



**Politécnico
Castelo Branco**

Escola Superior Agrária

Avaliação agronómica de fertilizantes azotados de base biológica

Ângelo Soares Primo

Nº 20180385

Orientadores

Orientador interno: Professora Maria do Carmo Simões Mendonça Horta Monteiro

Coorientador interno: Abel da Costa Oliveira Veloso Macedo

Trabalho de Projeto apresentado à Escola Superior Agrária de Castelo Branco do Instituto Politécnico de Castelo Branco para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia Agronómica, realizada sob a orientação científica da Professora Doutora Maria do Carmo Simões Mendonça Horta Monteiro e do Investigador Abel da Costa Oliveira Veloso Macedo, do Instituto Politécnico de Castelo Branco.

Março de 2025

Composição do júri

Presidente do júri

Paulo Alexandre Justo Fernandez, Professor Adjunto da Escola Superior Agrária de Castelo Branco.

Vogais

Orientadora: Maria do Carmo Simões Mendonça Horta Monteiro, Doutora.

Arguente: António Francisco Canatário Duarte, Professor Adjunto da Escola Superior Agrária de Castelo Branco.

Agradecimentos

A realização deste trabalho, bem como o desenvolvimento de todo o processo a ele associado, apenas foi possível graças à colaboração e disponibilidade de todas as partes envolvidas, que prestaram apoio sempre que necessário ao longo de todo o trabalho.

Expresso o meu profundo agradecimento ao Instituto Politécnico de Castelo Branco e, em particular, à Escola Superior Agrária de Castelo Branco, pela cedência das instalações e dos recursos necessários ao desenvolvimento dos ensaios e das análises fundamentais para a obtenção dos resultados aqui apresentados.

À Professora Maria do Carmo Horta, docente no Instituto Politécnico de Castelo Branco e minha orientadora interna, manifesto o meu reconhecimento pela orientação prestada ao longo da elaboração deste trabalho, nomeadamente no que respeita à recolha de informação, definição da metodologia experimental, condução dos ensaios e análise e tratamento dos dados obtidos.

Ao Investigador Abel Veloso, meu coorientador interno, agradeço todo o apoio disponibilizado durante o desenvolvimento deste trabalho, em particular no que concerne à recolha de informação, definição da metodologia experimental, realização dos ensaios e subsequente análise e tratamento dos dados.

À Doutora María Cruz Garcia-Gonzalez, Professora titular da Universidade de Valladolid, Espanha, agradeço todo o apoio prestado a este trabalho bem como a produção e disponibilização das soluções azotadas.

Ao Professor Fernando Manuel Pereira Leite, docente no Instituto Politécnico de Castelo Branco, expresso a minha gratidão pela disponibilidade em ceder os dados da estação meteorológica da Escola Superior Agrária de Castelo Branco, os quais se revelaram essenciais para o trabalho aqui apresentado.

À Engenheira Sandra Duarte, expresso o meu reconhecimento pela disponibilidade em facilitar o acesso às instalações da Escola Superior Agrária de Castelo Branco durante os fins de semana e o período de férias, momentos em que a entrada na instituição se encontrava restringida, salvo raras exceções.

Às Engenheiras Ângela Antunes, Cláudia Vitória e Helena Martins, técnicas do laboratório de solos, agradeço a constante disponibilidade e colaboração na manutenção dos ensaios e na realização das análises laboratoriais.

À equipa do Centro de Biotecnologia de Plantas da Beira Interior e, em particular, ao Professor José Carlos Gonçalves e ao Investigador David Frazão, manifesto o meu reconhecimento pela cedência das instalações para a realização de um dos ensaios e pela prontidão e disponibilidade demonstradas na resposta a todas as solicitações efetuadas.

À minha namorada, Mariana Pais, agradeço o acompanhamento na maioria das deslocações à Escola Superior Agrária de Castelo Branco para preparação dos elementos necessários para instalação dos ensaios, para a manutenção dos ensaios, o apoio na preparação das amostras para análise e na realização de algumas das análises, bem como a motivação constante ao longo de todo este percurso.

Por fim, à minha família, expresso a mais sincera gratidão pelo incentivo contínuo, pelo apoio incondicional e por nunca deixarem que me faltassem as condições necessárias para concretizar este objetivo.

Resumo

Os adubos minerais azotados são os fertilizantes mais consumidos na fertilização das culturas agrícolas na União Europeia. No entanto, os efluentes da produção pecuária contêm azoto, tanto orgânico como inorgânico, constituindo uma fonte deste nutriente para as culturas. Atualmente, têm-se desenvolvido tecnologias para remoção e captura de azoto destes efluentes, obtendo-se fertilizantes azotados minerais que permitem realizar adubações mais racionais e minimizam perdas para cursos de água ou para a atmosfera, comparativamente à aplicação direta dos efluentes pecuários. A recuperação de nutrientes destes efluentes enquadra-se no princípio da economia circular e na utilização sustentável dos recursos. A tecnologia de membranas permeáveis aos gases é um dos processos mais eficientes nessa recuperação de azoto, obtendo-se um fertilizante líquido com uma concentração conhecida de azoto na forma de sulfato de amónio.

O objetivo deste trabalho foi avaliar o valor agronómico de duas soluções azotadas obtidas por recuperação de azoto de dois efluentes distintos através do processo de membranas permeáveis aos gases, comparando-as com a adubação azotada tradicional. Os efluentes utilizados foram: digestato obtido após digestão anaeróbia de efluente pecuário (S-DS) e digestato obtido após codigestão anaeróbia de efluente de indústria agroalimentar e de matadouro (S-DAM). O valor agronómico das soluções obtidas foi avaliado numa cultura de outono-inverno, o tritcale (*×Triticosecale* Wittm., var. Misionero), e numa cultura hortícola, a alface (*Lactuca sativa* L., var. Grand Rapids), realizada na primavera-verão.

Para atender ao objetivo proposto, realizaram-se dois ensaios em vaso. O primeiro decorreu no Centro de Ensaios da Escola Superior Agrária de Castelo Branco utilizando o tritcale, e o segundo no Centro de Biotecnologia de Plantas da Beira Interior com a alface, ambos cultivados num solo de textura ligeira, um Regossolo (IUSS Working Group WRB, 2015). O delineamento experimental adotado foi completamente casualizado, com cinco modalidades e três repetições por modalidade em cada ensaio. No ensaio da alface, cada repetição incluiu dois vasos. Além das modalidades S-DS e S-DAM, testaram-se a testemunha (T, sem adubação) e duas modalidades com fertilização azotada tradicional, uma com adubo mineral comercial (F-N) e outra com adubação mineral azotada em solução (S-N). O quantitativo de azoto aplicado por vaso foi igual em todas as modalidades, exceto na testemunha, correspondendo a 170 kg N/ha no tritcale e 65 kg N/ha na alface.

Os resultados evidenciaram diferenças no comportamento agronómico entre as soluções de azoto recuperado. A solução S-DAM apresentou desempenho agronómico, produção de biomassa e eficiência na utilização do azoto semelhantes aos da fertilização tradicional no tritcale, e significativamente superiores na alface. A solução S-DS originou um comportamento agronómico similar à fertilização tradicional em ambas as culturas. Uma vez que a composição físico-química das duas soluções era similar, os resultados sugerem a presença de compostos orgânicos distintos, com potencial bioestimulante na solução S-DAM e, eventualmente, inibidor na S-DS. Embora as soluções com azoto recuperado tenham demonstrado potencial como fertilizantes, recomenda-se a sua caracterização em termos de compostos orgânicos, de forma a otimizar a sua utilização agronómica.

Palavras-chave

Economia circular; sustentabilidade da fertilização; membranas permeáveis aos gases; recuperação de azoto; eficiência agronómica do azoto.

Abstract

Nitrogen mineral fertilizers are the most widely used fertilizers in the European Union. However, livestock production effluents contain nitrogen in both organic and inorganic forms, representing a potential source of this nutrient for crops. In recent years, technologies have been developed to remove and capture nitrogen from these effluents, allowing the production of nitrogen mineral fertilizers that enable a more efficient fertilization while reducing nitrogen losses to watercourses and to the atmosphere compared to the direct application of livestock effluents. The recovery of nutrients from these effluents aligns with the principles of the circular economy and the sustainable use of resources. Gas-permeable membrane technology is one of the most efficient processes for nitrogen recovery, yielding a liquid fertilizer with a known nitrogen concentration in the form of ammonium sulfate.

This study aimed to evaluate the agronomic value of two nitrogen solutions obtained through nitrogen recovery from two distinct effluents using gas-permeable membrane technology, comparing them with conventional nitrogen fertilization. The effluents used were: digestate obtained after anaerobic digestion of livestock effluent (S-DS) and digestate obtained after anaerobic co-digestion of agro-industrial and slaughterhouse effluents (S-DAM). The agronomic value of recovered nitrogen solutions was assessed in an autumn-winter crop, triticale (*×Triticosecale* Wittm., var. Misionero), and in a spring-summer horticultural crop, lettuce (*Lactuca sativa* L., var. Grand Rapids).

To achieve this objective, two pot experiments were conducted. The first was carried out at the Experimental Center of the Agriculture School of Castelo Branco using triticale, while the second took place at the Plant Biotechnology Center of Beira Interior with lettuce. Both crops were grown in a light textured soil classified as a Regosol (IUSS Working Group WRB, 2015). The experimental design was completely randomized, with five treatments and three replicates per treatment in each experiment. In the lettuce experiment, each replicate included two pots. In addition to the S-DS and S-DAM treatments, a control treatment (T, without fertilization) and two treatments with traditional nitrogen fertilization were tested: one with a commercial mineral fertilizer (F-N) and the other with a solution of a nitrogen mineral fertilizer (S-N). The amount of nitrogen applied per pot was the same across all treatments, except for the control, corresponding to 170 kg N/ha in triticale and 65 kg N/ha in lettuce.

The results highlighted differences in the agronomic performance of the recovered nitrogen solutions. The S-DAM solution exhibited agronomic performance, biomass production, and nitrogen use efficiency comparable to conventional fertilization in triticale and with significantly superior results in lettuce. The S-DS solution showed agronomic performance similar to conventional fertilization in both crops. Considering that the physicochemical composition of both nitrogen solutions was similar, the results suggest the presence of distinct organic compounds, with potential bio-stimulant effects in S-DAM and possibly inhibitory effects in S-DS. Although the recovered nitrogen solutions demonstrated potential as fertilizers, further characterization of their organic compounds is recommended to optimize their agronomic use.

Keywords

Circular economy; sustainable fertilization; gas-permeable membranes; nitrogen recovery; agronomic nitrogen efficiency.

Índice Geral

1. Introdução	1
2. Revisão Bibliográfica	3
2.1. Importância Agronômica dos resíduos pecuários	3
2.2. Azoto na planta	4
2.3. Importância da recuperação de azoto	5
2.4. Tecnologias para remoção e recuperação de azoto de resíduos orgânicos para obtenção de fertilizantes minerais de base biológica	6
2.4.1. Tecnologia de osmose reversa	7
2.4.2. Tecnologia de remoção de amoníaco com utilização de torres de absorção ácida	7
2.4.3. Tecnologia de permuta iônica e adsorção	7
2.4.4. Tecnologia de precipitação da estruvite	8
2.4.5. Tecnologia de depurador húmido	8
2.4.6. Tecnologia de membranas permeáveis a gases	8
3. Material e Métodos	10
3.1. Descrição e caracterização dos ensaios em vasos realizados	10
3.1.1. Instalação dos ensaios, manutenção e delineamento experimental	10
3.1.2. Análises realizadas	15
3.1.3. Índices Agronômicos	16
3.2. Análise estatística dos resultados	16
4. Resultados	17
4.1. Biomassa	17
4.2. Absorção de Nutrientes	20
4.3. Produção Relativa e Índices Agronômicos	24
4.4. Análises de Solo	31
5. Discussão	35
6. Conclusão	38
7. Referências Bibliográficas	39

Índice de figuras

Figura 1 – Dispositivo experimental do processo de extração de azoto através de membranas permeáveis aos gases. a - Fotografia do dispositivo experimental do processo de membranas permeáveis aos gases; b - Esquema do dispositivo experimental do processo de membranas permeáveis aos gases constituído por: 1 – recipiente com efluente/digestato; 2 – membrana tubular submersa no efluente/digestato; 3 – tanque contendo a solução ácida de captura; 4 – bomba peristáltica que recircula continuamente a solução ácida através da membrana tubular; 5 – bomba de ar para fornecer ar ao efluente/digestato e 6 – medidor de fluxo para controlar a taxa de fluxo de ar fornecido.....	9
Figura 2 – Esquemas referentes ao processo de membranas permeáveis aos gases. a - Membrana tubular permeável aos gases. b - Secção transversal da captura de amoníaco através de uma membrana permeável aos gases.	9
Figura 3 – Cultura do triticale. a – Cultura do triticale a 22 de fevereiro de 2024. b – Cultura do triticale a 14 de maio de 2024.	11
Figura 4 – Ensaio do triticale. a - Triticale em stress (S-DAM). b - Triticale em desenvolvimento normal (F-N).	13
Figura 5 – Ensaio do triticale. a - Triticale após a correção de solo (S-DAM). b - Triticale em desenvolvimento normal (F-N).	13
Figura 6 – Cultura da alface. a – Cultura da alface a 27 de junho de 2024. b – Cultura da alface a 19 de julho de 2024.	14
Figura 7 – Biomassa total do triticale no ensaio em vasos (espiga + palha). a - Matéria verde (g/vaso); b - Matéria seca (g/vaso); c - Número de espigas (Nº/vaso). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as modalidades relativas à biomassa da espiga e letras minúsculas relativas à biomassa da palha. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão (n=3) da média dos resultados.....	18
Figura 8 – Biomassa da alface (g/vaso). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as modalidades relativas à matéria verde e letras minúsculas relativas à matéria seca. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão (n=6) da média dos resultados.	19
Figura 9 – Absorção de nutrientes no triticale (mg/vaso). a – Absorção de azoto no triticale (N, mg/vaso). b - Absorção de fósforo no triticale (P, mg/vaso). c - Absorção de potássio no triticale (K, mg/vaso). d - Absorção de cobre no triticale (Cu, mg/vaso). e - Absorção de zinco no triticale (Zn, mg/vaso). Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as modalidades relativas à absorção de nutrientes na espiga e letras minúsculas relativas à absorção de nutrientes na palha. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$ e $p < 0,05$. Barras verticais representam o erro padrão (n=3) da média dos resultados.....	21
Figura 10 – Absorção de nutrientes na alface (mg/vaso). a – Absorção de azoto na alface (N, mg/vaso); b - Absorção de fosforo na alface (P, mg/vaso). c - Absorção de potássio na alface (K, mg/vaso). Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão (n=6) da média dos resultados.	22
Figura 11 – Produção Relativa* da matéria seca do triticale (PR, %). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as modalidades relativas à Produção Relativa da espiga e letras minúsculas relativas à Produção Relativa da palha. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão (n=3) da média dos resultados.	24
Figura 12 – Produção Relativa da alface (PR, %). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão (n=6) da média dos resultados.	24

Figura 13 – Índices agronômicos relativos ao azoto do triticale. a - Eficiência da recuperação do azoto (ERN, %); b - Eficiência agronômica do azoto (EAN, gMS/gN); c - Eficiência de substituição na utilização do azoto (ESUN, %). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as modalidades relativas aos índices agronômicos da espiga, letras minúsculas relativas aos índices agronômicos da palha e, a negrito, relativas aos índices agronômicos do total (espiga + palha). Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,05$, $p < 0,01$ e $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão (n=3) da média dos resultados. 26

Figura 14 – Índices agronômicos relativos ao fósforo no triticale. a - Eficiência da recuperação do fósforo (ERP, %); b - Eficiência agronômica do fósforo (EAP, gMS/gP); c - Eficiência de substituição na utilização do fósforo (ESUP, %). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as modalidades relativas aos índices agronômicos da espiga, letras minúsculas relativas aos índices agronômicos da palha e, a negrito, relativas aos índices agronômicos do total (espiga + palha). Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,05$ e $p < 0,01$. Barras verticais representam o erro padrão (n=3) da média dos resultados. 28

Figura 15 – Índices agronômicos relativos ao azoto na alfaca. a - Eficiência da recuperação do azoto (ERN, %); b - Eficiência agronômica do azoto (EAN, gMS/gN); c - Eficiência de substituição na utilização do azoto (ESUN, %). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,01$. Barras verticais representam o erro padrão (n=6) da média dos resultados. 29

Figura 16 – Índices agronômicos relativos ao fósforo na alfaca. a - Eficiência da recuperação do fósforo (ERP, %); b - Eficiência agronômica do fósforo (EAP, gMS/gP); c - Eficiência de substituição na utilização do fósforo (ESUP, %). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,05$ e $p < 0,01$. Barras verticais representam o erro padrão (n=6) da média dos resultados. 30

Figura 17 – Análises de solo do triticale. a - pH; b - Condutividade Elétrica (dS.cm); c - Matéria Orgânica (%); d - fósforo (P_2O_5 , mg/kg); e - potássio (K_2O , mg/kg); f - cobre (Cu, mg/kg); g - zinco (Zn, mg/kg). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$ e $p < 0,05$. Barras verticais representam o erro padrão (n=3) da média dos resultados. 32

Figura 18 – Análises de solo da alfaca. a - pH; b - Condutividade Elétrica (dS.cm); c - Matéria Orgânica (%); d - fósforo (P_2O_5 , mg/kg); e - potássio (K_2O , mg/kg). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão (n=6) da média dos resultados. 33

Lista de tabelas

Tabela 1 – Composição em elementos minerais das soluções azotadas utilizadas nos ensaios em vasos....12

Lista de abreviaturas, siglas e acrônimos

ANOVA – Análise de variância;

CE – Condutividade elétrica;

CN – Cabeça Normal;

F-N – Modalidade com adubação mineral azotada, correspondente a 170 kg de azoto/ha, realizada com adubos comerciais (Sulfato de Amônio 20,5% em fundo e Nitrato de Cálcio 15,5% em cobertura);

INE – Instituto Nacional de Estatística;

INIAV – Instituto Nacional de Investigação Agrária e Veterinária;

IUSS – International Union of Soil Sciences – “União Internacional de Ciências do Solo”;

MO – Matéria Orgânica;

MS – Matéria Seca;

MV – Matéria Verde;

RA – Recenseamento Agrícola;

REA – Relatório de Estado do Ambiente;

SAU – Superfície Agrícola Utilizada;

S-DAM – Modalidade com aplicação de azoto, correspondente a 170 kg de azoto/ha, aplicado em solução de azoto recuperado, durante todo o ensaio, obtida a partir de digestato de Indústrias Agroalimentares e matadouro;

S-DS – Modalidade com aplicação de azoto, correspondente a 170 kg de azoto/ha, aplicado em solução de azoto recuperado, durante todo o ensaio, obtida a partir de digestato de suínos;

S-N – Modalidade com aplicação de azoto, correspondente a 170 kg de azoto/ha, aplicado em solução azotada (NH_4NO_3), durante todo o ensaio, obtida a partir de reagentes químicos puros;

T – Modalidade Testemunha, sem qualquer tipo de adubação.

WRB – World Reference Base – “Base de Referência Mundial”;

1. Introdução

O efetivo pecuário de Portugal Continental, segundo o Recenseamento Agrícola (RA) de 2019, apresentava um total de 2 426 538 cabeças normais (CN), o que corresponde a uma proporção de 0,6 CN/ha SAU (INE, 2021). O mesmo RA indicava a existência de 3 600 explorações de bovinos, cujo efetivo pecuário representava 46% do valor total das CN, ou seja, cerca de 1,1 milhões de CN de bovinos, tendo apresentando um decréscimo de 8,6% segundo os dados do RA de 2023 (INE, 2024). Relativamente à produção de suínos, o RA de 2019 reportava um volume correspondente a 21% do total das CN, tendo registado uma redução de 1,4% segundo o RA de 2023 (INE, 2024). A produção de suínos encontra-se predominantemente concentrada nas regiões da Beira Litoral e do Ribatejo Oeste, onde se localizam 87% destas explorações. A quantidade de azoto total excretada por animal através dos efluentes pecuários (chorume e estrume) é considerável atingindo, por exemplo, 95,8 kg de azoto total/CN e por ano no caso de uma vaca leiteira e 100,0 kg de azoto total/CN e ano no caso de um suíno de criação (Despacho n. 1230/2018, 2018). De uma forma geral, estes efluentes pecuários têm sido incorporados no solo como fertilizantes. Em Portugal, o quantitativo total de efluentes pecuários produzidos anualmente é de 15 380 105 m³/Ano (INIAV, 2022). No entanto, a sua contínua aplicação ao solo agrícola tem conduzido a fenómenos de sobre fertilização do solo em nutrientes, (nomeadamente N e P), resultando em contaminação de aquíferos e em volatilização de compostos azotados (NH₃ e óxidos de N) para a atmosfera (Daguerre-Martini *et al.*, 2018).

O azoto é um nutriente essencial para o crescimento das plantas e para todos os organismos sendo, em geral, insuficiente no solo para suprir as necessidades das culturas agrícolas. Assim, é prática corrente a sua aplicação ao solo através de fertilizantes, predominantemente de origem mineral, mas também, e com crescente frequência, através de produtos de origem orgânica, como os efluentes pecuários (Oliveira *et al.*, 2021).

Em Portugal, a quantidade de efluentes pecuários produzidos por superfície agrícola utilizada (m³/ha SAU) é assimétrica entre regiões. No Entre Douro e Minho, este valor é de 18,3, na Beira Litoral de 17,6 e no Ribatejo e Oeste de 9,3. Em contraste, em Trás-os-Montes, a produção é de apenas 2,2, na Beira Interior de 2,3, no Alentejo de 1,6 e no Algarve de 1,4 m³/ha SAU e Ano, respetivamente (INIAV, 2022). Consequentemente, a incorporação de nutrientes no solo agrícola através da aplicação de efluentes pecuários é também desigual, conduzindo a situações de excesso em algumas regiões e continuação de deficiência em nutrientes noutras. O que se passa em Portugal, ocorre também noutros países da União Europeia (UE), apresentando os países do norte da Europa, como por exemplo os Países Baixos e a Alemanha, elevados problemas de contaminação dos solos e dos aquíferos.

Neste contexto, têm sido desenvolvidas tecnologias para a captura e remoção de nutrientes, em particular de azoto e fósforo, a partir de efluentes líquidos, de forma a mitigar os impactos ambientais e agronómicos negativos da aplicação excessiva dos mesmos ao solo. Paralelamente, estas tecnologias permitem a valorização dos efluentes pecuários, convertendo-os em matérias-primas para a produção de fertilizantes minerais com uma composição nutricional conhecida, tornando-os produtos transacionáveis (Daguerre-Martini *et al.*, 2018).

A produção de fertilizantes minerais azotados é atualmente baseada no processo Haber-Bosh, que permite a fixação do azoto atmosférico sob a forma de amoníaco (NH_3). Este processo, contudo, tem um consumo energético elevado, requerendo um consumo médio de 12,1 kWh/kg de amoníaco, além de recorrer a combustíveis fósseis, contribuindo assim para o aquecimento global (Horta *et al.*, 2022a; Molinuevo-Salces *et al.*, 2018; Pandey e Chen, 2021).

O desenvolvimento de tecnologias de recuperação de nutrientes a partir de efluentes enquadra-se no âmbito da economia circular, uma vez que convertem resíduos em recursos com valor comercial, promovendo a sustentabilidade da atividade agropecuária (Awasthi *et al.*, 2019). Entre as diversas abordagens existentes para a remoção e captura de azoto a partir de efluentes, destaca-se a utilização de membranas permeáveis aos gases, considerada uma das tecnologias mais eficientes (González-García e Vanotti, 2015; Horta *et al.*, 2022a). No entanto, por se tratar de uma tecnologia ainda em desenvolvimento, são escassos os estudos que avaliam o valor agronómico dos fertilizantes obtidos através deste processo.

O presente trabalho tem como objetivo avaliar o valor agronómico de duas soluções azotadas obtidas através da recuperação de azoto de dois efluentes distintos, utilizando o processo de membranas permeáveis aos gases, comparando-as com a fertilização azotada tradicional. Os efluentes utilizados para remoção e captura do azoto foram os seguintes: digestato resultante da digestão anaeróbia de efluentes pecuários e digestato proveniente da codigestão anaeróbia de efluente de indústria agroalimentar e efluente de matadouro. O valor agronómico das duas soluções azotadas recuperadas foi avaliado numa cultura de outono-inverno, o triticales, e numa cultura hortícola, a alface, realizada na primavera-verão.

2. Revisão Bibliográfica

2.1. Importância Agronómica dos resíduos pecuários

A aplicação de fertilizantes na atividade agrícola é indispensável para garantir a rentabilidade das culturas, uma vez que o desenvolvimento vegetal depende, não só das condições ambientais, mas também da disponibilidade de água e nutrientes. Estes últimos, essenciais para o crescimento das plantas, são frequentemente fornecidos por meio de fertilizantes (Spiertz e De Vos, 1983). Nesse contexto, a aplicação de efluentes pecuários (chorume e estrume) ao solo tem-se consolidado como uma estratégia eficaz para incorporar matéria orgânica, repor nutrientes essenciais e potencializar a atividade agrícola. Este processo contribui para a manutenção ou aumento da fertilidade do solo o que, por sua vez, favorece o desempenho produtivo das culturas (Horta *et al.*, 2022b).

De acordo com o Recenseamento agrícola de 2009 (INE, 2011) cerca de 95% das explorações agrícolas em Portugal, incluindo as da Região Centro, utilizam estrume e/ou chorume na fertilização dos solos. As principais vantagens associadas à aplicação destes efluentes pecuários incluem a introdução de nutrientes essenciais, como azoto e fósforo, além de matéria orgânica e água (presente no chorume).

A escassez de matéria orgânica é um dos maiores problemas dos solos degradados, razão pela qual, sempre que possível, deve incorporar-se matéria orgânica ao solo (Lehman *et al.*, 2015). Além disso, a matéria orgânica contribui para a retenção de água, retenção e reciclagem de nutrientes, transformação do carbono e para a melhoria da estrutura e agregação do solo (Raffa e Tubiello, 2018). No entanto, também existem algumas limitações associadas à aplicação desses efluentes, como a sua composição variável. Isto torna necessária a caracterização dos efluentes antes da sua aplicação ao solo, já que doses excessivas ou o seu armazenamento inadequado podem comprometer a sua qualidade ambiental, resultando na contaminação dos recursos hídricos e do solo, além de aumentar as emissões de gases com efeito de estufa (Raffa e Tubiello, 2018).

Em termos de composição, o chorume, em comparação com o estrume, contém uma quantidade significativamente maior de água, o que dilui os nutrientes. Além disso, o chorume apresenta um teor reduzido de matéria orgânica e uma baixa razão C/N, resultando num efeito mínimo ou nulo sobre a matéria orgânica do solo. A composição dos efluentes pecuários é variável, dependendo da proporção de fezes e urina excretadas pelos animais o que, por sua vez, é influenciado por fatores como a alimentação (principalmente a ingestão de azoto), a espécie, sexo, raça, idade, sistema de produção e condições climáticas (INIAV, 2022).

A gestão inadequada dos resíduos orgânicos provenientes das explorações pecuárias e agroindustriais está, em grande parte, associada à falta de técnicas avançadas para a transferência e distribuição desses resíduos, especialmente em áreas rurais (Awasthi *et al.*, 2019). A utilização eficiente desses resíduos enfrenta desafios que advêm, por exemplo, do facto de a sua composição nem sempre corresponder às exigências nutricionais específicas das culturas (Palhares, 2019). Além disso, a aplicação desses efluentes ao solo pode acarretar efeitos ambientais negativos, como a lixiviação de azoto e fósforo, prejudicando a qualidade das águas superficiais e/ou subterrâneas. Também pode ocorrer a volatilização de azoto sob a forma de amoníaco e óxidos de azoto, o que prejudica a qualidade do ar e contribui para o aumento do efeito de estufa da atmosfera (Raffa e Tubiello, 2018). Um outro aspeto negativo ainda pouco estudado é a introdução

de antibióticos, hormonas e promotores de crescimento por meio da aplicação de efluentes pecuários. Esses compostos podem ter efeitos prejudiciais à saúde do solo e ao crescimento e qualidade das plantas (INIAV, 2022).

Considerando o exposto, são necessários estudos mais detalhados sobre o efeito no solo e planta decorrentes da utilização agrícola dos efluentes pecuários e agroindustriais de forma a uma utilização mais segura. Estes trabalhos deverão contemplar o desenvolvimento e otimização de processos de extração de nutrientes desses efluentes e a produção de fertilizantes a partir destas fontes secundárias numa perspetiva de poupança de recursos de acordo com a economia circular.

2.2. Azoto na planta

O azoto (N) é um nutriente essencial para as plantas, sendo um componente de aminoácidos, proteínas, nucleoproteínas e clorofila, tornando-se, assim, indispensável em todas as fases do desenvolvimento das plantas (Mehta *et al.*, 2015; Quelhas dos Santos, 1991).

As principais formas de azoto absorvidas pelas raízes das plantas superiores são os nitratos (NO_3^-) e o azoto amoniacal (NH_4^+). Estima-se que aproximadamente 60% do total de fertilizantes azotados aplicados ao solo sejam utilizados na produção de cereais. Contudo, a eficiência da sua utilização é relativamente baixa, uma vez que apenas 40 a 50% do azoto aplicado é efetivamente assimilado pelas culturas (Marschner, 2012).

Ao contrário do azoto amoniacal, que é predominantemente incorporado em compostos orgânicos logo na raiz, os nitratos apresentam uma mobilidade superior, sendo facilmente distribuídos por toda a planta. O azoto nítrico armazenado nos vacúolos pode servir como uma reserva de azoto para a planta, sendo mobilizado quando o fornecimento externo deste nutriente é reduzido. O azoto amoniacal absorvido pelas raízes pode ser assimilado, armazenado em vacúolos radiculares, ou, ainda, transportado para a parte aérea da planta (Marschner, 2012).

Os nitratos (NO_3^-) apresentam uma elevada mobilidade no xilema e podem ser armazenados nos vacúolos das raízes, rebentos e órgãos de reserva. Para serem incorporados nas estruturas orgânicas da planta, os nitratos devem ser reduzidos a azoto amoniacal (NH_4^+). O azoto nítrico vacuolar pode ser rapidamente remobilizado para manter uma concentração estável no citosol quando o fornecimento externo é limitado ou quando a atividade da enzima nitrato redutase aumenta sob intensidades luminosas elevadas (Marschner, 2012).

Os efeitos do azoto no índice de área foliar refletem-se, sobretudo, num aumento do número de plantas no afilhamento e, em menor grau, na expansão da área foliar por cada planta resultante deste processo. No caso do trigo, e dos cereais em geral, a disponibilização precoce de azoto estimula a produção de um maior número de plantas no afilhamento, o que conduz a um acréscimo na quantidade de plantas aptas a formar espigas. De igual modo, o fornecimento antecipado de azoto pode aumentar o número de grãos definidos, permitindo que a planta desenvolva mais flores por espiga. No entanto, após a fase inicial de desenvolvimento, este nutriente deixa de influenciar a formação de grãos, passando a afetar apenas o rendimento total em matéria seca e o peso do grão (Spiertz e De Vos, 1983).

2.3. Importância da recuperação de azoto

A escassez de azoto no solo relativamente às necessidades das culturas e o comportamento das formas de azoto mineral no solo com uma elevada mobilidade do azoto nítrico, torna necessária a sua aplicação regular ao longo do ciclo das culturas, sendo os adubos minerais azotados os de maior consumo na União Europeia (Comissão Europeia, 2022). No entanto, a sua deficiente utilização, quer em quantitativos totais aplicados, quer na sua repartição ao longo do ciclo vegetativo, tem contribuído para impactos ambientais negativos, como a eutrofização dos cursos de água, por perdas de azoto devido à lixiviação, e perdas de azoto para a atmosfera. A incorporação no solo de efluentes da atividade pecuária como fertilizantes pode agravar estes impactos negativos, uma vez que a concentração de azoto mineral destes efluentes é muito variável, e a taxa de mineralização e imobilização do seu azoto orgânico pouco conhecida (Spiertz e De Vos, 1983).

A quantidade de azoto inorgânico aplicada em Portugal em solos agrícolas foi de 292 168 toneladas em 2022, observando-se um balanço bruto positivo de azoto de 31 kg N/ha SAU (INE, 2024; Vilão *et al.*, 2024). Atualmente, o setor agrícola e, em particular, a atividade pecuária, é identificada como a principal fonte de emissões de amoníaco a nível mundial. Na Europa, apesar da redução de 26% das emissões totais de amoníaco entre 1990 e 2011 nos 33 países membros da Agência Europeia do Ambiente, a agricultura manteve-se como a principal responsável, contribuindo com 96% das emissões totais em 1990 e 94% em 2011. Contudo, os efluentes pecuários contêm quantidades significativas de azoto passível de recuperação, cuja reutilização pode mitigar os impactos ambientais negativos associados à sua emissão (González-García *et al.*, 2022; Pandey e Chen, 2021).

A regulamentação vigente impõe restrições à aplicação destes resíduos ao solo, limitando a quantidade a ser incorporada de acordo com a sua composição química e quantitativo de azoto a aplicar. Estas restrições constituem um desafio para os produtores no que diz respeito à gestão destes resíduos, uma vez que o seu transporte para outras áreas representa, além de um custo elevado, um risco de perdas acidentais para o ambiente, através de volatilização ou derrames (Pandey e Chen, 2021).

A procura global por fertilizantes tem vindo a aumentar a uma taxa anual de 1,8% entre 2014 e 2018, enquanto a produção de azoto cresce a um ritmo médio de 1,5% ao ano, resultando num aumento subsequente dos preços. De forma a evitar o esgotamento dos recursos não renováveis, reduzir o consumo energético e minimizar as emissões de gases com efeito de estufa, a valorização de estrume e chorume como fertilizantes renováveis assume um papel cada vez mais relevante na promoção da economia circular (Pandey e Chen, 2021; Tambone *et al.*, 2017). A produção de cereais depende fortemente dos fertilizantes químicos azotados, sendo que o uso excessivo tem gerado impactos ambientais negativos, incluindo emissões significativas de gases com efeito de estufa (Rosenblueth *et al.*, 2018).

Neste contexto, a estratégia europeia “Do Prado ao Prato” estabelece como objetivos reduzir as perdas de nutrientes, em particular do azoto e fósforo, em pelo menos 50% até 2030, assegurando simultaneamente que não há perda de fertilidade do solo. Isto permitirá, por sua vez, reduzir o consumo de fertilizantes em pelo menos 20% (European Commission, 2020; INE, 2024). Assim, a recuperação de azoto a partir dos efluentes pecuários poderá, em parte, suprir a procura por fertilizantes minerais azotados dado que os efluentes agropecuários, mesmo após a digestão anaeróbia, constituem ainda uma importante fonte

de azoto. Simultaneamente, a redução do teor de azoto nos digestatos anaeróbios pode minimizar os riscos ambientais associados à sua utilização como fertilizante em zonas vulneráveis à contaminação por nitratos (Horta et al., 2022a).

Têm vindo a ser desenvolvidas diversas tecnologias para recuperação de nutrientes, em particular de azoto, a partir de efluentes agropecuários para obtenção de fertilizantes minerais (Tambone et al., 2017; Zhang et al., 2020). Algumas dessas tecnologias são descritas de seguida.

2.4. Tecnologias para remoção e recuperação de azoto de resíduos orgânicos para obtenção de fertilizantes minerais de base biológica

De forma a recuperar os nutrientes presentes nos resíduos orgânicos e mitigar os impactos negativos associados à sua gestão inadequada, diversas tecnologias têm sido investigadas para a captura e recuperação de amoníaco proveniente da atividade pecuária (Riaño et al., 2019). Estas tecnologias inovadoras permitem não apenas reduzir a contaminação ambiental, mas também contribuir para a mitigação da exploração de recursos naturais finitos para a produção de fertilizantes minerais (Pandey e Chen, 2021).

O conhecimento das diferentes tecnologias disponíveis, bem como das suas vantagens e limitações, é essencial para que os produtores pecuários possam adotar as soluções mais eficientes e sustentáveis na gestão do azoto presente nos seus efluentes. Além dos benefícios ambientais, a conversão do azoto recuperado em fertilizantes de base biológica representa uma oportunidade económica, permitindo a sua comercialização (Pandey e Chen, 2021).

Entre as tecnologias estudadas para a recuperação do azoto, incluem-se a osmose reversa usando alta pressão e membranas hidrofílicas, a remoção de amoníaco com utilização de torres de absorção ácida, a permuta iónica e adsorção, a precipitação de estruvite, a depuração húmida e a utilização de membranas permeáveis a gases (Riaño et al., 2019).

O processo de recuperação de azoto com recurso à utilização de membranas permeáveis aos gases é, atualmente, um dos processos mais difundidos e utilizados, em parte, devido às limitações inerentes aos outros processos convencionais. Em particular, a osmose reversa requer elevadas pressões operacionais; as torres de absorção ácida e a permuta iónica necessitam de pré-tratamento dos efluentes e a precipitação de estruvite requer a adição de magnésio (Mg^{2+}) e fosfato (PO_4^{3-}) para garantir o equilíbrio estequiométrico da reação (Riaño et al., 2019).

Por outro lado, a tecnologia baseada em membranas permeáveis a gases apresenta diversas vantagens em relação às tecnologias referidas anteriormente, nomeadamente: baixo consumo energético (0,18 kWh/kg de amoníaco); operação a baixa pressão; ausência de necessidade de pré-tratamento dos efluentes e dispensa da adição de reagentes alcalinos (Riaño et al., 2019).

Em seguida, descrevem-se com maior detalhe as tecnologias de remoção de NH_3 enunciadas anteriormente.

2.4.1. Tecnologia de osmose reversa

A osmose reversa é uma tecnologia amplamente empregada para a purificação de água e a remoção de contaminantes de efluentes pecuários. Neste processo, uma membrana semipermeável separa seletivamente os íons e moléculas presentes na solução, forçando o solvente a atravessar a membrana sob elevada pressão (Ahuchaogu *et al.*, 2018).

Durante este processo, um solvente flui de uma solução concentrada para uma solução diluída através de uma membrana semipermeável devido à aplicação de uma pressão superior à pressão osmótica, contrariando o fluxo osmótico natural, até que as duas soluções atinjam um estado de equilíbrio (Ahuchaogu *et al.*, 2018; Cath *et al.*, 2006). A membrana semipermeável utilizada neste processo é seletivamente permeável às moléculas do solvente, restringindo o movimento de grandes moléculas e íons (Warsinger *et al.*, 2016).

O processo de osmose inversa é eficaz na remoção de íons, incluindo NH_4^+ , e de sólidos dissolvidos, gerando um efluente tratado com menor carga poluente, adequado para reutilização ou descarga ambiental segura (Zarebska *et al.*, 2015).

2.4.2. Tecnologia de remoção de amoníaco com utilização de torres de absorção ácida

Este processo consiste na transferência do amoníaco presente nos efluentes pecuários para uma corrente de ar ou vapor em torres de absorção. Normalmente, essas torres são colunas embaladas ou torres de pulverização equipadas com tabuleiros e elementos internos para otimizar o contacto gás-líquido (Pandey e Chen, 2021).

Os materiais de enchimento utilizados na torre aumentam a área de contacto entre as fases gasosa e líquida, favorecendo a transferência de massa (Kinidi *et al.*, 2018). O efluente flui a partir do topo da torre, enquanto a corrente de ar ou vapor é injetada pela base. O amoníaco removido pode então ser capturado com ácidos para a produção de fertilizantes, como o sulfato de amónio. Esta tecnologia tem sido aplicada a diferentes tipos de resíduos, incluindo efluentes municipais, lamas digeridas, chorume de suínos e resíduos fermentados de estrume de aves (Laureni *et al.*, 2013; Shi *et al.*, 2018; Zarebska *et al.*, 2015).

2.4.3. Tecnologia de permuta iónica e adsorção

A permuta iónica e a adsorção são processos frequentemente utilizados para a remoção de íons amónio de efluentes pecuários. A permuta iónica envolve a troca de íons amónio por outros íons presentes no material adsorvente, troca esta que ocorre até que os íons substituíveis nos adsorventes sejam esgotados, enquanto a adsorção ocorre por interação intermolecular entre os íons amónio e superfícies porosas (Shi *et al.*, 2018).

Entre os materiais adsorventes utilizados destacam-se a alumina, a cal, a sílica, os zeólitos, os hidróxidos metálicos e o carvão ativado (Rashed e Palanisamy, 2018). Em particular, os zeólitos são aluminossilicatos cristalinos microporosos que apresentam elevada capacidade de troca iónica, tornando-se um dos materiais mais eficientes para este processo (Rashed e Palanisamy, 2018).

2.4.4. Tecnologia de precipitação da estruvite

A precipitação de estruvite ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ocorre quando íões de magnésio, amónio e fosfato se combinam na proporção molar de 1:1:1, resultando na formação de cristais de estruvite (Le Corre *et al.*, 2009). Esta técnica tem sido aplicada a diferentes efluentes, incluindo chorume suíno, estrume bovino, lixiviados de aterros e efluentes agroindustriais (Uludag-Demirer *et al.*, 2005).

A eficácia da precipitação depende de fatores como o pH, temperatura e a concentração de íões nos efluentes (Doyle e Parsons, 2002). Além de remover simultaneamente azoto e fósforo dos efluentes, a estruvite formada pode ser utilizada como fertilizante, comportando-se como um adubo de libertação controlada, representando uma alternativa sustentável aos fertilizantes convencionais (Hao *et al.*, 2013).

2.4.5. Tecnologia de depurador húmido

A tecnologia de depuradores húmidos é utilizada para remover amoníaco dos gases de exaustão de instalações pecuárias. Esses sistemas capturam o NH_3 gasoso utilizando água, soluções ácidas ou biofilmes nitrificantes presentes em filtros porosos (Rothrock *et al.*, 2013).

Os depuradores húmidos podem ser classificados em três categorias principais:

- 1 - Depuradores com água, onde o NH_3 é dissolvido diretamente na fase líquida;
- 2 - Depuradores químicos, que utilizam soluções ácidas para converter o NH_3 em sais amoniacais;
- 3 - Depuradores biológicos, que empregam biofilmes microbianos para oxidar o NH_3 .

Após a captura do amoníaco, a solução amoniacal resultante pode ser utilizada como fertilizante, promovendo a reciclagem de nutrientes na agricultura (Pandey e Chen, 2021).

2.4.6. Tecnologia de membranas permeáveis a gases

A tecnologia de membranas permeáveis aos gases é uma tecnologia relativamente nova que tem sido utilizada com sucesso para recuperar amoníaco de resíduos orgânicos originários da atividade pecuária (García-González *et al.*, 2015).

Este processo é útil para recuperar amoníaco de estrumes líquidos ou fração líquida de resíduos orgânicos provenientes de atividade pecuária ou industrial. Esta tecnologia baseia-se na passagem do amoníaco através de uma membrana microporosa e hidrofóbica permeável a esse gás, onde é convertido em sulfato de amónio, pela ação da solução ácida contida no interior da membrana (Fig. 1 e 2). Por norma, pelo seu menor custo de aquisição entre todos os ácidos inorgânicos, o ácido sulfúrico (H_2SO_4) é aquele que costuma ser utilizado (García-González *et al.*, 2015; Pandey e Chen, 2021; Vanotti *et al.*, 2017).

As membranas encontram-se submersas no efluente contido num recipiente. Este é sujeito a arejamento promovendo assim a alcalinização do meio líquido e a formação de amoníaco que atravessa os poros da membrana tubular por difusão onde encontra o ácido sulfúrico que a percorre. O pH ácido no interior da membrana favorece a reação química entre o ácido sulfúrico e o amoníaco formando sulfato de amónio que é recolhido num recipiente exterior. Esta solução de sulfato de amónio pode então ser usada como fertilizante químico (Pandey e Chen, 2021).

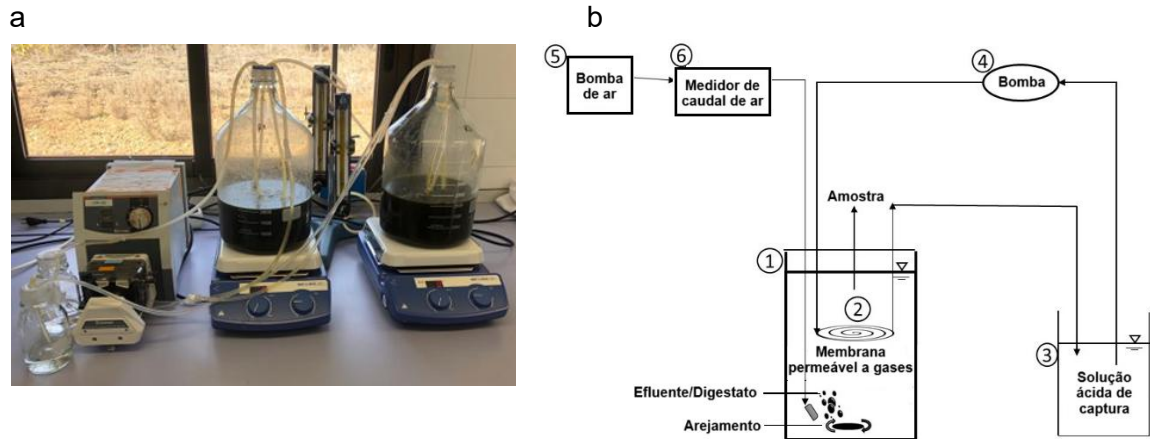


Figura 1 – Dispositivo experimental do processo de extração de azoto através de membranas permeáveis aos gases. a - Fotografia do dispositivo experimental do processo de membranas permeáveis aos gases; b - Esquema do dispositivo experimental do processo de membranas permeáveis aos gases constituído por: 1 – recipiente com efluente/digestato; 2 – membrana tubular submersa no efluente/digestato; 3 – tanque contendo a solução ácida de captura; 4 – bomba peristáltica que recircula continuamente a solução ácida através da membrana tubular; 5 – bomba de ar para fornecer ar ao efluente/digestato e 6 – medidor de fluxo para controlar a taxa de fluxo de ar fornecido. Adaptado de (Horta et al., 2022a).

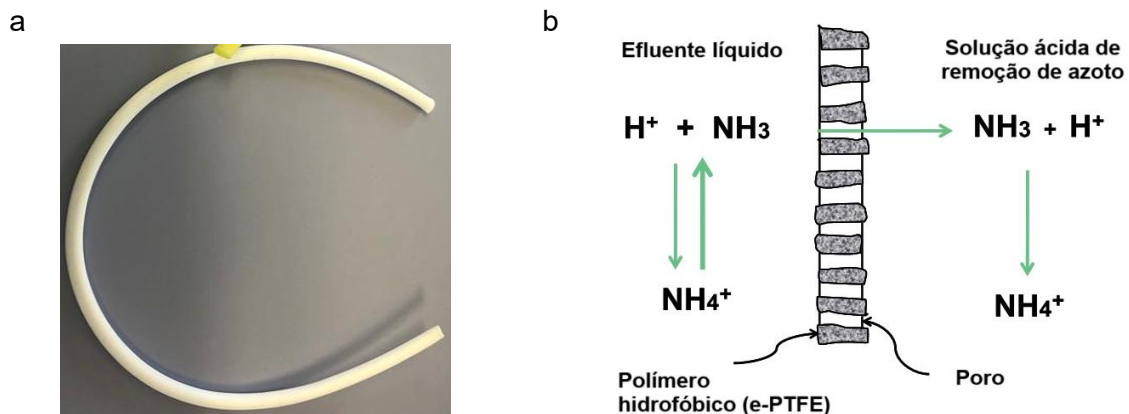


Figura 2 – Esquemas referentes ao processo de membranas permeáveis aos gases. a - Membrana tubular permeável aos gases. b - Secção transversal da captura de amoníaco através de uma membrana permeável aos gases. Adaptado de Garcia-González e Vanotti, (2015).

Estas membranas são hidrofóbicas, podendo ser constituídas por politetrafluoretileno, polipropileno e polietileno/poliuretano. Este processo necessita do aumento do pH da solução de onde será extraído o azoto, com recurso à adição de produtos químicos alcalinos e a arejamento de forma a incrementar a libertação de amoníaco do efluente e posterior captura por parte da membrana (Vanotti *et al.*, 2017).

Horta *et al.*, (2022a) reportaram uma eficiência de recuperação de azoto de aproximadamente 62% num período de extração de 4 dias, com uma taxa de recuperação de azoto de $43,0 \pm 6,6 \text{ g N/m}^2$ de membrana e dia, enquanto Riaño *et al.*, (2019) refere 90% de taxa de recuperação de azoto num período de 12 dias.

A solução de sulfato de amónio obtida a partir do processo de membranas permeáveis aos gases pode ser considerada como um fertilizante de base biológica incluída como “Fertilizante CE – categoria CI b)” de acordo com o Regulamento (UE) 2019/1009 do Parlamento Europeu e do Conselho de 5 de junho de 2019 (União Europeia, 2019).

3. Material e Métodos

Descrevem-se em seguida os procedimentos utilizados durante a parte experimental do presente trabalho.

3.1. Descrição e caracterização dos ensaios em vasos realizados

Com vista a avaliar o efeito fertilizante de duas soluções amoniacais com azoto recuperado a partir de dois digestatos distintos, em comparação com a adubação azotada tradicional com adubos minerais comerciais, foram realizados dois ensaios em vaso. No primeiro ensaio, utilizou-se, como planta teste, uma cultura de outono-inverno, tendo sido selecionado o tritcale (*×Triticosecale* Wittm., var. Misionero). No segundo ensaio, foi utilizada uma cultura hortícola realizada na primavera/verão, tendo sido escolhida a alface (*Lactuca sativa* L., var. Grand Rapids). Os ensaios decorreram na Quinta da Senhora de Mércules, com o primeiro realizado no Centro de Ensaios da Escola Superior Agrária de Castelo Branco (39°49'25.9"N, 7°27'07.5"W), numa área ao ar livre, vedada e coberta com acrílico transparente. O segundo ensaio foi conduzido na estufa climatizada do Centro de Biotecnologia de Plantas da Beira Interior, a fim de proteger a alface de temperaturas máximas muito elevadas durante o seu ciclo vegetativo. Segundo as normais climatológicas no período 1986-2015, registadas na Quinta da Sra. de Mércules (Horta, 2016), a temperatura média anual desta área é de 15,0 °C, com máximas em média de 21,5 °C e média das mínimas de 9,4 °C, ocorrendo uma precipitação anual de 735 mm. De acordo com a classificação climática de Köppen, o clima da região é do tipo Csa, caracterizado como temperado, com verão seco e precipitação concentrada nos meses frios, isto é, clima da região Mediterrânea.

3.1.1. Instalação dos ensaios, manutenção e delineamento experimental

Ensaio em vasos com tritcale (*×Triticosecale* Wittm., var. Misionero)

O ensaio decorreu entre 20 de dezembro de 2023 (sementeira) e 22 de maio de 2024 (colheita). De acordo com os dados da Estação Meteorológica da ESACB, durante o ciclo vegetativo, as temperaturas médias mensais variaram entre 8,2 °C (dezembro) e 26,1 °C (julho), sendo nos restantes meses do ensaio: janeiro: 9,3 °C, fevereiro: 11,3 °C, março: 11,4 °C, abril: 15,1 °C e maio: 17,5 °C. O solo utilizado foi um Regossolo dístico (IUSS Working Group WRB, 2015), formado a partir de granito sob clima Mediterrânico. A sua textura era franco-arenosa (75% de areia, 14% de limo e 11% de argila), ácido (pH = 5,3), baixo teor de matéria orgânica (MO = 2,1%) e baixa capacidade de troca catiónica (9,8 cmolc/kg). O teor em Ca de troca (0,86 cmolc/kg), em Mg de troca (0,17 cmolc/kg) e em Na de troca (0,03 cmolc/kg) era muito baixo e médio em K de troca (0,50 cmolc/kg). O solo apresentava ainda um baixo teor de fósforo assimilável (Egnér-Riehm, P₂O₅ = 19 mg/kg) e um teor elevado de potássio assimilável (Egnér-Riehm, K₂O = 111 mg/kg). A classificação das classes de fertilidade foi realizada com base no Manual de Fertilização das Culturas (Veloso *et al.*, 2022). Este solo é usualmente utilizado para a cultura de cereais, podendo também ser adequado ao cultivo da alface.

A amostra do solo foi realizada até 0,20 m de profundidade, seguindo-se a secagem ao ar sob coberto e posterior crivagem a 5 mm. Os vasos utilizados no ensaio foram preenchidos com 6 kg deste solo, dos quais 4,8 kg correspondiam a terra fina. Excetuando

a modalidade testemunha, e considerando o baixo teor de fósforo do solo, foi realizada uma adubação mineral fosfatada correspondente à aplicação de 50 kg P_2O_5 /ha em todas as modalidades fertilizadas com azoto. Esta fertilização foi realizada com superfosfato de cálcio (18% P_2O_5), em fundo, no momento do enchimento dos vasos. A fertilização azotada foi realizada num quantitativo total correspondente a 170 kg/ha, sendo administrada de forma repartida ao longo do ciclo vegetativo. Em cada vaso foram semeadas 8 sementes, o que corresponde a uma densidade de 120 kg de semente/ha.

O quantitativo de fósforo, azoto e sementes a aplicar por vaso foram calculados com base na área do vaso, que no ensaio do triticale correspondia a 0,045216 m². Assim, aplicaram-se 0,22608 g de P_2O_5 /vaso e 0,768672 g de N/vaso.

As modalidades estabelecidas foram as seguintes: Testemunha (T, sem qualquer fertilização); Fertilização azotada tradicional: S-N aplicação do azoto em solução feita a partir do reagente químico nitrato de amónio (NH_4NO_3 p.a., Merck;) e F-N aplicação dos adubos comerciais sulfato de amónio (20,5% N) e nitrato de cálcio (15,5% N); Fertilização com soluções de azoto recuperado: S-DS aplicação de solução amoniacal com azoto recuperado a partir de digestato obtido de efluente de suinicultura e S-DAM aplicação de solução amoniacal com azoto recuperado a partir de digestato obtido de resíduos agroalimentares e de matadouro. Estas soluções azotadas foram produzidas e disponibilizadas pela Universidade de Valladolid, Espanha.

O delineamento experimental seguiu um esquema completamente casualizado, com cinco tratamentos e três repetições por tratamento, totalizando 15 vasos (Fig. 3).

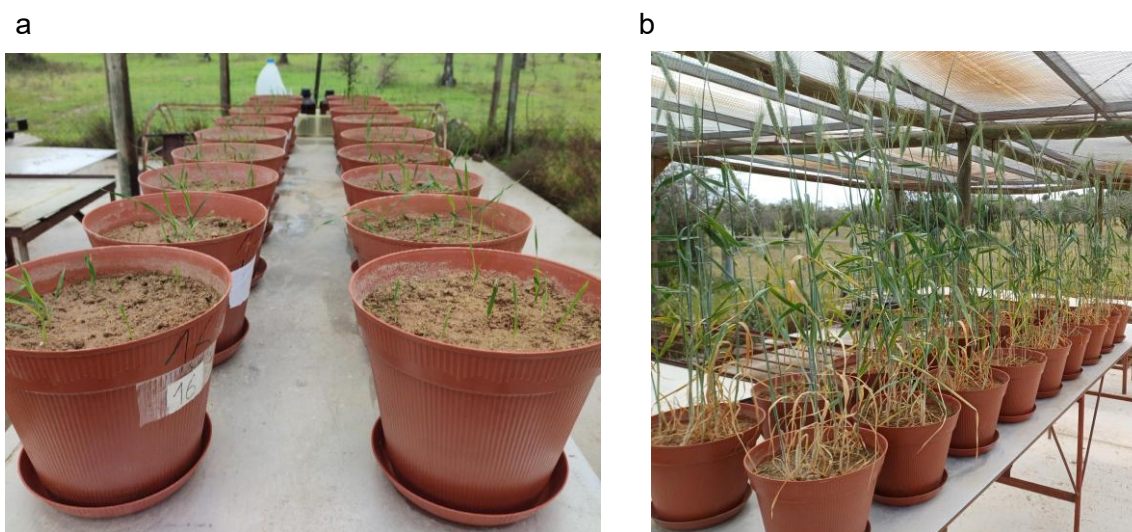


Figura 3 – Cultura do triticale. a – Cultura do triticale a 22 de fevereiro de 2024. b – Cultura do triticale a 14 de maio de 2024.

Na modalidade F-N, o azoto foi aplicado em fundo num quantitativo de 50 kg/ha através do sulfato de amónio. Posteriormente, foram aplicados 60 kg/ha de nitrato de cálcio na primeira cobertura (20 de fevereiro de 2024), realizada um mês após a germinação do triticale (19 de janeiro de 2024), e outros 60 kg/ha na segunda cobertura (19 de abril de 2024). Relativamente à adubação azotada em solução, (S-N, S-DS e S-DAM), a mesma teve início após a germinação (19 de janeiro de 2024) e prolongou-se até ao dia 3 de maio de 2024. Durante este período, o azoto foi aplicado de forma fracionada, a cada dois dias, em conjunto com a rega, totalizando 170 kg N/ha.

A rega do ensaio foi gerida de forma a manter os vasos a 70% da capacidade campo. Sempre que se aplicava a solução azotada, a quantidade de água era ajustada de acordo com o peso do vaso previamente avaliado para 70% da capacidade de campo.

As soluções azotadas foram analisadas quanto a algumas propriedades físico-químicas (Tabela 1). Observou-se que ambas as soluções amoniacais com azoto recuperado apresentavam diferenças nas propriedades analisadas. No entanto, ambas continham uma elevada concentração em azoto amoniacal (S-DS = 30,0 e S-DAM = 20 g/L). A solução S-DAM apresentava ainda teores mais elevados em fósforo, potássio, cálcio, ferro, zinco e níquel, 0,48; 11,30; 14,53; 5,45 e 3,39 mg/L respetivamente, embora, em termos de fertilização, estes teores não sejam considerados elevados.

Tabela 1 - Composição em elementos minerais das soluções azotadas utilizadas nos ensaios em vasos

Solução	pH	CE dS/m	N-total g/L	P mg/L	K	Ca	Mg	Na	Cu	Fe	Zn	Ni
NH ₄ NO ₃	5,5	1,07	0,221	0,01	<LD*	0,11	<LD	0,11	0,03	0,03	0,11	<LD
S-DS	2,5	3,22	30,0	0,04	4,37	2,66	0,06	3,68	0,01	0,08	0,11	<LD
S-DAM	2,1	5,55	22,2	0,48	11,30	14,53	1,92	6,62	0,14	5,45	3,39	0,08

*-LD-Limite de Detecção do método

Após cerca de dois meses da germinação, a 18 de março, observou-se que o tritcale se encontrava em stresse (Fig. 4), apresentando um crescimento reduzido e um desenvolvimento mais débil nas modalidades fertilizadas com as soluções de azoto recuperado, em comparação com as outras modalidades. Dado que estas soluções apresentavam um pH muito ácido e um valor de condutividade elétrica (CE) relativamente elevado, procedeu-se à análise desses parâmetros no solo. Verificou-se que o valor de pH do solo nas modalidades em questão era de 3,8, o que poderia justificar o deficiente desenvolvimento do tritcale. A condutividade elétrica, por sua vez, era de 0,5 na S-DS e de 0,8 dS/m na S-DAM, valores que não pareciam ser excessivos para o bom desenvolvimento do tritcale. De forma a corrigir o pH nessas duas modalidades, foram aplicadas 5,26 g de carbonato de cálcio por vaso, (CaCO₃ p.a., Merck) em solução, com o objetivo de elevar o pH do solo a valores próximos ao pH inicial. Adicionalmente, o pH das soluções S-DS e S-DAM foi ajustado a 5,5 através de uma solução de KOH a 10%. (Fig. 5).

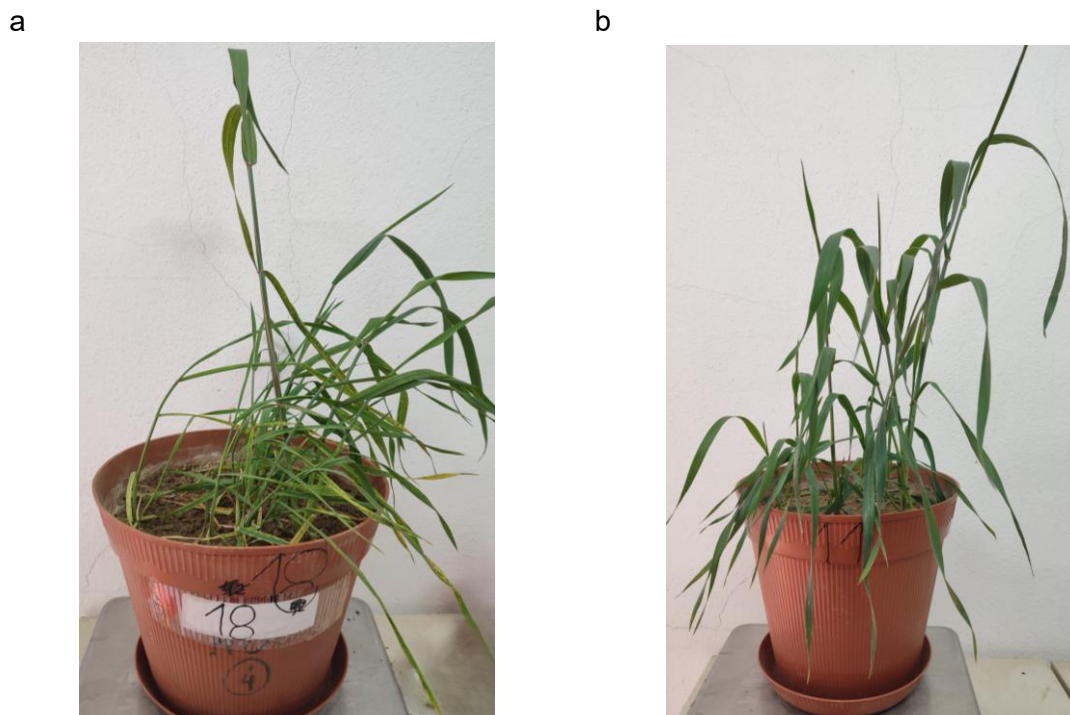


Figura 4 – Ensaio do triticale. a - Triticale em stress (S-DAM). b - Triticale em desenvolvimento normal (F-N).

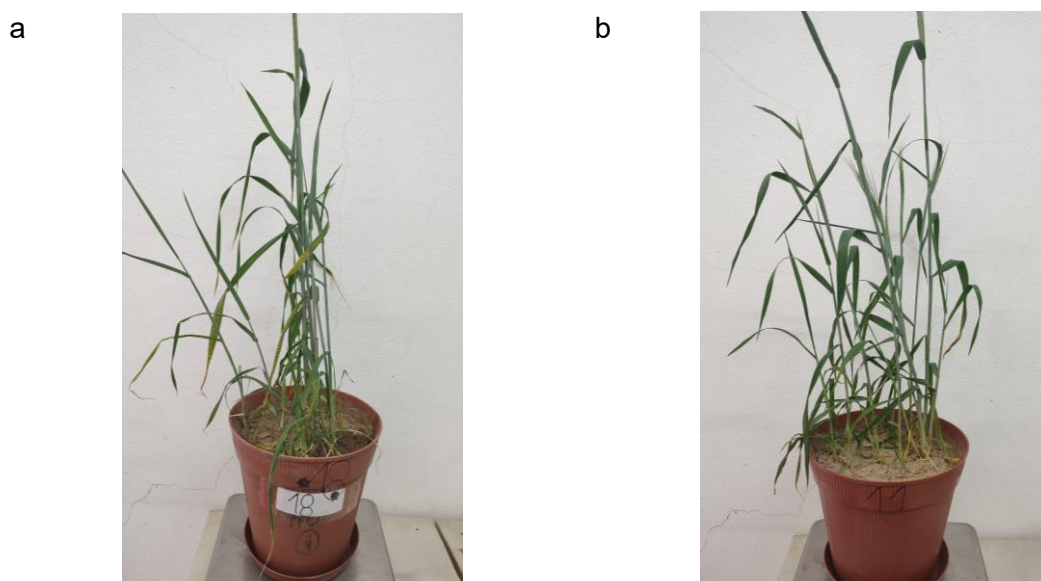


Figura 5 – Ensaio do triticale. a - Triticale após a correção de solo (S-DAM). b - Triticale em desenvolvimento normal (F-N).

A colheita do triticale foi realizada a 22 de maio de 2024, momento em que o grão se encontrava na transição de grão leitoso para pastoso. A espiga foi colhida separadamente da restante biomassa da parte aérea (palha) por modalidade e repetição, com o intuito de avaliar a respetiva produção e absorção de nutrientes. Foi também recolhida uma amostra de solo de cada vaso para análise laboratorial dos seguintes parâmetros de fertilidade do solo: pH, condutividade elétrica, matéria orgânica, fósforo e potássio assimiláveis, bem como cobre e zinco totais.

Ensaio em vasos com alface (*Lactuca sativa* L., var. Grand Rapids)

O ensaio em vasos com alface decorreu no período de 6 de junho a 29 de julho de 2024. O procedimento de instalação do ensaio foi semelhante ao do triticale, mantendo-se as modalidades. O solo das modalidades do triticale transitou para este ensaio. Para garantir maior representatividade da biomassa produzida, cada vaso de 6 kg de terra foi dividido em dois vasos, ficando cada um com aproximadamente 2,5 kg de terra (cerca de 2,0 kg de terra fina). Estes dois vasos passaram a constituir uma repetição.

No final do ensaio com triticale, o solo apresentava um pH ácido (entre 5,1 na modalidade T e 4,5 na S-DAM), valores inferiores ao pH ideal para a cultura da alface (pH entre 6,5 e 7,5). Assim, procedeu-se à correção do pH através da aplicação de CaCO_3 (p.a., Merck) no dia 6 de junho de 2024. Como os solos das diferentes modalidades apresentavam valores de pH distintos, ajustou-se a quantidade de CaCO_3 a aplicar por vaso. Nos vasos com pH igual ou superior a 5,0 aplicou-se 3,5 g/vaso de CaCO_3 , enquanto nos outros vasos aplicou-se 4,5 g/vaso, correspondendo a 5 e 6,5 toneladas/ha, respetivamente. Os vasos foram mantidos a 70% da capacidade de campo durante duas semanas, para que a correção do pH se iniciasse antes da plantação da alface.

Após esse período, no dia 20 de junho de 2024, foi adicionado superfosfato 18% num quantitativo correspondente à aplicação de 120 kg P_2O_5 /vaso. A plantação das alfaces ocorreu no dia 21 de junho de 2024, com uma alface por vaso. Uma vez que cada modalidade tinha três repetições e que cada repetição era constituída por dois vasos (duas alfaces), o total de vasos do ensaio foi de 30.

A fertilização nos dois ensaios foi realizada de acordo com o Manual de Fertilização das Culturas (Veloso *et al.*, 2022). O delineamento experimental foi completamente casualizado, com cinco modalidades: T, S-N, F-N, S-DS e S-DAM, cada uma composta por três repetições (Fig. 6).

a



b



Figura 6 – Cultura da alface. a – Cultura da alface a 27 de junho de 2024. b – Cultura da alface a 19 de julho de 2024.

O ensaio decorreu numa época do ano com temperaturas elevadas (temperatura média mensal: junho: 21,3 °C; julho: 26,1 °C), pelo que, de forma a evitar o espigamento precoce da alface, a duração do ensaio foi limitada a cerca de 5 semanas. A adubação azotada foi ajustada a este período, com a aplicação de azoto num quantitativo correspondente a 60 kg/ha, na forma de adubos sólidos ou líquidos. Na modalidade F-N, a adubação azotada foi realizada com nitrato de cálcio (15,5% N), aplicado em fundo num quantitativo correspondente a 40 kg/ha, no dia 20 de junho de 2024. Em cobertura, aplicaram-se os restantes 20 kg/ha, passadas 3 semanas da plantação (11 de julho de 2024). As soluções líquidas azotadas (S-N, S-DS e S-DAM) foram aplicadas diariamente durante 21 dias úteis, a partir da data de plantação até 22 de julho, dividindo-se o quantitativo total de azoto a aplicar por vaso de igual forma durante este período. O pH das soluções S-DS e S-DAM foi ajustado a 5,5 com KOH a 10%.

Durante o período do ensaio, os vasos foram mantidos a 70% da capacidade de campo.

No final do ensaio as alfaces foram cortadas por modalidade e repetição (duas por cada repetição) para avaliação da biomassa produzida e da absorção de nutrientes. Também foi recolhida uma amostra de solo de cada vaso para análise laboratorial dos seguintes parâmetros de fertilidade do solo: pH, condutividade elétrica, matéria orgânica, fósforo e potássio assimiláveis. Uma vez que havia dois vasos por repetição, as amostras de solo desses dois vasos foram combinadas numa única amostra, o mesmo acontecendo com as alfaces.

É de notar que, em ambos os ensaios, a posição dos vasos era alterada periodicamente entre si, garantindo que cada vaso passava por determinada posição, eliminando assim a hipótese de uma possível influência nos resultados, pela permanente posição dos mesmos.

3.1.2. Análises realizadas

Solo

As amostras de solo foram secas em estufa a 40 °C e crivadas a 2 mm. O solo foi analisado quanto à sua classe de textura pelo método da pipeta de Robinson (Deshpande e Telang, 1950). O pH foi determinado utilizando um eletrodo de vidro numa suspensão de solo em água na proporção de 1:2,5 e a condutividade elétrica foi medida com um condutímetro numa suspensão solo: água na proporção de 1:2. A matéria orgânica foi quantificada pelo método de Walkley e Black, (1934). O fósforo e potássio assimiláveis foram analisados pelo método de Egnér e Riehm, (1960), e o cobre e zinco foram analisados após digestão pelo método de água régias e posterior quantificação em espectrofotometria de absorção atómica.

Planta

A parte aérea das plantas de cada repetição (espiga e palha do tritcale e alface) foi pesada para avaliação da biomassa produzida (matéria verde). Em seguida, as plantas foram secas a 65 °C durante 48 horas e pesadas novamente para quantificação da produção, expressa em matéria seca. Após a secagem, as plantas foram moídas e colocadas numa mufla a 480 °C durante 16 horas para obtenção das cinzas. O fósforo total foi quantificado na solução clorídrica (HCl 20%, v/v) das cinzas por espectrofotometria de absorção molecular a um comprimento de onda de 470 nm, enquanto o cobre e o zinco foram quantificados por espectrofotometria de absorção atómica. O azoto foi quantificado pelo método de Kjeldahl (N_k), após o corte das plantas e antes da sua secagem.

Soluções azotadas

As soluções azotadas foram analisadas de acordo com o procedimento descrito para a análise de águas (Clesceri *et al.*, 2012). O pH e a condutividade elétrica foram lidos diretamente nas soluções e o azoto avaliado pelo método de Kjeldahl. O fósforo foi determinado por espectrofotometria de absorção molecular, com desenvolvimento da cor pelo método de Murphy e Riley, (1962). O cálcio, magnésio, potássio, sódio, cobre, ferro, zinco e níquel foram avaliados por espectrofotometria de absorção atômica, após digestão com água régia.

3.1.3. Índices Agronômicos

De forma a avaliar o efeito agronômico da fertilização realizada com as soluções amoniacais de azoto recuperado, em comparação com a fertilização tradicional usando adubos comerciais, foram avaliados os seguintes índices agronômicos (Equações 1 a 4):

$$\text{Produção relativa (PR, \%)} = \left(\frac{\text{Matéria seca da modalidade}}{\text{Matéria seca da Mod. (F-N)}} \right) \times 100 \quad \text{Eq. (1)}$$

$$\text{Eficiência de recuperação do N e P (ERN,ERP, \%)} = \left(\frac{\text{Abs. N ou P} - \text{Abs. N ou P (T)}}{\text{N ou P aplicado}} \right) \times 100 \quad \text{Eq. (2)}$$

$$\text{Eficiência Agronômica, (EA, g MS/g N ou P)} = \frac{\text{Matéria Seca obtida} - \text{Matéria Seca obtida (T)}}{\text{N ou P aplicado}} \quad \text{Eq. (3)}$$

$$\text{Eficiência de substituição na utilização do N e P (ESUN, \%)} = \left(\frac{\left(\frac{\text{Absorção de N ou P da mod.}}{\text{N ou P total aplicado na mod.}} \right)}{\left(\frac{\text{Absorção de N ou P na mod. F-N}}{\text{N ou P total aplicado na mod. F-N}} \right)} \right) \times 100 \quad \text{Eq. (4)}$$

3.2. Análise estatística dos resultados

A análise estatística dos resultados foi realizada através do programa R (versão 4.3.3). Foi utilizada a análise de variância unidirecional (ANOVA) para estimar as diferenças estatísticas entre modalidades nas variáveis avaliadas (biomassa, absorção de azoto, fósforo, potássio, cobre e zinco, índices agronômicos e parâmetros da fertilidade do solo). Os pressupostos da ANOVA, relativos à normalidade dos resíduos e à homogeneidade das variâncias, foram testados, respetivamente, pelo teste de Shapiro-Wilk e pelo teste de Levene. Verificou-se que, para todas as variáveis, esses pressupostos foram cumpridos. O teste de Tukey HSD foi utilizado para comparar as médias das modalidades para um nível de significância de 5%.

4. Resultados

Apresentam-se, de seguida, os resultados relativos aos ensaios de produção de triticales e alface.

4.1. Biomassa

Observou-se que a produção de biomassa pelo triticales (Fig. 7.a e 7.b) aumentou significativamente nas modalidades com fertilização azotada ($p < 0,001$).

Considerando apenas as modalidades com fertilização azotada, verificou-se que as modalidades com as soluções de azoto recuperado resultaram numa produção de matéria verde da palha (S-DS: 37,1 e S-DAM: 36,6 g/vaso) e de matéria seca da palha (S-DS: 15,9 e S-DAM: 15,8 g/vaso) que não diferiu significativamente da modalidade F-N (MV: 44,0 e MS: 18,3 g/vaso). No entanto, esses valores foram significativamente inferiores aos obtidos na modalidade com aplicação da solução azotada proveniente de reagentes químicos (MV: 47,4 e MS: 20,4 g/vaso).

Relativamente à biomassa da matéria seca da espiga, observou-se que a solução S-DAM apresentou uma produção semelhante (10,1 g/vaso) às modalidades S-N (11,9 g/vaso) e F-N (13,1 g/vaso). No entanto, a matéria verde da espiga nesta solução (S-DAM: 26,8 g/vaso) foi inferior à da modalidade F-N (33,4 g/vaso). A modalidade S-DS apresentou uma biomassa de matéria verde da espiga (23,8 g/vaso), inferior à das modalidades com fertilização azotada tradicional (S-N: 30,7 e F-N: 33,4 g/vaso) e, em termos de matéria seca, apenas inferior à modalidade F-N (13,1 g/vaso).

O número de espigas produzido por vaso (Fig. 7.c) variou entre 8 (T) e 11 nas restantes modalidades. Não foram encontradas diferenças significativas entre as modalidades com fertilização azotada. No entanto, o número de espigas foi significativamente maior ($p < 0,001$) em todas essas modalidades quando comparadas com a modalidade T.

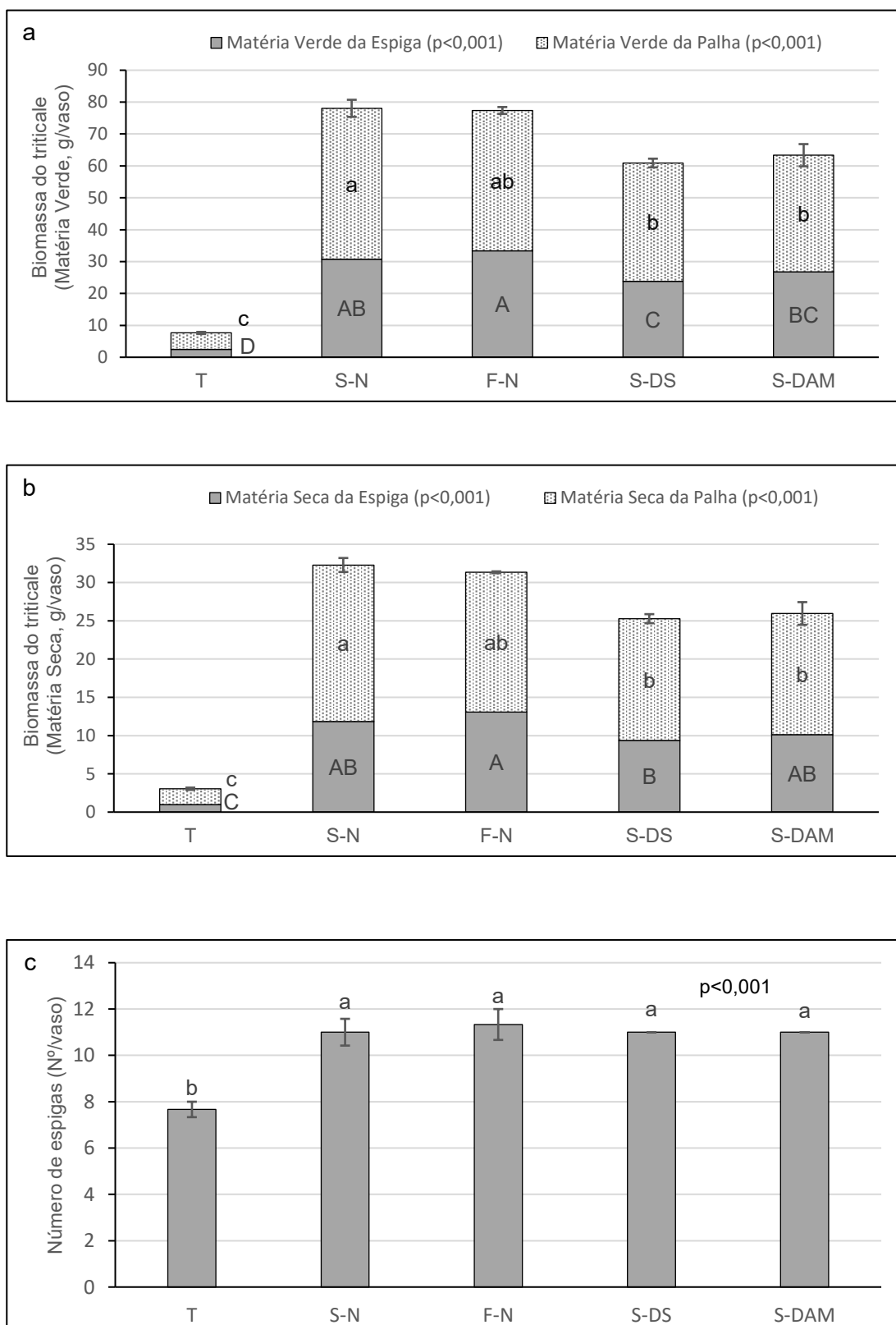


Figura 7 – Biomassa total do tritcale no ensaio em vasos (espiga + palha). a - Matéria verde (g/vaso); b - Matéria seca (g/vaso); c - Número de espigas (Nº/vaso). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as modalidades relativas à biomassa da espiga e letras minúsculas relativas à biomassa da palha. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão ($n=3$) da média dos resultados.

Na cultura da alface verificou-se que, tal como na cultura do triticale, a produção de biomassa (Fig. 8) aumentou significativamente nas modalidades com fertilização azotada ($p < 0,001$).

Considerando apenas as modalidades sujeitas a fertilização azotada, observou-se que as modalidades com as soluções de azoto recuperado tiveram uma produção de matéria verde (S-DS: 11,6 e S-DAM: 17,3 g/vaso) e de matéria seca (S-DS: 1,3 e S-DAM: 1,7 g/vaso) semelhante, no caso da modalidade S-DS e, superior, no caso da modalidade S-DAM, quando comparadas com a modalidade com fertilização azotada mineral tradicional (MV: 13 e MS: 1,3 g/vaso) e com a modalidade com aplicação da solução azotada obtida a partir de reagentes químicos (MV: 12,8 e MS: 1,4 g/vaso).

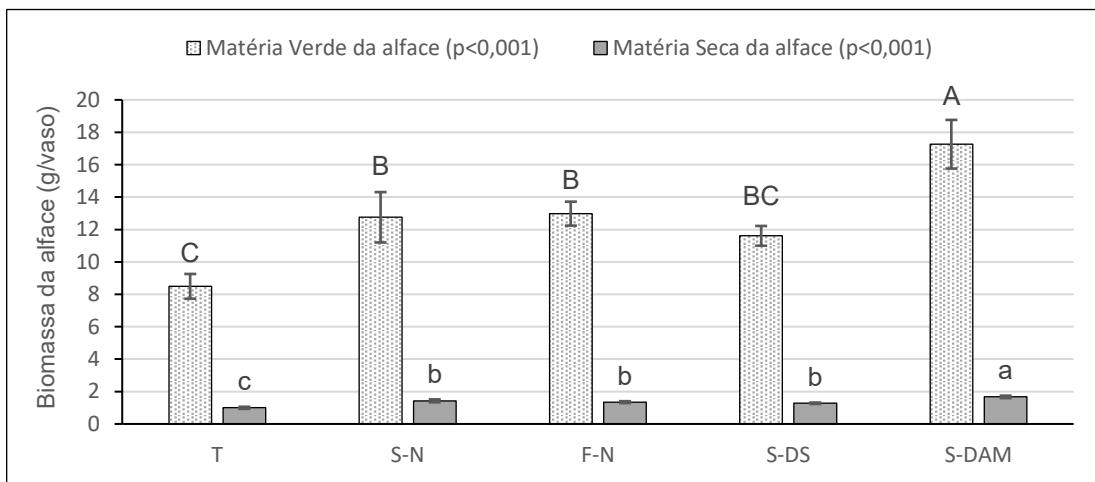


Figura 8 – Biomassa da alface (g/vaso). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as modalidades relativas à matéria verde e letras minúsculas relativas à matéria seca. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão ($n=6$) da média dos resultados.

4.2. Absorção de Nutrientes

Seguem-se os resultados relativos à absorção de nutrientes (azoto (N), fósforo (P), potássio (K), cobre (Cu) e zinco (Zn)) nas culturas do triticale (Espiga + Palha) e da alfafa.

Observou-se que a absorção de nutrientes pelo triticale (Fig. 9) aumentou significativamente ($p < 0,001$) nas modalidades com fertilização azotada.

Considerando apenas as modalidades com fertilização azotada, para o caso da palha, foi possível observar que uma das modalidades com solução de azoto recuperado (S-DS) apresentou uma absorção de azoto (S-DS: 100,3 mg/vaso) significativamente inferior à das restantes modalidades com fertilização azotada (S-N: 199,0, F-N: 177,8 e S-DAM: 177,9 mg/vaso). Um comportamento semelhante foi observado na espiga, com os seguintes valores observados: S-N: 195,5, F-N: 225,4, S-DS: 122,5 e S-DAM: 180,8 mg/vaso. Uma maior absorção de azoto na modalidade fertilizada com azoto recuperado, em comparação com a fertilização azotada tradicional, foi também observada por Horta *et al.*, (2022a) e por Riaño *et al.*, (2022) num ensaio também com triticale, conduzido em dois solos distintos (Regossolo e Cambisolo), numa câmara de crescimento durante 34 dias, utilizando uma solução de azoto recuperado proveniente de um digestato de agroindústria e efluente de suinicultura.

No que respeita à absorção de fósforo na palha, verificou-se que as modalidades com solução de azoto recuperado (S-DS: 5,3 e S-DAM: 5,8 mg/vaso) apresentaram valores significativamente inferiores aos da modalidade S-N (8,2 mg/vaso) e semelhantes aos da modalidade F-N (6,15 mg/vaso). No entanto, a absorção deste nutriente na espiga seguiu um padrão diferente do da palha, uma vez que a modalidade com azoto recuperado (S-DAM) apresentou um valor significativamente inferior (16,2 mg/vaso) ao das modalidades com fertilização azotada tradicional (S-N: 24,5 e F-N: 24,4 mg/vaso) e semelhante ao da modalidade S-DS (19,4 mg/vaso). Num ensaio realizado por Oliveira *et al.*, (2019) com centeio, em vaso, durante 45 dias, verificou-se que a absorção de fósforo pela planta foi superior na modalidade fertilizada com estruvite, obtida através da recuperação de fósforo num digestato de resíduos sólidos urbanos, em comparação com a modalidade fertilizada apenas com superfosfato simples.

Relativamente à absorção de potássio, observou-se que, na palha, as modalidades fertilizadas com azoto recuperado apresentaram resultados significativamente superiores (S-DS: 256,6 e S-DAM: 328,1 mg/vaso) aos das restantes modalidades fertilizadas (S-N: 151,7 e F-N: 146,5 mg/vaso), sendo a modalidade S-DAM a que apresentou os melhores resultados. No caso da espiga, apenas a modalidade S-DS diferiu significativamente (103,8 mg/vaso), com menor valor, das restantes modalidades fertilizadas (S-N: 120,2, F-N: 135,3 e S-DAM: 122,7 mg/vaso).

A absorção de cobre na espiga apresentou diferenças significativas entre as modalidades ($p < 0,001$), registando-se o maior valor na modalidade S-N (4,6 mg/vaso) e o menor na modalidade S-DAM (2,2 mg/vaso). Nas modalidades F-N e S-DS, não foram encontradas diferenças significativas (2,4 mg/vaso). A modalidade testemunha não foi analisada no seu teor em cobre e zinco na espiga, uma vez que apresentou um teor de matéria seca insuficiente. No que se refere à absorção de cobre na palha, não se verificaram diferenças significativas entre as diferentes modalidades ($p \geq 0,05$).

Quanto à absorção de zinco na espiga, os valores mais elevados ($p < 0,001$) foram registados nas modalidades S-N e S-DS (32,4 e 30,6 mg/vaso, respetivamente), enquanto

o menor valor foi observado na modalidade S-DAM (25,8 mg/vaso). No caso da palha, os valores mais elevados ($p < 0,05$) foram obtidos nas modalidades T e F-N (16,14 e 16,03 mg/vaso, respectivamente), enquanto os mais baixos se verificaram nas modalidades S-DS e S-DAM (10,8 e 11 mg/vaso, respectivamente).

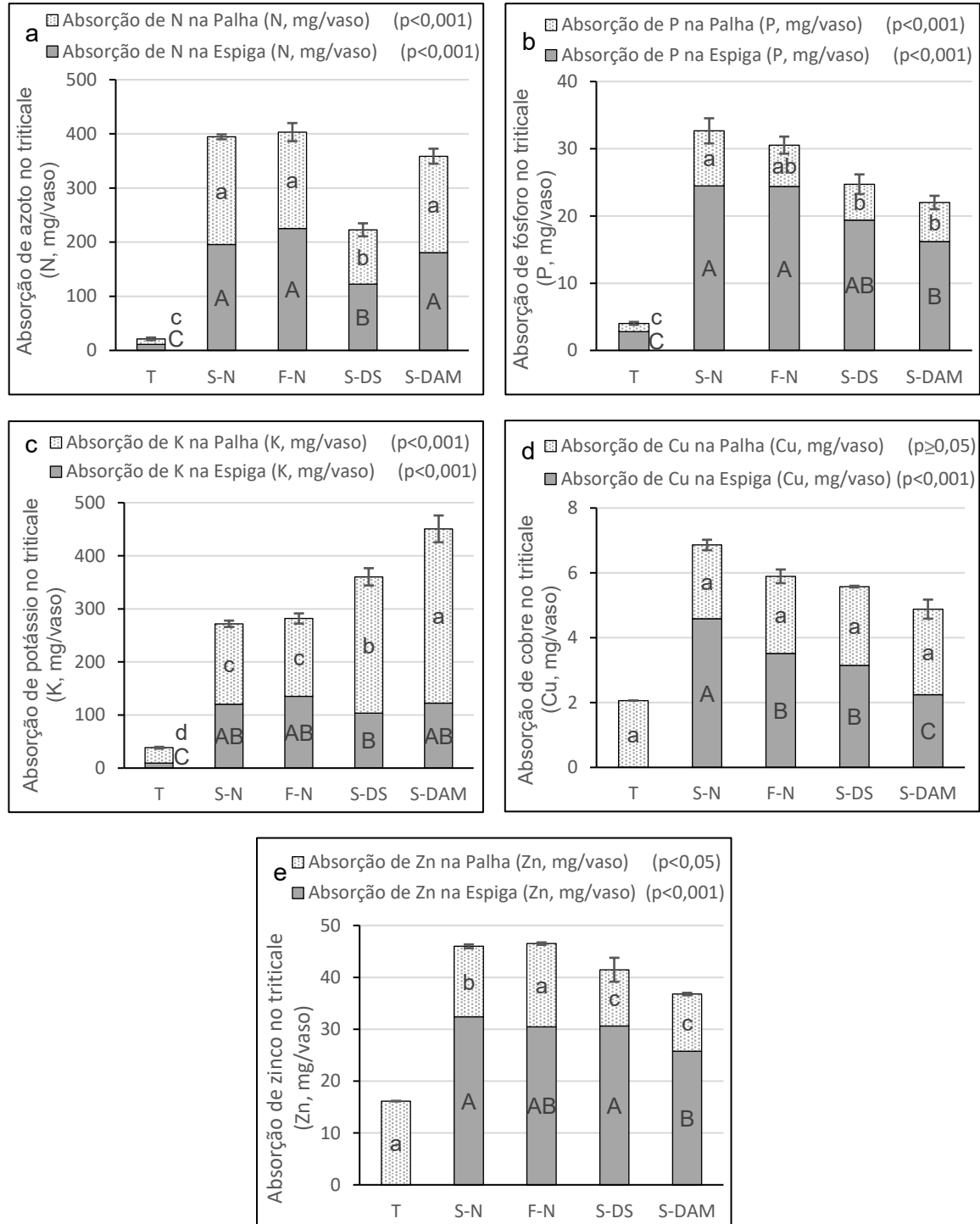


Figura 9 – Absorção de nutrientes no triticale (mg/vaso). a – Absorção de azoto no triticale (N, mg/vaso). b - Absorção de fósforo no triticale (P, mg/vaso). c - Absorção de potássio no triticale (K, mg/vaso). d - Absorção de cobre no triticale (Cu, mg/vaso). e - Absorção de zinco no triticale (Zn, mg/vaso). Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as modalidades relativas à absorção de nutrientes na espiga e letras minúsculas relativas à absorção de nutrientes na palha. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$ e $p < 0,05$. Barras verticais representam o erro padrão ($n=3$) da média dos resultados.

Na cultura da alface, verificou-se que, tal como no triticale, a absorção de nutrientes (Fig. 10) aumentou significativamente nas modalidades sujeitas a fertilização azotada ($p < 0,001$). No entanto, no caso do azoto e do potássio, esta diferença não foi estatisticamente significativa em relação à modalidade testemunha.

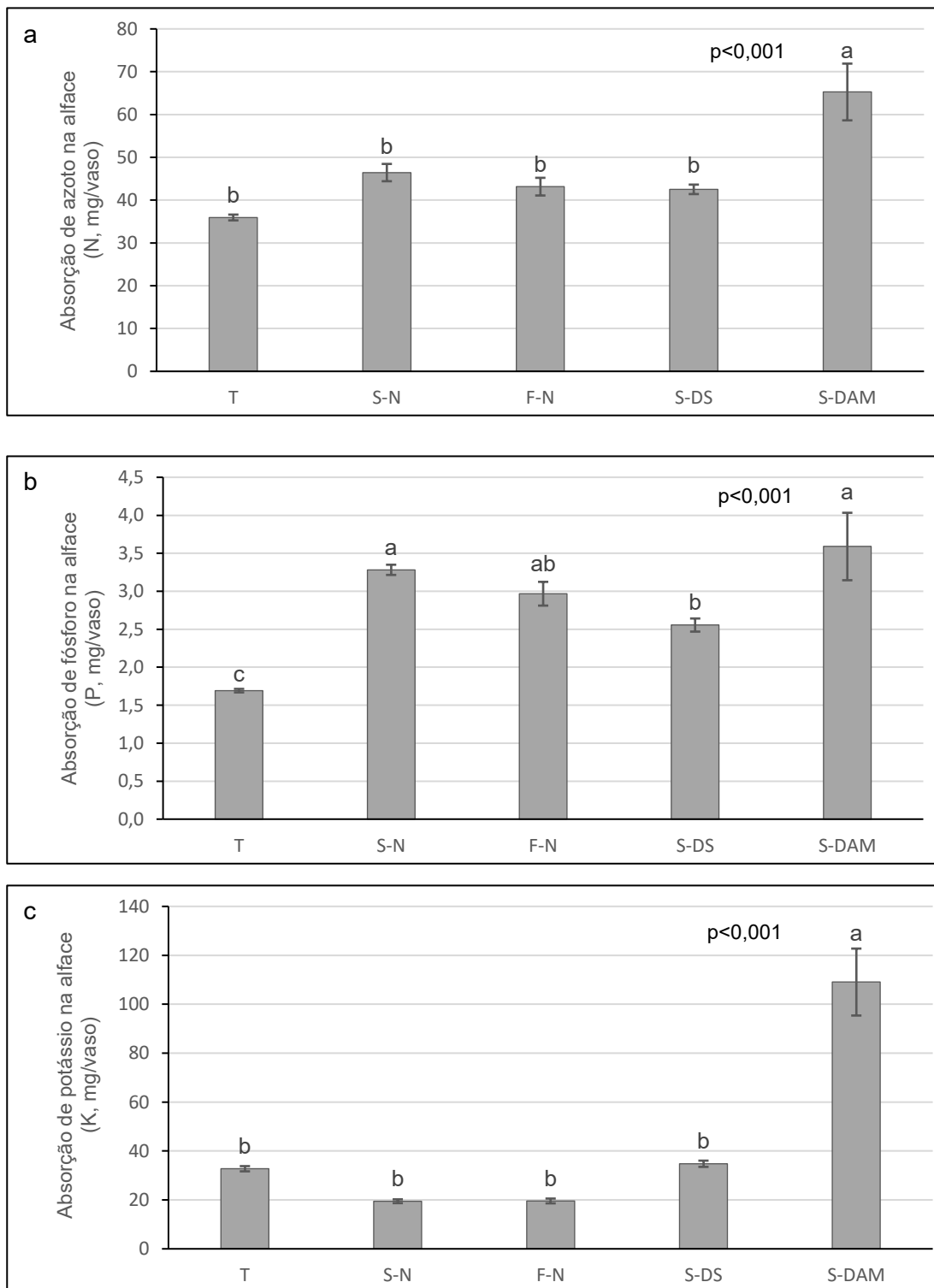


Figura 10 – Absorção de nutrientes na alface (mg/vaso). a – Absorção de azoto na alface (N, mg/vaso); b - Absorção de fosforo na alface (P, mg/vaso). c - Absorção de potássio na alface (K, mg/vaso). Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão ($n=6$) da média dos resultados.

Considerando apenas as modalidades com fertilização azotada, observou-se que a absorção de azoto e potássio foi significativamente superior na modalidade S-DAM (N: 65,3 e K: 109,1 mg/vaso) relativamente às restantes modalidades, tanto para o azoto (S-N: 46,4, F-N: 43,1 e S-DS: 42,5 mg/vaso) como para o potássio (S-N: 19,5, F-N: 19,6 e S-DS: 34,8 mg/vaso).

Relativamente à absorção de fósforo, a modalidade S-DAM (3,6 mg/vaso) apresentou valores semelhantes aos registados nas modalidades com fertilização azotada tradicional (S-N: 3,3 e F-N: 3,0 mg/vaso) e superiores ao da modalidade S-DS (2,6 mg/vaso).

Num ensaio com alface conduzido por Sigurnjak *et al.*, (2016), não foram observadas diferenças significativas na absorção de nutrientes entre as diferentes modalidades testadas: fração líquida de um digestato, efluente de uma lagoa de suinicultura, efluente proveniente de um purificador de ar de uma suinicultura, estruvite proveniente de uma agroindústria de processamento de batata e fertilizantes convencionais.

4.3. Produção Relativa e Índices Agronômicos

De forma semelhante ao que foi descrito acerca da biomassa, as produções relativas da espiga e da palha foram significativamente maiores ($p < 0,001$) nas modalidades com fertilização azotada, quando comparadas com a modalidade T (Fig. 11).

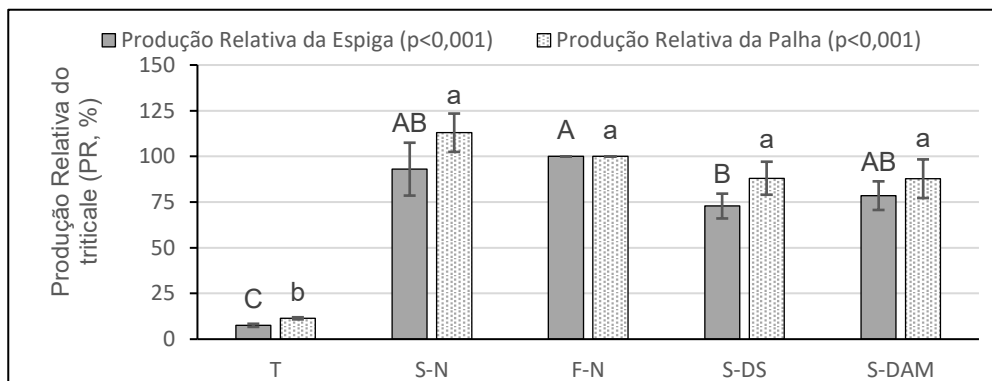


Figura 11 – Produção Relativa* da matéria seca do triticale (PR, %). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as modalidades relativas à Produção Relativa da espiga e letras minúsculas relativas à Produção Relativa da palha. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão ($n=3$) da média dos resultados.

$$* \text{Produção relativa (\%)} = \left(\frac{\text{Matéria seca modalidade}}{\text{Matéria seca Mod. F-N}} \right) \times 100$$

A produção relativa da palha nas modalidades com azoto recuperado (S-DS e S-DAM: 88%) não diferiu significativamente das modalidades com fertilização azotada tradicional (S-N: 113 e F-N: 100%).

Relativamente à produção relativa da espiga, verificou-se que a modalidade S-DS (73%) apresentou valores significativamente inferiores ($p < 0,001$) aos registados nas modalidades S-N (93%) e F-N (100%), correspondendo a um decréscimo de 27% em relação à modalidade F-N.

De forma semelhante ao observado para a biomassa, a produção relativa da alface (Fig. 12) foi significativamente superior ($p < 0,001$) nas modalidades com fertilização azotada.

A produção relativa da alface nas modalidades com fertilização azotada tradicional (S-N: 99,8 e F-N: 100%) foi semelhante à registada na modalidade S-DS (90,0%), mas significativamente inferior à da modalidade S-DAM (134,3%).

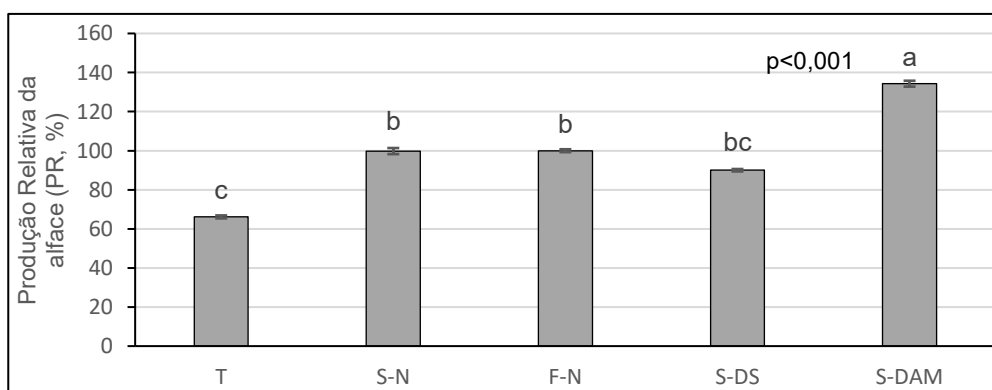


Figura 12 – Produção Relativa da alface (PR, %). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão ($n=6$) da média dos resultados.

A seguir, (Fig. 13 e 14), são apresentados os resultados relativos aos Índices Agronômicos do azoto e do fósforo.

Estes índices têm como objetivo avaliar a eficiência da utilização do azoto e do fósforo pelas culturas do tritcale e da alfaca, através do cálculo da eficiência da recuperação, da eficiência agronômica e da eficiência de substituição na utilização de ambos os nutrientes.

Observou-se que o menor valor de eficiência da recuperação do azoto (Fig. 13.a) ocorreu, em todos os casos, na modalidade S-DS (espiga: 14,5%; palha: 11,7% e total: 26,2%, respetivamente), não se verificando diferenças estatisticamente significativas entre as restantes modalidades. Um resultado semelhante foi reportado por Horta *et al.*, (2022a) num ensaio com tritcale em vasos, conduzido em câmara de crescimento durante 34 dias, utilizando também azoto recuperado a partir de um digestato de agroindústria e suinicultura, através do processo de membranas permeáveis aos gases.

No estudo de Gülmezoğlu e Kutlu, (2017) foram reportados valores de eficiência de recuperação do azoto na ordem dos 70%, num ensaio realizado em condições de campo, num solo franco-argilo-arenoso, com onze génotipos de tritcale durante 10 meses utilizando fertilização com adubos comerciais. No entanto, no presente ensaio, a eficiência de recuperação do azoto na modalidade fertilizada com adubos comerciais foi igual a 49,7%. De forma semelhante, num ensaio de campo realizado na Polónia com fertilizantes comerciais aplicados na cultura do tritcale, Sobkowicz e Sniady, (2004) reportaram valores de eficiência de recuperação do azoto compreendidos entre 47,6 e 55,6%, próximos dos observados no presente estudo.

No que respeita à palha, a eficiência agronômica do azoto (Fig. 13.b) na modalidade S-N (24 gMS/gN) foi significativamente superior ($p < 0,01$) à das modalidades fertilizadas com azoto recuperado (S-DS e S-DAM: 18 gMS/gN). Na espiga, a modalidade S-DS apresentou uma eficiência agronômica do azoto (11 gMS/gN) significativamente inferior ($p < 0,01$) à da modalidade F-N (16 gMS/gN). Não se verificaram diferenças estatisticamente significativas entre a modalidade S-DAM (12 gMS/gN) e as modalidades fertilizadas com fertilizantes azotados tradicionais (S-N: 14 gMS/gN e F-N: 16 gMS/gN).

Na eficiência agronômica do azoto, no total, as modalidades S-N e F-N apresentaram os valores mais elevados (38 gMS/gN e 37 gMS/gN, respetivamente) diferenciando-se estatisticamente ($p < 0,01$) das modalidades S-DS e S-DAM (29 gMS/gN e 30 gMS/gN, respetivamente). No estudo de Horta *et al.*, (2022a), também foi registada uma maior eficiência agronômica do azoto na modalidade fertilizada com azoto recuperado num ensaio com tritcale em vasos, conduzido durante 34 dias em câmara de crescimento. Utilizando exclusivamente adubos comerciais azotados na cultura do tritcale, Gülmezoğlu e Kutlu, (2017) reportaram valores de eficiência agronômica do azoto compreendidos entre 6,9 e 14,5 kgMS/kgN, enquanto Sobkowicz e Sniady, (2004) observaram valores compreendidos entre 20,9 e 26,6 kgMS/kgN.

A eficiência de substituição na utilização do azoto (Fig. 13.c) na palha na modalidade S-DS (57%) foi significativamente inferior ($p < 0,05$) à da modalidade S-N (117%). Não se verificaram diferenças estatisticamente significativas entre a modalidade S-DAM (102%) e as modalidades com fertilização azotada tradicional (S-N: 117% e F-N: 100%). Da mesma forma, não se verificaram diferenças estatisticamente significativas ($p \geq 0,05$) entre modalidades na eficiência de substituição na utilização do azoto na espiga, enquanto na eficiência de substituição do azoto, no total, se verificou que a modalidade S-DS foi a que

apresentou o menor valor (53%), diferindo estatisticamente ($p < 0,001$) das restantes modalidades (S-N: 98%, F-N: 100% e S-DAM: 88%).

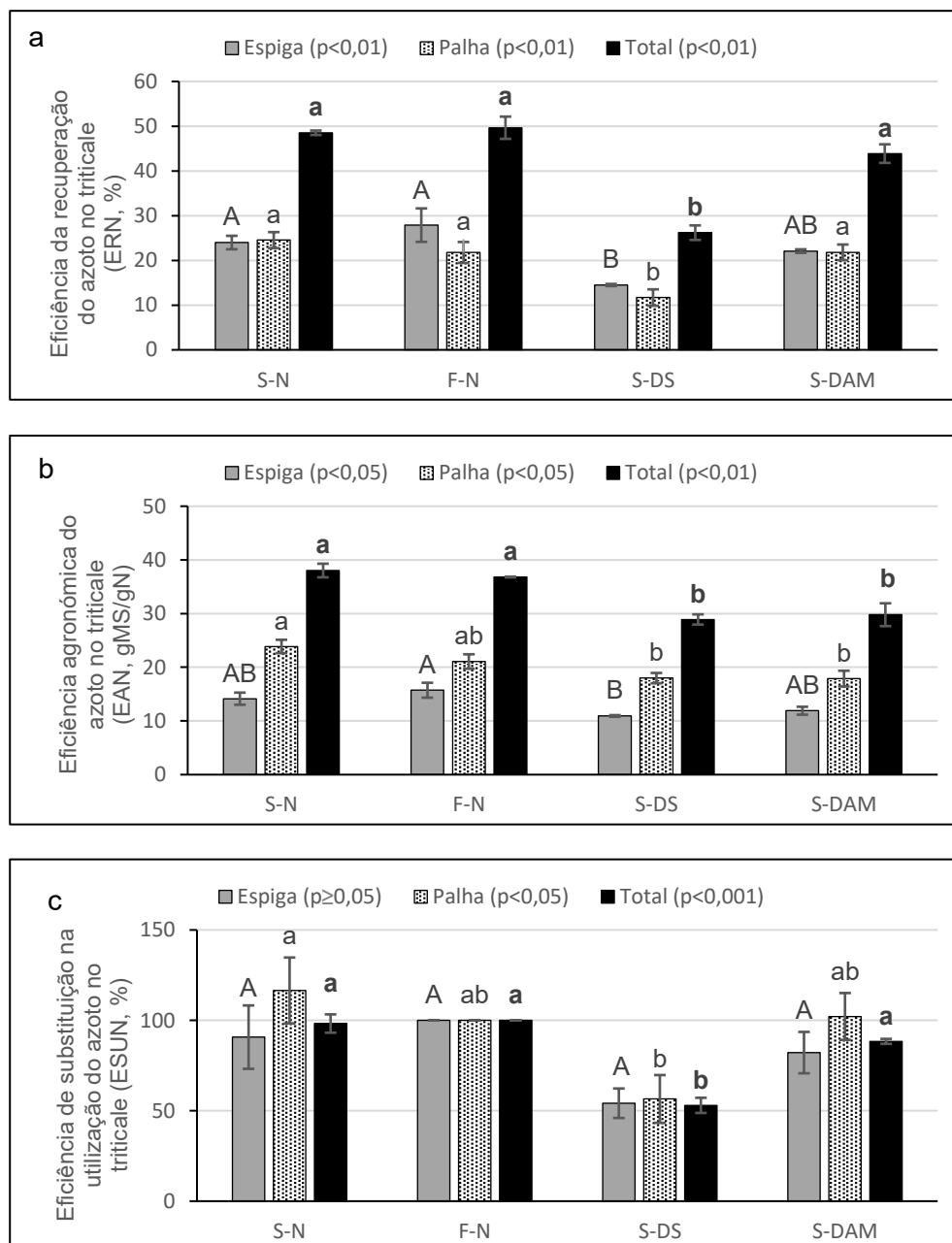


Figura 13 – Índices agronômicos relativos ao azoto do tritcale. a - Eficiência da recuperação do azoto (ERN, %); b - Eficiência agronomica do azoto (EAN, gMS/gN); c - Eficiência de substituição na utilização do azoto (ESUN, %). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as modalidades relativas aos índices agronômicos da espiga, letras minúsculas relativas aos índices agronômicos da palha e, a negrito, relativas aos índices agronômicos do total (espiga + palha). Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,05$, $p < 0,01$ e $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão ($n=3$) da média dos resultados.

Relativamente à eficiência de recuperação do fósforo (Fig. 14.a) na palha, a modalidade S-DS (4%) apresentou valores estatisticamente inferiores ($p < 0,05$) ao da modalidade S-N (7%). A modalidade S-DAM (5%) não diferiu significativamente das duas modalidades com fertilização azotada tradicional (S-N: 7% e F-N: 5%). Na espiga, o menor valor foi registado na modalidade S-DAM (14%), diferindo estatisticamente ($p < 0,05$) das duas modalidades com fertilização azotada tradicional (S-N e F-N: 22%), enquanto na eficiência da recuperação do fósforo, no total, o maior valor se verificou na modalidade S-N (29%) e o menor valor na modalidade S-DAM (18%), sendo que esta última diferiu estatisticamente ($p < 0,01$) das modalidades S-N e F-N.

A eficiência agronômica do fósforo (Fig. 14.b) na palha das modalidades fertilizadas com azoto recuperado (S-DS: 141 gMS/gP e S-DAM: 140 gMS/gP) foi estatisticamente inferior ($p < 0,05$) à da modalidade S-N (187 gMS/gP). Relativamente à espiga, a modalidade S-DS (86 gMS/gP) apresentou valores inferiores às duas modalidades com fertilização azotada tradicional (S-N: 111 gMS/gP e F-N: 123 gMS/gP). Não se verificaram diferenças significativas entre a modalidade S-DAM (93 gMS/gP) e as restantes modalidades. Na eficiência agronômica do fósforo, no total, os valores mais elevados verificaram-se nas modalidades S-N e F-N (298 gMS/gP e 289 gMS/gP, respetivamente), diferindo estatisticamente ($p < 0,01$) das restantes modalidades (S-DS: 227 gMS/gP e S-DAM: 234 gMS/gP).

No que respeita à eficiência de substituição na utilização do fósforo (Fig. 14.c), não se observaram diferenças estatisticamente significativas ($p \geq 0,05$) entre modalidades, nem para a palha, nem para a espiga. No entanto, considerando a eficiência de substituição na utilização do fósforo, no total, verificou-se que a modalidade S-N apresentou o maior valor (109%), enquanto a modalidade S-DAM registou o menor (68%), diferenciando-se estatisticamente das modalidades S-N e F-N (100%).

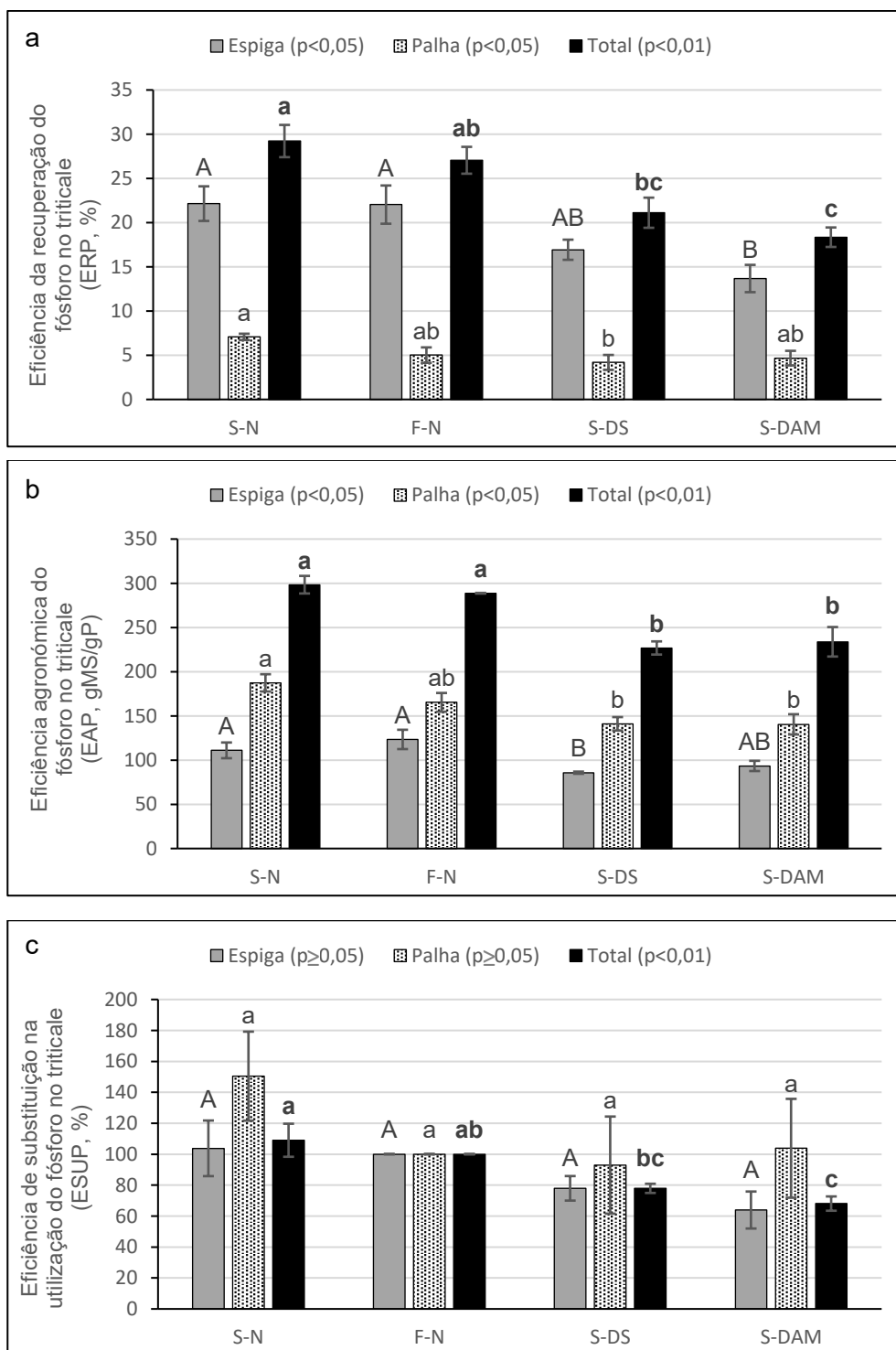


Figura 14 – Índices agrônomicos relativos ao fósforo no triticale. a - Eficiência da recuperação do fósforo (ERP, %); b - Eficiência agrônômica do fósforo (EAP, gMS/gP); c - Eficiência de substituição na utilização do fósforo (ESUP, %). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as modalidades relativas aos índices agrônomicos da espiga, letras minúsculas relativas aos índices agrônomicos da palha e, a negrito, relativas aos índices agrônomicos do total (espiga + palha). Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,05$ e $p < 0,01$. Barras verticais representam o erro padrão ($n=3$) da média dos resultados.

Na cultura da alface, a modalidade S-DAM esteve associada a valores estatisticamente superiores ($p < 0,01$) em todos os índices agrônômicos relacionados com o azoto (ERN: 46%, EAN: 10,7 gMS/gN e ESUN: 412%), os quais estão representados pelas Fig. 15.a, 15.b e 15.c. Estudos realizados por Sigurnjak *et al.*, (2016,2019) indicaram que, em ensaios com alface, a eficiência de utilização do azoto foi semelhante entre a fertilização mineral tradicional e a fertilização com solução de azoto amoniacal recuperado.

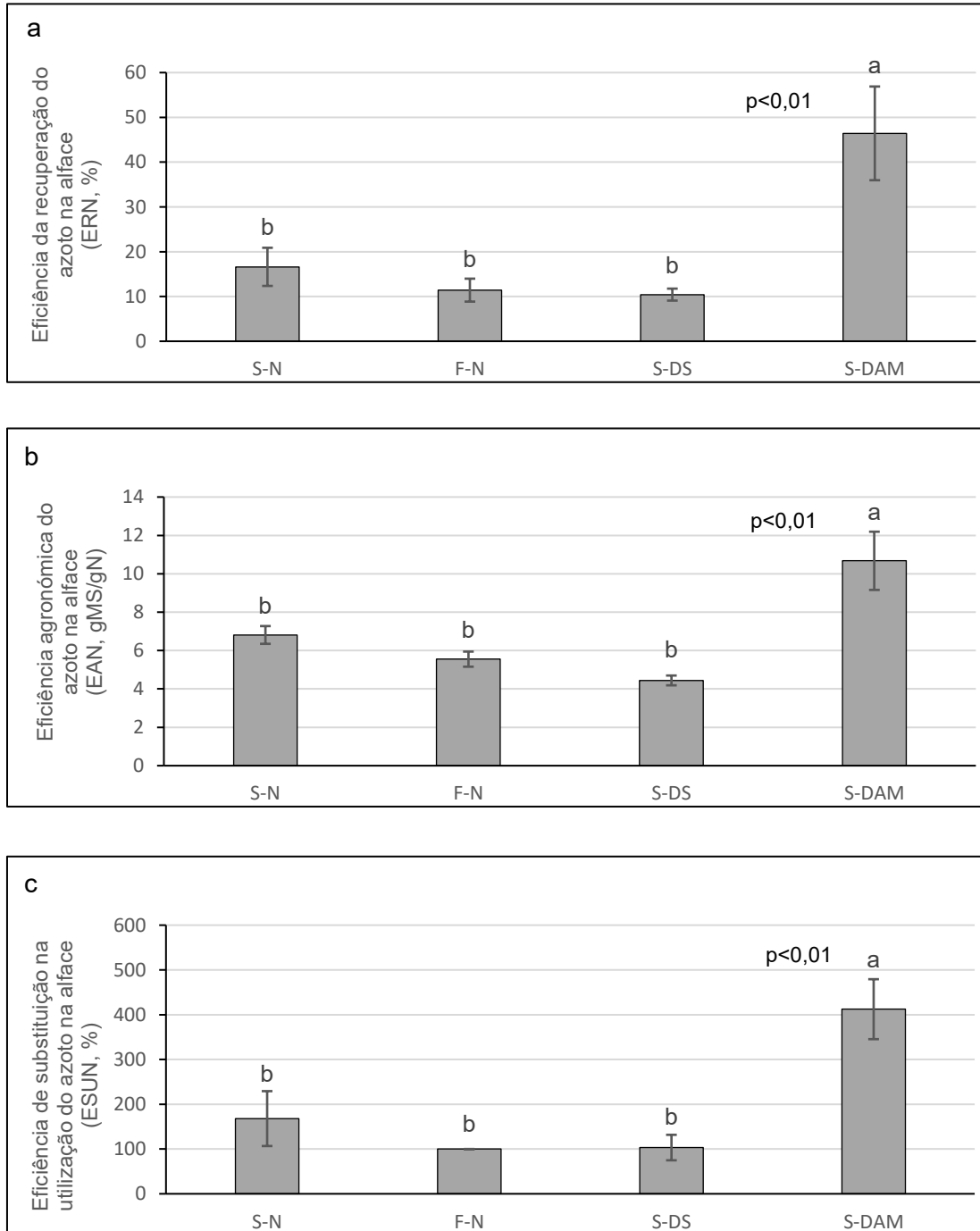


Figura 15 – Índices agrônômicos relativos ao azoto na alface. a - Eficiência da recuperação do azoto (ERN, %); b - Eficiência agrônômica do azoto (EAN, gMS/gN); c - Eficiência de substituição na utilização do azoto na alface (ESUN, %). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,01$. Barras verticais representam o erro padrão ($n=6$) da média dos resultados.

Na alfaca, a eficiência da recuperação do fósforo (Fig. 16.a) não apresentou diferenças estatisticamente significativas entre as modalidades fertilizadas com azoto recuperado (S-DS: 2% e S-DAM: 3%) e as modalidades com fertilização azotada tradicional (S-N: 3% e F-N: 2%). No entanto, a modalidade S-DAM registou valores significativamente superiores ($p < 0,05$) em comparação com a modalidade S-DS. Sigurnjak *et al.*, (2016) observaram valores mais elevados na eficiência de utilização de fósforo nas modalidades com azoto recuperado relativamente à fertilização com adubos comerciais.

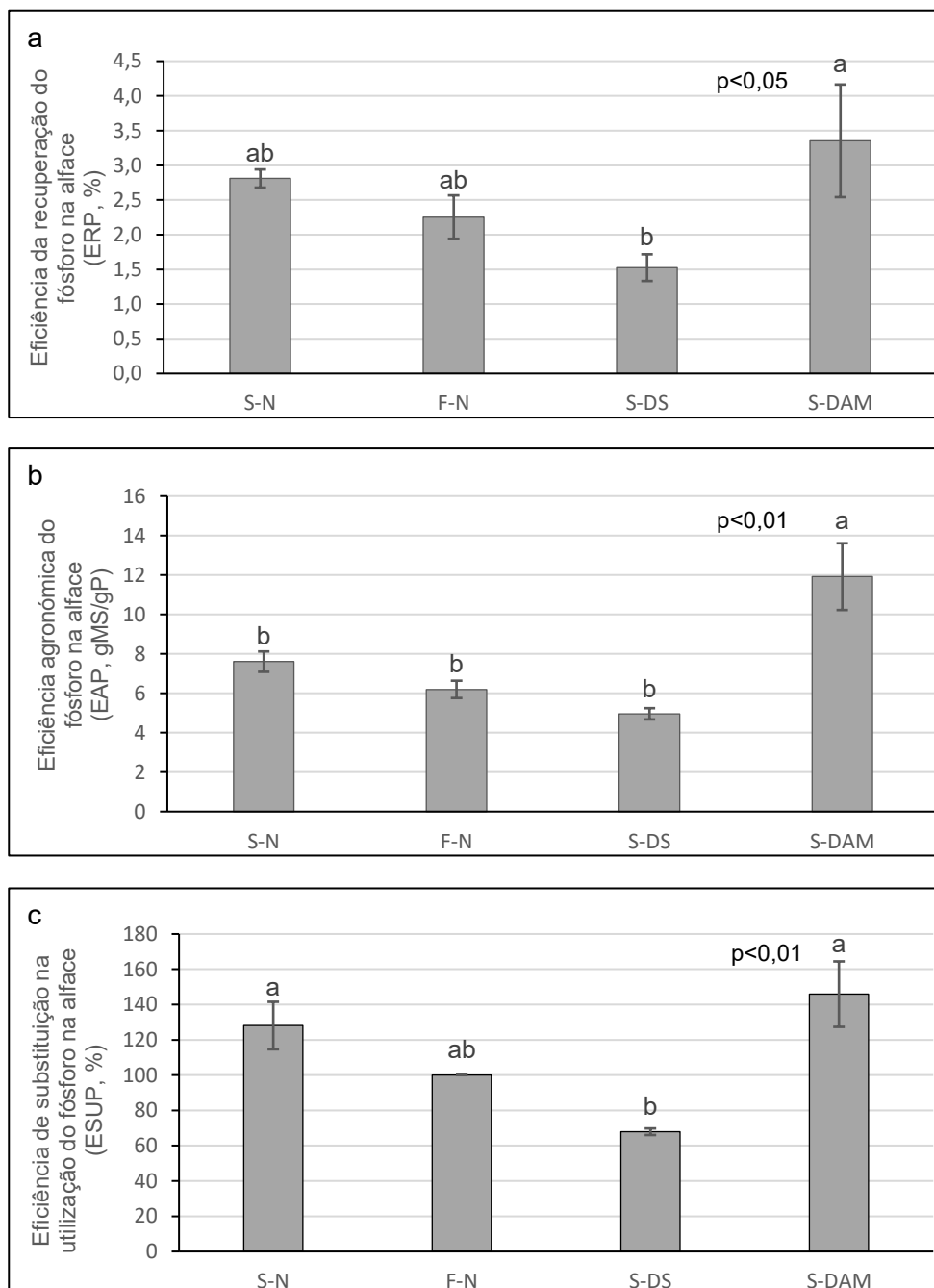


Figura 16 – Índices agrónómicos relativos ao fósforo na alfaca. a - Eficiência da recuperação do fósforo (ERP, %); b - Eficiência agrónómica do fósforo (EAP, gMS/gP); c - Eficiência de substituição da utilização do fósforo (ESUP, %). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,05$ e $p < 0,01$. Barras verticais representam o erro padrão ($n=6$) da média dos resultados.

A eficiência agronômica do fósforo na alface (Fig. 16.b) seguiu um padrão semelhante ao observado para o azoto. A modalidade S-DAM (12 gMS/gP) apresentou valores estatisticamente superiores ($p < 0,01$) em relação às restantes modalidades (S-N: 8 gMS/gP, F-N: 6 gMS/gP e S-DS: 5 gMS/gP).

Quanto à eficiência de substituição na utilização do fósforo na alface (Fig. 16.c), a modalidade S-DAM (146%) não diferiu significativamente das duas modalidades com fertilização azotada tradicional (S-N: 128% e F-N: 100%). No entanto, verificou-se que os valores desta modalidade foram significativamente superiores ($p < 0,01$) aos da modalidade S-DS (146%).

4.4. Análises de Solo

Apresentam-se, a seguir (Fig. 17 e 18), os resultados das análises de solo realizadas após a recolha dos ensaios, tanto para o triticale como para a alface.

O pH do solo (Fig. 17.a) apresentou o valor mais elevado na modalidade T (5,4) e o mais baixo na modalidade S-DAM (4,5), enquanto as modalidades F-N e S-DS não diferiram estatisticamente entre si. No entanto, esta tendência não se verificou para a condutividade elétrica (Fig. 17.b), onde o maior valor foi registado na modalidade S-DAM (0,62 dS/m) e os menores valores nas modalidades T (0,03 dS/m) e S-N (0,05 dS/m). A condutividade elétrica do solo na modalidade S-DAM (0,62 dS/m) classifica-o como “muito pouco salino”, podendo já afetar culturas muito sensíveis aos sais. De acordo com o Manual de Fertilização das Culturas (Veloso *et al.*, 2022), valores de condutividade elétrica até 0,40 dS/m indicam solos sem efeitos salinos.

O teor de matéria orgânica (Fig. 17.c) variou entre 1,7% (S-DAM) e 2,1% (T), não se verificando diferenças estatisticamente significativas ($p \geq 0,05$) entre modalidades.

Relativamente aos nutrientes do solo (Fig. 17.d e 17.e), nomeadamente fósforo e potássio, os valores mais elevados foram registados na modalidade S-DAM (38,7 mg/kg, classe de fertilidade baixa) e (213,07 mg/kg, classe de fertilidade muito alta), respetivamente. No fósforo, o valor mais baixo foi observado na modalidade T (11,8 mg/kg, classe de fertilidade muito baixa) enquanto para o potássio os menores valores foram registados nas modalidades S-N (47,0 mg/kg, classe de fertilidade baixa) e F-N (42,0 mg/kg, classe de fertilidade baixa). Todas as modalidades apresentaram diferenças estatisticamente significativas entre si no teor de fósforo ($p < 0,001$), o mesmo ocorrendo para o potássio ($p < 0,001$), excetuando as modalidades S-N e F-N, que não apresentaram diferenças estatisticamente significativas entre si.

No que diz respeito ao cobre e ao zinco (Fig. 17.f e 17.g), os valores mais elevados de cobre foram observados nas modalidades S-DS e S-DAM (16,9 mg/kg e 17,5 mg/kg, respetivamente), ambas classificadas como de fertilidade muito alta, enquanto o valor mais baixo se observou na modalidade T (14,7 mg/kg, classe de fertilidade muito alta). As modalidades S-DS e S-DAM apresentaram diferenças estatisticamente significativas entre si ($p < 0,001$). No caso do zinco, não se verificam diferenças estatisticamente significativas ($p \geq 0,05$) entre as diferentes modalidades, sendo o valor mais elevado registado na modalidade S-DS (109,1 mg/kg) e o valor mais baixo na modalidade S-N (94 mg/kg), ambas classificadas como de fertilidade muito alta.

Segundo a Agência Portuguesa do Ambiente, (2019), os valores de cobre e zinco presentes no solo encontram-se dentro dos valores de referência genéricos para solos de uso agrícola, definidos em 140 mg/kg para o cobre e 340 mg/kg para o zinco. O valor de referência corresponde à concentração de um contaminante no solo acima da qual pode existir um risco inaceitável para a saúde humana e/ou para o ambiente (Agência Portuguesa do Ambiente, 2019).

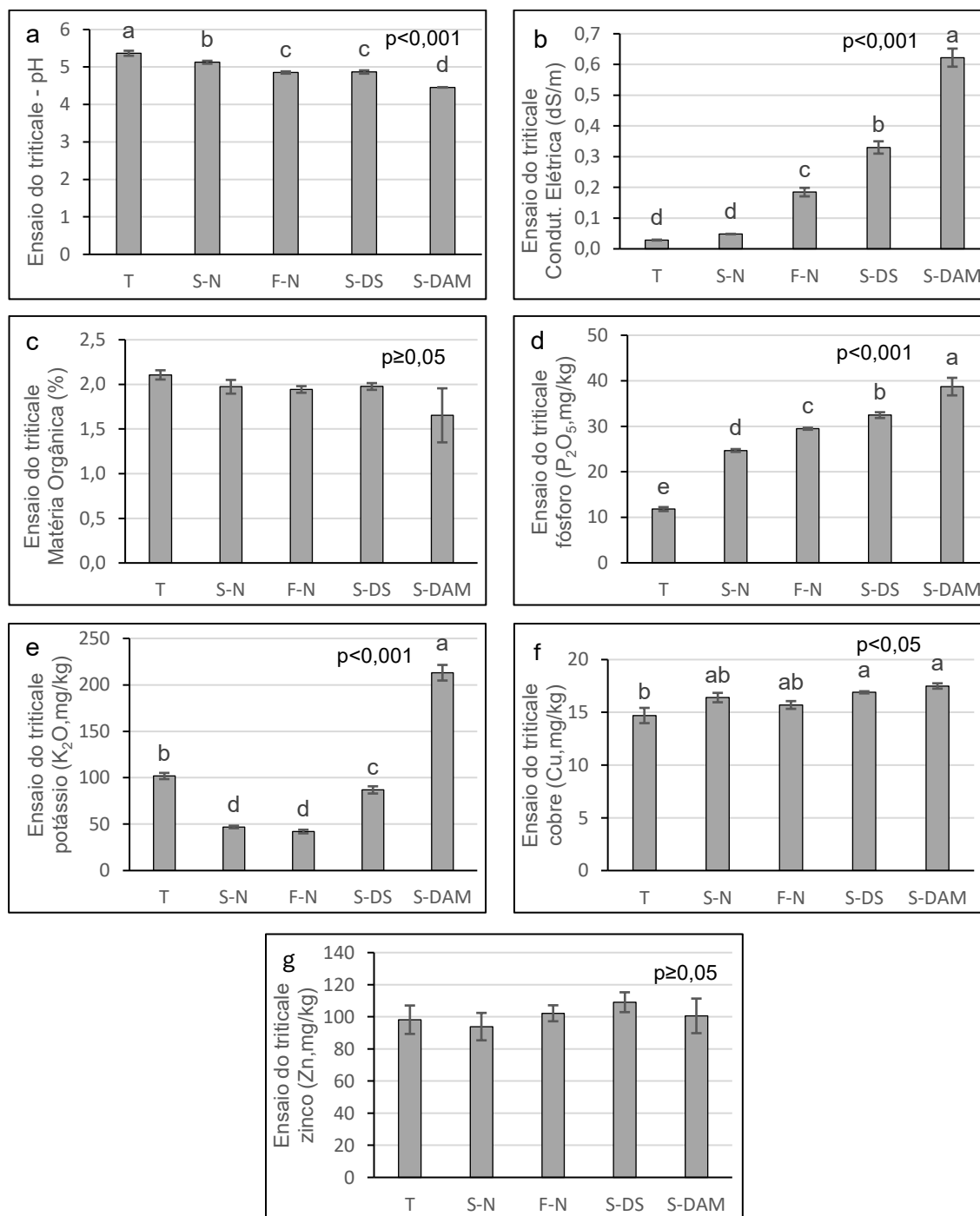


Figura 17 – Análises de solo do triticale. a - pH; b - Condutividade Elétrica (dS/m); c - Matéria Orgânica (%); d - fósforo (P₂O₅, mg/kg); e - potássio (K₂O, mg/kg); f - cobre (Cu, mg/kg); g - zinco (Zn, mg/kg). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para p<0,001 e p<0,05. Barras verticais representam o erro padrão (n=3) da média dos resultados.

No caso da cultura da alface (Fig. 18), a relação entre as modalidades diferiu da observada para o triticale.

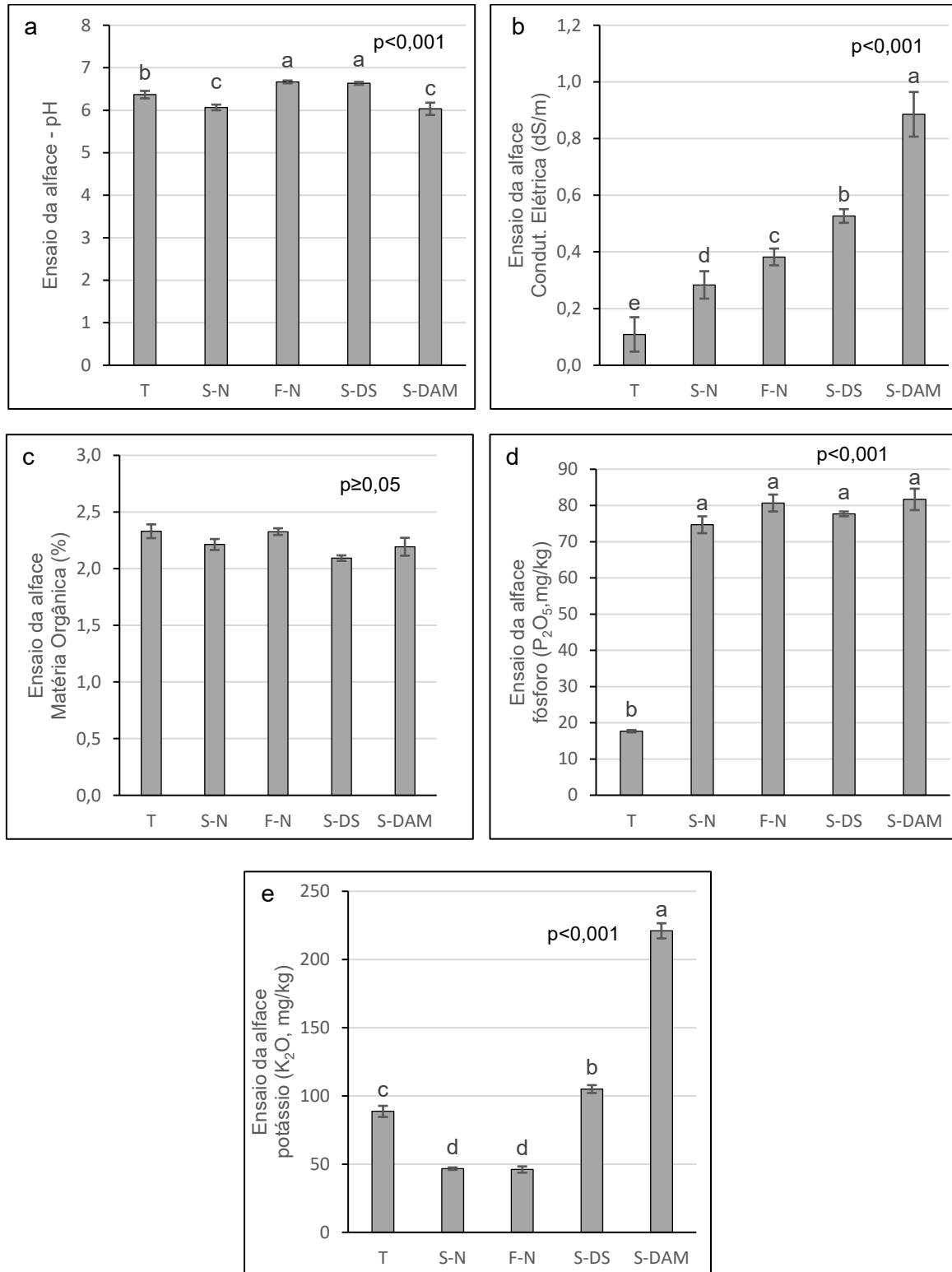


Figura 18 – Análises de solo da alface. a - pH; b - Condutividade Elétrica (dS/m); c - Matéria Orgânica (%); d - fósforo (P_2O_5 , mg/kg); e - potássio (K_2O , mg/kg). Modalidades com letras diferentes apresentam diferenças significativas de acordo com o teste de Tukey. Indicam-se as diferenças significativas entre as modalidades, pela ANOVA para $p < 0,001$. Barras verticais representam o erro padrão ($n=6$) da média dos resultados.

Relativamente ao pH do solo (Fig. 18.a), os valores mais elevados ($p < 0,001$) foram registados nas modalidades F-N e S-DS (6,7 e 6,6, respetivamente), enquanto os menores valores foram observados nas modalidades S-N e S-DAM (6,1 e 6,0, respetivamente). A modalidade T apresentou um pH intermédio (6,4), superior ao das modalidades S-N e S-DAM e inferior ao das modalidades F-N e S-DS.

Na condutividade elétrica (Fig. 18.b), verificou-se um comportamento semelhante ao registado na cultura do triticales, diferindo apenas no facto de o menor valor ter sido observado exclusivamente na modalidade T (0,11 dS/m), ao contrário do ensaio com triticales, onde os menores valores foram registados nas modalidades T e S-N. No ensaio da alface, a modalidade S-DAM apresentou o maior valor de condutividade elétrica (0,9 dS/m), classificando-o como “pouco salino”, o que pode afetar culturas sensíveis aos sais (Veloso *et al.*, 2022).

Dado que a solução S-DAM tende a aumentar os valores de condutividade elétrica do solo, a escolha da cultura a instalar deve considerar a sua tolerância à salinidade.

De forma semelhante ao que se observou para o triticales, não foram encontradas diferenças significativas ($p \geq 0,05$) entre modalidades para o teor de matéria orgânica no ensaio da alface (Fig. 18.c), que variou entre 2,1% (S-DS) e 2,3% (T e F-N).

Quanto aos nutrientes fósforo e potássio (Fig. 18.d e 18.e), a situação foi distinta da verificada para o triticales. O menor teor de fósforo foi registado na modalidade T (17,7 mg/kg, classe de fertilidade muito baixa), sem que se observassem diferenças estatisticamente significativas entre as restantes modalidades.

No caso do potássio, as modalidades fertilizadas com azoto recuperado apresentaram os maiores teores desse nutriente: S-DS (105 mg/kg, classe de fertilidade alta) e S-DAM (221 mg/kg, classe de fertilidade muito alta), sendo ambos significativamente superiores ($p < 0,001$) aos das restantes modalidades. Os menores valores de potássio foram registados nas modalidades com fertilização azotada tradicional: T (89 mg/kg, classe de fertilidade média), S-N (47 mg/kg, classe de fertilidade baixa) e F-N (46 mg/kg, classe de fertilidade baixa). Além disso, a modalidade S-DAM apresentou um teor de potássio superior ao da modalidade S-DS.

Na cultura do triticales, foi possível verificar que o valor de pH foi mais elevado no solo da modalidade testemunha, o que se deve ao facto de as outras modalidades terem sido fertilizadas com azoto amoniacal e a presença do mesmo originar o processo de nitrificação. Este processo, mediado pela atividade microbiológica do solo, consiste na oxidação de compostos de azoto reduzido (amoníaco) a nitritos e nitratos, realizada por bactérias nitrificantes autotróficas que utilizam energia proveniente de fontes inorgânicas (Sales *et al.*, 2015; Stein e Klotz, 2016). A nitrificação é acompanhada pela libertação de H^+ , contribuindo para a acidificação do solo (Quelhas dos Santos, 1991).

No ensaio da alface, apesar da calagem inicial, observou-se uma redução do pH nas modalidades S-N e S-DAM, associada à incorporação de azoto amoniacal.

5. Discussão

Na cultura do triticale, verificou-se que todas as modalidades fertilizadas com azoto apresentaram uma biomassa superior à modalidade testemunha, que não recebeu qualquer fertilização. A carência de azoto e fósforo (macronutrientes essenciais) pode ter sido determinante para os menores valores de biomassa e número de espigas registrados.

As modalidades fertilizadas com azoto recuperado apresentaram, em geral, uma menor absorção de azoto em comparação com as modalidades com fertilização azotada tradicional. Isto poderá ter influenciado a menor biomassa na palha e na espiga e, conseqüentemente, a menor produção relativa, a menor eficiência agronômica e a menor eficiência de recuperação do azoto das primeiras modalidades em comparação com as segundas. Em geral, este resultado contrasta com aquilo que foi observado noutros trabalhos, em que a fertilização com azoto recuperado esteve associada a biomassas semelhantes ou superiores relativamente à fertilização tradicional.

A este respeito, os trabalhos de Horta *et al.*, (2022a) e de Riaño *et al.*, (2022) avaliaram uma solução de azoto recuperado de lamas codigeridas com resíduos de casca de laranja, em triticale cultivado em vasos durante 34 dias. Em ambos os trabalhos, a modalidade fertilizada com azoto recuperado apresentou uma maior produção de matéria verde sem, contudo, terem sido encontradas diferenças estatisticamente significativas na matéria seca. A maior absorção de azoto nas modalidades fertilizadas com azoto recuperado foi justificada pela origem do digestato podendo a presença de casca de laranja ter contribuído com compostos com efeito bioestimulante nessas modalidades.

Ainda num estudo de (Majd, 2015), realizado em trigo fertilizado com uma solução de sulfato de amônio obtida de chorume de uma exploração leiteira através do processo de membranas permeáveis aos gases, verificou-se que a produção de biomassa foi superior na modalidade fertilizada com azoto recuperado em comparação com a fertilização mineral. Este resultado poderá estar relacionado com o aumento de pH do solo, originado pela solução fertilizante utilizada, e pela disponibilidade de azoto e enxofre, que facilitou a absorção de outros nutrientes como potássio, cálcio, magnésio e manganês, auxiliando positivamente o crescimento e a biomassa das plantas.

É de notar que os resultados obtidos no presente estudo, em particular a menor absorção de azoto e de fósforo, podem estar associados ao baixo pH das soluções utilizadas (S-DS: pH = 2,5 e S-DAM: pH = 2,1), que provocaram uma diminuição do pH do solo na fase inicial do ciclo vegetativo. Essa diminuição pode ter interferido na nitrificação do azoto, dificultando a conversão de azoto amoniacal em azoto nítrico, a forma mais facilmente absorvida pelas plantas. No caso do fósforo, a redução do pH pode ter aumentado a adsorção deste nutriente a colóides, como as argilas, e a óxidos/hidróxidos de alumínio e ferro, diminuindo a sua disponibilidade para as plantas. A correção da acidez do solo, geralmente, aumenta a disponibilidade de fósforo, seja por dessorção do fósforo adsorvido seja pela mineralização do fósforo orgânico. Também a maior acidez do solo pode ter facilitado a solubilização de micronutrientes como o cobre, o zinco e o ferro, bem como de elementos tóxicos, como o alumínio, os quais podem ter inibido a absorção de fósforo (Marschner, 2012; Quelhas dos Santos, 1991).

Embora o cobre e o zinco sejam micronutrientes essenciais, em concentrações elevadas podem causar fitotoxicidade (Vasilachi *et al.*, 2023). No entanto, as análises de solo e planta não revelaram diferenças significativas nos teores desses micronutrientes

entre as modalidades com fertilização azotada tradicional e as fertilizadas com azoto recuperado, sugerindo que não afetaram o desenvolvimento da cultura.

A solubilização de alumínio, provocada pelo baixo pH das soluções de azoto recuperado, deverá ter inibido a absorção de fósforo através da sua precipitação sob a forma de fosfatos de alumínio (Abate *et al.*, 2012). Efetivamente, os solos derivados de granito possuem, em geral, elevados teores de alumínio solubilizado em condições de acidez do solo. Contudo, é de salientar que esta hipótese não pode ser confirmada pois não foi possível avaliar o teor de alumínio do solo no final do ensaio, uma vez que a correção do pH do solo impediu a obtenção de dados representativos da situação original.

Na cultura da alface, ao contrário do que se verificou para o triticales, as modalidades fertilizadas com azoto recuperado apresentaram valores de biomassa e de produção relativa superiores, no caso da modalidade S-DAM, e semelhantes às modalidades com fertilização azotada tradicional, no caso da modalidade S-DS. Resultados semelhantes foram obtidos por Sigurnjak *et al.*, (2016, 2019), em ensaios em vaso com alface, fertilizados com soluções de amoníaco recuperado a partir de água de purificador de ar de uma exploração de suínos, em comparação com a fertilização mineral. Esses autores não encontraram diferenças significativas entre a produtividade das modalidades fertilizadas com soluções de azoto recuperado e as modalidades com fertilização azotada tradicional.

O facto de os valores de pH serem superiores no solo do ensaio da alface, visto o mesmo ser alvo de correção antes da instalação da mesma bem como as soluções a aplicar terem sido corrigidas também em termos de pH, fez com que as condições de desenvolvimento para a planta fossem mais vantajosas, nomeadamente a disponibilidade dos nutrientes no solo e, conseqüentemente, a sua absorção por parte da planta, o que possibilitou um melhor desenvolvimento desta cultura. Esta situação verificou-se no caso da absorção de azoto, fósforo e potássio por parte da planta, que foi superior na modalidade S-DAM e idêntica às modalidades com fertilização azotada tradicional no caso da modalidade S-DS.

Para reforçar a ideia de que as soluções com azoto recuperado têm uma influência positiva no cultivo das plantas, verificou-se que os Índices Agronómicos, tanto do azoto como do fósforo, mostraram que a eficiência de utilização destes nutrientes nas modalidades com azoto recuperado nunca foi inferior à das modalidades com fertilização azotada tradicional.

No entanto, há que frisar a ideia de que a solução S-DS apresentou sempre resultados inferiores quando comparada com a solução S-DAM. Como ambos os ensaios foram realizados em solo e sob condições atmosféricas semelhantes, quaisquer diferenças verificadas deveram-se à influência que as fontes de azoto tiveram no solo, que tornaram as condições de desenvolvimento da cultura mais ou menos propícias. Neste caso, uma explicação possível para o sucedido, é a presença de compostos, eventualmente, inibitórios na solução S-DS e estimulantes na solução S-DAM que levaram a uma inibição e a um estímulo, respetivamente, na cultura, o que originou os resultados aqui apresentados.

Os bioestimulantes são definidos como substâncias naturais ou sintéticas, oriundas da mistura de dois ou mais bio reguladores vegetais ou destes com substâncias (aminoácidos, nutrientes e vitaminas), que podem ser aplicados diretamente nas plantas ou em tratamento de sementes. Esses bioestimulantes favorecem a expressão do potencial genético das plantas mediante alterações nos processos vitais e estruturais, promovem o

equilíbrio hormonal e estimulam o desenvolvimento do sistema radicular. Muitos destes produtos estimulam a absorção de água e nutrientes pelas plantas (Santos *et al.*, 2013).

Estes elementos/compostos que poderão estar presentes nas soluções em questão, poderiam ser originários da matéria-prima (digestato) que deu origem a estas soluções, uma vez que há a possibilidade de os mesmos terem atravessado a membrana permeável aos gases durante o processo de obtenção dessas soluções. Esta hipótese é suportada por trabalhos como o de Riaño *et al.*, (2019) que descreve que alguma matéria orgânica e alguns compostos orgânicos podem atravessar as membranas no decorrer do processo de recuperação de azoto. Entre estes compostos orgânicos podem estar proteínas, hidratos de carbono e alguns compostos bioativos, que podem proporcionar um efeito bioestimulante, se apresentam uma reação positiva no desenvolvimento da planta ou inibidores se, pelo contrário, inibem o desenvolvimento da cultura em si.

É de salientar que os nutrientes contidos nos efluentes agropecuários, provenientes dos dejetos animais, são variáveis de espécie para espécie e poderão conter compostos como, por exemplo, medicamentos veterinários, que poderão ter efeitos inibitórios no crescimento das plantas (INIAV, 2022). Esta hipótese é confirmada pelo trabalho de Kessler *et al.*, (2020) que avaliou a influência dos antibióticos tetraciclina associadas às águas residuais da suinicultura no metabolismo enzimático e na atividade do solo, relativamente ao ciclo biogeoquímico dos nutrientes, através da realização de um ensaio em vasos, em duas estações do ano. Com a aplicação da água residual de suinicultura testou-se a atividade das enzimas desidrogenase, β -glucosidase, fosfatase ácida e urease. Durante os ensaios, verificou-se que a atividade de todas estas enzimas diminuiu com a presença do antibiótico tetraciclina. Com essa diminuição, constatou-se que a biodisponibilidade dos nutrientes foi reduzindo, afetando negativamente a qualidade e fertilidade do solo.

A solução S-DAM apresentou capacidade para substituir, com a mesma eficiência, a fertilização com adubos azotados tradicionais quer quando aplicados na forma sólida (F-N) ou em solução (S-N). No entanto, embora se possa considerar esta solução como uma solução com um valor fertilizante superior à fertilização azotada tradicional e a solução S-DS como uma solução também com valor fertilizante apreciável e com efeitos idênticos à fertilização azotada tradicional (F-N e S-N) para o caso da cultura da alface e, talvez também no tritcale, não fosse o problema inicial de acidificação do solo, são ainda necessários estudos para aprofundar a pesquisa no âmbito deste tema e retirar mais conclusões acerca das soluções em questão. Em particular, seria importante determinar a sua composição, de uma forma mais detalhada, a fim de se perceber quais os compostos orgânicos de que as mesmas dispõem e que, aparentemente, possuem ação estimulante, no caso da solução S-DAM e eventualmente inibidora, no caso da solução S-DS. De facto, a solução S-DS apresentou sistematicamente uma tendência para resultados inferiores. Ainda que estes resultados sejam estatisticamente semelhantes aos da fertilização azotada tradicional, são por vezes também semelhantes aos da testemunha. Só com estudos e análises mais aprofundadas é possível tirar conclusões mais assertivas acerca do comportamento distinto das soluções e, com isso, perceber quais as utilizações que se poderá dar a cada uma delas, de forma a tirar maior partido das mesmas.

6. Conclusão

Os resultados obtidos mostraram que as soluções de azoto recuperado possuem um valor fertilizante similar ao da adubação azotada tradicional. No entanto, as duas soluções utilizadas apresentaram comportamentos agronômicos distintos. A solução obtida a partir de digestato proveniente de indústria agroalimentar e matadouro (S-DAM) teve um comportamento agronômico superior à solução obtida a partir de um digestato proveniente de efluente de suinicultura (S-DS). Não diferindo as duas soluções na sua composição em elementos minerais, este resultado poderá ser devido à presença de compostos orgânicos que podem ter um efeito bioestimulante no caso da solução S-DAM ou um efeito inibidor ou mesmo tóxico no caso da solução S-DS. Assim, consideramos que deverá ser realizada uma caracterização mais detalhada destas duas soluções no que diz respeito à presença e concentração de compostos orgânicos de diversa natureza (vitaminas, hormonas, antibióticos, inseticidas, etc.).

A utilização destas soluções de azoto recuperado mostrou ser agronomicamente possível em cereais de inverno. No entanto, as práticas agronômicas que tradicionalmente se utilizam na sementeira e na fertilização destes cereais terá de ser adaptada. Assim, a aplicação destas soluções deverá ocorrer durante os primeiros estágios de desenvolvimento até aos 30 cm de altura, de forma a permitir a entrada de máquinas que realizem a sua aplicação por injeção no solo. Tanto a aplicação da solução azotada como alterações à técnica de sementeira deverão ser objeto de estudo de forma a permitir a aplicação adequada e a viabilidade económica da utilização destas soluções em cereais de inverno. Mesmo que estas soluções não sejam adequadas para utilização em adubação de culturas de cereais, as mesmas poderão servir de base para o fabrico de adubos sólidos.

Relativamente à utilização destas soluções na fertilização azotada da alface, ambas se mostraram adequadas, sendo que a solução S-DAM originou uma produção superior bem como uma maior eficiência agronómica na utilização do azoto relativamente à obtida com a fertilização tradicional, enquanto a solução S-DS apresentou valores similares à fertilização azotada tradicional. Nesta cultura a fertilização com estas soluções poderá seguir as práticas da fertirrega embora possa também ser adequada a sua utilização em hidroponia.

Ambas as soluções apresentam um pH muito ácido, o que torna imprescindível a correção do pH antes da sua utilização agronómica em solos ácidos e neutros. No entanto, o comportamento agronómico destas soluções de pH ácido poderá também ser testado em solos de pH alcalino e em solos derivados de calcário, de forma a avaliar o seu potencial de disponibilização de nutrientes, como por exemplo fósforo e ferro, que nestes solos se encontram precipitados sob a forma de fosfatos de cálcio e hidróxidos de ferro, criando situações de deficiência nas culturas.

A recuperação de azoto através do processo das membranas permeáveis aos gases produz um efluente final pobre em azoto, mas que continua a ter valor agronómico como fertilizante (presença de outros nutrientes e matéria orgânica) ou ainda vir a ser sujeito à extração de outros nutrientes/iões.

7. Referências Bibliográficas

ABATE, Ermias *et al.* - Aluminium toxicity tolerance in cereals: Mechanisms, genetic control and breeding methods. **African Journal of Agricultural Research**. 8:9 (2012) 711–722. [Consult. 8 mar. 2025]. doi: 10.5897/AJARx12.003.

AGÊNCIA PORTUGUESA DO AMBIENTE - **Solos Contaminados-Guia Técnico Valores de Referência para o solo** [Em linha] Amadora : 2022 [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://sniambgeoviewer.apambiente.pt/GeoDocs/geoportaldocs/AtQualSolo/s/Guia_Tecnico_Valores%20de%20Referencia_2019_01.pdf>.

AHUCHAOGU, Ahamefula A. *et al.* - Reverse Osmosis Technology, its Applications and Nano-Enabled Membrane. **International Journal of Advanced Research in Chemical Science**. 5:2 (2018). [Consult. 8 mar. 2025]. doi: 10.20431/2349-0403.0502005.

AWASTHI, Mukesh Kumar *et al.* - A critical review of organic manure biorefinery models toward sustainable circular bioeconomy: Technological challenges, advancements, innovations, and future perspectives. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**. 111 (2019) 115–131. [Consult. 8 mar. 2025]. doi: 10.1016/j.rser.2019.05.017.

CATH, Tzahi Y.; CHILDRESS, Amy E.; ELIMELECH, Menachem - Forward osmosis: Principles, applications, and recent developments. **Journal of Membrane Science**. 281:1–2 (2006) 70–87. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 03767388. doi: 10.1016/j.memsci.2006.05.048.

CLESCERI, Lenore S.; GREENBERG, Arnold E.; EATON, Andrew D. - **Standard Methods for examination of water and wastewater**. 20^a ed. Estados Unidos da América : American Public Health Association, 2012

COMISSÃO EUROPEIA - **Assegurar a disponibilidade e acessibilidade dos adubos** [Em linha]. Bruxelas : Comissão Europeia, 2022. [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://op.europa.eu/pt/publication-detail/-/publication/db95106e-53ca-11ea-aece-01aa75ed71a1>.

DAGUERRE-MARTINI, S. *et al.* - Nitrogen recovery from wastewater using gas-permeable membranes: Impact of inorganic carbon content and natural organic matter. **Water Research**. 137 (2018) 201–210. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 18792448. doi: 10.1016/j.watres.2018.03.013.

DESHPANDE, V. V; TELANG, M. S. - Pipet Method of Sedimentation Analysis. Rapid Determination of Distribution of particle Size. **Analytical Chemistry**. 22:6 (1950) 840–841. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 0003-2700. doi: 10.1021/ac60042a033.

Despacho n. 1230/2018. **Diário da República, 2.^a série — N.º 25** [Em linha] (18-02-05) [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://diariodarepublica.pt/dr/detalhe/despacho/1230-2018-114627305>.

DOYLE, James D.; PARSONS, Simon A. - Struvite formation, control and recovery. **Water Research**. 36:16 (2002) 3925–3940. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 00431354. doi: 10.1016/S0043-1354(02)00126-4.

EGNÉR, H.; RIEHM, H.; DOMINGO, W. R. - Untersuchungen über die chemische Bodenanalyse als Grundlage für die Beurteilung des Nährstoffzustandes der Boden. II.

Chemische Extraktionsmethoden zur Phosphorund Kaliumbestimmung. **Kunglia Lantbrukshogskolans Annaler**. 26 (1960) 199–215. [Consult. 8 mar. 2025].

EUROPEAN COMISSION - **Farm to Fork Strategy** [Em linha], 2020. [Consult. 27 fev. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://food.ec.europa.eu/system/files/2020-05/f2f_action-plan_2020_strategy-info_en.pdf>.

GARCIA-GONZÁLEZ, M. C.; VANOTTI, M. B. - Recovery of ammonia from swine manure using gas-permeable membranes: Effect of waste strength and pH. **Waste Management**. 38:1 (2015) 455–461. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 18792456. doi: 10.1016/j.wasman.2015.01.021.

GARCÍA-GONZÁLEZ, M. C.; VANOTTI, M. B.; SZOGI, A. A. - Recovery of ammonia from swine manure using gas-permeable membranes: Effect of aeration. **Journal of Environmental Management**. 152 (2015) 19–26. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 10958630. doi: 10.1016/j.jenvman.2015.01.013.

GONZÁLEZ-GARCÍA, Isabel *et al.* - Two-phase nutrient recovery from livestock wastewaters combining novel membrane technologies. **Biomass Conversion and Biorefinery**. 12:10 (2022) 4563–4574. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 21906823. doi: 10.1007/s13399-022-02546-6.

GÜLMEZOĞLU, Nurdilek; KUTLU, Imren - Nitrogen use efficiency of eleven triticale (x Triticosecale Wittmack) genotypes. **Biological Diversity and Conservation**. 10:2 (2017) 26–31 [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 1308-5301.

HAO, Xiaodi *et al.* - Looking beyond struvite for P-recovery. **Environmental Science and Technology**. [Em linha] 47:10 (2013) 4965–4966. [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://testpubschina.acs.org/doi/epdf/10.1021/es401140s?ref=article_open PDF>. ISSN 0013936X.

HORTA, Carmo - **Normal Climatológica 1986-2015**. Castelo Branco : IPCB, 2016. ISSN 1986-2015. Disponível em www.ipcb.pt

HORTA, Carmo *et al.* - Fertiliser Effect of Ammonia Recovered from Anaerobically Digested Orange Peel Using Gas-Permeable Membranes. **Sustainability (Switzerland)**. 14:13 (2022a). [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 20711050. doi: 10.3390/su14137832.

HORTA, Carmo *et al.* - **Characterization of the agricultural and livestock holdings in the Spanish region of Castilla y León and in the Portuguese Central region | Caracterización de las explotaciones agrarias y ganaderas de Castilla y León y Región Centro de Portugal | Caracterização das explorações agrícolas e pecuárias de Castela e Leão e da Região Centro de Portugal** [Em linha]. Castelo Branco : Instituto Politécnico de Castelo Branco, 2022b. [Consult. 8 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:www.ipcb.pt>. ISBN 9789895330041.

INE - **Recenseamento Agrícola 2009 - Análise dos principais resultados** [Em linha]. Lisboa : Instituto Nacional de Estatística, 2011 [Consult. 7 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://www.ine.pt/xportal/xmain?xpid=RA2009&xpgid=ine_ra2009_publicacao_det&contexto=pu&PUBLICACOESpub_boui=119564579&PUBLICACOESmodo=2&setab=tab1&pra2009=70305248>.

INE - **Recenseamento agrícola 2019** [Em linha]. Lisboa : Instituto Nacional de Estatística, 2021 [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://www.acos.pt/files/20210401145737753recenseamento-agricola-2019-2021.pdf>.

INE - **Retrato da Agricultura Nacional - 2023** [Em linha]. Lisboa : Instituto Nacional de Estatística, 2024 [Consult. 7 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://www.ine.pt>.

INIAV - **Roteiro para a Gestão dos Fluxos Gerados na Atividade Agropecuária** [Em linha]. Fonte Boa : Instituto Nacional de Investigação Agrária e Veterinária [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://projects.inia.pt/goefuentes/images/RoteiroGOEfluentes.pdf>.

IUSS WORKING GROUP WRB - **World Reference Base for Soil Resources 2014 - International soil classification system for naming soils and creating legends for soil maps** [Em linha]. 2. ed. Rome : FAO, 2015 [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://openknowledge.fao.org/server/api/core/bitstreams/bcdecec7-f45f-4dc5-beb1-97022d29fab4/content>. ISBN 9789251083697.

KESSLER, Nathalie Caroline Hirt *et al.* - Effects of Tetracyclines on Enzymatic Activity and Soil Nutrient Availability. **Journal of Soil Science and Plant Nutrition**. 20:4 (2020) 2657–2670. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 07189516. doi: 10.1007/s42729-020-00332-9.

KINIDI, Lennevey *et al.* - Recent Development in Ammonia Stripping Process for Industrial Wastewater Treatment. **International Journal of Chemical Engineering**. 2018 (2018). [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 16878078. doi: 10.1155/2018/3181087.

LAURENI, Michele *et al.* - Influence of pig slurry characteristics on ammonia stripping efficiencies and quality of the recovered ammonium-sulfate solution. **Journal of Chemical Technology and Biotechnology**. 88:9 (2013) 1654–1662. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 02682575. doi: 10.1002/jctb.4016.

Le CORRE, K. S. *et al.* - Phosphorus recovery from wastewater by struvite crystallization: A review. **Critical Reviews in Environmental Science and Technology**. 39:6 (2009) 433–477. [Consult. 8 mar. 2025] ISSN 10643389. doi: 10.1080/10643380701640573.

LEHMAN, R. Michael *et al.* - Understanding and enhancing soil biological health: The solution for reversing soil degradation. **Sustainability (Switzerland)**. 7:1 (2015) 988–1027. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 20711050. doi: 10.3390/su7010988.

MAJD, Amir - **APPLICATION OF GAS-PERMEABLE MEMBRANES FOR MITIGATION OF AMMONIA GAS FROM ANIMAL MANURE**. Texas : Texas A&M University, Dez. 2015. Dissertação de Doutoramento.

MARSCHNER, Petra - **Marschner's Mineral Nutrition of Higher Plants** [Em linha]. 3. ed. Australia : Elsevier, 2012 [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://home.czu.cz/storage/737/65060_Mineral-Nutrition-of-higher-plants-Marschner-2012.pdf>. ISBN 1865843830.

MEHTA, Chirag M. *et al.* - Technologies to recover nutrients from waste streams: A critical review. **Critical Reviews in Environmental Science and Technology**. 45:4 (2015) 385–427. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 15476537. doi: 10.1080/10643389.2013.866621.

MOLINUEVO-SALCES, Beatriz *et al.* - Gas-Permeable Membrane Technology Coupled With Anaerobic Digestion for Swine Manure Treatment. **Frontiers in Sustainable Food Systems**. 2:25 (2018). [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 2571581X. doi: 10.3389/fsufs.2018.00025.

MURPHY, J.; RILEY, J. P. - A modified single solution method for the determination of phosphate in natural waters. **Analytica Chimica Acta**. 27 (1962) 31–36. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 0003-2670. doi: [https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(00\)88444-5](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(00)88444-5).

OLIVEIRA, Veronica *et al.* - A novel approach for nutrients recovery from municipal waste as biofertilizers by combining electro-dialytic and gas permeable membrane technologies. **Waste Management**. 125 (2021) 293–302. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 18792456. doi: 10.1016/j.wasman.2021.02.055.

OLIVEIRA, Verónica; HORTA, Carmo; DIAS-FERREIRA, Celia - Evaluation of a phosphorus fertiliser produced from anaerobically digested organic fraction of municipal solid waste. **Journal of Cleaner Production**. 238 (2019). [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 09596526. doi: 10.1016/j.jclepro.2019.117911.

PALHARES, Julio - **Produção animal e recursos hídricos Tecnologias para manejo de resíduos e uso eficiente dos insumos** [Em linha]. Brasília : Embrapa, 2019 [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://www.researchgate.net/publication/335880078_Producao_animal_e_recursos_hidricos_Tecnologias_para_manejo_de_residuos_e_uso_eficiente_dos_insumos/link/5d8194a1299bf10c1ab5a3d5/download?_tp=eyJjb250ZXh0ljp7ImZpcnN0UGFnZSI6InB1YmxpY2F0aW9uIiwicGFnZSI6InB1YmxpY2F0aW9uIn19>.

PANDEY, Bishnu; CHEN, Lide - Technologies to recover nitrogen from livestock manure - A review. **Science of the Total Environment**. [Em linha] 784: (2021). [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:<https://pdf.sciencedirectassets.com/271800/1-s2.0-S0048969721X00198/>>. ISSN 18791026.

QUELHAS DOS SANTOS, Joaquim - **Fertilização, Fundamentos da Utilização de Adubos e Corretivos**. 1ª ed. Lisboa : Publindústria, 1991. [Consult. 6 mar. 2025].

RAFFA, Dylan; TUBIELLO, Francesco - **Nitrogen inputs to agricultural soils from livestock manure: new statistics**. [Em linha]. Rome : [s.n.] [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:<https://openknowledge.fao.org/server/api/core/bitstreams/793368d1-011e-46a4-86dd-b48ae52df282/content>>.

RASHED, Mohamed Nageeb; PALANISAMY, Pachagoundanpalayam N. - Adsorption and Ion Exchange Properties of Zeolites for Treatment of Polluted Water. Em **Zeolites and Their Applications** [Em linha]. [S.l.] : InTech, 2018 [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://www.researchgate.net/publication/326050499_Introductory_Chapter_Adsorption_and_Ion_Exchange_Properties_of_Zeolites_for_Treatment_of_Polluted_Water/link/5b358644aca2720785f48584/download?_tp=eyJjb250ZXh0ljp7ImZpcnN0UGFnZSI6InB1YmxpY2F0aW9uIiwicGFnZSI6InB1YmxpY2F0aW9uIn19>.

RIAÑO, B. *et al.* - Development of a liquid N fertilizer from an agro-industrial effluent Desarrollo de un fertilizante N líquido a partir de un efluente agro-industrial. **Revista de Ciências Agrárias**. 2022:4 (2022) 291–294. [Consult. 8 mar. 2025]. doi: 10.19084/rca.28439.

RIÑÓN, Berta *et al.* - Application of gas-permeable membranes for-semi-continuous ammonia recovery from swine manure. **Environments - MDPI**. 6:3 (2019). [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 20763298. doi: 10.3390/environments6030032.

ROSENBLUETH, Mónica *et al.* - Nitrogen fixation in cereals. **Frontiers in Microbiology**. 9:1794 (2018). [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 1664302X. doi: 10.3389/fmicb.2018.01794.

ROTHROCK, M. J.; SZÖGI, A. A.; VANOTTI, M. B. - Recovery of ammonia from poultry litter using flat gas permeable membranes. **Waste Management**. 33:6 (2013) 1531–1538. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 0956053X. doi: 10.1016/j.wasman.2013.03.011.

SALES, Regiane Lopes De; ROCHA, José Luiz Marques; BRESSAN, Josefina - Utilização de hormônios e antibióticos em produtos alimentícios de origem animal: aspectos gerais e toxicológicos. **Nutrire**. 40:3 (2015) 409–420. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 1519-8928. doi: 10.4322/2316-7874.10013.

SANTOS, V. M. *et al.* - Uso de Bioestimulantes no Crescimento de Plantas de Zea mays L. **Revista Brasileira de Milho e Sorgo**. [Em linha] 12:3 (2013) 307–318. [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/104573/1/Uso-bioestimulante.pdf>.

SHI, Lin *et al.* - Nutrient Recovery from Digestate of Anaerobic Digestion of Livestock Manure: a Review. **Current Pollution Reports**. 4:2 (2018) 74–83. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 21986592. doi: 10.1007/s40726-018-0082-z.

SIGURNJAK, I. *et al.* - Production and performance of bio-based mineral fertilizers from agricultural waste using ammonia (stripping-)scrubbing technology. **Waste Management**. 89 (2019) 265–274. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 18792456. doi: 10.1016/j.wasman.2019.03.043.

SIGURNJAK, Ivona *et al.* - Utilization of derivatives from nutrient recovery processes as alternatives for fossil-based mineral fertilizers in commercial greenhouse production of *Lactuca sativa* L. **Scientia Horticulturae**. 198 (2016) 267–276. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 03044238. doi: 10.1016/j.scienta.2015.11.038.

SOBKOWICZ, P.; SNIADY, R. - Nitrogen uptake and its efficiency in triticale (*Triticosecale* Witt.) – field beans (*Vicia faba* var. *minor* L.) intercrop. **PLANT SOIL ENVIRON**. 50:11 (2004) 500-506. [Consult. 8 mar. 2025]. Disponível em https://www.researchgate.net/publication/242708421_Nitrogen_uptake_and_its_efficiency_in_triticale_Triticosecale_Witt_-_Field_beans_Vicia_faba_var_minor_L_intercrop

SPIERTZ, J. H. J.; VOS, N. M. DE - Agronomical and physiological aspects of the role of nitrogen in yield formation of cereals. **Plant and Soil An International Journal on Plant-Soil Relationships**. 75 (1983) 379–391. [Consult. 8 mar. 2025]. Disponível em <https://link.springer.com/article/10.1007/BF02369972>

STEIN, Lisa Y.; KLOTZ, Martin G. - The nitrogen cycle. **Current Biology**. [Em linha] 26:3 (2016) R94–R98. [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960982215015183?ref=pdf_download&fr=RR-2&rr=91c5417dc8316935>. ISSN 09609822.

TAMBONE, Fulvia *et al.* - Solid and liquid fractionation of digestate: Mass balance, chemical characterization, and agronomic and environmental value. **Bioresource Technology**. 243 (2017) 1251–1256. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 18732976. doi: 10.1016/j.biortech.2017.07.130.

ULUDAG-DEMIRER, S.; DEMIRER, G. N.; CHEN, S. - Ammonia removal from anaerobically digested dairy manure by struvite precipitation. **Process Biochemistry**. 40:12 (2005) 3667–3674. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 13595113. doi: 10.1016/j.procbio.2005.02.028.

UNIÃO EUROPEIA. Regulamento (UE) 2019/1009 do Parlamento Europeu e do Conselho de 5 de junho de 2019, que estabelece regras relativas à disponibilização no mercado de produtos fertilizantes UE. **Jornal Oficial da União Europeia**, L 170/1, 25 de junho 2019. Disponível em <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/PT/TXT/PDF/?uri=CELEX:32019R1009>

VANOTTI, M. B. *et al.* - Recovery of ammonia and phosphate minerals from swine wastewater using gas-permeable membranes. **Water Research**. 112 (2017) 137–146. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 18792448. doi: 10.1016/j.watres.2017.01.045.

VASILACHI, Ionela Cătălina; STOLERU, Vasile; GAVRILESCU, Maria - Analysis of Heavy Metal Impacts on Cereal Crop Growth and Development in Contaminated Soils. **Agriculture (Switzerland)**. 13:10 (2023). [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 20770472. doi: 10.3390/agriculture13101983.

VELOSO, Anabela *et al.* - **Manual de Fertilização das Culturas** [Em linha]. 3. ed. Lisboa : Laboratório Químico Agrícola Rebelo da Silva, 2022 [Consult. 6 mar. 2025]. Disponível em WWW:<URL:https://www.inia.pt/images/publicacoes/livros-manuais/Manual_Fertilizacao_das_culturas.pdf>. ISBN 978-972-579-063-2.

VILÃO, Regina *et al.* - **Relatório do Estado do Ambiente 2024** [Em linha]. Alfragide : Agência Portuguesa do Ambiente, 2024. Disponível em WWW:<URL:https://rea.apambiente.pt/>.

WALKLEY, A.; BLACK, I. Armstrong - An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter, and a proposed modification of the Chromic Acid Titration Method. **Soil Science**. 37:1 (1934). [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 0038-075X.

WARSINGER, David M. *et al.* - Energy efficiency of batch and semi-batch (CCRO) reverse osmosis desalination. **Water Research**. 106 (2016) 272–282. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 18792448. doi: 10.1016/j.watres.2016.09.029.

ZAREBSKA, A. *et al.* - Ammonium fertilizers production from manure: A critical review. **Critical Reviews in Environmental Science and Technology**. 45:14 (2015) 1469–1521. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 15476537. doi: 10.1080/10643389.2014.955630.

ZHANG, Zhiye *et al.* - Membrane Processes for Resource Recovery from Anaerobically Digested Livestock Manure Effluent: Opportunities and Challenges. **Current Pollution Reports**. 6:2 (2020) 123–136. [Consult. 8 mar. 2025]. ISSN 21986592. doi: 10.1007/s40726-020-00143-7.