# RESEARCH ARTICLE

# PROSPECÇÃO DE INDICADORES ARQUEOMÉTRICOS EM SEDIMENTOS ORIUNDOS DE UM SEPULTAMENTO HUMANO DO SÍTIO ARQUEOLÓGICO BULANDEIRA DOS JACUS, BRASIL

Prospecting of Archaeometric Indicators in Sediments from a Human Burial at the Bulandeira dos Jacus Archaeological Site, Brazil

# Naira Emanuele Corrêa dos Santos Souza Luis Carlos Duarte Cavalcante

Laboratório de Arqueometria e Arte Rupestre, Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí, Brasil (⊠ cavalcanteufpi@ufpi.edu.br)



Figura 1. Perfil de terreno de onde os remanescentes humanos foram expostos, com destaque em verde para o local de onde foi resgatado o sepultamento 1, mostrando ainda o ponto de um possível segundo sepultamento. Em amarelo são mostrados os pontos de coleta dos sedimentos usados como branco analítico. Créditos da imagem: Claudia Cunha (2022) com inserções de L. C. D. Cavalcante.

RESUMO. Este trabalho centra-se na análise arqueométrica de sedimentos que estavam em contato direto com um sepultamento humano resgatado do sítio arqueológico Bulandeira dos Jacus, em São João da Varjota, Piauí, Brasil, assim como de sedimentos coletados do entorno da sepultura, visando prospectar indicadores químico-mineralógicos úteis na arqueologia. Amostras foram investigadas por pH, fluorescência de raios X, difratometria de raios X e espectroscopia Mössbauer. Os dados obtidos das medidas experimentais revelaram que o pH e os teores de fósforo dos sedimentos são indicadores arqueométricos eficazes de atividade humana no sítio arqueológico estudado, tendo demonstrado que a

Recebido: 4/9/2024. Aceito: 10/9/2024. Publicado: 18/9/2024.

Edited & Published by Pascual Izquierdo-Egea [P. I. Egea]. Arqueol. Iberoam. Open Access Journal. *Creative Commons* License (CC BY 4.0). https://n2t.net/ark:/49934/341. https://purl.org/aia/5403.

deposição do corpo humano no seio dos sedimentos promoveu alterações significativas nas características naturais desse ambiente particular. Encontrou-se que o pH dos sedimentos em contato com o indivíduo exumado é cerca de 30 vezes menos ácido do que os sedimentos do entorno do sepultamento, enquanto o teor de fósforo é aproximadamente 25% mais elevado do que a proporção correspondente desse elemento químico detectada nas amostras de branco analítico do entorno.

PALAVRAS-CHAVE. Sedimentos, remanescentes humanos, indicadores químico-mineralógicos, arqueometria, Bulandeira dos Jacus, Brasil.

ABSTRACT. This paper focuses on the archaeometric analysis of sediments that were in direct contact with a human burial recovered from the Bulandeira dos Jacus archaeological site in São João da Varjota, Piauí, Brazil, as well as sediments collected from the grave surroundings, in order to prospect for chemical-mineralogical indicators useful in archaeology. Samples were investigated by pH, X-ray fluorescence, X-ray diffractometry, and Mössbauer spectroscopy. The data obtained from the experimental measurements revealed that the pH and phosphorus contents of the sediments are effective archaeometric indicators of human activity at the archaeological site studied, and demonstrated that the deposition of the human body within the sediments promoted significant changes in the natural features of that particular environment. The pH of the sediments in contact with the exhumed individual was found to be around 30 times less acidic than the sediments surrounding the burial, while the phosphorus content was approximately 25% higher than the corresponding proportion of this chemical element detected in the analytical blank samples from the surrounding area.

KEYWORDS. Sediments, human remains, chemical-mineralogical indicators, archaeometry, Bulandeira dos Jacus, Brazil.

# **INTRODUÇÃO**

Compreender o contexto da ocupação humana antiga da área que atualmente corresponde ao Estado do Piauí, no Nordeste do Brasil, é um grande desafio, cuja dificuldade tem sido amortecida pelas descobertas notáveis de artefatos e sítios arqueológicos (Martin 2008; Guidon *et al.* 2009), em sua vasta maioria tidos como de idade pré-invasão europeia, os quais têm desempenhado um papel crucial na compreensão dos comportamentos dos povos que habitavam a região.

De todo modo, mesmo após a chegada dos colonizadores, informações provenientes de fontes escritas sobre os grupos humanos nativos dessa área específica são escassas e, lamentavelmente, bastante superficiais (Mott 1985).

A imposição de medidas de domínio, ou até mesmo de extermínio, pelos colonizadores, em busca de atender a seus próprios interesses (como o recebimento de sesmarias), resultou na documentação mínima dos indígenas locais (Chaves 1953; Mott 1985).

Nesse sentido, a arqueologia, especialmente a partir do século XIX, tem, no Brasil, um papel de destaque, sobretudo pela sua característica de investigar as sociedades pretéritas por meio da cultura material por elas produzidas, procurando compreender o contexto em que os povos nativos viviam e, em alguma medida, como se comportavam (Martin 2008; Prous 2019).

Dessa forma, a aplicação da arqueologia para compreender o contexto antigo do Piauí, de total ausência de escritos em tempos pré-coloniais ou parcos documentos a partir do período de contato, nos possibilita construir narrativas que ajudem a melhor conhecer e entender a realidade pré-colonial, do mesmo modo que pode contribuir no preenchimento das diversas lacunas existentes na história construída a partir da invasão dos povos ibéricos. Nessa difícil tarefa, a interdisciplinaridade própria da arqueologia tem um destaque primordial.

No que diz respeito ao citado caráter interdisciplinar da arqueologia, deve-se considerar os diversos potenciais de obtenção de dados, a exemplo dos que podem ser acessados por meio do estudo de solos-sedimentos, como as composições química e mineralógica, acidez, teor de matéria orgânica, entre outros; aspectos importantes que contribuem na montagem do quebra-cabeças capaz de permitir melhor conhecer a história dos povos antigos, a partir do conjunto de evidências ainda preservadas nesse tipo particular de ambiente (Kern 2009).

Este trabalho centra-se na investigação do sítio arqueológico Bulandeira dos Jacus, localizado na área rural de São João da Varjota, um pequeno município próximo a Oeiras, a antiga capital do Piauí, que foi um dos últimos redutos a ser colonizado pelos portugueses. Em julho de 2022, remanescentes ósseos humanos começaram a aflorar em uma área de extração de argila situada nas proximidades da comunidade Jacus, fato que resultou na paralização da exploração da jazida e consequente resgate emergencial dos vestígios ósseos expostos (Cunha 2022). No processo de resgate, amostras de sedimentos foram coletadas, visando a realização de exames físicos e análises químico-mineralógicas futuras que pudessem auxiliar na compreensão dos remanescentes encontrados.

O resgate emergencial foi realizado sob a coordenação da Dra. Claudia Cunha, docente da Universidade Federal do Piauí, quem também é responsável pela análise bioarqueológica dos remanescentes humanos exumados.

Os dados preliminares indicam que se trata de um indivíduo feminino adulto, do qual 253 fragmentos ósseos com dimensões maiores ou iguais a 0,5 cm foram inventariados (Mesquita 2023). De acordo com a fonte citada, vestígios de cultura material não foram encontrados associados ao indivíduo exumado, com exceção de algumas contas, presumidamente parte de um colar. Até o momento nenhuma datação foi obtida para esse sítio arqueológico.

Neste trabalho, o objetivo primordial foi realizar a análise arqueométrica de sedimentos que estavam em contato direto com o sepultamento humano resgatado do sítio Bulandeira dos Jacus, assim como de sedimentos coletados do entorno da sepultura, visando prospectar indicadores químico-mineralógicos que permitam melhor conhecer o contexto cultural da prática funerária, bem como os parâmetros químicos relacionados à preservação dos remanescentes humanos.

#### SEDIMENTOS E ARQUEOMETRIA

A arqueologia, apesar de ser uma ciência relativamente recente, em comparação a outras disciplinas, apresenta diversas perspectivas e linhas de atuação, principalmente devidas ao seu caráter interdisciplinar. Dessas perspectivas, destaca-se, aqui, a arqueometria – ramo do conhecimento que corresponde à aplicação de técnicas científicas no estudo de materiais arqueológicos, sobretudo usando ferramentas oriundas da química, da

física e da biologia (Cavalcante 2015) – como uma estratégia experimental indispensável.

As análises arqueométricas têm um papel importante para o conhecimento mais aprofundado da cultura material de povos pretéritos e, em certa medida, para o entendimento de seus modos de vida. Do vasto campo possível de utilização da arqueometria, o estudo de sedimentos é especialmente valioso, pois possibilita prospectar indicadores químico-mineralógicos de atividade ou ocupação humana de um determinado local. A partir do processamento e interpretação dos resultados obtidos, é possível construir narrativas sobre os grupos humanos, uma vez que, ao ocuparem um ecossistema já estabelecido, os indivíduos trazem consigo elementos de sua cultura, que atuam como variáveis na formação do solo, ou seja, o padrão de assentamento humano exerce forte influência nas propriedades físicas e químicas dos solos (Amundson & Jenny 1991, apud Kern 2009).

Kern (2009) reporta que os solos são componentes da paisagem e constituem um ecossistema particular dentro do ecossistema geral, podendo ainda ser denominados de sedimentos, a depender do ponto de vista do observador. No entanto, segundo essa mesma pesquisadora, independentemente da terminologia empregada, ao utilizar técnicas arqueométricas para investigar esses materiais, muitas vezes se chega aos mesmos resultados.

No cenário deste trabalho o sedimento analisado provém de um contexto de enterramento humano e sabe-se que atividades antrópicas em geral, e particularmente em contextos com sepultamentos, podem alterar os teores naturais dos componentes químicos dos sedimentos, assim como diversos parâmetros correlacionados. Tendo em vista que os ossos humanos são ricos em fósforo e cálcio, é presumível que as análises revelem alterações nas concentrações naturais desses elementos nos materiais investigados (Kern 2009).

Outro parâmetro importante a ser analisado em sedimentos é o pH, uma vez que auxilia na caracterização da matriz na qual os vestígios arqueológicos estão inseridos (Guetti *et al.* 2020). Segundo os autores citados, diversos fatores podem interferir no pH dos sedimentos, a exemplo da região de onde a amostra foi retirada, a composição do próprio sedimento e a concentração de sais, entre outros fatores.

Portanto, é crucial considerar essas nuances na interpretação dos resultados. Para um melhor entendimento sobre esse parâmetro, Garrison (2003) coloca que o caráter ácido ou básico de um sedimento ou solo

normalmente depende da concentração de íons hidrogênio ( $H^+$ ) e alumínio ( $Al^{3+}$ ) presentes no meio. Conceitualmente, um caráter ácido implica pH < 7, enquanto um caráter básico implica pH > 7 e o caráter neutro corresponde a pH = 7.

Em relação a sedimentos contendo remanescentes humanos, Sullasi *et alii* (2018) destacam que a relevância do pH é substancial, na medida em que a maior ou menor acidez do meio exerce um papel crucial na diagênese óssea. Discorrendo em pormenores: uma maior acidez do solo está diretamente relacionada à velocidade de dissolução dos minerais constituintes dos ossos, ao passo que a maior basicidade desse meio tende a favorecer a preservação da matriz esquelética. Esses mesmos pesquisadores relatam ainda que o pH influencia significativamente a atividade microbiana. Em solos com pH neutro, a atividade pode ser intensificada, acelerando a degradação dos ossos.

Por outro lado, em solos ácidos, certos microrganismos podem gerar ácido sulfúrico, reduzindo ainda mais o pH e potencializando os processos de diagênese óssea. Em síntese, a importância de avaliar o pH do solo fica evidente, dado que esse parâmetro inegavelmente desempenha um papel fundamental na compreensão da preservação dos remanescentes humanos ao longo do tempo, mas não apenas destes, também de outros materiais arqueológicos, uma vez que o pH desse tipo de ambiente pode afetá-los.

Para a determinação de composição química nos mais diversos tipos de materiais existem várias técnicas analíticas que podem ser utilizadas, a exemplo da espectroscopia de fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF) e da espectroscopia de energia dispersiva (EDS ou EDX).

A espectroscopia de fluorescência de raios X por dispersão de energia é uma técnica analítica instrumental que mede a intensidade dos raios X emitidos pelos elementos químicos que compõem os materiais, quando excitados por raios X (ou um feixe de elétrons, no caso da EDS ou EDX) (Appoloni et al. 2007). É uma ferramenta que oferece vantagens com um custo relativamente baixo, rapidez nas medidas experimentais, determinação multielementar simultânea, leitura de uma vasta gama de materiais, além de ser uma técnica quantitativa e qualitativa, sendo ideal para análises de rotina (Appoloni et al. 2007). Em situações onde os requisitos de detecção, precisão e exatidão podem ser menos rigorosos, a EDXRF destaca-se como uma solução eficaz em termos de custo/benefício para determinações quantitativas (Santos et al. 2013).

A difratometria de raios X (DRX) é uma técnica utilizada para identificar as fases cristalinas em diversos tipos de materiais (Stanjek & Häusler 2004). Uma identificação qualitativa rápida dos minerais constituintes pode ser realizada comparando as reflexões cristalográficas obtidas nas medidas experimentais com reflexões cristalográficas de fichas de padrões disponíveis em bases de dados (JCPDS 1980).

A espectroscopia Mössbauer é uma poderosa ferramenta analítica, destacando-se pela excepcional seletividade para determinados elementos químicos, dependendo do núcleo-sonda utilizado nas medidas experimentais, a exemplo do isótopo <sup>57</sup>Fe (Wagner & Kyek 2004). Trata-se de uma técnica espectroscópica nuclear com grande aplicabilidade em diversas áreas do conhecimento, incluindo química, física, biologia e arqueologia (Dyar et al. 2006; Alves et al. 2011; Cavalcante et al. 2011, 2017; Nascimento et al. 2013; Lage et al. 2016; Cavalcante et al. 2018; Santos et al. 2018). A espectroscopia Mössbauer revela detalhes cruciais sobre estados de oxidação e ambiente químico de coordenação do núcleo sonda, além de informações mineralógica, hiperfina e magnética, entre outras (Wagner & Kyek 2004; Dyar et al. 2006; Cavalcante et al. 2019).

O conhecimento sobre a ocorrência ou não de caráter magnético em materiais arqueológicos é um dado importante, pois pode ser um indicativo de tecnologia empregada na manipulação de tais materiais ou das matérias-primas utilizadas em sua produção, a exemplo do uso do fogo na preparação de pigmentos minerais (Cavalcante *et al.* 2014; Silva *et al.* 2019). Uma sondagem rápida a esse respeito pode ser realizada com o uso de um pequeno ímã permanente de mão, sendo um procedimento rápido e de baixo custo, configurando-se em uma estratégia valiosa como análise preliminar, inclusive em campo.

Ainda no que se refere à composição química de solos e sedimentos arqueológicos, destaca-se o fósforo pelo papel crucial que desempenha como um indicador de ocupação humana (Kern 2019). Sabe-se que os resíduos gerados em decorrência do desenvolvimento de diversas atividades humanas enriquecem os teores naturais desse elemento no solo, tornando-o útil na avaliação de ocupação da área. Tais resíduos são gerados pelo desenvolvimento de atividades rotineiras diárias (a exemplo de preparo de alimentos, abate de animais, descarte de dejetos), pela realização de sepultamentos, uso de fertilizantes e práticas de queimadas, entre outros (Kern 2019). Além do fósforo, a autora citada ainda ressalta o papel relevante que outros elementos químicos, tais

como carbono, cálcio, magnésio, zinco e manganês, exercem como indicadores de atividade humana em contextos arqueológicos, já que também podem revelar áreas de deposição de matéria orgânica, resíduos alimentares, ossos, conchas e atividades metalúrgicas ou industriais.

#### PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Conforme mencionado, as amostras de sedimentos analisadas neste trabalho foram coletadas durante o resgate de um sepultamento humano no sítio arqueológico Bulandeira dos Jacus (Figura 1), situado na zona rural de São João da Varjota, Piauí. Trata-se de sedimentos provenientes da região pélvica do indivíduo exumado e de duas áreas adjacentes ao sepultamento, uma à esquerda e outra à direita, sendo as últimas amostras utilizadas como branco analítico, a partir das quais se pretende conhecer a constituição químico-mineralógica natural dos sedimentos do local, servindo, assim, para efeitos de correlação com os sedimentos que estavam em contato imediato com os remanescentes humanos.

A preparação das amostras envolveu o peneiramento em malhas de  $600~\mu m$  e  $75~\mu m$ , visando garantir a uniformidade e representatividade do material analisado.

Para a análise arqueométrica de diferentes aspectos da composição químico-mineralógica e das propriedades dos sedimentos, foram utilizadas a fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF), difratometria de raios X (DRX) do pó, espectroscopia Mössbauer do <sup>57</sup>Fe, além da determinação do pH e de um ensaio manual para verificar se as amostras tinham caráter magnético. As medidas experimentais foram realizadas na fração granulométrica com tamanho de grãos < 75 μm, exceto o pH, determinado na fração < 600 μm.

Um ensaio inicial foi realizado usando um pequeno ímã permanente de mão, visando identificar a ocorrência ou não de caráter magnético das amostras. A determinação da composição química elementar foi realizada utilizando-se um espectrômetro portátil de fluorescência de raios X (EDXRF) *Thermo Fisher Scientific Nilton* XL3t, equipado com tubo de raios X com um anodo de prata e um detector de deriva de silício (SDD). O equipamento opera com uma voltagem máxima de 50 kV, corrente de 200 µA e 2 W de potência, usando uma câmera CCD acoplada que permite visualizar o ponto no qual é realizada a medida experimental.

As fases cristalinas foram analisadas por difratometria de raios X (DRX) pelo método do pó, usando um

difratrômetro *Shimadzu* XRD-6000, operando com tensão de 40 kV e corrente de 30 mA, equipado com tubo de raios X de cobre (CuK $\alpha$ ;  $\lambda$  = 1,541838 Å). As medidas experimentais foram realizadas no intervalo de 5 a 60° (2 $\theta$ ), com 1° (2 $\theta$ ) min<sup>-1</sup> de velocidade de varredura. O silício foi usado como um padrão externo. As fases minerais foram identificadas qualitativamente por comparação com fichas cristalográficas JCPDS (JCPDS 1980).

As espécies ferruginosas foram investigadas usando um espectrômetro Mössbauer do 57 Fe em geometria de retroespalhamento de raios γ, operando com aceleração constante de uma fonte de <sup>57</sup>Co em matriz de Rh e -4 mCi de atividade. A medida experimental foi realizada para uma amostra em ~298 K. Os deslocamentos isoméricos foram corrigidos em relação a uma folha de αFe em temperatura ambiente, padrão também usado para a calibração da escala de velocidade Doppler. Os dados coletados foram ajustados numericamente por um algoritmo pelo método dos mínimos quadrados, usando o programa de computador WinNormos for *Igor*™ versão 6.1. A determinação do pH foi realizada em 10 g de cada amostra em 25 mL de CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O 0,0100 mol L-1 submetidos a 40 minutos de agitação a 130 rpm, logo após repouso por 1 h. A análise foi efetuada em um medidor de pH MS Tecnopon mPA210, com resolução de 0,01, exatidão de ± 0,01 e incerteza ± 0,01 (Cavalcante 2008). O medidor de pH foi calibrado com soluções tampão de pH 7 e 4.

### **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

A sondagem sobre o caráter magnético dos sedimentos não apresentou resultado positivo para nenhuma das amostras investigadas.

A determinação do pH das amostras em solução de CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O 0,0100 mol L<sup>-1</sup> (Tabela 1) revelou que os sedimentos do local do sepultamento humano exibem um caráter criticamente ácido, tendo sido encontrados valores entre 3,93 e 4,29 para as alíquotas coletadas no entorno da sepultura. Por outro lado, o pH da amostra de sedimento proveniente da pelve do indivíduo exumado mostrou-se consideravelmente menos ácido (5,57), demonstrando claramente que a deposição dos remanescentes humanos alterou a acidez do meio, deixando-o cerca de 30 vezes menos ácido. No que se refere a esse parâmetro, deve-se enfatizar, por exemplo, que um pH próximo ao fisiológico (~7,4) é o mais favorável à preservação da matriz esquelética, o contrário ocorren-

Tabela 1. Valores de pH obtidos para as amostras em CaCl₂·2H₂O 0,0100 mol L⁻¹.

Amostra	рН
Sedimento oriundo do sepultamento (proveniente da pelve)	5,57
Sedimento branco analítico (à direita do sepultamento)	3,93
Sedimento branco analítico (à esquerda do sepultamento)	4,29

do quando a acidez do meio atinge valores abaixo do limite crítico (5,3-5,5), a partir do qual o processo erosivo dos ossos é intensificado quanto menor for o pH (Teixeira *et al.* 2010; Cruz *et al.* 2022).

Os dados de composição química elementar obtidos para os sedimentos (Tabela 2), conforme determinada por EDXRF, expressos em proporção em massa na forma do óxido mais comum do elemento correspondente, apontam uma relativa uniformidade na composição

química das amostras, com exceção do teor minoritário de ferro no branco analítico coletado à esquerda do sepultamento, sugerindo, de modo geral, uma composição majoritária por minerais silicatados contendo fósforo, alumínio, ferro e titânio.

Destaca-se o teor de fósforo (aqui expresso na forma  $P_2O_5$ ) no sedimento oriundo da pelve do indivíduo exumado (6,8(1) massa%), aproximadamente 25% mais elevado do que a proporção correspondente desse ele-

Tabela 2. Composição química elementar determinada por EDXRF, expressa em proporção em massa, na forma do óxido mais comum do elemento correspondente.

	Teor de óxidos/massa%						
	Sedimento do sepultamento	Sedimentos branco analítico	Sedimento branco analítico				
	(proveniente da pelve)	(à direita do sepultamento)	(à esquerda do sepultamento)				
SiO <sub>2</sub>	80,1(9)	82(5)	86,4(5)				
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	6,8(1)	5,5(8)	5,4(8)				
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,00(7)	4,8(5)	2,91(9)				
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,08(6)	3,2(2)	0,86(2)				
TiO <sub>2</sub>	2,76(5)	2,74(9)	2,72(9)				
SO <sub>3</sub>	0,84(9)	0,52(7)	0,55(6)				
CI	0,42(2)	0,37(2)	0,340(2)				
ZrO <sub>2</sub>	0,34(1)	0,32(1)	0,386(5)				
CaO	0,401(8)	0,25(2)	0,239(9)				
K₂O	0,19(5)	0,25(3)	0,136(5)				
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,039(1)	0,030(2)	0,025(3)				
$V_2O_5$	0,02(1)						
SrO	0,008(1)	0,008(1)	0,007(1)				
NbO	0,006(1)	0,006(1)	0,007(1)				
Rb₂O		0,001(1)					

Os números entre parênteses são incertezas sobre o último dígito significativo, como obtidos a partir dos teores médios calculados de três replicatas.

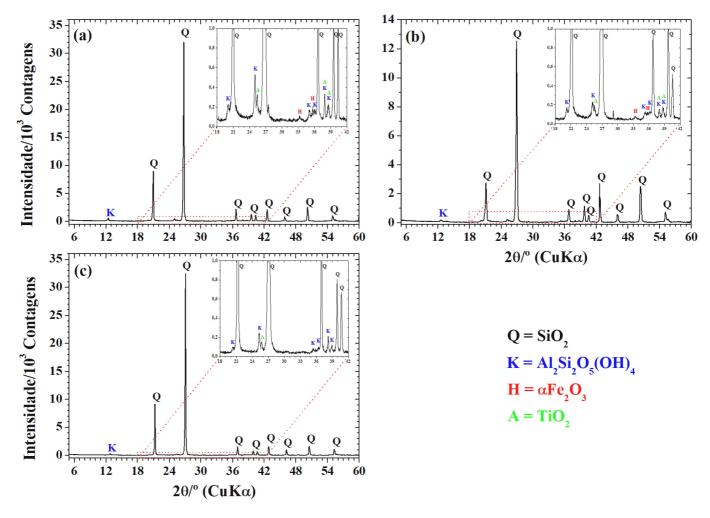


Figura 2. Perfis difratométricos obtidos para as amostras de sedimentos: a) proveniente da pelve do indivíduo exumado, b) branco analítico à direita do sepultamento, c) branco analítico à esquerda do sepultamento.

Q = quartzo, H = hematita, K = caulinita, A = anatásio.

mento químico encontrada nas amostras de branco analítico do entorno do sepultamento. O resultado aqui obtido é compatível com o que a literatura dispõe sobre o uso desse elemento químico como um valioso indicador químico de ocupação humana na arqueologia (Holliday & Gartner 2007; Kern 2009).

Difratogramas de raios X (Figura 2) obtidos para os sedimentos investigados revelam perfis difratométricos dominados por quartzo (SiO<sub>2</sub>, ficha JCPDS # 46-1045) em mistura com baixas proporções de caulinita (Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub> O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub>, JCPDS # 29-1488), anatásio (TiO<sub>2</sub>, JCP-DS # 21-1272) e hematita (αFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, JCPDS # 33-664) como fases minerais cristalinas desses materiais.

Os dados de composição química determinados por EDXRF mostraram-se compatíveis com as intensidades das reflexões cristalográficas das fases identificadas por DRX.

O espectro Mössbauer obtido em temperatura ambiente, ~298 K, para a amostra de sedimento proveni-

ente da pelve do indivíduo exumado é apresentado na Figura 3 (parâmetros hiperfinos correspondentes na Tabela 3), sendo representativamente utilizado para a investigação mais aprofundada das espécies ferruginosas constituintes desses materiais. O perfil espectral Mössbauer obtido delineou um sexteto com campo magnético hiperfino ( $B_{hf}$ ) de 51,65(9) tesla, atribuível à hematita (Cornell & Schwertmann 2003; Lage *et al.* 2016; Cavalcante & Tostes 2017), correspondente a 28,6(1)% de todo o ferro presente na amostra. Além da hematita ( $\alpha$ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), há um dupleto central típico de Fe<sup>3+</sup>, correspondente a 65,7(1)% do teor de ferro, assim como um dupleto residual atribuível a Fe<sup>2+</sup>, correspondente a 5,7(1)% do ferro.

Considera-se razoável supor que o dupleto típico de Fe<sup>3+</sup> seja oriundo de ferro preso em estruturas de silicatos, embora a origem a partir de óxidos ou oxidróxidos de ferro, de pequeno tamanho de partículas, não seja descartada.

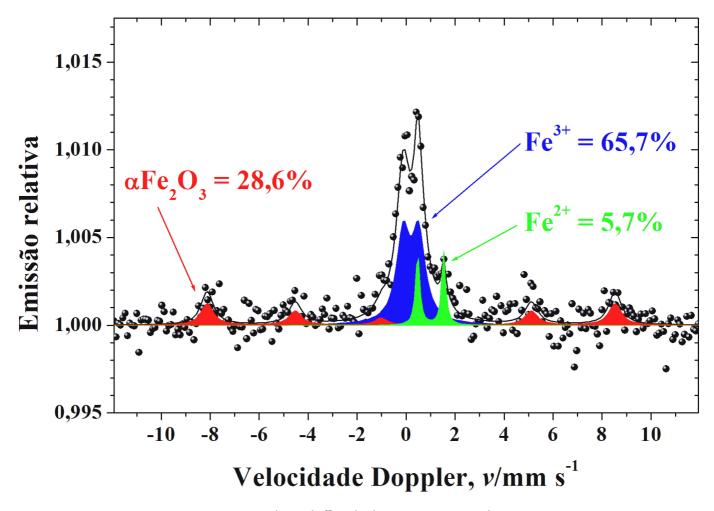


Figura 3. Espectro Mössbauer do <sup>57</sup>Fe obtido em temperatura ambiente, ~298 K, para a amostra de sedimento proveniente da pelve do indivíduo exumado.

## **CONCLUSÃO**

O desenvolvimento deste trabalho experimental de pesquisa revelou que o pH e os teores de fósforo dos sedimentos são indicadores arqueométricos eficazes de atividade humana no sítio arqueológico Bulandeira dos Jacus, tendo demonstrado que a deposição do corpo humano no seio dos sedimentos promoveu alterações significativas nas características naturais desse ambiente particular.

Verificou-se que houve enriquecimento dos sedimentos em relação aos teores de fósforo e diminuição da

Tabela	i 3. Parâmetros	hiperfinos de	o ajuste nun	nérico do (	espectro 1	Mössbauer o	do <sup>57</sup> Fe obtid	o em temperatura
	ambiente, ~298	8 K, para a a	mostra de se	edimento p	provenien	te da pelve	do indivíduo	exumado.

Sítio do Fe	δ/mm s <sup>-1</sup>	2ε, ⊿/mm s <sup>-1</sup>	Γ/mm s <sup>-1</sup>	B <sub>hf</sub> /T	AR/%
Fe <sup>3+</sup>	0,30(2)	0,64(4)	0,65(5)		65,7(1)
αFe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,35(4)	-0,09(4)	0,6(1)	51,65(9)	28,6(1)
Fe <sup>2+</sup>	1,11(6)	1,1(1)	0,2(2)		5,7(1)

 $<sup>\</sup>delta$  = deslocamento isomérico relativo ao  $\alpha$ Fe;  $2\varepsilon$  = deslocamento quadrupolar;  $\Delta$  = desdobramento quadrupolar;  $\Gamma$  = largura de linha à meia altura;  $B_{hf}$  = campo magnético hiperfino; AR = área subespectral relativa. Os números entre parênteses são incertezas representadas sobre o último algarismo significativo do valor correspondente, estimadas para cada parâmetro, como resultado do ajuste de funções lorentzianas aos dados das linhas de ressonância, por algoritmo não-linear de minimização da soma dos quadrados dos desvios experimentais.

severa acidez naturalmente dominante na área. Os dados mineralógicos obtidos por difratometria de raios X e espectroscopia Mössbauer mostraram-se compatíveis com a composição química encontrada por EDXRF.

#### Agradecimentos

Os autores são gratos ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelos benefícios concedidos a Naira Emanuele C. S. Souza (Processo 142391/2023-9) e L. C. D. Cavalcante (Processo 315709/2020-0). Agradecem ainda à Dra. Claudia Cunha (UFPI) pela cessão das amostras analisadas neste trabalho; ao Dr. Benedito Batista Farias Filho e ao mestrando Wilkins Oliveira de Barros (UFPI) pelo suporte técnico nas medidas de EDXRF; e ao Dr. Luciano Clécio Brandão Lima (UFPI) pelas medidas de DRX.

## **REFERÊNCIAS**

- ALVES, T. L. ET ALII. 2011. Pigmentos de pinturas rupestres pré-históricas do sítio Letreiro do Quinto, Pedro II, Piauí, Brasil. Química Nova 34/2: 181-185.
- AMUNDSON, R.; H. JENNY. 1991. The place of humans in the state factor theory of ecosystems and their soils. *Soil Science* 151/1: 99-109.
- APPOLONI, C. R. ET ALII. 2007. Aplicação de um equipamento portátil de EDXRF no acompanhamento dos trabalhos de restauro de pinturas murais na Igreja da Paróquia Imaculada Conceição (São Paulo, SP). Revista Brasileia de Arqueometria, Restauração e Conservação 1/4: 161-164.
- CAVALCANTE, L. C. D. 2008. Arqueoquímica aplicada ao estudo de pigmentos, depósitos de alteração e paleossedimentos do Piauí. Dissertação de Mestrado, Química. Teresina: Universidade Federal do Piauí.
- CAVALCANTE, L. C. D. 2015. Arqueometria em sítios de arte rupestre da região arqueológica de Piripiri, Piauí, Brasil. *Cadernos do CEOM* 28/43: 7-19.
- CAVALCANTE, L. C. D. *ET ALII*. 2011. Ochres from rituals of prehistoric human funerals at the Toca do Enoque site, Piauí, Brazil. *Hyperfine Interactions* 203: 39-45.
- CAVALCANTE, L. C. D. ET ALII. 2014. Pedra do Cantagalo I: uma síntese das pesquisas arqueológicas. Arqueología Iberoamericana 23: 45-60.
- CAVALCANTE, L. C. D. *ET ALII*. 2017. Red and yellow ochres from the archaeological site Pedra do Cantagalo I, in Piripiri, Piauí, Brazil. *Hyperfine Interactions* 238: 22.
- CAVALCANTE, L. C. D. *ET ALII*. 2018. Archaeometric analysis of prehistoric rupestrian paintings from the Toca do Estevo III site, Piauí, Brazil. *Journal of Archaeological Science: Reports* 18: 798-803.
- CAVALCANTE, L. C. D. *ET ALII*. 2019. Análise químico-mineralógica e parâmetros de queima de cerâmicas do sítio arqueológico Entrada do Caminho da Caiçara, Brasil. *Arqueología Iberoamericana* 43: 20-34.
- CAVALCANTE, L. C. D.; V. H. G. TOSTES. 2017. Espécies ferruginosas em pigmentos minerais do sítio arqueológico Pedra do Atlas. *Arqueología Iberoamericana* 36: 48-53.
- CHAVES, P. J. 1953. O índio no solo piauiense. Ensaio de monografia histórica. Teresina: Centro de Estudos Piauienses.
- CORNELL, R. M.; U. Schwertmann. 2003. *The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences and uses.* Weinheim: Wiley-VCH.
- CRUZ, M. A. E. ET ALII. 2022. Aspectos químicos da biomineralização óssea. Química Nova 45/5: 578-593.
- Cunha, C. M. S. 2022. Vindos do barro: bioarqueologia e antropologia do terreno no sítio arqueológico Bulandeira dos Jacus. Projeto de pesquisa para solicitação de emissão de portaria junto ao IPHAN. Teresina: Laboratório de Osteoarqueologia/CCN/UFPI.
- DYAR, M. D. ET ALII. 2006. Mössbauer spectroscopy of Earth and planetary materials. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* 34: 83-125.
- GARRISON, E. G. 2003. Techniques in Archaeological Geology. New York: Springer.
- GUETTI, N. C. *ET ALII*. 2020. Determinação de pH em sedimentos associados aos remanescentes humanos do sepultamento 2, sítio Pedra do Cachorro (Pititi), Buíque, PE, Brasil. *Fundhamentos* 17/1: 87-97.
- GUIDON, N. ET ALII. 2009. Pesquisas arqueológicas na região do Parque Nacional Serra da Capivara e seu entorno (Piauí, 1998-2008). Fundhamentos 8: 1-61.

- HOLLIDAY, V. T.; W. G. GARTNER. 2007. Methods of soil P analysis in archaeology. *Journal of Archaeological Science* 34/2: 301-333.
- JCPDS (JOINT COMMITTEE ON POWDER DIFFRACTION STANDARDS). 1980. Mineral Powder Diffraction Files Data Book. Pennsylvania: Swarthmore.
- KERN, D. C. 2009. Análise e interpretação dos solos e, ou, sedimentos nas pesquisas arqueológicas. *Revista do Museu de Arqueologia e Etnologia* 8: 21-35.
- Lage, M. C. S. M. *Et Alli*. 2016. *In-situ* <sup>57</sup>Fe Mössbauer characterization of iron oxides in pigments of a rupestrian painting from the Serra da Capivara National Park, in Brazil, with the backscattering Mössbauer spectrometer MIMOS II. *Hyperfine Interactions* 237: 49.
- MARTIN, G. 2008. Pré-História do Nordeste do Brasil. Recife: Editora Universitária da UFPE.
- MESQUITA, Y. S. 2023. Estudo tafonômico do indivíduo número 1 do sítio Bulandeira dos Jacus, São João da Varjota, Piauí. Monografia de Graduação, Arqueologia. Teresina: Universidade Federal do Piauí.
- Mott, L. R. B. 1985. Piauí colonial: população, economia e sociedade. Teresina: Projeto Petrônio Portella.
- NASCIMENTO, C. K. ET ALII. 2013. Máxima absorção ressonante em espectroscopia Mössbauer. Revista Brasileira de Ensino de Física 35/4: 4308.
- PROUS, A. 2019. Arqueologia Brasileira: a pré-história e os verdadeiros colonizadores. Cuiabá-MT: Carlini & Caniato Editorial. SANTOS, E. ET ALII. 2013. Espectrometria de fluorescência de raios-X na determinação de espécies químicas. Enciclopédia Biosfera 9/17: 3413-3432.
- SANTOS, L. M. ET ALII. 2018. Chemical and mineralogical characteristics of the pigments of archaeological rupestrian paintings from the Salão dos Índios site, in Piauí, Brazil. *Journal of Archaeological Science: Reports* 18: 792-797.
- SILVA, H. K. S. B. *ET ALII*. 2019. Análise químico-mineralógica de ocres e a busca por correlações arqueológicas com os pigmentos de pinturas rupestres do sítio Pedra do Cantagalo I. *Clio Arqueológica* 34/1: 126-162.
- STANJEK, H.; W. HÄUSLER. 2004. Basics of X-ray diffraction. Hyperfine Interactions 154: 107-119.
- Sullasi, H. S. L. *ET ALII*. 2018. Bone diagenesis study of the burials from the Pedra do Alexandre archaeological site, Carnaúba dos Dantas, Rio Grande do Norte, Brazil. *Cadernos do LEPAARQ* 15/30: 162-178.
- Teixeira, K. I. R. *Et Alii*. 2010. Processos físico-químicos no biofilme dentário relacionados à produção da cárie. *Química Nova na Escola* 32/3: 145-150.
- Wagner, F. E.; A. Kyek. 2004. Mössbauer spectroscopy in archaeology: introduction and experimental considerations. *Hyperfine Interactions* 154: 5-33.