DATAÇÃO POR TERMOLUMINESCÊNCIA DE CERÂMICAS DO SÍTIO ARQUEOLÓGICO ALDEIA DO CARLOS (PI)

Renata Libonati de Azevedo

RESUMO

Este trabalho apresenta os resultados da datação pela técnica de termoluminescência de fragmentos cerâmicos do Sítio Aldeia do Carlos, que foi implantada na UFPE pelo grupo de arqueometria. Os resultados das datações mostraram que as idades dos fragmentos cerâmicos podem ser agrupadas em três períodos distintos, situados entre 300 e 500, 600 e 900, e 1000 e 1300 anos AP, sugerindo a passagem de pelo menos três grupos ceramistas pela região em épocas distintas, o que reforça a hipótese de que o local era utilizado como corredor de passagem. Os resultados das datações apresentados neste trabalho estão dentro das expectativas arqueológicas para o local e são concordantes com outras datações realizadas em sítios do Parque Nacional Serra da Capivara e em outros locais do Nordeste do Brasil.

PALAVRAS-CHAVE: Cerâmica, Termoluminescência, Pré-História

ABSTRACT

This article presents the results of thermoluminescence dating of pottery fragments from the Aldeia do Carlos archaeological site made possible by the establishment of a dating system by the Archeometryrsearch group. The results indicated that the age of the pottery can be grouped in three distinct periods, situated between 300-500, 600-900 and 1000-1300 years BP, suggesting the passage of at least three ceramic bearing social groups in the region in distinct periods, evidence that supports strongly the hypothesis that the area was used as a migration corridor. The results presented in this article are within the expectations of the locale and are in agreement with other dates obtained from sites in the ParqueNacional Serra da Capivara and in other areas in the Brazilian Northeast.

KEYWORDS: Pottery,Thermoluminescence, Prehistory

INTRODUÇÃO

Um dos principais objetivos da arqueologia é a reconstrução da cultura e história das sociedades passadas. Os aspectos culturais, tais como: tecnologia, costume e organização social, são traçados, em grande parte, a partir dos vestígios arqueológicos (JONES, 2004). Dentre estes, os cerâmicos se destacam por serem encontrados com frequência nos vários sítios arqueológicos e representarem um sofisticado acúmulo das experiências e conhecimentos humanos em relação aos recursos naturais disponíveis, indicando uma prova da ocupação humana em locais onde restos orgânicos, como esqueletos, não são encontrados (BENEA *et al.*, 2007).

Dos métodos possíveis para datar materiais cerâmicos, o da termoluminescência (TL), que utiliza materiais inorgânicos presentes na composição dos cerâmicos, tem sido o mais indicado e utilizado nas últimas décadas (WINTLE, 2008).

A TL é um fenômeno inerente aos minerais, como o quartzo que está presente na argila utilizada na manufatura das cerâmicas, que ao serem expostos a algum tipo de radiação ionizante acumulam energia e tornam-se excitados. Através do aquecimento (fonte de estimulação) se "desexcitam" liberando uma pequena, porém mensurável, quantidade de luz que é proporcional à dose de radiação absorvida (MCKEEVER, 1985).

Durante a queima, necessária para a produção da cerâmica, a luminescência presente nos cristais de quartzo da argila é apagada (zerada), eliminando, desta forma, a energia acumulada nestes cristais. A partir deste momento, que é considerado a idade zero da amostra, até o momento em que o objeto é coletado, os cristais presentes na argila acumulam dose devido à radiação ambiental, permitindo a datação por TL, como mostra a Figura 1.

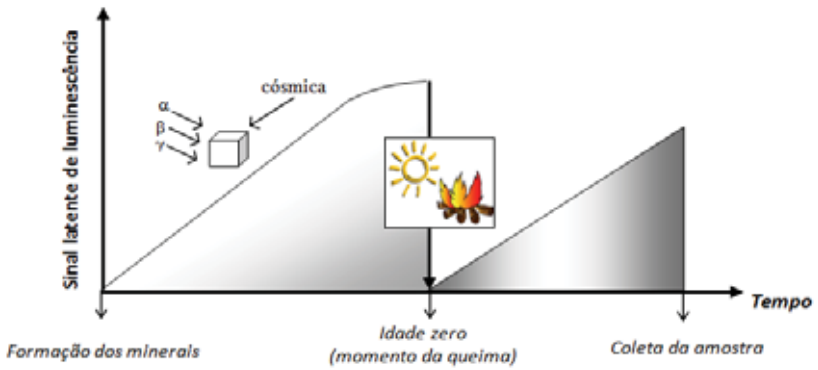


Figura 1: Esquema do princípio da datação por luminescência de materiais cerâmicos.

Relacionando esta dose acumulada (D_{ac}) com a taxa de dose anual ($\dot{D}_{an}$) àqual ficou submetida ao longo dos anos até ser encontrada é possível estimar a sua idade, segundo a Equação 1(IKEYA, 1993):

$$\text{Idade (I)} = \frac{\text{Dose Acumulada } (D_{ac})}{\text{Taxa de dose anual } (\dot{D}_{an})} \qquad (1)$$

Datações de cerâmicas por TL já foram realizadas com sucesso em diversos sítios arqueológicos do Brasil. Na região Nordeste, por exemplo, estas datações têm possibilitado uma maior compreensão da dinâmica de ocupação e das relações entre os grupos pré-históricos que habitaram esta região do Brasil.

Contudo, muitos sítios arqueológicos com evidências de vestígios cerâmicos ainda não foram datados na região Nordeste do Brasil. No sudoeste do estado do Piauí, por exemplo, onde existe uma grande quantidade de sítios arqueológicos com evidências de presença humana que remontam a 50 mil anos AP (PESSIS, 2000), muitos sítios arqueológicos que possuem presença de vestígios cerâmicos não foram datados.

Um exemplo destes é o Sítio Aldeia do Carlos, que foi descoberto em 2006. Neste Sítio foram encontrados e coletados mais de 54.000 mil fragmentos cerâmicos (FUMDHAM, 2006). A catalogação destes vestígios ainda está em andamento e o estudo de suas características em fase inicial. Contudo, as análises preliminares das cerâmicas do Sítio Aldeia do Carlos, realizadas pelos pesquisadores da Fundação do Homem Americano (FUMDHAM), têm indicado uma nova técnica/tradição cerâmica diferenciada, em princípio, das características observadas em outras cerâmicas já estudadas na região (OLIVEIRA, 2010).

Neste sentido, o objetivo deste trabalho foi efetuar a datação de fragmentos cerâmicos do Sítio Aldeia do Carlos visando contribuir para os estudos arqueológicos da região, bem como para a implantação, do método de datação por TL na Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), consolidando, assim, as atividades do Grupo de Metrologia Arqueológica e Patrimonial (MAP) da UFPE.

METODOLOGIA

Coleta e seleção das amostras

As amostras utilizadas neste estudo foram coletadas em duas áreas já pesquisadas no Sítio Aldeia do Carlos (PI), que foram denominadas de B e D (FUMDHAM, 2006).

Na Área B, os vestígios cerâmicos foram coletados na área tracejada da Figura 2 que foi chamada de B1 (20 cm x 2 m). Na Área D, foi aberta uma área adicional de 1 x 1 m em um de seus perfis, que foi denominada D1 (área tracejada na Figura 2).

O procedimento de coleta utilizado consistiu em envolver em papel alumínio as amostras cerâmicas imediatamente após o momento em que eram evidenciadas, o que evitou a exposição à luz solar e, consequentemente, a perda do sinal TL. Em seguida, foi realizado o registro da profundidade de coleta na etiqueta de identificação da amostra, e o sedimento ao redor da amostra foi coletado, identificado e posto em saco plástico, visando a estimativa da taxa de dose anual. Por fim, as amostras foram acondicionadas em caixa de plástico, que foi envolvida em sacos plásticos pretos para garantir que no transporte até o laboratório as amostras não fossem expostas à luz (AITKEN, 1985).

Ao todo, 20 fragmentos cerâmicos foram coletados: 3 na Área B1, e 17 na Área D1, em vários níveis de profundidade. Para a realização das medidas TL para datação, foram selecionados os fragmentos cerâmicos com dimensões superiores a 3 x 3 cm, de modo a garantir uma quantidade suficiente de amostra para a determinação da dose acumulada. Este procedimento está de acordo com as recomendações de Weida (2009). Das 20 amostras coletadas, 12 se enquadravam nesta condição. As informações sobre as 12 amostras selecionadas para datação por TL encontram-se na Tabela 1.

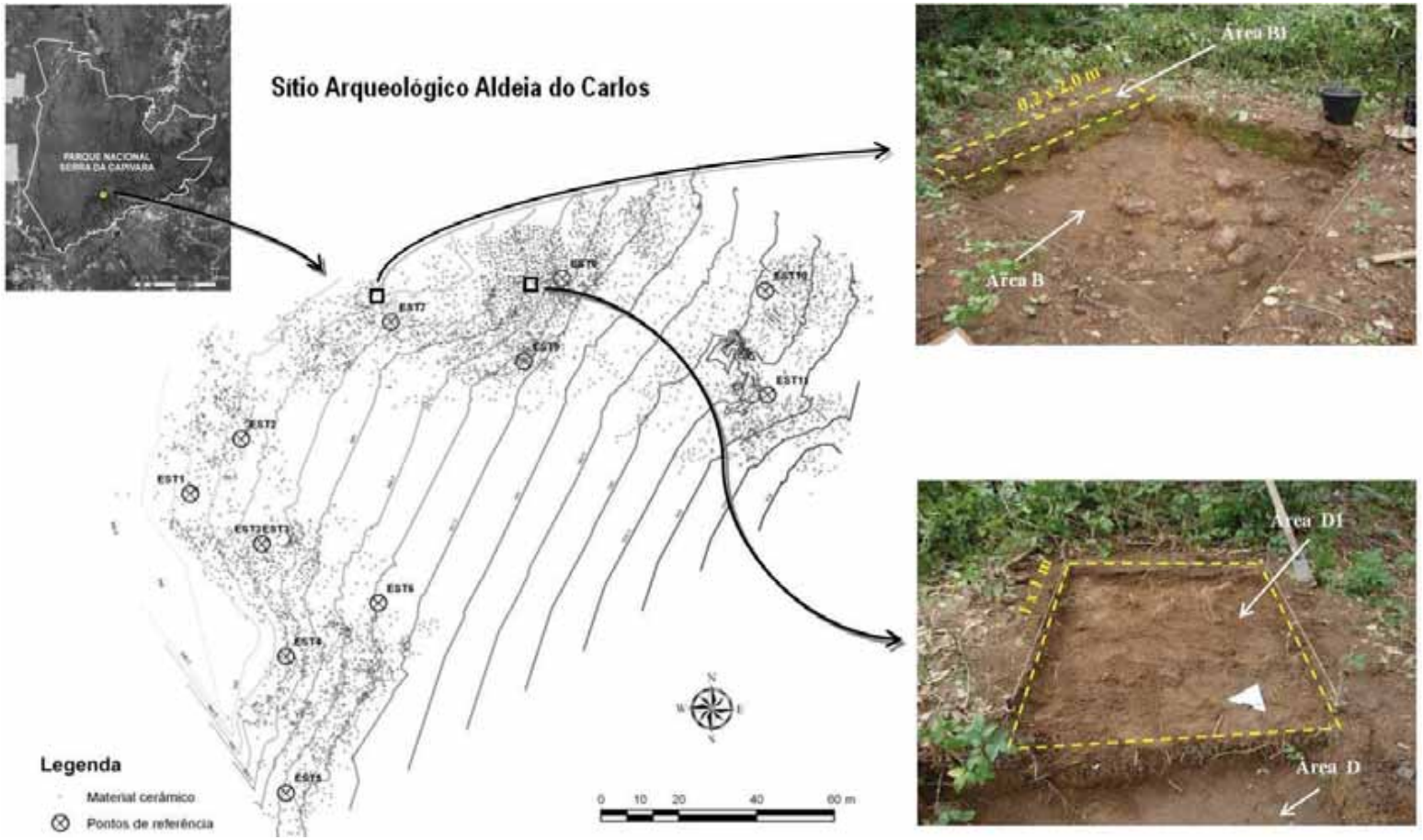


Figura 2: Mapa topográfico do Sítio Aldeia do Carlos (PI) com a localização e fotos das Áreas B1 e D1 onde as amostras cerâmicas foram coletadas (Adaptado de FUMDHAM, 2008; MÜTZENBERG, 2010)

Tabela 1
Amostras cerâmicas selecionadas para estudo de datação por termoluminescência.

Amostra	Técnica de acabamento	Área	Profundidade em que foi coletada (cm)	Espessura (mm)	Dimensão (cm)
179701(pt. a)	corrugado*	B1	5	8 - 11	4,2 x 4,1
179703	alisado**	B1	11	11	5,4 x 4,7
179709 (pt. a)	alisado	D1	0	7-8	9,0 x 4,0
179713	corrugado	D1	0-2	12	6,0 x 4,7
179718	corrugado	D1	0-2	10 - 12	5,0 x 3,1
179720	alisado	D1	2-5	7-8	5,1 x 4,2
179728	alisado	D1	3-5	7-8	5,0 x 3,3
179732	alisado	D1	10-15	8 - 10	6,8 x 4,3
179733	corrugado	D1	15-20	9	9,0 x 5,0
179741	alisado	D1	15-20	8	5,0 x 4,7
179743	alisado	D1	20	4-5	8,4 x 6,2
179746	alisado	D1	25-30	9-10	4,1 x 3,9

* Técnica de acabamento que consiste na utilização do dedo, em sua parte interna, pressionando a superfície, deixando, assim, marcas.
** Técnica de acabamento que consiste na eliminação da rugosidade das paredes através do aplanamento, deixando a superfície lisa.

Datação por termoluminescência

Para a realização da datação por TL se faz necessário determinar: a dose acumulada pela amostra (Dac) e a taxa de dose anual ($\dot{D}_{an}$) do local onde foi encontrada.

Determinação da Dose Acumulada

A dose acumulada de uma amostra é determinada através de uma curva de calibração que relaciona a intensidade de luz emitida pelos cristais com a dose de radiação absorvida pelos mesmos (AITKEN, 1985).

Neste trabalho o método utilizado para esta finalidade foi o de doses regenerativas, que consiste em interpolar a leitura da intensidade TL natural na curva de calibração (WINTLE, 1997), como mostra a Figura 3.

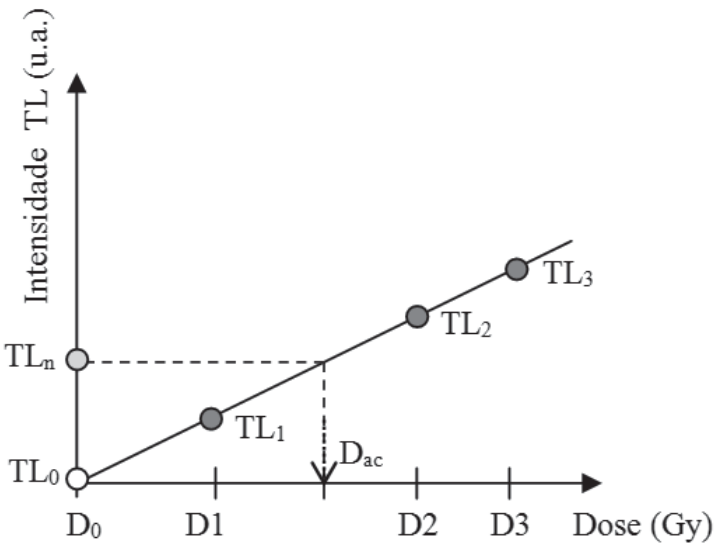


Figura 3: Esquema da curva de calibração da leitura TL *versus* dose para amostra de datação realizada pelo método de doses regenerativas.

O procedimento aplicado para a determinação da D_{ac} nas amostras segue as etapas descritas no esquema apresentado na Figura 4.

Inicialmente, se faz necessário extrair das amostras os materiais cristalinos possuidores da propriedade TL. Para tanto, foi adotada a técnica da Inclusão do Quartzo (FLEMING, 1970). O procedimento de preparação da amostra baseado nesta técnica consisti basicamente em lixar a camada superficial das cerâmicas para remover as impurezas e eliminar a contribuição da radiação alfa no cálculo da taxa de dose anual, seguida de um ataque químico com os ácidos HF e HCl, a 20 %, durante 45 minutos, para remover, respectivamente, as camadas superficiais dos grãos de quartzo (o que permite desconsiderar a contribuição da radiação alfa nos mesmos), e eliminar outros materiais (orgânicos ou não) que estejam presentes nas amostras. Por fim, para garantir uma maior uniformidade na resposta TL, as amostras são peneiradas para a obtenção de grãos com diâmetro entre 75 e 150 μm.

Vale ressaltar que todo o procedimento de preparação das amostras foi realizado em uma sala especial, iluminada apenas com lâmpadas vermelhas, para evitar a perda do sinal TL natural das amostras.

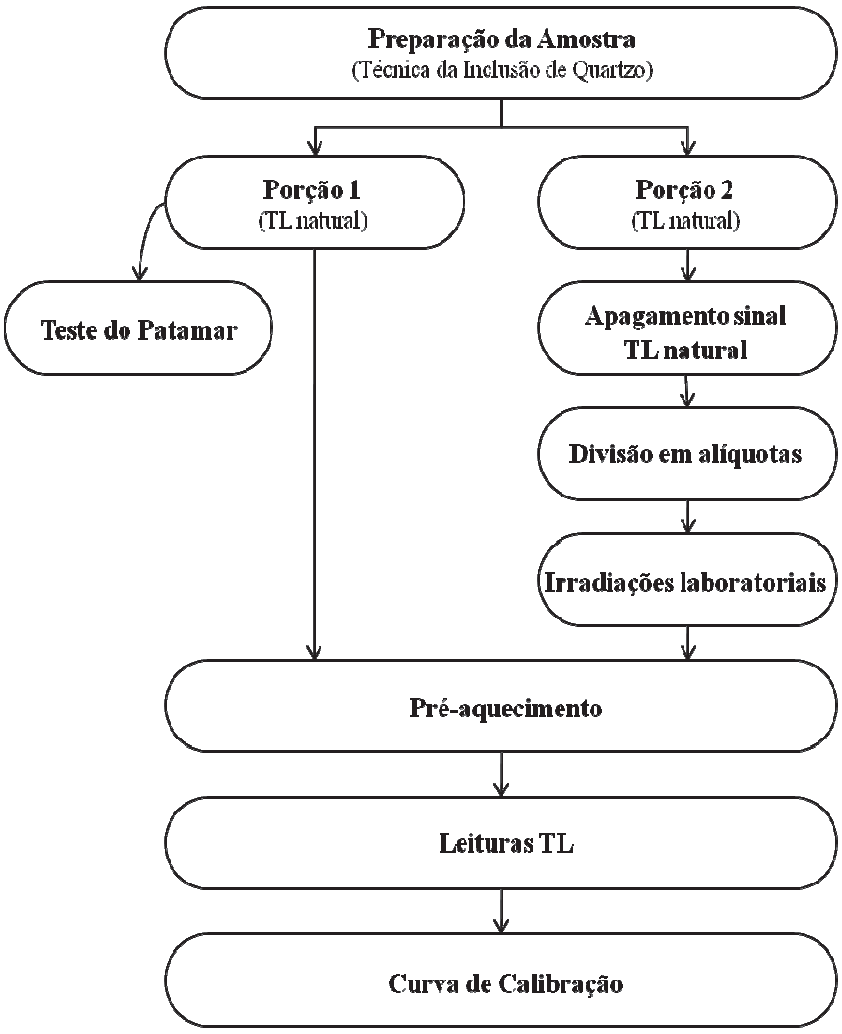


Figura 4: Esquema do procedimento utilizado na determinação da dose acumulada.

Em seguida, de acordo com o procedimento descrito na Figura 4, cada amostra foi dividida em duas porções: uma para determinar a dose natural e a região estável da curva de emissão TL (Porção 1), e a outra para a construção da curva de calibração (Porção 2).

Para descobrir qual a região estável da curva de emissão TL da amostra, foi realizado o teste do patamar. Para tanto, duas alíquotas da amostra natural (Porção 1) foram utilizadas:

uma para a leitura TL natural e outra para a leitura TL natural mais dose de 5 Gy. A curva patamar foi obtida através da razão entre a curva TL natural e a curva TL natural mais uma dose de 5 Gy, sendo a região do patamar a selecionada para as medidas TL.

Para a obtenção da curva de calibração, que relaciona a leitura TL com a dose de radiação, o material da Porção 2 foi aquecido à temperatura de 400 °C por 1 hora a fim de produzir o apagamento do sinal TL natural. Para tanto, a Porção 2 de cada amostra foi envolvida em papel alumínio. Este aquecimento foi realizado num forno *PTW-TLDO* a uma temperatura de 400 °C por uma hora. Após este tratamento térmico, a Porção 2 foi dividida em alíquotas menores, e cada alíquota foi colocada em pequenos saquinhos de papel alumínio, para que pudessem ser irradiadas com doses conhecidas. As irradiações foram realizadas no irradiador *Gammacell* do laboratório Gamalab do DEN/UFPE.

Antes das leituras TL serem efetuadas, as alíquotas irradiadas, e a alíquota com dose natural, foram submetidas a um pré-aquecimento na temperatura de 150 °C por 20 minutos, evitando, desta forma, a interferência dos picos TL instáveis, localizados em temperaturas inferiores a 200 °C, nas medidas do sinal TL. Esta temperatura de pré-aquecimento foi utilizada por ter sido a que forneceu a curva de emissão TL mais similar a da amostra natural.

As leituras TL foram realizadas numa leitora TL *Harshaw*, modelo 3500. As amostras foram aquecidas a uma taxa de 4 °C por segundo, de 60 a 400 °C. Visando estimar os desvios estatísticos das medições, foram realizadas três leituras TL: da dose natural, da amostra zerada e das alíquotas com doses laboratoriais. As massas das alíquotas utilizadas em cada leitura TL foram obtidas utilizando um acrílico que possui um orifício de 2 mm. As leituras foram realizadas em uma sala iluminada com lâmpadas vermelhas para evitar a perda do sinal TL, devido à exposição à luz.

Para a estimativa do valor da dose acumulada das amostras foi utilizada as medidas dos valores do sinal TL correspondente à área da região entre 200 e 375 °C da curva de emissão TL, obtidas com três alíquotas.

Determinação da Taxa de Dose Anual

O outro parâmetro importante para a datação, é a taxa de dose anual ($\dot{D}_{an}$). Uma das formas mais utilizadas para a determinação da taxa de dose anual consiste na medida dos teores de U-232, Th-238 e K-40, presentes no solo ao redor da amostra e na própria amostra (AITKEN, 1985). Pois, estes radionuclídeos, ao decaírem,emitem partículas alfa (α), beta (β) e raios gama (γ) que interagem com o material, depositando nele energia (IKEYA, 1993).

Os valores das taxas de dose anual para as radiações alfa, beta e gama, provenientes do U-238 e Th-232, para a concentração igual a 1 ppm[1], e do K-40, para a concentração de 1 por cento (%), já são conhecidos e tabelados, conforme apresenta a Tabela 2. Na determinação destes valores, é preciso levar em consideração o efeito do gás radônio, (Rn-222 e Rn-220) presente no solo, pois este influi na taxa de dose anual. Amostras coletadas em níveis profundos (mais de 30 cm da superfície), normalmente recebem a contribuição do gás radônio, o que não acontece para amostras coletadas em níveis superficiais.

Tabela 2
Valores padrões de taxa de dose anual (AITKEN, 1985; IKEYA, 1993)

Elemento	COM a contribuição do Rn-222 e Rn-220			SEM a contribuição do Rn-222 e Rn-220		
	Alfa (mGy/a)	**Beta (mGy/a)**	**Gama (mGy/a)**	**Alfa (mGy/a)**	**Beta (mGy/a)**	**Gama (mGy/a)**
Th-232 (1 ppm)	0,7371	0,02762	0,05092	0,3091	0,01019	0,01935
U-238 (1ppm)	2,6916	0,14273	0,10207	1,1528	0,05739	0,00248
K-40 (1 %)	-	0,67805	0,20287	-	0,67805	0,20287

Desta forma, relacionando as concentrações de U-232, Th-238 e K-40 das amostras a serem datadas, com os valores mostrados na Tabela 2, as taxas de dose anuais das mesmas são obtida.

Para materiais cerâmicos, a taxa de dose corresponde à soma da dose interna (D_I), devido à presença de materiais radioativos na própria cerâmica, e da dose externa (D_E), proveniente da radiação ambiental, ou seja, dos materiais radioativos presentes no solo e radiação cósmica. Como o poder de penetração dos raios gama (0,2 – 0,4 m), tanto no solo como na cerâmica, é normalmente superior à espessura da cerâmica, a contribuição dos raios gama provenientes dos radionuclídeos presentes no corpo da cerâmica é muito pequena, sendo considerada desprezível.

Desta forma, a dose interna (D_I) será apenas devido às partículas alfa e beta. Por outro lado, os raios gama provenientes dos materiais radioativos encontrados no solo e a radiação

[1]ppm - Partes por milhão (ppm = mg/kg = μg/mL = mg/litro), é a medida de concentração que se utiliza quando as soluções são muito diluídas.

cósmica serão os únicos responsáveis pela dose externa (D_E), pois, as partículas alfa não conseguem penetrar no corpo cerâmico, enquanto que removendo cerca de 2 mm da superfície do cerâmico elimina-se a contribuição das partículas beta do solo, como esquematiza a Figura 5 (AITKEN, 1985; IKEYA, 1993; WEIDA, 2009).

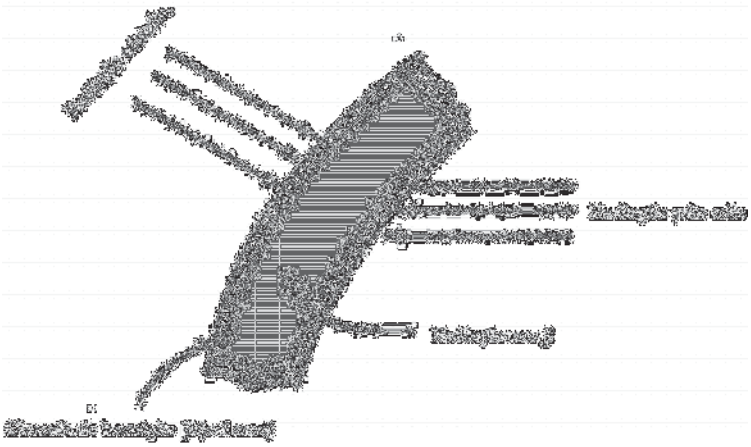


Figura 5: Fontes de radiação responsáveis pela dose acumulada nas amostras cerâmicas (Adaptado de AITKEN, 1970).

Como na preparação das amostras foi realizado tratamento químico com HF, a contribuição das partículas alfa pode ser desconsiderada, pois, o ácido ataca a superfície do grão onde as partículas alfa atuam depositando sua energia. Desta forma, a equação da idade pode ser reescrita da seguinte maneira:

$$\textbf{Idade (I)} = \frac{\textbf{Dose Acumulada } (Dac)}{\textbf{Taxa de dose anual } (\dot{Dan})} = \frac{Dac}{D_I + D_E} = \frac{Dac}{(k_\beta D_\beta) + [(D]_\gamma + D_c)} \quad (2)$$

Onde, D_β, D_γ, e $D_c$são as doses devido à radiação beta, gama e cósmica, respectivamente; e k_β é o fator de correção para a atenuação da radiação beta na amostra (BELL, 1980; MEJDAHL, 1979).

Neste estudo, a determinação da D_E foi realizada através da técnica da espectrometria gama utilizando detector de germânio hiperpuro (GeHP) da *Canberra,* modelo*Eagle 5004,* acoplado a um analisador multicanal *Canberra,* modelo*Eagle Plus,* em condições laboratoriais de baixa radiação de fundo (*background*), conforme sugere a literatura (HOSSAIN et.al., 2002; DE CORTE et. al., 2004). Antes das medidas serem realizadas foi efetuada a calibração do sistema de detecção e determinar a eficiência do fotopico em função da energia de radiação.

Para a realização destas medidas, foram utilizadas as amostras de sedimento das áreas de coleta B1 e D1. Inicialmente, a umidade das amostras foi removida deixando as mesmas ao ar livre, a uma temperatura de aproximadamente 30 °C durante três dias conforme sugere a literatura (IAEA, 1989). A exposição à luz, no caso desta técnica, não causa a perda da informação de interesse. Em seguida foram removidas as pedras e raízes dos sedimentos através de peneiramento, não havendo neste caso a preocupação com o tamanho dos grãos. Após a pesagem das massas das amostras postas nos recipientes, estes foram vedados e armazenados durante um período superior a um mês visando à obtenção do equilíbrio secular (o que permite a estimativa da atividade dos radionuclídeos pai através dos radionuclídeos filhos). Os recipientes utilizados para estas medidas foram potes plásticos circulares de 5,11 cm de diâmetro por 2,07 cm de altura que foram posicionados no centro da janela do detector. O tempo de medida variou entre 2 e 6 dias.

Após as medidas, as áreas dos picos das energias de interesse para a determinação das concentrações de U-238, Th-232 e K-40 foram obtidas.

Como as amostras de sedimento foram coletadas até uma profundidade de 30 cm da superfície, se faz necessário considerar as perdas de Rn-222 e Rn-220 no cálculo das taxas de dose de radiação externa (AITKEN, 1985; IKEYA, 1993). Portanto, as D_E foram determinadas segundo a Equação 3. Onde, C_{U-238} , C_{Th-232} e C_{K-40} são as concentrações médias em ppm para o U e Th e em % para o K, e os valores pelos quais estão sendo multiplicados são os fatores para a contribuição gama desconsiderando o Rn-222 e Rn-220 obtidos através da Tabela 2.

$$D_E\left(\frac{mGy}{ano}\right) = (C_{U-238} \times 0{,}00248) + (C_{Th-232} \times 0{,}01935) + (C_{K-40} \times 0{,}20287) + [Radiação\ cósmica\ (D]_C) \quad (3)$$

Como algumas informações necessárias para o cálculo teórico da radiação cósmica segundo as equações propostas por Prescott e Hutton (1988) não puderam ser obtidas, assumimos neste trabalho o valor de 0,25 mGy/ano para a contribuição da radiação cósmica, que representa a média dos valores de radiação cósmica determinados experimentalmente e teoricamente para amostras coletadas no Brasil (SALLUN et. al., 2007).

Neste estudo, para a determinação da D_I foi realizada análise por ativação neutrônica no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN) em São Paulo (SP), uma vez que as quantidades das amostras não eram suficientes para a aplicação da técnica da espectrometria gama.

Uma vez obtidas as concentrações de U-238, Th-232 e K-40 presentes nas amostras cerâmicas, a estimativa da D_I foi realizada considerando-se apenas a contribuição da radiação beta. Para tanto, estes valores foram relacionados com os valores tabelados para a contribuição beta, mostrados na Tabela 2, que consideram a contribuição do Rn-222 e Rn-

220, uma vez que as cerâmicas são compactas e dificilmente estes gases conseguiram escapar das mesmas (AITKEN, 1985; IKEYA, 1993). Desta forma, as D_I foram determinadas segundo a Equação 4.

$$D_I\left(\frac{mGy}{ano}\right) = k_\beta[(C_{U-238} \times 0{,}14273) + (C_{Th-232} \times 0{,}02762) + (C_{K-40} \times 0{,}67805)] \quad (4)$$

Onde, k_β é o fator de correção para atenuação da radiação beta no corpo da amostra cerâmica. C_{U-238} , C_{Th-232} e C_{K-40} são as concentrações médias em ppm para o U e Th e em % para o K, e os valores pelos quais estão sendo multiplicados são os fatores para a contribuição beta considerando o Rn-222 e Rn-220 obtidos através da Tabela 2. Segundo a literatura, o valor de k_β nas condições adotadas neste estudo (grãos de quartzo com diâmetros entre 75 e 150 μm que sofreram ataque químico com ácido HF diluído a 20 % por um período entre 40 e 60 minutos) é aproximadamente 0,90 (MEJDAHL, 1979).

Determinação das Idades

Após a determinação das doses acumuladas e das taxas de doses anuais, as idades das amostras cerâmicas foram obtidas através da Equação 5. D_{ac} e $\dot{D_{an}}$ são, respectivamente, o valor médio obtido para a dose acumulada e a taxa de dose anual, e $Sd_{D_{ac}}$ e $Sd_{\dot{D_{an}}}$ são, respectivamente, os desvios padrões obtidos com as medidas da dose acumulada e da taxa de dose anual.

$$Idade\ (anos) = \frac{(D_{ac} \pm Sd_{D_{ac}})\ Gy}{(\dot{D_{an}} \pm Sd_{\dot{D_{an}}})\frac{mGy}{ano}} \quad (5)$$

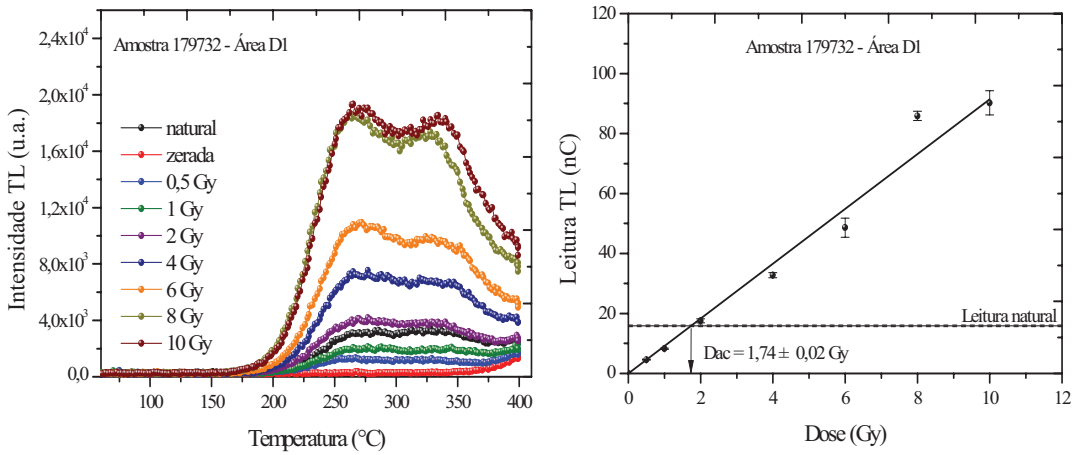
A estimativa do desvio padrão associado ao valor da idade determinado para a amostra, foi obtido a partir da equação de propagação de erro, ou seja:

$$Sd_{idade}\ (anos) = \sqrt{\left(\frac{1}{\dot{D}_{an}}\right)^2 Sd_{D_{ac}}{}^2 + \left(-\frac{D_{ac}}{\dot{D}_{an}{}^2}\right)^2 Sd_{\dot{D}_{an}}{}^2} \quad (6)$$

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Determinação da Dose Acumulada

A Figura 6 mostra a curva de emissão TL e a curva de calibração obtida para a amostra cerâmica 179732. As doses acumuladas determinadas para as amostras cerâmicas do Sítio Aldeia do Carlos (PI) são mostradas na Tabela 4.



(a) **(b)**

Figura 6: (a) curva de intensidade TL e (b) curva de calibração para a amostra cerâmica 179732 do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI).

Tabela 3
Valores das doses acumuladas determinados para as amostras cerâmicas do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI).

Área	Cerâmica	Dose Acumulada (Gy)
B1	179701 (parte a)	1,28 ± 0,04
	179703	0,82 ± 0,08
D1	179709 (parte a)	3,60 ± 0,15
	179713	1,27 ± 0,09
	179718	2,84 ± 0,05
	179720	2,27 ± 0,20
	179728	2,00 ± 0,20
	179732	1,74 ± 0,02
	179733	2,82 ± 0,15
	179741	1,28 ± 0,05
	179743	1,13 ± 0,07
	179746	1,73 ± 0,08

Determinação da Taxa de Dose Anual

Na Tabela 4 são apresentados os valores das taxas de dose anual estimados para oito amostras cerâmicas do sítio arqueológico Aldeia do Carlos (PI), pois, as amostras 179701, 179733, 179743 e 179746 não puderam ser medidas através da análise por ativação neutrônica. Os valores das taxas de dose anual foram obtidos somando-se o valor da dose interna com o valor da dose externa de cada amostra.

Para a Área B1 foi estimada uma taxa de dose anual de 1,76 ± 0,13 mGy/ano, enquanto que na Área D1 os valor de taxa de dose anual variaram de 2,37 ± 0,20 a 3,57 ± 0,32 mGy/ano.

Tabela 4
Taxas de dose anual estimadas para as amostras cerâmicas do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI).

Área	Cerâmica	Dose Interna	Dose Externa	Taxa de Dose Anual	Sd total	CV
		mGy/ano				(%)
B1	179703	1,31 ± 0,13	0,45 ± 0,00	1,76	0,13	7,5
D1	179709 (parte a)	2,93 ± 0,29	0,48 ± 0,03	3,41	0,30	8,8
	179713	2,49 ± 0,25	0,48 ± 0,03	2,97	0,26	8,7
	179718	1,92 ± 0,19	0,48 ± 0,03	2,40	0,20	8,5
	179720	1,89 ± 0,19	0,48 ± 0,03	2,37	0,20	8,5
	179728	2,71 ± 0,27	0,48 ± 0,03	3,19	0,28	8,8
	179732	2,87 ± 0,29	0,48 ± 0,03	3,35	0,30	8,8
	179741	3,09 ± 0,31	0,48 ± 0,03	3,57	0,32	8,9

Determinação das Idades

Os resultados das datações das amostras cerâmicas do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI) são apresentados na Tabela 6. As idades foram obtidas dividindo-se o valor da dose acumulada de cada amostra pela sua respectiva taxa de dose anual.

Como a análise por ativação neutrônica da amostra 179701 (parte a) não pôde ser realizada, não foi possível estimar a taxa de dose anual desta amostra e, consequentemente, a sua idade. Desta forma, para as amostras coletadas na Área B1, apenas a amostra 179703 foi datada, obtendo-se o valor de 466 ± 57 anos AP.

Tabela 5
Resultado das datações por termoluminescência das amostras cerâmicas do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI).

Área	Cerâmica	Técnica de acabamento utilizada pelo ceramista	Profundidade em que foi coletada (cm)	Idade (anos AP)	Sd (anos AP)	CV (%)
B1	179701 (parte a)	corrugado	5	-	-	-
	179703	alisado	11	466	57	12
D1	179709 (parte a)	alisado	0	1056	103	10
	179713	corrugado	0-2	428	48	11
	179718	corrugado	0-2	1183	101	9
	179720	alisado	2-5	958	117	12
	179728	alisado	3-5	627	83	13
	179732	alisado	10-15	519	47	9
	179733	*corrugado*	*15-20*	*1175*	*116*	*10*
	179741	alisado	15-20	359	35	10
	179743	*alisado*	*20*	*317*	*34*	*11*
	179746	*alisado*	*25-30*	*730*	*70*	*10*

As cerâmicas coletadas na Área D1 apresentaram idades entre 317 ± 34 a 1183 ± 101 anos AP. Vale ressaltar, que para as peças cerâmicas 179733, 179743 e 179746 não se dispunha dos resultados das análises por ativação neutrônica, de modo que não foi possível obter os valores de taxa de dose anual destas amostras.Entretanto, fazendo-se o estudo da geometria dos contornos das peças e do tipo de acabamento, foi possível verificar que estas peças têm contornos que se encaixam com outros fragmentos cerâmicos analisados por ativação neutrônica, sugerindo que podem ser da mesma peça. A Figura 7 mostra os fragmentos cerâmicos que apresentaram encaixe de contorno. Portanto, foi possível estimar indiretamente as idades destas amostras utilizando os valores da taxa de dose anual das amostras com as quais se encaixaram. As datações indiretas destas amostras são mostradas na Tabela 5 (valores em *itálico*). Observa-se que as idades encontradas coincidem com as idades das amostras com as quais se encaixaram.

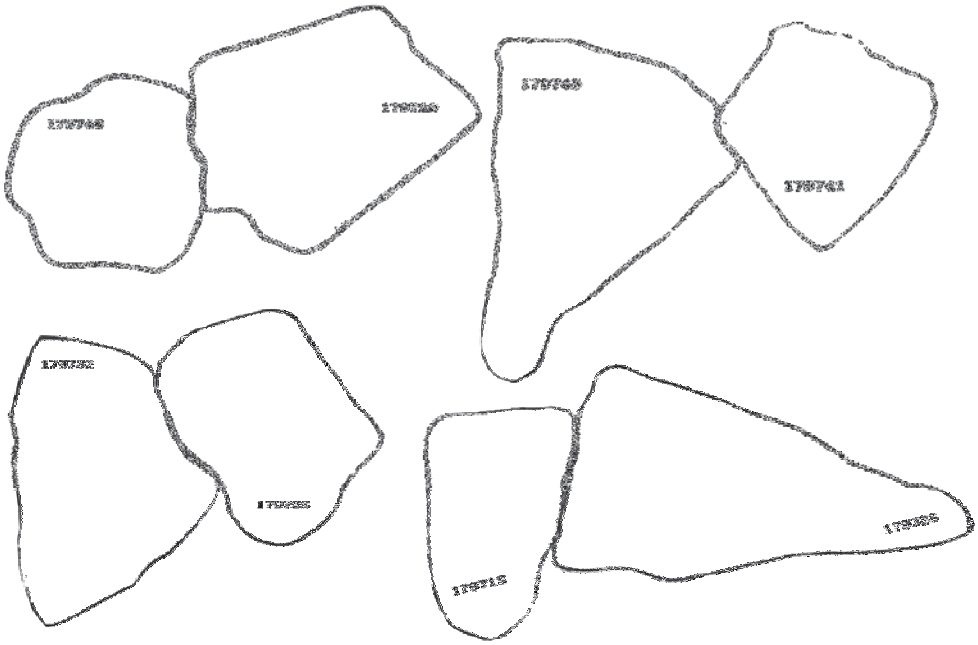


Figura 7: Contorno dos fragmentos cerâmicos, em tamanho ilustrativo, coletados na Área D1 do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI), que apresentaram perfeito encaixe de contorno.

A Tabela 6 mostra os dados dos fragmentos de cerâmica agrupados conforme o encaixe de seus contornos, com a indicação de formação de peças, sugerindo a existência de 6 peças cerâmicas de três períodos distintos na Área D1. Os fragmentos cerâmicos da Área B1 provavelmente são de peças diferentes. Além disso, observa-se que fragmentos de cerâmica com acabamento alisado e corrugado foram encontrados para o mesmo período de datação, indicando que ambas as técnicas coexistiam. A coexistência das técnicas alisada e corrugada também foi observada em outros sítios arqueológicos da América do Sul (WILLEY, 1986).

A análise dos resultados da ativação neutrônica, apresentados na Tabela 7, mostra que as concentrações dos radionuclídeos naturais e dos elementos traços como, Cr e Rb são diferentes entre os fragmentos cerâmicos 179718 e 179709 apesar destes apresentarem idades similares. Observa-se também que o fragmento 179703, coletado na Área B1, apresenta concentrações de U, Th, K, Cr, Co, Rb e Fe diferentes das apresentadas pelos fragmentos coletados na Área D1. Isto sugere a hipótese de que as argilas utilizadas na manufatura destas cerâmicas sejam de diferentes procedências.

Tabela 6
Peças cerâmicas sugeridas para o Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI).

Área	Peça	Cerâmica	Técnica de acabamento	Profundidade de coleta(cm)	Idade ± Sd (anos AP)	Idade média ± Sd (anos AP)
B1	**1**	179701 (parte a)	corrugado	5	-	-
	2	179703	alisado	11	466 ± 57	-
D1	**1**	179718 179733	corrugado	0-2 15-20	1183 ± 101 1175 ± 116	1179 ± 154
	2	179709	alisado	0	1056 ±103	-
	3	179720 179746	alisado	2-5 25-30	958 ± 117 730 ± 70	844 ± 136
	4	179728 179732	alisado	3-5 10-15	627 ± 83 519 ± 47	573 ± 95
	5	179713	corrugado	15-20	428 ± 48	-
	6	179741 179743	alisado	15-20 20	359 ± 35 317 ± 34	338 ± 49

Tabela 7
Concentrações de U, Th, K, Cr, Co, Rb e Fe determinadas através da análise por ativação neutrônica das amostras cerâmicas do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI).

Área	Cerâmica	U (ppm)	Th (ppm)	K (%)	Cr (ppm)	Co (ppm)	Rb (ppm)	Fe (%)
B1	179703	n.d.	10,80	1,70	46,6	7,5	n.d.	3,2
D1	179709 (parte a)	4,1	27,8	2,8	141,2	16,5	183,3	5,4
	179713	3,6	20,0	2,5	113,8	11,5	91,5	4,7
	179718	2,5	17,5	1,9	102,2	15,8	n.d.	4,5
	179720	5,2	n.d	2,0	137,7	12,5	166,7	4,2
	179728	4,6	26,5	2,4	152,4	11,8	164,1	5,3
	179732	3,7	32,7	2,6	165,5	28,5	200,9	7
	179741	6,0	29,5	2,6	156,4	21,3	152,2	6,2

n.d. = não determinado.

Comparando estes resultados com os obtidos através de espectroscopia por FRX realizado nas amostras 179703 e 179728, percebe-se que os percentuais óxidos de potássio (K_2O), cromo (Cr_2O_3), rubídio (Rb_2O_3) e ferro (Fe_2O_3t) do fragmento cerâmico 179728 também são superiores aos do fragmento cerâmico 179703. Além disso, o fragmento cerâmico 179703, coletado na Área B1, foi o único a apresentar a fase cristalina do feldspato microclínio nos difratogramas de DRX. Portanto, a partir destas comparações, reforça-se a hipótese de que diferentes depósitos de argila foram utilizados na manufatura das peças cerâmicas encontradas no Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI).

Na Figura 8, são apresentadas as idades dos fragmentos cerâmicos analisados *versus* a profundidade em que foram coletados. Observa-se que fragmentos cerâmicos coletados em profundidades apresentaram idades inferiores aos coletados em níveis superficiais. Contudo, como a profundidade de coleta destas cerâmicas não foi realizada em camadas estratigráficas profundas, é possível que nas áreas onde foram realizadas as coletas dos fragmentos cerâmicos o solo tenha sido revolvido, o que justificaria este comportamento.Reforçando esta hipótese, fragmentos considerados da mesma peça cerâmica, como os das amostras 179720 e 179746, foram coletados em difrentes profundidades, sugerindo que o solo tenha sido revolvido. Esta pertubação no solo pode ter sido consequência da passagem de grupos ceramistas pelo local ou devido a fatores ambientais, como por exemplo, o crescimento de raízes e a movimentação de animais (BICHO, 2006).

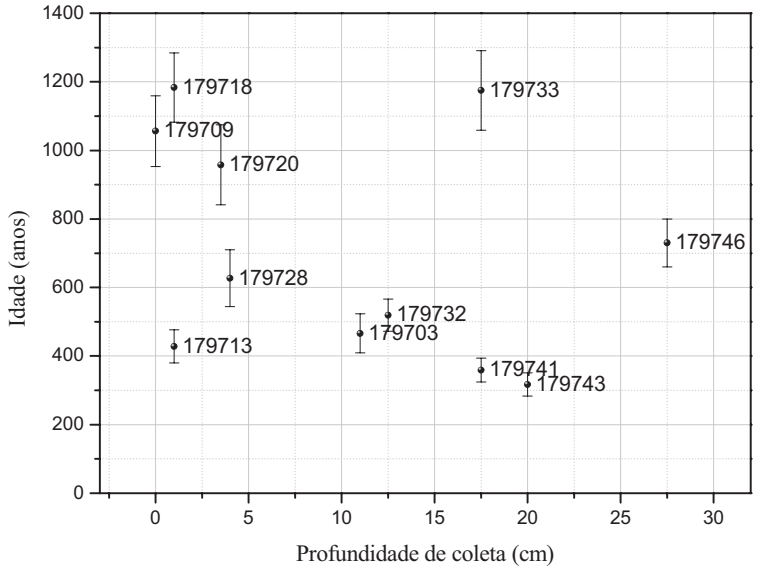


Figura 8: Idade versus profundidade de coleta das amostras cerâmicas analisadas do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI).

Os resultados mostram ocupações em três períodos distintos, situados entre 300 e 500, 600 e 900, e 1000 e 1300 anos AP,sugerindo a passagem de três grupos ceramistas pela região em épocas distintas, o que reforça a hipótese dos arqueólogos de que o local onde encontra-se o Sítio Aldeia do Carlos era utilizado como corredor de passagem (GUIDON, e ARNAUD, 1991; GUIDON, 2007).

Comparando-se as idades obtidas neste estudo de datação com as idades estimadas para outras cerâmicas com as mesmas características de manufatura das do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI), percebe-se que as idades encontradas estão dentro das perspectivas de ocupação da área do Parque, como mostra a Figura 9.

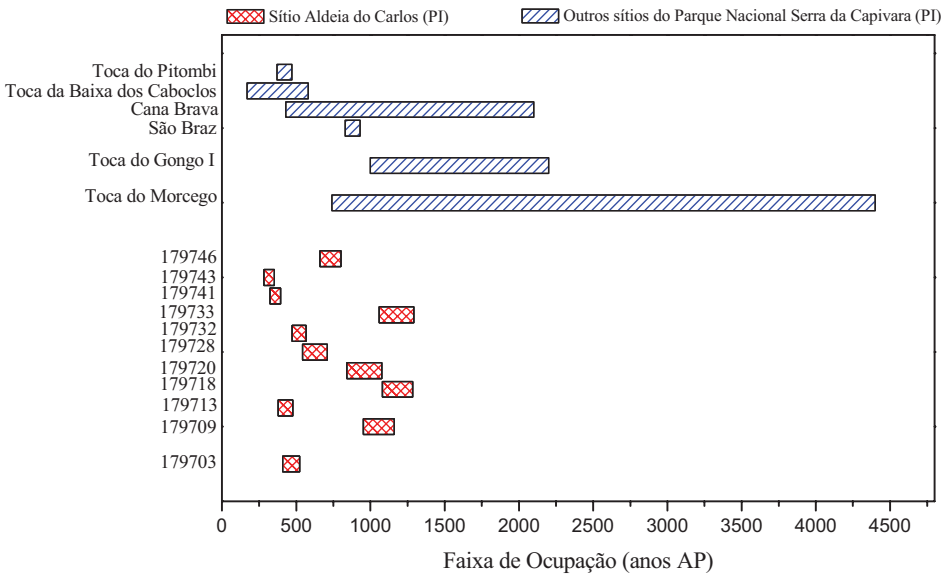


Figura 9: Comparação das idades das cerâmicas do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos(PI) com as idades estimadas para outros sítios arqueológicos do Parque Nacional Serra da Capivara que possuem vestígios cerâmicos.

As datações dos sítios do PNSC apresentadas na Figura 9 foram realizadas por meio do método do C-14 a partir de vestígios orgânicos, como carvão e pele, que estavam associados às amostras cerâmicas. As idades variam de 230 anos AP, no Sítio Toca da Baixa dos Caboclos, a 4.400 anos AP, no Sítio do Morcego (ARNAUD et al., 1984; GUIDON et al., 1998). Portanto, os resultados das datações das cerâmicas do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI) corroboram com as hipóteses sugeridas pelos arqueólogos a respeito da dinâmica de ocupação da área por populações ceramistas (OLIVEIRA, 2001; 2002).

Como mostra a Figura 10, os resultados das datações por TL das cerâmicas do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI) também estão de acordo com os resultados das datações por TL de cerâmicas coletadas em outros sítios arqueológicos do Nordeste.

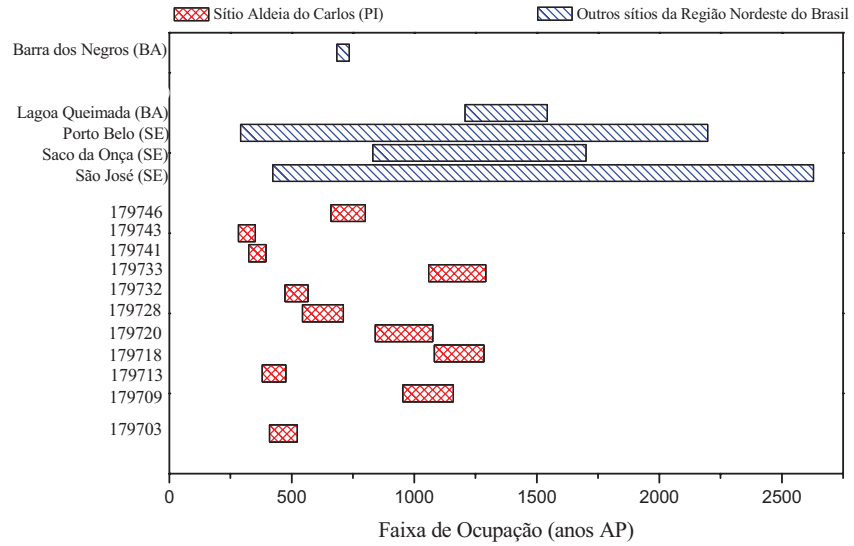


Figura 10: Comparação das idades das cerâmicas do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI) com as idades obtidas através da datação por TL de cerâmicas provenientes de outros sítios arqueológicos da região Nordeste (Adaptado de FARIAS et. al., 2009; SANTOS et. al., 2005; SANTOS, 2007; SOUZA et. al., 2006)

CONCLUSÃO

Os resultados das datações mostram que houve ocupações em três períodos distintos, situados entre 300 e 500, 600 e 900, e 1000 e 1300 anos AP, sugerindo a passagem de pelo menos três grupos ceramistas pela região em épocas distintas, o que reforça a hipótese de que o local era utilizado como corredor de passagem. Além disso, através das concentrações dos elementos traços Fe, Rb, Cr, Co, Th, U e K nas cerâmicas, determinados através da análise por ativação neutrônica, pode-se concluir que mais de um depósito de argila foi utilizado na manufatura das cerâmicas do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI).

Os resultados das datações apresentados neste trabalho estão dentro das expectativas arqueológicas para o local e são concordantes com outras datações realizadas em sítios do Parque Nacional Serra da Capivara e em outros locais do Nordeste do Brasil.

Portanto, pode-se concluir que o método de datação por TL para amostras do tipo cerâmico foi implantado pelo Grupo de Metrologia Arqueológica e Patrimonial (MAP) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), servindo de apoio aos pesquisadores que vem desenvolvendo estudos no sudoeste do estado do Piauí, na área arqueológica do Parque Nacional Serra da Capivara (PNSC). Além disso, como resultado direto deste estudo, foi desenvolvido um protocolo de coleta para datação por TL de amostras do tipo cerâmico. Este protocolo encontra-se em anexo.

Este trabalho é resumo da dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologias Energéticas e Nucleares (PROTEN) da UFPE, em 28 de fevereiro de 2011, sob orientação da professora Dra. Helen Jamil Khoury e co-orientação do professor Dr. Henry SocratesLavalleSullasi, com apoio financeiro do CNPq.

Renata Libonati de Azevedo
Departamento de Energia Nuclear, UFPE
E-mail: renatalibonati@gmail.com; renata.libonati@ufpe.br

REFERÊNCIASBIBLIOGRÁFICAS

AITKEN, M. J. Physics applied to archaeology- I. Dating. *Rep. Prog. Phys*. V.33.Pp.941-1000, 1970.

_____. *Thermoluminescence Dating*.Londres: Academic Press, 1985. 359 p., 21cm. Pp. 331-351. ISBN: 0-12-046380-6.

ARNAUD, M. B.; EMPERAIRE, L.; GUIDON, N.; PELLERIN, J. *L'airearquéologique du sud-est du Piauí Brésil*. Paris: Le milieu et les sites. V.1.N.16. 1984. 118p. il. (Synthèse)

BELL, W. T. Alpha dose attenuation in quartz grains for thermoluminescence dating. *Ancient TL*. v. 12, p. 4-8, 1980.

BENEA, V.; VANDENBERGHE, D.; TIMAR, A.; HAUTE, P. V. D.; COSMA, C.; GLIGOR, M.; FLORESCU, C. LuminescencedatingofneolithicceramicsfromLumeaNouă, Romania. *Geochronometria*,Polônia.V. 28.Pp. 9-16, 2007.

BICHO, N. F. *Manual de Arqueologia Pré-Histórica*. São Paulo: Edições 70, 2006. 552 p. ISBN: 9789724416347.

DE CORTE, F.; VANDENBERGHE, D.; HOSSAIN, S. M.; DE WISPELAERE, A.; VAN DEN HAUTE, P. The effect of different sample-calibrant composition in gamma-ray spectrometry for the assessment of the radiation dose rate in the luminescence dating of sediments. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. V. 262.N. 1.Pp. 261-267, 2004.

FARIAS, T. M. B.; GENNARI, R. F.; ETCHEVARNE, C.; WATANABE, S. Thermoluminescence dating of Brazilian indigenous ceramic**.** *RadiationProtectionDosimetry*. v. 136, p. 45-49, 2009.

FUMDHAM. *Caderno de Campo do Sítio Aldeia do Carlos, 2006***.** Piauí, 2006, 6 p.

_____. *Mapa Topográfico da Aldeia do Carlos*. 2008. 1 figura.

FLEMING, S. J. Thermoluminescent dating: Refinement of the quartz inclusion method. *Archaeometry*.V.15.Pp. 13-30, 1970.

GUIDON, N. Pedra Furada: uma revisão. *In*: *FUMDHAMENTOS*.São Raimundo Nonato: Fundação Museu do Homem Americano.N. VII. Pp. 380-403, 2007.

GUIDON, N.; ARNAUD, B. The Chronology of the New World: two faces of one reality. *World Archaeology*. V. 23.Pp.167-178, 1991.

GUIDON, N.; VERGNE, C.; VIDAL, I. A. Sitio Toca da Baixa dos Caboclos. Um abrigo funerário do enclave arqueológico do Parque Nacional da Serra da Capivara. *CLIO*, Recife: Editora Universitária da UFPE.V.1. N.13. Pp. 127-144, 1998.

HOSSAIN, S. M.; DE CORTE, F.; VANDENBERGHEA, D.; VAN DEN HAUTE, P.Comparation of methods for the annual radiation dose determination in the luminescence dating of loess sediment. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research.*V. 490.Pp. 598-613, 2002.

IKEYA, M. New application of ESR: Dating, dosimetry and microscopy. *Scientific World*. New Jersey, 1993.

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. Measurement of radionuclides in food and the environment, a guidebook.*IAEA Technical Report series*. Vienna: IAEA. n. 295, 1989.

JONES, A. Archaeometry and materiality: materials-based analyses in theory and practice. *Archaeometry*, Oxford.V. 46.N. 3. Pp. 327-338.Ago. 2004.

MCKEEVER, S. W. S. *Thermoluminescence of solids*. Cambridge: Cambridge University Press, 1985. 376 p., 21cm. Pp. 345-370. ISBN 0521-36811-1.

MEJDAHL, V. Thermoluminescence dating: beta-dose attenuation in quartz grains. *Archaeometry.*V. 21.Pp. 61-73, 1979.

MÜTZENBERG, D. S. *Ambientes de ocupação pré-histórica no Boqueirão da Pedra Furada, Parque Nacional Serra da Capivara – PI*. (Tese de Doutorado) UFPE, 2010.

OLIVEIRA, C. A. Abordagens teóricas dos grupos pré-históricos ceramistas no Nordeste. *Revista Canindé.*N. 1.Pp. 1-26.Dez. 2001.

_____. *Estudos Preliminares das cerâmicas do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI)*. Recife: UFPE, 2010. (Comunicação oral).

_____. Os grupos pré-históricos ceramistas no Nordeste. In: ALMEIDA, L. S.; GALINDO, Marcos. (ed.). *Revista da UFAL, Série: Índios do Nordeste: Temas e problemas 3.*Maceió: EDUFAL, p. 199-228, 2002.

PESSIS, A. M. Pré-história da Região do Parque Nacional Serra da Capivara. *In*: TENÓRIO, M. C. (Org.). *Pré-História da Terra Brasilis*. Rio de Janeiro: Editora UFRJ, 2000. Pp. 61-72.

SANTOS, J. *Estudos arqueométricos de sítios arqueológicos do baixo São Francisco*.**(**Tese de Doutorado). IPEN-USP, 2007.

SANTOS, J. O.; MUNITA, C.S.; VALÉRIO, M. E. G.; VERGNE, M. C. S. Chronologicalstudyofarchaeological sites from Canindé de São Francisco, Sergipe state, Brazil, bythermoluminescencetechnique. *Anais da International Nuclear AtlanticConference - INAC 2005*, Santos, Brasil, 2005. ISBN: 85-99141-01-5.

SALLUN, A. E. M.; SUGUIO, K; TATUMI, S.H.; YEE, M.; SANTOS, J.; BARRETO, A. M. F.Datação absoluta de depósitos quaternários brasileiros por luminescência. *Revista Brasileira de Geociências*. V. 37(2).Pp. 402-413, 2007.

SOUZA, S. O.; BARRETO, M. F. A.; SANTOS, J. O.; AMARAL JÚNIOR, J. F. F.; DÊNIO, G. M.; VALÉRIO, M. E. G. Datação de artefatos arqueológicos de Xingó por termoluminescência. *RevistaCanindé*.N. 8.Pp. 139-149.Dez. 2006.

WEIDA, W. Study and progress of the thermoluminescence dating of the ancient pottery and porcelain.*Sci. China Ser E-Tech Sci*.V. 52.N. 6.Pp. 1613-1640. Jun. 2009.

WINTLE, A. G. Luminescence dating: laboratory procedures and protocols. *Radiation Measurements*.V. 27. N.5/6.Pp.769–817, 1997.

_____. Luminescence dating: where it has been and where it is going. *Boreas*.V. 37.Pp. 471-482.Nov. 2008. ISSN 0300-9483.

ANEXO– PROTOCOLODE COLETA DE MATERIAIS CERÂMICOS PARA DATAÇÃO POR TERMOLUMINESCÊNCIA

Visando a determinação da dose acumulada e da taxa de dose anual, fatores essenciais para a determinação da idade por meio do método TL, bem como a confiabilidade dos resultados, alguns cuidados no momento da coleta das amostras cerâmicas precisam ser tomados. Estes encontram-se descritos no protocolo a seguir:

- No momento em que as amostras cerâmicas sejam evidenciadas, as mesmas devem ser envolvidas, imediatamente, em papel do tipo alumínio, ou sacos pretos (fosco), evitando, assim, a exposição à luz solar e a perda do sinal TL. Os fragmentos cerâmicos deverão possuir, preferencialmente, dimensões superiores a 5 x 5 cm, de modo a garantir uma quantidade suficientemente razoável de amostra para datação.

- As informações sobre a latitude e altitude do local onde a amostra foi encontrada, bem como a profundidade (em relação à superfície) devem ser obtidas para a determinação do valor da radiação cósmica. Estas informações devem estar presentes na etiqueta de identificação da amostra. Caso estas informações não sejam dadas, será utilizado o valor de 0,25 mGy/ano, tido como típico para o Brasil.

- Para a determinação da taxa de dose anual, é preciso que o solo ao redor da amostra seja coletado. Considera-se homogêneo o solo num raio de 30 cm da amostra. A quantidade de solo necessária deve ser suficiente para preencher um recipiente cilíndrico de 7 cm de diâmetro e 5 cm de altura. O solo deve ser colocado em um saco plástico, que pode ser transparente, pois, neste caso, não há problemas em expor a amostra a luz solar, e deve ser etiquetado com a informação sobre a qual vestígio cerâmico está relacionado.

- Por fim, as amostras cerâmicas e de sedimento devem ser acondicionados em uma caixa (preferencialmente de plástico), que, por garantia, deve ser envolvida com sacos plásticos pretos, garantindo desta forma, que no transporte até o laboratório as amostras não sejam expostas à luz, nem sejam molhadas por chuva. Deve-se, também, evitar mudanças bruscas de temperatura ao longo do transporte, bem como evitar o acondicionamento das mesmas em temperaturas.