



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
DEPARTAMENTO DE ARQUEOLOGIA
CAMPUS DE LARANJEIRAS
ARQUEOLOGIA BACHARELADO**

VINICIUS PEDRA DA SILVA

**DATAÇÕES ARQUEOLÓGICAS EM SERGIPE: UMA
DISCUSSÃO ARQUEOMÉTRICA**

LARANJEIRAS
2016

VINICIUS PEDRA DA SILVA

**DATAÇÕES ARQUEOLÓGICAS EM SERGIPE: UMA
DISCUSSÃO ARQUEOMÉTRICA**

Monografia apresentada por Vinicius Pedra da Silva, ao Departamento de Arqueologia da Universidade Federal de Sergipe, como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Arqueologia.

Orientadora: Prof^ª Dr^ª Carolina Melo de Abreu

Co-orientadora: Prof^ª Dr^ª Olivia Alexandre de Carvalho

LARANJEIRAS
2016

VINICIUS PEDRA DA SILVA

DATAÇÕES ARQUEOLÓGICAS EM SERGIPE: UMA DISCUSSÃO ARQUEOMÉTRICA

Parte manuscrita do Projeto de Graduação do aluno **Vinicius Pedra da Silva**, apresentado ao Departamento de Arqueologia da Universidade Federal de Sergipe, como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Arqueologia.

Aprovação em _____ de _____ de 20_____.

COMISSÃO EXAMINADORA:

Prof^a Dr^a Carolina Melo de Abreu (Orientadora)
Universidade Federal de Sergipe - DFI

Prof^a Dr^a Divanízia do Nascimento Souza
Universidade Federal de Sergipe - DFI

Prof. Dr. Albérico Nogueira de Queiroz
Universidade Federal de Sergipe - DARQ

Dedico esse trabalho aos alunos e professores do Curso de Arqueologia da Universidade Federal de Sergipe/UFS.

Agradecimentos

Agradeço a minha orientadora Carolina Melo de Abreu pela ajuda na elaboração do meu Trabalho de Conclusão de Curso, a todos meus familiares, a Eunice Dantas pelas dicas de cursos na área de Arqueometria, e a todos os meus amigos do Curso de Arqueologia da Universidade Federal de Sergipe.

RESUMO

O presente trabalho tem como objetivo fornecer uma noção geral sobre a Arqueometria, ciência que utiliza métodos analíticos para caracterizar materiais arqueológicos e de patrimônio cultural. Com o foco de estudo em métodos de datação arqueológica, este trabalho abordou as principais técnicas usadas atualmente, como método de radiocarbono (C-14), termoluminescência (TL), luminescência opticamente estimulada (LOE), ressonância paramagnética eletrônica (EPR) e rehidroxilação (RHX). Para cada técnica de datação foram abordados os princípios físicos no qual o método se baseia, os principais cuidados a serem tomados, bem como quais materiais arqueológicos podem ser datados por cada uma das técnicas. Na presente monografia, também foi possível observar exemplos de datações arqueológicas realizadas em amostras encontradas na região de Sergipe.

Palavras chave: arqueometria, datação, métodos analíticos, Sergipe.

ABSTRACT

This paper aims to provide a brief overview of the Archaeometry, science based on analytical methods to the characterization of archaeological materials and cultural heritage. With the focus of study on archaeological dating methods, this work addressed the main techniques currently used as radiocarbon dating method (C-14), thermoluminescence (TL), optically stimulated luminescence (OSL), electron paramagnetic resonance (EPR) and rehydroxylation (RHX). For each dating technique were discuss the physical principles on which these methods are based and their main precautions to be taken, as well as which archaeological materials can be dated for each type of the techniques. In this monograph, it was also possible to observe examples of archaeological dating performed in the samples founded in the Sergipe region.

Keywords: archaeometry, dating, analytical methods, Sergipe.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Trabalhos publicados por área temática nos Congressos Ibéricos de Arqueometria.....	17
Figura 3.1: Caminhos do ^{14}C no meio ambiente. Os números entre parênteses correspondem aos teores de ^{12}C em milhões de toneladas em cada um dos reservatórios selecionados (Adaptado de Higham & Petchey, 2000)	20
Figura 3.2: Esquema do processo de emissão TL em um sólido (Adaptado de Ahmed, 2007)	22
Figura 3.3: Ilustração da datação por luminescência de materiais cerâmicos (Azevedo, 2011)	23
Figura 3.4: Curva típica de decaimento LOE de uma amostra de quartzo, onde N representa a dose natural (Santos, 2002)	25
Figura 3.5: Ilustração simplificada de um espectrômetro de EPR (Adaptado de Baffa & Kinoshita, 2004)	27
Figura 3.6: Ilustração de um processo de medida em um espectrômetro de EPR (Baffa & Kinoshita, 2004)	28
Figura 3.7: Projeção gráfica do método de datação por rehidroxilação mostrando a dependência linear entre a massa (m) e o tempo ($t^{1/4}$). O tempo em t_a representa o valor da idade da amostra obtida por extrapolação da curva de RHX (Adaptado de Wilson <i>et al.</i> , 2009)	30
Figura 3.8: Datações do sítio Justino de diferentes decapagens obtidas por C-14 em amostras do tipo carvão vegetal (Vergne, 1996)	32
Figura 3.9: Curvas de emissão TL de uma amostra de quartzo encontrada no sítio Justino, onde N representa a dose natural (Santos, 2002)	33
Figura 3.10: Comparação das datações radiocarbônicas obtidas por Vergne (2004) com as obtidas no trabalho de Santana (2013)	34
Figura 3.11: Imagem do dente do <i>Emotherium Laurillardi</i> modificado (Dantas <i>et al.</i> , 2014)	35
Figura 3.12: Tabela representando as datações do <i>Emotherium Laurillardi</i> no Brasil (Dantas <i>et al.</i> , 2014)	35
Figura 3.13: Identificação de presença de carvão em um sítio arqueológico (Ferreira, 2015)	37

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A. P.	ANTES DO PRESENTE
AMS	ESPECTROMETRIA DE MASSA POR ACELERADORES
C-12	CARBONO 12
C-13	CARBONO 13
C-14	CARBONO 14
CaS	SULFETO DE CÁLCIO
CIA	CONGRESSO IBÉRICO DE ARQUEOMETRIA
DARQ	DEPARTAMENTO DE ARQUEOLOGIA
DFI	DEPARTAMENTO DE FÍSICA
EPR	RESSONÂNCIA PARAMAGNÉTICA ELETRÔNICA
GPS	SISTEMA GLOBAL DE POSICIONAMENTO
ICR	IDADE CONVENCIONAL DE RADIOCARBONO
K	POTÁSSIO
KCl	CLORETO DE POTÁSSIO
LOE	LUMINESCÊNCIA OPTICAMENTE ESTIMULADA
MAX	MUSEU ARQUEOLÓGICO DE XINGÓ
MgS	SULFETO DE MAGNÉSIO
PAX	PROGRAMA ARQUEOLÓGICO DE XINGÓ
PVC	POLICLORETO DE POLIVINILA
RHX	REHIDROXILAÇÃO
SrS	SULFETO DE ESTRÔNCIO
T	TEMPERATURA
Th	TÓRIO
TL	TERMOLUMINESCÊNCIA
U	URÂNIO
UEL	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE LONDRINA
UFRJ	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
UFS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
USP	UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
UV	RAIOS ULTRAVIOLETA

LISTA DE SÍMBOLOS

\ln	Logaritmo neperiano
N_f/N_o	Porcentagem de carbono
$t^{1/2}$	Meia vida do carbono
y	Ganho de massa fracionada
α	Constante de taxa da rehidroxilação
t	Tempo decorrido
$t^{1/4}$	Tempo
t_a	Idade da amostra
m	Massa
M_0	Massa zerada
M_a	Massa inicial
D_A	Dose anual
D_{ac}	Dose acumulada
TD	Taxa de dose
Gy	Gray (unidade de dose absorvida no Sistema Internacional de Unidades)

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....	10
1.1 Considerações Iniciais	10
1.2 Objetivos Gerais	11
2. ARQUEOMETRIA	133
2.1 Definição de Nomenclatura	13
2.2 Histórico	15
2.3 Campos de Atuação	16
3. MÉTODOS DE DATAÇÃO	188
3.1 Radiocarbono (C-14).....	18
3.2 Termoluminescência (TL).....	211
3.3 Luminescência Opticamente Estimulada (LOE).....	244
3.4 Ressonância Paramagnética Eletrônica (EPR).....	266
3.5 Rehidroxilação (RHX)	29
4. DATAÇÕES ARQUEOLÓGICAS EM SERGIPE.....	300
4.1 Uso de datações em Sergipe.....	300
4.2 O Projeto Arqueológico de Xingó, em Sergipe e Alagoas (Vergne, 1996)	311
4.3 Datação Arqueológica por Termoluminescência a partir de Vestígios Cerâmicos do Sítio Justino da Região do Baixo São Francisco (Santos, 2002).....	322
4.4 Datação por Radiocarbono-AMS do Sítio Arqueológico Justino, Canindé de São Francisco, Sergipe (Santana, 2013).....	333
4.5 Evidência datada da interação entre humanos e megafauna ao final do Pleistoceno do estado de Sergipe, Nordeste do Brasil (Dantas <i>et al.</i> , 2014).....	344
4.6 Programa de Resgate Arqueológico, Educação Patrimonial e Diagnóstico Arqueológico Subaquático do Projeto Carnalita de Sergipe (Ferreira, 2015).....	366
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS E PERSPECTIVAS	38
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	400

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

1.1 Considerações Iniciais

A arqueologia é uma ciência em constante transformação que faz uso de numerosas metodologias e técnicas científicas para obter informações sobre as antigas formas de organização humana encontradas no passado, bem como permite um maior entendimento do mesmo e uma adequada conservação do patrimônio histórico e cultural. A obtenção de informações a partir do registro arqueológico permite identificar as diversas áreas de atividades de uma sociedade, incluindo suas crenças, estilos de vida, relação com o meio ambiente e organização política, social e ideológica (Childe, 1987; Bastos, 2011).

Com o advento das análises físico-químicas e dos variados tipos de materiais arqueológicos e antiguidades que podem ser analisados através dessas técnicas analíticas foi possível observar nas últimas décadas um aumento expressivo no uso de técnicas de caracterização para investigar problemas arqueológicos, que frequentemente requerem a utilização de métodos não destrutivos ou micro-destrutivos. Portanto, informações como origem de matérias-primas empregadas, idade cronológica, grau de degradação, autenticidade, entre outras, podem ser extraídas através da caracterização dos materiais arqueológicos usando técnicas analíticas. A partir do século XX, a contribuição das ciências físicas e químicas aos estudos arqueológicos ficou conhecida como *Arqueometria* e vem envolvendo a interdisciplinaridade de profissionais das áreas de ciências humanas, sociais, exatas e da terra (Faria, 2012; Ozçatal *et al.*, 2014; Munita & Carvalho, 2015). No entanto, problemas como formações acadêmicas diferentes, pontos de vista diversos em relação a uma mesma problemática, terminologias inconsistentes e escassez de tempo tornam a colaboração entre os pesquisadores de diferentes áreas muito difícil, apesar do grande potencial dos estudos arqueométricos (Munita, 2005). Segundo o pesquisador Munita (2005), que trabalha na área de arqueometria com formação acadêmica em exatas, para um melhor estudo interdisciplinar é necessário que haja alguns cuidados como:

- Discutir a pesquisa em si e avaliar em conjunto a real necessidade de um estudo arqueométrico;
- Identificar os métodos analíticos mais adequados ao estudo, levando em consideração informações sobre destruição ou manutenção da peça arqueológica a ser analisada;
- Estabelecer um esquema de amostragem (tipo e quantidade de amostra);

- Definir o custo envolvido para a realização do projeto e para financiar as análises;
- Definir as variáveis e os métodos estatísticos a serem usados (quando necessário);
- Realizar reuniões com todos os participantes: visitas de campo (para os profissionais das exatas) e visitas ao laboratório (para os profissionais de humanas).

Para os pesquisadores da área de arqueometria, uma das principais informações a ser descoberta se refere a idade do material em estudo. A datação de objetos arqueológicos permite estabelecer uma cronologia de maneira a promover uma reconstituição da história e pré-história. Atualmente, várias técnicas de datação arqueológica são utilizadas começando com a mais conhecida, método de radiocarbono (C-14), bastante usada em amostras que absorveram carbono no passado. As técnicas conhecidas como termoluminescência (TL), luminescência opticamente estimulada (LOE) e ressonância paramagnética eletrônica (EPR) vem sendo amplamente utilizadas e se baseiam na deposição parcial de energia de uma radiação ionizante no material cuja idade se deseja estimar (Watanabe *et al.*, 2005-2006). Recentemente um novo método de datação, conhecido como rehidroxilação (RHX), vem sendo aplicado exclusivamente em cerâmicas e tem obtido resultados bastante promissores e com alto grau de confiabilidade (Wilson *et al.*, 2012).

No Brasil, a expansão da arqueometria se faz de maneira lenta, porém constante, de modo que a difusão do conhecimento e a criação de parcerias com o objetivo de intensificar o estudo de vestígios arqueológicos vem crescendo nos principais laboratórios e centros de pesquisas, principalmente na região Sul e Sudeste. Na região Nordeste, a Universidade Federal de Pernambuco (UFPE) se destaca com alguns trabalhos em arqueometria, enriquecendo o conhecimento da comunidade científica. Recentemente, no estado de Sergipe, mais especificamente na Universidade Federal de Sergipe (UFS) uma linha de pesquisa voltada para estudos arqueométricos de peças arqueológicas da região. O desenvolvimento dessa linha de pesquisa na UFS tem promovido o fortalecimento dos programas científicos do departamento de física (DFI) e do departamento de arqueologia (DARQ) e envolve diversos profissionais além de físicos e arqueólogos, como por exemplo, biólogos, químicos e geólogos.

1.2 Objetivos Gerais

Esta monografia faz parte dos estudos arqueométricos que vêm sendo desenvolvidos entre a física e a arqueologia na UFS. O objetivo da mesma é ressaltar a importância dos

métodos de datação apresentando uma revisão bibliográfica das principais técnicas utilizadas e exemplificando alguns trabalhos de datações realizados em peças arqueológicas encontradas em Sergipe. As perspectivas de futuras datações em Sergipe também serão abordadas neste trabalho. No desenvolvimento desta pesquisa, foram feitas consultas a livros, artigos científicos e relatórios técnicos, buscando temas relacionados a arqueometria, datação e sítios arqueológicos em Sergipe. Esse trabalho constituirá de importante fonte de pesquisa para arqueólogos e físicos que busquem agregar conhecimento na área de arqueometria e nos métodos de datação mais usados pela ciência. Conseqüentemente, é possível que haja um melhor entendimento entre os pesquisadores das ciências humanas e exatas, ampliando a possibilidade de trabalhos em cooperação, bem como a exploração de novos objetivos em pesquisas já realizadas, obtendo assim a cooperação interdisciplinar para se chegar a novas resoluções científicas.

2. ARQUEOMETRIA

O interesse na caracterização de objetos arqueológicos e obras de arte que fazem parte do patrimônio cultural tem desempenhado um papel fundamental na arqueologia moderna. Os esforços empreendidos pela comunidade científica da área de humanas e exatas visa extrair a maior quantidade de informação, através das técnicas de análise físico-químicas, de materiais como cerâmicas, rochas, pigmentos, fósseis, ossos, conchas, dentre outros. As ciências naturais, em particular a física e a química, têm fornecido uma contribuição significativa para estudos arqueológicos e etnoarqueológicos, visto que são inúmeros os tipos de análises analíticas que podem ser feitas nos materiais arqueológicos, sempre com o objetivo de reconstruir e/ou elucidar os principais questionamentos dos arqueólogos (Silva *et al.*, 2004; Jones, 2004; Rosado *et al.*, 2007).

Do ponto de vista científico, as análises físico-químicas de materiais arqueológicos proporcionam a obtenção de diversas informações como a composição química, a tecnologia de fabrico, identificação de rotas de comércio, mobilidade dos povos antigos, idade das amostras e período histórico ao qual pertence, autenticidade de peças e identificação de fraudes, assim como o estado de conservação de objetos de valor artístico e histórico com finalidade de restauração. Estas características propiciam um aumento significativo do número de pesquisas científicas correlacionadas a área, tornando um dos ramos mais ativos da arqueologia moderna. O surgimento da ciência arqueometria só foi possível devido a interação entre restauradores, historiadores, arqueólogos (e outros profissionais das ciências humanas) com físicos, químicos (e outros profissionais das ciências exatas) em torno de um objetivo em comum (Jones, 2004; Ainsworth, 2005; Artioli, 2010).

2.1 Definição de Nomenclatura

O termo arqueometria foi usado pela primeira vez em 1958 e está diretamente ligado a criação da revista *Archaeometry*, editada até os dias atuais e fundada na Universidade de Oxford pelo *Research Laboratory for Archaeology and the History of Art*. A partir da década de 60, o conceito de arqueometria foi tomando forma e um dos primeiros pesquisadores que propuseram uma definição para esse novo ramo da ciência foi Martin J. Aitken (1961), cuja visão geral afirmava que a arqueometria consistia em "medições feitas em material arqueológico". Embora essa definição possa ser considerada simplória para os dias atuais, foi

um marco fundamental para o desenvolvimento científico da área, pois verificou-se naquele momento a necessidade de melhorar a metodologia científica utilizada nas pesquisas (Aitken, 1961; Tite, 2004; Ruiz *et al.*, 2007; Munita & Carvalho, 2015).

Posteriormente, em 1982, a pesquisadora Jacqueline S. Olin afirmou que a arqueometria podia ser considerada como sendo a "aplicação e interpretação dos dados de ciências naturais em estudos arqueológicos e arte histórica". Entretanto muitas críticas a essas definições foram feitas. De acordo com Van Zelst (1991), a definição de Olin não foi aceita devido ao seu conceito se apresentar de forma vaga e inespecífica, ou seja, tratava-se de uma definição generalizada que não englobava os diferentes tipos de estudos desenvolvidos em um campo específico de investigação. Embora a definição de arqueometria proposta por Olin tenha sido duramente criticada, ela é importante porque inclui dois diferentes métodos de trabalho que é a arqueologia e a história da arte. Portanto, continuava o problema quanto a ambiguidade do termo arqueometria e qual o campo específico de atuação, visto que a definição e o significado variava de acordo com quem os usava (Olin, 1982; Van Zelst, 1991; Ruiz *et al.*, 2007).

O termo empregado de "ciência natural" era muito genérico e se referia a todas as ciências naturais, incluindo a zoologia e botânica. Porém, essas duas linhas de pesquisa não estavam incluídas na revista *Archaeometry* gerando limitações com consequências visíveis, como a falta de pesquisa dessas áreas no congresso internacional de arqueometria promovido desde a década de 60 em Oxford. Segundo Smith (1982), esse comportamento levou a uma predominância da utilização do termo associando arqueometria a análise quantitativa de materiais. Portanto, os primeiros livros sobre o tema abordavam quase que exclusivamente a análise físico-química de materiais, como foi o caso do livro *Methods of Physical Examination in Archaeology* publicado em 1972 por M. S. Tite (Tite, 1972; Ruiz *et al.*, 2007).

Em paralelo, o uso de outros termos como *Archaeological Science* (Ciência arqueológica) ou *Science-based archaeology* (Arqueologia Científica) que eram utilizados de forma mais ampla às ciências naturais ajudou a reforçar a limitação do termo arqueometria. Em 1974, o surgimento do *Journal of Archaeological Science* ajudou a difundir essa tendência. Nos primeiros nove anos da revista, 50% dos artigos publicados envolviam assuntos biológicos, enquanto menos de 17% dos artigos envolviam a análise de materiais. Com o passar dos anos e um aumento da percepção sobre o tema, a distinção ou separação entre os termos *archaeometry* e *archaeological science* vem desaparecendo e estão cada vez mais voltados a adoção do termo arqueometria, em seu sentido mais amplo.

2.2 Histórico

Inicialmente, análises de objetos artísticos e arqueológicos eram feitas em sua grande maioria por *connaisseur* ou profissionais com formação em história ou história da arte que examinavam um objeto ou uma obra de arte e atribuíam uma provável autoria. Nos dias atuais, cada vez mais ferramentas analíticas estão sendo empregadas no estudo e análise de objetos do patrimônio com o objetivo de extrair informações tecnológicas, culturais e históricas por meio de metodologias interdisciplinares (Rosado *et al.*, 2007; Rizzutto, 2015).

Os estudos arqueométricos se originaram na comunidade científica europeia, no século XVIII, com a primeira publicação da área feita pelo alemão Friedrich Klaproth que identificou a composição de moedas de metal. Na primeira metade do século XIX, trabalhos que envolviam o estudo de metal, cerâmicas, vidros, pedras e pigmentos foram publicados. O químico Frances Chaptal publicou estudos sobre pigmentos da região de Pompéia enquanto, ao mesmo tempo, o pesquisador britânico Humphry Davy, em 1815, publicou uma pesquisa a respeito de pigmentos encontrados em sítios arqueológicos romanos. Michael Faraday, analisou os efeitos do vidro como objetos de proteção para pinturas encontradas na Galeria Nacional de Londres. Ernest Von Bibra, metalúrgico alemão, escreveu um resumo que abordava análises de metais baseadas nos estudos das coleções do museu de Londres (Ruiz *et al.*, 2007; Rizzutto, 2015).

No final do século XIX, um método de autenticação de pinturas chamado “análise estilístico de composições secundárias” foi desenvolvido por Giovani Morelli, médico italiano e um estudioso de pinturas. Em 1888, com o objetivo de solucionar os problemas de conservação de bens culturais, Friedrich Rathgen criou no Museu Royal de Berlim o primeiro laboratório químico em um museu. Com a descoberta dos raios X, em 1895, pelo físico W. C. Roentgen houve a realização da primeira radiografia de uma pintura. Em 1935, no Museu do Brookllyn de Nova York o uso dos raios X passou a ser utilizado na autenticação de pinturas pelo cientista Pertsing (Rizzutto, 2015).

Na primeira metade do século XX, ocorre a criação de novos laboratórios de pesquisa voltado para estudos arqueométricos como o Laboratório de Pesquisa do Museu Britânico (1920), Laboratório de Pesquisa do Museu Francês (1931), Laboratório do Instituto de Arqueologia da Universidade de Londres (1937), Laboratório de datação por dendrocronologia e C-14 do Museu Arqueológico da Universidade da Pensilvânia (1951) e Laboratório de Pesquisa Arqueológica e História da Arte na Universidade de Oxford (1955)

criado pelo físico Lord Cherwell e pelo arqueólogo Christopher Hawkes. A criação desses laboratórios visava estabelecer metodologias de análises para estudar as coleções e utilizar os conhecimentos adquiridos para propor novos tratamentos na conservação e/ou restauração dos objetos. Um dos maiores fomentadores da arqueometria, Edward Forbes, criou em 1931 o *Department for Conservation and Technical Research* que investigava materiais e técnicas de arte verificando a procedência das produções (Ainsworth, 2005; Rosado *et al.*, 2007; Ruiz *et al.*, 2007; Rizzutto, 2015; Munita & Carvalho, 2015).

A partir de 1970, os principais museus decidem criar laboratórios de pesquisa e os principais centros universitários direcionam suas pesquisas para o campo de arqueometria. Neste momento também iniciou-se o uso do método de radiocarbono para datação de peças, bem como utilizou-se luzes como ultravioleta e infravermelho para fotografar diferentes tipos de pinturas. Surge nesta época diversos seminários e revistas especializadas no tema, onde se destaca a publicação do *National Gallery Technical Bulletin* que relata os trabalhos em conjunto de curadores, conservadores e cientista no estudo da conservação de pinturas. Depois de 1990, várias redes europeias de investigação são criadas (Rosado *et al.*, 2007; Ruiz *et al.*, 2007; Rizzutto, 2015). No Brasil, a partir de 1992, observamos a criação de alguns grupos de pesquisa vinculados as universidades e que têm como objetivo trabalhar na área de arqueometria como o Laboratório de Física Nuclear Aplicada da UEL (1992), Laboratório de Espectroscopia Molecular da USP (2000), Grupo de Física Aplicada com Aceleradores da USP (2002) e o Laboratório de Instrumentação Nuclear da UFRJ (2004). Em Sergipe, os primeiros trabalhos realizados em arqueometria ocorreu por volta dos anos 2000 na UFS e atualmente o número de pesquisas na área vem aumentando.

2.3 Campos de Atuação

Atualmente, aceita-se que os campos de atuação de arqueometria são (Tite, 2004; Ruiz *et al.*, 2007):

- a) Datação;
- b) Análise físico-química de materiais (tecnologia, origem e uso dos mesmos);
- c) Estudos paleoambientais;
- d) Prospecção geofísica e teledeteção espacial;
- e) Métodos matemáticos e estatísticos (ferramentas para a interpretar dados de outros campos de estudo);

- f) Conservação e restauração de materiais do patrimônio;
- g) Biomateriais;

Na Figura 2.1, é possível observar um gráfico que reúne um conjunto de trabalhos apresentados por áreas temáticas no Congresso Ibérico de Arqueometria (CIA) nos últimos 20 anos. O CIA é considerado um dos principais eventos de divulgação de trabalhos arqueométricos na comunidade internacional. Na análise de números de trabalhos por ano é possível observar que a área de análises físico-químicas de cerâmicas e vidros corresponde ao campo de atuação mais estudado, enquanto a área de datação apresenta poucos trabalhos divulgados.

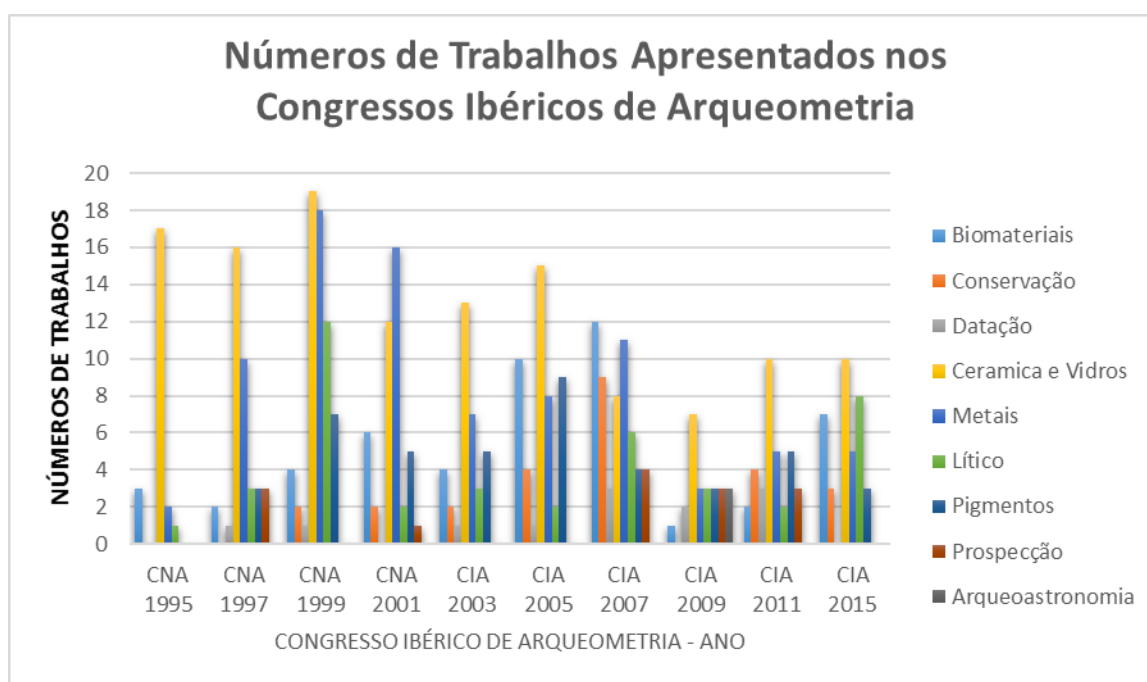


Figura 2.1: Trabalhos publicados por área temática nos Congressos Ibéricos de Arqueometria (Adaptado de Ruiz *et al.*, 2007).

3. MÉTODOS DE DATAÇÃO

Na arqueologia, um dos principais objetivos dos pesquisadores é ordenar cronologicamente eventos passados através da investigação de vestígios antigos que refletem o comportamento humano. Logo, para arqueólogos e historiadores, o tempo é uma das ferramentas mais importantes em um estudo arqueológico. Atualmente, há uma variedade de métodos de datação disponíveis que podem ser usados para diferentes tipos de materiais como conchas, ossos, cerâmicas, carvão, entre outros. Esses métodos podem ser classificados em métodos de datação relativa e absoluta (Michels, 1972; Bowman, 1990; Tuniz *et al.*, 2000; Walker, 2005).

Na datação relativa a estimativa da idade é feita pela simples comparação de objetos/peças entre si obtendo-se apenas provas circunstanciais, como por exemplo uma mudança de técnica de fabricação ou de estilo na produção de cerâmicas. Neste tipo de datação determina-se apenas se o objeto ou evento em questão é mais antigo ou mais novo do que o outro. Correlação bioestratigráfica, estratigrafia paleomagnética, datação por flúor em fósseis, dendrocronologias (estudo dos anéis de crescimento das árvores) são exemplos de datações relativas. Nos métodos absolutos as cronologias são baseadas em fenômenos dependentes do tempo e relacionadas com a radioatividade natural. Na medição absoluta a estimativa da idade é feita com precisão, de modo que se busca determinar com acurácia o tempo dos objetos. Como exemplos de métodos de datação absoluta temos (Michels, 1972; Bowman, 1990; Tuniz *et al.*, 2000; Walker, 2005):

- Método de radiocarbono: decaimento exponencial de longa duração de radionuclídeos cosmogênicos;
- Termoluminescência (TL)/ Luminescência opticamente estimulada (LOE)/ Ressonância Paramagnética Eletrônica (EPR): crescimento linear com a exposição da radiação;

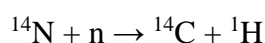
A seguir serão abordadas algumas das técnicas mais utilizadas atualmente em estudos de datação absoluta.

3.1 Radiocarbono (C-14)

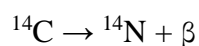
A datação pelo método de radiocarbono pode ser considerada uma das descobertas mais significativas no ramo de pesquisas arqueológicas. Em 1950, o químico americano Willard

Libby e seus colegas de trabalho desenvolveram a técnica de datação por radiocarbono, pela qual receberam o prêmio Nobel de química (1960). Clark (1979), afirmou que se a datação por radiocarbono não existisse o homem ainda estaria afundado em um mar de imprecisão tendo alguns momentos de inspirada adivinhação e de especulação imaginativa. Com o passar dos anos, essa técnica apresentou um avanço significativo se considerarmos sua metodologia, análises de rotina e instrumentação. No entanto, cada vez mais se compreende as fontes de erros associadas ao processo de datação arqueológica (Clark, 1979; Higham & Petchey, 2000).

A técnica de datação por radiocarbono é basicamente um método de mensuração de radioatividade. Sabe-se que o carbono é um elemento essencial para a vida na Terra, sendo um dos constituintes presentes em plantas e animais. Na Terra existem três isótopos de carbono: ^{12}C (98,89%), ^{13}C (1,11%) e ^{14}C (0,00000000010%). Todos eles são quimicamente idênticos, porém o ^{14}C é instável e radioativo, devido ao número extra de nêutrons em seu núcleo. Um esquema que demonstra o caminho do ^{14}C na natureza está apresentado na Figura 3.1. Quando os raios cósmicos atingem a superfície da terra temos a formação de nêutrons térmicos. De maneira secundária, esses nêutrons interagem com átomos de nitrogênio ^{14}N resultando na emissão de um próton e um átomo de ^{14}C , conforme mostra a reação (Bowman, 1990; Higham & Petchey, 2000):



Após sua produção, o ^{14}C é oxidado e se torna gás carbônico ($^{14}\text{CO}_2$). A vida vegetal e animal absorve o gás carbônico e incorpora o ^{14}C por meio da fotossíntese e trocas gasosas da água com o oceano. Desse modo, o ^{14}C é eventualmente incorporado dentro de todos os organismos vivos na biosfera e sua concentração mantêm-se em equilíbrio com o nível atmosférico durante o tempo de vida do ser vivo. Com a morte do organismo, cessa a interação com a biosfera e o ^{14}C do mesmo vai se reduzindo ao longo do tempo devido o processo de decaimento radioativo, conforme mostra a reação (Higham & Petchey, 2000):



O decaimento do ^{14}C leva milhares de anos (5568 ± 30 anos) e esse comportamento representa a base da datação por radiocarbono, de maneira que a técnica é uma ferramenta muito eficaz para desvendar o passado (Higham & Petchey, 2000; Bayliss, 2009).

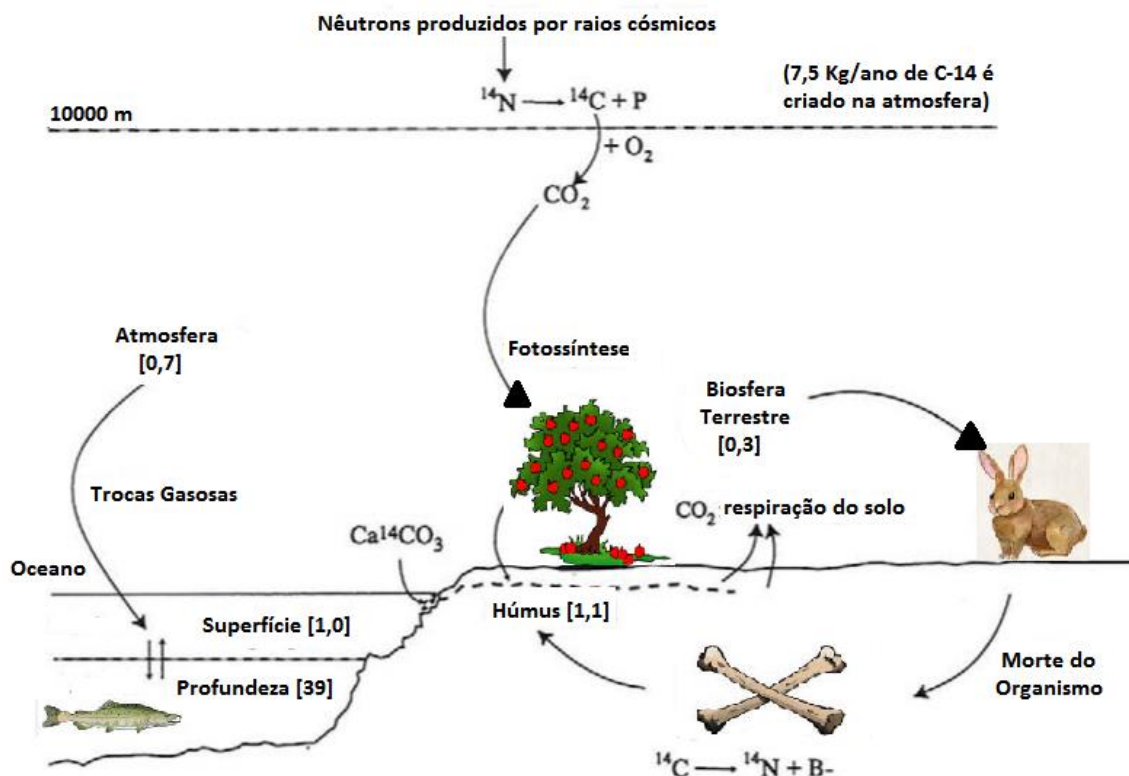


Figura 3.1: Caminhos do ^{14}C no meio ambiente. Os números entre parênteses correspondem aos teores de ^{12}C em milhões de toneladas em cada um dos reservatórios selecionados (Adaptado de Higham & Petchey, 2000).

Atualmente, existem três métodos usuais de datação: contagem proporcional de gás, contagem por cintilação líquida e espectrometria de massas com aceleradores. No cálculo da idade de uma amostra por radiocarbono, considera-se que a desintegração do ^{14}C segue uma cinética exponencial de 1º ordem, onde a atividade radioativa do material cai pela metade a cada ciclo de meia vida, de modo que a idade (t) pode ser calculada pela equação (3.1):

$$t = [\ln (N_f/N_0) / (-0,693)] \times t_{1/2} \quad (3.1)$$

onde \ln é o logaritmo neperiano, N_0 é a atividade no momento da morte do organismo, N_f é a atividade atual e $t_{1/2}$ é a meia-vida do ^{14}C (Lee, 1981; Higham & Petchey, 2000; Santos, 2002; Farias, 2002).

Na prática, a datação por radiocarbono apresenta algumas dificuldades que de maneira direta ou indireta podem provocar determinações errôneas de idades, tais como (Santos, 2002):

i. Na datação com ^{14}C é necessário considerar que a concentração do radionuclídeo é constante no tempo e no espaço e que todos os seres vivos possuem o mesmo teor de ^{14}C . No

entanto, essa afirmação não é verdadeira como mostra estudos dendrocronológicos que indicam que a concentração do ^{14}C varia em função da atividade solar.

ii. Não é possível afirmar que a percentagem de ^{14}C absorvida pelo organismo em tempos passados é igual as taxas absorvida pelos espécimes conhecidos atualmente.

iii. A contaminação de amostras com raízes e ácido húmico não pode ser descartada.

iv. A determinação da idade ocorre em função da fraca atividade do ^{14}C , o que leva a um limite de detecção de até 50.000 anos. Além disso, quanto menor for essa atividade maior será o erro percentual associado.

v. A meia-vida do carbono não está completamente determinada. Cada fonte bibliográfica usa um valor diferenciado. No congresso de Viena, a meia-vida do carbono foi fixada em 5720 ± 40 anos, porém nos dias atuais a grande maioria dos pesquisadores utilizam o valor 5730 ± 50 anos.

Como existem muitas variáveis a serem consideradas em uma datação por radiocarbono, hoje em dia se assume que a medição por radiocarbono é denominada de idade convencional de radiocarbono (ICR) ou idade radiocarbônica. A ICR pode estar mais ou menos próxima da idade real a depender de cada situação e do peso de cada variável mencionada anteriormente (Lee, 1981).

O método de radiocarbono geralmente é aplicado em materiais orgânicos, mas há relatos de pesquisas em alguns materiais inorgânicos. Na literatura encontra-se relatos de datações em carvão, madeira, sementes, pólen, ossos, conchas, corais, couro, turfa, lama de lagos, solo, cerâmica, pinturas de parede, resíduos de sangue, cabelo, tecidos, papel ou pergaminho, resinas, água, entre outros. Pré-tratamentos físicos e químicos são feitos nesses materiais para remover possíveis contaminantes antes de serem analisados por seu conteúdo de radiocarbono. Na coleta, retira-se uma quantidade mínima de material para cada amostra que será datada. O material é recolhido e armazenado em papel alumínio, etiquetado e colocado em saco plástico (Analytic, 2016).

3.2 Termoluminescência (TL)

Acredita-se que o fenômeno da termoluminescência possivelmente foi visto até mesmo pelo homem pré-histórico, mas o primeiro relato científico sobre esse tipo de luminescência foi feito por *Sir Robert Boyle* em 1663, com publicação em 1664. Neste relato, Boyle descreve uma tênue luminescência em diamantes aquecidos pelo seu próprio corpo. Em 1895,

Wiedeman e Schmidt introduziram pela primeira vez a palavra “termoluminescência”, que foi logo depois mencionada na tese de doutorado de Marie Curie em 1904, onde ela observou que nos cristais as propriedades TL podiam ser restauradas após a exposição com radiação do rádio. Entretanto, apenas em meados de 1945, com o avanço na definição da teoria de bandas de energia em sólidos foi que Randall e Wilkins explicaram a teoria da termoluminescência (Aitken, 1985; Mckeever, 1985; Musilek & Kubelik, 2000; Ferraz, *et al.*, 2006).

O fenômeno da termoluminescência corresponde a emissão termicamente estimulada de luz por um isolante ou semicondutor após o mesmo ter absorvido previamente algum tipo de radiação (UV, raios X, raios gama, partículas beta, etc.). A Figura 3.2 apresenta de forma mais detalhada como ocorre o processo de emissão TL em um sólido. Com a incidência de radiação no material, ocorre a formação de pares elétrons-buracos na estrutura cristalina. Em outras palavras, os elétrons se movem em direção a banda de condução e os buracos permanecem na banda de valência. Parte desses elétrons e buracos criados podem ser capturados por armadilhas que representam níveis metaestáveis localizados na banda proibida e, a depender da profundidade das armadilhas, os portadores de cargas (elétrons e buracos) podem ficar armadilhados por tempo indeterminado. Com o aquecimento do material, fornecemos um estímulo energético que favorece o desarmadilhamento de cargas e permite que os elétrons e buracos voltem a se movimentar livremente na rede, de modo que ao se recombinar em um centro de recombinação temos a emissão termoluminescente. É fundamental considerar que uma vez que o material seja aquecido, não é possível observar novamente a emissão de luz apenas resfriando e aquecendo o material. Para que haja emissão TL é necessário que o material seja novamente exposto a uma fonte de radiação (Mckeever, 1985; Ferraz, *et al.*, 2006; Ahmed, 2007).

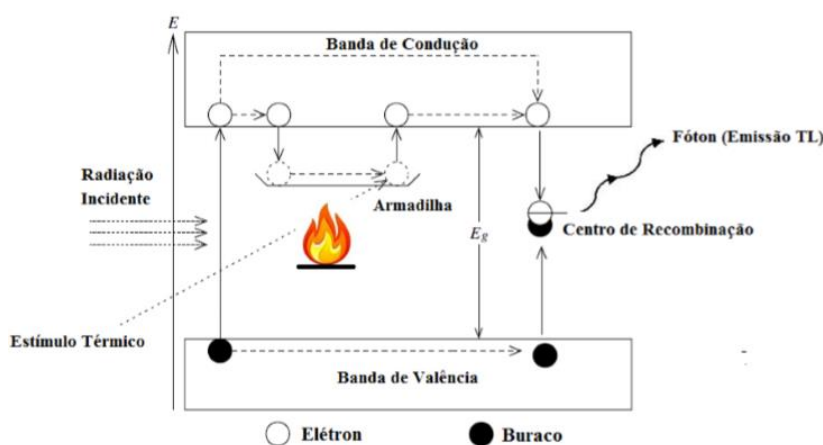


Figura 3.2: Esquema do processo de emissão TL em um sólido (Adaptado de Ahmed, 2007).

A intensidade da luz emitida durante o processo TL deve ser proporcional tanto ao número de elétrons originalmente armadilhados quanto à quantidade de radiação recebida pelo material. Essa é uma característica que permite seu uso em datações arqueológicas. A TL pode ser considerada um fenômeno inerente aos minerais, como o quartzo, presente na argila utilizada na manufatura das cerâmicas. Quando pequenos fragmentos de cerâmicas arqueológicas são aquecidos, é possível observar uma pequena liberação de luz que pode ser mensurável. Esta quantidade de luz é proporcional à dose de radiação absorvida. A fonte de excitação nesse caso está diretamente relacionada à exposição prolongada de fluxos de radiação emitido por impurezas radioativas da própria cerâmica e do solo no qual a peça cerâmica estava enterrada (McKeever, 1985; Ferraz, *et al.*, 2006).

A Figura 3.3 apresenta um esquema do princípio da datação por luminescência ao considerarmos como objetos de estudo as cerâmicas arqueológicas. Durante a queima da cerâmica, na sua etapa de produção, a luminescência presente nos cristais de quartzo da argila é apagada (zerada) eliminando a energia acumulada nos cristais. A partir deste momento, considera-se a idade zero da amostra até o momento em que o objeto seja coletado. Nesse caso, os cristais presentes na argila acumularam doses ao longo do tempo devido à radiação ambiental, o que permite a datação por TL. Se for possível obter a dose acumulada (D_{ac}) pela cerâmica com o passar dos anos e estabelecer a taxa de irradiação (dose anual) proveniente da ação dos radioisótopos (potássio 40, tório e urânio) e da radiação cósmica é possível estimar a idade da peça através da equação (3.2) (Ferraz, *et al.*, 2006; Azevedo, 2011):

$$\text{Idade} = D_{ac} / \text{dose anual} \quad (3.2)$$

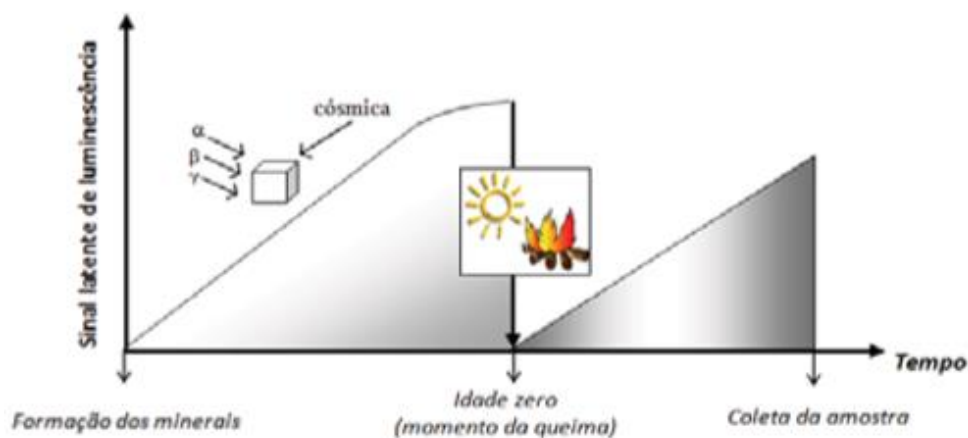


Figura 3.3: Ilustração da datação por luminescência de materiais cerâmicos (Azevedo, 2011).

Para datação TL, alguns cuidados devem ser tomados devido a sensibilidade da técnica à luz e ao calor. As amostras cerâmicas devem ser coletadas e retiradas da área escavada seguindo um protocolo de coleta. O primeiro passo é envolver em papel alumínio, ou sacos plástico na cor preto fosco, as amostras cerâmicas logo após serem identificadas, evitando a exposição à luz solar, e conseqüentemente, a perda do sinal TL. Os fragmentos cerâmicos deverão possuir, de preferência, dimensões maiores a 5 x 5 cm, para garantir quantidade suficiente de material para datação. Retiradas de pequenas quantidades de sedimento ao redor da amostra é fundamental para estimar a taxa de dose anual. O acondicionamento final deve ser feito em sacos plásticos pretos, que devem ser guardados em uma caixa de plástico para evitar que as amostras fiquem expostas ao sol e sejam molhadas por chuva durante a coleta (Azevedo, 2011).

3.3 Luminescência Opticamente Estimulada (LOE)

Em 1956, a luminescência opticamente estimulada (LOE) foi sugerida pela primeira vez. Sanborn e Beard, em 1967, foram uns dos primeiros pesquisadores a investigar o uso de LOE na caracterização de materiais dosimétricos. Eles estudaram as matrizes MgS, SrS e CaS usando radiação infravermelha como fonte de estímulo para promover a luminescência dos dosímetros irradiados previamente com raios γ . Atualmente, os materiais mais utilizados em análises de LOE são $Al_2O_3:C$, quartzo e feldspato. Recentemente, a LOE vem se tornando popular como um método de datação e, assim como a TL, tem como princípio de datação a determinação de doses absorvidas de radiação por materiais geológicos e arqueológicos (Botter-Jensen *et al.*, 2003; Yukihiro & Mckeever, 2011).

A LOE pode ser considerada um tipo de luminescência análoga à TL, abordada no tópico anterior, sendo que a principal diferença entre os processos luminescentes está relacionada ao tipo de estímulo fornecido para que haja liberação dos elétrons armadilhados por conta de uma prévia excitação. Na TL estímulos térmicos provocam a emissão do sinal TL, enquanto na LOE o estímulo responsável é óptico, de modo que incide-se luz visível, infravermelha ou ultravioleta para estimular opticamente o desarmadilhamento de elétrons. Assim como na TL, a intensidade de emissão LOE também é proporcional à dose de radiação que o sólido recebeu previamente. Portanto, o cálculo da idade por LOE também utiliza a equação (3.2) apresentada na datação por TL (Watanabe *et al.*, 2005-2006; Yukihiro & Mckeever, 2011).

A datação por LOE tem ampla faixa de abrangência temporal que vai de 100 anos A. P. até 1 milhão de anos. Esse intervalo temporal torna a LOE um dos métodos mais indicados pela comunidade científica para determinar a idade de vários tipos de materiais que se formaram ou sofreram modificações no período Quaternário. Além disso, a LOE é altamente recomendada em datações de sedimentos (de origem costeira e fluvial) recentemente depositados. A datação de grãos sedimentares é feita considerando a última vez na qual os grãos foram expostos à luz solar, ou seja, a idade do sedimento é medida a partir da sua última estabilização e exposição ao sol (Godfrey-Smith *et al.*, 1998; Maia *et al.*, 2011).

O sinal LOE é convenientemente emitido quando escolhemos medir em uma região espectral diferente dos fótons de excitação. Enquanto em uma curva de emissão TL, durante o aquecimento, temos a presença de picos em diferentes temperaturas que estão relacionadas com os níveis de energia das armadilhas, em uma curva LOE o sinal característico apresenta um decréscimo exponencial na intensidade durante a exposição à luz de intensidade luminosa constante. A Figura 3.4 apresenta uma curva típica de decaimento LOE de uma amostra de quartzo irradiada com diferentes taxas de dose (Santos, 2002).

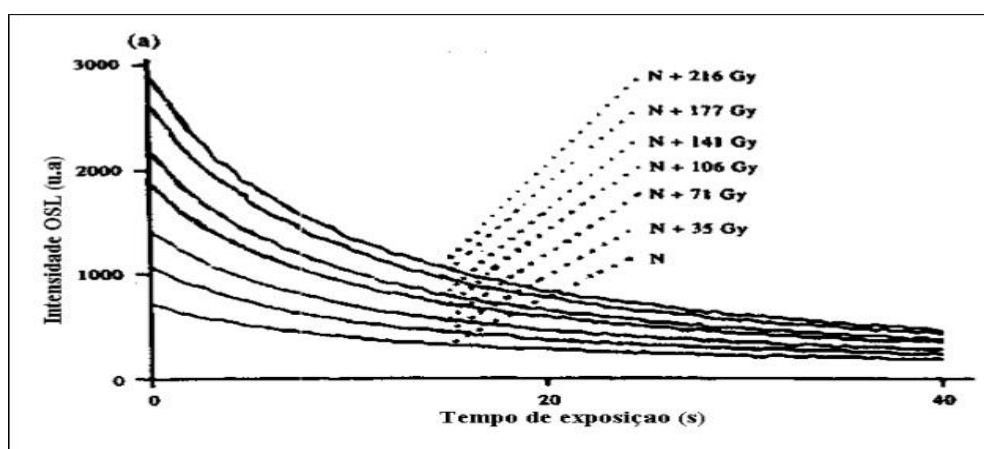


Figura 3.4: Curva típica de decaimento LOE de uma amostra de quartzo, onde N representa a dose natural (Santos, 2002).

Na coleta de materiais para datação por LOE é necessário que haja alguns cuidados. Recomenda-se o uso de trado manual e canos de PVC de cor preta, bem como lonas de plástico pretas, para proteger as amostras contra à radiação solar nos pontos de coletados. A identificação dos pontos de coletas, através de anotações de latitude e longitude com a utilização de um GPS, é fundamental para identificar a distribuição de idade em uma determinada região do sítio arqueológico (Godfrey-Smith *et al.*, 1998; Maia *et al.*, 2011).

3.4 Ressonância Paramagnética Eletrônica (EPR)

Nas aplicações arqueológicas, a ressonância paramagnética eletrônica (EPR) pode ser utilizada como uma ferramenta espectroscópica tradicional para detectar substâncias paramagnéticas em diferentes tipos de amostras. Ao correlacionar esses resultados com outros estudos é possível obter informações relevantes quanto a origem e autenticidade de objetos. Recentemente, esta técnica vem demonstrando grande potencial na determinação de idades de sítios arqueológicos do período paleolítico e da geologia quaternária, devido a datação de materiais como carbonatos, espeleotemas, dentes, ossos, madeira, conchas, corais, rochas, calcitas, quartzo, entre outras. A faixa de tempo que pode ser medida por essa técnica se estende desde centenas até milhões de anos, onde se destaca a faixa entre 40.000 – 200.000 anos que se encontra além do período que pode ser datado fazendo uso do método de radiocarbono (Ikeya, 1993; Baffa, 1997; Baffa & Kinoshita, 2004; Sullasi *et al.*, 2009).

Técnicas espectroscópicas em geral envolvem absorção de energia pela matéria. A depender da faixa de energia estudada temos a espectroscopia na região do visível, infravermelho e ultravioleta, onde cada região indica uma faixa do espectro de ondas eletromagnéticas empregadas. O mesmo princípio ocorre no EPR em que temos ondas eletromagnéticas incidindo sobre uma amostra, seguida da absorção e medição dessas ondas. No entanto, no caso do EPR existe uma particularidade: as ondas só serão absorvidas se um campo magnético estiver presente de forma simultânea na amostra. A presença do campo é necessária para orientar os centros paramagnéticos, geralmente constituídos por moléculas ou íons com spins desemparelhados. É importante ressaltar que a energia absorvida geralmente está muitas ordens de grandeza abaixo que aquela do espectro visível e é comumente conhecida como microondas. Em um espectrômetro EPR, um gerador produz microondas que são enviadas através de guias de ondas para a amostra. Quando a amostra absorve energia (condição de ressonância) diminui a intensidade de microondas e passa a ser detectada por um sistema eletrônico, sendo portanto, a informação de saída transformada em um espectro EPR de intensidade versus campo magnético. Normalmente, o resultado é dado em função da primeira derivada do sinal de absorção (Baffa & Kinoshita, 2004; Sullasi *et al.*, 2009). Na Figura 3.5 podemos observar uma ilustração simplificada de um espectrômetro EPR.

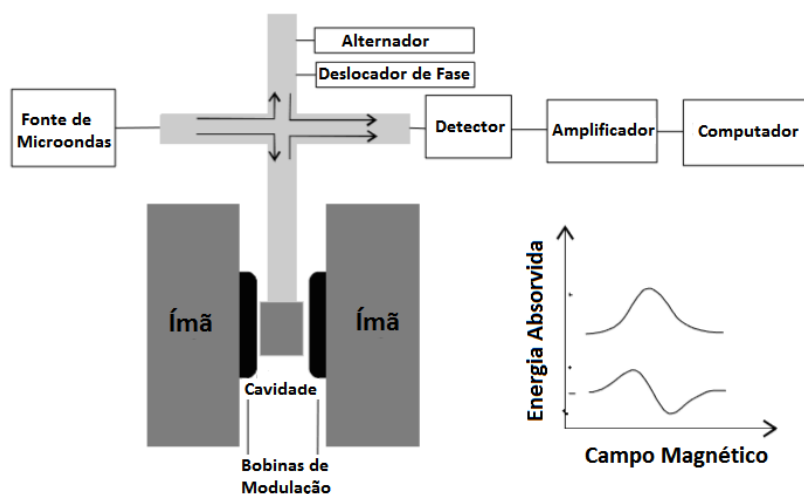


Figura 3.5: Ilustração simplificada de um espectrômetro de EPR (Adaptado de Baffa & Kinoshita, 2004).

O tratamento de dados da datação arqueológica por EPR funciona de forma semelhante à datação por TL. Vamos considerar que uma amostra fóssil fique exposta por um longo período à radiação ionizante ambiental que é produzida por radionuclídeos como U, Th, K e raios cósmicos. A taxa de dose (TD) anual pode ser considerada baixa ($TD = 1 \text{ Gy}/1000 \text{ anos}$ ou $0,1 \text{ rad/ano}$) e não causa problemas em um período de vida normal de um ser humano, porém o acúmulo ao longo de milhares de anos pode depositar uma dose da ordem de 10 Gy em um material. A dose depositada no material provoca quebra de ligações químicas que podem ser visualizadas como uma produção de fragmentos moleculares contendo excesso e falta de elétrons, separados em um meio isolante eletricamente. Logo, quanto maior for a dose, maior será a amplitude do sinal EPR e maior será o número de fragmentos, portanto, a dose arqueológica (DA) corresponderá ao produto do tempo (t) pela taxa de dose (TD), conforme mostra a equação (3.3) (Ikeya, 1993; Baffa & Kinoshita, 2004; Sullasi *et al.*, 2009).

$$DA = TD \times t \quad (3.3)$$

De forma mais clara, podemos encontrar o tempo através das taxas de dose TD e DA, conforme equação (3.4):

$$t = DA / TD \quad (3.4)$$

Na Figura 3.6 pode-se observar um processo de medida em um espectrômetro EPR. Antes da realização da datação por EPR é importante saber algumas informações como a estabilidade da amostra e o tipo de centro paramagnético. Como cada amostra apresenta diferentes sensibilidades à exposição das radiações ionizantes, é necessário “calibrar” individualmente o material com o método das doses aditivas. Para isso deve-se medir a amostra antes e depois de ser irradiada no laboratório com algum tipo de fonte de radiação

artificial. O próximo passo é construir um gráfico onde no eixo da ordenada tenhamos a indicação do número de spins/ grama da amostra e no eixo das abcissas tenhamos a dose artificial ao qual a amostra foi submetida. Fazendo um ajuste dos dados experimentais a uma função adequada e efetuando a extrapolação do gráfico para o tempo (ou dose) zero supondo que não existia nenhuma spin livre na amostra podemos encontrar uma estimativa da dose total ou arqueológica (Baffa & Kinoshita, 2004).

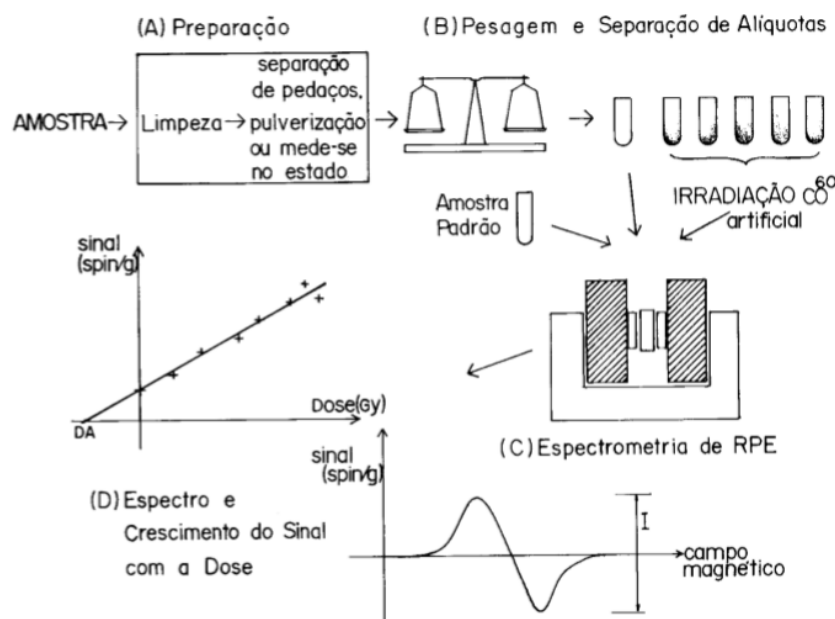


Figura 3.6: Ilustração de um processo de medida em um espectrômetro de EPR (Baffa & Kinoshita, 2004).

A técnica EPR apresenta algumas vantagens em relação à datação por TL, sendo que uma delas está relacionada ao fato de que como a amostra não precisa ser aquecida, materiais orgânicos, que normalmente queimam quando aquecidos, podem também ser estudados. Outra vantagem é que a informação não é destruída durante o processo e medidas *in situ* podem ser realizadas através do uso de instrumentação apropriada. Na datação por EPR não é necessário tomar cuidados especiais na coleta, como ocorre na datação por TL e LOE. No entanto, isso não significa que a amostra não deva ter um armazenamento adequado. Para prevenir de possíveis erros de medida, deve-se evitar exposições intensas e sucessivas à luz solar (radiação UV) e mudanças bruscas de variações de temperatura. Para complementar o estudo, parte dos sedimentos que estão ao redor da amostra deve ser coletado para determinar a taxa de dose anual do local (Ikeya, 1993; Sullasi *et al.*, 2009).

3.5 Rehidroxilação (RHX)

Materiais à base de argila como tijolo, telha, louça, faiança e artefatos cerâmicos como cachimbos e vasilhames são frequentemente encontrados em sítios arqueológicos. De modo geral, na produção de cerâmicas é possível observar um aumento de massa e de volume no momento de queima (cozimento) da pasta devido a uma recombinação química com a umidade ambiental, que podemos chamar de rehidroxilação. A re-hidratação lenta e contínua ocorre em todas as cerâmicas cozidas até a temperatura de 1150°C. Além disso, as cerâmicas podem retornar a seu estado de condição inicial se forem reaquecidas (recozimento) em altas temperaturas. Em outras palavras, verifica-se que pode ocorrer uma inversão da reação de desidroxilação em cerâmicas cozidas (Wilson *et al.*, 2009; Wilson *et al.*, 2012).

Um grupo de pesquisadores das Universidades de Edinburgh e Manchester e do Museu de Londres no Reino Unido, liderado na pessoa do professor Christopher Hall, vem realizando experimentos de rehidroxilação onde se observou que o aumento da massa e a expansão do volume no processo de queima das cerâmicas responde de forma linear com o tempo ($t^{1/4}$). Essa variação da massa/ volume com o tempo fornece a base de um novo método de datação arqueológica denominado rehidroxilação (RHX). Na Figura 3.7 pode-se observar uma projeção gráfica da dependência da massa com o tempo no processo de datação por RHX. A equação da velocidade da reação RHX é dada por:

$$y = \alpha (T)t^{1/4} \quad (3.5)$$

onde y é o ganho de massa fracionada na RHX, T é a temperatura, t é o tempo decorrido e α é uma constante de taxa da RHX. A constante α varia de um material para outro, dependendo da composição química da cerâmica e da temperatura máxima de aquecimento (Hamilton & Hall, 2012; Wilson *et al.*, 2012).

No processo de datação por RHX, uma amostra de cerâmica é primeiramente esquentada, e logo depois pode-se determinar seu ganho vital de massa d'água, expondo-a ao vapor de água para medir sua taxa de ganho de massa e portanto a constante cinética para sua rehidroxilação. A metodologia de datação é feita tomando uma amostra de material cerâmico (3-5 g), e após a remoção de qualquer condição de detritos, removemos a água capilar por aquecimento a 105 °C para chegar a massa inicial (M_a). A amostra é então aquecida a 500 °C durante 4 h. A massa resultante depois do reaquecimento é considerada uma “massa zerada (M_0)”. Em seguida, a amostra é transferida para uma micro balança onde esfria e é exposta ao vapor de água (a uma temperatura controlada e umidade relativa) para determinar a cinética

de ganho de massa por recombinação com a água (Wilson *et al.*, 2009; Hamilton & Hall, 2012; Wilson *et al.*, 2012).

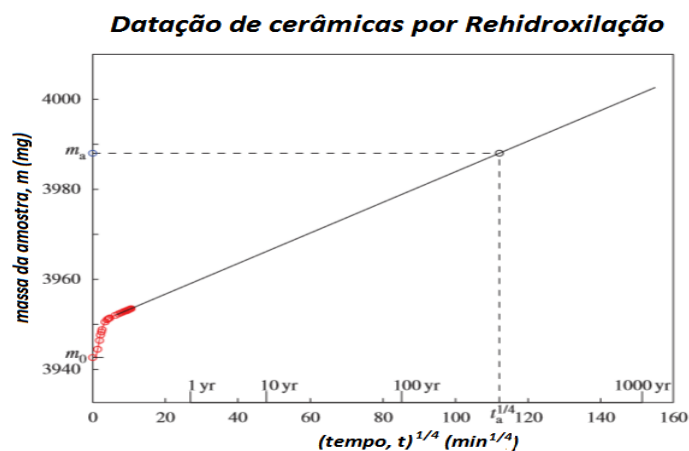


Figura 3.7: Projeção gráfica do método de datação por rehidroxilação mostrando a dependência linear entre a massa (m) e o tempo ($t^{1/4}$). O tempo em t_a representa o valor da idade da amostra obtida por extrapolação da curva de RHX (Adaptado de Wilson *et al.*, 2009).

A única informação auxiliar necessária para calcular a idade da amostra é uma estimativa da sua temperatura média de cozimento. Para materiais que tenham sido expostos a condições de calor extremo ou incêndio durante a sua vida com temperaturas superiores a 500°C, o relógio de datação é reiniciado. A técnica por datação RHX pode ser utilizada para datar objetos cerâmicos com idade de até 2000 anos. Os pesquisadores que desenvolveram a técnica acham que no futuro a datação por RHX terá potencial para ser utilizada na datação de peças com até 10.000 anos (Hamilton & Hall, 2012; Wilson *et al.*, 2012).

4. DATAÇÕES ARQUEOLÓGICAS EM SERGIPE

4.1 Uso de datações em Sergipe

O estado de Sergipe apesar de ser o menor estado em expansão territorial do Brasil é considerado um dos estados mais ricos quanto a presença de sítios e materiais arqueológicos em suas terras. No final da década de 1980, um dos maiores projetos de salvamento arqueológico foi realizado em Sergipe, mais especificamente na região de Xingó, situada no município de Canindé de São Francisco. O Projeto Arqueológico de Xingó (PAX) teve como objetivo salvar o maior número possível de informações e peças arqueológicas antes que houvesse a inundação de parte da região por conta da construção da Usina Hidroelétrica de

Xingó (Vergne *et al.*, 1998). Posteriormente, no ano de 2000, para acomodar todos os objetos arqueológicos resgatados pelo PAX foi criado o Museu de Arqueologia de Xingó (MAX). O Museu atua até os dias de hoje e tem suas atividades voltada para a exibição de exposições, difusão da educação (presença de um sítio escola) e desenvolvimento de pesquisas.

Em 2007, com a criação do curso de Arqueologia foi possível observar que houve uma expansão das atividades arqueológicas em Sergipe que vem crescendo em larga escala até os dias atuais. Uma prova dessa expansão são as parcerias criadas com outras áreas de pesquisa como, por exemplo, a física que vem desenvolvendo uma nova linha de pesquisa no estado: a arqueometria. Vale ressaltar que essas parcerias não somente se restringem a nível local, mas também estão presentes a nível regional, nacional e internacional.

Com base no tema abordado nesta monografia, a seguir, fizemos uma revisão sucinta de alguns trabalhos acadêmicos realizados em Sergipe cujo tema envolva a datação de peças arqueológicas sergipanas.

4.2 O Projeto Arqueológico de Xingó, em Sergipe e Alagoas (Vergne, 1996)

Este trabalho aborda os pormenores envolvidos no salvamento arqueológico feito na região de Xingó pela professora Cleonice Vergne no ano de 1996. O sítio arqueológico abordado no artigo de Vergne foi o sítio Justino localizado na fazenda Cabeça de Nego em Canindé de São Francisco (SE). Este sítio teve 40 fases de decapagem, onde foi localizado boa parte dos esqueletos encontrados em Xingó, caracterizando o Justino como um sítio cemitério. Próximo dos esqueletos foram encontradas fogueiras que podiam fazer parte dos rituais funerários dos povos antigos. Além de ossos, foram encontrados uma grande quantidade de cerâmicas e líticos que pode caracterizar que o sítio Justino também foi utilizado como um sítio habitação em algumas fases de ocupação.

Neste trabalho foi feita datação por C-14 em amostras de carvão vegetal proveniente das fogueiras encontradas. O resultado das datações estão apresentados na Figura 3.8, onde é possível observar a longa ocupação do sítio Justino de cerca de 9000 anos antes do presente.

**Datações de Carbono-14 obtidas no Sítio Justino, anos BP.
Fases da decapagem por camadas naturais:**

3 =	1280
6 =	1780
8 =	2500
10 =	2600
13 =	3280
20 =	4380
30 =	5570
40 =	8950

Figura 3.8: Datações do sítio Justino de diferentes decapagens obtidas por C-14 em amostras do tipo carvão vegetal (Vergne, 1996).

Segundo Santos (2002), o sítio São José II, também obteve datações por C-14 provenientes de carvão vegetal, cujas idades foram de 3500 ± 110 BP e 4140 ± 90 BP, o que corrobora a ideia da região de Xingó possuir uma ocupação antiga.

4.3 Datação Arqueológica por Termoluminescência a partir de Vestígios Cerâmicos do Sítio Justino da Região do Baixo São Francisco (Santos, 2002)

Como as datações com C-14 são bastante dispendiosas, este trabalho teve como objetivo utilizar a datação por TL nos sítios arqueológicos de Xingó. A dissertação do professor Osman dos Santos, foi desenvolvida no Departamento de Física da UFS que tinha na época um laboratório de datação arqueológica. Para a datação, peças cerâmicas que tinham uma maior quantidade de quartzo identificada de maneira visual foram selecionadas. Além dessas, peças que estavam próximas a esqueletos ou fogueiras, também foram selecionadas já que algumas datações pelo método de C-14 foram feitas, para obter uma comparação temporal.

O trabalho observou que os vestígios cerâmicos selecionados possuíam em sua constituição quartzo suficiente para procedimentos de datação por TL. Na Figura 3.9 observa-se a curva de emissão TL de uma amostra de quartzo do sítio Justino, quando exposta a doses adicionais. Através desses dados da curva de emissão, foram obtidas datações TL com uma idade média de 1.800 ± 150 BP para a fase 8 e 2.050 ± 140 BP para a fase 10. Comparando com resultados obtidos por radiocarbono os valores podem ser considerados concordantes.

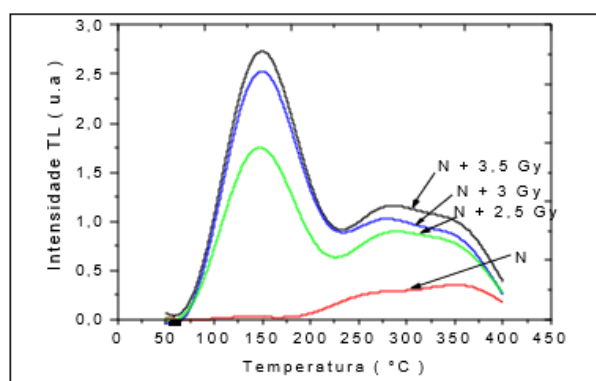


Figura 3.9: Curvas de emissão TL de uma amostra de quartzo encontrada no sítio Justino, onde N representa a dose natural (Santos, 2002).

4.4 Datação por Radiocarbono-AMS do Sítio Arqueológico Justino, Canindé de São Francisco, Sergipe (Santana, 2013)

A dissertação de Santana (2013) foi apresentada na área de Geociências da UFS, de modo que esse trabalho assim como o anterior caracteriza a interdisciplinaridade entre os pólos de pesquisa da UFS. Em busca de ampliar as interpretações culturais do sítio pré-histórico Justino, este trabalho visou apresentar novas perspectivas acerca do conhecimento da vida das comunidades que ali habitavam. O objetivo específico foi fornecer novos dados cronológicos das ocupações do Sítio Justino, localizados na área de Xingó.

Inicialmente, a ideia do trabalho foi datar dentes e ossos humanos através do método de radiocarbono, porém os materiais não continham volume de colágeno necessário para que pudesse ser feita a datação. Por conta disso, foi selecionado amostras de carvão vegetal, de diferentes camadas estratigráficas do sítio, extraídas de estruturas de fogueiras. As datações dos materiais foram feitas por C-14 no laboratório *BETA ANALITYC* utilizando a técnica de Espectrometria de Massa por Aceleradores (AMS). As datações radiocarbônicas obtidas evidenciam quatro ciclos diferentes de ocupação humana: 2510 ± 30 BP; 4390 ± 30 BP; 7530 ± 30 BP e 12.220 ± 50 BP. Esses resultados mostram que o sítio Justino pode ser mais antigo do que se tinha conhecimento, de modo que pode-se retroceder essa ocupação para o período Quaternário época Pleistoceno. A Figura 3.10 apresenta uma comparação dos resultados obtidos pelo trabalho de Santana (2013) e o de Vergne (2004).

	Fase	Número de ocupação	Decapagem	Cronologia Vergne, 2004 (Laboratório)	Cronologia-AMS-Idade Convencional (Laboratório)	Datação Calibrada (AMS) (2 sigma)
Cem D	Fase 01	01	59-51	Sem datação		
		02	50-43	Sem datação	12220 ± 50 AP (Beta 347596) (decapagem 48)	Cal AC 12210 para 12020 Cal AP 14160 para 13970
	Fase 02	01	42-35	8950 ± 70 AP (Beta 86745) (decapagem 40)		
Cem C		01	34-29	5570 ± 70 AP (Beta 86744) (decapagem 30)		
	Fase 03	02	28-22	Sem datação	7530 ± 30 AP (Beta 347593) (decapagem 27)	Cal AC 6440 para 6380 Cal AP 8390 para 8330
		03	21-16	4790 ± 80 AP (Beta 86741) (decapagem 20)		
Cem B	Fase 04	01	15-09	3270 ± 135 AP (Lyon 5752) (decapagem 13)	4390 ± 30 AP (Beta 347589) (decapagem 09)	Cal AC 3090 para 2910 Cal AP 5040 para 4860
				2650 ± 150 AP (Bahia 1804) (decapagem 10)		
				2530 ± 60 AP (Bahia 1804) (decapagem 08)		
Cem A	Fase 05	01	08-04	1780 ± 60 AP (Lyon 5751) (decapagem 06)	2510 ± 30 AP (Beta 347586) (decapagem 07)	Cal AC 790 para 700 Cal AP 2740 para 2650 e Cal AC 700 para 540 Cal AP 2650 para 2490 e Cal AC 530 para 520 Cal AP 2480 para 2470
		02	03-01	1280 ± 45AP(Lyon 5750) (decapagem 03)		

Figura 3.10: Comparação das datações radiocarbônicas obtidas por Vergne (2004) com as obtidas no trabalho de Santana (2013).

Uma técnica que poderia obter bons resultados em amostras de dentes e ossos seria a datação por EPR, onde a falta de colágeno não afetaria a determinação da idade já que o princípio físico que rege a técnica de EPR é diferente do método de radiocarbono. Realizar datações com outras técnicas possibilitaria uma maior confiabilidade dos resultados obtidos, pois a técnica de radiocarbono pode induzir inconsistências que podem estar associadas a desvios no valor da idade registrada.

4.5 Evidência datada da interação entre humanos e megafauna ao final do Pleistoceno do estado de Sergipe, Nordeste do Brasil (Dantas *et al.*, 2014)

Nessa pesquisa desenvolvida por Dantas *et al.* (2014) temos a descrição de um dente modificado de um organismo da espécie *Eremotherium Laurillardii* (preguiça gigante) com reflexos da ação humana, encontrado em Sergipe como mostra a Figura 3.11. O estudo desta temática utilizando datação concebeu uma nova evidência da interação entre os humanos e a megafauna na América do Sul.

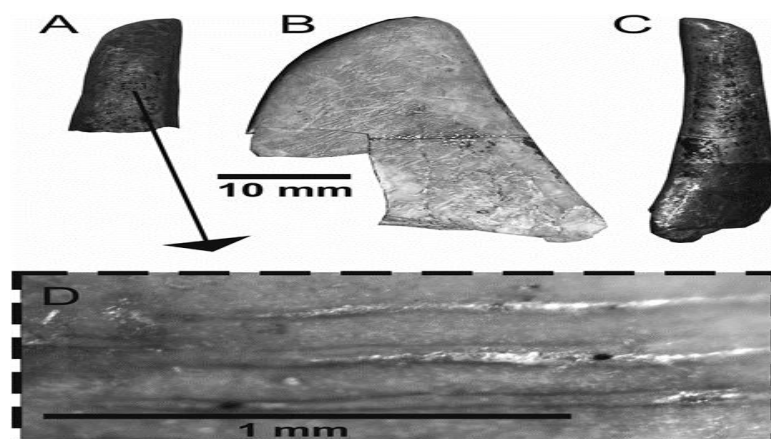


Figura 3.11: Imagem do dente do *Emotherium Laurillardii* modificado (Dantas *et al.*, 2014).

Com base nessa evidência, Dantas *et al.* (2012) propuseram duas hipóteses tentando explicar quando essa interação entre megafauna e humano ocorreu na região Nordeste do Brasil. A primeira seria no Pleistoceno com base nas datações dos fósseis, sem as marcas antropogênicas (por exemplo, Rossetti *et al.*, 2004; Dantas *et al.*, 2013), e a segunda remete ao holoceno com as datações mais antigas propostas aos paleoíndios encontradas em Sergipe, mas sem evidência de interação com espécies de megafauna (Carvalho, 2003).

Uma amostra de dente *Eremotherium laurillardii* foi encontrada na fazenda São José, no município de Poço Redondo, Sergipe. O dente foi analisado e datado pela técnica de C^{14} e o resultado pode ser observado na Figura 3.12. A data do C^{14} apresentado pelo dente *Eremotherium Laurillardii* é atribuída ao tempo em que foram feitas essas marcas, ou seja fez-se a ligação com a hipótese da chegada dos seres humanos na América do Sul.

Sample number	Latitude (°S)	Localities	Ages (years)	Calibrated age (2 σ range, cal yr BP)
Sample 2 ⁽¹⁾	04°16'	Itaituba/PA	11,340 \pm 50 ^(d,*)	13,760–13,700
UGAMS 09435 ⁽²⁾	06°15'	Currais Novos/RN	15,490 \pm 40 ^(d,**)	18,580–18,850
UGAMS 14017 ⁽³⁾	09°55'	Poço Redondo/SE	10,740 \pm 30 ^(d,**)	12,562–12,742
UGAMS 13539 ⁽⁴⁾	09°55'	Poço Redondo/SE	10,990 \pm 30 ^(d,**)	12,685–13,070
UGAMS 13540 ⁽⁴⁾	09°55'	Poço Redondo/SE	11,010 \pm 30 ^(d,**)	12,704–13,080
UGAMS 13541 ⁽⁴⁾	09°55'	Poço Redondo/SE	9720 \pm 30 ^(d,**)	11,084–11,233
UGAMS 13542 ⁽⁴⁾	09°55'	Poço Redondo/SE	9730 \pm 30 ^(d,**)	11,089–11,237
UGAMS 13543 ⁽⁴⁾	09°55'	Poço Redondo/SE	11,580 \pm 30 ^(d,**)	13,292–13,581
UGAMS 09432 ⁽²⁾	09°55'	Poço Redondo/SE	22,440 \pm 50 ^(d,**)	26,690–27,690
UGAMS 06136 ⁽⁵⁾	10°42'	Quijingue/BA	15,770 \pm 40 ^(h,*)	18,730–19,280
S/n ⁽⁶⁾	10°58'	Caatinga do Moura/BA	15,000 \pm 500 ^(s,#)	–
S/n ⁽⁶⁾	10°58'	Caatinga do Moura/BA	16,100 \pm 3,900 ^(s,#)	–
S/n ⁽⁶⁾	10°58'	Caatinga do Moura/BA	15,800 \pm 2,000 ^(s,#)	–
MZSP-PV610 ⁽⁷⁾	24°35'	Iporanga/SP	12,550 \pm 60 ^(d,*)	15,130–14,240

Figura 3.12: Tabela representando as datações do *Emotherium Laurillardii* no Brasil (Dantas *et al.*, 2014).

Com isso o artigo supõe a aceitação da primeira hipótese proposta por Dantas *et al.* (2012), que esse dente representa uma interação megafauna humana no final do Pleistoceno.

4.6 Programa de Resgate Arqueológico, Educação Patrimonial e Diagnóstico Arqueológico Subaquático do Projeto Carnalita de Sergipe (Ferreira, 2015)

Este projeto foi desenvolvido pela empresa Vale Fertilizantes S.A. com a finalidade de explorar rochas carnalíticas, de maneira que haja a implantação de um empreendimento que contempla a construção de poços de lavra por dissolução, usina de beneficiamento de potássio e adutora/salmouroduto em alguns municípios de Sergipe. O governo brasileiro tem uma estratégia para diminuir as importações de fertilizantes agrícolas. Baseado nisso, o projeto Carnalita vislumbra a produção de 1,2 milhões de toneladas de cloreto de potássio (KCl), podendo haver possibilidade de expansão, de modo a alcançar até 2,5 milhões de toneladas, o que reduziria em 91% as importações no Brasil.

No mapeamento da área de interesse tivemos a divisão por setor:

- Alternativa 1: Siririzinho (entre os municípios de Capela e Rosário do Catete) - descartada;
- Alternativa 2: Rosário 2 (município de Rosário) - descartada;
- Alternativa 3: Japarutuba (entre os municípios de Capela e Japarutuba).

As obras para a implementação do projeto Carnalita eram intrusivas e potencialmente prejudiciais ao patrimônio arqueológico existente nas áreas impactadas pelo empreendimento.

A coleta de amostras para datação foi feita nos sítios arqueológicos pesquisados: Carnalita I, Carnalita II, Carnalita III, Maracujá, Maracujá II e Quizanga. Os métodos escolhidos para datação foram por C-14-AMS, TL e LOE. Essas técnicas serão utilizadas com o objetivo de que um método complemente outro, com o objetivo de alcançar resultados mais sólidos, confrontando as idades obtidas por diferentes métodos para um mesmo sítio e/ou contexto ocupacional.

No projeto Carnalita foram coletados três tipos diferentes de material para datação: carvões (C-14), cerâmicas (TL) e sedimentos (LOE). A Figura 3.13 apresenta uma fotografia retirada em um sítio arqueológico da região onde temos evidências da presença de carvão. As datações por C-14 foram realizadas pelo laboratório *Beta Analytic* e forneceram datações da ordem de 500 anos. As datações por TL e LOE ainda não tiveram suas idades divulgadas para a comunidade científica.



Figura 3.13: Identificação de presença de carvão em um sítio arqueológico (Ferreira, 2015).

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS E PERSPECTIVAS

Neste trabalho procuramos realizar uma revisão bibliográfica a respeito da arqueometria, abordando de maneira mais específica os principais métodos de datações arqueológicas utilizados na atualidade. Em um contexto local, foram descritos alguns dos principais trabalhos de datações realizados com amostras coletadas em Sergipe. Poucas literaturas de arqueometria com ênfase em datação estão disponíveis para estudantes de graduação e pós-graduação que tenham interesse no assunto, principalmente, se considerarmos o estado de Sergipe onde até o presente momento não há um trabalho acadêmico que vise reunir as principais datações obtidas no estado para objetos arqueológicos.

A escolha do método de datação ideal para um determinado objeto deve levar em consideração fatores como cuidados tomados na coleta de material, quantidade de material disponível, destruição parcial ou total do objeto, custo financeiro envolvido e principalmente, se determinado método responde ou não a um determinado objeto.

Esse texto apresenta um bom número de referências bibliográficas que poderão guiar o leitor em um estudo mais aprofundado sobre os tópicos abordados em arqueometria. No desenvolvimento desta pesquisa tivemos como um dos pontos positivos a interdisciplinaridade entre pesquisadores da área de física e arqueologia da Universidade Federal de Sergipe. Logo, esta monografia vem fortalecer a linha de pesquisa arqueometria que se encontra em expansão na UFS.

Uma das grandes dificuldades encontradas no desenvolvimento deste trabalho está relacionada ao acesso a informações de projetos e trabalhos que possam ter feito uso de datações em peças arqueológicas sergipanas, mas que não tiveram como objetivo efetuar a divulgação para a comunidade científica. A burocracia envolvida no acesso a esses projetos é outro fator que inibe a divulgação dos resultados, principalmente, em projetos financiados pela arqueologia de contrato. Outro fator que pode influenciar no baixo número de trabalhos envolvendo datação é o alto custo financeiro envolvido, principalmente com datações por radiocarbono.

Como perspectivas de datações em Sergipe, temos projetos em andamento no DFI e no DARQ que visam datar com diferentes métodos analíticos diversos tipos de amostras em diferentes cronologias relativas. É o caso de datações de conchas arqueológicas da região de Xingó que serão datadas por radiocarbono em parceria com o Laboratório de Física Nuclear

Aplicada da Universidade Estadual de Londrina (UEL). Outro projeto em andamento visa datar diferentes tipos de cerâmicas arqueológicas (cachimbos e vasilhames) utilizando termoluminescência e luminescência opticamente estimulada. Neste caso, a parceria ocorrerá com pesquisadores da Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP). Datações de conchas, cerâmicas, dentes e ossos também vão ser realizadas utilizando a técnica de ressonância paramagnética eletrônica em conjunto com profissionais do Laboratório de Ciências Físicas da Universidade Estadual do Norte Fluminense (UENF). Todos os pesquisadores envolvidos neste projetos apresentam grande domínio e experiência em datação no Brasil.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHMED, S. N. **Physics and Engineering of Radiation Detection**. Grã-Bretanha: Academic Press, 2007.

AINSWORTH, M. W. From connoisseurship to Technical Art History: The Evolution of the Interdisciplinary Study of Art. **The Getty Conservation Institute Newsletter**, v. 20, n. 1, 2005.

AITKEN, M. J. **Physics and Archaeology**. Nova York: Interscience, 1961.

AITKEN, M. J. **Thermoluminescence Dating**. Londres: Academic Press, 1985.

ANALYTIC, B. Datação por Radiocarbono: uma introdução. Disponível em: <<http://www.radiocarbon.com/portugues/sobre-carbono-datacao.htm>>. Acesso em: 28 de nov. 2016.

ARTIOLI, G. **Scientific methods and cultural heritage**: an introduction to the application of materials science to archaeometry and conservation science. Nova York: Oxford University, 2010.

AZEVEDO, R. L. **Datação por termoluminescência de cerâmicas do sítio arqueológico Aldeia do Carlos (PI)**. 2011. Recife: Dissertação, Programa de Pós-Graduação em Tecnologias Energéticas e Nucleares, Universidade Federal de Pernambuco, 2011.

BAFFA, O. O método de datação arqueológica por ressonância paramagnética eletrônica. **Rev. do Museu de Arqueologia e Etnologia**, São Paulo, v. 2, p. 151-160, 1997.

BAFFA, O.; KINOSHITA, M. O. Datação arqueológica por ressonância paramagnética eletrônica. **Fundamentos IV**: 1º Encontro da Física e Arqueologia, Piauí, p. 1-7, 2004.

BASTOS, R. L. Registro arqueológico como instrumento de memória social. **Arqueologia Pública**, n. 4, p. 52-60, 2011.

BAYLISS, A. Rolling out revolution: using radiocarbon dating in archaeology. **Radiocarbon**, v. 51, n. 1, p. 123-147, 2009.

BOTTER-JENSEN, L.; MCKEEVER, S. W. S.; WINTLE, A. G. **Optically Stimulated Luminescence Dosimetry**. Amsterdã: Elsevier, 2003.

BOWMAN, S. **Radiocarbon Dating**: interpreting the past. Londres: British Museum Publications, 1990.

CARVALHO, F. L., **A Pré-História Sergipana**. Universidade Federal de Sergipe, Aracaju, 2003.

CHILDE, V. G. **Introdução à Arqueologia**. Lisboa: Europa-América, 1987.

CLARK, J. D. Radiocarbon Dating and African Prehistory. In: BERGER, R.; SUESS, H. E. (eds.). **Radiocarbon Dating**. Los Angeles: University of California Press, 1979. p. 7-31.

DANTAS, M. A. T.; QUEIROZ, A. N.; SANTOS, F. V.; COZZUOL, M. A. An anthropogenic modification in an Eremotherium tooth from northeastern Brazil. **Quaternary International**, v. 253, p. 107-109, 2012.

DANTAS, M. A. T.; DUTRA, R. P.; CHERKINSKY, A.; FORTIER, D. C.; KAMINO, L. H. Y.; COZZUOL, M. A.; RIBEIRO, A. S.; VIEIRA, F. S. Paleoecology and radiocarbon dating of the Pleistocene megafauna of the Brazilian Intertropical Region. **Quaternary Research**, v. 79, p. 61-65, 2013.

DANTAS, M. A. T.; SANTOS, D. B.; LIPARINI, A.; QUEIROZ, A. N.; CARVALHO, O. A.; CASTRO, E. S. V.; CHERKINSKY, A. Dated evidence of the interaction between humans and megafauna in the late Pleistocene of Sergipe state, northeastern Brazil. **Quaternary International**, v. 352, p. 197-199, 2014.

FARIA, D. L. A. Espectroscopia RAMAN em arqueometria: uma técnica para muitos problemas. **Boletim eletrônico da ABRACOR**, n. 6, p. 8-17, 2012.

FARIAS, R. F. A Química do Tempo: Carbono-14. **Química Nova Escola**, v. 16, p. 6-8, 2002.

FERRAZ, G. M.; NOGUEIRA, E. O.; WATANABE, S.; SOUZA, S. O. Termoluminescência e datação de peças arqueológicas. **Integração**, n. 46, p. 285-290, 2006.

FERREIRA, J. **Relatório Final do Programa de Resgate Arqueológico, Educação Patrimonial e Diagnóstico Arqueológico Subaquático do Projeto Carnalita de Sergipe**. Ambientec, 2015.

GODFREY-SMITH, D. I.; HUNTLEY, D. J.; CHEN, W. H. The Optical Behaviour of Quartz and Feldspar Sediment Extracts. **Quaternary Science Review**, v. 7, p. 373-380, 1998.

HAMILTON, A.; HALL, C. A review of rehydroxylation in fired-clay ceramics. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 95, n. 9, p. 2673-2678, 2012.

HIGHAM, T.; PETCHEY, F. Radiocarbon dating in archaeology: methods and applications. In: CREAGH, D. C.; BRADLEY, D. A. (eds.). **Radiation in art and archeometry**. Amsterdã: Elsevier Science, 2000. p. 255-284.

IKEYA, M. **New Applications of ESR: Dating, Dosimetry and Microscopy**. Nova Jersey: Scientific World, 1993.

JONES, A. Archaeometry and materiality: materials-based analysis in theory and practice. **Archaeometry**, v. 46, n. 3, p. 327-338, 2004.

LEE, R. E. Radiocarbon: Ages in Error. **Anthropological Journal of Canada**, n. 3, p. 9, 1981.

MAIA, L. P.; GASTÃO, F. G. C.; TATUMI, S. H.; LACERDA, L. D. A utilização do método de luminescência opticamente estimulada para a datação de sedimentos de dunas costeiras do nordeste setentrional do Brasil. **Revista Virtual de Química**, v. 3(2), p. 103-115, 2011.

MCKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids**. 1. ed. Cambridge: Cambridge Univ. Press, 1985.

MICHELS, J. W. Dating Methods. **Annual review of anthropology**, v. 1, p. 113-126, 1972.

MUNITA, C. S.; CARVALHO, P. R. Grupo de estudos arqueométricos do IPEN-CNEN/SP. **Cadernos do CEOM**, Chapecó (SC), v. 28, n. 43, p. 53-59, 2015.

MUNITA, C. S. Arqueometria: estudo de interfaces. **Clio Arqueológica**, v. 2, n. 19, p. 30-42, 2005.

MUSILEK, L.; KUBELIK, M. Thermoluminescence dating. In: CREAGH, D. C.; BRADLEY, D. A. (eds.). **Radiation in art and archeometry**. Amsterdã: Elsevier Science, 2000. p. 101-128.

OLIN, J. S. **Future directions in archaeometry: a round table**. Washington: Smithsonian Institution, 1982.

OZÇATAL, M.; YAYGINGÖL, M.; ISSI, A.; KARA, A.; TURAN, S.; OKYAR, F.; TAS, S. P.; NASTOVA, I.; GRUPCE, O.; MINCEVA-SUKAROVA, B. Characterization of lead glazed potteries from Smyrna (Izmir/Turkey) using multiple analytical techniques; Part II: Body. **Ceramics International**, v. 40, p. 2153-2160, 2014.

RIZZUTTO, M. A. Métodos físicos e químicos para estudo de bens culturais. **Cadernos do CEOM**, Chapecó (SC), v. 28, n. 43, p. 67-76, 2015.

ROSADO, A.; SOUZA, L. A. C.; GONÇALVES, Y. F. História da arte técnica e arqueometria: uma contribuição no processo de autenticação de obras de arte. **16º Encontro Nacional da Associação Nacional de Pesquisadores de Artes Plásticas Dinâmicas Epistemológicas em Artes Visuais**, Florianópolis, v. 16, p. 1734-1745, 2007.

ROSSETTI, D. F.; TOLEDO, P. M.; MORAES-SANTOS, H. M.; JUNIOR, A. E. A. S. Reconstructing habitats in central Amazonia using megafauna, sedimentology, radiocarbon, and isotope analyses. **Quaternary Research**, v. 61, p. 289-300, 2004.

RUIZ, I. M.; HERAS, M. G.; LÓPEZ-ROMERO, E. Arqueometría: câmbios y tendencias actuales. **Trabajos de Prehistoria**, v. 64, n. 1, p. 23-40, 2007.

SANTANA, A. D. D. **Datação por radiocarbono-AMS do sítio arqueológico Justino, Canindé de São Francisco, Sergipe**. 2013. São Cristóvão: Dissertação, Programa de Pós-Graduação em Geociências e Análise de Bacias, Universidade Federal de Sergipe, 2013.

SANTOS, J. O. **Datação arqueológica por termoluminescência a partir de vestígios cerâmicos do sítio Justino da região do Baixo São Francisco**. 2002. Aracaju: Dissertação, Núcleo de Pós-Graduação em Física, Universidade Federal de Sergipe, 2002.

SILVA, F. A.; APPOLONI, C. R.; QUIÑONES, F. R. E.; SANTOS, A. O.; SILVA, L. M.; BARBIERI, P. F.; FILHO, V. F. N. A arqueometria e a análise de artefatos cerâmicos: um estudo de fragmentos cerâmicos etnográficos e arqueológicos por fluorescência de Raios X (EDXRF) e transmissão Gama. **Revista de Arqueologia**, v. 17, p. 41-61, 2004.

SMITH, C. S. Measurement and History. In: OLIN, J. S. (ed.). **Future directions in archaeometry: a round table**. Washington: Smithsonian Institution, 1982. p. 49-51.

SULLASI, H. L.; AZEVEDO, R. L.; PESSIS, A. M. Datação de dentes por espectroscopia RPE: fundamentos, metodologia e aplicações. **Clio Arqueológica**, v. 24, n. 1, p. 97-117, 2009.

VAN ZELST, L. Archaeometry: the perspective of an administrator. In: BISHOP, R. L.; LANGE, F. W. (eds.). **The ceramic legacy of Anna O. Shepard**. Niwot: University Press of Colorado, 1991. p. 346-357.

VERGNE, M. C. S. O Projeto Arqueológico de Xingó, em Sergipe e Alagoas. **Clio**, n. 11, p. 213-216, 1996.

VERGNE, M. C. S.; NÍVEA, L.; SILVA, C. C.; DUARTE, M. B.; NASCIMENTO, A. C.; SILVA, S. G. A.; MOURA, T.; HELMHOTZ, A.; VITÓRIO, S. M.; LUNA, S.; NASCIMENTO, A. L. **Salvamento Arqueológico de Xingó: Relatório Final**. Xingó, UFS/PAX/CHESF, 1998.

VERGNER, M. C. S. **A arqueologia do Baixo São Francisco: estruturas funerárias do sítio Justino – região de Xingó, Canindé de São Francisco, Sergipe**. 2004. São Paulo: Tese, Universidade de São Paulo, Faculdade de Filosofia, Letras e Ciências Humanas, Museu de Arqueologia e Etnologia, p. 362, 2004.

TITE, M. S. **Methods of Physical Examination in Archaeology**. Londres: Seminar Press, 1972.

TITE, M. S. Archaeometry: an overview. In: MARTINI, M.; MILAZZO, M.; PIACENTINI, M. (eds.). **Proceedings of the international school of physics “Enrico Fermi”**. Amsterdã: IOS Press, 2004. p. 347-356.

TUNIZ, C.; ZOPPI, U.; BARBETTI, M. AMS dating in archaeology, history and art. In: CREAGH, D. C.; BRADLEY, D. A. (eds.). **Radiation in art and archeometry**. Amsterdã: Elsevier Science, 2000. p. 444-471.

WALKER, M. **Quaternary dating methods**. Inglaterra: John Wiley & Sons, 2005.

WATANABE, S.; TATUMI, S. H.; FARIAS, T. M. B.; SOUZA, S. O.; GENNARI, R. F.; KUNZL, R.; FARIAS, D. S. E. Testes de confiabilidade dos métodos de datação por termoluminescência (TL) e luminescência oticamente estimulada (OSL). **Rev. Do Museu de Arqueologia e Etnologia**, São Paulo, v. 15-16, p. 383-391, 2005-2006.

WILSON, M. A.; CARTER, M. A.; HALL, C.; HOFF, W. D.; INCE, C.; SAVAGE, S. D.; MCKAY, B.; BETTS, I. M. Dating fired-clay ceramics using long-term power law rehydroxylation kinetics. **Proc. R. Soc. A**, v. 465, p. 2407-2415, 2009.

WILSON, M. A.; HAMILTON, A.; INCE, C.; CARTER, M. A.; HALL, C. Rehydroxylation (RHX) dating of archaeological pottery. **Proc. R. Soc. A**, v. 468, p. 3476-3493, 2012.

YUKIHARA, E. G.; MCKEEVER, S. W. S. **Optically Stimulated Luminescence: Fundamentals and Applications**. Singapura: John Wiley & Sons, 2011.