



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
FACULDADE DE ENGENHARIA
Campus de Ilha Solteira

Reinaldo Massayuki Umiji

**Datação de Cerâmicas Arqueológicas do Noroeste Paulista pelo Método da
Termoluminescência**

Ilha Solteira
2014



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
FACULDADE DE ENGENHARIA

Campus de Ilha Solteira

**Datação de Cerâmicas Arqueológicas do Noroeste Paulista pelo Método da
Termoluminescência**

Reinaldo Massayuki Umiji

Prof. Dr. Keizo Yukimitu
Orientador

Dissertação apresentada à Faculdade de
Engenharia - UNESP – Campus de Ilha
Solteira, para obtenção do título de Mestre em
Ciência dos Materiais.

Área de conhecimento: Física da Matéria
Condensada

Ilha Solteira
2014

U51d Umiji, Reinaldo Massayuki.
Datação de cerâmicas arqueológicas do Noroeste Paulista pelo método da termoluminescência / Reinaldo Massayuki Umiji. -- Ilha Solteira: [s.n.], 2014
70 f. : il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira. Área de conhecimento: Física da Matéria Condensada, 2014

Orientador: Keizo Yukimitu
Inclui bibliografia

1. Termoluminescência. 2. Datação arqueológica. 3. Cerâmica.



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
CAMPUS DE ILHA SOLTEIRA
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ILHA SOLTEIRA

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO: Datação de cerâmicas arqueológicas do noroeste paulista pelo método da termoluminescência

AUTOR: REINALDO MASSAYUKI UMIJI

ORIENTADOR: Prof. Dr. KEIZO YUKIMITU

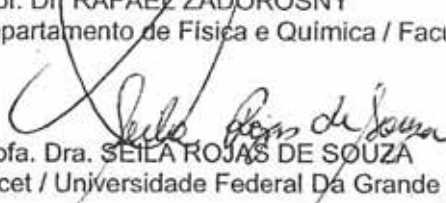
Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em Ciência dos Materiais ,
Área: FÍSICA DA MATERIA CONDENSADA, pela Comissão Examinadora:



Prof. Dr. KEIZO YUKIMITU
Departamento de Física e Química / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira



Prof. Dr. RAFAEL ZADOROSNY
Departamento de Física e Química / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira



Profa. Dra. SEILA ROJAS DE SOUZA
Facet / Universidade Federal Da Grande Dourados

Data da realização: 10 de março de 2014.

DEDICATÓRIA

Em especial dedico este trabalho á minha esposa, Cyntia G. F. Umiji, por todo amor, carinho, compreensão e incentivo constante, ao meu pai Chiroshi Umiji, por todo apoio e amizade, à minha mãe, Marta P. Umiji, pela força e confiança.

AGRADECIMENTOS

A finalização deste trabalho se deve não apenas as horas frente à tela do computador ou na sala de laboratório, mas também, aquelas compartilhadas com familiares, amigos de longa data e aqueles que se tornaram especiais com o decorrer desta empreitada.

A o Prof. Dr. Keizo Yukimitu, pela dedicação, pelo incentivo, pela motivação, humildade, ética, competência, críticas e pela amizade.

À amiga Giovana Salmazo, pela ajuda e sugestões.

À minha mãe e ao meu pai que sempre me incentivaram, apoiaram e serviram de exemplo na minha vida.

À minha esposa pelo carinho, dedicação, paciência e colaboração nessa árdua caminhada.

A CAPES pelo apoio financeiro.

Aos Professores e funcionários do Departamento de Física e Química da UNESP-Ilha Solteira que contribuíram para minha formação.

Aos amigos, colegas e ao grupo de pesquisa do qual faço parte na Pós-Graduação.

A minha nova família: Wilson, Célia, Gustavo e Leticia.

Ao Programa de Pós-Graduação da UNESP de Ilha Solteira pela oportunidade de fazer o curso de mestrado e pela grande paciência que tiveram comigo.

A Deus, pela força e serenidade nos momentos de dificuldade.

A todas as outras pessoas, que direta ou indiretamente colaboraram de alguma forma e não foram citadas.

OBRIGADO!

Resumo

A inserção das ciências físicas tem proporcionado grande contribuição aos estudos arqueológicos com as mais distintas técnicas de datação, permitindo que os mais variados tipos de materiais encontrados possam ser datados e, conseqüentemente, estabelecer a relação entre as várias culturas e a sua cronologia.

A técnica de datação por Termoluminescência considera que materiais cerâmicos apresentam na sua composição cristais termoluminescentes que, ao ficarem expostos à radiação ionizante, devido à presença dos radionuclídeos e os raios cósmicos, acumulam energia nos chamados níveis metaestáveis, e quando aquecido a intensidade termoluminescente emitida pela amostra é proporcional ao tempo que ficou exposto a radiação.

Assim, o presente estudo trata da datação absoluta de fragmentos cerâmicos provenientes dos Sítios Arqueológicos Aguinha, Célia Maria, Pernilongo, Ragil, Turvo III e Turvo V, aplicando a datação por Termoluminescência (TL). Como consequência deste estudo forneceremos subsídios para os arqueólogos estabelecerem uma cronologia para ocupações, comparando os resultados presentes com datações já realizadas.

Comparando os resultados obtidos neste trabalho, com os já realizados observamos que o fragmento do sítio Ragil, mostrou resultados que não confirma interpretação arqueológica. No entanto os demais fragmentos permitiram que os mesmos confirmassem a época de ocupação.

Palavras-chave: Termoluminescência. Cerâmica. Datação arqueológica.

Abstract

The insertion of the physical sciences has provided great contribution to archaeology with the most distinct studies dating techniques, allowing all kinds of materials can be found dated and consequently establish the relationship between cultures and their chronology.

The thermoluminescence dating technique considers that pottery materials have in their composition thermoluminescent crystals that were exposed to ionizing radiation, due to the presence of cosmic rays and radionuclides, which accumulate this energy in the so called metastable levels, and when heated thermoluminescence intensity emitted by the sample is proportional to the time that it has been exposed to the radiation.

Thus, the present study deals with the absolute dating of ceramic fragments from the Archaeological Sites Aguinha, Célia Maria, Pernilongo, Ragil, Turvo III and V, by applying dating by Thermoluminescence (TL). As a consequence, this study will provide subsidies to establish a chronology for archaeological occupations, comparing the present results with dating already performed.

Comparing the results obtained in this work, we observe that already carried the fragment Site Ragil, results showed that neither confirms archaeological interpretation. However the remaining fragments allowed even confirm the time of occupation.

Keywords: Thermoluminescence. Pottery. Dated archaeological.

Lista de Tabelas

Tabela 1- Composição Química da Argila.....	27
Tabela 2- Localização dos sítios arqueológicos e a sua idade estimada.....	42
Tabela 3- Dispersão de massa do dosador.....	49
Tabela 4- Intervalo do pico utilizado para datação TL de cada amostra.	58
Tabela 5- Doses absorvidas determinadas pelo método da dose adicional e as idades calculadas a partir das doses absorvidas.	59
Tabela 6- Doses absorvidas determinadas pelo método da dose adicional e as idades calculadas a partir das doses absorvidas.	60
Tabela 7- Doses absorvidas determinadas pelo método da dose adicional e as idades calculadas a partir das doses absorvidas.	61
Tabela 8- Doses absorvidas determinadas pelo método da dose adicional e as idades calculadas a partir das doses absorvidas.	62
Tabela 9- Doses absorvidas determinadas pelo método da dose adicional e as idades calculadas a partir das doses absorvidas.	63
Tabela 10- Doses absorvidas determinadas pelo método da dose adicional e as idades calculadas a partir das doses absorvidas.	64

Lista de Figuras

- Figura 1-** (a) Representação convencional da estrutura da banda de energia eletrônica para um material sólido na separação interatômica de equilíbrio. (b) Energia eletrônica para um agregado de átomos. 23
- Figura 2-** (a) esta figura representa a estrutura de bandas para um isolante. Neste caso, devemos observar que o gap entre a banda de valência e banda de condução é relativamente grande em relação aos semicondutores. (b) estrutura de bandas para um semiconductor (c) estrutura de bandas para um metal. Observe que há uma superposição entre as bandas de valência e condução. 24
- Figura 3-** a) Cristal Perfeito b) Cristal Real, onde surgem níveis de energia na Banda Proibida devido à ocorrência de defeitos pontuais na estrutura cristalina..... 24
- Figura 4-** a) Representação do defeito Schottky em uma rede cristalina de NaCl. Para garantir a neutralidade de carga no cristal os sítios vacantes são formados aos pares. Um com vacância catiônica e outro com aniônica. b) Representação defeito Frenkel em uma rede de Cloreto de Prata. O íon Ag^+ está no interstício rodeado por um tetraedro..... 26
- Figura 5-** a) Esquema do processo da Fluorescência onde (i) indica elétron sendo promovido a um nível excitado devido a absorção de energia (ii) transição para o estado fundamental emitindo luz. b) Esquema do processo fosforescente, onde o elétron uma vez promovido ao estado excitado decai para o nível m e novamente excitado retorna ao nível excitado e decai para o estado fundamental..... 32
- Figura 6-** O processo termoluminescente explicado através do modelo de bandas. 33
- Figura 7-** Curva de emissão termoluminescente do quartzo. Para obtenção da curva de emissão, o primeiro ciclo de aquecimento é subtraído da incandescência (segundo ciclo), obtendo-se assim a curva de emissão TL do material. 36
- Figura 8-** Relógio Luminescente mostra absorção da energia devido a radiação residual, e que quando a amostra é exposta ao aquecimento ou luz, o “relógio é zero” e começa a absorver energia novamente até a medição no laboratório..... 37
- Figura 9-** Curvas arbitrárias representando que a altura do pico cresce com a idade Arqueológica da amostra. 38
- Figura 10-** Ilustração da intensidade TL natural e de amostra que recebeu dose adicional 39
- Figura 11-** Ilustração do teste de Plateau. 40
- Figura 12-** Extrapolação da linha para determinar a Dac 41
- Figura 13-** Peneiras analíticas (a), almofariz e pistilo de porcelana (b) e Bastão de lucite utilizado como padrão para a quantidade de massa de amostra utilizada para a leitura TL e funil

utilizado para colocar a amostra na ‘panelinha’ do aparelho leitor TL (c) bastão de lucite utilizado como dosador e funil.....	44
Figura 14- O organograma mostra a sequência para preparação da amostra para datação de cerâmica utilizando o método da dose adicional.	45
Figura 15- Leitor comercial TL da marca Harshaw série 3500 do laboratório de datação arqueológica do departamento de Física e Química da UNESP de Ilha Solteira.	46
Figura 16- Princípio de funcionamento de uma válvula fotomultiplicadora.	47
Figura 17- Esquema do sistema leitor de Termoluminescência.	48
Figura 18- Curvas de emissão TL de todas as alíquotas da amostra do Sítio Aguinha.	51
Figura 19- Curvas de emissão TL de todas as alíquotas da amostra do Sítio Célia Maria.	51
Figura 20- Curvas de emissão TL de todas as alíquotas da amostra do Sítio Pernilongo.	52
Figura 21- Curvas de emissão TL de todas as alíquotas da amostra do Sítio Ragil.	52
Figura 22- Curvas de emissão TL de todas as alíquotas da amostra do Sítio Turvo III.....	53
Figura 23- Curvas de emissão TL de todas as alíquotas da amostra do Sítio Turvo V.	53
Figura 24- Teste do platô para a amostra do Sítio Aguinha. Nesta curva é traçado $TL_N / TL_i \times$ Temperatura, podemos observar que a região entre 280 – 360 °C é verificada uma constância na curva.....	54
Figura 25- Teste do platô para a amostra do Sítio Célia Maria. Nesta curva é traçado $TL_N / TL_i \times$ Temperatura, podemos observar que a região entre 315 – 390 °C é verificada uma constância na curva.....	55
Figura 26- Teste do platô para a amostra do Sítio Pernilongo. Nesta curva é traçado $TL_N / TL_i \times$ Temperatura, podemos observar que a região entre 275 – 325 °C é verificada uma constância na curva.....	55
Figura 27- Teste do platô para a amostra do Sítio Ragil. Nesta curva é traçado $TL_N / TL_i \times$ Temperatura, podemos observar que a região entre 350 – 390 °C é verificada uma constância na curva.....	56
Figura 28- Teste do platô para a amostra do Sítio Turvo III. Nesta curva é traçado $TL_N / TL_i \times$ Temperatura, podemos observar que a região entre 260 – 360 °C é verificada uma constância na curva.....	56

Figura 29- Teste do platô para a amostra do Sítio Turvo V. Nesta curva é traçado $TL_N / TL_i \times$ Temperatura, podemos observar que a região entre 300 – 380 °C é verificada uma constância na curva.....	57
Figura 30- a) Curvas de crescimento do sinal TL da amostra do Sítio Aguiinha em função da dose adicional. b) Extrapolação da curva a 320 °C ilustrando a obtenção da dose absorvida....	59
Figura 31- Curva de crescimento do sinal TL da amostra do Sítio Célia Maria em função da dose adicional. b) Extrapolação da curva a 330 °C ilustrando a obtenção da dose absorvida....	60
Figura 32- Curva de crescimento do sinal TL da amostra do Sítio Pernilongo em função da dose adicional. b) Extrapolação da curva a 300 °C ilustrando a obtenção da dose absorvida....	61
Figura 33- Curva de crescimento do sinal TL da amostra do Sítio Ragil em função da dose adicional. b) Extrapolação da curva a 370 °C ilustrando a obtenção da dose absorvida.	62
Figura 34- Curva de crescimento do sinal TL da amostra do Sítio Turvo III em função da dose adicional. b) Extrapolação da curva a 320 °C ilustrando a obtenção da dose absorvida....	63
Figura 35- Curva de crescimento do sinal TL da amostra do Sítio Turvo V em função da dose adicional. b) Extrapolação da curva a 330 °C ilustrando a obtenção da dose absorvida.	64

Sumário

Capítulo 1 - INTRODUÇÃO.....	13
1.1 ARQUEOLOGIA.....	13
1.2 MÉTODOS DE DATAÇÃO.....	14
1.2.1 <i>Datação Relativa</i>	14
1.2.2 <i>Datação Absoluta</i>	16
1.3 BREVE HISTÓRICO DA DATAÇÃO POR TERMOLUMINESCÊNCIA.....	19
1.4 OBJETIVOS DO PRESENTE TRABALHO.....	20
Capítulo 2 - FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	21
2.1 CRISTAIS.....	21
2.1.1 <i>Bandas de Energias</i>	22
2.1.2 <i>Defeitos ou Imperfeições nos Cristais</i>	25
2.2 CERÂMICAS.....	27
2.3 FÍSICA DAS RADIAÇÕES.....	28
2.3.1 <i>Interação da Radiação Ionizante com a Matéria</i>	29
2.4 LUMINESCÊNCIA.....	31
2.5 TERMOLUMINESCÊNCIA (TL).....	32
2.5.1 <i>Mecanismo de Emissão Termoluminescente</i>	33
2.5.2 <i>A Curva de Emissão Termoluminescente</i>	35
2.5.3 <i>Dosimetria de Radiação</i>	36
2.5.4 <i>Princípios da Datação por Termoluminescência</i>	37
2.6 MÉTODO DA DOSE ADICIONAL PARA DETERMINAR A DOSE ACUMULADA.....	39
2.6.1 <i>Teste de Plateau</i>	40
2.6.2 <i>Taxa Anual de Radiação</i>	41
Capítulo 3 - MATERIAIS E MÉTODOS.....	42
3.1 ORIGEM DAS AMOSTRAS.....	42
3.2 EXTRAÇÃO DO QUARTZO.....	43
3.3 FONTE DE IRRADIAÇÃO.....	45
3.4 SISTEMA DE LEITURA TL.....	46
3.5 AVALIAÇÃO DA DISPERSÃO DA MASSA DAS AMOSTRAS E O ERRO ASSOCIADO À IDADE OBTIDA.....	48
Capítulo 4 - RESULTADOS.....	50
4.1 CURVAS DE EMISSÃO TERMOLUMINESCENTE.....	50

4.2	TESTE DE PLATEAU.....	54
4.3	DETERMINAÇÃO DA DOSE ACUMULADA.....	58
	Capítulo 5 - CONCLUSÃO	65
	REFERÊNCIAS.....	66

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

1.1 ARQUEOLOGIA

Arqueologia é uma ciência social multidisciplinar que adota rotineiramente técnicas de análises fornecidas por distintos campos de investigação para responder a perguntas sobre o comportamento social e cultural do passado pré-histórico, histórico e recente a partir dos mais variados restos materiais deixados ^[1].

O local onde populações viveram antes do início de nossa civilização e deixaram vestígios de suas atividades, tais com ferramentas de pedra lascada, uma fogueira na qual assaram sua comida, uma pintura, uma sepultura e a simples marca de seus passos são chamados pelos pesquisadores de sítio arqueológico ^[2].

Em geral, os sítios arqueológicos representam registros situados num contexto espacial definido, que correspondem a um grupo de determinada cultura, o qual explorava um território, e por razões específicas (abandono de restos resistentes, ausência de perturbações erosivas e deposição rápida de sedimentos; condições estáveis de umidade), foram preservados vestígios reconhecíveis da presença e das atividades do homem ^[3].

A grande parte dos vestígios encontrados em sítios arqueológicos brasileiros indica pertencer à pré-história brasileira, que corresponde ao período que antecede a chegada dos europeus em 1500 ^[4]. Por sua vez, na cronologia mundial, tal período pertence ao período quaternário da era cenozoica, e é subdividido em duas culturas: as culturas do pleistoceno, que antecede há 12 mil anos antes do presente (AP), caracterizado pela megafauna o surgimento do homem bem como utilização de materiais líticos como ferramentas e armas. As culturas do holoceno, posteriores há 12 mil anos (AP), é caracterizada pelo fim das glaciações e pelas culturas pré-cerâmica 12 a 5 mil anos (AP) e ceramistas a partir de 5 mil anos ^[5]. O termo A.P, em Arqueologia, significa "Antes do Presente", tendo por base o ano de 1950.

Seguindo a cronologia da pré-história brasileira, a cultura pré-ceramista é caracterizada pela expansão da vegetação e uma redução da caça, de forma que, grupos de caçadores e coletores passam a se adaptar aos recursos locais. Neste período a pedra era muito utilizada para fabricar artefatos que englobam ferramentas, armas e objetos de adorno. O uso das peças líticas, predominantemente o sílex, quartzo e calcedônia, possuem múltiplas utilidades neste período tais como: cortar, raspar, furar, desbastar, moer, serrar e até enfeitar.

Diante da inexistência de artefatos cerâmicos, as culturas nessa fase são classificadas a partir da tipologia lítica^[5].

Já a cultura ceramista, como o próprio nome diz, tem como características a produção de cerâmicas para as mais diversas utilidades e formas, fator que depende da tradição indígena. Outro ponto importante é a implantação da agricultura fazendo, assim os grupos indígenas se adaptarem aos recursos locais.

Desta forma, através dos vestígios materiais deixados pelas sociedades antigas, o arqueólogo procura reconstituir seu comportamento, suas crenças e ideais e, na tentativa de reconstituir o passado da humanidade, recorrem às mais diversas áreas do conhecimento para minimizar as dificuldades e dar suporte às suas pesquisas. De tal modo as ciências físicas tem dado grande contribuição aos estudos da arqueologia, colocando à disposição as mais distintas técnicas para datar vários tipos de materiais (matéria orgânica, cerâmicas, materiais líticos, etc...), permitindo assim, que a arqueologia estabeleça a relação entre as várias culturas, bem como a sua contemporaneidade.

1.2 MÉTODOS DE DATAÇÃO

As técnicas de datação arqueológicas normalmente empregadas variam quanto aos seus alcances (idade mínima e máxima) e na natureza dos materiais a ser datar.

Métodos e equipamentos de alta sensibilidade, recentemente desenvolvidos, têm auxiliado pesquisadores na datação dos mais variados materiais descobertos, utilizando princípios da Física e Química. Atualmente existem mais de 40 métodos aplicáveis na datação de diversos tipos de materiais^[6]. A seguir será apresentado um breve resumo dos princípios de datação de alguns métodos.

1.2.1 Datação Relativa

A forma de datação pode ser relativa quando coloca eventos geológicos em ordem cronológica, sem exigir que a idade numérica específica seja atribuída, ou seja, simplesmente ordena os objetos e sítios arqueológicos em sequências cronológicas, onde a idade de cada

elemento é simplesmente ordenada por critério de mais velho, mais novo ou contemporâneo [7].

Paleomagnetismo

O paleomagnetismo, uma das técnicas de datação relativa, estuda o campo geomagnético gravado em rochas magmáticas e sedimentos. A técnica é baseada em dois fenômenos físicos, a variação secular do campo magnético da Terra e a capacidade de certos materiais registrarem uma magnetização [8].

Toda rocha contém uma pequena porcentagem de minerais magnéticos que apresentam a capacidade de adquirir magnetização, essa magnetização pode ser registrada durante o aquecimento e resfriamento de um material cerâmico ou durante a deposição de partículas magnéticas em pinturas, cimentos ou sedimentos [9]. O princípio desta datação é baseado em uma comparação da orientação adquirida por minerais magnéticos na amostra arqueológica quando conhecidas as variações do campo magnético (declinação, inclinação) de um dado local em todas as épocas.

Estratigrafia

A estratigrafia é o método mais antigo de datação relativa, este método é baseado no princípio da sobreposição de sedimentos em camadas, onde os sedimentos mais profundos são mais velhos e as camadas mais à superfície são mais novas. Seguindo este princípio, é possível conceber uma sequência cronológica para formação do solo e analisar um perfil vertical de camadas como uma linha do tempo vertical, desde que a ordem de sobreposição destas camadas não tenha sido alterada [10].

O estudo estratigráfico aplicado à arqueologia associa os objetos com a camada de sedimento em que foram encontrados, estabelecendo assim uma relação com outros objetos encontrados na mesma camada de sedimentos.

1.2.2 Datação Absoluta

A necessidade de definir marcos temporais para poder desenvolver a datação relativa, fez com que surgissem métodos de datação que alcançam uma estimativa em termos de calendário de idades, sendo assim possível determinar a diferença em tempo quantificável, conhecida como técnica de datação absoluta.

Datação por Decaimento Radioativo

A datação por decaimento radioativo é um método que determina a idade de uma amostra de material com base nas taxas de decaimento de núclídeos radioativos. O decaimento radioativo é um processo natural em que o núcleo atômico instável emite radiação α ou β . Esta radioatividade pode ser usada para a datação, já que um elemento radioativo “pai” decai em um elemento estável “filho” a uma taxa constante. A taxa de decaimento (λ) é a fração dos átomos de “pai” que se decompõem na unidade de tempo^[11].

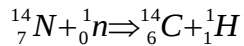
Se a quantidade de isótopos (pai) no início do decaimento é conhecida e a quantidade de isótopos (filho) no presente é conhecida, então podemos calcular a idade da substância contendo o elemento^[11]. A seguir serão apresentados alguns dos métodos de datação por decaimento radioativo.

Datação por Carbono-14

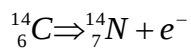
Entre os vários métodos desenvolvidos para datação absoluta, o método de datação por carbono-14 é o mais conhecido. Este método de datação proposto por W. E. Libby em 1946, o que lhe rendeu o Premio Nobel de Química em 1960 na datação de materiais orgânicos. Esta descoberta constituiu uma revolução para as técnicas de datação e o início da datação absoluta, ou seja, a determinação de uma idade aproximada para um objeto^[12].

De forma resumida, o princípio de datação arqueológica por Carbono-14 (^{14}C) é baseada na formação de ^{14}C , um elemento radioativo, que é formado devido à colisão dos raios cósmicos primários de alta energia com átomos gasosos na camada inferior da estratosfera. Em tal colisão são emitidos nêutrons que se combinam com átomos de nitrogênio

(^{14}N), produzindo o carbono-14 ^[13]. O ^{14}C combina-se com o oxigênio do ar, assim como o ^{12}C , dando como resultado o CO_2 radioativo, que se distribui pela atmosfera, através do qual animais e vegetais absorvem juntamente com o CO_2 normal pelos de mecanismos metabólicos, adquirindo o mesmo teor de ^{14}C da natureza que se mantém constante até a morte do ser vivo.



Após a morte do organismo, a troca de ^{14}C e ^{12}C é interrompida e a concentração de ^{14}C decai com meia-vida de 5.730 anos emitindo partícula β e surgindo como produto o ^{14}N e a quantidade de ^{12}C se mantém constante.



Para saber a quanto tempo a morte ocorreu basta medir quanto de ^{14}C está presente na amostra no momento em que a mesma foi encontrada. Admitindo que a concentração de ^{14}C no passado, centenas ou milhares de anos atrás, é igual àquela existente atualmente, é possível determinar o tempo decorrido desde a morte da planta ou animal ^[8]. Embora o método seja eficiente, a técnica se limita a ser aplicada em materiais com restos orgânicos e, além disso, apresenta um limite de idade relativamente pequeno quando comparado com outros métodos de datação.

Datação por Efeitos da Radiação

Elementos radioativos emitem partículas α , β e raios γ que produzem defeitos atômicos ou eletrônicos nos sólidos. Partículas radioativas causam defeitos de vacância ou de interstício ao longo de um caminho chamado “traço”. Radiações ionizantes tais como raios β e γ e até mesmo a luz produzem “excitons”, que é a formação de um par elétron - buraco, que podem se recombinar devido a grande mobilidade na rede cristalina caracterizando a luminescência, ou deslocar um átomo para o interstício ou ainda criar uma vacância em um material sólido isolante ^[12].

O princípio de datação de materiais pelos efeitos das radiações é devido à observação dos defeitos acumulados no material que podem ser detectados por técnicas físicas e, assim, aplicar na datação de diversos materiais. Alguns dos principais métodos de datação por efeitos da radiação serão comentados a seguir.

Datação por Traço de Fissão

O método de datação por traços de fissão é fundamentado na propriedade que o isótopo ^{238}U , presente em alguns minerais, tem de se fissionar, ou seja, se quebrar em duas partículas liberando um grande montante de energia cinética, e assim, criando um estreito rastro de desarranjo no retículo ao longo de sua trajetória tais como vacâncias e átomos intersticiais^[14].

Se o mineral é submetido a um ataque químico conveniente, os traços são aumentados a ponto de serem observáveis ao microscópio óptico. Após o mapeamento desses traços produz-se, artificialmente, a fissão do ^{235}U na mesma amostra e, comparando estes traços, é possível estabelecer um modelo matemático para se determinar a concentração de ^{238}U presente na amostra, e assim, determinar a idade da mesma.

Uma limitação do método é que estes traços são susceptíveis ao calor, e somente permanecerá no mineral desde que este não seja aquecido, o que levaria ao rearranjo dos átomos perturbados, eliminando os defeitos cristalinos e, portanto o apagamento do traço^[12].

Datação por Termoluminescência

O método que será utilizado neste trabalho, parte do princípio que materiais cerâmicos artesanais, objeto de estudos arqueológicos, têm como principal componente o quartzo, um cristal que exhibe o fenômeno da Termoluminescência, ou seja, um material que quando exposto à radiação ionizante, devido à presença de radionuclídeos presentes no solo e a radiação cósmica, acumula energia em níveis metaestáveis criados no cristal devido à presença de defeitos na estrutura cristalina e quando aquecido libera esta energia em forma de luz^{[13] [15] [16]}. As intensidades de luzes emitidas serão proporcionais às quantidades de estados metaestáveis criados na rede que será, por sua vez, proporcional ao tempo em que o cristal ficou submetido às radiações ionizantes, e este tempo é denominado Idade^[17]. Assim determinando a dose de radiação absorvida e sabendo a taxa de dose de radiação anual na qual o material foi exposto é possível calcular a idade da amostra pela razão da dose absorvida pela taxa de dose anual.

Datação por Luminescência Opticamente Estimulada (LOE)

Este método de datação parte do mesmo princípio da datação por Termoluminescência, porém, o sinal emitido por LOE é resultado da emissão luminescente devido à exposição de uma amostra à luz com comprimento de onda específico e não devido ao aquecimento da amostra. Em ambos os fenômenos a intensidade da emissão de luz é, em geral, proporcional à quantidade ou dose absorvida de radiação ionizante a que o material foi previamente exposto^[18].

Os sedimentos, quando transportados, sofrem fotoesvaziamento pela luz solar, sobrando somente o nível de LOE residual^[18]. Uma vez soterrado, o sedimento fica protegido da exposição ao Sol e a energia da radiação ionizante ambiental começa a acumular-se nos minerais. Desta maneira, a idade de sedimentação pode ser determinada dividindo-se a dose acumulada desde o soterramento do sedimento pela dose anual (taxa de dose) de radiação natural.

1.3 BREVE HISTÓRICO DA DATAÇÃO POR TERMOLUMINESCÊNCIA

A primeira emissão termoluminescente reconhecida cientificamente foi feita por Robert Boyle em 1663, que observou uma tênue luminescência em diamante quando aquecido, a partir deste relato a emissão TL foi utilizada apenas para identificar alguns minerais que exibiam o fenômeno luminescente quando aquecidos^[8].

A termoluminescência recebeu um impulso a partir de 1904, quando Marie Curie escreveu em sua tese que certos minerais, tais como fluorita, tornam-se luminosos quando aquecidos e sua luminosidade desaparece depois de algum tempo, conforme já havia sido observado por outros pesquisadores, mas a capacidade de se tornar novamente luminosos é restaurada pela ação da radiação, isto é, se o material for exposto novamente à radiação e posteriormente aquecido, novamente será observado o fenômeno luminescente^[19].

O aumento do uso da termoluminescência ficou evidente no final de 1940 e início de 1950 com o desenvolvimento de equipamentos como a fotomultiplicadora e o estudo do mecanismo envolvido para calcular os parâmetros da TL, realizado por Randall e Wilkins em 1945^[20], conhecido como cinética de primeira ordem^[21]. Em 1950 Farington Daniels^[15] na universidade de Wisconsin, propôs que o fenômeno da termoluminescência poderia ser

utilizado para a dosimetria de radiação, pelo fato, desses materiais quando irradiados a uma dada temperatura, exibirem uma intensidade de termoluminescência, que é proporcional com quantidade de radiação absorvida^[22].

As primeiras aplicações adequadas da TL em dosimetria, foram realizadas em 1953, com LiF para medir a radiação em teste de armas atômicas e aplicação na medicina para medir a dose interna recebida em pacientes que estavam sendo tratados com isótopos radioativos na cura do câncer^[21].

Uma vez que a relação entre a intensidade termoluminescente e a dose de radiação absorvida tinha sido estabelecido era apenas um pequeno passo para o uso da termoluminescência como um meio de determinação da idade. A aplicação da termoluminescência no campo da datação foi sugerida pela primeira vez por Daniels e colaboradores em 1953 que ofereceu a premissa de que a termoluminescência natural de rochas está diretamente relacionada com a radioatividade do urânio, tório e potássio presente no material^[16].

A descoberta do fenômeno termoluminescente em cerâmica antiga foi realizada por Grögler, Kennedy & Knopff (1960), e abriu caminho para a possibilidade de calcular a idade de materiais cerâmicos desde a sua queima^[16].

No Brasil, a inserção da Física e da Química na análise de materiais de origem arqueológica ocorreu, juntamente, com o desenvolvimento das pesquisas arqueológicas. Um dos primeiros trabalhos foi desenvolvido na década de 60, por Watanabe, realizando datações por termoluminescência de fragmentos cerâmicos de vasos e urnas funerárias, encontradas no interior do estado de São Paulo. A técnica da termoluminescência também tem contribuído com grande sucesso como ferramenta na autenticação de cerâmicas antigas.

1.4 OBJETIVOS DO PRESENTE TRABALHO

O presente trabalho tem o objetivo de determinar a idade das amostras estabelecendo uma metodologia experimental destinada à datação de fragmentos de materiais cerâmicos baseada na Técnica da Termoluminescência, usando o método da dose adicional, e assim contribuir com os arqueólogos na obtenção de subsídios para a consolidação da hipótese da ocupação indígena e determinar a tradição que este grupo pertencia.

CAPÍTULO 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Apresentação

Neste capítulo será feita uma distinção entre os vários processos de emissão de luz a partir da estrutura de materiais luminescentes, diferenciando os processos de emissão incandescente, fluorescente e fosforescente. Será apresentada uma explanação detalhada a respeito da emissão termoluminescente segundo a teoria de bandas de energia e a aplicação desta na datação arqueológica.

2.1 CRISTAIS

Materiais cristalinos podem ser classificados de acordo com a regularidade segundo a qual os átomos ou íons estão arranjados em relação uns aos outros.

Um material cristalino perfeito é aquele cujo átomo está posicionado em um arranjo repetitivo ou periódico ao longo de grandes distâncias atômicas, isto é, cada átomo ocupa a posição que deveria ocupar no arranjo periódico e não há a ausência de átomo e nem a presença de átomos que não deveriam participar do arranjo ^[23]. Entretanto, os cristais na natureza e mesmo os produzidos em laboratório, não são considerados cristais perfeitos e algumas das suas propriedades dependem da estrutura cristalina do material, que pode ser modificada devido à presença de impurezas e defeitos.

A aproximação dos íons, devido a forças eletrostáticas de atração entre cátions e ânions quando eles estão à distâncias que variam entre 10^{-9} m a 10^{-12} m ^[11], faz com que os níveis de energia permitidos, que antes eram discretos para cada átomo isolado, comecem a se sobrepor formando bandas de energia.

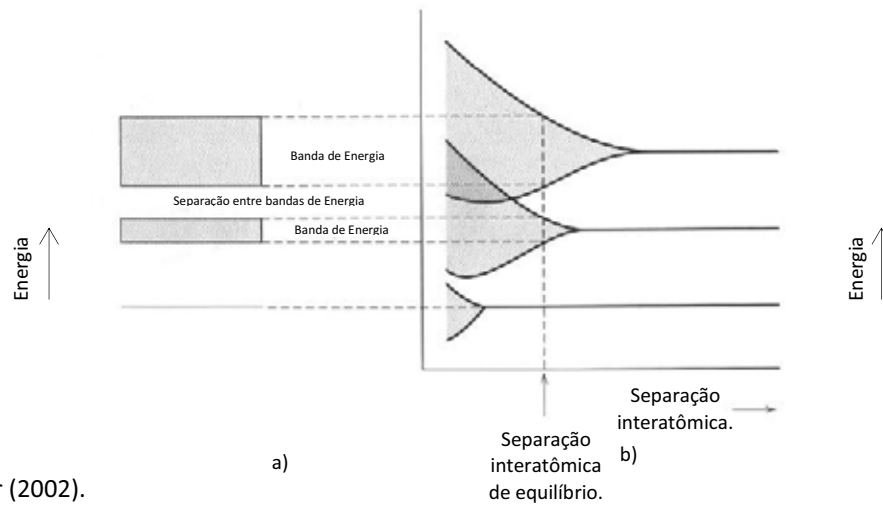
2.1.1 Bandas de Energias

Para cada átomo individual existem níveis de energia discretos designados pelos números (1, 2, 3, etc.), e nas camadas os elétrons se distribuem em subcamadas representadas pelas letras (*s*, *p*, *d* e *f*), e existem respectivamente, um, três, cinco e sete estados. Os elétrons, na maioria dos átomos, preenchem somente os estados que possuem as energias mais baixas, dois elétrons com spin opostos para cada estado, de acordo com o princípio da exclusão de Pauli. Assim, quando os átomos estão separados a uma distância relativamente grande, cada um é independente dos demais e terá níveis de energia atômica e configuração eletrônica como se estivesse isolado^[23].

Quando N átomos estão juntos para formar um sólido cristalino, as forças de interação dos elétrons de cada átomo com os elétrons dos átomos vizinhos e a interação destes com os núcleos dos átomos vizinhos são significativas. Essa influência é tal que cada estado atômico distinto pode se dividir em uma série de estados eletrônicos proximamente espaçados no sólido, para formar o que é conhecido por banda de energia eletrônica^[23].

As camadas de valência de cada átomo são as primeiras a serem perturbadas pela presença de átomos adjacentes, por isso, no espaçamento em condições de equilíbrio, pode não ocorrer a formação de bandas (Figura 1-b). Podem existir ainda espaçamentos entre as bandas adjacentes, como está indicado na Figura 1-a, e as energias que estão dentro do espaçamento entre bandas não estão disponíveis para ocupação de elétrons. A forma convencional de representar as estruturas das bandas eletrônicas nos sólidos está representada na Figura 1-a.

Figura 1- (a) Representação convencional da estrutura da banda de energia eletrônica para um material sólido na separação interatômica de equilíbrio. (b) Energia eletrônica para um agregado de átomos.

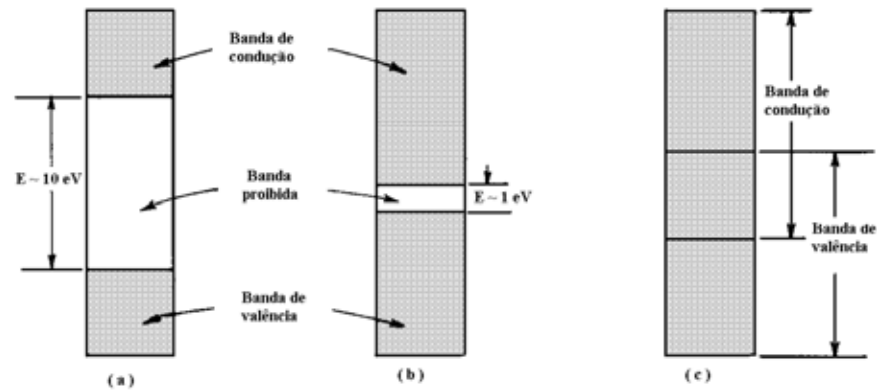


Fonte: Callister (2002).

Em 0 K podemos ter diferentes estruturas de bandas de energia. Em cristais onde existe uma banda completamente preenchida, chamada banda de valência, e uma banda completamente vazia, denominada banda de condução e as duas são separadas por uma banda proibida caracteriza-se um cristal isolante (Figura 2-a). Se uma ou mais bandas estiverem totalmente preenchidas, ou seja, se todos os estados acessíveis estiverem ocupados, não há como alterar a quantidade de movimento dos elétrons ^[24].

Materiais isolantes e semicondutores tem a mesma estrutura de banda de energia, e se distinguem pela largura da banda proibida. Para materiais isolantes a separação entre as bandas é da ordem de 10 eV, e para semicondutores a separação é da ordem de 1 eV (Figura 2-b). Para os materiais condutores estas bandas se superpõem (Figura 2-c), e podem ainda existir estados eletrônicos disponíveis acima ou adjacentes aos estados preenchidos na mesma banda. Com isso podemos observar que para haver condução eletrônica nos semicondutores e isolantes, os elétrons devem sofrer excitação por alguma forma de energia ^[23].

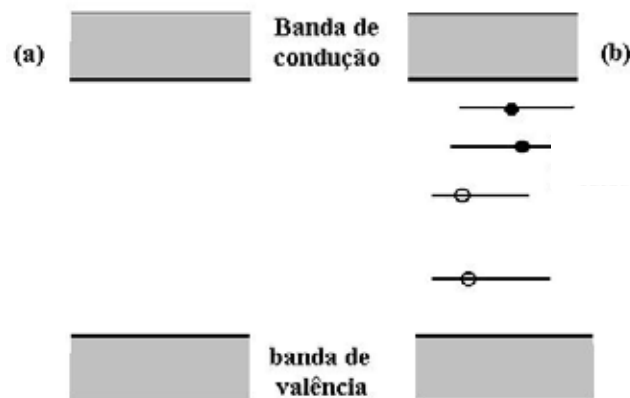
Figura 2- (a) esta figura representa a estrutura de bandas para um isolante. Neste caso, devemos observar que o gap entre a banda de valência e banda de condução é relativamente grande em relação aos semicondutores. (b) estrutura de bandas para um semiconductor (c) estrutura de bandas para um metal. Observe que há uma superposição entre as bandas de valência e condução.



Fonte: Próprio autor.

Em materiais sólidos reais, surgem níveis de energias na banda proibida, denominados níveis metaestáveis de energia, que são criados devido à presença de defeitos ou impurezas na estrutura cristalina do material (Figura 3-b).

Figura 3- a) Cristal Perfeito b) Cristal Real, onde surgem níveis de energia na Banda Proibida devido à ocorrência de defeitos pontuais na estrutura cristalina.



Fonte: Próprio autor.

2.1.2 Defeitos ou Imperfeições nos Cristais

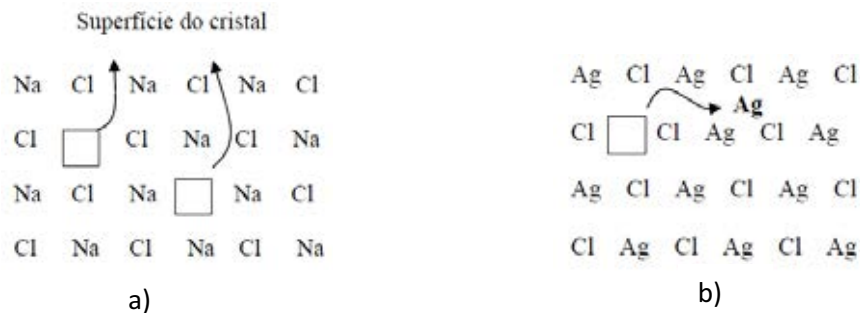
Nos sólidos cristalinos existe uma quase perfeição na estrutura cristalina, porém, devido a defeitos ou imperfeições que podem surgir no crescimento do cristal, na absorção de energia térmica ou devido à interação com radiação, em geral esta ordem de longo alcance é perturbada, “quebrada”, causando uma discrepância que pode afetar uma região envolvendo vários átomos ou diversas regiões da estrutura cristalina ^[23].

Vários tipos de defeitos podem ocorrer em um material sólido cristalino, mas vamos nos restringir ao estudo de defeitos pontuais que podem ser intrínsecos ou extrínsecos, que é o de interesse no estudo da termoluminescência.

O defeito puntual intrínseco pode ser por lacuna ou interstício. O primeiro é definido pela presença de uma lacuna que caracteriza um sitio vago na rede cristalina, o qual normalmente deveria estar ocupado no cristal perfeito e que apresenta a falta de um íon. Já defeito puntual de interstício consiste em um átomo do cristal que se encontra comprimido em um sitio intersticial, que é um pequeno espaço vazio, que em circunstâncias normais, não é ocupado. Os defeitos extrínsecos consistem em íons diferentes dos constituintes do material, também chamados de impurezas, que podem ainda ser substitucional, quando ocupa o lugar de um íon da rede cristalina, ou de interstício quando ocupa interstício ^[23]. Os defeitos nos sólidos isolantes ou semicondutores acarretam o aparecimento de níveis de energia na banda proibida denominados níveis metaestáveis.

Os principais tipos de defeitos pontuais que ocorrem em um sólido cristalino são o Schottky, caracterizado pela ausência de um átomo ou íon, ou seja, uma vacância na rede cristalina, e o defeito Frenkel, caracterizado pela presença de moléculas, átomos ou íons intersticiais (Figura 4) ^[16].

Figura 4 – a) Representação do defeito Schottky em uma rede cristalina de NaCl. Para garantir a neutralidade de carga no cristal os sítios vacantes são formados aos pares. Um com vacância catiônica e outro com aniônica. b) Representação defeito Frenkel em uma rede de Cloreto de Prata. O íon Ag^+ está no interstício rodeado por um tetraedro.



Fonte: Ikeya (1993).

Em termos gerais, para uma compreensão de como imperfeições decorrentes de impurezas ou defeitos estruturais dá origem a níveis de energia localizados, podemos usar como exemplo um cristal de haleto alcalino do tipo M^+X^- . Neste um elétron livre da banda de valência vagando pelo cristal pode tornar-se atraído pelo campo coulombiano de um sítio de ânion vago (ou seja, falta do íon X^-) e fica preso, ou seja, já não é capaz de participar na condução^[16].

A energia necessária para liberar o elétron da armadilha é menor do que a requerida para libertar um elétron de valência a partir de um íon X^- e, assim, a vaga de ânions tem associado a ela um nível de energia que se situa entre a banda de valência e a de condução. Ocorre uma situação semelhante com a falta de íons M^+ resultando em vagas de cátions e uma deficiência de carga positiva, que por sua vez resulta em uma diminuição da energia necessária para libertar um elétron de um íon X^- . Mais uma vez, um nível de energia localizado no interior do espaço vedado está associado com esta vaga^[16].

Outro exemplo é o composto M^{+2} e X^{-2} , no qual a substituição de M^{+2} por N^+ , resulta na deficiência local de carga positiva e, conseqüentemente, na diminuição da energia necessária para liberar um elétron da X^{-2} . A liberação de um elétron equivale à formação de um buraco. Da mesma forma, se substituirmos M^{+2} por R^{+3} , resulta na deficiência de carga negativa, introduzindo um nível logo abaixo da banda de condução denominado centro de elétron^[25].

Muitas das propriedades dos materiais são profundamente sensíveis a desvios da perfeição cristalina, a influência não é sempre desfavorável e, com frequência, características específicas são deliberadamente elaboradas pela introdução de quantidades ou de números controlados de defeitos particulares^[23].

Essas propriedades dependem muito dos defeitos pontuais, sempre presentes, sejam do tipo intrínseco ou do tipo extrínseco, no cristal ^[26].

2.2 CERÂMICAS

O termo “cerâmica” vem da palavra grega *keramikos*, que significa “matéria prima queimada”. Em geral são materiais inorgânicos e não metálicos, formados por ligação de elementos metálicos com elementos não-metálicos onde as ligações podem ser predominantemente iônicas ou parcialmente iônica com alguma natureza covalente ^[23].

A argila, matéria-prima na confecção de artefatos cerâmicos como louças, porcelana, tijolo, telha entre outros, se enquadra na classificação dos silicatos por ser composta basicamente por silício, oxigênio e outros minerais em menores quantidades tais como os mostrados na Tabela 1. A ligação de dois oxigênio com um silícios formam a sílica SiO_2 , forma mais simples dos silicatos, estes dois elementos podem se arranjar de diversas formas, apresentando, assim, características diferentes ao cristal.

Tabela 1- Composição Química da Argila

Compostos	Percentual em massa
SiO_2	61,46 %
Al_2O_3	19,73 %
Fe_2O_3	7,00 %
CaO	0,05 %
Na_2O	0,18 %
K_2O	2,13 %
MnO	0,08 %
TiO_2	0,91 %
MgO	0,97 %
P_2O_5	0,22 %

Fonte: Rizzatti (2012).

A célula unitária da maioria dos cristais de sílica e dos silicatos é um arranjo tetraédrico de quatro átomos de oxigênio ao redor de um átomo de silício centralizado. A

célula unitária básica de um cristal de silicato é o tetraedro $(\text{SiO}_4)^{4-}$, no qual os íons de oxigênio ocupam os vértices e o íon de silício o centro do tetraedro.

Uma orientação totalmente aleatória destas unidades resulta nas variedades amorfas do material como o quartzo, tridimita, cristobalita, coesita e stishovita. Entre os diferentes arranjos estruturais do SiO_2 o quartzo é o mineral mais comum formado ao lado de feldspatos e existe na maioria das rochas sedimentares de origens ígneas e metamórficas^[13].

2.3 FÍSICA DAS RADIAÇÕES

Em 1896 Henri Becquerel apresentou ao mundo da ciência à radioatividade nos compostos de urânio ao descobrir acidentalmente, que os cristais de sulfato de potássio urânio emitiam uma radiação invisível que podia sensibilizar uma chapa fotográfica quando esta estava protegida da luz. Após uma série de experiências, ele concluiu que a radiação emitida pelos cristais era de um novo tipo. Seguiu-se aí uma grande quantidade de pesquisas à medida que os cientistas tentavam compreender a radiação emitida pelos núcleos radioativos. O trabalho pioneiro de Rutherford mostrou que a radiação era de três tipos, que ele denominou raios alfa, beta e gama^[28].

As radiações alfa e beta surgem por processos de ajuste devido à instabilidade por excesso de nucleons (prótons e nêutrons) ou quando a razão A/Z (número de massa/número atômico) é muito grande. Em geral, elementos que contém mais que 83 prótons não apresentam núcleo estável.

Assim, os núclídeos podem ser estáveis ou instáveis. Estáveis são aqueles que preservam sua identidade de elemento químico. Instáveis são aqueles que podem sofrer um processo de desintegração espontâneo e se converter em outro núclídeo^[28].

Encontram-se, na natureza, três séries de desintegração de isótopos naturais que se iniciam com ^{238}U , ^{235}U e ^{232}Th e que por sucessivas desintegrações, isto é emissão espontânea de partículas ou energia do interior de um núcleo atômico instável, e assim sucessivamente, até que a série termine em um isótopo estável do elemento chumbo (Pb)^[28].

A natureza das radiações emitidas é característica das propriedades nucleares do núclídeo que está se desintegrando, denominado núclídeo pai e independe das condições de temperatura, pressão e estado químico da amostra. O núclídeo pai, ao se desintegrar, por emissão de partícula alfa ou beta, dá origem ao núclídeo filho.

Em alguns casos, após a desintegração do núcleo pai por emissão de radiação alfa ou beta, o núcleo filho adquire estabilidade. Em outros casos o núcleo filho é formado em um de seus estados excitados, contendo ainda algum excesso de energia. Assim para atingir o estado fundamental, emite a energia excedente sob a forma de radiação eletromagnética (fótons), denominada radiação gama^[28].

Além das radiações que são emitidas por elementos radioativos naturais, temos a contribuição das radiações cósmicas que, em geral, é constante perto do Equador, mas como as partículas componentes dos raios cósmicos são atraídas pelo campo geomagnético da Terra, a intensidade torna-se maior nos polos. Geralmente essa taxa de radiação cósmica está em torno de 0,2 até 0,3 mGy por ano^[29].

2.3.1 Interação da Radiação Ionizante com a Matéria

Sob o ponto de vista da física, as radiações, ao interagirem com um meio material, podem provocar ionização, excitação, ativação do núcleo ou emissão de radiação de frenamento^[30].

As partículas carregadas tem alto poder de ionização, apesar de curto alcance de penetração, a probabilidade de interagir no meio material com elétrons ou núcleos de átomos e moléculas é de 100%. As partículas carregadas, à medida que penetram na matéria, sofrem colisões e interações com perda de energia até que, a uma dada espessura do material, toda energia é dissipada e a partícula, portanto, para de se deslocar^[30]. Para cada tipo de partícula pode-se definir um alcance que varia de acordo com a sua energia, sua carga e a densidade do meio.

As partículas α , pelo fato de possuírem carga +2 e massa relativamente maior que as das partículas β , interagem muito intensamente com a matéria. Seu poder de ionização é muito alto, perdendo toda a energia em poucos micrometros de material sólido ou em alguns centímetros de ar. Já as partículas β , pelo fato de possuírem massa muito menor do que a das partículas α e ainda uma carga menor, apresentam poder de ionização mais baixo. Isto significa que seu poder de penetração é maior do que o das partículas α por interagir menos com a matéria^[31].

Há vários processos que caracterizam a interação (absorção ou espalhamento) da radiação γ com a matéria. Esses processos dependem essencialmente da energia da radiação e do meio material que ela atravessa. Os fótons não têm massa propriamente dita (massa de

repouso nula) e não transportam carga elétrica, portanto, produzem ionização somente indiretamente quando incidem sobre os átomos. Quando o fóton interage com a matéria, sua energia é transferida para esta por uma variedade de mecanismos alternativos, os principais modos de interação, excluindo as reações nucleares são Efeito Fotoelétrico, Efeito Compton e a Produção de Pares ^[25].

A radiação interage de diferentes modos com a matéria, tornando alguns tipos de radiação mais penetrantes do que outros. Radiações eletromagnéticas são as mais penetrantes e quanto maior a sua energia, maior é o seu alcance na matéria. Partículas carregadas, devido à sua massa e carga, interagem muito intensamente com a matéria, tornando o seu alcance pequeno quando comparado ao da radiação eletromagnética. Entretanto, para partículas idênticas, quanto maior a energia maior o seu alcance ^[32].

Em materiais cerâmicos, os processos de ionização predominantes são o Efeito Fotoelétrico, o Efeito Compton além da Produção de Pares ^[33].

Efeito Fotoelétrico consiste, basicamente, na transferência total da energia da radiação gama, a um único elétron orbital que é expelido com energia Cinética E_c , tornando-se livre para se mover no material, a Equação 1 descreve a energia cinética adquirida pelo elétron.

$$E_c = h\nu - \Phi \quad (1)$$

onde h é a constante de Planck, ν é a frequência da radiação e Φ é a energia de ligação do elétron orbital. Como E_c expressa a energia do fóton, a menos de um valor constante Φ que corresponde a energia mínima exigida para remover um elétron de sua ligação atômica, a transferência dessa energia para o material de um detector pode ser utilizada como mecanismo de identificação do fóton e respectiva energia ^[30].

O efeito fotoelétrico é predominante para baixas energias e para elemento químico de elevado número atômico e decresce rapidamente com o aumento de energia da radiação incidente ^[30].

Para energias entre (100 keV – 1 MeV) e baixo número atômico, é predominante o efeito Compton, efeito este caracterizado pela interação de um fóton com um único elétron periférico, resultando em uma transferência parcial da energia para o elétron “arrancando” de seu orbital e um fóton espalhado com energia menor que a do fóton incidente e uma mudança na direção.

Para energia superior a 1,022 Mev, ocorre a formação de par elétron – pósitron, devido à interação do fóton com o forte campo do núcleo. Nesta interação, a radiação eletromagnética desaparece ^[30].

2.4 LUMINESCÊNCIA

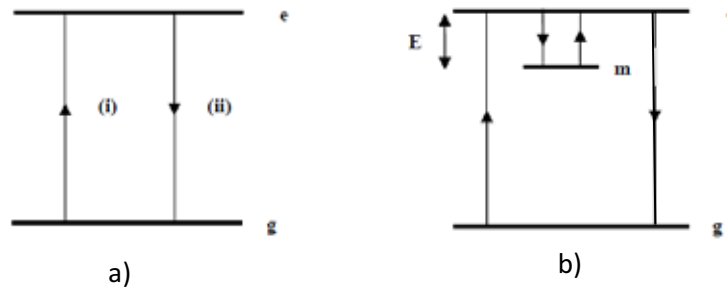
A luminescência é a emissão de luz por uma substância quando submetida a algum tipo de estímulo externo. Para isso esta substância foi exposta a algum tipo de radiação ionizante ^[16].

Quando as radiações ionizantes interagem com o material, parte de sua energia é transferida para os elétrons e emitida na forma de luz. Em geral, o fenômeno luminescente é explicado pela transferência de energia da radiação para os elétrons do sólido, e é caracterizado pelo tempo entre a absorção e emissão (T_c). A seguir será feita uma breve explicação do fenômeno.

O valor de T_c caracteriza o fenômeno fluorescente quando $T_c < 10^{-8}$ s e fosforescente quando $T_c > 10^{-8}$ s. A emissão fluorescente é considerada como se acontecesse simultaneamente com a absorção da radiação e parasse imediatamente ao cessar a radiação, ou seja, o material só emite luz enquanto está sendo estimulado (Figura 5-a). Para $T_c < 10^{-4}$ s, este fenômeno é caracterizado como fosforescência de período curto e $T_c > 10^{-4}$ s é caracterizado fosforescência de período longo, onde o atraso que o elétron tem para retornar ao estado fundamental ocorre devido ao tempo que permanece no nível m (metaestável) (Figura 5-b). A termoluminescência é um fenômeno fosforescente de longo período e o tempo entre a absorção e emissão varia de minutos a $4,6 \times 10^9$ anos ^[16].

O fenômeno luminescente não deve ser confundido com fenômeno da incandescência. Na incandescência, quando o material é submetido a estímulo térmico, ocorre o aumento da amplitude de vibração dos átomos e, em consequência disso, emitem radiação que, dependendo da temperatura, pode ser radiação térmica ou visível. O fenômeno da incandescência geralmente ocorre em altas temperaturas, e se reestabelece sempre que se esfria o material e o mesmo é aquecido, diferente da TL que necessita que o material seja exposto novamente a radiação ionizante para que a mesma se reestabeleça ^[12].

Figura 5- a) Esquema do processo da Fluorescência onde (i) indica elétron sendo promovido a um nível excitado devido a absorção de energia (ii) transição para o estado fundamental emitindo luz. b) Esquema do processo fosforescente, onde o elétron uma vez promovido ao estado excitado decai para o nível m e novamente excitado retorna ao nível excitado e decai para o estado fundamental.



Fonte: Próprio autor

2.5 – TERMOLUMINESCÊNCIA (TL)

A termoluminescência ou luminescência termicamente estimulada é um fenômeno apresentado, em geral por materiais isolantes e alguns semicondutores quando uma amostra desse material, previamente irradiada com algum tipo de raio ionizante (raios X ou gama, feixe de partículas carregadas, etc.), é aquecida, parte da energia absorvida durante a irradiação é liberada sob a forma de luz ^[12].

Vários cristais tais como quartzo, calcita, fluorita, entre outros, quando aquecidos emitem uma luminosidade denominada Termoluminescência. O fenômeno da TL é devido a elétrons livres ou buracos, presos em níveis metaestáveis de energia (armadilhas), situadas entre a banda de valência e a banda de condução de um cristal. Quando o material é aquecido, os elétrons ou buracos são liberados das armadilhas e podem se recombinar com a emissão de luz ^[12].

Para a produção termoluminescente, três ingredientes são fundamentais, primeiro o material deve ser um isolante ou semicondutor; segundo, o material deve ter absorvido energia devido à exposição à radiação e, por último, a emissão luminescente é liberada quando se aquece o material. Assim, um material termoluminescente não emitirá luz quando reaquecido após seu resfriamento, a menos que seja reexposto à radiação ^[34].

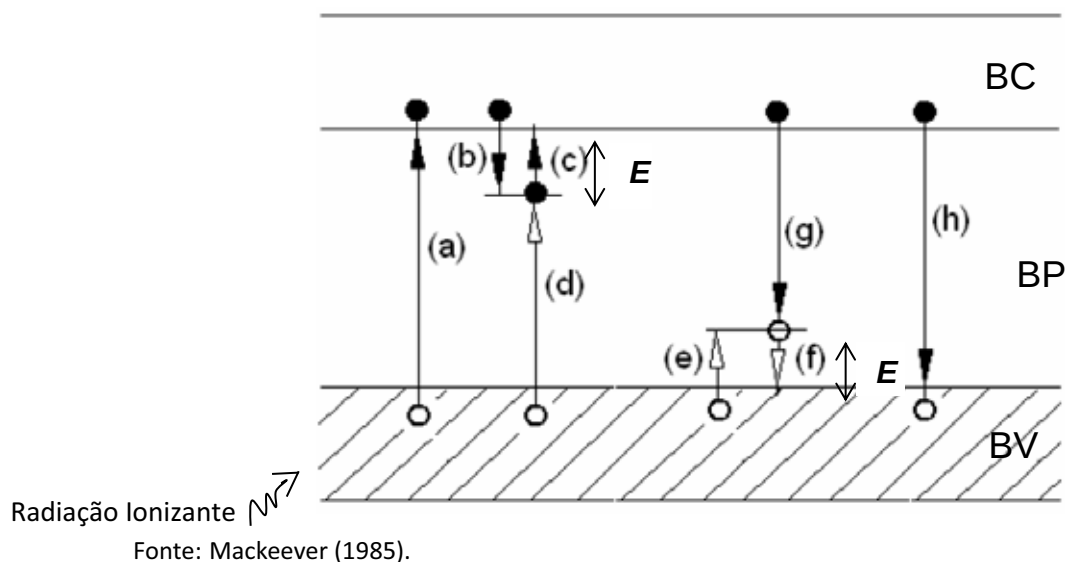
2.5.1 Mecanismo de Emissão Termoluminescente

Uma forma conveniente para se iniciar uma descrição teórica da termoluminescência é considerar a estrutura de bandas (faixas) de níveis de energia dos elétrons nos sólidos isolantes ou semicondutores ^[16].

Devido à sobreposição das camadas de valência dos átomos formadores da rede cristalina, é formada a banda de valência (BV), o próximo nível que os elétrons podem ocupar e se encontra vazia é a banda de condução (BC), este é o estado energético no qual o elétron se encontra totalmente dissociado de um núcleo específico. Entre a BV e a BC, existe um intervalo energético chamado Banda Proibida (BP) conforme descrito na Seção 2.1.1 ^[25].

Entretanto, devido a defeitos pontuais, citados na seção 2.1.2, ocorre uma quebra na periodicidade da rede cristalina e assim, os elétrons podem ocupar níveis de energia até então proibidos (armadilhas), ou seja, níveis que não existem para um material perfeitamente cristalino, chamados níveis metaestáveis. Esses níveis servem para capturar os elétrons livres e buracos que foram excitados devido à interação de radiação ionizante com o material ^[35]. A seguir será feita uma descrição fenomenológica da termoluminescência utilizando como referência a Figura 6.

Figura 6- O processo termoluminescente explicado através do modelo de bandas.



A transição (a) representa a interação da radiação ionizante promovendo elétrons da Banda de Valência para a Banda de Condução, por efeito Compton ou Efeito Fotoelétrico,

deixando para trás um buraco, onde ambos se movem livremente pelo cristal até que sejam capturados; a transição (b) e (e) representa o aprisionamento do elétron no chamado centro de elétron e aprisionamento de buraco no chamado centro de buraco, respectivamente^[16].

A estabilidade da carga armadilhada depende da profundidade da armadilha que é caracterizada pela distância E , medida em eV, a partir do fundo da banda de condução para centro de elétron e a partir da banda de valência para centro de buraco^[36].

Aquecendo o material até certa temperatura, em que a vibração térmica é suficiente para que os elétrons e buracos escapem dos centros de armadilhas, haverá difusão dos elétrons até a banda de condução ou a difusão do buraco até a banda de valência, ilustradas pelas transições (c) e (f). Uma vez liberto da armadilha, o elétron pode se recombinar com um buraco aprisionado emitindo luz como na transição (g), o mesmo pode ocorrer para os buracos, mas neste caso, a banda de valência é que recebe o buraco liberado da armadilha que caminha até encontrar o centro de elétron e se recombinarem emitindo luz conforme a transição (d). O centro onde ocorre o encontro entre o elétron e o buraco é chamado de centro de recombinação e o centro responsável pela emissão de luz chama-se centro de luminescência. Na grande maioria dos casos os centros de recombinação e luminescência são os mesmos^[19].

Os centros de armadilhas de elétron e buracos podem ser classificados como centro de recombinação dependendo da probabilidade de liberação do elétron ou buraco. Se o elétron em um determinado estado tem maior probabilidade de ser estimulado para banda de condução e se recombinar com o buraco caracterizando um centro de recombinação, o processo análogo ocorre se o buraco é liberado e recombina com o elétron no então centro de recombinação^[16].

As transições (a) e (h) são ditas transições diretas, isto é, sem que sejam aprisionadas em níveis metaestáveis na banda proibida.

Os centros de captura estão a uma profundidade E , de forma que a probabilidade, por unidade de tempo, de um elétron ou buraco escapar dos centros de captura, devido ao aquecimento, é dada pela equação do tipo Arrhenius (Equação 2):

$$p = s \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (2)$$

O termo s é o fator de frequência de vibração da carga armadilhada, que é considerado constante com ordem de grandeza da vibração da rede cristalina, que está entre 10^{12} a 10^{14} s^{-1} .

E representa a energia necessária para liberar (elétron ou buraco) da armadilha (profundidade da armadilha), K representa a constante de Boltzmann e T a temperatura absoluta. Assim se $E \gg kT_0$, com T_0 sendo a temperatura a qual o material está submetido, esse elétron permanece aprisionado por um longo período de tempo^[35].

Assim, o material quando submetido ao aquecimento emite luz termoluminescente que é proporcional à quantidade de estados metaestáveis criados na rede. A concentração desses centros de elétrons ou centros de buracos e estados metaestáveis, dentro de certos limites, cresce proporcionalmente à dose de radiação incidente e ao tempo em que o cristal ficou submetido à radiação^{[37] [16] [12]}.

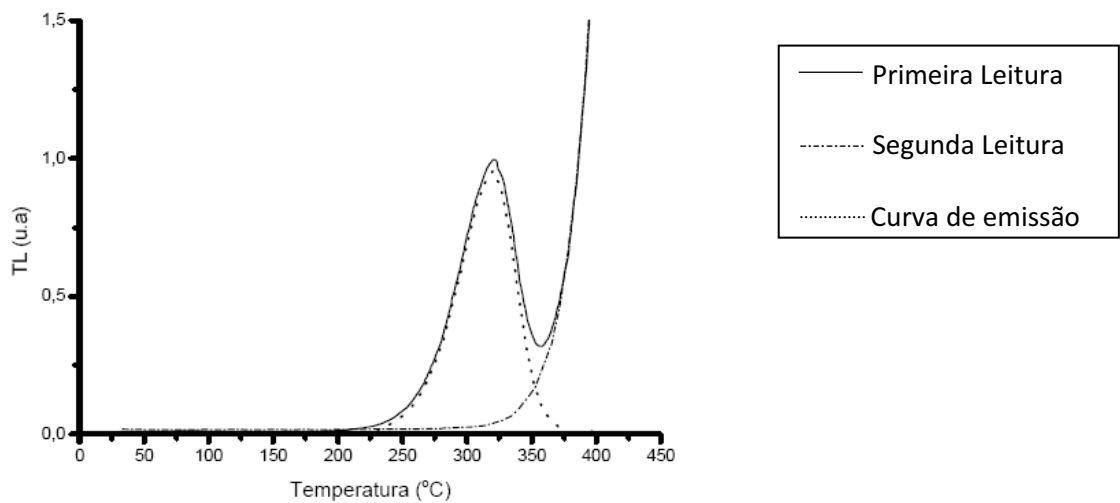
As medidas da TL são realizadas monitorando a luminescência através de uma válvula fotomultiplicadora, enquanto a temperatura da amostra é elevada. Deste monitoramento obtém-se a curva de emissão termoluminescente.

2.5.2 A Curva de Emissão Termoluminescente

A curva que se obtém, registrando o sinal TL em função do tempo ou da temperatura de aquecimento, chama-se curva de emissão.

As curvas de emissão TL (Intensidade TL x Temperatura), são caracterizadas por um crescimento inicial que acompanha o aumento da probabilidade de escape dos elétrons das armadilhas e segue até o ponto em que a concentração n de elétrons armadilhados em uma determinada temperatura começa a diminuir até atingir o valor zero, quando não há mais elétrons para serem liberados da armadilha e com ela a curva TL vai decrescendo^[35] (Figura-7).

Figura 7 - Curva de emissão termoluminescente do quartzo. Para obtenção da curva de emissão, o primeiro ciclo de aquecimento é subtraído da incandescência (segundo ciclo), obtendo-se assim a curva de emissão TL do material.



Fonte: Próprio autor.

Cada tipo de armadilha corresponde a um pico na curva de emissão, e a temperatura em que se dá o máximo do pico depende da profundidade da armadilha e da taxa de aquecimento. Assim, a altura de um pico, bem como a área abaixo de sua curva, está relacionada de modo bem definido, à dose de radiação que a amostra recebeu. Este fato constitui o princípio da dosimetria da radiação baseado no fenômeno da termoluminescência.

2.5.3 Dosimetria de Radiação

O fenômeno da termoluminescência pode ser usado para fins dosimétricos, uma vez que, o aumento da intensidade TL significa um crescimento no número de elétrons aprisionados o qual cresce com a exposição à radiação. Assim, monitorando a liberação termicamente estimulada da energia durante a fase de aquecimento, através da medida da intensidade da luminescência do material TL (em função da temperatura), pode-se estabelecer uma relação com a intensidade da irradiação a qual o material foi exposto previamente. Esta propriedade que tem os materiais TL torna-os aplicáveis à dosimetria e à datação arqueológica

[34].

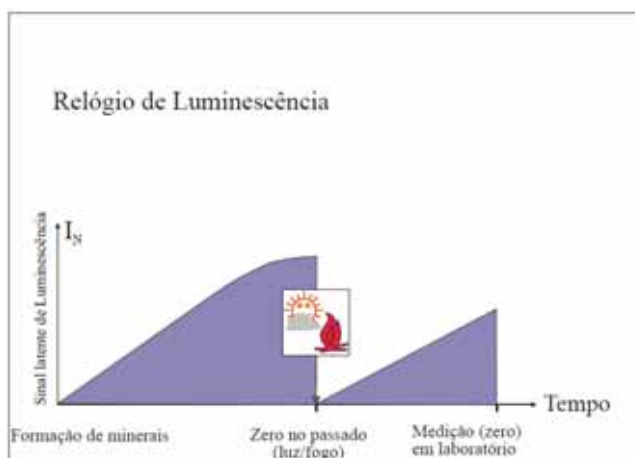
2.5.4 Princípios da Datação por Termoluminescência

Cerâmica é um material importante para os arqueólogos devido à sua capacidade em fornecer informações sobre muitos aspectos do passado, incluindo cronologia^[38].

Materiais geológicos e arqueológicos como fragmentos de cerâmicas são compostos dos minerais calcita, fluorita e quartzo, recebem radiações ionizantes (partículas α e β e radiação γ) provenientes da desintegração de isótopos radioativos naturais como ^{238}U , ^{232}Th e ^{40}K ; de seus filhos radioativos que se encontram no seu interior e nas vizinhanças e de raios cósmicos^[11]. Os radioisótopos mais importantes são: ^{40}K , ^{238}U e ^{232}Th , por terem meia-vida da ordem de 10^9 anos, o fluxo de radiação é considerado constante, assim, a intensidade termoluminescente é proporcional ao tempo a partir de seu “marco zero”^[12].

O quartzo encontrado em peças de cerâmica ou outros tipos de barro é um material termoluminescente que apresenta propriedades dosimétricas, ou seja, eles foram capazes de registrar a quantidade de radiação a que foram expostos^[39]. No caso da cerâmica, esta dose de radiação absorvida deu início a partir do seu último aquecimento, eliminando toda radiação absorvida anteriormente, caracterizando o “marco zero” do material, por esta característica, cristais de quartzo são utilizados na datação arqueológica (Figura 8)^[21]. A idade da cerâmica refere-se, portanto, ao período de tempo iniciado na queima do molde de argila até a coleta da cerâmica do sítio arqueológico^[40].

Figura 8 - Relógio Luminescente mostra a absorção da energia devida à radiação residual, quando a amostra é exposta ao aquecimento ou luz, o “relógio é zerado” e começa a absorver energia novamente até a medição no laboratório.

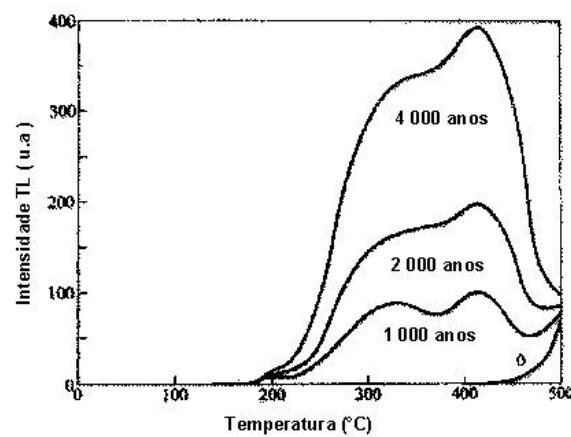


Fonte: Próprio autor.

O método da datação arqueológica por termoluminescência é um dos mais importantes métodos físicos usado na datação de materiais não orgânicos. Como já foi mencionada, a argila utilizada na confecção de artefatos cerâmicos tem como principal constituinte o quartzo, que corresponde a aproximadamente 60% em peso da crosta terrestre, e foi classificado como material termoluminescente^[41].

A idade da amostra é calculada com a razão entre a dose acumulada, isto é a quantidade de energia que absorveu devido à exposição à radiação ionizante e a taxa de dose anual, conforme estabelecido pela Equação (3)^[21].

Figura 9 - Curvas arbitrárias representando que a altura do pico cresce com a idade Arqueológica da amostra.



Fonte: Próprio autor.

A determinação da dose acumulada do material é obtida através do gráfico da intensidade TL do material versus temperatura. A intensidade da emissão TL dos grãos de quartzo, retirados de uma cerâmica, será proporcional ao tempo de exposição à radiação no local em que foi encontrado, este tempo conta a partir da sua confecção até o momento em que for medida sua TL (Figura 9)^[21].

A equação que fornece a idade do material é^[16]:

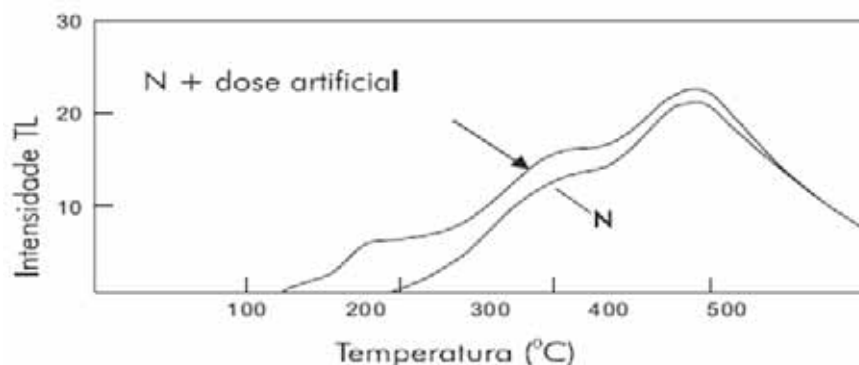
$$idade = \frac{\text{Dose acumulada}}{\text{Taxa anual de Radiação}} \quad (3)$$

O cálculo da taxa anual de radiação é feito com base nas contribuições das radiações α , β , γ e da radiação cósmica. Para este trabalho levaremos em conta somente a contribuição da radiação γ e β , pelo fato da baixa penetração da radiação α . Assim, a contribuição das radiações α será eliminada durante o lixamento das amostras e o tratamento químico ^[42].

2.6 MÉTODO DA DOSE ADICIONAL PARA DETERMINAR A DOSE ACUMULADA

O método mais utilizado para calcular a dose acumulada (D_{ac}) de cerâmicas, solos, rochas entre outras matérias a base de sílica, é o método da “dose adicional”, onde as medições são realizadas com um número de alíquotas do quartzo extraído da cerâmica. Em uma destas alíquotas é realizada a leitura da intensidade luminescente natural, nas demais alíquotas são dadas diferentes doses de laboratório conhecidas. Isso resulta em um aumento do sinal de luminescência conforme a mostra a Figura 10 ^[35].

Figura 10-Ilustração da intensidade TL natural e da amostra que recebeu dose artificial.



Fonte: Mackeever (1985).

Para avaliar a quantidade de radiação que foi absorvida pela peça cerâmica é plotado um gráfico de intensidade TL versus dose para uma determinada temperatura, obtendo-se, então, uma curva cuja extrapolação fornece uma estimativa da dose natural acumulada pela cerâmica ^[43].

Para determinar a região do gráfico onde o pico se manteve estável com o passar do tempo é realizado o Teste de Plateau que será descrito no próximo tópico.

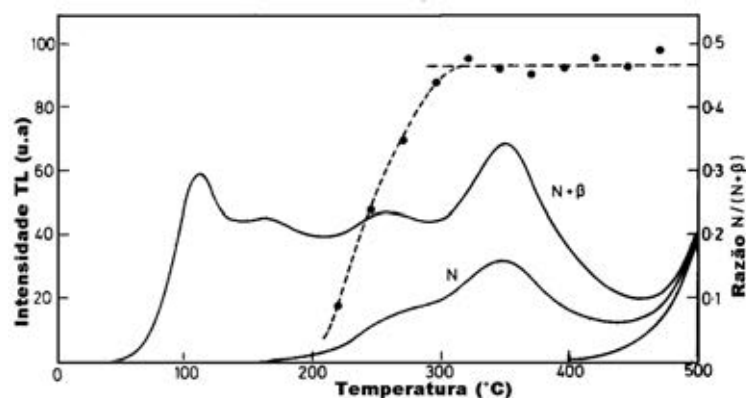
2.6.1 Teste de Plateau

Uma vez obtido os sinais TL das alíquotas irradiadas e da natural, é necessário que seja escolhido um pico no gráfico que se manteve estável com o tempo, para isso é feito o Teste de Plateau que verifica a estabilidade da emissão TL das amostras e determina a região estável da curva que se pode determinar com segurança a dose acumulada.

O teste analisa o aumento da intensidade TL da amostra com dose natural de radiação $(N)/(N + \beta)$, onde N representa o sinal da TL natural e β a dose adicional na amostra, em função da temperatura na região cuja intensidade é estável, isto é, a região que apresenta um patamar é região onde a razão $(N)/(N + \beta)$ é constante (Figura 11).

Ocorre nesta região de patamar que, à medida que a temperatura aumenta, menos elétrons escapam, pelo fato destes estarem aprisionados em armadilhas mais “profundas”. Assim, o aparecimento de um patamar indica que para temperaturas maiores que, por exemplo, 270 °C, como mostrado na Figura-11, as armadilhas são profundas o suficiente para manter os elétrons presos e que podem ser ignoradas a liberação dos portadores de cargas presos em condições normais. Devido à sua estabilidade, tal patamar pode ser usado para datação arqueológica^[44].

Figura 11- Ilustração do teste de Plateau.

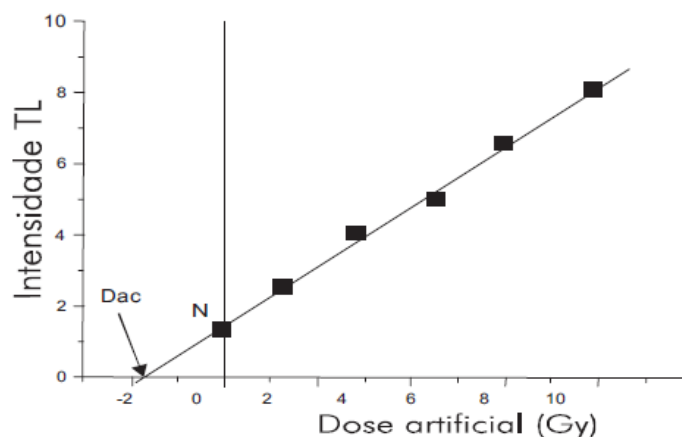


Fonte: Mackveer (1985).

Portanto, com o Teste de Plateau, a curva $(N)/(N + \beta)$ em função da temperatura considera o intervalo onde os pontos permanecem constantes e, assim, viável para datação termoluminescente. Com isso, determinada a região em que os picos se mantiveram estáveis com o tempo, escolhe-se uma temperatura nesta região para construir o gráfico intensidade TL

versus dose de radiação recebida. O prolongamento da reta obtida até o eixo x indica a quantidade de Dose acumulada (D_{ac}) ou dose absorvida do material conforme a Figura 12.

Figura 12- Extrapolação da linha para determinar a Dose Acumulada (D_{ac})



Fonte: Próprio autor.

No método que foi desenvolvido para o cálculo da D_{ac} , presume-se que a resposta de TL é a mesma em termos de irradiação, natural ou artificial. Supõe-se também que as armadilhas de elétrons e buracos são estáveis ao longo do tempo em que a cerâmica esteve enterrada^[16].

2.6.2 Taxa Anual de Radiação

A taxa anual de dose da radiação natural, ou simplesmente dose anual (D_{an}) é originada da irradiação contínua de raios cósmicos e dos radionuclídeos presentes no solo. A taxa de dose anual do local de coleta da amostra arqueológica pode ser obtida a partir das concentrações de urânio, tório e potássio do solo, ou a partir da determinação da TL acumulada em dosímetros TL enterrados no local de estudo por dois a seis meses.

A radiação natural pode variar de um local para outro, dependendo da concentração de material radioativo. Porém, a taxa de dose anual se mantém constante com o tempo pelo fato de possuir meia-vida muito longa.

O cálculo da taxa de dose anual não foi realizado neste trabalho. Foi adotado o valor médio da taxa de dose anual no Brasil, que é de 1,6 mGy/ano^[45].

CAPÍTULO 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo abordaremos os procedimentos de extração do quartzo da cerâmica, bem como apresentaremos os equipamentos e métodos utilizados na datação arqueológica dos fragmentos de cerâmica arqueológica.

3.1 ORIGEM DAS AMOSTRAS

Os fragmentos de cerâmica que serão analisados são provenientes de diversos Sítios Arqueológicos e estão listados na Tabela 2. Eles foram enviados pela Prof.^a Dra. Neide Barrocá Faccio, da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (UNESP), Campus de Presidente Prudente – SP, Departamento de Planejamento, Arquitetura e Ambiente.

Tabela 2 – Localização dos sítios arqueológicos e a sua idade estimada por datação relativa.

Sítio Arqueológico	Localização	Idade estimada pelos arqueólogos
Aguinha	Iepê - SP	700 a 1000 A.P [46]
Célia Maria	Iepê - SP	450 A.P [47]
Ragil	Iepê - SP	1668 a 1806 A.P [46]
Pernilongo	Iepê - SP	750 a 1000 A.P [46]
Turvo III e V	Pontes Gestal - SP	335 a 1524 A.P [48]

Fonte: Próprio autor.

Os Sítios Aguinha, Célia Maria, Ragil e Pernilongo estão localizados próximos ao Rio Paranapanema, uma região que concentra uma grande quantidade de sítios arqueológicos. Os Sítios Turvo III e V estão localizados próximos ao Rio Turvo, região de Cardoso e Pontes Gestal, no estado de São Paulo.

Considerando que alguns cuidados importantes foram tomados no momento da coleta do material cerâmico tais como, envolver as amostras com plástico preto para evitar a exposição à luz solar, transportar e armazenar as mesmas em locais que evite serem expostas a altas temperaturas, caso contrário, poderá apagar o sinal TL da amostra inviabilizando a datação por TL.

Vale ressaltar que a maioria dos sítios arqueológicos pesquisados se encontrava em más condições de preservação devido a ações antrópicas.

3.2 EXTRAÇÃO DO QUARTZO

Os fragmentos a serem datados neste trabalho foram coletados e colocados em sacos plásticos pretos e acondicionados de forma a proteger as amostras da luminosidade, calor e fontes de radiação.

Para este trabalho será aplicado a técnica de inclusão de quartzo sugerida por Fleming (1970, 1979) e detalhada por Aitken (1985) ^[49], que consiste em extrair grãos de quartzo de amostras naturais. Nesta técnica, a amostra passa por uma etapa mecânica, em que sofre um processo de moagem para obter grãos de aproximadamente 100 μm , seguido de uma separação magnética.

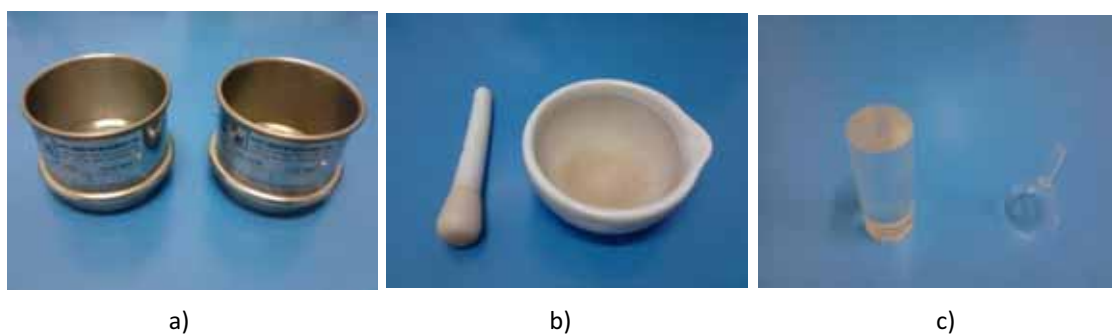
Os grãos não magnéticos passam por ataque químico com ácido fluorídrico (HF) para eliminar feldspatos remanescentes na amostra e retirar a camada superficial dos grãos de quartzo com uma profundidade suficiente para que o grão restante tenha uma componente desprezível da dose resultante de partículas alfa. Podemos, assim, ver que este método é fundamental para estudar o efeito das radiações beta e gama, já que a radiação alfa é pouco penetrante e seu efeito por este método é praticamente eliminado. Entretanto, uma longa imersão das amostras em HF pode retirar uma camada muito maior da superfície dos grãos de quartzo ou até destruir todo o cristal ^[37].

O primeiro passo para a extração do quartzo dos fragmentos encontrados, foi limpar a superfície da cerâmica usando uma escova de aço a fim de remover impurezas que estavam grudadas na superfície.

Após esta limpeza os fragmentos foram quebrados em tamanhos menores, utilizando alicate, e então pulverizado em um almofariz com um pistilo de porcelana o qual foi posteriormente, peneirado para selecionar grãos menores que 180 μm utilizando uma peneira granulométrica, seguido de uma separação magnética (Figura 13). O segundo passo foi fazer

um tratamento químico com ácido fluorídrico com objetivo de remover impurezas e a camada superficial dos grãos de quartzo a fim de eliminar o sinal TL devido à interação da radiação alfa. O tratamento químico foi realizado com ácido fluorídrico 50% por cinco minutos. Em seguida o quartzo foi lavado com água purificada e colocado para secar. Depois de secas, as amostras foram peneiradas novamente (segundo peneiramento) usando apenas a peneira de 75 μm para separar os grãos menores que tal valor.

Figura 13-Peneiras analíticas (a), almofariz e pistilo de porcelana (b) e Bastão de lucite utilizado como padrão para a quantidade de massa de amostra utilizada para a leitura TL e funil utilizado para colocar a amostra na 'panelinha' do aparelho leitor TL (c) bastão de lucite utilizado como dosador e funil.

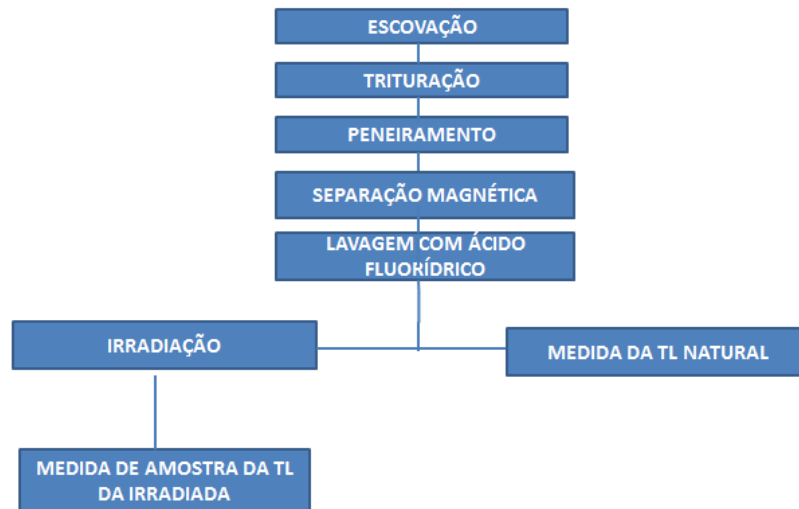


Fonte: Próprio autor.

Após selecionar os grãos que ficaram retidos na peneira de 75 μm , o material foi separado em sete alíquotas, onde uma alíquota foi utilizada para a leitura TL, para obter a curva de emissão da amostra natural, e as restantes foram enviadas para serem irradiadas com doses diferentes de radiação gama, a fim de determinar a dose absorvida pelo método da dose adicional descrito no capítulo anterior.

Todo o procedimento foi realizado em ambiente iluminado somente com lâmpada vermelha para que não alterasse o sinal da TL.

Figura 14- O organograma mostra a sequência de preparação da amostra para datação de cerâmica utilizando o método da dose adicional.



Fonte – Próprio autor.

Uma amostra a ser datada por Termoluminescência deve passar pelas seguintes etapas:

- ✓ Tratamento químico das amostras para retirar apenas os grãos de quartzo e remover a camada superficial de tais grãos para eliminar os efeitos devido à radiação alfa;
- ✓ Medida da termoluminescência natural (TL_{nat});
- ✓ Irradiação das amostras com radiação gama;
- ✓ Medida da TL das amostras irradiadas ($TL_{nat+irradiada}$);
- ✓ Determinação da Taxa de dose anual ou considerar o valor médio;
- ✓ Análise dos dados experimentais;
- ✓ Determinação da idade.

3.3 FONTE DE IRRADIAÇÃO

Para este estudo, foram selecionadas e enviadas seis porções de cada amostra para serem irradiadas com doses diferentes de radiação gama de uma fonte de ^{60}Co , simulando uma dose acumulada no objeto, como se a amostra tivesse recebido ao longo de anos em que estivesse soterrada. As doses adicionais de radiação foram 02, 05, 10, 20, 50 e 70 Gy.

3.4 SISTEMA DE LEITURA TL

As medidas de termoluminescência foram realizadas no laboratório de datação arqueológica do departamento de Física e Química da UNESP de Ilha Solteira utilizando-se um aparelho leitor TL comercial da marca Harshaw, série 3500 (Figura 15).

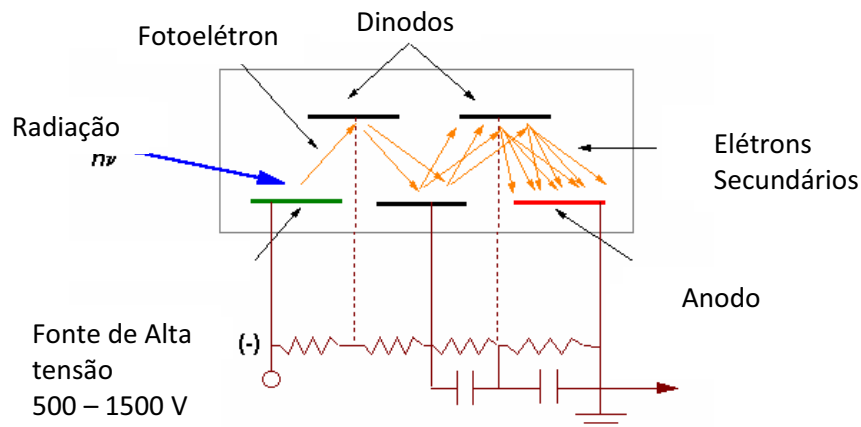
Figura 15-Leitor comercial TL da marca Harshaw série 3500 do laboratório de datação arqueológica do departamento de Física e Química da UNESP de Ilha Solteira.



Fonte: Próprio autor.

O Aparato experimental consiste de uma placa de platina onde a amostra é colocada para ser aquecida a uma taxa de aquecimento constante. O intervalo de temperatura no qual o aparelho opera é de 25 a 500°C. A taxa de aquecimento pode variar de 1 a 25°C/s.

Figura 16- Princípio de funcionamento de uma válvula fotomultiplicadora.



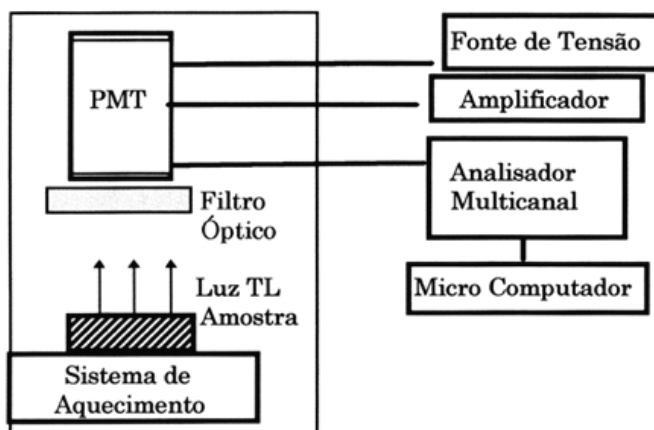
Fonte: Próprio autor.

O filtro óptico utilizado nas medidas de TL foi de 690 nm da Andover Corporation número 700FL07-50S. O intervalo de temperatura de aquecimento utilizado nas leituras do sinal de termoluminescência foi de 50 a 450 °C, a uma taxa constante de aquecimento de 5 °C/s. Os fótons coletados são transformados em corrente elétrica no tubo fotomultiplicador, amplificado e enviados para o computador^[16].

A função do tubo fotomultiplicador é captar os fótons emitidos pela amostra, quando a mesma for aquecida, convertendo em um sinal elétrico. O fóton incidente, ao atingir o fotocátodo, emite um elétron via efeito fotoelétrico. O elétron liberado sofre ação de uma diferença de potencial e é direcionado e acelerado até o primeiro dinodo. Ao ocorrer a colisão com o dinodo parte da energia do elétron é transferida para os elétrons deste, isto causa a emissão de elétrons secundários, que por sua vez, são acelerados até o próximo dinodo onde mais elétrons são produzidos. Uma cascata de elétrons é criada em direção ao anodo, onde são coletados para gerar uma corrente que pode ser amplificada e analisada (Figura-16)^[16].

O sinal enviado pela fotomultiplicadora é captado, amplificado por um eletrômetro e, então, enviado ao conversor de sinais. Finalmente o sinal convertido é enviado para um computador (Figura 17). A fotomultiplicadora opera em um intervalo de voltagem de 500 a 1500 V, com fluxo de N₂ entre ela e a amostra para evitar o sinal espúrio devido à presença de oxigênio e vapor de água durante o aquecimento da amostra.

Figura 17- Esquema do sistema leitor de Termoluminescência.



Fonte: Campos (1998).

3.5 AVALIAÇÃO DA DISPERSÃO DA MASSA DAS AMOSTRAS E O ERRO ASSOCIADO À IDADE OBTIDA.

Para cada leitura do material na forma de pó com dimensões entre 75 e 180 μm , foram utilizados, em média, 14,1 mg do material, usado como padrão de medida da quantidade de amostra um bastão de lucite com um orifício de 1,0 mm x 1,0 mm (Figura 13-c).

O estudo da variação da quantidade de massa da amostra em cada leitura é necessário, pois a quantidade de massa afeta diretamente a intensidade do sinal TL da amostra. Assim, para estimar o erro associado à variação da massa foram feitas 50 medidas da massa com uma balança analítica, utilizando o bastão de lucite. A Tabela 3 lista o valor médio e o desvio padrão da massa utilizada para cada leitura de sinal de termoluminescência.

Tabela 3 - Dispersão de massa do dosador

Medida	Massa (mg)	Medida	Massa (mg)	Medida	Massa (mg)	Medida	Massa (mg)	Medida	Massa (mg)
01	13,8	11	14,5	21	14,3	31	13,6	41	15,1
02	13,6	12	13,2	22	14,0	32	13,9	42	14,2
03	14,3	13	13,7	23	14,5	33	13,5	43	13,9
04	14,7	14	13,8	24	13,9	34	14,1	44	14,3
05	14,2	15	14,2	25	14,5	35	14,4	45	14,0
06	13,9	16	15,2	26	13,8	36	13,9	46	13,9
07	13,5	17	13,9	27	14,2	37	13,5	47	14,3
08	14,2	18	14,5	28	14,1	38	14,3	48	13,8
09	14,9	19	14,7	29	13,6	39	14,6	49	14,5
10	15,1	20	15,2	30	14,9	40	13,5	50	13,6
Média = 14,1 mg					Desvio = 0,8 mg				

Fonte: Próprio autor.

Não é possível fazer uma determinação exata da idade das amostras, e sim um intervalo de tempo que consideramos devido a erros ocorridos por conta da quantidade de massa utilizada nas leituras de termoluminescência e da taxa de dose recebida pelas cerâmicas.

O erro estimado correspondente à quantidade média de massa é de 5,6% e considerando a taxa de dose de radiação no Brasil entre 1,6 mGy/ano a 1,8 mGy/ano ^[45], o erro associado considerando o valor de 1,6 mGy/ano para calcular a idade das amostras a este valor é de 12,5 %.

Assim, o erro estimado no cálculo da idade das amostras será:

$$\text{erro} = \sqrt{(5,6)^2 + (12,5)^2} \quad (4)$$

$$\text{erro} = 13 \%$$

CAPÍTULO 4 RESULTADOS

Apresentação

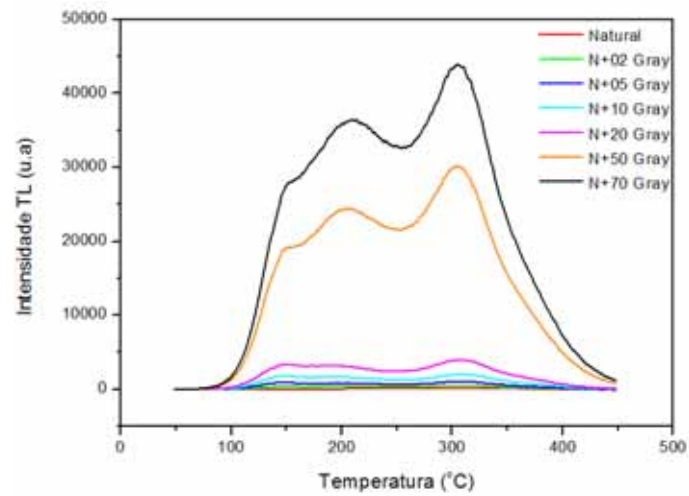
Neste capítulo apresentaremos os resultados obtidos no presente trabalho. Iniciando com a seção 4.1 onde serão apresentadas as curvas de emissão do quartzo extraído dos fragmentos de cerâmica descrito na Tabela 2. Na seção 4.2 procuraremos identificar o intervalo de temperaturas em que a curva de emissão apresenta estabilidade suficiente para a realização dos procedimentos de datação por TL. Para tal, é feito o teste de Plateau, cujo procedimento já foi descrito anteriormente. A seção 4.3 apresenta a Dose acumulada pelo quartzo devido à extrapolação das curvas intensidade TL x dose de radiação recebida e a idade calculada das amostras.

4.1 CURVAS DE EMISSÃO TERMOLUMINESCENTE

Nas Figuras 18 e 19 estão apresentadas as curvas de emissão TL obtidas de cada uma das amostras através do Método de Doses Adicionais (como citamos na seção 2.6). Para obter a curva de emissão TL foi feita uma média de cinco leituras para obter a curva do primeiro ciclo, logo após foi necessário subtrair o primeiro ciclo do segundo ciclo, que é a incandescência do material e do compartimento de amostra, obtendo, assim, somente o sinal da TL (Figura 7). Em todos os resultados desse trabalho, para as curvas de emissão apresentadas, já se efetuou a subtração da incandescência.

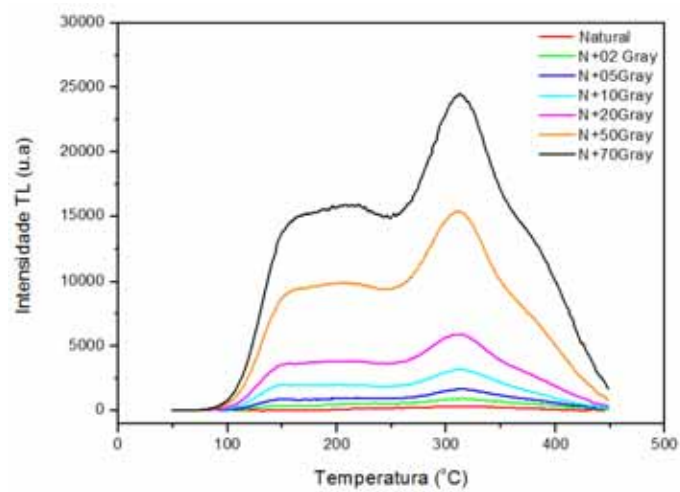
Para a leitura TL, a amostra é aquecida esvaziando, assim, as armadilhas o que resulta em uma emissão de luz devido à recombinação dos pares elétron-buraco. O tempo de vida de um elétron em uma armadilha não é infinito, e depende do tipo de armadilha. Assim, tal tempo está associado com a temperatura característica para a qual a armadilha é esvaziada. Armadilhas "rasas", com tempo de vida mais curtos, são esvaziados primeiramente (a temperaturas mais baixas) do que armadilhas "mais profundas", que ficam imunes às vibrações da rede até que uma temperatura mais elevada seja alcançada^[17].

Figura 18- Curvas de emissão TL de todas as alíquotas da amostra do Sítio Aguinha.



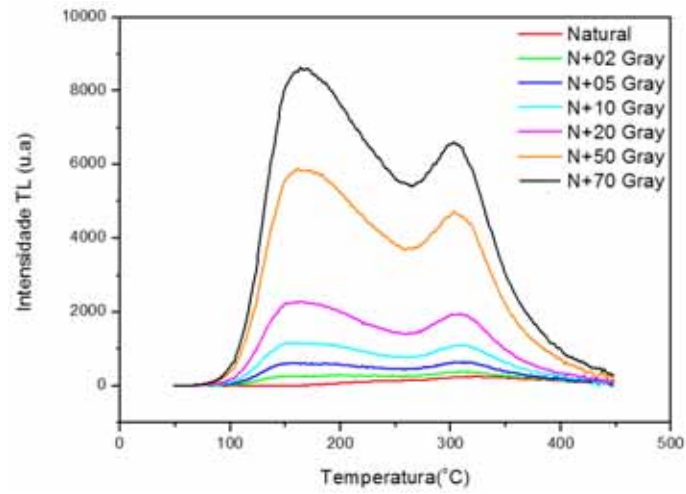
Fonte: Próprio autor.

Figura 19- Curvas de emissão TL das alíquotas da amostra do Sítio Célia Maria.



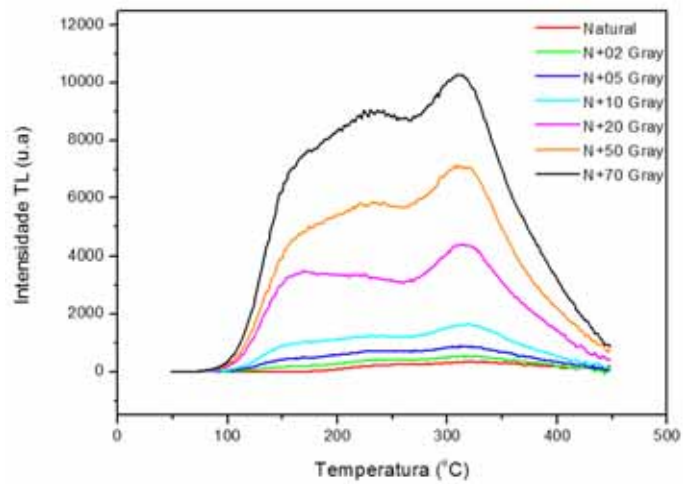
Fonte: Próprio autor.

Figura 20- Curvas de emissão TL das alíquotas da amostra do Sítio Pernilongo.



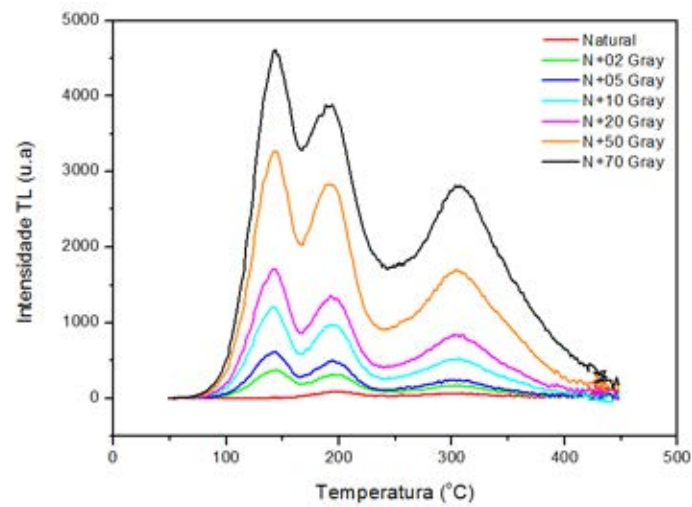
Fonte: Próprio autor.

Figura 21- Curvas de emissão TL das alíquotas da amostra do Sítio Ragil.



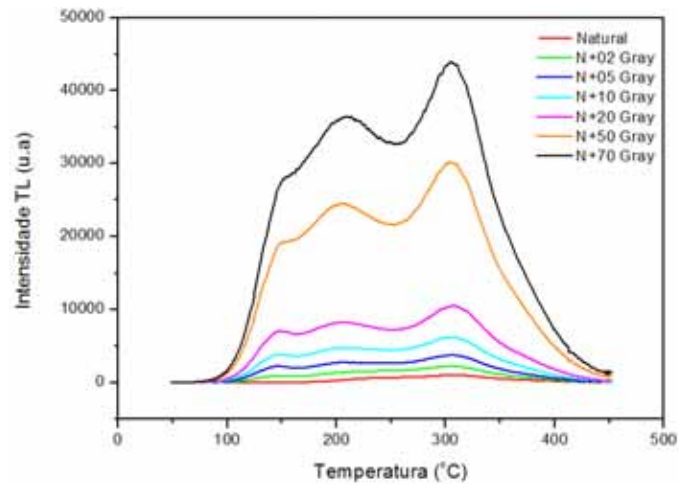
Fonte: Próprio autor.

Figura 22- Curvas de emissão TL das alíquotas da amostra do Sítio Turvo III.



Fonte: Próprio autor.

Figura 23- Curvas de emissão TL das alíquotas da amostra do Sítio Turvo V.



Fonte: Próprio autor.

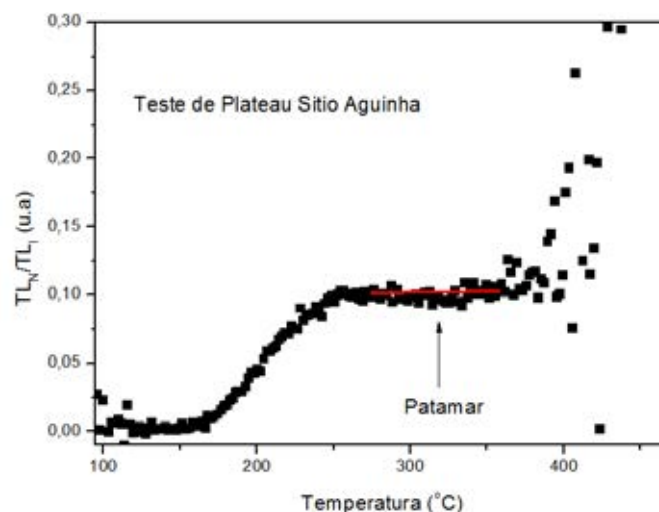
Podemos observar que a intensidade dos picos termoluminescente é crescente com a dose de radiação e que as curvas de emissão das amostras naturais não apresentam os primeiros picos, pois esses representam as armadilhas rasas que só aparecem após a irradiação.

Nas Figuras anteriores foram observados picos TL em torno de 140, 240 e 310°C, em geral, os picos de temperatura mais elevados são os mais estáveis, isto significa que se o pico TL a 140°C é usado, um erro na determinação da idade ocorrerá [16]. O pico próximo de 140°C, que em alguns casos cobrem os picos laterais, está relacionado com as armadilhas de um tempo de vida de algumas horas à temperatura ambiente, enquanto o tempo de vida de armadilhas responsáveis pelos picos TL em cerca de 300 a 350°C pode ser de até milhões de anos^[17]. Consequentemente, a região segura para a datação das amostras analisadas é definida pelos picos apresentados na faixa de 300 a 350 °C. Para tal confirmação foi feito o teste de Plateau.

4.2 TESTE DE PLATEAU

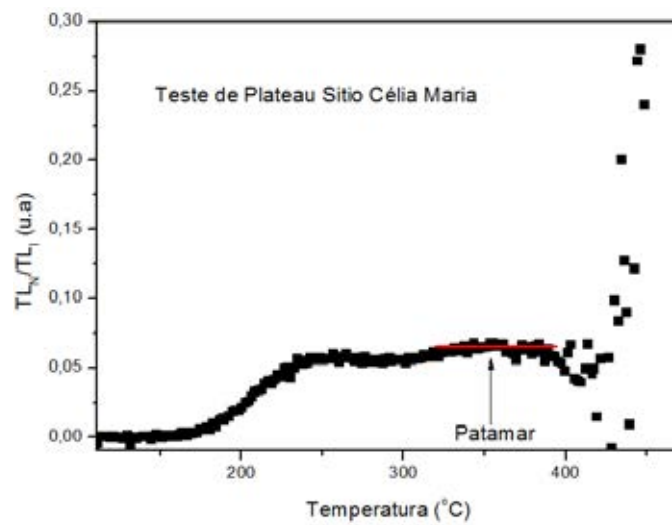
A razão entre a curva TL natural (TL_N) e a curva TL natural mais dose de 10 Gy (TL_I) determinou a curva patamar, que apresentou as regiões estáveis de cada amostra descritos na Tabela 4.

Figura 24- Teste do platô para a amostra do Sítio Aguiinha. Nesta curva é traçado TL_N / TL_I X Temperatura, podemos observar que na região entre 280 – 360 °C é verificada uma constância na curva.



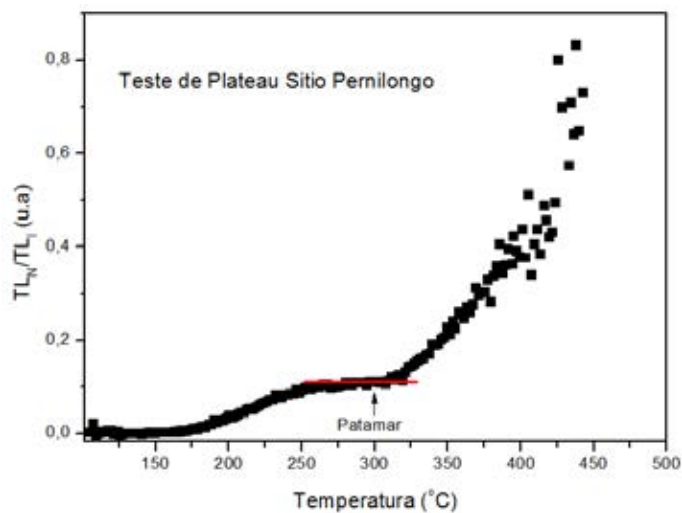
Fonte: Próprio autor.

Figura 25- Teste do platô para a amostra do Sítio Célia Maria. Nesta curva é traçado $TL_N / TL_I \times$ Temperatura, podemos observar que na região entre 320 – 390 °C é verificada uma constância na curva.



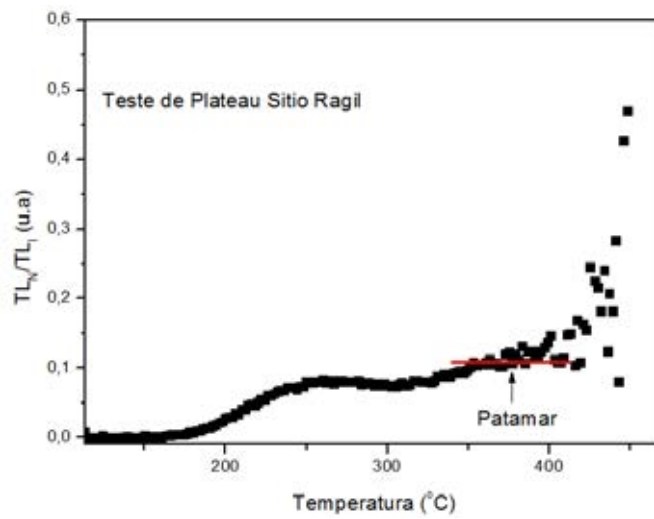
Fonte: Próprio autor.

Figura 26- Teste do platô para a amostra do Sítio Pernilongo. Nesta curva é traçado $TL_N / TL_I \times$ Temperatura, podemos observar que na região entre 275 – 325 °C é verificada uma constância na curva.



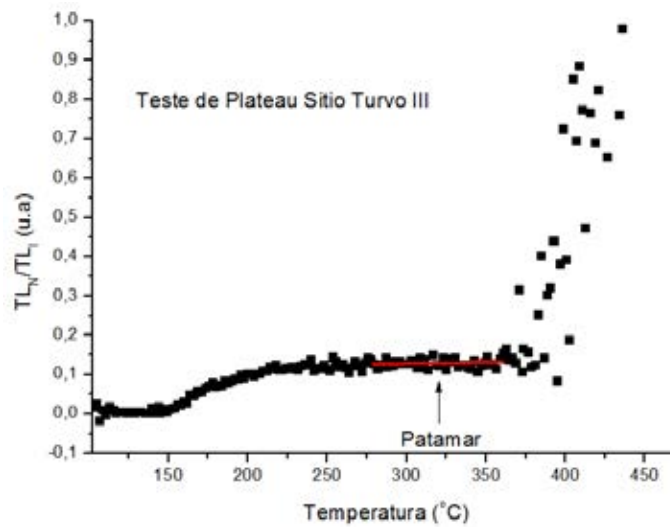
Fonte: Próprio autor.

Figura 27- Teste do platô para a amostra do Sítio Ragil. Nesta curva é traçado TL_N / TL_i X Temperatura, podemos observar que na região entre 350 – 390 °C é verificada uma constância na curva.



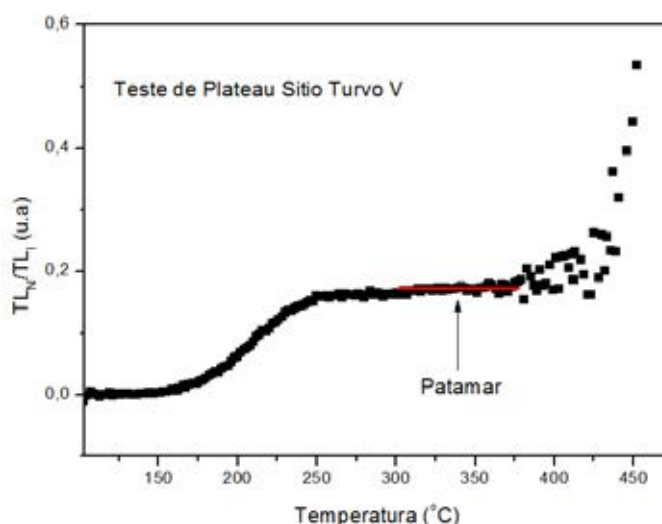
Fonte: Próprio autor.

Figura 28- Teste do platô para a amostra do Sítio Turvo III. Nesta curva é traçado TL_N / TL_i X Temperatura, podemos observar que na região entre 260 – 360 °C é verificada uma constância na curva.



Fonte: Próprio autor.

Figura 29- Teste do platô para a amostra do Sítio Turvo V. Nesta curva é traçado $TL_N / TL_i \times$ Temperatura, podemos observar que na região entre 300 – 380 °C é verificada uma constância na curva.



Fonte: Próprio autor.

De forma geral, o teste de Plateau apresentou estabilidade acima de 300 °C com exceção do Sítio Pernilongo que apresenta platô entre 275 a 320 °C, e o Sítio Ragil com patamar entre 350 a 390 °C.

Na Tabela 4, observamos que os Sítios Célia Maria e Ragil exibem patamar em temperatura maior que a do pico formado pela curva de emissão. Os Sítios Aguinha, Pernilongo, Turvo III e Turvo V exibem um patamar no intervalo de temperaturas de crescimento da curva de emissão TL. Para efeito da determinação da dose absorvida pela cerâmica, as intensidades TL neste intervalo de temperaturas, devem ser usadas.

Tabela 4- Intervalo do pico utilizado para datação TL de cada amostra.

Amostra	Intervalo da Curva de crescimento (°C)	Pico (°C)	Patamar (°C)
Sítio Aguinha	254 – 334	305	280 – 360
Sítio Célia Maria	259 – 353	308	320 – 390
Sítio Pernilongo	267 – 334	312	275 – 325
Sítio Ragil	265 – 350	312	350 – 390
Sítio Turvo III	240 – 350	305	260 – 360
Sítio Turvo V	260 – 336	308	300 – 380

Fonte: Próprio autor.

4.3 DETERMINAÇÃO DA DOSE ACUMULADA

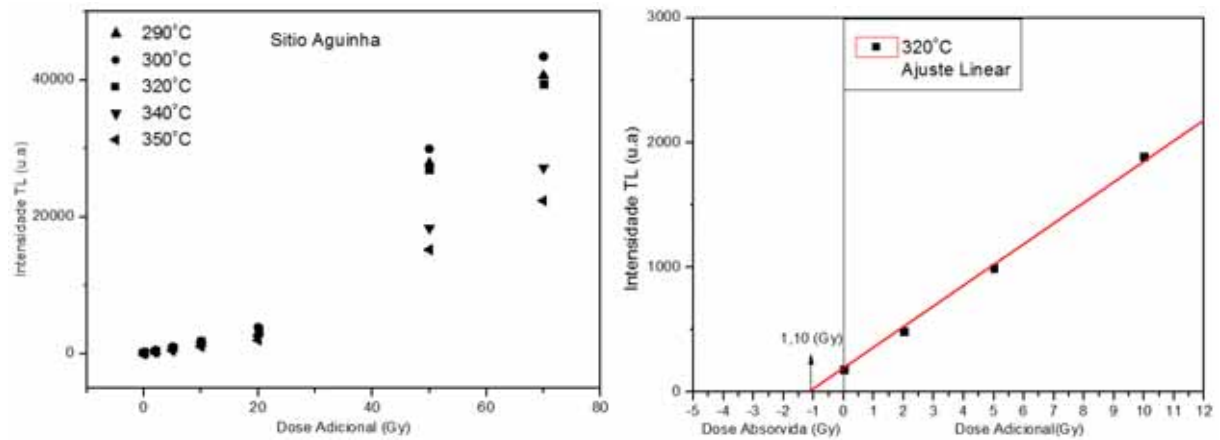
Segundo o teste de platô, a intensidade do pico de maior estabilidade pode ser utilizada para traçar o gráfico de intensidade em função da dose adicional.

A quantidade de dose absorvida será determinada por uma média dos valores das doses absorvidas para diferentes temperaturas.

Sendo assim, com a extrapolação da curva será determinada a dose acumulada nas amostras utilizando-se o sinal TL nas temperaturas correspondentes à região de estabilidade segundo o Teste de Plateau.

Para uma correção da curva será feito um ajuste linear, método de extrapolação da reta que melhor se encaixa para determinação da dose acumulada com o conjunto de dados experimental^[50].

Figura 30- a) Curvas de crescimento do sinal TL da amostra do Sítio Aguiinha em função da dose adicional. b) Extrapolação da curva a 320 °C ilustrando a obtenção da dose absorvida.



Fonte: Próprio autor.

a)

b)

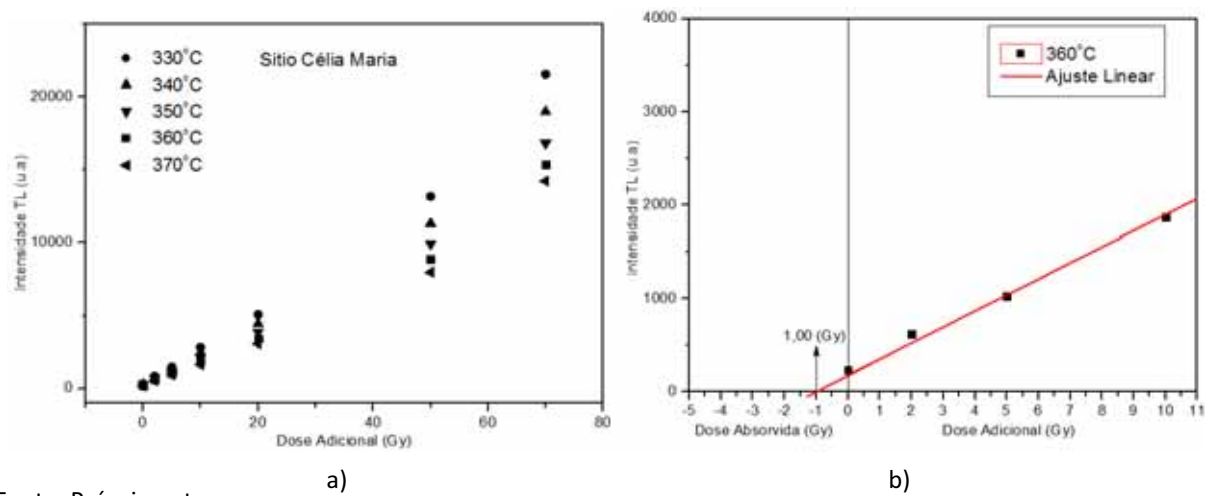
A Figura 30-a, mostra o crescimento linear da intensidade TL em função da dose adicional de 2 Gy, 5 Gy, 10 Gy e 20 Gy, as doses de 50 Gy e 70 Gy não responderam de forma linear, neste caso os dados não foram incluídos para a determinação da dose absorvida. A Figura 30-b ilustra o processo que foi realizado para determinar a dose absorvida, a dose das demais temperaturas e a idade calculada a partir da Equação 3, estão descritas na Tabela 5. Para o cálculo da idade foi utilizado o valor de 1,6 mGy para taxa de dose anual, e a idade média calculada foi de aproximadamente 589 (AP) anos.

Tabela 5- Doses absorvidas determinadas pelo método da dose adicional e as idades calculadas a partir das doses absorvidas.

Sítio Aguiinha					
Temperatura (°C)	290	300	320	340	350
Dose Absorvida (Gy)	0,97	0,98	1,10	1,10	1,08
Idade (anos)	606	612	688	688	675
Média da Idade (anos) A.P $5,9 \pm 0,8 \times 10^2$					

Fonte: Próprio autor.

Figura 31- Curva de crescimento do sinal TL da amostra do Sítio Célia Maria em função da dose adicional.
b) Extrapolação da curva a 330 °C ilustrando a obtenção da dose absorvida.



Fonte: Próprio autor.

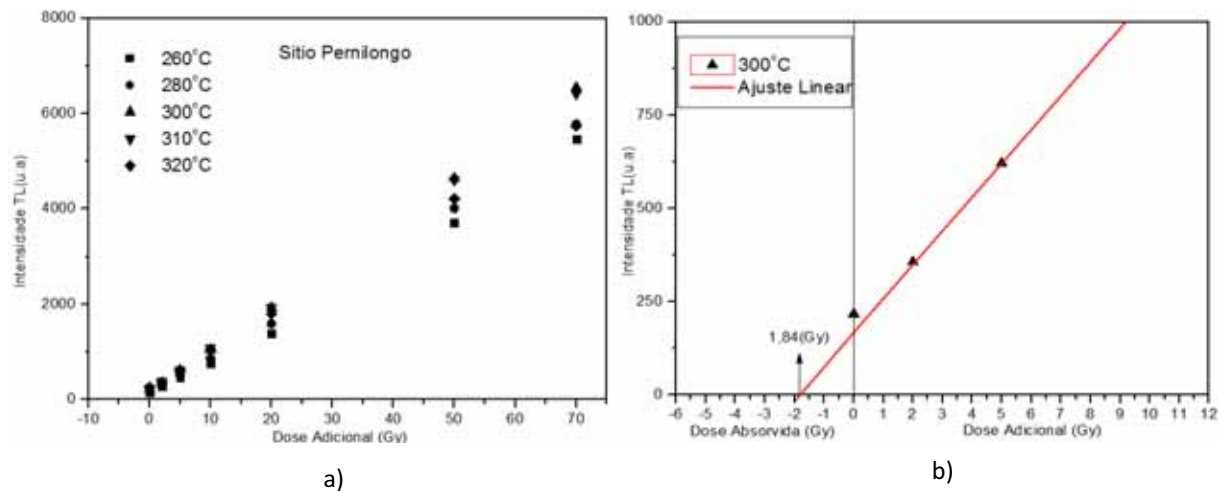
A amostra do Sítio Célia Maria respondeu de forma similar a amostra do Sítio Aguiinha durante a leitura TL. A Figura 31-a, mostra o crescimento linear da intensidade TL em função da dose adicional de 2 Gy, 5 Gy, 10 Gy, 20 Gy e 50 Gy a dose de 70 Gy não respondeu de forma linear, neste caso o dado não foi incluído para a determinação da dose absorvida. A Figura 31-b ilustra o processo que foi realizado para determinar a dose absorvida, a dose das demais temperaturas e a idade calculada a partir da Equação 3, estão descritas na Tabela 6. Para o cálculo da idade foi utilizado o valor de 1,6 mGy para taxa de dose anual, e a idade média calculada foi de aproximadamente 540 (A.P) anos.

Tabela 6- Doses absorvidas determinadas pelo método da dose adicional e as idades calculadas a partir das doses absorvidas.

Sítio Célia Maria					
Temperatura (°C)	330	340	350	360	370
Dose Absorvida (Gy)	0,84	1,01	1,06	1,00	0,93
Idade (anos)	525	631	662	625	581
Média da Idade (anos)A.P	$5,40 \pm 0,70 \times 10^2$				

Fonte: Próprio autor.

Figura 32- Curva de crescimento do sinal TL da amostra do Sítio Pernilongo em função da dose adicional.
b) Extrapolação da curva a 300 °C ilustrando a obtenção da dose absorvida.



Fonte: Próprio autor.

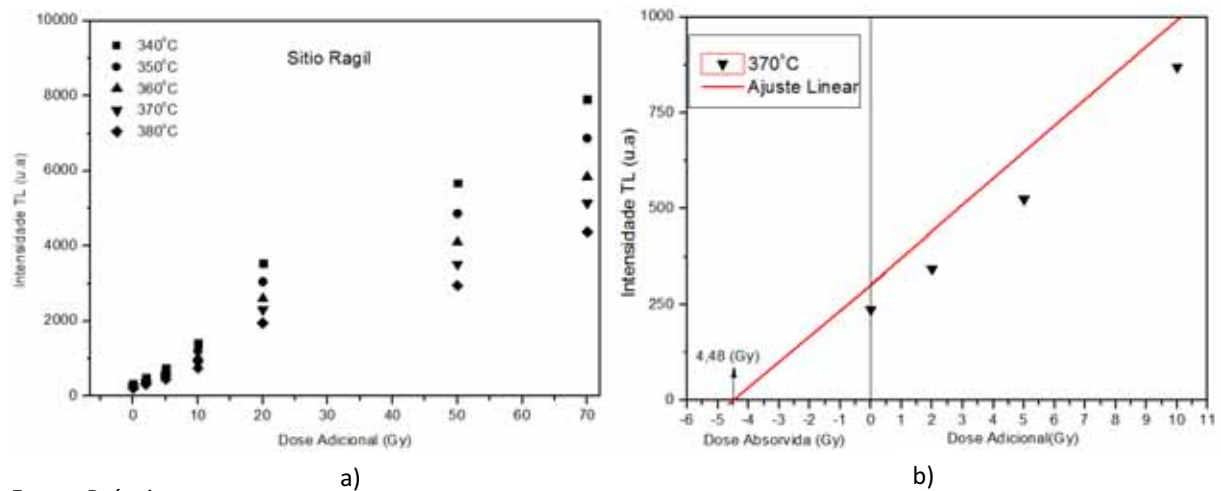
Tabela 7- Doses absorvidas determinadas pelo método da dose adicional e as idades calculadas a partir das doses absorvidas.

Sítio Pernilongo					
Temperatura (°C)	260	280	300	310	320
Dose Absorvida (Gy)	0,67	1,22	1,84	2,22	3,10
Idade (anos)	419	762	1150	1387	1937
Média da Idade (anos)A.P	$1,06 \pm 0,14 \times 10^3$				

Fonte: Próprio autor.

A amostra do Sítio Pernilongo respondeu de forma linear durante a leitura TL. A Figura 32-a, mostra o crescimento linear da intensidade TL em função da dose adicional de 2 Gy, 5 Gy, 10 Gy, 20 Gy, 50 Gy e 70 Gy. A Figura 32-b ilustra o processo que foi realizado para determinar a dose absorvida, a dose das demais temperaturas e a idade calculada a partir da Equação 3, estão descritas na Tabela 7. Para o cálculo da idade foi utilizado o valor de 1,6 mGy para taxa de dose anual, e a idade média calculada foi de aproximadamente 1067 (A.P) anos.

Figura 33- Curva de crescimento do sinal TL da amostra do Sítio Ragil em função da dose adicional.
b) Extrapolação da curva a 370 °C ilustrando a obtenção da dose absorvida.



Fonte: Próprio autor.

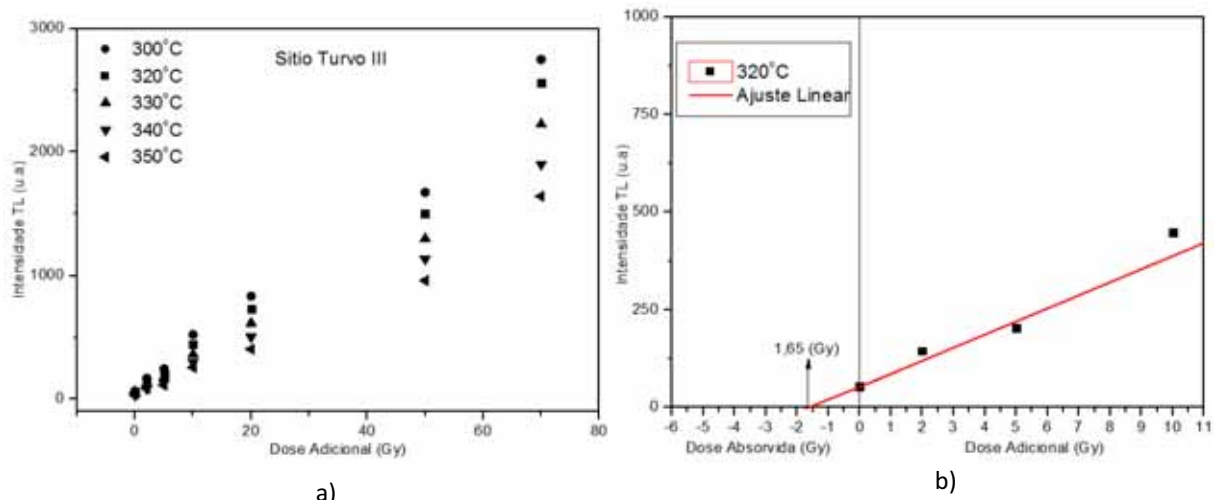
A amostra do Sítio Ragil respondeu de forma linear durante a leitura TL, apesar do sinal TL em função da dose de 20 Gy ter apresentado certa discrepância. A Figura 33-a, mostra o crescimento da curva intensidade TL em função da dose adicional de 2 Gy, 5 Gy, 10 Gy, 20 Gy, 50 Gy e 70 Gy. A Figura 33-b ilustra o processo que foi realizado para determinar a dose absorvida para temperatura de 370 °C, a dose das demais temperaturas e a idade calculada a partir da Equação 3, estão descritas na Tabela 8. Para o cálculo da idade foi utilizado o valor de 1,6 mGy para taxa de dose anual, e a idade média calculada foi de aproximadamente 2698 (A.P) anos.

Tabela 8- Doses absorvidas determinadas pelo método da dose adicional e as idades calculadas a partir das doses absorvidas.

Sítio Ragil					
Temperatura (°C)	340	350	360	370	380
Dose Absorvida (Gy)	3,98	4,52	4,49	4,48	4,63
Idade (anos)	2487	2825	2806	2800	2894
Média da Idade (anos)A.P	$2,70 \pm 0,35 \times 10^3$				

Fonte: Próprio autor.

Figura 34- Curva de crescimento do sinal TL da amostra do Sítio Turvo III em função da dose adicional.
b) Extrapolação da curva a 320 °C ilustrando a obtenção da dose absorvida.



Fonte: Próprio autor.

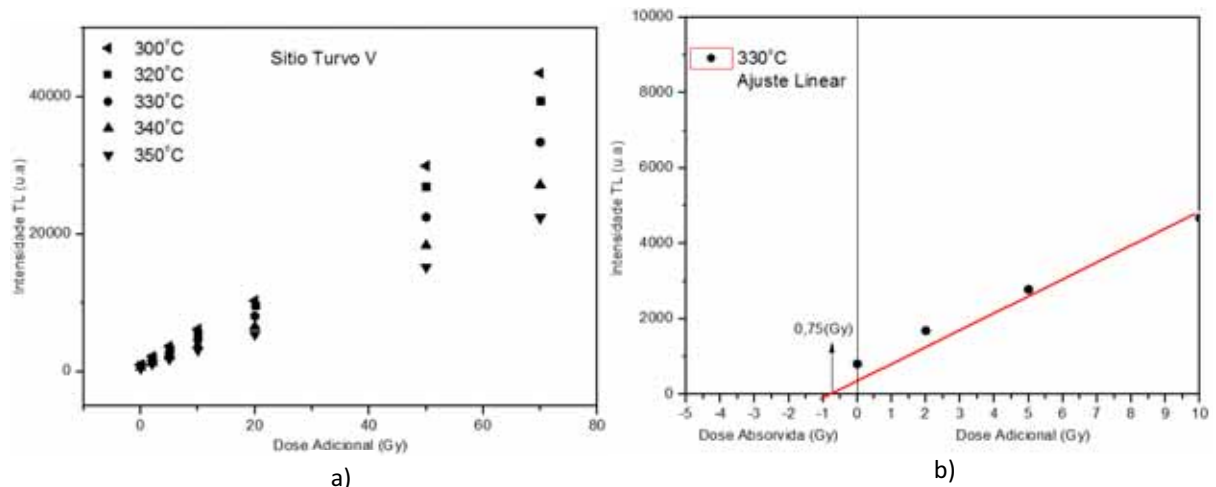
Tabela 9-Doses absorvidas determinadas pelo método da dose adicional e as idades calculadas a partir das doses absorvidas.

Sítio Turvo III					
Temperatura (°C)	300	320	330	340	350
Dose Absorvida (Gy)	3,80	2,96	2,94	1,94	2,76
Idade (anos)	2375	1850	1837	1212	1725
Média da Idade (anos)A.P	$1,74 \pm 0,23 \times 10^3$				

Fonte: Próprio autor.

A amostra do Sítio Turvo III respondeu da mesma forma que a amostra do Sítio Célia Maria durante a leitura TL. A Figura 34-a, mostra o crescimento linear da intensidade TL em função da dose adicional de 2 Gy, 5 Gy, 10 Gy, 20 Gy e 50 Gy a dose de 70 Gy não respondeu de forma linear, neste caso o dado não foi incluído para a determinação da dose absorvida. A Figura 34-b ilustra o processo que foi realizado para determinar a dose absorvida, a dose das demais temperaturas e a idade calculada a partir da Equação 3, estão descritas na Tabela 9. Para o cálculo da idade foi utilizado o valor de 1,6 mGy para taxa de dose anual, e a idade média calculada foi de aproximadamente 1736 (A.P) anos.

Figura 35- Curva de crescimento do sinal TL da amostra do Sítio Turvo V em função da dose adicional.
b) Extrapolação da curva a 330 °C ilustrando a obtenção da dose absorvida.



Fonte: Próprio autor.

Tabela 10-Doses absorvidas determinadas pelo método da dose adicional e as idades calculadas a partir das doses absorvidas.

Sítio Turvo V					
Temperatura (°C)	300	320	330	340	350
Dose Absorvida (Gy)	0,84	0,78	0,75	0,73	0,80
Idade (anos)	525	487	469	456	500
Média da Idade (anos)A.P	$4,23 \pm 0,55 \times 10^2$				

Fonte: Próprio autor.

A amostra do Sítio Turvo V respondeu de forma linear durante a leitura TL. A Figura 35-a, mostra o crescimento linear da intensidade TL em função da dose adicional de 2 Gy, 5 Gy, 10 Gy, 20 Gy, 50 Gy e 70 Gy. A Figura 35-b ilustra o processo que foi realizado para determinar a dose absorvida, a dose das demais temperaturas e a idade calculada a partir da Equação 3, estão descritas na Tabela 10. Para o cálculo da idade foi utilizado o valor de 1,6 mGy para taxa de dose anual, e a idade média calculada foi de aproximadamente 423 (A.P) anos.

CAPÍTULO 5 - CONCLUSÃO

O estabelecimento de um procedimento experimental para datação de cerâmicas arqueológicas pela Termoluminescência obteve resultados satisfatório sendo o objetivo atingido. Os resultados das datações apresentados neste trabalho estão dentro das expectativas arqueológicas e são concordantes com outras datações realizadas em cada sítio. A partir dos resultados apresentados no capítulo anterior e todo processo realizado na parte experimental, é possível listar as seguintes conclusões:

- ✓ Como descrito nas referências, os picos de emissão TL do quartzo extraído dos fragmentos cerâmicos que apresentam uma melhor estabilidade a temperatura ambiente, são aqueles cuja temperatura de máximo está acima de 250 °C.
- ✓ A falta de um padrão confiável no processo de extração de quartzo pode induzir a falsas conclusões em trabalhos na área de dosimetria e em datação arqueológica por Termoluminescência.
- ✓ Informar, com clareza, as condições da coleta das amostras e condições ambientais, como, por exemplo: profundidade da coleta. Detalhando-se se a amostra veio de uma camada de pequena profundidade, se a superfície foi submetida a queimadas, se a amostra foi exposta à radiação solar intensa etc..

Assim, o presente trabalho contribui com os estudos arqueológicos realizados nos sítios da Região Noroeste do estado de São Paulo acrescentando subsídios para possíveis esclarecimentos pertinentes, que servirão de apoio à reconstrução do passado humano.

Referências

- 1 NASH, S. E. Archaeological tree-ring dating at the millennium. **Journal of Archaeological Research**, New York, v. 10, n. 3, p. 243-275, 2002.
- 2 BOULOS, A. **História sociedade & cidadania**. São Paulo: FTD, 2013. 864 p.
- 3 PROUS, A. O povoamento da América visto do Brasil: uma perspectiva crítica. **Revista da USP**, São Paulo, v. 14, n. 34, p. 8-21, 1997.
- 4 BARRETO, C. A construção de um passado pré-colonial: uma breve história da arqueologia no Brasil. **Revista USP**, São Paulo, n. 44, p. 32-51, 1999.
- 5 CARVALHO, F. L. **A Pré- história sergipana**. Aracaju: Universidade Federal de Sergipe, 2003. 159 p.
- 6 BARROS, L. F. D. P. E. A. Synthesis of the late-quaternary palaeobioclimatic scenarios in Minas Gerais state/southeastern Brazil. **Sociedade & Natureza**, Uberlândia, v. 23, n. 3, p. 371-385, 2011.
- 7 PEPPE, D. J.; DEINO, A. L. Dating rocks and fossils using geologic methods. **Nature Education Knowledge**, Cambridge, v. 4, n. 10, p. 1, 2013.
- 8 AITKEN, M. J. Archaeological dating using physical phenomena. **Reports on Progress in Physics**, Bristol, v. 62, n. 9, p. 1333, 1999.
- 9 HARTMANN, A.; AFONSO, C.; TRINDADE, I. F. Arqueomagnetismo e datação arqueomagnética: princípios e métodos. **Revista do Museu de Arqueologia e Etnologia**, São Paulo, v.17, p. 445-459, 2007.
- 10 HARRISON, E. C. **Principles of archaeological stratigraphy**. 2. ed. Londres y San Diego: Academic Press, 1979.
- 11 WOODMORAPPE, J. Radiometric geochronology reappraised. **Creation Research Society Quarterly**, Missouri, v. 12, n. 2, p. 102-129, 1979.
- 12 IKEYA, M. **New applications of electron spin resonance**. New Jersey: World Scientific, 1993.
- 13 PEZZO, M. Datação por carbono - 14. **Univerciência**, São Carlos, v. 2 n. 1, p. 4-6, dez 2002.
- 14 NEGRÃO, S. C. B.; DE ABREU, F. D. A. M. Estudo de aplicabilidade da metodologia de traços de fissão em apatitas na Região Dômica de Monte Alegre-Pará. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO EM PETRÓLEO E GÁS- PDPETRO, 4., 2007, Campinas. **Congresso...** Campinas: UNICAMP, 2007. p. 1 - 8

- 15 DANIELS F., B. C. A. A. S. D. F. Thermoluminescence as a research tool. **Science**, Madison, v. 117, n. 3040, p. 343-349., 1953.
- 16 MCKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids**. Cambridge: Cambridge University Press, 1985.
- 17 SEKKINA, M. E. A. Thermoluminescence archaeological dating of pottery in the Egyptian pyramids zone. **Ceramics-Silikaty**, Praga, v. 47, n. 3, p. 94-99, 2003.
- 18 GUEDES, C. C. E. A. Datação por luminescência opticamente estimulada: princípios e aplicabilidade nos depósitos sedimentares brasileiros. In: ABEQUA CONGRESS - THE SOUTH AMERICAN QUATERNARY: CHALLENGES AND PERSPECTIVES, 13., 2011, Rio de Janeiro. **Congress...** Rio de Janeiro: [s.n.], 2011.
- 19 HAYDAR, A.; WAGIRANA, H.; HUSSINA, R. Mechanism of thermoluminescence. **International Journal of Scientific & Engineering Research**, Houston, v. 3, n. 10, 2012.
- 20 RANDALL, J. T.; WILKINS, M. H. F. Phosphorecence and eletron traps. The study of trap distributions. **Proc. Roy. Soc.**, London, A184, n. 366, 1945.
- 21 AITKEN, M. J. Dating by archaeomagnetic and thermoluminescent methods. **Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences**, London, v. 269, n. 1193, p. 77-88, 1970.
- 22 MUSILEK , L.; KUBELIK, M. **Thermoluminescence dating, radiation in art and archeometry**. Praga: Elsevier, 1985.
- 23 CALLISTER, D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 5. ed. São Paulo: LTC, 2002. 705 p.
- 24 KITTEL, C. **Introdução à física do estado sólido**. 8. ed. [S.l.]: LCT, 2006. 598 p.
- 25 BUBE, R. H. **Photoconductivity of solids**. [S.l.: s.n.], 1967. 461 p.
- 26 FRANK J. FEIGL; W. BEALL FOWLER; KWOK, L. YIPT. oxygen vacancy model for the e' center in si02. **Solid State Communications**, New York, v. 14, n. 3, p. 225-229, 1974.
- 27 RIZZATTI, E. et al. Análise do comportamento mecânico das alvenarias estruturais de blocos cerâmicos utilizando modelos físicos reduzidos. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, São Paulo,v. 5, n. 5, p. 702-736, 2012.
- 28 MAGILL, J.; GALY, J. **Radioactivity, radionuclides, radiation**. Berlin: Springer, 2005. 249 p.
- 29 SALLUN, A. E. M. et al. Datação absoluta de depósitos quaternários brasileiros por luminescência. **Revista Brasileira de Geociências**, São Paulo,v. 37, n. 2, p. 402-413, Junho 2007.

- 30 TAUHATA, L. et al. **Fundamentos de radioproteção e dosimetria**. Rio de Janeiro: Instituto de Radioproteção e Dosimetria - CNEN, 2003. p. 242.
- 31 XAVIER, A. M.; MORO, H. **Princípios básicos de segurança e proteção radiológica**. 3. ed. rev. [S.l.: s.n.], 2006. 227 p.
- 32 OKUNO, E. **Radiação: efeitos, riscos e benefícios**. Recife: Harbra, 1988. 96 p.
- 33 YEE, M; TATUMI, S. H.; CARNEIRO FILHO, A. **Termoluminescência (TL) de cristais de quartzo retirados da bacia do rio negro – amazônia**. São Paulo: FATEC, 2005.
- 34 MIYAMOTO, M. **Estudo e aplicação da dosimetria termoluminescente na datação**. 1973. 108 f. Dissertação (Mestrado)- Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1973.
- 35 BOS, A. J. J. Theory of thermoluminescence. **Radiation Measurements**, Cambridge, v. 41, n. 1, p. 45-56, 2007.
- 36 GOZZI, G. ; TATUMI, S. H. . Novo método de datação por termoluminescência. **Boletim Técnico da Faculdade de Tecnologia de São Paulo**, São Paulo, v. 8, p. 24-28, 2000.
- 37 FLEMING, S. J. Thermoluminescent dating: refinement of the quartz inclusion method. **Archaeometry**, Oxford, v. 12, n. 2, p. 133-143, 1970.
- 38 KHASSWNEH, S.; AL-MUHEISEN, Z.; ABD-ALLAH, R. Thermoluminescence dating of pottery objects from tell Al-Husn, Northern Jordan. **Mediterranean Archaeology and Archaeometry**, Grécia, v. 11, n. 1, p. 41-49, 2011.
- 39 PREUSSER, FRANK et al. et al. Quartz as a natural luminescence dosimeter. **Earth-Science Reviews**, Suíça, v. 97, n. 1, p. 184-214, 2009.
- 40 CAMPOS, L. L. Thermoluminescence of materials and its application in radiation dosimetry. **Cerâmica**, São Paulo, v. 44, n. 290, p. 244-251, 1998.
- 41 LIZ, O. S. R. **Dossiê técnico: irradiação e tratamento de quartzos**. Minas Gerais: Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais- CETEC, 2007. 18 p.
- 42 AZEVEDO, R. L. . Datação por Termoluminescência de Cerâmicas do Sítio Arqueológico Aldeia do Carlos (PI). **Revista Clio Arqueológica**, Pernambuco, v. 26, p. 109-134, 2011
- 43 FERRAZ, G. M. ; SOUZA, S. O. ; WATANABE, S. ; NOGUEIRA, E. O. Termoluminescência e datação de peças arqueológicas. **Integração**, São Paulo, v. 12, p. 285-290, 2006.
- 44 WANG, W. Study and progress of the thermoluminescence dating of the ancient pottery and porcelain. **Science in China Series E: Technological Sciences**, Shangai, v. 18, n. 6, p. 1613-1640, 2009.
- 45 ANDRADE, M. B. **Datação de peixe fóssil da Chapada de Araripe-CE por termoluminescência e ressonância paramagnética eletrônica (EPR)**. 2001. 81 f.

- Dissertação (Mestrado)- Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.
- 46 FACCIO, N. B. **Arqueologia dos cenários das ocupações horticultoras da Capivara, Baixo Paranapanema-SP**. 1998. 249 f. Tese (Doutorado)- Museu de Arqueologia e Etnologia da USP, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1998.
- 47 PEREIRA, D. L. T. **Arqueologia guarani na bacia do rio Santo Anastácio-SP: estudo do sítio Célia Maria**. 2011. Dissertação (Mestrado em Arqueologia) - Museu de Arqueologia e Etnologia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/71/71131/tde-16052012-135949/>>. Acesso em: 15 maio 2014. .
- 48 NERY, S. I.; BARROCA FACCIO, N. Variabilidade lítica dos sítios arqueológicos turvos no contexto da tradição ARATU. **Revista Tópos**, São Paulo, v. 4, n. 1, p. 60-93, 2013.
- 49 CREAGH, D. C.; BRADLEY, D. A. **Radiation in art and archeometry**. Amsterdã: Elsevier Science, 2000.
- 50 FARIAS, T. M. B. et al. Thermoluminescence dating of brazilian indigenous ceramics. **Radiation Protection Dosimetry**, Oxford, v. 136, n.1, p. 45-49, Julho 2009.