© ARQUEOLOGÍA IBEROAMERICANA 50 (2022): 116-127. ISSN 1989-4104. https://laiesken.net/arqueologia/.

RESEARCH ARTICLE

# INVESTIGAÇÃO ARQUEOMÉTRICA DE CERÂMICAS ARQUEOLÓGICAS DO SÍTIO PEDRA DO ATLAS, BRASIL

## *Archaeometric Investigation of Archaeological Ceramics from the Pedra do Atlas Site, Brazil*

***Luis Carlos Duarte Cavalcante, Juliana de Melo Leite, José Weverton Lima de Sousa***

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí, Brasil
(✉ cavalcanteufpi@ufpi.edu.br)

Figura 1. Vista parcial do sítio arqueológico Pedra do Atlas e detalhes de suas pinturas rupestres.

***RESUMO**. A Pedra do Atlas é um abrigo arenítico com pinturas rupestres conhecido pela ocorrência de mais de uma centena de propulsores de dardos representados nos painéis pictóricos. Além da arte rupestre, neste sítio arqueológico foram encontrados materiais cerâmicos, pigmentos minerais e alguns líticos. Neste trabalho, amostras representativas*

*Recibido: 27-11-2022. Modificado: 5-12-2022. Aceptado: 9-12-2022. Publicado: 20-12-2022.*

Edited & Published by Pascual Izquierdo-Egea. Arqueol. Iberoam. Open Access Journal.
License CC BY 3.0 ES. https://n2t.net/ark:/49934/286. http://purl.org/aia/5014.

*dos materiais cerâmicos foram investigadas por fluorescências de raios X e difratometria de raios X, visando acessar a composição químico-mineralógica e parâmetros de queima dos objetos produzidos com argila. Exames macroscópicos a olho nu e complementares com estereomicroscópio e microscópio óptico também foram realizados. Os dados arqueométricos mostram a ocorrência de quartzo, anatásio, anortita, maghemita, fosfato de ferro, hematita e rutilo. A ausência de caulinita é indicativa de que a queima na produção desses materiais cerâmicos foi realizada em temperaturas superiores a 500 °C, enquanto a ausência de ilmenita é indicativa de que a temperatura de queima foi inferior a 1000 °C. Uma datação radiocarbônica de 830 ± 30 anos antes do presente foi obtida para a amostra PA.2017.33, fornecendo uma primeira cronologia para o sítio Pedra do Atlas.*

***PALAVRAS-CHAVE**. Cerâmica arqueológica; composição químico-mineralógica; temperatura de queima; arqueometria; Pedra do Atlas; Brasil.*

***ABSTRACT**. Pedra do Atlas is a sandstone shelter with rock paintings known for the occurrence of more than a hundred spear-throwers represented in the pictorial panels. In addition to rock art, ceramic materials, mineral pigments and some lithics were found at this archaeological site. In this work, representative samples of the ceramic materials were investigated by X-ray fluorescence and X-ray diffractometry, in order to access the chemical-mineralogical composition and firing parameters of the objects produced with clay. Macroscopic examinations with the naked eye and complementary examinations with stereomicroscope and optical microscope were also performed. Archaeometric data show the occurrence of quartz, anatase, anorthite, maghemite, iron phosphate, hematite and rutile. The absence of kaolinite indicates that the firing in the production of these ceramic materials was carried out at temperatures above 500 °C, while the absence of ilmenite suggests that the firing temperature was below 1,000 °C. A radiocarbon dating of 830 ± 30 years before present was obtained for sample PA.2017.33, providing a first chronology for the Pedra do Atlas site.*

***KEYWORDS**. Archaeological ceramics; chemical-mineralogical composition; firing temperature; archaeometry; Pedra do Atlas; Brazil.*

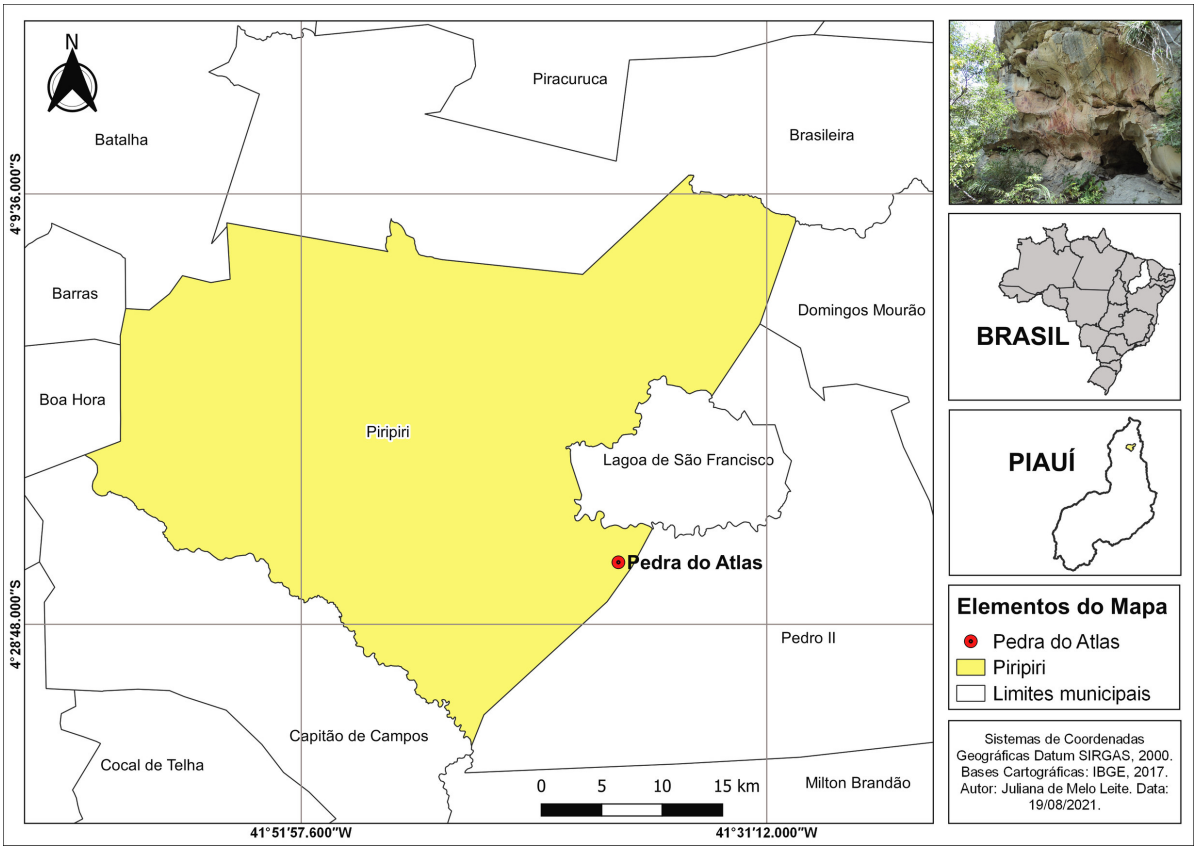


Figura 2. Mapa de localização do sítio arqueológico Pedra do Atlas.

## INTRODUÇÃO

Ao longo do vale do riacho Corrente, na área rural de Piripiri, um pequeno município ao norte do Estado do Piauí, no Nordeste brasileiro, encontram-se diversos abrigos em rocha de arenito, blocos rochosos isolados e alguns paredões também em arenito, muitos deles contendo inscrições rupestres elaboradas em cores variadas ou na forma de incisões esculpidas diretamente no suporte rochoso (Cavalcante 2015a, 2016).

O sítio arqueológico Pedra do Atlas (Figuras 1 e 2), localizado em uma área conhecida como Buriti dos Cavalos, é um dos abrigos areníticos existentes em Piripiri. Nas paredes, saliências e reentrâncias desse abrigo rochoso foram encontradas pelo menos 423 pinturas rupestres confeccionadas nas cores amarela, branca, cinza, verde-oliva, laranja e majoritariamente em diferentes tonalidades de cor vermelha, reconhecidas como figuras abstratas, antropomorfos, zoomorfos, carimbos de mãos e propulsores de dardos, além de alguns motivos gravados, entre os quais uma figura lagartiforme (Cavalcante e Rodrigues 2009; Cavalcante e Tostes 2020; Cavalcante 2022). Nas últimas expedições a campo, outros vestígios de materiais arqueológicos foram encontrados nos sedimentos superficiais desse sítio, a saber: ocres, fragmentos cerâmicos e alguns líticos (Cavalcante e Tostes 2020).

Neste trabalho o objetivo central foi realizar exames físicos e a análise químico-mineralógica de amostras representativas dos diferentes padrões de queima das cerâmicas resgatadas do sítio arqueológico Pedra do Atlas, identificados visualmente com base nos diferentes perfis cromáticos da pasta cerâmica produzida. A estratégia experimental de pesquisa, aqui adotada, visou especialmente acessar modos de produção e parâmetros de queima dos materiais cerâmicos. Mais detalhadamente, objetivou-se: 1) efetuar a limpeza mecânica dos fragmentos cerâmicos; 2) realizar exames físicos detalhados; 3) determinar a composição química elementar desses materiais antigos; 4) identificar as fases cristalinas dos materiais por difratometria de raios X do pó; 5) inferir a temperatura, ou uma faixa de temperatura, de queima em que os artefatos foram cozidos.

## CERÂMICAS ARQUEOLÓGICAS E ARQUEOMETRIA

Dunnell (2007: 154) define artefato como "[...] qualquer ocorrência que exiba qualquer atributo físico que possa ser considerado como resultante da atividade humana". Ao tratar de cultura material antiga, pode-se depreender, a partir dessa definição de Dunnel, que o homem transformava e usufruía diversos elementos disponíveis na natureza, a partir dos quais fabricava os artefatos de que necessitava. Dentre os vestígios materiais, têm-se as cerâmicas, que são comumente encontradas em sítios arqueológicos e podem apresentar características diversas, configurando-se como valiosas fontes de informações sobre os grupos humanos ceramistas que as produziram (Martin 2008).

No Brasil, o estudo padronizado de cerâmicas arqueológicas está diretamente atrelado ao desenvolvimento do Programa Nacional de Pesquisas Arqueológicas (PRONAPA), uma ousada estratégia de pesquisa coordenada pelos arqueólogos americanos Clifford Evans e Betty Meggers, tendo a efetiva participação de pesquisadores de diversas regiões brasileiras, formatada com o objetivo de mapear os sítios arqueológicos cerâmicos em um período previsto de cincos anos (Alves 1991). Maranca (2007) dá um depoimento esclarecedor sobre alguns detalhes e diretrizes desse programa de pesquisa desenvolvido em uma grande rede nacional, cuja inovação parece ter sido a padronização dos procedimentos de pesquisa de modo a permitir a correlação de diferentes sítios arqueológicos, próximos ou distantes entre si, assim como dos artefatos neles encontrados.

Cerâmicas arqueológicas, vestígios diretamente relacionados com a ação humana, são comumente encontradas em sítios arqueológicos, em razão da durabilidade e resistência desses materiais ao longo dos anos (Araújo 2014). Nunes (2009) lembra que para compreender tecnologicamente a produção desses materiais deve-se conhecer aspectos-chave, tais como técnicas de manufatura, tratamento de superfície, temperos utilizados e temperatura de queima.

A principal matéria-prima para a fabricação da cerâmica é a argila, que pode, dependendo de sua plasticidade, ser usada da forma como é encontrada na natureza, ou em mistura com outros elementos capazes de alterar sua plasticidade, como bolos de argila seca, fragmentos de cerâmica triturada, ossos, penas, cinzas de certos tipos de árvores (Alves 1991), entre outros.

Quanto aos modos de produção das cerâmicas arqueológicas, têm-se modelado, acordelado, moldado e torneado (La Salvia e Brochado 1989): 1) no modelado, porções de argila são utilizadas e com o uso dos dedos das mãos dá-se o formato da peça desejada; 2) no acordelado, cordéis ou roletes produzidos com argila são sobrepostos de modo a se obter o objeto com o

formato desejado; 3) no moldado, o diferencial é o uso de moldes pré-fabricados, nos quais porções de argila são inseridas, de modo a se obter o objeto com a forma pretendida após a junção das partes; e 4) no torneado, a argila é colocada diretamente em um torno e com o uso das mãos dá-se o formato desejado ao objeto cerâmico.

A queima deve ocorrer somente quando as peças estiverem completamente secas, caso contrário, durante o cozimento a água contida na pasta argilosa pode evaporar, causando rachaduras nos objetos cerâmicos confeccionados (Machado 2006).

Bona (2006) menciona que a queima de materiais a base de argila é influenciada pela duração, temperatura e atmosfera na qual o processo ocorre, e que o cozimento promove alterações físicas e químicas na pasta argilosa precursora, que se processam em sistemas controlados, como fornos, ou não controlados, como fogueiras. O produto cerâmico obtido expressa essas diferenciações. Machado (2006) destaca que o ceramista pode controlar a temperatura máxima e mínima do processo de queima da cerâmica pela seleção mais conveniente do tipo de combustível e de forno/fogueira utilizados.

Segundo Bicho (2006), a coloração final das peças cerâmicas produzidas é também resultante do tipo de atmosfera existente no ambiente de queima desses materiais. Quanto a esse aspecto, Bona reporta que:

> "A atmosfera de queima está relacionada com a presença de gases durante o aquecimento e resfriamento da cerâmica, especialmente o oxigênio. Em uma fogueira usada para queima estão presentes os gases da atmosfera terrestre, sobretudo oxigênio, nitrogênio e outros resultantes da combustão como a água e o gás carbono. Monóxido de carbono (CO) é resultado da combustão incompleta em uma atmosfera com falta de oxigênio livre. Gases sulforosos ($SO_2$) podem escapar do combustível usado para a queima. A própria argila dependendo das inclusões e impurezas, pode liberar vapor de água, dióxido de carbono ou dióxido de enxofre, quando aquecida" (Bona 2006: 34-35).

Verifica-se, pois, que a atmosfera de queima é definida diretamente em relação ao balanço dos gases presentes ou produzidos durante o processo: uma atmosfera oxidante é obtida quando existe maior quantidade de oxigênio no ambiente de queima e uma atmosfera redutora é verificada quando o oxigênio é deficiente no ambiente de cozimento, em decorrência da produção de uma maior quantidade de dióxido e monóxido de carbono, $CO_2$ e CO (Felicíssimo *et al.* 2004).

Felicíssimo *et al.* (2004) mencionam ainda que a resistência dos materiais cerâmicos está relacionada ao aditivo acrescentado à argila, de modo que o coeficiente de expansão térmica dos materiais acrescentados deve ser idealmente o mais próximo possível dos coeficientes térmicos dos minerais constituintes da argila base, visando evitar fissuras ou rachaduras nas peças cerâmicas produzidas, causadas por tensões nesses materiais.

Entre as diversas abordagens que podem ser empregadas no estudo de cerâmicas arqueológicas, a arqueometria tem sido muito utilizada como uma estratégia refinada de pesquisa que permite acessar diversas informações não alcançáveis de outra forma que não seja pelo uso de técnicas analíticas específicas. Ao discorrer sobre esse tipo de abordagem de exame e análise na arqueologia, Cavalcante (2015b: 9) menciona que:

> "[...] Arqueometria refere-se à aplicação de técnicas de exames e de análises científicas na investigação em Arqueologia [...] Arqueometria refere-se às caracterizações química e mineralógica dos mais diversos materiais e registros arqueológicos, usando as ciências da natureza, em especial a Química e a Física, ainda que também sejam observadas importantes contribuições pelo uso de outros ramos do conhecimento, como a Biologia e, com o advento da informática, pelo emprego de ferramentas matemáticas e tratamentos estatísticos, entre outros."

O estudo de materiais cerâmicos com uma abordagem arqueométrica possibilita acessar informações como composição química e mineralógica, além de possibilitar a identificação de fases minerais diagnósticas que permitem conhecer a temperatura específica ou uma faixa de temperatura em que a queima foi realizada (Cavalcante *et al.* 2019). Dependendo da técnica analítica utilizada, pode-se inclusive acessar o tipo de atmosfera (oxidante ou redutora) em que o processo de cozimento ocorreu. Conforme a estratégia adotada na investigação, tanto a análise química quanto a mineralógica podem permitir a identificação de tratamentos diferenciados empregados no acabamento das peças cerâmicas, tais como uso de engobo, banhos específicos, ou ainda a composição de tintas eventualmente utilizadas em acabamentos mais refinados desses objetos. Resíduos de alimentos ou de outros materiais igualmente podem ser identificados e fornecer indícios sobre as formas de utilização cotidiana de determinados materiais cerâmicos arqueológicos.

Figura 3. Amostras representativas das cerâmicas arqueológicas do sítio Pedra do Atlas selecionadas para investigação neste trabalho.

## MATERIAIS E PROCEDIMENTOS ANALÍTICOS

O procedimento metodológico adotado neste trabalho constou das seguintes etapas: 1) seleção e limpeza de amostras representativas dos materiais cerâmicos investigados, 2) exame físico macroscópico e sob estereomicroscópio e microscópio óptico, e 3) análises químico-mineralógicas por fluorescência de raios X e difratometria de raios X.

### Seleção e limpeza das amostras

De um total de vinte e uma (21) amostras de fragmentos cerâmicos coletadas no sítio Pedra do Atlas, três (3) foram selecionadas para investigação neste trabalho (Figura 3), conforme os diferentes padrões de queima identificados visualmente pelo perfil cromático examinado nas superfícies externa e interna, assim como nos núcleos dos fragmentos em quebra transversal da parede cerâmica.

Antes da realização do exame físico e das análises químico-mineralógicas, as amostras foram submetidas a uma limpeza mecânica a seco com o auxílio de pincéis e escovas dentais de cerdas macias, visando remover restos de sedimentos impregnados nas peças investigadas. Após a limpeza mecânica, as amostras foram fotografadas utilizando uma câmera *Sony DSC-W630* com 16.1 megapixels, usando uma escala dimensional.

### Exame físico macroscópico

Após a limpeza mecânica a seco, as amostras foram incialmente examinadas macroscopicamente a olho nu, visando a identificação de aspectos diversos, como 1) modos de produção dos objetos cerâmicos, 2) tipos de acabamento empregados nas superfícies externa e interna das peças, 3) morfologia dos objetos, e 4) identificação de antiplásticos utilizados pelos artesãos para controlar a plasticidade da pasta argilosa base das peças cerâmicas.

### Exame físico sob estereomicroscópio

Os fragmentos cerâmicos selecionados para investigação foram examinados em um estereomicroscópio *Zeiss*™, modelo *Stemi 2000-C*, com recurso de ampliação de imagem de até 50×. O exame teve como objetivo realizar uma descrição das amostras, mediante observação de detalhes em diferentes magnificações. As áreas examinadas das amostras foram registradas digitalmente usando uma câmera *Sony DSC-W630* com 16.1 megapixels.

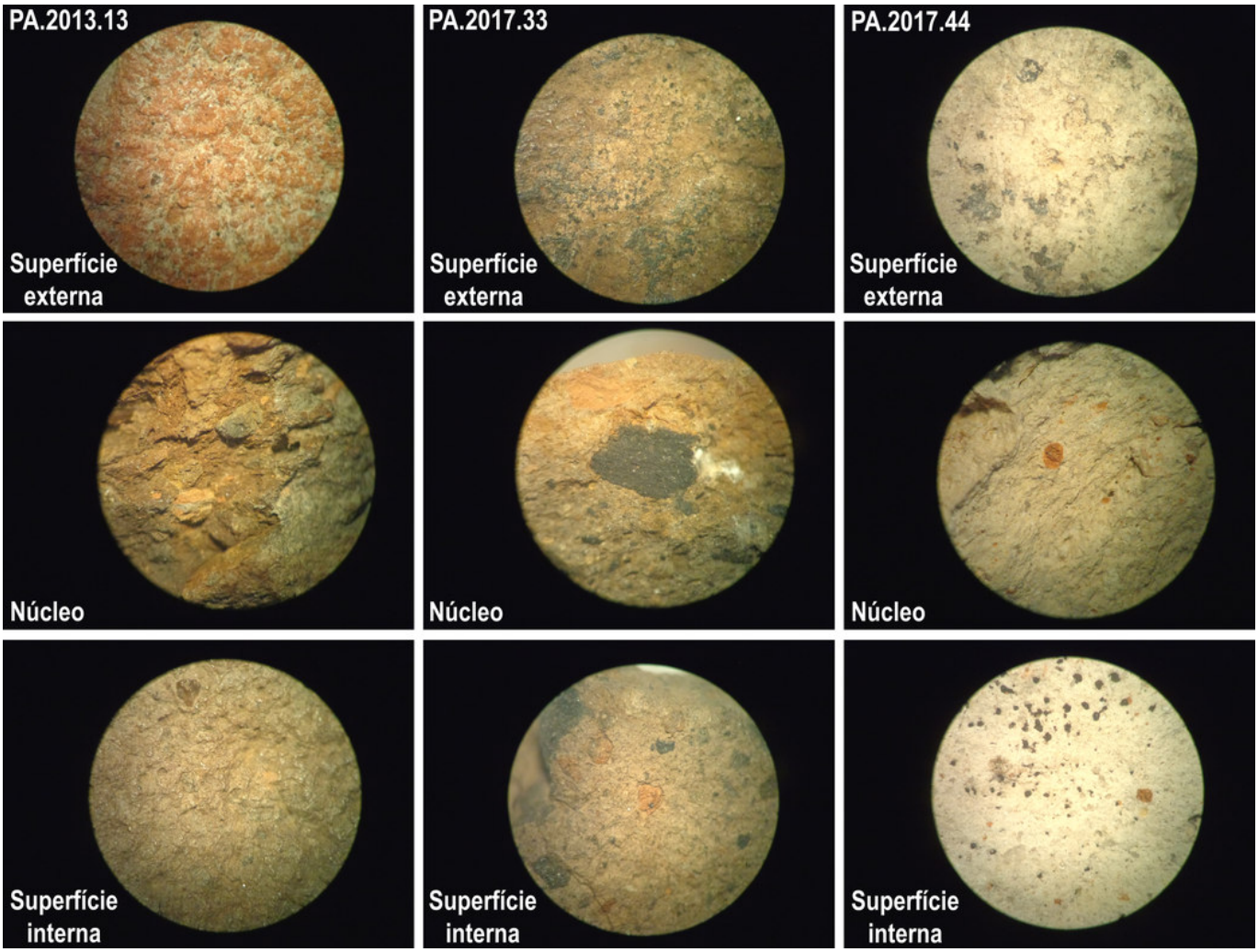


Figura 4. Imagens das amostras de cerâmicas em exame sob estereomicroscópio (aumento 32×).

## Exame físico sob microscópio óptico

Complementarmente, os fragmentos cerâmicos foram ainda examinados sob um microscópio óptico *USB Avantscope*, *ProScope™ HR CSI Science Level 2*, com um recurso de ampliação de imagem em diferentes magnitudes de 30×, 50× e 100×. As áreas examinadas das amostras foram registradas digitalmente utilizando um *software* específico que acompanha o microscópio.

## Análises químico-mineralógicas

Após a realização dos exames físicos, as amostras foram pulverizadas, para posteriores análises químico-mineralógicas por fluorescência de raios X e difratometria de raios X. O exame dos diferentes padrões de queima identificados visualmente, a partir dos quais as amostras representativas dos materiais cerâmicos foram selecionadas para investigação neste trabalho, não apontou a ocorrência de núcleos com coloração negra nítida, tendo sido observadas somente diferenças de coloração entre as superfícies interna e externa, ou padrão cromático uniforme ao longo de toda a parede cerâmica em quebra transversal. Tendo essa constatação em vista, porções das superfícies externa e interna das amostras foram pulverizadas separadamente, com o objetivo de investigar indícios de indicadores químicos de uso, manuseio e acabamento diferenciado de superfícies (externa e interna) das peças cerâmicas. A pulverização foi realizada usando almofariz e pistilo de ágata, obtendo-se as seguintes subamostras: PA.2013.13 superfície externa, PA.2013.13 superfície interna, PA.2017.33 superfície externa, PA.2017.33 superfície interna, PA. 2017.44 superfície externa, e PA.2017.44 superfície interna.

### Fluorescência de raios X

A determinação da composição química elementar das amostras cerâmicas investigadas foi realizada por

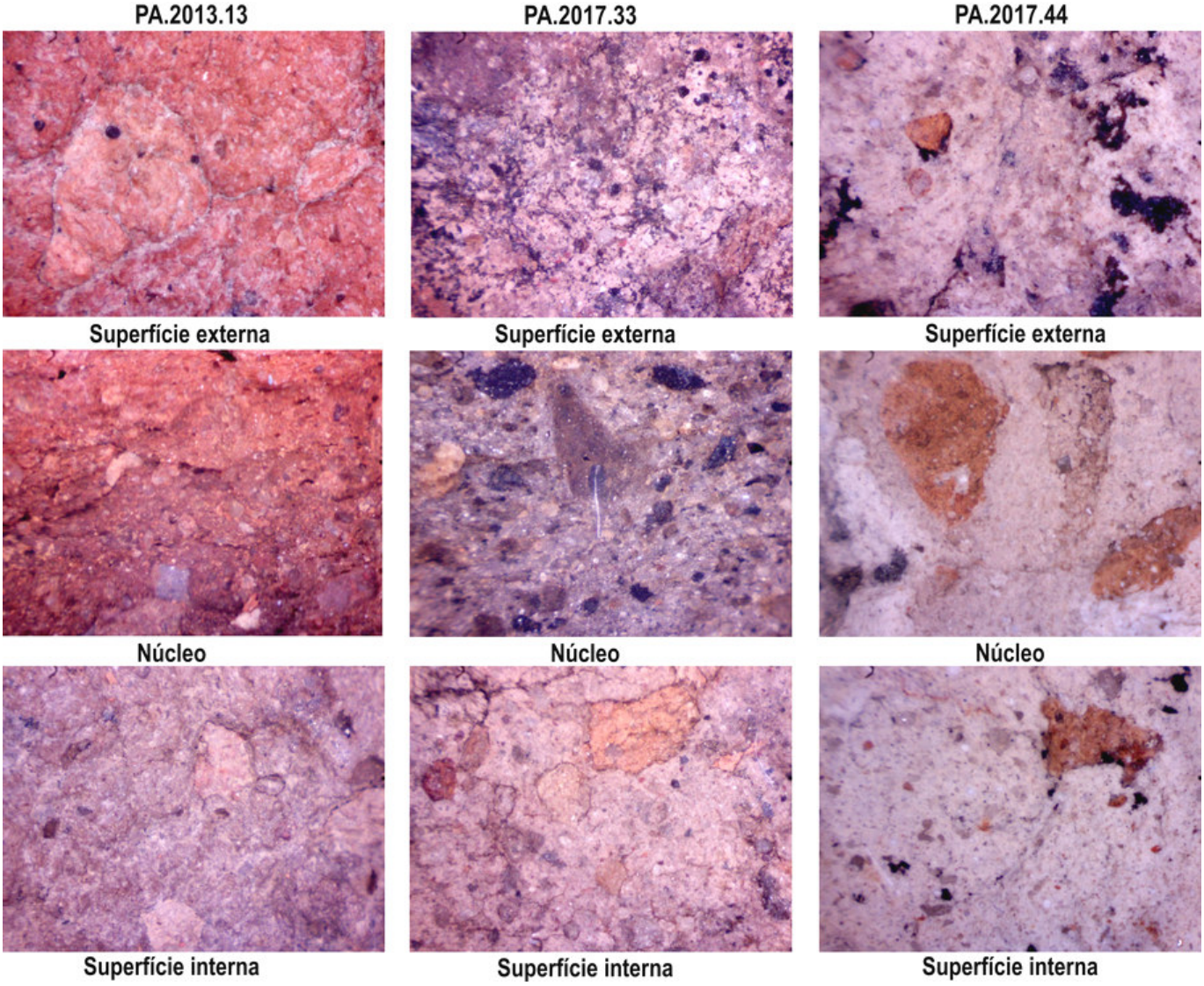


Figura 5. Imagens das amostras de cerâmicas em exame sob microscópio óptico (aumento 100×).

fluorescência de raios X, usando um espectrômetro *Thermo Fisher Scientific Niton XL3t Ultra*, equipado com tubo de raios X com um anodo de prata e um detector de deriva de silício (SDD). O equipamento portátil 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 sondagens foram realizadas em atmosfera ambiente, usando um colimador de 3 mm e 120 segundos de tempo de residência do feixe. As medidas experimentais foram feitas em duplicatas.

### Difratometria de raios X

As fases cristalinas das amostras foram analisadas por difratometria de raios X pelo método do pó, usando um difratômetro *Shimadzu XRD-6000*, operando com tubo de raios X de cobre (CuKα), voltagem de 40,0 kV e corrente de 30,0 mA. As varreduras foram feitas no intervalo 5 a 60° (2θ), com velocidade de 1° (2θ) $min^{-1}$.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

O exame físico sob estereomicroscópio (Figura 4) e microscópio óptico (Figura 5) foi complementar ao exame macroscópico realizado a olho nu, cujo interesse foi detalhar aspectos como 1) modos de produção dos objetos cerâmicos, 2) tipos de acabamento empregados nas superfícies externa e interna das peças, 3) morfologia dos objetos, e 4) identificação de antiplásticos utilizados pelos artesãos para controlar a plasticidade da pasta argilosa base das peças cerâmicas, que podem, em

Tabela 1. Resumo do exame físico das amostras cerâmicas, realizado macroscopicamente e complementado sob estereomicroscópio (aumento 32×) e microscópio óptico (aumento 100×).

| PA.2013.13 Superfície externa |
|---|
| O fragmento cerâmico PA.2013.13 tem comprimento máximo de 6,4 cm, largura máxima de 3,7 cm e 1,2 cm de espessura. Trata-se de um fragmento de base plana de uma peça, cujo modo de produção foi o modelado, e o acabamento empregado nas superfícies externa e interna foi o alisado.<br>A superfície externa tem coloração vermelho-alaranjada, encontra-se impregnada por uma espécie de lama esbranquiçada, dispersa em toda a sua extensão, e o exame sob estereomicroscópio e microscópio óptico mostrou mais detalhadamente que o material esbranquiçado disperso nessa superfície do fragmento cerâmico encontra-se alojado especialmente nos poros e reentrâncias da superfície da peça. Grãos de quartzo em tamanhos variados e cacos cerâmicos moídos foram identificados imersos na pasta cerâmica. |
| PA.2013.13 Núcleo |
| O exame do fragmento em quebra transversal da parede cerâmica da amostra PA.2013.13 mostrou que a peça tem no núcleo uma região de interface entre duas colorações que se interpenetram: a cor vermelho-alaranjada, que migra a partir da superfície externa em direção ao centro do núcleo, e a cor amarronzada escura, que migra a partir da superfície interna até se encontrar com a porção vermelho-alaranjada. Portanto, padrões cromáticos distintos são nítidos nas superfícies externa e interna dessa amostra.<br>Tanto os grãos de quartzo em tamanhos variados quanto os cacos cerâmicos moídos, elementos antiplásticos identificados na pasta cerâmica, foram melhor visualizados na quebra transversal da parede cerâmica do fragmento investigado. |
| PA.2013.13 Superfície interna |
| A superfície interna da amostra PA.2013.13 apresenta uma coloração amarronzada escura e grãos de quartzo de diferentes dimensões, além de muitos cacos cerâmicos moídos e alguns grãos de hematita como elementos antiplásticos. Diferentemente da superfície externa, na superfície interna não foram encontrados resíduos da lama esbranquiçada. |
| PA.2017.33 Superfície externa |
| A amostra PA.2017.33 tem comprimento máximo de 3,5 cm, largura máxima de 2,3 cm e 0,8 cm de espessura. Trata-se presumidamente de um fragmento de bojo de uma peça cerâmica, cujo modo de produção foi o acordelado, tendo o polimento como acabamento empregado na superfície externa e o alisado como acabamento da superfície interna.<br>A superfície externa tem coloração amarronzada e seu exame sob estereomicroscópio e microscópio óptico mostrou a ocorrência de grãos de quartzo com dimensões relativamente uniformes, cacos cerâmicos moídos e grãos de hematita imersos na pasta cerâmica. |
| PA.2017.33 Núcleo |
| O exame da amostra PA.2017.33 em quebra transversal da parede cerâmica mostrou que a peça tem no núcleo duas regiões com perfis cromáticos nitidamente diferenciados: uma de coloração alaranjada, com espessura de aproximadamente 2 mm, logo abaixo na finíssima película amarronzada que protege a superfície externa, e uma região amarronzada, com espessura de aproximadamente 6 mm, que migra desde a superfície interna do fragmento até se encontrar com a porção alaranjada.<br>Como elementos antiplásticos foram identificados grãos de quartzo, fragmentos de carvão e cacos cerâmicos moídos em tamanhos variados imersos na pasta matriz. |
| PA. 2017.33 Superfície interna |
| Na superfície interna da PA.2017.33, de coloração amarronzada e acabamento alisado, conforme já mencionado, foram observados grãos de quartzo e de hematita, fragmentos de carvão e cacos cerâmicos moídos em tamanhos variados imersos na pasta cerâmica. |
| PA.2017.44 Superfície externa |
| O fragmento melhor preservado da amostra PA.2017.44 tem comprimento máximo de 3,7 cm, largura máxima de 3,5 cm e 1,2 cm de espessura. Presumidamente, trata-se de um fragmento de bojo de uma peça cerâmica, cujo modo de produção foi o modelado. Essa amostra exibe padrão cromático uniforme, sendo ela essencialmente constituída por uma pasta cerâmica branca com dispersão de raros grãos minerais alaranjados.<br>A superfície externa tem acabamento alisado e o exame sob estereomicroscópio e microscópio óptico mostrou mais detalhadamente apenas a ocorrência de grãos de quartzo dispersos na pasta cerâmica. |
| PA.2017.44 Núcleo |
| O exame do núcleo da parede do fragmento cerâmico PA.2017.44 em quebra transversal mostrou a ocorrência de grãos de quartzo e cacos cerâmicos moídos como elementos antiplásticos dispersos na pasta cerâmica esbranquiçada. |
| PA.2017.44 Superfície interna |
| Em decorrência do desgaste relativo, não foi possível identificar o tipo de acabamento empregado na superfície interna da amostra PA.2017.44. Grãos de quartzo e cacos cerâmicos moídos foram encontrados como elementos antiplásticos imersos na pasta cerâmica. |

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

| | Teor de óxidos/massa% | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | PA.2013.13 | | PA.2017.33 | | PA.2017.44 | |
| | Superfície externa | Superfície interna | Superfície externa | Superfície interna | Superfície externa | Superfície interna |
| $MoO_3$ | 0,003(9) | 0,002(9) | 0,002(9) | 0,003(9) | 0,001(9) | |
| $ZrO_2$ | 0,133(1) | 0,121(1) | 0,14(5) | 0,121(2) | 0,062(1) | 0,115(4) |
| SrO | 0,004(9) | 0,004(9) | 0,003(9) | 0,004(9) | 0,003(9) | 0,005(9) |
| $U_3O_8$ | 0,001(9) | | 0,002(9) | 0,002(9) | | |
| $Rb_2O$ | 0,002(9) | 0,003(9) | 0,002(9) | 0,002(9) | 0,003(9) | 0,006(9) |
| $ThO_2$ | 0,004(9) | 0,003(9) | 0,006(9) | 0,004(9) | | |
| PbO | | | 0,003(9) | 0,001(1) | 0,005(9) | 0,007(9) |
| $As_2O_3$ | 0,002(9) | 0,002(9) | 0,014(9) | 0,004(9) | 0,010(1) | 0,010(1) |
| ZnO | 0,009(9) | 0,006(9) | | 0,006(9) | 0,014(9) | 0,012(9) |
| W | | | 0,016(1) | 0,016(2) | 0,094(9) | 0,046(4) |
| CuO | 0,007(1) | 0,008(1) | 0,013(2) | 0,009(1) | 0,050(5) | 0,026(1) |
| $Fe_2O_3$ | 15,4(3) | 14,53(5) | 16,5(7) | 16,3(2) | 11,5(6) | 11,28(9) |
| $Cr_2O_3$ | 0,055(2) | 0,054(1) | 0,031(1) | 0,054(9) | 0,099(5) | 0,084(1) |
| $V_2O_5$ | 0,066(1) | 0,078(3) | 0,069(4) | 0,065(3) | 0,084(9) | 0,070(4) |
| $TiO_2$ | 3,25(6) | 3,46(5) | 4,0(1) | 3,31(2) | 4,0(3) | 4,1(1) |
| CaO | 0,296(7) | 0,299(1) | 0,225(2) | 0,261(2) | 0,45(2) | 0,39(1) |
| $K_2O$ | 0,717(1) | 0,583(9) | 0,414(1) | 0,429(8) | 1,10(6) | 1,16(5) |
| $SO_3$ | | | | | 1,00(6) | 1,0(2) |
| NbO | 0,010(9) | 0,010(9) | 0,010(9) | 0,009(9) | 0,005(9) | 0,007(9) |
| $Bi_2O_3$ | 0,004(9) | 0,003(9) | 0,008(9) | 0,004(9) | 0,008(9) | 0,011(9) |
| $Al_2O_3$ | 12,94(9) | 12,8(2) | 9,8(1) | 12,1(2) | 17,6(9) | 15,9(4) |
| $P_2O_5$ | 4,73(5) | 3,87(5) | 7,9(5) | 5,8(2) | 3,57(9) | 5,6(9) |
| $SiO_2$ | 62,3(9) | 64,0(5) | 60,7(9) | 61,34(9) | 60,1(9) | 58,5(9) |
| Cl | 0,074(1) | 0,16(2) | 0,14(1) | 0,159(6) | 0,24(1) | 0,26(2) |
| CdO | | | | | | 0,003(9) |
| PdO | | | | | 0,001(9) | 0,001(9) |
| $Ag_2O$ | | | | | | 0,002(9) |
| MgO | | | | | | 1,4(3) |

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

alguns casos, ser identificados inequivocamente como elementos acrescentados intencionalmente pelos autores na etapa de produção.

Resumidamente, as seguintes características foram encontradas (Tabela 1): 1) os fragmentos cerâmicos investigados têm comprimento máximo entre 3,5 e 6,4 cm, largura máxima entre 2,3 e 3,7 cm e espessura de parede variando entre 0,8 e 1,2 cm; 2) modelado e acordelado foram identificados como os modos de produção empregados na confecção das peças cerâmicas;

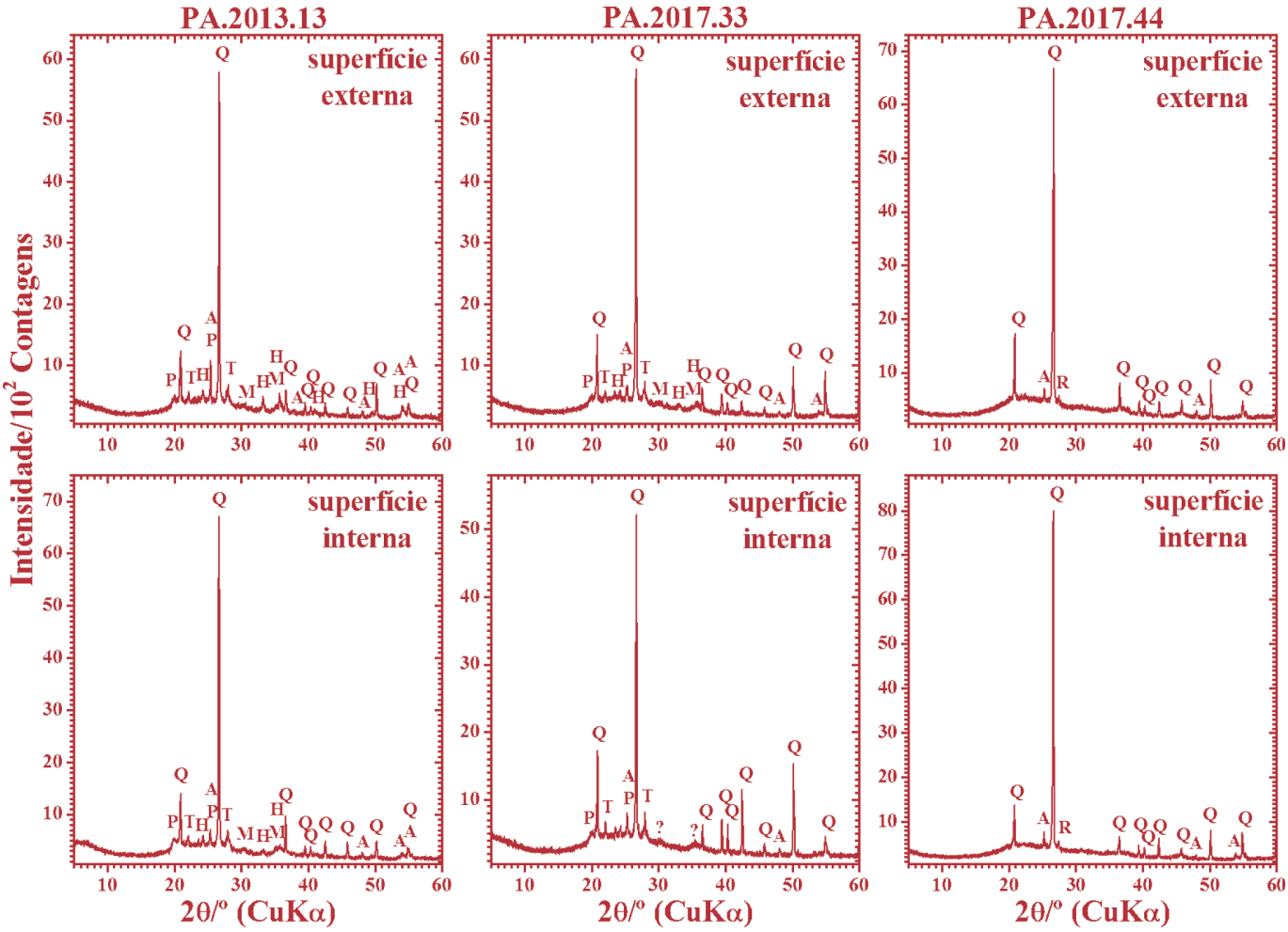


Figura 6. Perfis difratométricos obtidos para as amostras representativas das cerâmicas arqueológicas do sítio Pedra do Atlas. Q = quartzo, A = anatásio, T = anortita, P = fosfato de ferro, M = maghemita, H = hematita e R = rutilo.

3) o alisado foi identificado como o tipo de acabamento mais recorrente utilizado no tratamento das superfícies externa e interna dos objetos cerâmicos, embora o polido tenha sido encontrado como acabamento da superfície externa de uma amostra; 4) grãos de quartzo e de hematita, cacos cerâmicos moídos e fragmentos de carvão foram identificados como elementos antiplásticos presentes na pasta cerâmica, sendo que os cacos cerâmicos moídos e os fragmentos de carvão foram seguramente acrescentados intencionalmente à massa argilosa precursora, para alterar sua plasticidade; 5) em termos de morfologia, duas amostras foram atribuídas a vestígios de bojo e uma foi reconhecida como sendo um fragmento de base plana.

A composição química das três amostras representativas das cerâmicas arqueológicas do sítio Pedra do Atlas, obtida por fluorescência de raios X, expressa em proporção em massa, na forma do óxido mais comum do elemento correspondente, está apresentada na Tabela 2, da qual se pode inferir a ocorrência majoritária de minerais silicatados ricos em ferro, alumínio, fósforo e titânio. O ferro, com composição nas amostras aqui expressa como $Fe_2O_3$, contribui com uma proporção que varia de 11,28(9) massa%, na superfície interna da amostra PA.2017.44, a 16,5(7) massa%, na superfície externa da PA.2017.33.

Comparativamente, os teores dos elementos químicos componentes da pasta cerâmica não apresentam diferenças significativas entre si nas superfícies externa e interna das peças investigadas, não permitindo maiores inferências. O único componente que exibe diferença mais consistente nos teores entre as superfícies externa e interna é o fósforo, com proporção aqui expressa relativa ao $P_2O_5$. Observa-se que tanto na amostra PA.2013.13 quanto na PA.2017.33 há muito mais fósforo na superfície externa do que na interna, com proporções ~22% e ~36%, respectivamente, maiores, o que sugere resíduos de materiais orgânicos acumulados na superfície externa ao longo do tempo de manuseio das peças durante o uso. O contrário é observado

na amostra PA.2017.44, na qual o teor de fósforo é nitidamente superior na superfície interna, se comparado com a proporção correspondente na superfície externa, tendo sido encontrado ~57% mais fósforo na superfície interna do que na externa. Essa constatação é fortemente sugestiva de que o aumento proporcional de fósforo na parte interna desse fragmento cerâmico seja oriundo de uso do objeto do qual ele fez parte, possivelmente incorporado na superfície interna em decorrência da preparação ou armazenamento de alimentos. Cabe destacar que a superfície interna da PA.2017.44 encontra-se criticamente desgastada, sugerindo que o teor de fósforo possa eventualmente ser ainda maior do que o determinado nas medidas experimentais.

Os perfis difratométricos (Figura 6) obtidos para esses materiais cerâmicos arqueológicos mostram reflexões de Bragg características dos minerais quartzo ($SiO_2$; ficha JCPDS # 46-1045), anatásio ($TiO_2$; ficha # 21-1272), anortita ($CaAl_2Si_2O_8$; ficha # 41-1486), maghemita ($\gamma Fe_2O_3$; ficha # 39-1346), fosfato de ferro ($FePO_4$; ficha # 31-647), hematita ($\alpha Fe_2O_3$; ficha # 33-664) e rutilo ($TiO_2$; ficha # 21-1276).

Um aspecto importante na análise mineralógica desses materiais cerâmicos é a ocorrência de rutilo somente na amostra PA.2017.44, além da ausência das fases hematita, maghemita e fosfato de ferro nesse mesmo fragmento cerâmico, diferenciação composicional que era previsível, tendo em vista o padrão cromático completamente distinto da pasta cerâmica dessa amostra.

A ausência de caulinita nos perfis difratométricos obtidos para essas amostras é indicativa de que a queima na produção desses materiais cerâmicos foi realizada em temperaturas superiores a 500 °C, uma vez que próximo desse patamar térmico a caulinita sofre desidroxilação, convertendo-se em metacaulinita (Rice 1987; Murad e Wagner 1998).

Por outro lado, a ausência de ilmenita é indicativa de que a temperatura de queima foi inferior a 1000 °C, pois nessa temperatura o titânio já teria se combinado com o ferro e se convertido em ilmenita ($FeTiO_3$) (Viegas *et al.* 2020). Dadas essas fases minerais diagnósticas, pode-se considerar com boa margem de segurança que os materiais cerâmicos do sítio arqueológico Pedra do Atlas foram produzidos em uma faixa de temperatura de queima entre 550 e 950 °C. A ocorrência de fragmentos de carvão preservados na pasta cerâmica da PA.2017.33 é sugestiva de que pelo menos uma peça cerâmica tenha sido queimada em temperatura mais próxima a 550 °C.

Uma fração desses fragmentos de carvão da PA.2017.33 foi pulverizada juntamente com a pasta cerâmica na qual está inserida e dessa forma uma primeira datação radiocarbônica foi obtida para o sítio Pedra do Atlas. Com essa estratégia experimental, a porção da amostra enviada ao Laboratório *Beta Analytic*, em Miami (USA), forneceu uma idade convencional de 830 ± 30 anos antes do presente (calibrada com 94,0% de probabilidade em 740-666 anos antes do presente; Beta-632745).

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

A estratégia experimental de pesquisa implementada neste trabalho centrou-se na investigação arqueométrica de amostras representativas dos diferentes padrões de queima de cerâmicas do sítio arqueológico Pedra do Atlas, identificados visualmente com base nos diferentes perfis cromáticos da pasta cerâmica produzida.

Exames físicos macroscópicos e microscópicos revelaram 1) que os fragmentos cerâmicos investigados têm comprimento máximo entre 3,5 e 6,4 cm, largura máxima entre 2,3 e 3,7 cm e espessura de parede variando entre 0,8 e 1,2 cm; 2) modelado e acordelado como os modos de produção empregados na confecção das peças cerâmicas; 3) o alisado como o tipo de acabamento mais recorrente utilizado nas superfícies externa e interna dos objetos cerâmicos, embora o polido tenha sido encontrado como acabamento da superfície externa de uma amostra; 4) grãos de quartzo e de hematita, cacos cerâmicos moídos e fragmentos de carvão como elementos antiplásticos presentes na pasta cerâmica, sendo que os cacos cerâmicos moídos e os fragmentos de carvão foram seguramente acrescentados intencionalmente à massa argilosa precursora, para alterar sua plasticidade; 5) que, em termos de morfologia, duas amostras foram atribuídas a vestígios de bojo e uma foi reconhecida como sendo um fragmento de base plana.

A determinação da composição química desses materiais não revelou diferenças significativas nos teores dos constituintes nas superfícies externa e interna das peças investigadas, não permitindo maiores inferências. O único componente que exibe diferença mais consistente nos teores entre as superfícies externa e interna é o fósforo, sendo que duas amostras mostram teor realisticamente maior desse elemento químico na superfície externa do que na superfície interna, sugerindo a ocorrência de resíduos de materiais orgânicos acumulados na superfície externa, presumidamente ao longo do tempo de manuseio das peças durante o uso. Uma

das amostras contém mais fósforo na superfície interna do que na externa, possivelmente incorporado em decorrência da preparação ou armazenamento de alimentos.

A ausência de caulinita nos perfis difratométricos obtidos é indicativa de que a queima desses materiais cerâmicos foi realizada em temperaturas superiores a 500 °C, e a ausência de ilmenita é indicativa de que a temperatura de queima foi inferior a 1000 °C. Face a tais fases minerais diagnósticas, pode-se considerar que os materiais cerâmicos do sítio arqueológico Pedra do Atlas foram produzidos em uma faixa de temperatura de queima entre 550 e 950 °C.

## Agradecimentos

Os autores são gratos ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela concessão das bolsas de produtividade em pesquisa a L. C. D. Cavalcante (Processo 315709/2020-0) e de iniciação científica a J. M. Leite (Processo 127029/2020-6). Ao Dr. Benedito Batista Farias Filho pelas medidas de fluorescência de raios X e ao Dr. Luciano Clécio Brandão Lima pelas medidas de difratometria de raios X.

## REFERÊNCIAS

Alves, C. 1991. A cerâmica pré-histórica no Brasil. Avaliação e proposta. *Clio Arqueológica* 1/7: 11-88.

Araújo, I. L. 2014. *O que os olhos não veem, os dados revelam: estudo arqueométrico de cerâmicas arqueológicas do sítio Lagoa do Portinho I*. Dissertação de Mestrado, Arqueologia. Teresina: Universidade Federal do Piauí.

Bicho, N. F. 2006. *Manual de Arqueologia Pré-Histórica*. Lisboa: Edições 70.

Bona, I. A. T. 2006. *Estudo de assinaturas químicas em cerâmica da Tradição Tupiguarani da região central do estado do Rio Grande do Sul, Brasil*. Tese de Doutorado, Ciências-Tecnologia Nuclear. São Paulo: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares/Universidade de São Paulo.

Cavalcante, L. C. D. 2015a. Pinturas rupestres da região arqueológica de Piripiri, Piauí, Brasil. *Arqueología Iberoamericana* 26: 6-12.

Cavalcante, L. C. D. 2015b. Arqueometria em sítios de arte rupestre da região arqueológica de Piripiri, Piauí, Brasil. *Cadernos do CEOM* 28/43: 7-19.

Cavalcante, L. C. D. 2016. Sítios arqueológicos do vale do Buriti dos Cavalos: uma breve revisão. *Arqueología Iberoamericana* 30: 16-22.

Cavalcante, L. C. D. 2022. Pedra do Atlas: uma síntese das pesquisas arqueológicas e perspectivas futuras. *Arqueología Iberoamericana* 49: 36-44.

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.; P. R. A. Rodrigues. 2009. Análise dos registros rupestres e levantamento dos problemas de conservação do sítio Pedra do Atlas, Piripiri, Piauí. *Clio Arqueológica* 24/2: 154-173.

Cavalcante, L. C. D.; V. H. G. Tostes. 2020. Análise arqueométrica de ocres amarelos do sítio arqueológico Pedra do Atlas, Brasil. *Arqueología Iberoamericana* 45: 3-10.

Dunnell, R. C. 2007. *Classificação em Arqueologia*. São Paulo: EDUSP.

Felicíssimo, M. P. *et alii*. 2004. Estudos arqueométricos de cerâmicas indígenas pré-coloniais das lagoas do Castelo e Vermelha, localizadas no Pantanal Sul-Mato-Grossense. *Canindé* 4: 325-368.

La Salvia, F.; J. P. Brochado. 1989. *Cerâmica Guarani*. Porto Alegre: Pozenato Arte e Cultura.

Machado, J. S. 2006. O potencial interpretativo das análises tecnológicas: um exemplo amazônico. *Revista do Museu de Arqueologia e Etnologia* 15-16: 87-111.

Maranca, S. 2007. A arqueologia brasileira e o Programa Nacional de Pesquisas Arqueológicas (PRONAPA) dos anos 60. *Arqueologia* 4: 115-123.

Martin, G. 2008. *Pré-história do Nordeste do Brasil*. Recife: Editora da UFPE.

Murad, E.; U. Wagner. 1998. Clays and clay minerals: the firing process. *Hyperfine Interactions* 117: 337-356.

Nunes, K. P. 2009. *Estudos arqueométricos do sítio arqueológico Hatahara*. Dissertação de Mestrado, Ciências-Tecnologia Nuclear. São Paulo: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares/Universidade de São Paulo.

Rice, P. M. 1987. *Pottery Analysis: A Sourcebook*. Chicago: University of Chicago Press.

Viegas, B. M. *et alii*. 2020. A influência da temperatura nas transformações de fases dos minerais presentes na lama vermelha: redução da hematita à magnetita. *Matéria* 25/1: 1-12.