

Representatividade da amostragem com emprego do *trier* na caracterização de leiras de compostagem de resíduos sólidos urbanos com base na Teoria da Amostragem de Pierre Gy

Sampling representativeness using trier in characterizing composting windrows of solid urban waste based on Pierre Gy's Sampling Theory

Taiana Cestonaro^{1*} , Raphael Tobias de Vasconcelos Barros¹ 

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar o desempenho do amostrador *trier* (NBR 10007/2004) na representatividade das propriedades de leiras de compostagem confeccionadas com resíduos sólidos urbanos, no início da degradação dos resíduos (8 dias) e no composto orgânico pronto (120 dias), utilizando como referência um método adaptado à compostagem a partir da Teoria da Amostragem de materiais heterogêneos. A compostagem foi conduzida em sistema de leiras revolvidas, e cada unidade contou com aproximadamente 30 toneladas de resíduos. O método do *trier* mostrou-se adequado para a caracterização do composto (120 dias), pois não apresentou diferenças significativas em relação ao método de referência na estimativa dos teores de matéria orgânica, nitrogênio, fósforo e potássio. Além disso, o revolvimento da leira antes da amostragem tem potencial para melhorar a representatividade do teor de água e do pH. Por outro lado, o amostrador *trier* mostrou-se limitado na amostragem de leiras em estágio inicial de compostagem, quando empregados resíduos com acentuada diferença de forma, tamanho e conteúdo de água das partículas. Embora reduza em menor magnitude os erros intrínsecos ao processo de amostragem, o método do *trier* é mais simples de ser conduzido e não demanda mecanização, espaço físico ou recursos humanos adicionais.

Palavras-chave: compostagem; métodos de amostragem; amostrador *trier*; resíduos sólidos urbanos; resíduos alimentares.

ABSTRACT

This study was performed to assess the trier sampler performance (NBR 10007/2004) in representing the properties of windrows composting built with urban solid waste. It was evaluated in the beginning (8 days) and in the end of the composting process (120 days), using as a reference the Pierre Gy's Sampling Theory for heterogeneous materials. Composting windrows were built of 30 tons and carried out in turned windrow system. We found the trier method appropriate for characterizing mature compost (120 days) because it was similar to the reference method in estimating organic matter content, nitrogen, phosphorus and potassium. Besides, turning windrow before sampling might improve the representativeness of water content and pH. In contrast, more heterogeneous particles (shape, size, water content) may have influenced the trier's performance at the beginning of waste degradation and consequently the sample's accuracy. Although trier method is less efficient to reduce sampling errors than the method based on Sampling Theory, the former is simpler and does not need mechanization, extra space or additional human resources.

Keywords: composting; sampling methods; *trier* sampler; urban solid waste; food waste.

INTRODUÇÃO

O Brasil gera quase 80 milhões de toneladas de resíduos sólidos urbanos por ano e ainda carece de um sistema de gestão eficiente. No contexto atual, a grande maioria dos resíduos não é aproveitada e 40% do total coletado é depositado em aterros controlados e lixões, prática sanitariamente inadequada (ABRELPE, 2015).

Em 2010, a Lei nº 12.305 implementou a Política Nacional dos Resíduos Sólidos no país, com o propósito de reestruturar e melhorar o sistema de gestão dos resíduos. Nela são previstos a gestão e o gerenciamento de resíduos a partir da hierarquia de prioridades (não geração, redução, reaproveitamento, reciclagem, aproveitamento energético e disposição final), com o objetivo de reduzir os impactos

¹Universidade Federal de Minas Gerais - Belo Horizonte (MG), Brasil.

*Autor correspondente: tcestonaro@hotmail.com

Recebido: 07/12/2016 - Aceito: 06/03/2018 - Reg. ABES: 173152

ambientais negativos ao meio ambiente. Para atender a esse princípio, uma das ações previstas é a implantação de unidades de compostagem (BRASIL, 2010).

Um aspecto importante da compostagem é a amostragem, empregada para o acompanhamento das condições do meio e da velocidade de degradação do material, bem como para a determinação dos atributos agronômicos e contaminantes presentes no composto. As leiras, porém, são geralmente montadas a partir da mistura de resíduos (de maneira a prover condições ótimas de degradação) que possuem propriedades químicas, densidade e tamanho de partículas diferentes (EPSTEIN, 1997), o que dificulta a representatividade na amostragem. Mesmo ao final da compostagem pode haver heterogeneidade dentro da leira devido à distribuição irregular de alguns nutrientes e do conteúdo de água (BRINTON *et al.*, 2012).

No cenário nacional, a amostragem de pilhas de resíduos é tratada na NBR 10007:2004, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). Segundo a normativa, sempre que possível deve-se espalhar a pilha de resíduos e obter a amostra por quarteamento. Quando dessa impossibilidade, amostra-se a leira no seu formato original, com emprego do amostrador *trier* (ABNT, 2004). Esses procedimentos amostrais são descritos para pilhas cônicas de pequeno volume, realidade principalmente de unidades de triagem e compostagem de municípios pequenos ou da compostagem domiciliar. Enquanto isso, nenhum apontamento é feito no tocante à amostragem de leiras com outras geometrias e dimensões, que podem representar a realidade de médios e grandes municípios.

Em outros países, observam-se diferentes métodos de amostragem indicados para a compostagem. Nos Estados Unidos, esse assunto é contemplado no *Test Methods for the Examination of Composting and Compost* (TMMEC) (THOMPSON *et al.*, 2001). Além desse manual específico, outros documentos abordam a amostragem de pilhas de resíduos em outros contextos, como o *RCRA Waste Sampling Draft Technical Guidance*, que trata dessa prática em resíduos potencialmente perigosos (USEPA, 2002). Pela importância ambiental e econômica da correta caracterização desses resíduos, o procedimento amostral requer grande representatividade. Para alcançar essa finalidade, o documento foi baseado em uma teoria estabelecida a partir de princípios matemáticos, a Teoria da Amostragem (TAM) para materiais heterogêneos, desenvolvida por Pierre Gy.

Na TAM, Pierre Gy identifica as fontes de erros do processo de amostragem em lote estacionário de materiais particulados e sugere abordagens para minimizá-los. Segundo o autor, o erro total da amostragem (ETA) é composto do erro fundamental da amostragem (EFA) e do erro de agrupamento e segregação (EAS), decorrentes da heterogeneidade do material, bem como do erro de delimitação do incremento (EDI), do erro de extração do incremento (EEI) e do erro de preparo do incremento (EPI), decorrentes do processo de amostragem (PETERSEN

et al., 2005). Incremento significa um grupo de partículas extraídas do lote (montante de material — com limites bem definidos — a partir do qual os incrementos serão extraídos) em uma amostragem simples. Vários incrementos (subamostras) reunidos dão origem à amostra.

O EFA é resultado da heterogeneidade de constituição do material, que é influenciada pelas características das partículas que compõem o lote a ser amostrado, tais como forma, tamanho, densidade, propriedades químicas, entre outras (GY, 2004). Já o EAS é originado da heterogeneidade de distribuição das partículas, que diz respeito à irregularidade espacial de distribuição dessas dentro do lote. Embora possam ser reduzidos, esses dois erros permanecem em certo grau, mesmo se o processo da amostragem estiver estruturalmente correto (ESBENSEN & WAGNER, 2014).

O EDI ocorre quando a forma do incremento a ser amostrado desvia da correta delimitação geométrica que o mesmo deve ter. Já o EEI está associado ao centro de gravidade das partículas. Deve-se considerar como parte do incremento todas as partículas que possuem seu centro de gravidade dentro de sua delimitação, enquanto aquelas que não atenderem a esse requisito devem ser descartadas (PITARD, 1993). As possíveis alterações na integridade da amostra após sua extração até o momento da análise constituem o EPI (GY, 2004).

As características do lote de material e a abordagem para a extração dos incrementos influenciam na possibilidade de minimização dos erros da amostragem. Embora um lote de material possua determinado formato tridimensional, este pode ser alterado no momento da amostragem para facilitar a extração correta dos incrementos (PETERSEN *et al.*, 2005).

A amostragem ideal é aquela em que o lote pode ser conformado de tal maneira que duas dimensões por inteiro sejam incluídas na delimitação de um incremento. Essa abordagem, porém, é dificultada quando se trata de grandes quantidades de material. Outra possibilidade é a configuração do lote em um *layout* plano, cuja altura possa ser toda atravessada no momento da delimitação dos incrementos, ou seja, inclui-se apenas uma dimensão do lote por inteiro no incremento. Nesse caso, a delimitação correta do incremento é um cilindro com seção transversal constante, isto é, que seja inserido por igual no material ao longo da sua circunferência (PITARD, 1993).

Por causa da fundamentação científica que sustenta a TAM, um método amostral que contemple os seus princípios tem o potencial de reduzir os erros da amostragem e possibilitar uma caracterização mais precisa de materiais heterogêneos, a exemplo das leiras de compostagem. Desse modo, o método de amostragem baseado na TAM foi utilizado como referência na avaliação da representatividade da amostragem pelo método descrito na NBR 10.007:2004 da ABNT (método *trier*). Os métodos (TAM e *trier*) foram comparados na caracterização física e química de leiras de grandes dimensões, no início da degradação dos resíduos (8 dias) e no composto pronto para uso (120 dias).

METODOLOGIA

Caracterização da área de estudo

Belo Horizonte é a capital do estado de Minas Gerais, que pertence à região Sudeste do Brasil. Seu território é de 331,4 km² (IBGE, 2010) e a população estimada é de mais de 2,5 milhões de habitantes, a sexta maior do país (IBGE, 2016). O clima local é caracterizado pela precipitação anual de 1.463,7 mm, concentrada entre os meses de outubro e fevereiro. A temperatura média compensada anual é de 21,1°C, sendo a média das mínimas de 16,7°C e a média das máximas de 27,1°C, conforme as *Normais Climatológicas do Brasil de 1961-1990* (INMET, 2009).

Anualmente, o município destina mais de 815 mil toneladas de resíduos sólidos urbanos, das quais 98,8% são aterradas e apenas 0,35% tem como destino a compostagem, em funcionamento no município desde 1975 (com a tecnologia Dano) e a partir de 1996 (no sistema *windrow*) (SLU/BH, 2016). Para essa finalidade são utilizados os resíduos alimentares provenientes da coleta seletiva de orgânicos feita em estabelecimentos comerciais como sacolões, restaurantes, supermercados e similares, acrescidos de parte dos resíduos verdes urbanos (provenientes da poda da arborização pública).

Na Tabela 1 são apresentadas as propriedades dos resíduos alimentares e da poda de árvores utilizados na unidade de compostagem. Essa caracterização foi realizada nas estações da primavera e do verão (de novembro de 2015 a fevereiro de 2016) que antecederam o período

experimental. Os valores apresentados se referem a cinco semanas de amostragens. Em cada semana os resíduos tiveram suas propriedades físicas e químicas determinadas duas vezes por dia, de segunda a sexta-feira. Para a amostragem desses resíduos empregou-se o método desenvolvido a partir da TAM, e as análises laboratoriais foram executadas de acordo com os métodos descritos para as leiras de compostagem.

Condições operacionais da unidade de compostagem

A unidade de compostagem conta com pátio pavimentado, mas sem cobertura contra intempéries. As leiras são conformadas em geometria triangular e possuem extensão variável, em função da quantidade de resíduos acumulados ao longo de uma semana. Suas dimensões aproximadas aos 8 e 120 dias de compostagem são descritas na Figura 1. No período experimental, a massa inicial das leiras foi de aproximadamente 30 toneladas, sendo que o resíduo alimentar correspondeu a cerca de 65% desse total (na matéria natural) e a poda, aos 35% restantes. Nessa unidade, a compostagem é conduzida no sistema *turned windrow* com revolvimentos mecanizados (pá carregadeira) e ocorre ao longo de 120 dias.

Montagem das leiras e amostragem

A unidade de compostagem recebe resíduos alimentares de segunda a sábado. A cada recebimento, os resíduos são espalhados sobre o pátio para a retirada de materiais inertes e de difícil decomposição,

Tabela 1 - Características dos resíduos alimentares e da poda de árvores utilizados na compostagem.

Variáveis	Resíduo alimentar				Poda de árvores			
	n	Mediana	Média	DP	n	Mediana	Média	DP
Conteúdo de água (%)	45	81,5	81,2	2,5	48	40,0	35,5	16,5
MO (% ms)	45	89,8	90,0	1,9	48	92,7	92,7	1,1
pH em H ₂ O (1:5 m/v)	45	4,4	4,4	0,2	48	6,5	6,5	0,4
Nitrogênio (% ms)	45	1,5	1,5	0,2	48	0,9	0,9	0,1
Fósforo (% ms)	45	0,20	0,23	0,11	48	0,08	0,08	0,01
Potássio (% ms)	45	1,8	1,9	0,3	48	0,7	0,7	0,06
Relação C/N	45	35	35	5,2	48	61	65	9,2

MO: matéria orgânica; ms: matéria seca (65°C); m: massa; v: volume; n: número de amostragens; DP: desvio padrão.

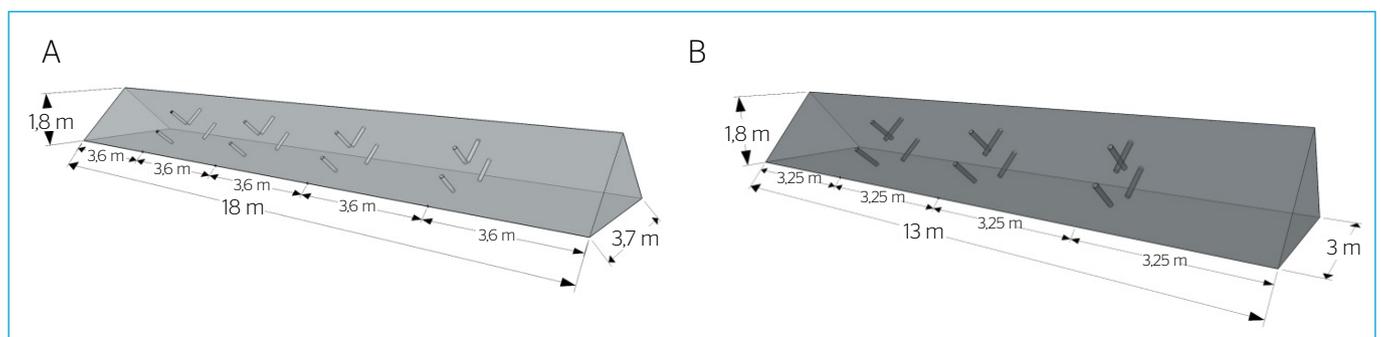


Figura 1 - Dimensões aproximadas das leiras e distribuição dos pontos de amostragem aos (A) 8 e (B) 120 dias da compostagem de resíduos sólidos urbanos.

principalmente sacos plásticos, papelão, pedaços de madeira e cocos. Na sequência, adiciona-se poda (previamente triturada), e a mistura é acumulada. As quantidades da semana são depositadas em uma única pilha. Após uma semana a leira é montada, no formato triangular. Nesse momento eram realizadas as amostragens dos 8 dias, correspondentes ao início da degradação dos resíduos. A segunda amostragem era realizada quando o composto estava pronto para uso, aos 120 dias. Amostraram-se nove leiras para cada fase (8 e 120 dias). Uma vez que os resíduos eram acumulados ao longo da semana para a montagem de cada leira, amostrou-se uma leira por semana, de cada fase (8 e 120 dias), pelos dois métodos, ao longo de nove semanas consecutivas. As leiras dos 120 dias, no entanto, não corresponderam àquelas amostradas aos 8 dias, e sim a outras unidades em estágio final de compostagem. O período experimental compreendeu os meses de julho a setembro de 2016. A representatividade do método amostral foi testada nas seguintes variáveis: conteúdo de água, matéria orgânica, pH, nitrogênio, fósforo e potássio. Os métodos amostrais utilizados para a caracterização das leiras de compostagem são descritos na sequência.

Método NBR 10007:2004 (Trier)

A amostragem com emprego do *trier* foi adaptada da NBR 10007 (ABNT, 2004). O amostrador foi confeccionado em aço inox, com diâmetro de 0,05 m e comprimento de 1 m. Embora esse diâmetro excluísse da

amostra alguns tamanhos de partículas, principalmente aos 8 dias, diâmetros superiores dificultariam ou inviabilizariam a inserção do amostrador. Definiram-se duas alturas do perfil da leira para amostragem: a primeira localizada entre o topo e o meio da leira e a segunda, entre o meio e a base. O *trier* foi introduzido obliquamente no resíduo. O outro ponto de amostragem previsto na normativa (a partir da inserção vertical do amostrador do topo ao centro da leira) não foi amostrado porque o formato e a dimensão das leiras dificultam essa prática. Determinou-se a coleta de duas amostras compostas, uma em cada lado da leira. Os incrementos que dariam origem a essas amostras foram definidos com base em uma estratégia de amostragem sistemática. Aos 8 dias, as amostras compostas foram obtidas a partir da combinação de oito incrementos retirados de duas alturas, em quatro intervalos equidistantes ao longo da extensão da leira (Figura 1A).

Aos 120 dias, procedeu-se da mesma maneira, mas o número de incrementos para perfazer a amostra composta foi reduzido para seis, retirados de três intervalos ao longo da extensão da leira (Figura 1B).

Método da Teoria da Amostragem (TAM)

Inicialmente, com auxílio de uma pá carregadeira, as leiras foram configuradas em um plano retangular tridimensional (Figuras 2A, 2B e 2C).

Na sequência, a área do plano a ser amostrado foi dividida em número de parcelas (área da qual o incremento será retirado) equivalentes ao

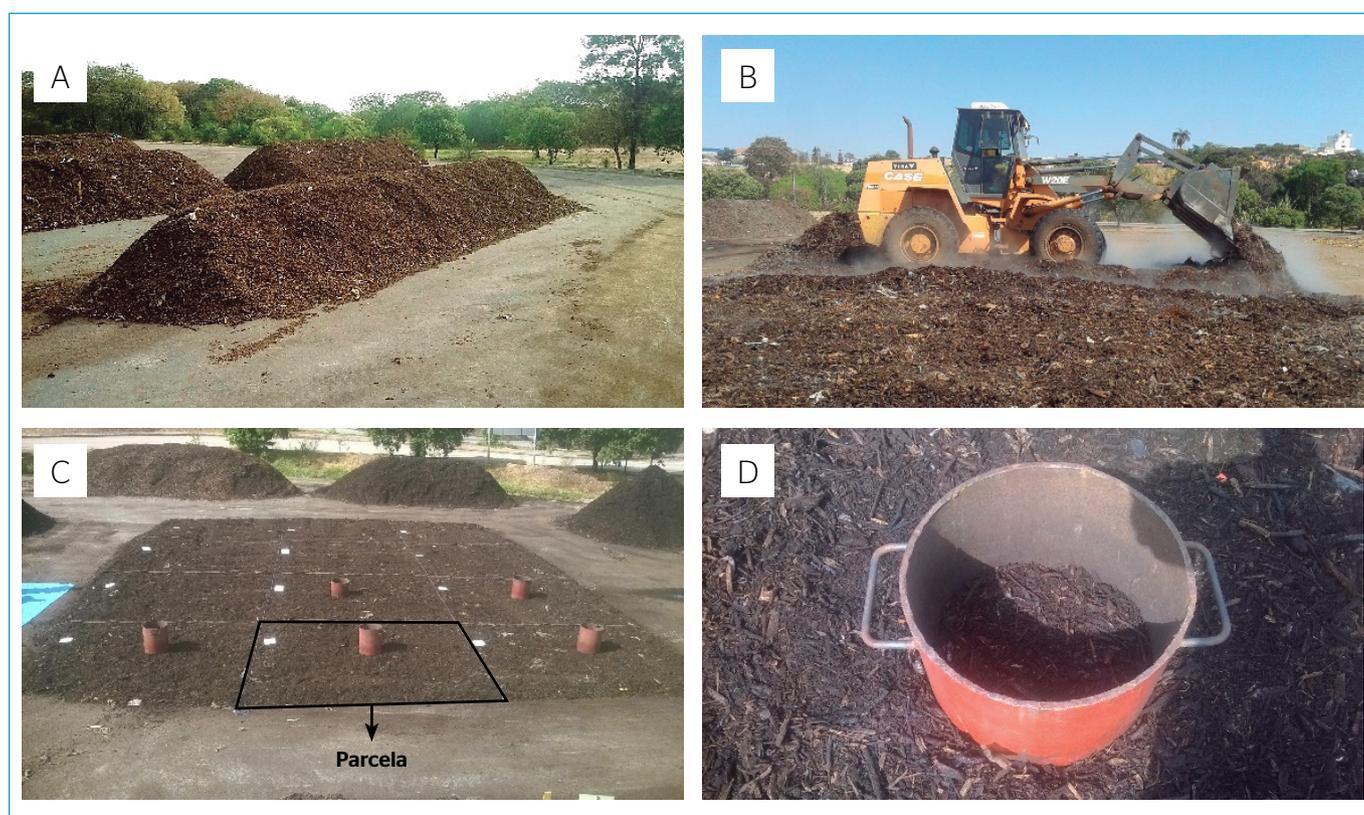


Figura 2 - Etapas do procedimento amostral desenvolvido a partir da Teoria da Amostragem de Pierre Gy: (A) Leira com geometria triangular; (B) conformação do material; (C) plano retangular tridimensional; (D) delimitação do incremento com o amostrador.

número de incrementos a serem extraídos. Fez-se, então, a identificação das parcelas, de modo aleatório (Figura 2C). Na sequência, cada incremento foi delimitado com auxílio de um amostrador cilíndrico de ferro com diâmetro de 0,4 m e altura de 0,5 m, que atravessou toda a profundidade do resíduo/composto (Figura 2D). Por fim, o conteúdo de cada incremento foi coletado manualmente e reservado para posterior redução de massa.

A localização dos incrementos neste método também foi definida por meio da estratégia amostral sistemática, considerada adequada quando se espera a ocorrência de heterogeneidade aleatória das características de interesse na distribuição espacial do material (USEPA, 2002). Definimos diferentes quantidades de incrementos e amostras compostas para cada fase da compostagem (8 e 120 dias) (Figura 3) devido às diferenças de quantidade de massa, tamanho e heterogeneidade de partículas. Cada amostra composta foi formada pela combinação aleatória de três incrementos

As dimensões dos planos tridimensionais variaram em função da quantidade de material. O amostrador cilíndrico foi confeccionado com diâmetro 3–4 vezes superior ao dos fragmentos mais grosseiros a serem amostrados (GY, 2004). Por conta da espessura da parede do cilindro, de 5 mm, fez-se o seu fundo biselado para facilitar a inserção no material. Esse procedimento foi mecanizado com auxílio da concha da pá carregadeira.

As amostras compostas, obtidas após a combinação dos incrementos, tiveram suas massas reduzidas por meio da técnica da pá fracionária (USEPA, 2002; GY, 2004). Para tanto, o conteúdo de cada amostra foi dividido em N frações (potenciais amostras) de igual volume. Uma dessas frações foi selecionada aleatoriamente e fracionada novamente, até que se obtivesse a massa adequada (1 kg) para compor a amostra a ser levada ao laboratório. Essa técnica se mostra mais eficiente na redução do fator de agrupamento das partículas em comparação ao quarteamto. Além disso, é mais reprodutível, uma vez que contém maior número de incrementos aleatórios em cada potencial amostra (PITARD, 1993).

Métodos analíticos

Amostras *in natura* foram utilizadas para as determinações de pH, conteúdo de água e teor de matéria orgânica. Para a quantificação das demais variáveis, as amostras foram secas a 65°C e moídas em moinho de panela. O pH aos 8 dias foi analisado em água e o pH aos 120 dias, em solução de cloreto de cálcio, a partir da mistura da amostra com a respectiva solução, na proporção de 1:5 (m/v), de acordo com Silva (2009). Sua leitura foi feita com auxílio de um potenciômetro de bancada.

As análises do conteúdo de água e dos teores de matéria orgânica foram conduzidas segundo procedimento metodológico 2540G, proposto por APHA (2012). O carbono total (utilizado no cálculo da relação C/N dos resíduos) foi estimado a partir dos valores de matéria orgânica, utilizando o fator de conversão de 1,686 para as amostras de poda de árvores e de 1,777 para as amostras de resíduo alimentar. Tais fatores foram gerados a partir de 50 leituras de carbono total de cada resíduo (poda e resíduo alimentar), por combustão, no módulo para amostra sólida (SSM-5000A) do analisador TOC-VCPN, da marca Shimadzu. Para a determinação do nitrogênio total (N) foi realizada digestão da amostra seguida de destilação por arraste a vapor, segundo Bremner (1996). A relação C/N foi calculada a partir das estimativas de carbono total e N da amostra.

Foi utilizada digestão ácida, segundo o método 3050B da USEPA (1996), para as extrações de fósforo (P) e potássio (K). A leitura do P foi realizada em espectrofotômetro visível, enquanto o K foi determinado em espectrofotometria de absorção atômica com chama. Todos os dados foram reportados na base seca (65°C), à exceção do pH e do conteúdo de água, reportados na amostra *in natura*.

Análises estatísticas

Pelo fato de o P não atender às pressuposições do modelo requeridas para os testes paramétricos, utilizou-se a estatística não paramétrica para todas as variáveis analisadas. O teste de Wilcoxon para amostras dependentes foi empregado na comparação das medianas ($p < 0,05$) entre os dois métodos amostrais, em cada fase da compostagem (8 e 120 dias). Os dados obtidos foram analisados com auxílio do *software* estatístico R (RCORE TEAM, 2016).

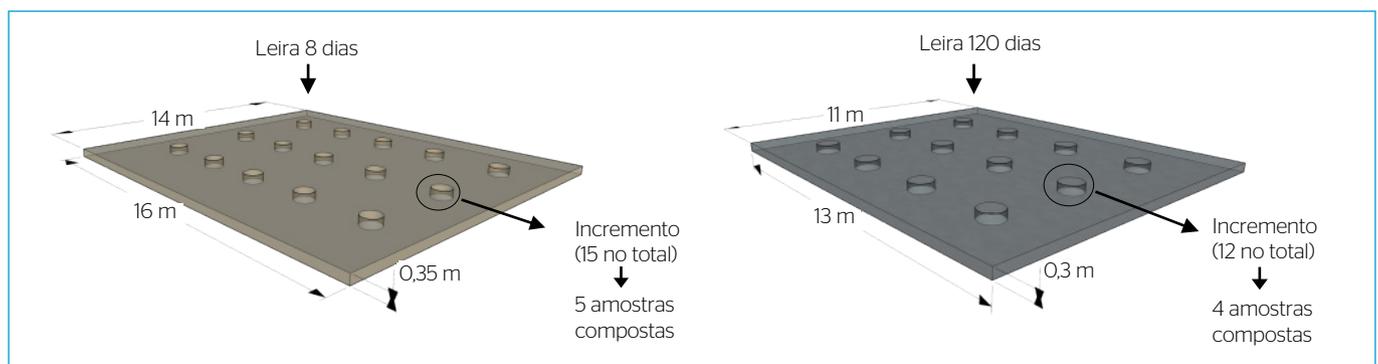


Figura 3 - Dimensões dos planos tridimensionais, identificação dos incrementos e das amostras compostas nas leiras aos 8 e 120 dias de compostagem, para a amostragem pelo método da TAM. As quantidades de massa e as dimensões dos planos tridimensionais são valores aproximados.

Com o objetivo de avaliar a variabilidade espacial de distribuição de cada característica química dentro da leira e, com isso, a imprecisão que existe na sua representatividade, foi calculado o coeficiente de variação (CV) entre as amostras compostas retiradas de cada uma das nove leiras, para cada variável analisada, em cada método amostral, aos 8 e 120 dias de compostagem.

Os coeficientes de variação (CVs) do método da TAM foram calculados a partir de cinco amostras compostas por leira, aos 8 dias, e quatro amostras compostas por leira aos 120 dias, no total de nove leiras. Para o método do *trier*, os CVs foram calculados a partir de duas amostras compostas por leira, aos 8 dias, e duas amostras aos 120 dias, no total de nove leiras. Ao final, foram gerados nove CVs para cada variável em cada fase da amostragem (8 e 120 dias) e para cada método amostral, os quais foram utilizados para a construção de *boxplots*.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Desempenho prático dos métodos de amostragem

Dos cinco erros do processo de amostragem, dois são decorrentes das características intrínsecas às partículas que compõem as leiras (EFA e EAS) e afetam, em menor ou maior grau, todos os métodos amostrais. Esta pesquisa não atuou diretamente na minimização desses erros, o que pode ser conseguido com a diminuição do tamanho das partículas e a homogeneização do material antes da amostragem (USEPA, 2002).

Considerou-se que o método da TAM minimizou o EDI, mas apresentou problemas na redução do EEI. O EDI foi minimizado porque a amostra tinha geometria cilíndrica, forma requerida nesse tipo de amostragem. Todavia, como a inserção do cilindro somente era praticável a partir do corte dos resíduos/composto localizados na sua borda, não foi possível delimitar o incremento em função do centro de gravidade das partículas, não havendo redução do EEI. O EPI foi parcialmente minimizado. O contato de materiais (amostradores, máquinas e ferramentas agrícolas) com o conteúdo a ser amostrado e a manipulação mais intensa dos resíduos/composto durante a coleta e a redução de massa limitaram o adequado controle desse erro. Em contrapartida, houve cuidado na preservação da amostra e no seu preparo para análise. Esse método reduziu indiretamente o EFA e o EAS: em primeiro lugar, porque o diâmetro do amostrador não excluiu nenhum tamanho de partícula da amostragem; em segundo lugar, em razão do volume e da distribuição espacial adequados dos incrementos na leira. Dessa forma, o método de referência foi considerado robusto para representatividade das características das leiras, aos 8 e 120 dias de compostagem.

Aos 8 dias de compostagem, o *trier* não possibilitou a correta delimitação e extração dos incrementos e, portanto, não houve redução do EDI e do EEI. Por conta das características das partículas (forma, tamanho,

conteúdo de água, densidade) e da falta de união entre elas, os resíduos não se ajustavam ao amostrador. Sua inserção precisou ser realizada repetidas vezes no mesmo ponto para que fosse preenchida toda a extensão do *trier*. Ainda assim, a forma do incremento retirado não era cilíndrica e o seu volume era inferior à capacidade do amostrador. Já aos 120 dias, considerou-se que o incremento foi delimitado adequadamente, em virtude de ter sido preenchido o volume do amostrador. Isso foi viabilizado em razão dos menores tamanhos de partículas e da consistência moldável do composto (exceto nas leiras com baixo conteúdo de água, <30%). O EEI não pôde ser reduzido por esse método, aos 120 dias de compostagem.

Desse modo, aos 8 dias de compostagem o método do *trier* minimizou apenas o EPI. A redução do erro de agrupamento, possível a partir da coleta de vários incrementos por amostra (USEPA, 2002), pode ter sido comprometida pelo pequeno volume dos incrementos. Já aos 120 dias, foi controlado o EPI e foram reduzidos, ainda que em menor magnitude do que no método da TAM, o EFA (o diâmetro do amostrador era compatível com o diâmetro das partículas), o EDI (considerando-se as limitações impostas pelo chanfro no amostrador) e o erro de agrupamento (foram retirados vários incrementos com volume de 1 L de diferentes locais da leira). O EPI foi mais bem controlado no método do *trier*, pois todos os materiais utilizados na amostragem puderam ser descontaminados com álcool 70%.

Comparação dos métodos amostrais na caracterização das leiras no início da degradação dos resíduos e no composto pronto para uso

Não houve diferença significativa ($p > 0,05$) entre os métodos da TAM e do *trier* para a maioria das variáveis avaliadas, tanto aos 8 como aos 120 dias de compostagem. As diferenças foram verificadas somente para o conteúdo de água e o pH.

Nas duas fases da compostagem foram verificados menores conteúdos de água nas leiras para o método do *trier* (p 8 dias=0,004; p 120 dias=0,004). Esse comportamento foi observado em todas as leiras amostradas (Figura 4).

Pelo fato de a camada externa da leira estar diretamente exposta à ação do calor, do vento e da precipitação, o material localizado próximo à sua interface com o ambiente tem conteúdo de água significativamente diferente ao daquele situado no meio e na base da leira (BRINTON *et al.*, 2012). Assim, em épocas secas, após períodos sem umedecimento ou em épocas chuvosas, a amostragem com o *trier* pode subestimar ou superestimar o teor de água da leira. O efeito da borda é mais pronunciado nesse método porque sua proporção é maior no incremento em comparação ao método da TAM. Aos 8 dias de compostagem, o menor conteúdo de água das leiras amostradas pelo método do *trier* pode ter sido uma combinação do efeito da borda (menos intenso do que aos 120 dias), por essas leiras terem sido montadas no período seco, com uma maior quantidade de poda de árvores na amostra, visto que esse resíduo apresenta menor conteúdo

de água (Tabela 1). Como as leiras amostradas ao final da compostagem foram compostadas inteiramente no período seco, de abril a setembro de 2016, os menores conteúdos de água nas amostras coletadas pelo método do *trier* refletem o ressecamento da parte externa da leira e subestimam o conteúdo de água de toda a massa de composto.

Além da sua importância no acompanhamento das condições do meio, o conteúdo de água é utilizado para estabelecer a quantidade de nutrientes no composto *in natura*, ou seja, na forma como o composto é aplicado.

Não houve diferença significativa (p 8 dias=0,496; p 120 dias=0,734) para os teores de matéria orgânica entre os métodos amostrais (Figura 5).

Os teores similares de matéria orgânica nos resíduos utilizados para compostagem (Tabela 1) podem ter contribuído para a ausência de diferença entre os métodos aos 8 dias. Em outros contextos pode haver maior dificuldade na representatividade dessa variável. Quando a compostagem é realizada em unidades de triagem e compostagem de municípios sem coleta seletiva, espera-se maior variação nos teores de matéria orgânica dentro da leira. Isso decorre da maior presença da fração de inertes, impróprios e resíduos de jardins em sua composição. Esses últimos diferem-se da poda de árvores porque, enquanto esta se constitui essencialmente de materiais lenhosos e folhas, os resíduos gerados

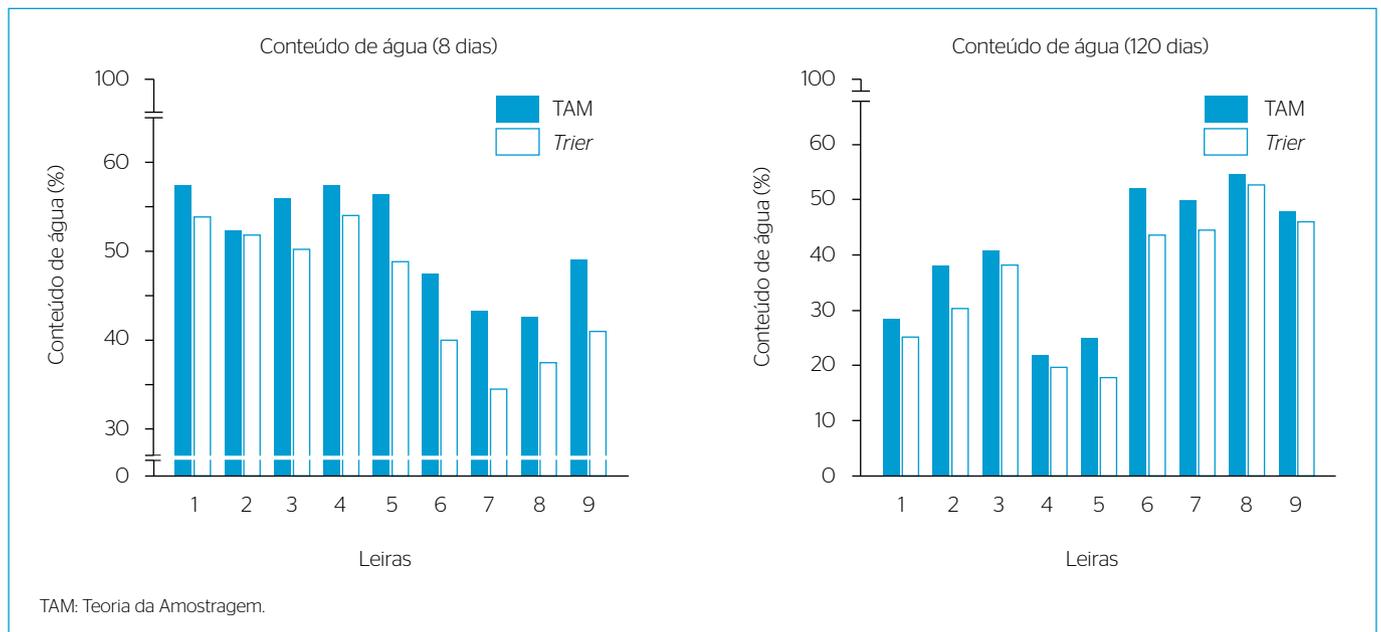


Figura 4 - Conteúdo de água em função dos métodos de amostragem, aos 8 e 120 dias da compostagem de resíduos sólidos urbanos.

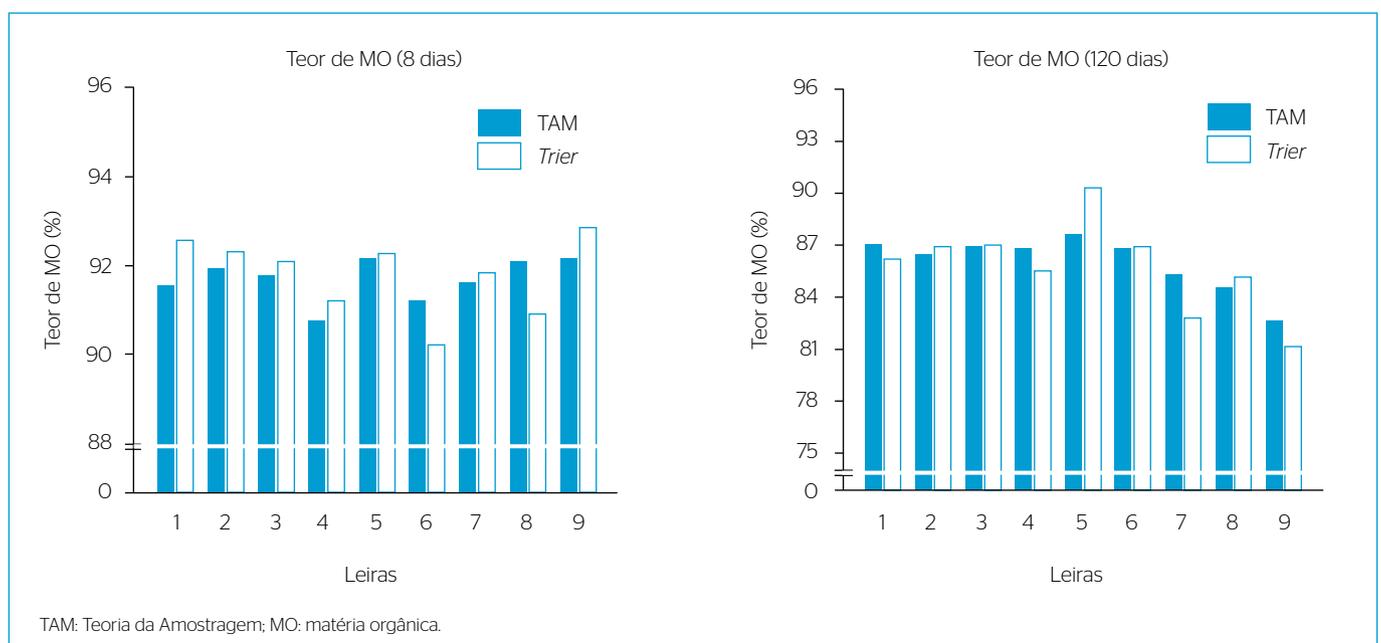


Figura 5 - Teor de matéria orgânica em função dos métodos de amostragem, aos 8 e 120 dias da compostagem de resíduos sólidos urbanos.

na manutenção de jardins e parques contemplam outras frações (apara de grama, apara de cerca-viva, poda de árvores, folhas, além de solo e pedras); assim, seus teores de matéria orgânica também são mais variáveis. Nas frações mais representativas, esses valores oscilam de 41,5 a 89,2%, na matéria seca (BOLDRIN & CHRISTENSEN, 2010).

Embora os resíduos utilizados na compostagem possuísem diferentes quantidades de carbono orgânico solúvel em água (poda de árvores: 7 g kg^{-1} ; resíduos alimentares: 95 g kg^{-1} , dados não apresentados) e, com isso, diferentes taxas de degradação, o revolvimento da leira durante o processo pode ter permitido a mistura adequada das partículas (mais degradadas e menos degradadas) e, assim, reduzido a heterogeneidade de distribuição da matéria orgânica aos 120 dias, facilitando a representatividade da variável.

Os valores de pH foram significativamente superiores ($p=0,004$) nas amostras coletadas com o *trier*, aos 8 dias, e significativamente inferiores ($p=0,004$) aos 120 dias. Ambos os comportamentos foram verificados para todas as leiras, em cada fase (Figura 6).

Como a poda de árvores triturada apresenta maiores valores de pH do que os resíduos alimentares (Tabela 1), acredita-se que a proporção de poda na amostra obtida a partir do método do *trier* foi maior do que sua real proporção na leira e não representou bem a composição da mesma aos 8 dias de compostagem. Não houve, contudo, diferença nos teores dos nutrientes (Figuras 7A, 7B e 7C) entre os métodos amostrais, aos 8 dias, embora a poda apresente menores teores de N, P e K do que os resíduos alimentares (Tabela 1). Isso possivelmente se deve ao fato de o resíduo alimentar estar em maior proporção na amostra *in natura* obtida a partir do método da TAM (utilizada para análise de pH) do que na amostra seca (utilizada para análise dos nutrientes), uma vez que seu conteúdo de água é de aproximadamente 80%, enquanto o da poda é de 35%. Com isso, o resíduo de poda prevalecia na amostra seca, independentemente do método

de coleta. Desse modo, a maior proporção de poda na amostra do *trier* (8 dias) produziu mais erros nas variáveis determinadas na matéria natural, como conteúdo de água e pH. O tamanho da alíquota também pode ter influenciado, já que foi aproximadamente 18 vezes maior para a análise do pH do que para a dos nutrientes (corrigido o conteúdo de água).

Os teores dos nutrientes (N, P e K) não foram significativamente diferentes ($p>0,05$) entre os métodos de amostragem, tanto aos 8 como aos 120 dias de compostagem (Figura 7).

Precisão na representatividade das características do material das leiras

Embora as comparações estatísticas entre os métodos de amostragem possibilitem algumas explicações sobre o desempenho do *trier*, outros elementos também podem ser considerados nesta análise. Os CVs entre as amostras compostas de uma mesma leira auxiliam na avaliação do método e da adequação da quantidade de amostras. Também serão discutidas as variações do método de referência (TAM), a partir das quais é possível entender o grau de incerteza que permanece mesmo após a máxima redução (considerando-se as limitações práticas) dos erros da amostragem.

As maiores dificuldades para representatividade amostral foram observadas no início da compostagem. Reflexo disso são os maiores CVs aos 8 dias (nos dois métodos), comparados àqueles dos 120 dias (Figuras 8A e 8B). Isso se deve à maior interferência do EFA (heterogeneidade das partículas) e do EAS nessa fase. Concluiu-se que o EAS teve menor impacto por se tratar de apenas dois resíduos, misturados em proporções similares, que eram homogeneizados diariamente quando da adição da poda aos resíduos alimentares e, posteriormente, na montagem da leira.

Os maiores CVs ocorreram para as variáveis cujos teores eram mais discrepantes entre os resíduos alimentares e a poda. Assim, por exemplo, o

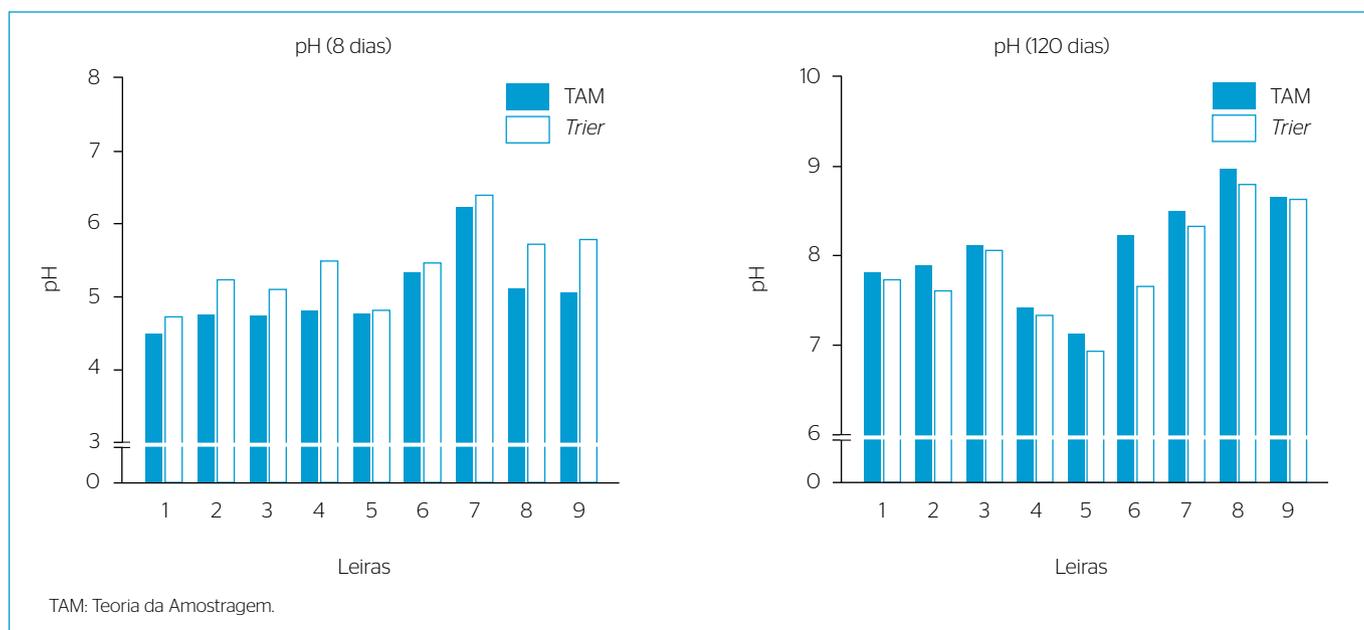


Figura 6 - pH em função dos métodos de amostragem, aos 8 e 120 dias da compostagem de resíduos sólidos urbanos.

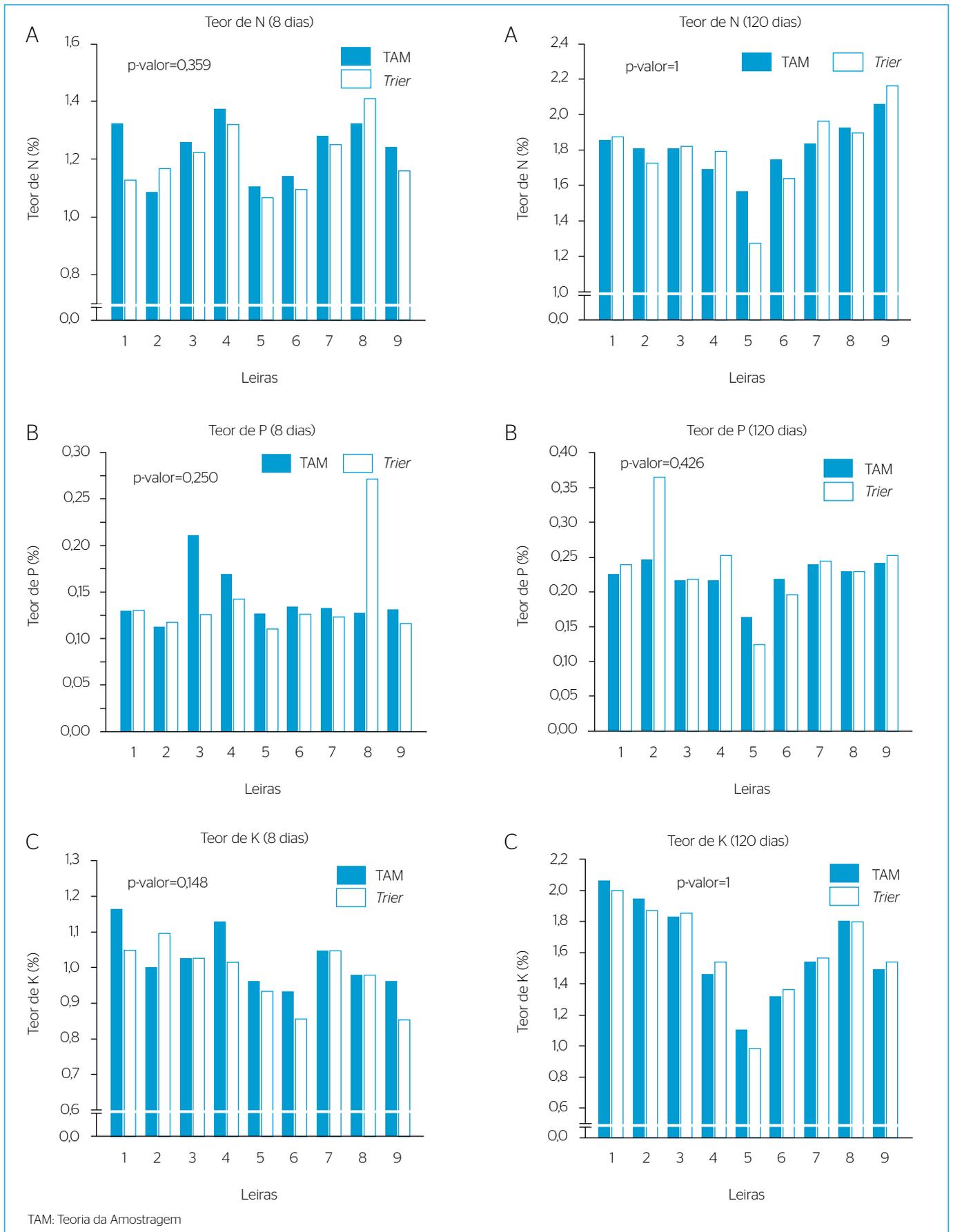


Figura 7 - Teores de (A) nitrogênio, (B) fósforo e (C) potássio em função dos métodos de amostragem, aos 8 e 120 dias da compostagem de resíduos sólidos urbanos

CV do P foi maior do que o CV do N, uma vez que o teor de P no resíduo alimentar é 2,9 vezes maior do que na poda, enquanto o teor de nitrogênio no resíduo alimentar é apenas 1,7 vez maior do que na poda (Tabela 1). Isso demonstra que houve maior incerteza na caracterização do teor de P do material das leiras do que do teor de N, nos dois métodos e nas duas fases da compostagem (8 e 120 dias). Embora a amostra coletada pudesse representar bem as características da leira, a alíquota utilizada para as análises era muito pequena, o que pode ter provocado tais variações. Os maiores CVs para o pH, aos 8 dias, também se justificam pelos diferentes tempos de armazenamento dos resíduos no pátio antes da montagem da leira, haja vista que a degradação da matéria orgânica altera o pH do meio (YANG *et al.*, 2013). Enquanto os resíduos provenientes do primeiro dia de coleta (segunda-feira) estiveram em decomposição por sete dias, aqueles recebidos no último dia (sábado) ainda estavam frescos.

A melhor precisão verificada na amostragem aos 120 dias é resultado da redução no grau de heterogeneidade das partículas e da distribuição espacial mais homogênea do material. Nessa fase, foram observados menores CVs do que aos 8 dias para o pH e para os teores de N, P e K, nos dois métodos testados (Figuras 8A e 8B). Embora o CV do conteúdo de água também tenha sido menor no método da TAM, aos 120 dias, identificou-se a presença de dois *outliers*. Isso pode indicar que houve adição desigual de água na massa em compostagem e ausência de revolvimentos para homogeneização do material, o que acarretou variação espacial na distribuição de água na leira. A elevada amplitude do CV para essa mesma variável no método do *trier* pode ter sido ocasionada tanto por sua variação espacial quanto pelas diferenças no conteúdo de água entre os lados da leira, decorrentes de sua posição no pátio. Ambas as fontes de erro podem ser reduzidas com o revolvimento do material antes da amostragem. Aos 8 dias, o conteúdo de água foi resultante exclusivamente das características dos resíduos.

Embora algumas fontes de erros sejam reduzidas após a compostagem, outras podem surgir em decorrência do manejo das leiras e do comportamento dos nutrientes. Brinton *et al.* (2012) verificaram que o conteúdo de água, os teores de P e K e o pH foram diferentes ao longo do perfil vertical da leira. Os mesmos autores apontaram que o teor de K foi maior próximo à base, em razão de seu movimento descendente na pilha. Outro nutriente bastante dinâmico é o nitrogênio, uma vez que pode ser conservado na leira, lixiviado ou volatilizado como NH_3 , N_2O ou N_2 , a depender de fatores como a concentração das formas de nitrogênio no resíduo e a taxa de aeração utilizada durante a compostagem (DE GUARDIA *et al.*, 2010).

Essa possível variação espacial de algumas variáveis reforça a relevância da amostragem composta a partir de vários incrementos (reduz o erro de agrupamento) e também do revolvimento do material antes da amostragem (reduz o erro de segregação) (USEPA, 2002). A discussão sobre o número adequado de incrementos por amostra composta é bastante limitada na literatura. Segundo o TMECC (THOMPSON *et al.*, 2001), devem ser coletados pelo menos 15 incrementos de igual volume (aproximadamente 1 L) para garantir a representatividade da amostra. Ao prever um volume pequeno por incremento, é viabilizada a retirada da quantidade de incrementos proposta no manual. Porém, quando o volume do incremento é calculado a partir do diâmetro das maiores partículas, de modo a reduzir a variância do EFA (GY, 2004), como feito nesta pesquisa para o método da TAM, tem-se massa bem maior por incremento, o que inviabiliza a aplicação do que está previsto no TMECC.

Aos 120 dias de compostagem, os CVs para o método do *trier* foram similares àqueles observados para o método da TAM, embora tenham sido utilizadas apenas duas amostras compostas por leira para o primeiro e quatro para o último. Esse comportamento só não foi verificado para o conteúdo de

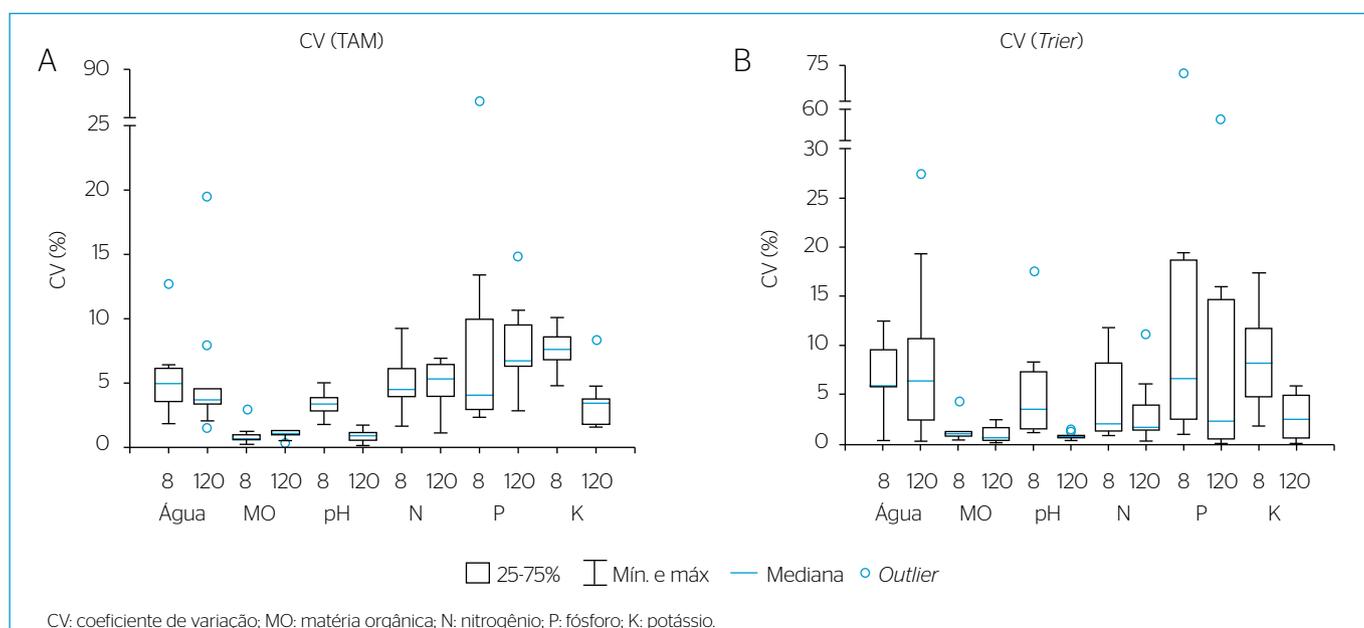


Figura 8 - Boxplots dos coeficientes de variação das variáveis em função do (A) método da Teoria da Amostragem e do (B) método *trier*.

água e para o teor de P, cujos desempenhos já foram comentados. Por outro lado, aos 8 dias, os CVs das duas amostras compostas do *trier* foram superiores àqueles das cinco amostras compostas do método da TAM (Figuras 8A e 8B).

Ainda que o aumento do número de amostras compostas pudesse, em tese, diminuir os CVs e melhorar a representatividade da amostragem aos 8 dias de processo, o *trier* apresentou outras limitações relevantes nessa etapa da compostagem, as quais foram consequência da inadequação do amostrador às características do material, o que impediu a minimização de quase todos os erros (EFA, EAS, EDI, EEI) associados à amostragem. Os resultados disso foram a exclusão de alguns tamanhos de partículas da amostragem e a pequena massa coletada por incremento.

Em vista dos resultados apresentados, considerou-se a amostragem com emprego do *trier* adequada para a caracterização do composto aos 120 dias. O procedimento, todavia, pode ser melhorado por meio do revolvimento das leiras antes da amostragem, o que reduz a interferência da zona de interface do material com o ambiente e a estratificação química no perfil vertical da leira (BRINTON *et al.*, 2012). Dessa forma, minimiza-se o erro de segregação, tratado na TAM. Se o revolvimento não for realizado, deve-se retirar a camada de material mais externa para, então, executar a amostragem. Sugere-se também que sejam amostradas três alturas da leira (próximo à superfície, na altura média da leira e próximo ao piso), conforme Thompson *et al.* (2001), principalmente quando a unidade não for revolvida antes da amostragem.

Em razão das limitações citadas, a amostragem pelo método do *trier* não se mostra adequada para a estimativa das propriedades das leiras na fase inicial da compostagem (8 dias), quando empregados resíduos com acentuadas diferenças de forma, tamanho, densidade e conteúdo de água das partículas. A aderência das partículas ao amostrador dependerá desses aspectos, podendo, com isso, ocorrer vieses na amostragem. É importante salientar que, aos 8 dias, dificilmente poderiam ser eliminados os erros na quantificação do conteúdo de água e do pH da leira. Além disso, poderia haver diferenças significativas no teor de nutrientes entre os métodos se houvesse menor diferença no conteúdo de água entre os resíduos alimentares e a poda. Assim, recomenda-se a avaliação de outros métodos para essa amostragem. Uma alternativa é o procedimento descrito no TMECC, que apresenta a vantagem de não limitar o diâmetro da partícula nem a massa do incremento (THOMPSON *et al.*, 2001). Além disso, a amostragem é realizada no formato original da leira, sem necessidade de espaço adicional de pátio. Sua desvantagem é a necessidade de mecanização em leiras de grandes dimensões.

Pelos diferentes tipos de heterogeneidade presentes nas duas fases da compostagem (8 e 120 dias), evidenciados também pela presença dos *outliers* nos conjuntos de dados (Figuras 8A e 8B), entende-se que a utilização de apenas uma amostra composta por leira não possibilita adequada representatividade. Além do mais, para definir a quantidade de amostras, devem ser considerados o tamanho da leira, as heterogeneidades de forma, tamanho e composição

dos resíduos, as variáveis de interesse e o manejo das leiras durante a compostagem. Maior esforço será necessário na amostragem em três situações:

1. quando tratar-se de materiais mais grosseiros (partículas maiores);
2. quando as variáveis avaliadas estiverem em baixas concentrações;
3. quando houver discrepância entre as concentrações das variáveis das partículas que compõem a leira.

Uma maneira de calcular o número de amostras compostas é abordada no manual da USEPA. Nesse cálculo, são levadas em consideração a estratégia de amostragem utilizada (aleatória, sistemática, estratificada), a estimativa do desvio padrão esperado para a variável de interesse, a precisão requerida na amostragem e a margem de erro aceitável (USEPA, 2002).

Não é somente o número de amostras compostas, porém, que define uma boa amostragem. Para que esse objetivo seja alcançado, deve haver um plano que inclua a estratégia de amostragem (localização dos pontos de amostragem), a quantidade e o volume dos incrementos por amostra composta e a quantidade total de amostras compostas.

CONCLUSÕES

A amostragem pelo método descrito na NBR 10007/2004 da ABNT — método do *trier* — é representativa para a caracterização do composto de resíduos sólidos urbanos, dada a semelhança dos resultados com o método de referência — método da TAM. Sua prática pode ser adequadamente executada, uma vez que o *design* do amostrador é compatível com o material. Ainda que esse método apresente menor redução dos erros intrínsecos ao processo de amostragem comparado ao método de referência, ele é mais simples de ser conduzido e não demanda mecanização, espaço físico ou recursos humanos adicionais. De modo complementar, é indicado o revolvimento das leiras antes da amostragem com o *trier* para reduzir a heterogeneidade espacial ainda presente nelas. Por outro lado, o método do *trier* mostra-se limitado para a amostragem de leiras em estágio inicial de compostagem, quando os resíduos apresentam acentuada diferença de forma, tamanho e conteúdo de água das partículas. Essas diferenças podem introduzir vieses na amostragem, uma vez que influenciam na aderência do material ao amostrador.

FONTE DE FINANCIAMENTO

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

AGRADECIMENTOS

À Superintendência de Limpeza Urbana de Belo Horizonte (SLU/BH) pela colaboração no desenvolvimento desta pesquisa.

REFERÊNCIAS

- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA). (2012) *Standard methods for the examination of water and wastewater*. 22. ed. Washington, D.C.: APHA.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE EMPRESAS DE LIMPEZA PÚBLICA E RESÍDUOS ESPECIAIS (ABRELPE). (2015) *Panorama dos Resíduos Sólidos no Brasil*. 2015. São Paulo: ABRELPE. 89 p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). (2004) *NBR 10007: Amostragem de resíduos sólidos*. 2. ed. Rio de Janeiro: ABNT. 21 p.
- BOLDRIN, A.; CHRISTENSEN, T.H. (2010) Seasonal generation and composition of garden waste in Aarhus (Denmark). *Waste Management*, v. 30, n. 4, p. 551-557. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2009.11.031>
- BRASIL. (2010) Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010. *Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil*, seção 1, p. 3.
- BREMNER, J.M. (1996) Nitrogen - Total. In: SPARKS, D.L.; PAGE, A.L.; HELMKE, P.A.; LOEPPERT, R.H. (Orgs.). *Methods of soil analysis: Part 3 - Chemical Methods*. Madison: Soil Science Society of America e American Society of Agronomy. p. 1085-1121 (SSSA Book Series, 5). <http://dx.doi.org/10.2136/sssabookser5.3>
- BRINTON, W.F.; BONHOTAL, J.; FIESINGER, T. (2012) Compost sampling for nutrient and quality parameters: Variability of sampler, timing and pile depth. *Compost Science and Utilization*, v. 20, n. 3, p. 141-149. <http://dx.doi.org/10.1080/1065657X.2012.10737039>
- DE GUARDIA, A.; MALLARD, P.; TEGLIA, C.; MARIN, A.; LE PAPE, C.; LAUNAY, M.; BENOIST, J.C.; PETIOT, C. (2010) Comparison of five organic wastes regarding their behaviour during composting: part 2, nitrogen dynamic. *Waste Management*, v. 30, n. 3, p. 415-425. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2009.10.018>
- EPSTEIN, E. (1997) *The science of composting*. Boca Raton: CRC Press. 504 p.
- ESBENSEN, K.H.; WAGNER, C. (2014) Theory of sampling (TOS) versus measurement uncertainty (MU) - A call for integration. *Trends in Analytical Chemistry*, v. 57, p. 93-106. <http://dx.doi.org/10.1016/j.trac.2014.02.007>
- GY, P. (2004) Sampling of discrete materials - a new introduction to the theory of sampling: I. Qualitative approach. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, v. 74, n. 1, p. 7-24. <https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2004.05.012>
- INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA (IBGE). (2010) *Censo Demográfico 2010*. Rio de Janeiro: IBGE. Disponível em: <<http://www.censo2010.ibge.gov.br/sinopse/index.php?uf=31>>. Acesso em: 4 nov. 2016.
- _____. (2016) *Estimativas da população residente nos municípios e para as unidades da federação brasileiros com data de referência em 1º de julho de 2016*. Rio de Janeiro: IBGE. Disponível em: <ftp://ftp.ibge.gov.br/Estimativas_de_Populacao/Estimativas_2016/estimativa_dou_2016_20160913.pdf>. Acesso em: 6 nov. 2016.
- INSTITUTO NACIONAL DE METEOROLOGIA (INMET). (2009) Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. *Normais Climatológicas do Brasil de 1961-1990*. Brasília: INMET. 465 p.
- PETERSEN, L.; MINKKINEN, P.; ESBENSEN, K.H. (2005) Representative sampling for reliable data analysis: Theory of Sampling. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, v. 77, n. 1-2, p. 261-277. <https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2004.09.013>
- PITARD, F.F. (1993) *Pierre Gy's sampling theory and sampling practice: Heterogeneity, sampling correctness, and statistical process control*. 2. ed. Boca Raton: CRC Press. 488 p.
- R CORE TEAM. (2016) *R: A language and environment for statistical computing*. Viena: R Foundation for Statistical Computing. Disponível em <<http://www.R-project.org/>>. Acesso em: 11 nov. 2016.
- SILVA, F.C. da. (2009) *Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes*. 2. ed. Brasília: Embrapa Informação Tecnológica. 627 p.
- SUPERINTENDÊNCIA DE LIMPEZA URBANA DE BELO HORIZONTE (SLU/BH). (2016) Prefeitura de Belo Horizonte. *Relatório anual de atividades da limpeza urbana 2015*. Belo Horizonte: Prefeitura de Belo Horizonte. 81 p.
- THOMPSON, W.H.; LEEGE, P.B.; MILLNER, P.D.; WATSON, M.E. (Orgs.). (2001) *Test Methods for the Examination of Composting and Compost* (TMECC). Estados Unidos: The United States Department of Agriculture and US Composting Council Research and Education Foundation. Disponível em: <<http://compostingcouncil.org/tmecc>>. Acesso em: 7 nov. 2016.
- UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (USEPA). (1996) *Method 3050B: Acid digestion of sediments, sludges and soils (SW 846)*. Estados Unidos: USEPA. Disponível em: <<https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-06/documents/epa-3050b.pdf>>. Acesso em: 07 nov. 2016.
- _____. (2002) *RCRA Waste Sampling Draft Technical Guidance: Planning, Implementation, and Assessment*. Estados Unidos: USEPA. Disponível em: <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-10/documents/rwsdtg_O.pdf>. Acesso em: 7 nov. 2016.
- YANG, F.; LI, G.X.; YANG, Q.Y.; LUO, W.H. (2013) Effect of bulking agents on maturity and gaseous emissions during kitchen waste composting. *Chemosphere*, v. 93, n. 7, p. 1393-1399. <http://dx.doi.org/10.1016/j.chemosphere.2013.07.002>