

# Caracterização físico-química das cerâmicas arqueológicas de Cusco-Peru

Patricia Ramos Carvalho e Casimiro Sepúlveda Munita  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN

## INTRODUÇÃO

A contribuição das ciências exatas à Arqueologia é conhecida como Arqueometria. Existem vários métodos de análises aplicados a estudos Arqueométricos, XRF, ICP-MS, AAN, SEM, LIBS, etc [1]. Entre os métodos para a identificação da fonte de matéria prima usada na fabricação dos objetos, encontra-se o método de análise por ativação com nêutrons (AAN) que apresenta várias vantagens em relação aos outros métodos analíticos [2]. AAN é caracterizado por ser um método qualitativo e quantitativo e envolve dois processos: 1) irradiação da amostra, transformando os elementos estáveis em radioativos pela reação ( $n, \gamma$ ); e 2) medida da atividade induzida.

Por outro lado, a datação tem sido uma importante contribuição para a Arqueologia, uma vez que permite contextualizar o objeto dentro do espaço temporal em que foi fabricado. Existem vários métodos de datação, entre eles podem ser citados a datação por termoluminescência (TL) e luminescência opticamente estimulada (LOE) para amostras inorgânicas, incluindo fragmentos cerâmicos [3].

Neste trabalho foram analisadas 48 amostras de cerâmicas de 5 sítios arqueológicos de Cusco, Peru, por AAN, e os resultados preliminares foram apresentados no Seminário de 2013 [4]. Durante o período foram estudados 2 métodos de datação: TL e LOE.

## OBJETIVO

Caracterização química de 48 fragmentos cerâmicos de 5 sítios arqueológicos de Cusco, Peru, por AAN, TL e LOE.

## METODOLOGIA

O procedimento de AAN já foi apresentado no Seminário de 2013 [4].

Os métodos de datação por TL e LOE baseiam-se no fato que os cristais iônicos, como o quartzo, constituinte nas cerâmicas, quando aquecidos durante a queima, zeram o sinal luminescente acumulado. Para determinar a idade é necessário medir a dose acumulada,  $D_{ac}$ , e a dose anual,  $D_{an}$ . A razão  $D_{ac}/D_{an}$  fornece a idade da cerâmica.

A obtenção da idade de um material cerâmico por técnicas de TL e LOE está fortemente relacionada à preparação das amostras. Os procedimentos envolvidos são: 1) a superfície é lixada, retirando aproximadamente 1 mm; 2) trituração do fragmento em almofariz de ágata. Esse pó é peneirado, obtendo um material com granulometria entre 75 - 200  $\mu\text{m}$ ; 3) a seguir, é submetido a tratamento com  $\text{H}_2\text{O}_2$ , no qual permanece em repouso por 24 horas; 4) posteriormente, é lavado com água destilada, a fim de retirar o material orgânico. Ao resíduo, adiciona-se HF 50%, mantendo sob agitação por 1 hora para remoção da superfície dos cristais de quartzo. Em seguida, esse material é lavado com água destilada; 6) por fim, adiciona-se uma solução de HCl 6M, mantendo em repouso durante 1 hora, seguido de lavagem; 6) a amostra é separada em alíquotas, uma para a medida da emissão natural e as outras, para medida da emissão após irradiação com diferentes doses.

Cabe salientar que todo este processo é feito em uma sala semi-escura, utilizando-se apenas uma lâmpada vermelha.

O equipamento usado para emissão de TL foi um leitor automático tipo *Daybreak* modelo 1100 *Automated TL System*, fabricado por *Systems Inc.*, operando no Laboratório LACIFID do IF-USP.

As medidas de LOE foram realizadas em um leitor Riso TL/OSL DA-15 do Laboratório de Datação e Vidros da UNIFESP de Santos.

## RESULTADOS

Para obter a idade do fragmento, realizaram-se medidas da  $D_{ac}$  e da  $D_{an}$  da cerâmica.

Para calcular a  $D_{an}$  utilizaram-se as concentrações de U, Th e K, determinadas por AAN.

Para determinação da  $D_{ac}$ , por TL, foi utilizado o método da dose ativada por meio da curva de calibração que relaciona a intensidade de luz emitida pelos cristais com a dose de radiação absorvida pelos mesmos. Para a aplicação do método separou-se a amostra em várias alíquotas e submeteu-se a irradiação gama de 2, 5, 10, 15 Gy; as curvas de emissão foram obtidas com uma taxa de aquecimento de 50°C/s, desde a temperatura ambiente até 500°C.

Para calcular a  $D_{ac}$  por LOE, utilizou-se o método SAR (*single-aliquot regeneration-dose*), no qual, foi medida a LOE natural da amostra, ficando descarregada da energia acumulada desde a última vez em que foi exposta à luz (*bleached*). Em seguida, regenerou-se a LOE natural através da aplicação de diferentes doses de radiação e tratamentos térmicos. A seguir, o sinal LOE ( $L_x$ ) foi medido por meio de uma fotomultiplicadora. Mudanças de sensibilidade que ocorreram durante o processo de regeneração laboratorial da LOE foram verificadas por meio da resposta da LOE a uma dose teste ( $T_x$ ), que é constante. Assim, para a mesma dose de radiação, a razão das intensidades de cada evento foi constante. A  $D_{ac}$  foi calculada por meio da interpolação da curva  $L_x/T_x$  em função da dose.

Em ambas as técnicas, o cálculo da idade da amostra foi obtido dividindo a  $D_{ac}$  pela  $D_{an}$ . Com o propósito de estudar os métodos de datação descritos, realizaram-se testes com 4 amostras.

## CONCLUSÕES

Uma vez que o reator do IPEN-CNEN/SP esteve em manutenção desde Junho de 2013, não foi possível analisar as amostras por AAN. Entretanto, durante o período aprendeu-se, tanto a parte teórica quanto a parte experimental, para fazer análises de datação por TL e LOE, estando apta para aplicar os métodos nas amostras vinculadas ao projeto.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Jones, A., *Archaeometry*, 46, 327-338, 2004.
- [2] Munita, C., *Canindé*, 6, 159-181, 2005.
- [3] Ikeya, M., *New application of ESR: Dating, dosimetry and microscopy*, Scientific World, 1993.
- [4] Carvalho, P., XIX Seminário anual PIBIC, X Seminário anual PROBIC, III Seminário anual PIBITI, 207-208, 2013.
- [5] Aitken, M. J. *Thermoluminescence Dating*, Academic Press, 1985.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq – CNEN