 5(2), 70-78. <https://doi.org/10.1016/j.hpj.2018.08.002>.
- Shafie, M. H., Yusof, R., Samsudin, D., & Gan, C. Y. (2020). *Averrhoa bilimbi* pectin-based edible films: Effects of the linearity and branching of the pectin on the physicochemical, mechanical, and barrier properties of the films. *International Journal of Biological Macromolecules*, 163(15), 1276-1282. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.07.109>.

- Shafie, M. H., & Gan, C. Y. (2020). Could choline chloride-citric acid monohydrate molar ratio in deep eutectic solvent affect structural, functional and antioxidant properties of pectin? *International Journal of Biological Macromolecules*, 149(15), 835-843. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.02.013>
- Shewfelt, R. L., Thai, C. M., & Davis, J. W. (1988). Prediction of changes in color of tomatoes during ripening at different constant temperatures. *Journal of Food Science*, 53, 1433-1437. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1988.tb09293.x>
- Shen, Y., & Wu, P. (2003). Two-dimensional ATR-FTIR spectroscopic investigation on water diffusion in polypropylene film: water bending vibration. *The Journal of Physical Chemistry B*, 107, 4224-4226. <https://doi.org/10.1021/jp0269975>
- Singh, D. K., Ram, R. B., & Yadava, L. P. (2013) Preharvest treatment of Ca, K, and B reduces softening of tissue in ‘Dashehari’ mango. *International Journal of Fruit Science*, 13, 299–311. <https://doi.org/10.1080/15538362.2012.679200>.
- Singthong, J., Cui, S. W., Ningsanond, S., & Douglas Goff, H. (2004). Structural characterization, degree of esterification and some gelling properties of Krueo Ma Noy (*Cissampelos pareira*) pectin. *Carbohydrate Polymers*, 58(4), 391–400. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2004.07.018>.
- Solovchenko, A., Yahia, E. M., & Chen, C. (2019). Pigments. In E. M. Yahia, & A. C. Lopez (Eds.), *Postharvest Physiology and Biochemistry of fruits and Vegetables* (pp. 225-252). Sawston: Woodhead Publishing.
- Song, X., Zuo, G., & Chen, F. (2018). Effect of essential oil and surfactant on the physical and antimicrobial properties of corn and wheat starch films. *International Journal of Biological Macromolecules*, 107, 1302-1309. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.09.114>
- Song, N., Hou, X., Chen, L., Cui, S., Shi, L., & Ding, P. (2017). A green plastic constructed from cellulose and functionalized graphene with high thermal conductivity. *ACS Applied Materials, and Interfaces*, 9(21), 17914–17922. <https://doi.org/10.1021/acsami.7b02675>.
- Sothornvit, R., & Rodsamran, P. (2008). Effect of a mango film on quality of whole and minimally processed mangoes. *Postharvest Biology and Technology*, 47(3), 407-415. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2007.08.005>
- Stoll, L., Silva, A. M. D., Costa, T. M. H., Flôres, S. H., & Rios, A. D. O. (2017). Active biodegradable film with encapsulated anthocyanins: Effect on the quality attributes of extra-virgin olive oil during storage. *Journal of Food Processing and Preservation*, 41, 213–218. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13218>
- Sucheta, Rai, S. K., Chaturvedi, K., & Yadav, S. K. (2019). Evaluation of structural

- integrity and functionality of commercial pectin based edible films incorporated with corn flour, beetroot, orange peel, muesli and rice flour. *Food Hydrocolloids*, 91, 127–135. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.01.022>.
- Szymanska-Chargot, M., & Zdunek, A. (2013). Use of FT-IR spectra and PCA to the bulk characterization of cell wall residues of fruits and vegetables along a fraction process. *Food Biophysics*, 8, 29–42. <https://doi.org/10.1007/s11483-012-9279-7>.
- Tagliavini, M., Scandellari, F., & Toselli, M. (2016). La fertilizzazione dei sistemi frutticoli. In C. Grignani (Ed.), *Fertilizzazione sostenibile* (pp. 391-416). Bologna: Edagricole.
- Tharanathan, R. N., Yashoda, H. M., & Prabha, T. N. (2006). Mango (*Mangifera indica* L.), "The King of Fruits" - An overview. *Foods Reviews International*, 22, 95-123. <https://doi.org/10.1080/87559120600574493>.
- Tran, T. T. B., Roach, P., Nguyen, M. H., Pristijono, P., & Vuong, Q. V. (2020). Development of biodegradable films based on seaweed polysaccharides and Gac pulp (*Momordica cochinchinensis*), the waste generated from Gac oil production. *Food Hydrocolloids*, 99, 1-10. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105322>.
- Variyan, J. N., & Jordan, J. L. (1988). An application of models for survival data to postharvest systems evaluation. Proceeding of the Florida State Horticultural Society, Winter Haven, Flórida, 101, 200-202.
- Varghese, S. A., Pulikkalparambi, H., Rangappa, S. M., Siengchin, S., & Parameswaranpillai, J. (2020). Novel biodegradable polymer films based on poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) and ceiba pentandra natural fibers for packaging applications. *Food Packaging and Shelf Life*, 25, 100-538. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2020.100538>
- Viana, R. M., Sá, N. M. S. M., Barros, M. O., Borges, M. de F., & Azeredo, H. M. C. (2018). Nanofibrillated bacterial cellulose and pectin edible films added with fruit purees. *Carbohydrate Polymers*, 196, 27–32. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.05.017>
- Wang, Y., Ahmed, Z., Feng, W., Li, C., & Song, S. (2008). Physicochemical properties of exopolysaccharide produced by *Lactobacillus kefiranofaciens* ZW3 isolated from Tibet kefir. *International Journal of Biological Macromolecules*, 43, 283-288. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2008.06.011>
- Wainwright, H.; & Burbage, M. B. (1989). Physiological disorders in mango (*Mangifera indica* L.) fruit. *Journal of Horticultural Science*, 64(2), 125-135. <https://doi.org/10.1080/14620316.1989.11515936>

Considerações Finais

O presente trabalho resultou que técnicas espectroscópicas aliadas com algoritmos de aprendizado de máquina são capazes de diferenciar frutos com e sem colapso de manga cv 'Palmer'.

A partir da investigação do perfil mineral e físico-químico é possível identificar diferenças entre os grupos de frutos, tornando-se um auxílio para a melhoria do manejo no pomar e garantir frutos de qualidade para o consumidor final.

Com o perfil volátil é possível identificar marcadores que distinguem os dois grupos de frutos. A partir disso, é possível adentrar em estudos que expliquem a expressão dos voláteis presentes em mangas colapsadas.

Mangas com colapso apresentam uma alternativa à matéria-prima utilizadas em embalagens. Além de possuir características que as definem com potencial para invólucro, agregam valor ao produto e reduzem o desperdício alimentar.

Referências

1. Griesbach J. Mango growing in Kenya. Nairobi: ICRAF, 2003. 117 p.
2. Kundiu S. Baby food from mango. In: Valavi SG, Rajmohan K, Govil JN, Peter KV, Thottappilly G, editors. Mango production and processing technology. Houston: Studium Press LLC, 2012. p. 598.
3. Food and Agriculture Organization of the United Nations. [Internet]. FAO-Faostat. 2017. Available from: <http://faostat.fao.org/site/339/default.aspx>.
4. Anuário Brasileiro de Fruticultura. Santa Cruz do Sul: Editora Gazeta; 2017. 88 p.
5. Farina V, D'Asaro A, Mazzaglia A, Gianguzzi G, Palazzolo E. Chemical-physical and nutritional characteristics of mature-green and mature-ripe "Kensington Pride" mango fruit cultivated in Mediterranean area during cold storage. *Fruits*. 2017;72(4):221–229.
6. Lauricella M, Emanuele S, Calvaruso G, Giuliano M, D'Anneo A. Multifaceted health benefits of *Mangifera indica* L. (mango): The inestimable value of orchards recently planted in Sicilian rural areas. *Nutrients*. 2017;9(525):1-14.
7. Munasque VS, Abdullah H, Gelido MERA, Rohaya MA, Zaipun MZ. Fruit growth and maturation of banana. In: Hassan A, Pantastico EB, editors. Banana: fruit development, postharvest physiology, handling and marketing in ASEAN. Malaysia: ASEAN Food Handling Bureau;1990. p. 159.

8. Kader AA. Postharvest Technology of Horticultural Crops. 3rd ed. California: University of California Agriculture & Natural Resources; 2002. 535 p.
9. Malik AU, Hafeez O, Johnson P, Campbell JA, Amin M, Saeed M, et al. Toward developing, a sea-freight supply chain for delivering Pakistani mangoes to European supermarket: A private-public sector Model. *Acta Horticulturae*. 2010;83-89.
10. Jacobi KK, Macrae EA, Hetherington SE. Early detection of abnormal skin ripening characteristics of 'Kensington' mango (*Mangifera indica* L.). *Scientia Horticulturae*. 1998;72:215-225.
11. Variyan JN, Jordan JL. An application of models for survival data to postharvest systems evaluation. *Proceedings of the Florida State Horticultural Society*. 1988;101:200-202.
12. Borges RF. *Panela furada: o incrível desperdício de alimentos no Brasil*. 3 ed. São Paulo: Columbus; 1991. 124 p.
13. Food and Agriculture Organization of the United Nations. [Internet]. FAO-Faostat. 2017a. 2 p. Available from: <http://www.fao.org/3/a-i7338s.pdf>.
14. FAO, IFAD, UNICEF, WFP; WHO. [Internet]. The state of food security and nutrition in the world 2017: building resilience for peace and food security. 2017. 117 p. Available from: www.fao.org/3/a-i7695e.pdf.
15. Food and Agriculture Organization of the United Nations. [Internet]. FAO-Faostat. 2015. 30 p. Available from: <http://www.fao.org/3/a-i4655s.pdf>.

16. Choudhury MM, Costa TS. Perdas na cadeia de comercialização da manga. Petrolina: Embrapa Semiárido; 2004. 44 p. Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/154309/1/SDC186.pdf>.
17. Roizen MF, Puma JL. A dieta da idade verdadeira. Rio de Janeiro: Campus; 2001. 400 p.
18. Valexport. Associação dos Produtores e Exportadores de Hortigranjeiros e Derivados do Vale do São Francisco. 2016. Disponível em: <http://www.valexport.com.br>.
19. Food and Agriculture Organization of the United Nations. [Internet]. FAO-Faostat. 2015. Available from: <http://faostat.fao.org/site/339/default.aspx>.
20. Singh Z, Singh RK, Sane VA, Nath P. Mango: Post-harvest biology and biotechnology, Critical Reviews in Plant Science. Postharvest Biology and Biotechnology. 2013;32(4):217-236.
21. Lima MAC. Manga: colapso interno. Petrolina: Embrapa Semiárido; 2021. Disponível em: <https://www.embrapa.br/en/agencia-de-informacao-tecnologica/cultivos/manga/producao/problemas-de-causa-abiotica/colapso-interno>.
22. Wainwright H, Burbage MB. Physiological disorders in mango (*Mangifera indica* L.) fruit. Journal of Horticultural Science. 1989;64(2):125-135.
23. Watanabe HS. Desordens fisiológicas são ainda mistérios na pós-colheita. Revista Visão Agrícola. 2007;7:11-14.

24. Fonseca N, Cunha GAP, Nascimento AS, Filho HPS. A cultura da manga. 2. ed. revisada e ampliada. Brasília: Embrapa Informação Tecnológica; 2006. 63p.
25. Matos AP. Manga. Produção: aspectos técnicos. Brasília: Embrapa Comunicação para Transferência de Tecnologia; 2000. 63p.
26. Assis JS, Silva DJ, Moraes PLD. Equilíbrio nutricional e distúrbios fisiológicos em manga 'Tommy Atkins'. Revista Brasileira de Fruticultura. 2004;26(2):326-329.
27. Pinto ACQ. Nutrição mineral e adubação de mangueira. Campinas: CATI; 1984. 32 p.
28. Malo SE, Campbell CW. Studies on mango fruit breakdown in Florida. Proceedings of Tropical Region American Society for Horticultural Science. 1978;22:1-15.
29. Meurant VN, Johnson GI, Mayers PE. Mangoes diseases and disorders. Brisbane: Queensland Department of Primary Industries; 1988.14 p.
30. Gitonga KJ, Njuguna K, Gathambiri C, Muriuki SJN, Muthamia G, Wanjala S. Baseline survey report on mango production, post-harvest handling and marketing in Kilifi, Makueni, Embu and Meru Central Counties. Kenya Agricultural Research Institute; 2010.
31. Nicolai BM, Beullens K, Bobelyn E, Peirs A, Saeys W, Theron KI, et al. Nondestructive measurement of fruit and vegetable quality by means of NIR spectroscopy: A review. Postharvest Biology and Technology. 2007;46(2):99–118.

32. Dufour E. Principles of Infrared Technology. In: Sun D W, editor. Infrared Spectroscopy for Food Quality Analysis and Control. Boca Raton: CRC Press, 2008. p. 448.
33. Marcone MF, Wang S, Albabish W, Nie S, Somnarain D, Hill A. Diverse food-based applications of nuclear magnetic resonance (NMR) technology. Food Research International. 2013;51:729–747.
34. Zhang L, McCarthy MJ. Assessment of pomegranate postharvest quality using nuclear magnetic resonance. Postharvest Biology Technology. 2013;77:59–66.
35. Müller ALH. Attenuated total reflectance with Fourier transform infrared spectroscopy (ATR/FTIR) and different PLS Algorithms for simultaneous determination of clavulanic acid and amoxicillin in powder pharmaceutical formulation. Journal of the Brazilian Chemical Society. 2011;22(10):1903- 1912.
36. Flores DWM, Colnago LA, Ferreira MD, Spoto MHF. Prediction of orange juice sensorial attributes from intact fruits by TD-NMR. Microchemical Journal. 2016;128:113-117.
37. Pereira CAP, León GMP. Determinación del color em epicarpios de mango (*Mangifera* sp.) y plátano (*Musa* AAB) em maduración mediante sistema de visión computarizada. Revista Venezolana de Ciencia y Tecnologia de Alimentos. 2012;3(2):302-318.
38. Khoshroo A, Keyhani A, Zoroofi RA, Rafiee S, Zamani Z, Alsharif MR. Classification of pomegranate fruit using texture analysis of MR images. Agricultural Engineering International. 2009;14:661-1182.

39. Chen, P.; McCarthy, J.M.; Kauten, R. NMR for internal quality evaluation of fruits and vegetables. American Society of Agricultural Engineers. 1989;32(5):1747–1753.
40. Sonogo L, Benarie R, Raynal J, Pech JC. Biochemical and physical evaluation of textural characteristics of nectarines exhibiting woolly breakdown – NMR imaging, X-ray computed-tomography and pectin composition. Postharvest Biology Technology. 1995;5:187–198.
41. Zion B, Chen P, McCarthy MJ. Detection of bruises in magnetic resonance images of apples. Computers and Electronics in Agriculture. 1995;13(4):289–299.
42. Saito K, Miki T, Hayashi S, Kajikawa H, Shimada M, Kawate Y, et al. Application of magnetic resonance imaging to non-destructive void detection in watermelon. Cryogenics. 1996;36(2):1027– 1031.
43. Gonzalez JJ, Valle RC, Bobroff S, Biasi WV, Mitcham EJ, McCarthy MJ. Detection and monitoring of internal browning development in ‘Fuji’ apples using MRI. Postharvest Biology Technology. 2001;22(2):179–188.
44. Hernandez-Sanchez N, Hills BP, Barreiro P, Marigheto N. An NMR study on internal browning in pears. Postharvest Biology Technology. 2007;44:260–270.
45. Zur N, Shlizerman L, Ben-Ari G, Sadka A. Use of magnetic resonance imaging (MRI) to study and predict fruit splitting in citrus. The Horticulture Journal. 2017;86(2):151–158.

46. Kawano S, Abe H, Iwamoto M. Development of a calibration equation with temperature compensation for determining the Brix value in intact peaches. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*. 1995;3:211-218.
47. Schmilovitch Z, Mizrach A, Hoffman A, Egozi A, Fuchs Y. Determination of mango physiological indices by near-infrared spectrometry. *Postharvest Biology and Technology*. 2004;19:245–252.
48. Saranwong S, Sornsrivichai J, Kawano S. Prediction of ripe-stage eating quality of mango fruit from its harvest quality measured nondestructively by near infrared spectroscopy. *Postharvest Biology and Technology*. 2004;31:137-145.
49. Maniwaru P, Nakano K, Boonyakiat D, Ohashi S, Hiroi M, Tohyama, T. The use of visible and near infrared spectroscopy for evaluating passion fruit postharvest quality' *Journal of Food Engineering*. 2014;143:33-43.
50. Krivoshiev GP, Chalucova RP, Moukarev MI. A possibility for elimination of the interference from the peel in nondestructive determination of the internal quality of fruit and vegetables by VIS/NIR spectroscopy. *Lebensmittel Wissenschaft and Technology*. 2000;33(5):344–353.
51. Magwaza LS, Opara UL, Nieuwoudt H, Cronje PJR, Saeys W, Nicolai B. NIR Spectroscopy applications for internal and external quality analysis of citrus fruit – A review. *Food and Bioprocess Technology*. 2012;5(2):425-444.
52. Chen P, Nattuvetty VR. Light transmittance through a region of an intact fruit. *Transaction of the ASAE*. 1980;23:519-522.

53. Miller BK, Delwiche MJ. Peach defect detection with machine vision. *Transactions of the ASAE*. 1991;34(6):2588-2597.
54. Clark CJ, Mcglone VA, Silva HN, Manning MA, Burdon J, Mowat AD. Prediction of storage disorders of kiwifruit (*Actinidia chinensis*) based on visible-NIR spectral characteristics at harvest. *Postharvest Biology and Technology*. 2004;32:147-158.
55. Magwaza LS, Ford HD, Cronje PJR, Opara UL, Landahl S, Tatam RP. Application of optical coherence tomography to non-destructively characterize rind breakdown disorder of “Nules Clementine” mandarins. *Postharvest Biology Technology*. 2013;84:16-21.
56. Arendse E, Fawole OA, Magwasa LS, Nieuwoudt H, Opara UL. Evaluation of biochemical markers associated with the development of husk scald and the use of diffuse reflectance NIR spectroscopy to predict husk scald in pomegranate fruit. *Scientia Horticulturae*. 2018;240-249.
57. Geladi P, Kowalski BR. Partial least-squares regression: a tutorial. *Analytica Chimica Acta*. 1986;185:1-17.
58. Macedo PS. Aplicação de imagens digitais e técnicas espectroanalíticas combinadas com quimiometria para detecção e quantificação de adulteração em leite bovino. [Tese]. São Carlos: Universidade Federal de São Carlos; 2013. 79f.
59. Rodriguez-Saona LE, Allendorf ME. Use of FTIR for rapid authentication and detection of adulteration of food. *Annual Review of Food Science and Technology*. 2011;17(2):1–17.

60. Cadavid AS. Multicomponent quality control analysis for the tomato Industry using portable mid-infrared (MIR) spectroscopy. [Thesis]. Ohio: The Ohio State University; 2014. 58p.
61. Bureau S, Ruiz D, Reich M, Gouble B, Bertrand D, Audergon JM. Application of ATR-FTIR for a rapid and simultaneous determination of sugars and organic acids in apricot fruit. *Food Chemistry*. 2019;115:1133–1140.
62. Bureau S, Scibisz I, Bourvellec C, Renard, CMGC. Effect of sample preparation on the measurement of sugars, organic acids, and polyphenols in apple fruit by mid-infrared spectroscopy. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2012;60:3551–3563.
63. Kos G, Krska R, Lohninger H, Griffiths PR. A comparative study of midinfrared diffuse reflection (DR) and attenuated total reflection (ATR) spectroscopy for the detection of fungal infection on RWA2-corn. *Anais Bioanal. Chem*. 2004;378(1):159-166.
64. Khaled AY, Aziz SA, Bejo SK, Nawi NM, Seman IA, Onwude DI. Early Detection of Diseases in Plant Tissue Using Spectroscopy – Applications and Limitations. *Applied Spectroscopy Reviews*. 2017;1-68.
65. Bizzani M, Flores DWM, Colnago LA, Ferreira MD. Non-invasive spectroscopic methods to estimate orange firmness, peel thickness, and total pectin content. *Microchemical Journal*. 2017;133:168-174.

66. Borba KR, Sapelli KS, Spricigo P, Ferreira MD. Near Infrared Spectroscopy Sugar Quantification in Intact Orange. *Citrus Research & Technology*. 2017;38:1-7.

APÊNDICE A

**Estudo de mercado de frutos de mangas comercializados na CEAGESP
acometidos pelo colapso interno**

Objetivo: O objetivo da pesquisa será realizar a investigação e exploração do distúrbio fisiológico denominado colapso interno em frutos de mangas, comercializados na CEAGESP, por meio da aplicação de questionários. Esses serão fundamentados com base na literatura e na percepção dos atacadistas acerca do colapso interno. A partir dos dados coletados será possível compreender melhor as causas e traçar um perfil para caracterização do colapso interno.

1. Nome: _____
2. Empresa: _____
3. Função: _____

4. Há quanto trabalha com manga? ____ anos.

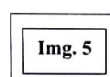
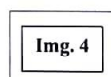
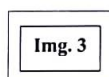
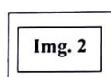
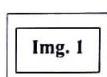
5. Você costuma comercializar cargas:

- | | | |
|---------------------------------------|---|--------------------------------|
| ☐ Verdes | ☐ Maduras | ☐ Ambas |
| ☐ Refrigeradas | ☐ Não refrigeradas | ☐ Ambas |

6. Conhece o colapso interno?

- | | |
|------------------------------|------------------------------|
| ☐ Sim | ☐ Não |
|------------------------------|------------------------------|

7. Se sim, quais dos sintomas do colapso interno abaixo você já observou nos frutos de manga? (Neste item serão mostrados os sintomas, por meio de fotos, do colapso interno em diferentes estágios).



8. Variedades comercializadas, respectivas origens e informações sobre perdas:

Variedade	Origem	% Perda definitiva*	% Perda redutiva**	Principal motivo da perda	Problema com colapso?		
					Sim	Não	Não sei

* Perda que impossibilita a comercialização do produto; ** Perda com redução do valor comercial do produto.

9. Você acredita que existam variedades mais sujeitas ao colapso interno?

☐ Sim

☐ Não

Se sim, quais? _____

10. Você acredita que quais fatores abaixo podem ser indicativos de colapso?

☐ Tamanho do fruto, descreva: _____

☐ Formato do fruto, descreva: _____

☐ Escurecimento do pedúnculo

☐ Desprendimento do pedúnculo

☐ Lenticelose (lenticela espaçada com pigmentação intensa)

☐ Cheiro, descreva: _____

☐ Teor de fibras, descreva: _____

☐ Outros: _____

11. Você acredita que os fatores abaixo influenciam o colapso?

☐ Região de produção / Origem

☐ Época de colheita

Se sim, qual a época que você acha que tem a maior ocorrência?

☐ Variações no clima, descreva: _____

☐ Idade da planta

Se sim, plantas mais novas ou mais velhas?

☐ Adubação ($\uparrow$ N e $\downarrow$ Ca) _____

☐ Tipo de solo

Se sim, qual o mais comum para ocorrência?

☐ Estádio de maturação

Se sim, frutos colhidos verdes ou maduros? Qual possui maior interferência?

☐ Armazenamento refrigerado

☐ Armazenamento não refrigerado

☐ Outros: _____

12. A partir dos sintomas mostrados, já houve reclamação de colapso nas cargas que você comercializou?

☐ Sim

☐ Não

☐ Não sei

Se sim, em quais frutos?

☐ Verdes

☐ Maduros

☐ Refrigerados

☐ Não refrigerados

13. Com qual frequência há o aparecimento do colapso nas cargas?

☐ Nenhuma

☐ Baixa

☐ Média

☐ Alta

14. Qual a percentagem de colapso em relação às cargas?

Refrigeradas: ____%; Não Refrigeradas: ____%

15. Houve retorno de alguma carga por colapso interno?

☐ Nenhuma ☐ Pouca ☐ Parcial ☐ Total

16. Outras observações: _____

APÊNDICE B

TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

Eu _____, RG _____, Estado _____
 Civil _____, Idade _____ anos, Residente _____
 na _____, nº _____
 Bairro _____, Cidade _____
 Telefone _____.

Declaro ter sido esclarecido sobre os seguintes pontos:

1. O trabalho tem por finalidade investigar e explorar o distúrbio fisiológico denominado colapso interno em frutos de mangas comercializados na CEAGESP, por meio da aplicação de questionários. Esses serão fundamentados com base na literatura e na percepção dos atacadistas acerca do colapso interno;
2. Ao participar dessa pesquisa contribuirei para melhor compreensão das causas e estudo de um perfil para caracterização do colapso interno;
3. Como voluntário deste estudo, declaro ter mais de 18 anos de idade e contribuirei assiduamente nos questionamentos realizados;
4. Não terei nenhuma despesa ao participar desse estudo;
5. Meu nome será mantido em sigilo, assegurando assim a minha privacidade e se desejar, deverei ser informado sobre os resultados dessa pesquisa;
6. Poderei me recusar a participar ou mesmo retirar meu consentimento a qualquer momento da realização dessa pesquisa, sem nenhum tipo de prejuízo ou penalização;
7. Para qualquer dúvida ou solicitação de esclarecimentos, poderei entrar em contato com a pesquisadora (Fernanda Campos Alencar Oldoni), tel: (87) 98807-7515;
8. Para notificação de qualquer situação relacionada à ética que não puder ser resolvida pelos pesquisadores deverei entrar em contato com o Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Ciências Farmacêuticas do Campus de Araraquara da UNESP, pelo telefone (16) 3301-6897.
9. A colaboração do mesmo será imprescindível para o estudo do colapso interno. Caso aceite fazer parte do estudo assine este documento em duas vias. Uma via pertence a você e a outra a pesquisadora responsável;
10. Em caso de eventuais danos sofridos pelo participante da pesquisa, este fará jus à reparação;
11. O TCLE é um documento emitido em duas vias, assinado em todas as folhas, sendo que uma via deve ficar com o participante da pesquisa e a outra com a pesquisadora.

Diante dos esclarecimentos prestados, concordo em participar, como voluntário (a), do estudo "AVALIAÇÃO DE MÉTODOS NÃO DESTRUTIVOS PARA IDENTIFICAÇÃO DO DISTÚRBIO FISIOLÓGICO EM PÓS-COLHEITA EM MANGA".

São Paulo, ____ de ____ de 2018.

Assinatura do Voluntário: _____

Assinatura do Pesquisador: _____

(Fernanda Campos Alencar Oldoni)

APÊNDICE C



COLAPSO INTERNO EM MANGAS: O PROBLEMA NA VISÃO DE ATACADISTAS

Fernanda C. A. Oldoni^{1,*}, Milene C. Mitsuyuki², Fabiane M. Camara³, Anita S. D. Gutierrez, Luiz A. Colnago², Marcos D. Ferreira²

¹ UNESP/FCFAR, Rodovia Araraquara Jaú, Km 01 - s/n - Campos Ville, 14800-903, Araraquara, SP

² Embrapa Instrumentação, Rua 15 de Novembro, 1452 - Centro, 13560-970, São Carlos, SP

³ CEAGESP, Av. Dr. Gastão Vidigal, 1946 - Vila Leopoldina, 05316-900, São Paulo, SP

* Autor correspondente, e-mail: fernandac.alencar2010@gmail.com

Resumo: O colapso interno apresenta-se como um problema em todas as regiões produtoras de manga e causa enormes prejuízos econômicos, principalmente por ser de difícil detecção externa, sendo muitas vezes constatado apenas no momento do consumo. Dessa forma, foi aplicado o questionário “Percepção de atacadistas sobre colapso interno em mangas comercializadas na CEAGESP”, com o objetivo de investigar a percepção dos atacadistas sobre perdas por colapso interno em frutos de mangas e possíveis fatores associados. Dos entrevistados, 93% afirmaram ser notificados sobre reclamações por colapso nas cargas comercializadas. Cargas não refrigeradas são comercializadas por 87% e refrigeradas por 70% dos respondentes e destas, respectivamente, 31% e 54% relataram já terem apresentado perdas em cargas, por colapso, superiores a 5%. Os entrevistados indicaram que fatores como tamanho do fruto (80%), teor de fibras (77%), frutos maduros (90%), adubação (77%) podem contribuir para o aparecimento do distúrbio em mangas. As variedades Palmer e Tommy Atkins foram citadas por 93 e 76% dos entrevistados, respectivamente, como mais incidentes. Diante dos relatos, há a necessidade de métodos não destrutivos para a identificação do colapso interno em mangas por se tratar de um problema de relevância e de difícil detecção.

Palavras-chave: *Mangifera indica* L., distúrbio fisiológico, qualidade do fruto, mercado.

INTERNAL BREAKDOWN IN MANGOS: THE PROBLEM IN WHOLESALERS VIEW

Abstract: Internal breakdown is a problem in all mango producing regions and causes huge economic losses mainly because it is difficult to detect externally and is often found only at the time of consumption. Thus, it is important to study the disorder and explore the points that most affect the commercialization of mangos subject to the anomaly. For this, the questionnaire “Perception of wholesalers about internal breakdown in mangos marketed at CEAGESP” was applied to investigate the perception of wholesalers regarding possible factors and losses associated with internal breakdown in mangos. Of the respondents, 93% were notified of complaints about collapse in cargo traded. 87% trade uncooled cargo and 70% uses refrigeration for transport; 31 and 54% confirmed the collapse on 5% or less of cargo traded, respectively. Factors such as fruit size (80%), fiber content (77%), ripe fruits (90%) and fertilization (77%) may contribute to the emergence of the disorder in mangoes. Palmer and Tommy Atkins varieties contribute 93 and 76%, respectively, in the incidence of the disorder. Given the reports, there is a need for non-destructive methods to identify internal collapse in mangos because it is an important issue of difficult detection.

Keywords: *Mangifera indica* L., physiological disorder, fruit quality, market.

1. Introdução

Um dos fatores que contribuem para as perdas em frutos de mangas é o distúrbio fisiológico conhecido como colapso interno, o qual se constitui em uma das principais desordens que causam



perdas na pós-colheita (LIMA, 2007). O termo “colapso” é utilizado para descrever um ou mais eventos fisiológicos que ocorrem em frutos de mangas e caracterizam-se pelo amadurecimento prematuro e desigual da polpa (FILGUEIRAS et al., 2000).

As causas do colapso são complexas e ainda não estão totalmente esclarecidas, porém, existem relatos de que o desequilíbrio nutricional (alto nível de N e baixo nível de Ca) (SANTOS FILHO e MATOS, 2000) pode agravar o distúrbio e influenciar na qualidade e na aparência dos frutos. Estudos relacionados a fatores genéticos divergem quanto à susceptibilidade ao distúrbio (ASSIS et al., 2004). Embora existam relatos das possíveis causas do aparecimento do colapso interno, ainda há dificuldade em se solucionar o problema, sendo, na maioria das vezes, observado somente no momento do consumo.

Pensando nisso, foi realizada uma pesquisa com o objetivo de investigar e explorar o distúrbio fisiológico denominado colapso interno em frutos de mangas, a partir da visão dos atacadistas do Entrepósito Terminal São Paulo – ETSP da Companhia de Entrepósitos e Armazéns Gerais de São Paulo (CEAGESP), maior central atacadista de frutas e hortaliças *in natura* da América do Sul, por meio da aplicação de questionário, fundamentado com base na literatura.

2. Materiais e Métodos

A pesquisa foi desenvolvida na CEAGESP, localizada em São Paulo - SP em parceria com a Embrapa Instrumentação, São Carlos – SP. O estudo contou com a participação de 30 atacadistas da CEAGESP com experiência na produção e/ou comercialização de manga.

O critério para inclusão da entrevista no estudo foi determinado pelo reconhecimento do colapso, pelos entrevistados, em fotos com o problema apresentadas previamente.

O questionário foi composto de questões acerca das percepções quanto a: 1) Maturação e refrigeração das cargas comercializadas; 2) Reclamações de colapso e percentual de aparecimento do colapso nas cargas comercializadas; 3) Variedades mais sujeitas ao distúrbio; 4) Possíveis sinais indicativos de colapso e fatores causais associados;

As entrevistas foram realizadas no período de 03 a 07 de dezembro de 2018 em visitas feitas aos “boxes” de venda. Os atacadistas que concordaram em colaborar com o questionário assinaram um termo de consentimento livre esclarecido.

O termo explicava o objetivo da pesquisa e explicitava os direitos e deveres dos entrevistados e do pesquisador. Esclarecia que a participação no estudo era voluntária e gratuita, e que a recusa ou interrupção a qualquer momento não lhe causaria nenhum tipo de prejuízo ou penalização. Garantiu-se também que todas as informações seriam mantidas em sigilo, assegurando a privacidade e se desejasse, poderia ser informado sobre os resultados da pesquisa. Após os tópicos serem esclarecidos e aceitos, o atacadista foi instruído a responder o questionário.

Com a permissão dos mesmos, todas as entrevistas foram gravadas em smartphone e as perguntas direcionadas, reforçando que qualquer dúvida que surgisse, antes ou durante a aplicação, fosse reportada ao aplicador.

3. Resultados e Discussão

A amostra foi composta por 30 atacadistas de diferentes empresas, 67% possuíam mais de 10 anos de experiência, seguido de 7% entre 5 e 10 anos e 26% com 5 anos ou menos. Todos os entrevistados conheciam o problema de colapso, pois o identificaram espontaneamente ao serem mostradas imagens do distúrbio.

Na questão sobre a maturação dos frutos e forma de transporte observou-se que 97% dos entrevistados comercializam cargas verdes, 87% maduras, 70% delas são refrigeradas e 87% das cargas não são refrigeradas (Figura 1).

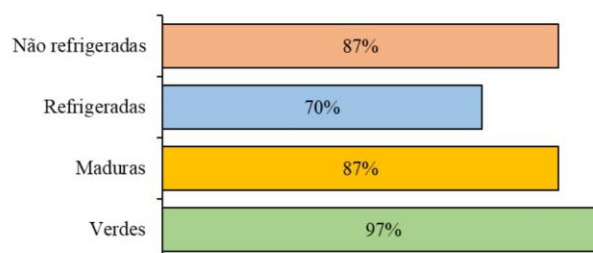


Figura 1. Percentual de atacadistas que comercializam cargas de frutos verdes, maduros, refrigerados e não refrigerados na CEAGESP.

Entre os entrevistados, 97% acreditam que há variedades mais susceptíveis. As variedades mais citadas pelos entrevistados que acreditam haver variedades mais sujeitas ao distúrbio foram: Palmer com 93%, Tommy Atkins com 76%, Haden com 31% e Bourbon com 14%. As demais variedades lembradas não foram indicadas ou tiveram percentuais abaixo de 10% (Figuras 2A e 2B). Do volume comercializado na CEAGESP, 43% corresponde à variedade Palmer e 46% à variedade Tommy Atkins, de acordo com dados da SIEM (2017). Nas entrevistas, os relatos de perdas por colapso nessas variedades correspondem a 30 e 21% respectivamente.

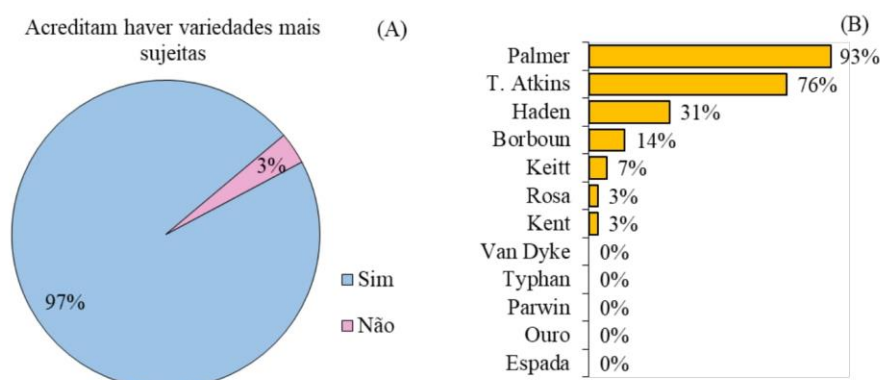


Figura 2. Percentual de respostas relacionadas à existência de variedades mais sujeitas ao colapso interno (A) e variedades mais susceptíveis ao colapso interno (B).

Com relação aos sinais de colapso, dois foram fortemente destacados e estão descritos a seguir. Tamanho do fruto, relatado por 80% dos entrevistados (Figura 3A). A visão dos mesmos está de acordo com fatores encontrados por Sharma (2006) e Ahlawat et al. (2013), os quais relacionam frutos de tamanho maior como um dos responsáveis ao aparecimento do colapso. Posteriormente, 76,7% dos entrevistados afirmaram que o teor de fibras é outro fator limitante ao aparecimento do colapso. De acordo com a visão dos atacadistas, variedades que apresentam menos fibras costumam apresentar mais colapso. Para Rozane et al. (2004), mangas fibrosas como Espada e Coquinho são pouco ou quase nada afetadas, enquanto que variedades melhoradas como Tommy Atkins é mais susceptível.

Finalmente, sobre a causa associada ao colapso, 90% dos entrevistados acreditam que frutos maduros estão mais associados com o aparecimento do colapso, seguido de adubação (76,7%), tipo

de solo (50%), região de produção/origem (46,7%), plantas mais velhas (30%), armazenamento refrigerado (26,7%), clima quente (23,3%), seguido de época de colheita e clima frio, ambos representando 20% das respostas (Figura 3B). A percepção dos atacadistas diante de alguns destes fatores corrobora com estudos na literatura, tendo em vista que o baixo teor de cálcio, atraso na colheita e exposição de luz solar na pré-colheita podem estar associados ao aparecimento do colapso (SHARMA, 2006; AHLAWAT et al., 2013).

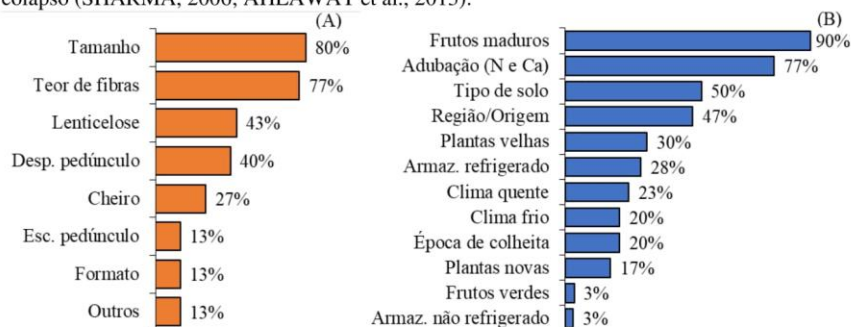


Figura 3. Percentual de fatores indicativos (A) e que influenciam o colapso interno em mangas (B).

As reclamações de compradores por colapso nas cargas também foram investigadas. Dos entrevistados, 93% afirmaram ser notificados sobre reclamações por colapso nas cargas comercializadas. Com isso, 36% mencionaram a ocorrência do colapso em 5% ou menos das cargas refrigeradas e 36% também afirmaram haver colapso em mais 10% das cargas refrigeradas. Nas cargas não refrigeradas, 54% dos entrevistados mencionaram a ocorrência de colapso em 5% ou menos, seguida de 21% em mais de 10% das cargas não refrigeradas (Figuras 4A e 4B). Na vivência dos atacadistas, dependendo do estágio de maturação, neste caso, lote maduro e condicionado ao armazenamento refrigerado, há influência no aparecimento do colapso.

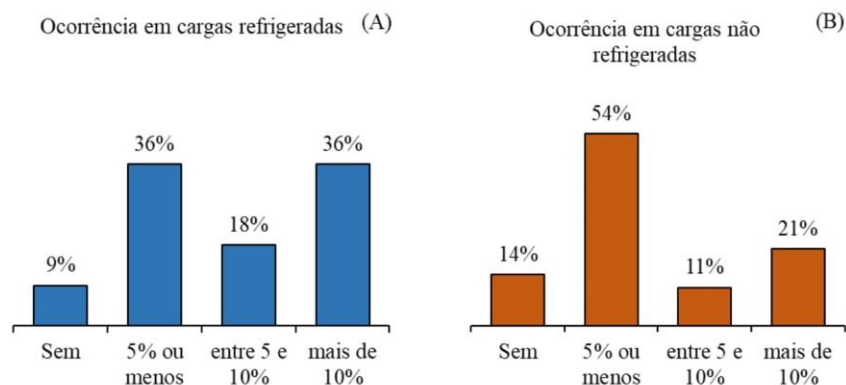


Figura 4. Percentual de atacadistas que confirmaram o aparecimento de colapso em cargas refrigeradas (A) e em cargas não refrigeradas (B).

A qualidade interna de frutos é medida muitas vezes por métodos instrumentais destrutivos, os quais são demorados e geram resíduos. Há a necessidade do desenvolvimento de equipamentos

que consigam identificar o colapso interno em mangas de maneira não destrutiva (RAJKUMAR et al., 2012), uma vez que o seu reconhecimento é feito na maioria das vezes no momento do consumo.

4. Conclusões

Os entrevistados indicaram a presença de colapso, que é um problema relevante, e que afeta a comercialização em especial em mangas da variedade Palmer e Tommy Atkins. Atacadistas possuem a percepção de que o tamanho do fruto e teor de fibras podem estar associados ao distúrbio e também que fatores externos como adubação podem interferir no aparecimento desta anomalia.

A identificação do colapso interno é importante para a minimização das perdas na pós-colheita e aumento do retorno financeiro, uma vez que ele continua sendo um dos principais entraves na comercialização de mangas.

Por meio da visão dos atacadistas, reforça-se a necessidade de medidas para identificação prévia do colapso interno.

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001, juntamente com a Embrapa Instrumentação e CEAGESP.

Referências

- AHLAWAT, T. R.; PATEL, C. R.; RYMBAI, H.; PATEL, N. L. Physiological disorders in tropical and subtropical fruits. (In) Proceedings of the National Seminar on Tropical and Subtropical Fruits. Navsari, Gujarat, 229 - 252 p., 2013.
- ASSIS, J. S.; SILVA, D. J.; MORAES, P. L. D. Equilíbrio nutricional e distúrbios fisiológicos em manga 'Tommy Atkins'. *Revista Brasileira de Fruticultura*, v. 26, n. 2, p. 326-329, 2004.
- FILGUEIRAS, H. A. C.; MENEZES, J. B.; AMORIM, T. B. F.; ALVES, R. R.; CASTRO E. B. de. Características da fruta para exportação. In: FILGUEIRA, H. A. C. (Org.). *Manga: pós-colheita*. Brasília, DF: Embrapa Comunicação para Transferência de Tecnologia; Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2000. p. 14-21. (Frutas do Brasil, 2).
- RAJKUMAR, P.; WANG, N.; EIMASRY, G.; RAGHAVAN, G.; GARIEPY, Y. Studies on banana fruit quality and maturity stages using hyperspectral imaging. *Journal of Food Engineering*, Elsevier, v. 108, n. 1, p. 194–200, 2012.
- LIMA, M. A. C. de. *Manga: distúrbios fisiológicos*. Brasília: Agência de Informação EMBRAPA, p. 1, 2007. Disponível em: Acesso em: <http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia22/AG01/arvore/AG01_34_24112005115221.html>. 03 set. 2019.
- ROZANE, D.E.; DAREZZO, R.J.; AGUIAR, R.L.; AGUILERA, G.H.A.; ZAMBOLIM, L. *Manga Produção Integrada, Industrialização e Comercialização*, Viçosa, Minas Gerais, 200 - 205p., 2004.
- SANTOS FILHO, H. P.; MATOS, A. P. Doenças e seus controles. In: MATOS, A. P. (Org.). *Manga: produção: aspectos técnicos*. Brasília: *Embrapa Comunicação para Transferência de Tecnologia*, p. 52-53, 2000.
- SHARMA, R. R. Physiological disorders in tropical and subtropical fruits: causes and control. (In) *Fruit Production-Problems and Solutions*. International Book Distributing Co., Lucknow, UP, 301 - 325p., 2006.
- SISTEMAS DE INFORMAÇÕES E ESTATÍSTICA DE MERCADO DA COMPANHIA DE ENTREPÓSITOS E ARMAZÉNS GERAIS DE SÃO PAULO – SIEM. São Paulo: CEAGESP, Seção de Economia e Desenvolvimento, 2017.

APÊNDICE D: Permissão para incluir os artigos publicados na tese de doutorado

Revista “LWT – Food Science and Technology”



 Home
  Help
  Live Chat
  Sign In
  Create Account



Valorization of mangoes with internal breakdown through the production of edible films by continuous solution casting

Author:
Fernanda C.A. Oldoni, Marcela P. Bernardo, Josemar G. Oliveira Filho, Aline C. de Aguiar, Francys K.V. Moreira, Luiz H.C. Mattoso, Luiz A. Colnago, Marcos D. Ferreira

Publication: LWT - Food Science and Technology

Publisher: Elsevier

Date: June 2021

© 2021 Elsevier Ltd.

Journal Author Rights

Please note that, as the author of this Elsevier article, you retain the right to include it in a thesis or dissertation, provided it is not published commercially. Permission is not required, but please ensure that you reference the journal as the original source. For more information on this and on your other retained rights, please visit: <https://www.elsevier.com/about/our-business/policies/copyright#Author-rights>

BACK CLOSE WINDOW

© 2022 Copyright - All Rights Reserved | Copyright Clearance Center, Inc. | Privacy statement | Data Security and Privacy | For California Residents | Terms and Conditions
Comments? We would like to hear from you. E-mail us at customer-care@copyright.com

Revista “Food Chemistry”



 Home
  Help
  Live Chat
  Sign In
  Create Account



Fruit quality parameters and volatile compounds from 'Palmer' mangoes with internal breakdown

Author:
Fernanda Campos Alencar Oldoni, Camila Florencio, Giovana Brait Bertazzo, Pamela Aparecida Grizotto, Stanislaw Bogusz Junior, Renato Lajarim Carneiro, Luiz Alberto Colnago, Marcos David Ferreira

Publication: Food Chemistry

Publisher: Elsevier

Date: 15 September 2022

© 2022 Elsevier Ltd. All rights reserved.

Journal Author Rights

Please note that, as the author of this Elsevier article, you retain the right to include it in a thesis or dissertation, provided it is not published commercially. Permission is not required, but please ensure that you reference the journal as the original source. For more information on this and on your other retained rights, please visit: <https://www.elsevier.com/about/our-business/policies/copyright#Author-rights>

BACK CLOSE WINDOW

© 2022 Copyright - All Rights Reserved | Copyright Clearance Center, Inc. | Privacy statement | Data Security and Privacy | For California Residents | Terms and Conditions
Comments? We would like to hear from you. E-mail us at customer-care@copyright.com