

ESTUDO DA TECNOLOGIA DE QUEIMA DE CERÂMICA ARQUEOLÓGICAS POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

J. O. Santos¹, C. S. Munita²

¹Grupo de Tecnologia Nuclear Aplicada, Campus Lagarto – Instituto Federal de Sergipe, IFS. E-mail: osmansantos@ig.com.br; ²Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN/CNEN-SP. E-mail: camunita@ipen.br

Artigo submetido em xxx/2013 e aceito em xxxx/2013

RESUMO

A análise material dos artefatos tem sido fundamental para construir a representação de uma cultura antiga, uma vez que estas análises permitem realizar a sua caracterização e conhecer as tecnologias de manufatura e usos. Nesse sentido, o presente estudo objetivou estudar a temperatura de queima de cerâmicas coletadas no sítio arqueológico de Xingó, localizados em Sergipe, por Difratometria de Raio X (DRX). A difratometria de raios – X tem sido uma das principais técnicas para análise mineralógica de cerâmicas arqueológicas, especialmente, para análises dos argilominerais e minerais aditivos (inclusões). As análise

por DRX podem fornecer informações a respeito da composição mineralógica dos objetos cerâmicos e de sua temperatura de queima. Dessa forma, o trabalho contribui para a reconstituição das tecnologias de produção cerâmica na pré-história das comunidades que habitaram a região do Baixo Rio São Francisco em Sergipe.

PALAVRAS-CHAVE: Arqueometria, DRX, Temperatura de queima de cerâmica, Xingó.

APPLICATION OF X RAY DIFFRACTOMETRY TO STUDY OF FIRING TECHNOLOGY OF ARCHAEOLOGICAL POTTERIES TITULO EM INGLÊS

ABSTRACT

The analysis of material from artifacts has been important to build of a representation of an ancient culture, because these analyzes allow performing the characterization and understanding the technologies and manufacturing. Accordingly, the present study aimed to investigate the firing temperature of pottery collected at archaeological site of Xingó located in Sergipe, by X-ray diffraction (XRD). The X- ray diffraction has been one of the main techniques for mineralogical

analysis of archaeological ceramics, especially for analysis of clay minerals and mineral additives. The XRD analysis can provide information about the mineralogical composition of the ceramic objects and its firing temperature. Therefore, the work contributes to the rebuilding of ceramic production technologies in prehistoric communities that inhabited the Lower Rio São Francisco, Sergipe..

KEY-WORDS: Archaeometry, XRD, temperature firing, Xingó; pottery.

ESTUDO DA TECNOLOGIA DE QUEIMA DE CERÂMICA ARQUEOLÓGICAS POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

INTRODUÇÃO

Os principais aspectos estudados em Arqueometria são as composições químicas, as técnicas de manufatura e as cronologias dos vestígios resgatados nas escavações arqueológicas. Este último aspecto permite localizar, temporalmente, o objeto em uma cultura, enquanto que o primeiro permite determinar a proveniência da matéria-prima, intercâmbios comerciais e sistemas econômicos. As técnicas antigas de manufatura de uma cultura podem ser a base para a discussão do nível de desenvolvimento de uma comunidade. Na maioria dos casos, uma técnica de manufatura altamente desenvolvida surge, apenas, em sistemas sociais complexos, uma vez que experimentos e comunicações entre diferentes artesões resultam em progressos tecnológicos (Schortman & Urban, 2004).

Tendo em vista que os materiais cerâmicos materializam o acúmulo das experiências e conhecimentos humanos em relação aos recursos naturais disponíveis, além de serem os vestígios mais comumente encontrados em escavações arqueológicas, estes vestígios são, conseqüentemente, os mais estudados pelos arqueólogos. Por sua abundância e durabilidade, a cerâmica possui diversas características macroscópicas de interesse arqueológico. As características macroscópicas tais como decoração da superfície e forma são utilizadas, freqüentemente, como indicadores culturais e cronológicos. As propriedades microscópicas tais como textura, composição química e mineralogia podem ser usadas para estudo da tecnologia de fabricação e proveniência dos materiais envolvidos no processo (Velde & Druc, 1999).

Uma vez que o estudo de cerâmicas arqueológicas é essencial no processo de reconstrução da pré-história humana, especialmente para o estabelecimento das relações culturais entre as comunidades, diversas pesquisas referentes aos grupos ceramistas têm sido realizadas no Nordeste do Brasil (Martin, 2005; Luna, 2005; Vergne & Fagundes, 2004; Vergne et al., 2002;). Estes artigos têm como objetivo de estudar a temperatura de queima da cerâmica arqueológica de Xingó-Sergipe, de forma contribuir com a remontagem de um quadro que possibilite a compreensão da dinâmica de ocupação da região no passado, bem como entender os modos de vida das comunidades, as relações entre os grupos pré-históricos que habitaram a região e seu desenvolvimento tecnológico.

O conjunto cerâmico de Xingó tem grande expressão, pois corresponde a um dos maiores acervos de cerâmicas arqueológicas associadas a sítios de enterramento do Nordeste. As datações realizadas, juntamente com as análises técnicas das cerâmicas, sugerem que os grupos que habitaram a região de Xingó são anteriores à expansão dos grupos ceramistas Tupiguarani e Aratu naquela região. Esta inferência indica que, provavelmente, diversos grupos ceramistas que habitaram a região de Xingó são oriundos de uma cultura arqueológica ainda não determinada (Luna, 2001). Na perspectiva de contribuir para definição da cultura arqueológica de Xingó e conhecer as tecnologias utilizadas pelos grupos ceramistas da região, Santos (2007) apontou diversas técnicas que podem ser utilizadas com o propósito de determinar as idades,

composições, temperaturas de queima e outras propriedades dos produtos cerâmicos manufaturados em Xingó no passado.

Para estudo do processo de queima da cerâmica, durante sua manufatura, as transformações sofridas pelos argilominerais podem ser estudadas, pois é conhecido que durante o processo de queima da cerâmica os mesmos apresentam transformações múltiplas em suas estruturas cristalinas. A caulinita, por exemplo, perde a água adsorvida na superfície dos cristais a temperatura abaixo de 100 °C (desidratação da caulinita), e continuando o aquecimento até 518 °C ocorre o processo de desidroxilação da matriz (perda de água interbasal), o que transforma a caulinita em metacaulinita (Frost & Vassallo, 1996). Acima de 800 °C praticamente toda a água é perdida, resultando na nucleação do argilomineral denominado de mulita (Rice, 1987). Através do levantamento da composição mineralógica por Difractometria de raio X (DRX) é possível estimar a faixa de temperatura que foi processada a queima da cerâmica, tendo em vista a presença ou não de um dado argilomineral ou alteração no estado de oxidação de alguns elementos que compõem a massa cerâmica.

Na Difractometria de Raio X (DRX), os raios – X ao interagir com a matéria podem originar diversos tipos de interações, entre eles o fenômeno da difração, que é um resultado do espalhamento coerente da radiação por parte dos elétrons presentes em um dado material. No espalhamento coerente da radiação, a onda espalhada tem direção definida, mesma fase e mesma energia em relação à onda incidente (colisão elástica). Assim, quando diversas frentes de ondas são espalhadas elasticamente elas podem dar origem ao fenômeno da interferência que tem papel fundamental para construção da figura de difração. Deve-se ressaltar, entretanto, que este fenômeno ocorrerá se o comprimento de onda do raio – X e a periodicidade da rede cristalina tiverem as mesmas ordens de magnitude. Podem-se produzir, facilmente, raios – X com comprimento de onda da ordem das dimensões da célula unitária, mas elétrons e nêutrons com energias apropriadas podem, também, serem utilizados em experimentos de difração. A difração ocorre quando a Lei de Bragg é obedecida, dando origem a difratogramas que podem ser analisados para determinação de composição mineralógica.

Os raios – X que satisfazem à condição de Bragg darão origem aos picos característicos das figuras de difração, os quais são úteis para determinação das estruturas cristalinas, visto que cada estrutura cristalográfica apresenta padrões distintos, permitindo que a espécie cristalina (mineral, “temperos”, etc) sejam identificadas.

Neste trabalho, a DRX foi utilizada para inferência a respeito da temperatura de queima da cerâmica do sítio arqueológico Justino, escavado durante a obra de construção da Central Hidrelétrica de Xingó, Sergipe. A determinação da temperatura de queima de peças cerâmicas encontradas em sítios arqueológicos é de interesse na elucidação do modo pelo qual povos antigos fabricavam seus utensílios. Atualmente, diversos trabalhos têm utilizado a técnica de difratometria de raios – X para estudo do processo de produção dos objetos cerâmicos arqueológicos, tais como sua temperatura e atmosfera de queima, acabamento de superfície e pigmentação (Rice, 1987; Hausler, 2004; Dooryhee et al., 2006).

Assim, sob uma perspectiva arqueométrica, neste trabalho os estudos dos vestígios cerâmicos provenientes de Sítios Arqueológicos de Xingó, por meio da DRX, visa contribuir para conhecer o grau de desenvolvimento tecnológico das comunidades antigas que habitaram esta região e para resgate da cultura dos povos que habitaram a região de Xingó por meio de uma

abordagem arqueométrica integral à cerâmica.

MATERIAIS E MÉTODOS

Amostras estudadas

As amostras do sítio arqueológico Justino foram coletadas durante o projeto de salvamento arqueológico de Xingó (Figura 1). A área de Xingó compreende parte do pediplano sertanejo, caracterizado pela presença de uma superfície pediplanizada e relevos em colinas e interflúvios tabulares. O trabalho de salvamento de Xingó foi desenvolvido ao longo do rio São Francisco, nos terraços fluviais, os quais foram inundados com a formação do lago da UHE. Especificamente, a prospecção foi realizada no eixo do rio São Francisco a, aproximadamente, 8 km a jusante da cachoeira dos Veados, área situada entre 37°46'/38°14' de longitude oeste e 9°30'/9°40' de latitude sul, totalizando uma área de 81,40 km² (Vergne, 1998). Na Figura 2 são apresentados os locais de onde as cerâmicas analisadas nesse trabalho foram coletadas.

De acordo com as pesquisas arqueológicas realizadas na área, os esqueletos humanos estão associados a complexos rituais funerários, os quais se referem a 9.000 anos de ocupação da região de Xingó (Vergne, 2004; Luna 2006).

Tendo em vista que a maioria dos dados referentes às ocupações ceramistas da região referem-se, basicamente, às tradições Tupiguarani ou Aratu, as pesquisas arqueológicas de Xingó têm fornecido novas perspectivas em relação ao estudo da penetração, da ocupação e da adaptação dos grupos ceramistas nas margens do São Francisco, uma vez que as cronologias dos sítios ceramistas de Xingó são mais antigas (Luna, 2001, 2006). Na Figura 3, são apresentados alguns tipos cerâmicos encontrados em sítios arqueológicos da região em estudo nesse artigo.

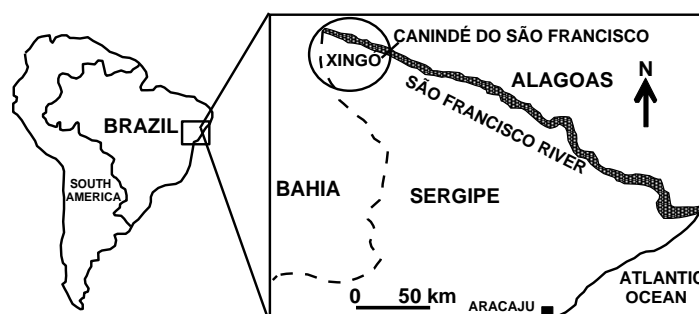


Figura 1 - A área estudada corresponde à parte circulada no mapa.



Figura 2. – Mapa de localização dos sítios estudados neste trabalho.



Figura 3. Algumas formas cerâmicas dos sítios de Xingó (Fonte –MAX).

Preparação de amostras para DRX

O pó obtido a partir de alguns furos transversais (sem danificar o fragmento) ao fragmento estudado foi peneirado para uniformizar o tamanho dos grãos (abertura de 74 μm), e em seguida foram preparadas as lâminas para os ensaios de difração. As lâminas de vidro foram preparadas pela distribuição uniforme do pó na área que seria iluminada pelos raios-X. A distribuição do pó na superfície da lâmina foi realizada criteriosamente para evitar efeitos de direções preferências, a qual pode prejudicar a interpretação do difratograma obtido (Albers et al., 2002).

Os difratogramas foram obtidos com um espectrômetro DRX do tipo RIGAKU equipado com fonte de $\text{Cu-K}\alpha$, pertencente ao Laboratório de Preparação e Caracterização de Materiais da Universidade Federal de Sergipe. A varredura de 2θ foi realizada em uma faixa de 2° a 30° com velocidade de $1^\circ/\text{min}$, a temperatura ambiente. Durante a varredura, a lâmina permaneceu em movimento circular uniforme para reduzir os efeitos das direções preferenciais dos cristalinos.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Com o objetivo de estudar alguns aspectos da tecnologia de queima das cerâmicas produzidas pelas comunidades que ocuparam a região de Xingó, principalmente, as características da queima, neste trabalho alguns fragmentos cerâmicos foram analisados em relação à sua composição mineralógica, por DRX.

Nas Figuras 4 a 6 são apresentados alguns difratogramas de amostras analisadas. Uma análise qualitativa dos difratogramas permitiu identificar que os minerais da pasta cerâmica dos sítios de Xingó são similares e, apresentam, basicamente, quartzo (Q), feldspato (F), mica (M) e traços de outros minerais. Em alguns casos foi possível identificar a presença de caulinita (K). Acredita-se que estes minerais não foram adicionados pelo ceramista durante a confecção dos objetos, uma vez que a matéria-prima da área apresenta uma fração significativa, e a adição poderia reduzir a plasticidade a tal ponto de tornar impraticável a manufatura de cerâmica (Vergne & Fagundes, 2006).

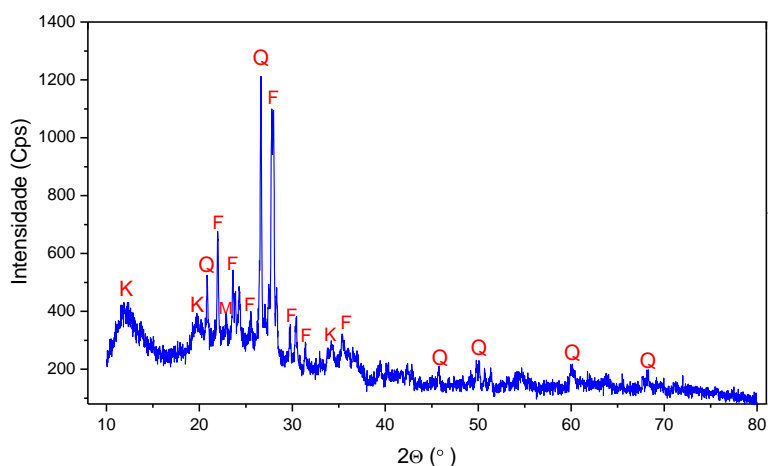


Figura 4. Difratograma para amostra cerâmica do sítio Justino

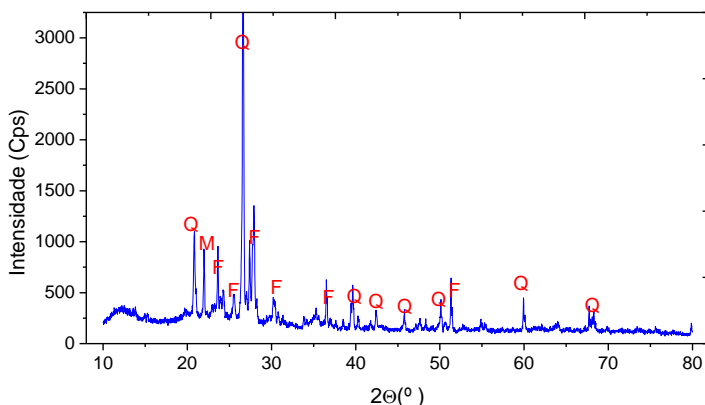


Figura 5. Difratograma para amostra cerâmica do sítio São José.

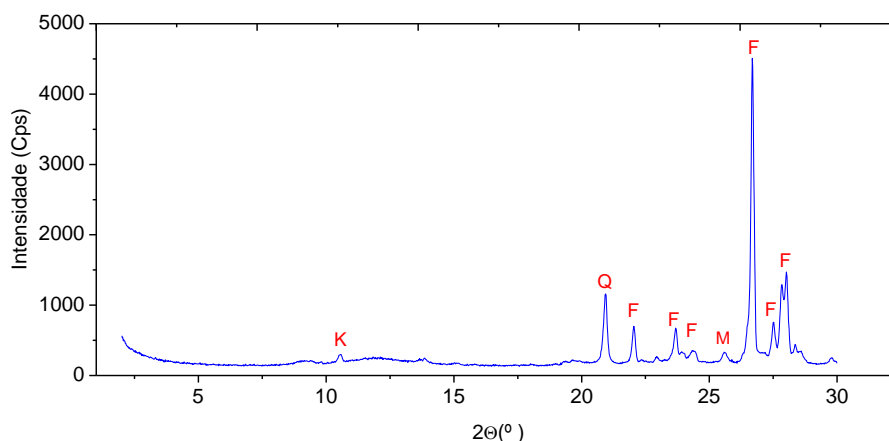


Figura 6. Difratograma para amostra cerâmica do sítio Curituba

A temperatura de queima da cerâmica pode ser determinada pela presença ou não de determinados minerais, tendo em vista as diversas transições das fases cristalográficas assumidas por estes minerais em função da temperatura. Por exemplo, a presença de caulinita indica que a cerâmica teve uma temperatura de queima inferior a 550 °C (Moropoulou et al., 1995). Logo, a ausência do pico da caulinita em vários fragmentos indica que a temperatura de queima da cerâmica em Xingó, na maioria das vezes, ultrapassou 550 °C.

Todavia, as presenças dos picos da caulinita em alguns difratogramas obtidos indicam que estes artefatos cerâmicos foram queimados em temperatura inferior a 550 °C. Estes fragmentos, onde se identificou caulinita, são amostras que apresentam bastante fragilidade quando sujeitos aos esforços mecânicos. Este comportamento é característico de objetos que sofreram uma queima incompleta, em atmosfera parcialmente oxidante. As observações da seção transversal destes fragmentos mostram variações cromáticas bastante acentuadas, as quais reforçam as afirmações anteriores. Esta condição de queima, de uma forma geral, é encontrada em queimas processadas em fogueira a céu aberto. O resultado apresentado aqui foi similar ao encontrado por Santos et al (2009) para cerâmicas da mesma região, analisadas por técnicas de análise térmica.

CONCLUSÕES

Os resultados dos estudos da mineralogia dos vestígios cerâmicos mostraram que as cerâmicas de Xingó apresentam, qualitativamente, composições similares, onde os principais constituintes são quartzo, feldspato, mica, traços de outros minerais e em alguns casos caulinita. Uma vez que a matéria-prima encontrada na área apresenta bastante quantidade de antiplásticos, encontrou-se que não foram adicionados pelos ceramistas durante a confecção dos utensílios cerâmicos, sendo, portanto, de ocorrência natural. A queima da cerâmica, provavelmente, se processou à temperatura um pouco superior a 550 °C. Diversos fragmentos dos sítios São José e Justino, associados aos enterramentos, apresentaram o pico da caulinita, indicando que a queima foi incompleta e abaixo de 550 °C. Assim, esse trabalho contribui para conhecimento da tecnologia de fabricação de cerâmica em Xingó no passado muito remoto,

dessa forma, fornecendo contribuições significativas para esclarecimento das questões referentes à dinâmica de ocupação da região do baixo São Francisco no passado.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq pela concessão de bolsas de estudos a autores desse trabalho.

REFERÊNCIAS

1. FROST, R. L.; VASSALLO, A. M. The dehydroxylation of the kaolinite clay minerals using infrared emission spectroscopy. *Clays and Clay Minerals*, 44 (5), 635 – 651, 1996.
2. GUIDON, N.; SALVIA, E.S.L.; MARANCA, S.; WATANABE, S.; AYTA, W.E.F. Some evidence of date of first humans to arrive in Brazil. *Journal of Archaeological Science*, 29, 1 – 6, 2002.
3. LUNA, S. C. A. As pesquisas arqueológicas sobre cerâmica no Nordeste do Brasil. *Revista Canindé*, 8, 167 – 207, 2006.
4. LUNA, S. C. A. As Populações Ceramistas Pré – Históricas no Baixo São Francisco. Recife, 2001. Tese de Doutorado, Departamento de História – Universidade Federal de Pernambuco.
5. LUNA, S.C.A. Os grupos pré-históricos do Baixo São Francisco. *CLIO – Série Arqueológica*, 2, 4 – 41, 2005.
6. MARTIN, G. As pinturas rupestres do Sítio Alcobaça, Buíque, no contexto da Tradição Agreste. *CLIO – Série Arqueológica*, 18, 27 -50, 2005.
7. RICE, P. M. *Pottery Analysis: a Sourcebook*. University of Chicago Press, Chicago, pp 90 – 93, 1987.
8. SANTOS, J. O., MUNITA, C. S. *Estudos Arqueométricos de Sítios Arqueológicos do Baixo São Francisco*. 1. ed. São Cristóvão: Publicação do Museu de Arqueologia de Xingó, 2007.
9. SANTOS, J.O, MUNITA, C.S., TOYOTA, R. G., VERGNE, C., SILVA, R. S., OLIVEIRA, P. M. S. The archaeometry study of chemical and mineralogical composition of pottery from Brazil's Northeast. *Journal of Radionalytical and Nuclear Chemistry*, 281(2), 189-192, 2009.
10. SCHORTMAN, E. M., URBAN, P. A. Modeling the roles of craft production in ancient political economies. *Journal of Archaeological Research*, 12 (2) 185 – 226, 2004.
11. VELDE, B., DRUC, I. C. *Archaeological Ceramic Materials: Origin and Utilization*. Berlin: Springer, 1999.
12. VERGNE, C. *Arqueologia do Baixo São Francisco: estruturas funerárias do Sítio Justino – região de Xingó, Canindé do São Francisco, Sergipe*. São Paulo, 2004. Tese de doutorado, Museu de Arqueologia e Etnologia – Universidade de São Paulo.
13. VERGNE, M.C.S. *Relatório Final do Projeto de Salvamento Arqueológico de Xingó*. São Cristóvão, Universidade Federal de Sergipe/CHESF, 1998. (PAX)

14. VERGNE, M.C.S., CARVALHO, O.A., QUEIROZ, A.N. Estruturas funerárias do Sítio Justino:distribuição no espaço e no tempo. Revista Canindé, 4, 251 – 273, 2002.
15. HAUSLER, W. Firing of clays studied by X-ray Diffraction and Mossbauer spectroscopy. Hyperfine Interactions, 154, 121 – 141, 2004.
16. ALBERS, A. P. F., MELCHIADES, F. G., MACHADO, R. BALDO, J. B. BOSCHI, A. O. Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios-x. Cerâmica, 48(305), 34 – 37, 2002.
17. MOROPOULOU, A., BAKOLAS, A., BISBIKOU, K. Characterization of ancient, Byzantine and later historic mortars by thermal and X-ray-diffraction techniques. Thermochemica Acta, 269-270, 779-795, 1995.