

## 7 Conclusões

No presente trabalho foi realizada validação do método analítico por espectrometria de fluorescência de raios-X por dispersão de energia (EDXRF) para quantificação de ferro em minério de ferro. Adicionalmente, com o objetivo de comparar parâmetros de desempenho, custo e tempo de análise com os métodos mencionados em documentos normativos como volumetria e espectrofotometria de absorção molecular. Foram realizadas medições em amostras conhecidas e material de referência e estimada incerteza para as três técnicas. Abordando aspectos detalhados dos processos analíticos (EDXRF, Espectrofotometria de absorção molecular e volumetria) foram definidos e calculados os parâmetros para avaliação de impacto econômico e de tempo de análise para os três métodos analisados.

O desempenho metrológico para a determinação do teor de ferro em minério de ferro mostrou-se equivalente nas três abordagens analíticas avaliadas, tanto quanto aos valores médios e suas precisões (Tabela 17), quanto em relação ao valor declarado no documento descritivo do material de referência SRM (Tabela 18). Os melhores resultados com relação à incerteza de medição foram observados para as análises utilizando EDXRF ( $\pm 0,29\%$ ), com a maior contribuição da fonte representada pela preparação da amostra. A Espectrofotometria de absorção molecular apresentou  $\pm 0,35\%$  de incerteza de medição, com o fator de diluição como contribuição mais importante. Nas medições por volumetria, observou-se valor de incerteza de  $\pm 0,40\%$ , que embora seja equivalente, é superior aos apresentados pelas outras duas técnicas analíticas avaliadas. A fonte de incerteza com maior contribuição nas medições volumétrica foi determinada pela pureza do reagente utilizado.

Apesar do custo inicial mais elevado do EDXRF em comparação aos outros métodos, após realizarem-se medições com dez mil amostras, o custo para medições de ferro em minério de ferro por EDXRF mostrou-se inferior aos demais métodos utilizados.

Para o parâmetro de tempo de análise, EDXRF também apresentou os melhores resultados, com um crescimento do tempo consumido em uma taxa menos acentuada para um número maior de medições do que o apresentado pelos outros métodos, tendo atingido, após dez mil amostras analisadas, um valor correspondente a 33,8% do tempo gasto para medições realizadas por meio de Espectrofotometria de absorção molecular e 47% do tempo consumido na análise por volumetria (Figura 24). O custo de análise pelo método EDXRF para quantificação de ferro em minério de ferro apresenta também os melhores resultados em longo prazo. Para 10.000 amostras analisadas, o custo necessário para as medições por EDXRF corresponde a 28% do custo para medição por Espectrofotometria de absorção molecular e 33,8% do tempo gasto para medição por volumetria (Figura 25). Tanto para o tempo e custo de análise um fator muito importante é o preparo de amostras do tempo analítico total.

Embora a EDXRF, técnica analítica que atende os princípios da química analítica verde, não tenha sido mencionada nos documentos normativos, tanto em nível nacional quanto internacional, os resultados das medições de ferro em minério de ferro por EDXRF apresentaram os melhores valores quanto ao desempenho metrológico, ao impacto económico e ao tempo de análise, quando comparados com os obtidos pelos outros métodos utilizados, os quais já são considerados no conteúdo de normas.