

## Grupo de Estudos Arqueométricos do IPEN-CNEN/SP

Casimiro S. Munita\* e Patricia R. Carvalho\*\*

Palavras-chave:  
Cerâmicas arqueológicas  
Arqueometria  
Métodos analíticos

Resumo: Este trabalho apresenta uma breve resenha dos procedimentos analíticos, assim como, a interpretação dos dados por meio de métodos estatísticos, usados pelo Grupo de Estudos Arqueométricos do IPEN-CNEN/SP. O Grupo visa a formação de recursos humanos por meio de Dissertações de Mestrado, Teses de Doutorado, Pós-Doutorado e alunos de Iniciação Científica. Os trabalhos são realizados em colaboração com arqueólogos e geólogos de diferentes regiões nacionais e internacionais.

Mots-clés :  
Archaeological ceramics  
Archaeometry  
Analytical methods

Résumé : This paper presents a brief summary of the analytical procedures and the interpretation of data by means of several statistical methods used by the Archaeometric Study Group at IPEN-CNEN/SP. The aim of the Group is to form specialists in archaeometric studies by means of students of MSc, PhD, Post-PhD and undergraduate students. The works are performed in collaboration with archaeologists and geologists from different national and international regions.

Recebido em 5 de março de 2015. Aprovado em 9 de março de 2015.

### Introdução

A partir do século XX surge o interesse em abordar de forma interdisciplinar o estudo dos objetos arqueológicos, envolvendo historiadores de arte, curadores, físicos e químicos. Um dos maiores incentivadores foi Edward W. Forbes, formando o *Department for Conservation and Technical Research at the Fogg Art Museum* na Universidade de Harvard, que a partir de 1994 passou a se chamar *Straus Center for Conservation and Technical Studies*. Os trabalhos realizados são pioneiros na aplicação de sofisticados métodos de análises em diferentes tipos de objetos de arte e históricos, estudando questões relacionadas à procedência das produções artísticas (BEWER, 1998).

O grande salto da interdisciplinaridade entre a química, física, matemática, estatística e arqueologia,

foi a partir de 1958 com o surgimento da revista *Archaeometry* na Universidade de Oxford, Londres. Esta revista se edita até os dias atuais, e é a partir da mesma, que surge a palavra arqueometria, como um novo ramo científico que une as ciências exatas à arqueologia nos estudos de objetos antigos.

A análise físico-química de objetos arqueológicos proporciona informação sobre centro de produção, identificação de rotas de comércio, matéria-prima, troca de objetos, mobilidade dos povos antigos, autenticidade dos objetos, identificação de fraudes, tráfico ilícito de objetos arqueológicos, idade das amostras e tecnologia empregada na sua produção (AINSWORTH, 2005).

O estudo de amostras arqueológicas, como os fragmentos cerâmicos, é importante em arqueologia porque por meio desses materiais é possível reconstruir a pré-história humana, especialmente para o

\*Graduação em Química pela Facultad de Ciencias Universidad de Chile (1973), Graduação em Bacharel em Química pela Faculdade Oswaldo Cruz (1978), Mestrado em Química Analítica pela Universidade de São Paulo (USP/SP) (1978), Doutorado em Tecnologia Nuclear pela Universidade de São Paulo, SP, (1983), Pós-Doutorado em Tecnologia Nuclear em Suíça (1988) e Bélgica (1991). Professor Titular da Universidade de São Paulo na área de Tecnologia Nuclear (IPEN-CNEN/SP-USP) e Professor Titular do Museu de Arqueologia e Etnologia da USP (MAE-USP). Pesquisador Titular III da Comissão Nacional de Energia Nuclear (IPEN-CNEN/SP) e Consultor e perito da Agência Internacional de Energia Atômica. Possui experiência na área de Química, com ênfase em análise de traços e química ambiental, atuando principalmente nos seguintes temas: radio-química e análise por ativação, análise de elementos traços, uso de traçadores radioativos, análise de cerâmica arqueológica e argilas. Interpretação de resultados por meio de métodos estatísticos avançados.

\*\*Aluna de graduação em Química da Universidade de São Paulo (IQ-USP/SP). Aluna de Iniciação Científica da Comissão Nacional de Energia Nuclear (IPEN-CNEN/SP). Tem experiência na área de Química, com ênfase em análise de traços e química ambiental, atuando principalmente nos seguintes temas: radio-química e análise por ativação, análise de elementos traços, análise de cerâmica arqueológica e argilas. Interpretação de resultados por meio de métodos estatísticos avançados.

estabelecimento das relações sociais e culturais entre as comunidades. Por serem duráveis e, conseqüentemente, resistentes às variações climáticas são os objetos mais encontrados e estudados. Por isso, o objetivo do Grupo de Estudos Arqueométricos do IPEN-CNEN/SP, desde 2005, é determinar, por meio de métodos analíticos nucleares e não nucleares, a concentração de elementos maiores e ao nível de traço, presentes em artefatos arqueológicos de várias fases culturais (HAZENFRATZ, *et al.*, 2012). Esses estudos se concretizam mediante a formação de recursos humanos, através de Dissertações de Mestrado, Teses de Doutorado, Pós-Doutorado e alunos de Iniciação Científica.

Para isso, o Grupo tem trabalhado em colaboração com geólogos e arqueólogos de Museus, Universidades e/ou Institutos de Pesquisas de diversos estados (São Paulo, Sergipe, Minas Gerais, Pernambuco, Mato Grosso do Sul e Amazonas), os que disponibilizam, principalmente, amostras de cerâmica e argila. No âmbito internacional, tem-se trabalhado com pesquisadores de Universidades do Peru e Equador.

## Estudo de fragmentos cerâmicos

A matéria prima constituinte das cerâmicas é complexa e inclui uma variedade de minerais tais como areia, minerais ígneos, grãos calcários rochas sedimentares, etc. (REDMOUNT; MORGENSTEIN, 1996). As cerâmicas do ponto de vista geológico são formadas a partir de rochas sedimentares, cujo principal componente é a argila, isto é, silicatos de alumínio de composição indefinida. Os principais componentes da argila são  $Al_2O_3$  e  $SiO_2$ , que se encontram presentes em quantidades maiores do que 10 %. As impurezas, tais como os óxidos de Na, Mg, K, Ca, Ti e Fe se encontram em concentrações que variam de 0,1 a 5 % (GLASCOCK, 1992, p. 11). As rochas e os minerais têm composição química que não se altera, mas a proporção dos compostos ou os elementos químicos nas rochas pode se alterar. Por exemplo, se por meio da análise química determinam-se as quantidades exatas de Mg e Fe que estão presentes na proporção de  $(Mg_{0,3}Fe_{0,7})_2SiO_4$ , neste caso 30 % das posições do cátion na estrutura cristalina está sendo ocupada por Mg e 70 % por Fe. Por tanto, os

elementos maiores dão uma ideia do tipo de material do qual foi feita a cerâmica. Se existe mais alumínio que silício, a cerâmica foi fabricada a partir de um mineral que apresenta uma concentração maior nesse elemento. Dois a quatro por cento de K, na forma de óxido, indica a presença de minerais de mica em grande abundância. Então, existe uma forma que pode ser usada para os elementos maiores e eles expressam o mineral que foi usado na fabricação da cerâmica (GLASCOCK, 1992, p. 11).

Por outro lado, os elementos menores indicam a variação que ocorre de uma fonte de matéria-prima para outra. Por exemplo, cerâmicas de uma mesma região, se a concentração de Fe é duas vezes maior que de outra, a fonte da matéria-prima (argila, agentes corantes, aditivos) ou método de produção são diferentes. A concentração dos elementos menores pode dar informação sobre diferença entre grupos. Com frequência, os elementos menores são diferentes conforme a fonte geológica.

Os elementos traços (menores que 0,1%) na argila, os quais têm sua presença considerada como “acidental”, são os que, normalmente, proporcionam a melhor informação em estudos arqueométricos. Esta característica torna estatisticamente improvável que a concentração de vários elementos traços em uma argila de determinada localidade coincida, quantitativamente, com a argila de outras localidades. Sendo assim, as propriedades microscópicas da cerâmica, como a composição química e mineralógica, é capaz de revelar informações seguras a respeito das comunidades antigas. Este é um dos principais motivos pelos quais pesquisadores têm usado técnicas sofisticadas para caracterizar cerâmicas.

Nas últimas décadas, houve um aumento significativo dos estudos com cerâmicas, o que permitiu compreender fatores como tecnologia e produção da cerâmica, uso dos artefatos manufaturados, assim como, seu intercâmbio cultural e/ou comercial, entre outros fenômenos sociais. Uma das maneiras de identificar e classificar essas cerâmicas, é por meio da análise dos perfis estratigráficos e das técnicas tipológicas (estudos de decoração, cor, forma, textura, etc.) (PUNYADEERA, *et al.*, 1999). Os estudos tipológicos são muito úteis quando se aplicam a objetos inteiros ou reconstruídos.

Entretanto, foi provado que são menos úteis em objetos fragmentados, nesses casos, estas variáveis, associadas aos resultados das técnicas arqueométricas, apresentam um conjunto maior de informações para os estudos de procedência, assim como, para a investigação sobre a produção dos artefatos cerâmicos. De modo geral, os principais aspectos estudados em arqueometria são: composição química, técnicas de produção e cronologia dos vestígios arqueológicos encontrados. O que confirma que a interdisciplinaridade entre as ciências exatas e humanas favorece a obtenção de resultados efetivos.

## Caracterização Elementar

Para os estudos de proveniência, a análise da composição química do material cerâmico é um parâmetro analítico de grande importância, já que as pequenas diferenças nas concentrações dos elementos presentes nas amostras distinguem as cerâmicas. Entre as diversas técnicas utilizadas para a determinação de elementos traços, o Grupo de Estudos Arqueométricos do IPEN-CNEN/SP faz uso do método de análise por ativação com nêutrons instrumental (INAA) associado à espectrometria de raios gamas de alta resolução. Esta técnica apresenta várias vantagens, como alta sensibilidade, precisão e exatidão. Além do fato da análise requerer uma pequena massa da amostra, o que é conveniente tratando-se de material arqueológico.

O método de análise por ativação com nêutrons instrumental (INAA) consiste em submeter a amostra à um fluxo de partículas ativadoras (os nêutrons), usando um reator nuclear, onde irá ocorrer a formação de isótopos radioativos por meio de reações nucleares.

Quando os nêutrons interagem com um núcleo alvo, um núcleo composto é formado em um estado excitado. O núcleo composto quase imediatamente irá de-excitar para uma configuração mais estável por meio da emissão de um ou mais raios gamas pronto característicos, com taxa de decaimento governada pela meia-vida ( $T_{1/2}$ ) própria do radioisótopo.

O método de análise por ativação com nêutrons depende da medida e das características dos raios gama para a determinação qualitativa e quantitativa dos elementos presentes nas amostras (HAZENFRATZ, *et*

*al.* 2013), para isso usam-se detectores de alta resolução que medem com precisão a energia dos raios gamas de decaimento dos elementos presentes na amostra radioativa. A radiação interage com o detector gerando pulsos, que são amplificados, coletados e armazenados pelos analisadores multicanais na forma de espectros de energia. A interpretação do espectro é feita por meio de *softwares* específicos, que localizam os picos dos raios-gama, determinam suas energias e calculam suas áreas, que é proporcional à atividade.

Para a determinação da composição química por INAA, os fragmentos cerâmicos são, inicialmente, lavados com água Milli-Q, removendo-se a superfície externa com uma escova de cerdas finas. Em seguida, são secados ao ar. A seguir, a superfície externa da cerâmica é eliminada com lima rotativa de carbeto de tungstênio, adaptada a uma furadeira com velocidade variável. Cerca de 500 mg de amostra, na forma de pó, são obtidos fazendo-se pequenos orifícios na parte interna do fragmento, evitando-se que a broca atravesse suas paredes. Esse pó, então, é seco em estufa a 104 °C por 24 horas e armazenado em dessecador (HAZENFRATZ, *et al.*, 2012).

Para a análise, cerca de 100 mg de cada amostra de cerâmica são pesados em invólucros de polietileno e selados usando-se um *selapack*. Esses invólucros são envoltos em folhas de papel alumínio. Uma série de oito amostras, juntamente com, aproximadamente, 100 mg dos materiais de referência *Standard Reference Material - NIST-SRM 1633b Constituent Elements in Coal Fly Ash e IAEA Soil-7 Trace Elements in Soil*, utilizados como padrão, são submetidas à irradiação por 8 horas no Reator IEA-R1 do IPEN-CNEN/SP, sob um fluxo de nêutrons térmicos da ordem de  $10^{12}$  n/cm<sup>2</sup>.s.

São realizadas duas medidas, sendo determinados, após sete dias de decaimento K, La, Lu, Na, Nd, Sm, U e Yb e após 25-30 dias de decaimento, Ce, Co, Cr, Cs, Eu, Fe, Hf, Rb, Sc, Ta, Tb e Th (SANTOS, *et al.*, 2009).

## Interpretação estatística dos dados

Em geral, uma vez que as amostras são analisadas por alguma das técnicas analíticas tais como fluorescência

de raio X (XRF), espectroscopia atômica com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS), análise por ativação com nêutrons instrumental (INAA), são determinados, simultaneamente, uma grande quantidade de elementos químicos, tornando impossível tratar os dados manualmente (SCARLETT; SPEAKMAN; GLASCOCK, 2007; ZHU, *et al.*, 2004). Dessa forma, se faz necessário o uso de métodos estatísticos multivariados para agrupar as amostras por sua composição química, de forma que os grupos formados tenham algum significado arqueológico e/ou geoquímico capaz de contribuir com os aspectos referentes a uma cultura pré-histórica. Para isso, o Grupo de Estudos Arqueométrico do IPEN-CNEN/SP, vêm estudando os resultados por meio de diversos métodos estatísticos tais como análise de agrupamento, análise discriminante, análise de componentes principais, redes neurais, análise de Procrustes, entre outros.

Inicialmente, o Grupo estuda a eventual presença de “outliers” que podem ser gerados por diferentes mecanismos, tais como não homogeneidade da amostra, contaminação durante a preparação da amostra, erros na medida, etc. A sua presença em uma base de dados pode conduzir a falsas interpretações (BECKMAN; COOK, 1983). Para isso, utilizam-se diversos métodos, dentre os mais adotados por pesquisadores da área e pelo Grupo, encontra-se o cálculo da distância de Mahalanobis.

A seguir, os dados são estudados por análise de conglomerados (cluster analysis), com o propósito de classificar as amostras com alta homogeneidade interna (dentro dos grupos) e alta heterogeneidade externa (entre grupos) (HAIR, *et al.*, 2005; JOLLIFE; JONES; MORGAN, 1995). Para isso, as amostras são tratadas, individualmente e, em seguida, calcula-se a distância entre elas para formação de diferentes grupos; amostra-amostra, amostra-grupo e, finalmente, grupo-grupo, sucessivamente, até a formação de um grande grupo envolvendo todas as amostras.

Por meio da análise discriminante, visa-se entender as diferenças entre os grupos e prever a probabilidade de uma amostra pertencer a um grupo em particular com base nas variáveis independentes. Isto é, a combinação linear das variáveis independentes que discriminarão melhor os grupos. A discriminação é seguida estabelecendo-se os pesos das variáveis para

maximizar a variância entre os grupos, relativa à variação dentro dos grupos (HAIR, *et al.*, 2005). A grande vantagem desta técnica em relação à técnica de conglomerado é que fornece grupos individuais mais homogêneos facilitando as observações dos grupos.

Além dessas duas análises (análise de conglomerados e análise discriminante), pode-se obter a transformação linear de um conjunto de  $p$  variáveis em um conjunto com um número menor  $k$  de variáveis não-correlacionadas, que explicam uma parcela substancial das informações do conjunto original, por meio da análise de componentes principais. O método permite a redução da dimensionalidade dos pontos representativos das amostras. Embora a informação estatística presente no conjunto total de variáveis originais  $p$  seja a mesma dos  $k$  componentes principais, é comum obter em apenas 2 ou 3 das primeiras componentes principais mais de 80% desta informação.

As redes neurais artificiais representam uma alternativa à análise multivariada, sendo uma ferramenta poderosa para modelagem de sistemas que apresentam relações não necessariamente lineares entre as variáveis. Assim como os métodos multivariados são úteis para visualização de dados de alta dimensionalidade em estruturas bi ou tri dimensionais, os mapas são constituídos por nós ou neurônios, sendo que cada um possui um vetor peso de mesma dimensionalidade que os dados. Os vetores peso representativos de cada neurônio são correlacionados, de modo que os pontos próximos na grade sejam mais similares do que os mais distantes (TOYOTA, 2009; HAZENFRATZ, 2014).

Em estudos arqueométricos, em especial na análise de amostras de cerâmicas, se faz necessário determinar elementos químicos com diferentes comportamentos geoquímicos. Além disso, para a interpretação dos resultados por métodos estatísticos multivariados, é necessário que o número de amostras analisadas seja da ordem de dois a três vezes o número de elementos. Uma vez que foi realizada a caracterização química de um sítio arqueológico ou de uma região, em virtude da grande quantidade de variáveis (elementos) determinadas, o tratamento do conjunto de resultados obtidos se torna custoso e demorado. Dessa forma é importante obter a identificação das variáveis que

realmente são importantes na caracterização, sem ter perda da estrutura dos dados. Para isso o Grupo utiliza a análise de Procrustes com o propósito de reduzir a dimensionalidade dos dados (MUNITA; BARROSO; OLIVEIRA, 2013).

## Determinação do espaço temporal

Com o propósito de estudar o espaço temporal no qual estão inseridas as amostras, o Grupo de Estudos Arqueométricos do IPEN-CNEN/SP utiliza os métodos de termoluminescência (TL) e Luminescência opticamente estimulada (LOE). Ambos os métodos baseiam-se na interação das radiações com a matéria, e fundamentam-se no fato de que as idades dos materiais a serem datados, podem ser calculadas pelas medidas dos defeitos induzidos nos materiais pelas radiações ionizantes do ambiente deposicional (SALLUN, *et al.*, 2007; AZEVEDO, 2011).

Os cristais de quartzo, presentes nas argilas das cerâmicas, ao serem expostos à radiação ionizante (partículas  $\alpha$ ,  $\beta$  e  $\gamma$ ), estarão sujeitos a fenômenos envolvendo a transferência de elétrons entre os níveis de energia das camadas eletrônicas. Os elétrons que se encontram na banda de valência adquirem energia para migrarem para a banda de condução, ocasionando a formação de uma lacuna. Os pares de elétron-lacuna podem permanecer nessa posição por milhares de anos, caso não sejam expostos a uma fonte de energia externa. É este princípio físico que torna possível a datação de materiais pela observação dos defeitos acumulados.

Quando uma energia externa é fornecida a esses cristais com defeitos acumulados, os elétrons podem se recombinar com lacunas ocorrendo a emissão de luz. Esse fenômeno de emissão de luz diferencia uma técnica da outra. Sendo a Termoluminescência (TL) o fenômeno da emissão de luz, observado em cristais iônicos, quando estes são aquecidos, e a Luminescência Opticamente Estimada (LOE), a liberação de luminescência a partir do estímulo por uma fonte de luz contínua (ROCCA, 2012).

O Grupo realiza a datação, tanto por TL quanto por LOE, pelo método de inclusão de quartzo. O método consiste, basicamente, em lixar a camada superficial das cerâmicas para remover as impurezas e eliminar a fração

da amostra que esteve exposta à luz branca. A seguir, o fragmento é cuidadosamente pulverizado em um almofariz. Posteriormente, peneira-se o pó para obter uma granulometria de 80 mesh.

Coloca-se o pó em um béquer de teflon, adiciona-se 15 mL de  $H_2O_2$  30 % v/v, no qual permanece em repouso por 3 horas, com o objetivo de eliminar toda a matéria orgânica presente na amostra. Posteriormente, lava-se com água Milli-Q a fim de retirar todo o peróxido de hidrogênio por decantação.

Em seguida, adicionam-se 15 mL de HF 10 % permanecendo em repouso por 45 min. A adição do ácido fluorídrico tem como objetivo eliminar os carbonetos presentes na amostra e retirar uma fina camada da superfície do quartzo para eliminar toda a radiação  $\alpha$  incidente.

O procedimento de enxágüe com água Milli-Q deve ser repetido até a retirada total do ácido. Na terceira etapa, adicionam-se 15 mL de HCl 10 % deixando em repouso por 1 hora. Desta forma eliminam-se os fluoretos formados pela reação do material com o HF. Por fim, lava-se, novamente, a amostra com água Milli-Q até a retirada de todo o ácido e a limpeza total da amostra. Finalmente, seca-se a amostra em estufa a 104 °C durante 30 min e, posteriormente, submete-se à separação magnética, usando ímã de Nd para remover todo material de caráter magnético presente.

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

A irradiação com radiação- $\gamma$  é realizada usando uma fonte de  $^{60}Co$ .

## Temperatura de Queima

Durante a fabricação dos objetos cerâmicos, o fornecimento de energia térmica (temperatura) altera as propriedades físicas e químicas da argila. As alterações dependem de três fatores principais: duração da queima, temperatura e atmosfera na qual o calor é transferido e depois dissipado.

O estudo da temperatura de queima é utilizado para entender como os povos antigos fabricavam os

utensílios cerâmicos, buscando dessa forma, entender a tecnologia empregada para essa finalidade, bem como sua cultura através da utilização desses artefatos.

Quando há livre circulação de ar com ampla disponibilidade de oxigênio para ligar-se aos compostos de argila, a atmosfera é denominada oxidante. Uma atmosfera pobre em oxigênio é considerada como redutora. A atmosfera afeta várias propriedades da cerâmica, especialmente a cor, a dureza, a porosidade e a contração de volume.

O Grupo determina a temperatura de queima da cerâmica por meio do método de ressonância paramagnética eletrônica (EPR), também conhecida como ressonância de spin eletrônico (ESR). A técnica de EPR trata-se de um processo físico envolvendo a medida da absorção de radiação de micro-ondas por espécies paramagnéticas, ou seja, materiais com elétrons desemparelhados (IKEYA, 1993). Esses materiais, na ausência de um campo magnético externo, apresentam spins com direções aleatórias. Na presença de campo magnético externo, os spins alinham-se na direção do campo. Podendo ter o mesmo sentido ou sentido oposto ao campo aplicado. Essas duas situações são energeticamente diferentes possibilitando a mudança de um estado para o outro, pela absorção ou perda de energia (SULLASI, 2005). A EPR é a medida da quantidade de energia necessária para inverter a direção do spin desemparelhado (ROCCA, 2012).

Para a determinação da temperatura de queima por EPR, inicialmente trituram-se os fragmentos cerâmicos em almofariz de ágata. Posteriormente, o pó é peneirado para obter grãos de forma homogênea e com granulometria de 200 mesh. Em seguida, são separadas 10 alíquotas para cada amostra. As alíquotas são transferidas para cadinhos de porcelana para queima em mufla a partir de 400 °C, em incrementos de 50 a 950 °C, por 30 min. Assim, são submetidas à EPR nove alíquotas queimadas em mufla e uma “natural” (não queimada) para cada amostra. A seleção desse intervalo deve-se ao fato de a maioria das cerâmicas arqueológicas apresentarem temperatura de queima entre 450 e 900 °C. A taxa de aquecimento é de 10 °C por min. Essa taxa é adequada para evitar efeitos cinéticos e rachaduras nas amostras (BENSIMON, *et al.*, 1998).

## Referências

- AINSWORTH, M. W. From connoisseurship to technical art history—the evolution of the interdisciplinary study art. **The Getty Conservation Institute Newsletter**, 20, 4-10, 2005.
- AZEVEDO, R. L. **Datação por Termoluminescência de cerâmicas do sítio arqueológico Aldeia do Carlos (PI)**. Dissertação Mestrado – Departamento de Energia Nuclear, Universidade Federal de Pernambuco, 2011.
- BECKMAN, R. J.; COOK, R. D. Outlier. **Technometrics**, 25, 119-163, 1983.
- BENSIMON, Y. *et al.* Electron spin resonance and dilatometric studies of ancient ceramics applied to the determination of firing temperature. **Japanese Journal of Applied Physics**, 37, 4367-4372, 1998.
- BEWER, F. **Early history of conservation and technical Studies at the Fogg Art Museum**. Disponível em: <http://www.cool.conservation-us.org/byform/mailling-lists/cdl/1998/1145.html>. Acesso em 02 Mar, 2015.
- GLASCOCK, M. D. Characterization of ceramics at MURR by INAA and multivariate statistics. In: NEFF, Hector. (Ed.). **Chemical characterization of ceramic paste in archaeology**. Monographs in World Archaeology, Phehistory Press, USA, Section 1, 1992, p. 11-26.
- HAIR JUNIOR, J. F. *et al.* **Análise Multivariada de Dados**. Bookman, Porto Alegre, 2005.
- HAZENFRATZ, R. **Nêutrons, radiação e arqueologia: estudo de caso multianalítico de cerâmicas da tradição borda incisa na Amazônia central**. Tese de Doutorado – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, 2014.
- HAZENFRATZ, R. *et al.* Comparison of INAA elemental composition data between Lago Grande and Osvaldo archaeological sites in the central Amazon: a first perspective. **Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry**, 291, 43-48, 2012.
- IKEYA, M. **New application of ESR: Dating, dosimetry and microscopy**. Scientific World, 1993.
- JOLLIFFE, I. T.; JONES, B.; MORGAN, J. T. Identifying influential observations in hierarchical cluster analysis. **Journal of Applied Statistics**, 22, 61-80, 1995.
- MUNITA, C. S.; BARROSO, L. P.; OLIVEIRA, P. M. S. Variable selection study using Procrustes analysis. **Open journal of Archeometry**, 1, 3-35, 2013.
- PUNYADEERA, C. *et al.* The use of correspondence analysis to compare major and trace elements for provenance studies of iron-age pottery from Mngeni river area, South Africa. **Journal of Trace and Microprobe Technique**, 17, 63-79, 1999.
- REDMOUNT, C.; MORGENSTEIN, M. E. Major and trace element analysis of modern Egyptian pottery. **Journal**

of **Archaeological Science**, 23, 741-762, 1996.

ROCCA, R. **Estudo dos centros luminescentes de cristais de quartzo aplicados à datação de sedimentos por Luminescência Ópticamente Estimulada**. Tese de Doutorado – Instituto de Física, Universidade de São Paulo, 2012.

SALLUN, A. *et al.* Datação absoluta de depósitos quaternários brasileiros por luminescência. **Revista Brasileira de Geociências**, 37, 402-413, 2007.

SANTOS, J. O. *et al.* The archaeometry study of the chemical and mineral composition of pottery from Brazil's Northeast. **Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry**, 281, 189-192, 2009.

SCARLETT, T. J.; SPEAKMAN, R.J.; GLASCOCK, M.D. Pottery in the Mormon economy: An historical, archaeological, and archaeometric study. **Historical Archaeology**, 41: 72-97, 2007.

SULLASI, H. S. L. **Centros de cor, centros paramagnéticos e centros de luminescência dependentes de defeitos em zircônia**. Tese de Doutorado – Instituto de Física da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

TOYOTA, R. G. **Caracterização química da cerâmica Marajoara**. Dissertação de Mestrado – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

TUDELA, D. R. G. **Caracterização físico-química de sedimentos do sítio arqueológico Lapa Grande de Taquaraçu, MG**. Dissertação Mestrado – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, 2013.

ZHU, J. *et al.* The multivariate statistical analysis and XRD analysis of pottery at Xigongqiao site. **Journal of Archaeological Science**, 31, 1685-1691, 2004.