



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO

CLARA DIANA FIGUEIRÔA SANTOS

**DATAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ARGAMASSA E TIJOLO DA
PORTADA PRINCIPAL DO FORTE ORANGE, ITAMARACÁ,
PERNAMBUCO**

RECIFE

2017

CLARA DIANA FIGUEIRÔA SANTOS

**DATAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ARGAMASSA E TIJOLO DA
PORTADA PRINCIPAL DO FORTE ORANGE, ITAMARACÁ,
PERNAMBUCO**

Trabalho de conclusão de curso apresentado como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Arqueologia, pela Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Filosofia Ciências Humanas, *campus* Recife.

Orientador: Prof. Dr. Henry Sócrates Lavalle Sullasi

RECIFE

2017

CLARA DIANA FIGUEIRÔA SANTOS

**DATAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ARGAMASSA E TIJOLO DA
PORTADA PRINCIPAL DO FORTE ORANGE, ITAMARACÁ,
PERNAMBUCO**

Trabalho de conclusão de curso apresentado como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Arqueologia, pela Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Filosofia Ciências Humanas, *campus* Recife.

Recife, _____ de _____ de _____.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Henry Sócrates Lavalle Sullasi

Prof. Dr. Marcos Antônio Gomes de Mattos Albuquerque

Prof. Dr. Neuvânia Curty Ghetti

A Deus, meu maior e único
mestre.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais pelos valores transmitidos, com menção honrosa a minha mãe, pelo incentivo e dedicação durante toda minha vida.

Aos meus professores, por todo conhecimento e oportunidades dedicadas a mim.

Em especial ao Prof. Henry Lavalle Sullasi pelas orientações, conversas, incentivos, reclamações, apoio, ideias e experiências durante minha trajetória de graduação.

Em especial ao Prof. Marcos Albuquerque pelo apoio, disponibilidade e incentivo, dedicados a mim e a este trabalho.

Em especial a Prof.^a Viviane Khoury pelo apoio e acessibilidade as análises realizadas neste trabalho e em toda minha jornada acadêmica.

Em especial a Prof. Lucilene Santos por toda amizade, disponibilidade, apoio científico e psicológico dedicados a mim em minha jornada acadêmica.

Em especial a Prof.^a Claudia Alves, por sem saber, me incentivar com suas palavras de credibilidade em momentos difíceis.

Em especial ao Prof. Ricardo Medeiros, por seus direcionamentos, ética e didática, transmitidos.

Em especial ao Prof. Paulo Souto, pelas experiências proporcionadas e por seu incentivo e conhecimentos transmitidos.

Em especial a prof. Neuvânia Ghetti, por todas as experiências, confiança, dedicação, disponibilidade e incentivo durante minha trajetória de graduação.

Em especial a Prof.^a Viviane Castro, por seus direcionamentos, credibilidade e disponibilidade.

Agradeço a Eleonora Guerra, pelas ideias, discussões e horas dedicadas a mim.

Agradeço a Manuela Matos pelo apoio, ideias, análises e disponibilidade dedicadas a mim durante este trabalho.

Agradeço a Prof.^a Sandra Ribeiro e ao bolsista José Neto do LABGEM do Departamento de Geociências – CTG, pelo apoio, disponibilidade e análises dedicadas a este trabalho.

Agradeço aos meus companheiros de graduação, pelos momentos, conversas, apoio e confiança, em especial a Dayse Carvalho, por todo companheirismo durante esses anos.

Agradeço aos meus amigos por todo apoio emocional e prático durante minha vida e graduação; em especial a Ewerton Nascimento, Amanda Alves, Amanda Gonçalves, André Novais, Lucas Alves, Izabela Lima, Aparecida de Lima, Amanda Liberal e com muito carinho a Marlon Sukar.

“Ex nihilo nihil fit”

(Parménides)

RESUMO:

Este trabalho teve por objetivo datar argamassa do período colonial pernambucano pela técnica de Luminescência Opticamente Estimulada sob o parâmetro SAR e possuiu como objeto de estudo vestígios construtivos da Portada Principal do Forte Orange, Itamaracá. Isto posto, utilizou-se da técnica de Difração de Raios-X para a caracterização elementar destes materiais, obtendo consideráveis índices de quartzo e calcita no tijolo amarelo e argamassa; e consideráveis índices de quartzo para o tijolo vermelho; que junto ao uso da Fluorescência de Raios-X, em que foi observada a presença de elementos como titânio e manganês nos tijolos amarelos; silício e alumínio nos tijolos vermelhos e cálcio e silício para a argamassa; permitiu-nos uma caracterização das matrizes argilosas e uma aproximação das possíveis fontes de coleta. A partir de uma análise macroscópica e do uso da Ressonância Paramagnética Eletrônica para a caracterização da temperatura de queima dos tijolos, foi possível observar similaridades na técnica de produção, obtendo 865°C para os tijolos amarelos e 820°C para os tijolos vermelhos. Na inserção cronológica, foram obtidos intervalos cronológicos similares para o tijolo amarelo e para a argamassa, os quais consistem em datas que abrangem 1605 ± 40 BP para a argamassa e 1608 ± 40 BP para o tijolo amarelo, de forma condizente a data de construção da portada em estudo. Entretanto a cronologia obtida para o tijolo vermelho, não foi compatível com a presente construção, se traduzindo em um intervalo de 1406 ± 40 BP o que indica a possibilidade deste ter sido fruto de um reaproveitamento construtivo de sua região de proveniência, considerada possivelmente a cidade de Leiden na Holanda. Estes resultados mostram a possibilidade de uso da técnica de Luminescência Opticamente Estimulada, pelo uso do protocolo SAR, inserir cronologicamente as argamassas coloniais de Pernambuco; assim como a caracterização físico-química dos tijolos e argamassas da portada do Forte Orange, mostrando as similaridades de técnica de produção entre os elementos construtivos as diferenças que podem contextualizar seus diferentes locais de proveniência.

PALAVRAS-CHAVE: Datação, Caracterização, Material construtivo, Forte Orange.

ABSTRACT:

This work aimed to date mortar from the colonial period of Pernambuco by the technique of Luminescence Optically Stimulated under the parameter SAR, and had as its object the construction of the Main Cover of Fort Orange, Itamaracá. From this, X-ray diffraction technique was used for the elementary characterization of these materials, obtaining considerable indices of quartz and calcite in the yellow brick and mortar; And considerable quartz indices for red brick; Which together with the use of X-ray Fluorescence, in which the presence of elements such as titanium and manganese in the yellow bricks was observed; Silicon and aluminum in the red bricks and calcium and silicon for the mortar; Allowed us a characterization of the clay matrix and an approximation of the possible sources of collection. From a macroscopic analysis and the use of Electronic Paramagnetic Resonance to characterize the temperature of the burning of the bricks, it was possible to observe similarities in the production technique, obtaining 865°C for the yellow bricks and 820°C for the red bricks. In the chronological insertion, similar chronological intervals were obtained for the yellow brick and for the mortar, which consist of dates that cover 1605 ± 40 BP for the mortar and 1608 ± 40 BP for the yellow brick, in a way consistent with the date of construction of the cover under study. However, the chronology obtained for the red brick was not compatible with the present construction, translating into an interval of 1406 ± 40 BP which indicates the possibility that this was the result of a constructive reuse of its region of origin, possibly considered the city of Leiden In Holland. These results show the possibility of using the Optically Stimulated Luminescence technique, using the SAR protocol, to insert chronologically the colonial mortars of Pernambuco; As well as the physico-chemical characterization of the bricks and mortars of the home of Fort Orange, showing the similarities of production technique among the constructive elements, the differences that can contextualize their different places of origin.

KEY WORDS: Dating, Characterization, Constructive material, Fort Orange.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Estrutura de bandas de energia em um cristal.	25
Figura 2: Representação do efeito da radiação ionizante sobre um cristal.....	26
Figura 3: A) Elétrons liberados por aquecimento. B) Possíveis recombinações acompanhadas da emissão de luz.	26
Figura 4: Situações de faces e arestas nos tijolos maciços.	37
Figura 5: Tabela de Compton, 1962.	38
Figura 6: Planilha para estimativa de percentagem de atributos.	39
Figura 7: Planta baixa do Forte Orange e localização de sua portada principal voltada ao sul; cuja legenda está o programa de necessidades: A- entrada; B, C, D, E, contra-muralhas; F - quartéis acabados; G - capela; H - casa do cabo de sobrado de baixo; J - casa de pólvora sobre uma abóbada de 10 palmos de alto; L - escadas; M- quartel para acabar, O - subida para os baluartes.....	43
Figura 8: Planta baixa atual da Fortaleza de Santa Cruz, Itamaracá – PE. Ponto de coleta em formato de estrela na cor vermelha, correspondente a localização da portada principal holandesa.	44
Figura 9: Mapa de localização do Forte de Santa Cruz (Forte Orange), Itamaracá, Pernambuco.	45
Figura 10: Mapa de localização do Forte de Santa Cruz (Forte Orange) aproximado, Itamaracá, Pernambuco.	45
Figura 11: Planta de locação do Forte Orange.	46
Figura 12: Planta baixa da atual fortificação com delimitação dos locais escavados em rosa e a localização da antiga e atual portada principal.....	46
Figura 12: Planta baixa da atual fortificação com delimitação dos locais escavados em rosa e a localização da antiga e atual portada principal.....	47
Figura 13: Figura da evidência da Portada Principal do Forte Orange durante as escavações da segunda campanha 2002 e 2003. Ponto de coleta na portada principal do Forte Orange demarcado com uma seta, localizada na paginação esquerda, ponto lateral superior.	48
Figura 14: Coleta de amostras. A portada encontrava-se coberta por um plástico preto; as amostras coletadas foram acondicionadas da mesma forma até o laboratório.	48
Figura 15: Parâmetros de medida do equipamento de RPE na aquisição dos espectros do centro do Fe^{3+}	51
Figura 16: Exemplo de um espectro RPE das amostras de cerâmicas manufaturadas com destaque ao Fator g e amplitude do sinal do Fe^{3+}	52
Figura 17: Detector gamma do Departamento de Energia Nuclear – UFPE. 2016.	54
Figura 18: Tratamento químico realizado em uma estufa em luz monocromática vermelha. Na ocasião da figura, foi realizado em presença de luz branca por se tratar apenas de uma demonstração.	54
Figura 19: Tijolo vermelho, face superior. Etiqueta correspondente á FOTV-PP.01.	56
Figura 20: Tijolo Vermelho, face inferior. Etiqueta correspondente a FOTV-PP.01.	56
Figura 21: Tijolo Amarelo, face inferior, ainda esbranquiçada por conta da argamassa interna. Etiqueta correspondente a FOTA-PP.01.	56
Figura 22: Tijolo amarelo, face superior. Etiqueta correspondente a FOTA-PP.01.	57
Figura 23: Argamassa externa.	57

Figura 24: Argamassa interna.....	57
Figura 25: Figura correspondente a análise macroscópica dos tijolos. a) Corresponde ao tijolo amarelo FOTA-PP.01. b) Corresponde ao tijolo vermelho FOTV-PP.01.....	61
Figura 26: Lâmina correspondente a argamassa interna, com identificação de mancha opaca que pode corresponder à presença de matéria orgânica na no material. Escala de 1mm.	62
Figura 27: Lamina correspondente a argamassa interna, com identificação de mancha que pode corresponder à presença de matéria orgânica na no material. Escala de 1mm.	62
Figura 28: Feldspato com clivagem paralela presente na lâmina da amostra do tijolo amarelo correspondente a etiqueta FOTA-PP.01. Escala de 1mm.	63
Figura 29: Feldspato presente na lâmina da amostra do tijolo vermelho correspondente a etiqueta FOTV-PP.01. Escala de 200µm.	63
Figura 30: Quartzo policristalino presente na lamina que corresponde ao tijolo amarelo de etiqueta FOTA-PP.01. Escala de 200µm.	64
Figura 31: Quartzo ânguloso presente na lamina que corresponde ao tijolo vermelho de etiqueta FOTV-PP.01. Escala de 1mm.	64
Figura 32: Presença de nódulos ferruginosos na lamina correspondente a etiqueta FOTV-PP.01.	65
Figura 33: Gráfico correspondente ao resultado da análise por DRX da amostra FOTA-PP.02..	66
Figura 34: Gráfico correspondente ao resultado da análise por DRX da amostra FOTV-PP.02..	66
Figura 35: Gráfico correspondente ao resultado da análise por DRX da amostra da argamassa.	67
Figura 36: Resultados dos maiores índices de concentração da FRX nos tijolos correspondentes as etiquetas FOTA-PP.02 e FOTV-PP.02, com margem de erro ao topo de cada barra.	68
Figura 37: Resultados dos índices mais baixos de concentração da FRX nos tijolos correspondentes as etiquetas FOTA-PP.02 e FOTV-PP.02; com margem de erro ao topo de cada barra.	69
Figura 38: Composição química da argamassa por FRX, picos de maiores concentrações.	71
Figura 39: Composição química da argamassa por FRX, picos de concentrações medianas.....	71
Figura 40: Composição química da argamassa por FRX, picos de baixas concentrações.	71
Figura 41: Mapa geológico do Litoral Norte de Pernambuco.	72
Figura 42: Planta de distribuição das fontes de argila comum, calcário, areia e caulim, próximas ao Forte Orange em Itamaracá.	75
Figura 43: Fontes argilosas calcárias e arenosas na região próxima e correspondente aos Países Baixos. Em vermelho, Leisen, correspondente a possível proveniência do tijolo vermelho; em amarelo, Frísia, correspondente ao tijolo amarelo; balões amarelos com estrelas, correspondente aos depósitos arenosos; e em branco, correspondente as fontes calcárias....	77
Figura 44: Tijolos secos e sendo moldados à esquerda, com a presença de uma fábrica de queima no fundo; à direita a queima de tijolos entre empilhamento de pedras, forno.	78
Figura 45: Gráfico correspondente às curvas de comportamento das amostras teste em função do tratamento térmico no intervalo de 400º a 1000ºC.	78
Figura 46: Gráfico correspondente à intensidade dos tijolos.	79
Figura 47: Gráfico correspondente ao fator g dos tijolos e a interpolação destas curvas com as curvas da figura 44 das amostras teste em função do tratamento térmico.....	79
Figura 48: Curva exemplo da determinação da dose acumulada a partir dos dados obtidos usando o protocolo SAR.	81

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Valores de padrões para as contribuições α , β e γ de cada radioisótopo U, Th e K; para ambos os casos.	28
Tabela 2: Escala de granulometria de Wentworth 1922.....	38
Tabela 3: Medições em cm das dimensões dos tijolos FOTA-PP e FOTV-PP coletados.	55
Tabela 4: Observações de pasta e atributos macroscopicamente no tijolo amarelo.	59
Tabela 5: Observações de pasta e atributos macroscopicamente no tijolo vermelho.....	59
Tabela 6: Observações de pasta e atributos macroscopicamente na argamassa interna.	60
Tabela 7: Observações de pasta e atributos macroscopicamente na argamassa externa.	61
Tabela 8: Algumas das principais fontes calcário-argilosas e arenosas da região da Holanda...	76
Tabela 9: Dados para a curva exemplo para a determinação da dose acumulada.....	80
Tabela 10: Resultados dos valores das doses acumuladas para a amostra de argamassa e tijolos.....	81
Tabela 11: Concentração de U, Th e K contidos na amostra de argamassa, tijolos amarelo e vermelho.	81
Tabela 12: Tabela das idades obtidas:	83

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

TL: Termoluminescência Opticamente Estimulada

LOE: Luminescência Opticamente Estimulada

DRX: Difração de Raios-X

FRX: Fluorescência de Raios-X

C-14: Carbono 14

FOTA-PP: Forte Orange Tijolo Amarelo – Portada Principal

FOTV-PP: Forte Orange Tijolo Vermelho – Portada Principal

Gy: Gray – Unidade de dose de radiação absorvida por unidade de massa

Kv: QuiloVolts – Unidade de medida de tensão elétrica

KeV: Quilo elétron Volts - Unidade de medida de energia

MeV: Mega elétron Volts - Unidade de medida de energia

Dac: Dose acumulada de radiação na amostra

T_D :Taxa de dose anual de radiação recebida pela amostra

HF: Acido Fluorídrico

HCl: Acido Clorídrico

$T_{D\gamma}$: Taxa de dose anual devido à contribuição da radiação γ

$T_{D\beta}$: Taxa de dose anual devido à contribuição da radiação β

$T_{D\alpha}$: Taxa de dose anual devido à contribuição de radiação α

$T_{Dc (Gy/ano)}$: Taxa de dose acumulada de radiação ao ano

ppm: Partes por milhão: medida de concentração que se usa para soluções muito diluídas.

LISTA DE SIMBOLOS

α : Correspondente a Radiação Apha

β : Correspondente a Radiação Beta

γ : Correspondente a Radiação Gama

ϕ : Granulometria

μ : Micrometro – Unidade de medida de comprimento

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	16
2. ARQUEOLOGIA E DATAÇÃO ABSOLUTA PARA CONSTRUÇÕES HISTÓRICAS	21
2.1. Arqueologia histórica e controvérsias cronológicas	21
2.2. Arqueometria e suas contribuições	23
2.3. Luminescência opticamente estimulada (LOE) aplicada a tijolos e argamassas.....	25
2.4. Caracterização microestrutural.....	32
a) Fluorescência e Difração de raios-X	33
b) Microscopia petrográfica	35
2.5. Caracterização macroestrutural.....	36
2.6. O uso da Ressonância Paramagnética Eletrônica na caracterização da temperatura de queima dos tijolos	40
3. DATAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE TIJOLOS E ARGAMASSAS DA PORTADA PRINCIPAL DO FORTE ORANGE - PE	41
3.1. Objeto de estudo: Portada Principal do Forte Orange.....	41
3.2. Materiais e Métodos	47
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	55
4.1. Análise Macroscópica.....	55
4.2. Análise Microscópica por Lamina Petrográfica	62
4.3. Caracterização Mineralógica e Química.....	65
4.4. Determinação da temperatura da Queima	78
4.5. Datação das amostras de argamassas e tijolos.....	80
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS	84
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	87

1. INTRODUÇÃO

O estudo da Arqueologia, hoje, visa compreender o comportamento humano através de seus vestígios materiais e imateriais, compreendendo a Arqueologia Colonial como o estudo dos processos de formação do mundo moderno, entendendo a sociedade como o resultado das transformações da vida cotidiana. Tradicionalmente o modelo de estudo da arqueologia colonial é localizar estruturas arquitetônicas, recuperar e descrever os artefatos associados a estas e correlacionar os dados arqueológicos com os dados históricos. Com isso, padrões de artefatos passam a refletir o período no qual foi produzido e acumulado, o qual servirá como datação para o sítio em que estes foram evidenciados. Entretanto, os vestígios históricos arqueológicos, móveis ou imóveis, estão inseridos em contextos, muitas vezes, desconexos de registros documentais, tanto cronológicos quanto construtivos e originários. Muitas vezes também, mesmo com a contextualização construtiva, o arqueólogo ficará submetido a qualquer eventual mudança sobre a veracidade do documento usado para comparar com os padrões identificados nos sítios (SOUTH, 2007, p. 136 - 138).

Tais controvérsias cronológicas refletem a problemática sobre a possibilidade de datações absolutas aplicadas às construções históricas; considerando que quando o testemunho edificado é disposto ausente de registro documental bibliográfico, a Arqueologia buscará dados materializados neste, através de técnicas multidisciplinares, a fim de obter informações e poder avançar na interpretação e construção da história do patrimônio.

Tendo em vista este conhecimento cada vez mais aprofundado do artefato e sua preservação para o conhecimento pelas sociedades futuras, um dos principais campos atuais de estudo é a Arqueometria, disciplina das ciências aplicadas que através de análises físico-químicas, diagnóstica, caracteriza estruturalmente, evidencia fatores contextuais, confere grau de autenticidade e insere cronologicamente os artefatos arqueológicos; tal disciplina vem trabalhando em formas precisas de datação para as construções históricas, como método de auxílio na diminuição de tais impasses. Uma delas é a datação por Luminescência opticamente estimulada (LOE) das argamassas e tijolos.

Os fenômenos se resumem na emissão de luz de cristais iônicos quando excitados por fótons de luz (LOE). Isto decorre de que os cristais expostos à radiação ambiental passam a armazenar energia, liberando-a quando excitados. No material

arqueológico esta radiação passa a ser acumulada no momento em que o artefato deixa de ser exposto à luz, no caso da LOE, ou quando previamente queimado, no caso da TL. Quando estes artefatos são excitados por fótons de luz ou termicamente, toda a radiação acumulada é liberada em forma de luz, em que a idade será o resultado da razão entre a dose de radiação acumulada (D_{ac}) pela amostra com o passar do tempo e a taxa de dose anual de radiação (T_{Dan}) que é a radiação ambiental que a amostra está sujeita a receber no local em que foi coletada. Usualmente a datação por LOE é feita em grãos de quartzo por suas capacidades luminescentes e sua abundância terrestre (SULLASI, AZEVEDO, *et al.*, 2008, p. 3-5).

Por esse motivo junto ao problema histórico-arqueológico com as cronologias, visualizam-se as argamassas internas e os tijolos, os quais em suas composições contêm altos índices de quartzo e depois de finalizados em sua produção são aplicados nas construções e mantidos cobertos por uma argamassa externa ficando ausentes da exposição à luz solar, como possibilidades a datação por LOE, em que no caso dos tijolos que são previamente queimados em sua produção, também possui a possibilidade para a datação por TL (AZEVEDO, 2011, p. 10) (SANJURJO-SÁNCHEZ, ALVES e TEIXEIRA, 2012, p. 17-18). Entretanto, os tijolos, assim como azulejos, podem ser reutilizados de outras construções passando a ser uma fonte não muito confiável (SIBILIA e MARTINI, 2006, p. 64), como também, edifícios não construídos por tijolos e sim a partir de materiais naturais crus, como adobes e pedra que ainda não puderam ser datados. Portanto, uma maneira confiável é optar por materiais construtivos usados apenas uma vez na construção, como as argamassas (SANJURJO-SÁNCHEZ, ALVES e TEIXEIRA, 2012, p. 17-18) (PRUDÊNCIO, DIAS e BURBIDGE, 2009, p. 11).

A argamassa foi reconhecida pela primeira vez como material dosimétrico adequado para datação por LOE a partir dos anos 2000, sendo esta um composto de cal e areia, ou de cal e pó de material cerâmico, produzido com principal função de elemento de coesão entre as pedras e os tijolos em uma construção (SANTIAGO, 2007, p. 20); esta é exposta a luz somente em sua preparação e depois de suas aplicações na construção não sofrem exposição, passando a não ocorrer excitação eletrônica e eliminação ou diminuição da dose acumulada, o que a qualifica para a datação por Luminescência Ópticamente Estimulada (SANJURJO-SÁNCHEZ, ALVES e TEIXEIRA, 2012, p. 17 - 18) (PRUDÊNCIO, DIAS e BURBIDGE, 2009, p. 11).

Trabalhos neste modelo foram elaborados na Grécia em uma igreja bizantina datada por meios arqueológicos em 1050/1100 BP, em que a LOE a partir do quartzo foi monitorada sob estímulo da luz azul e detecção UV resultando em uma idade de 1095 ± 190 BP; mas que ainda não foram amplamente difundidos no Brasil. Trabalhos no modelo termoluminescente aplicados a tijolos já foram dissipadamente testados, como por exemplo, os estudos realizados na capela de Bonajuto em Catania, Itália (GUELI, MARGANI, *et al.*, 2015); e os estudos de Bailiff e Holland em 1999, em que foram datados um conjunto de tijolos de edifícios medievais na cidade de Newcastle upon Tyne na Inglaterra, e foram obtidas cronologias condizentes com as respectivas construções com o objetivo de compreender amplamente as cronologias dos materiais construtivos romanos medievais. Atualmente, trabalhos neste sentido são feitos sem maiores dificuldades (HOLLAND e BAILIFF, 1999).

Para caracterização estrutural mineralógica destes materiais construtivos, o que orienta o estudo de artefatos junto à inserção cronológica, utiliza-se da Difração de raios-X que se trata de uma técnica utilizada para caracterizar e identificar as estruturas cristalinas presentes, seu princípio se baseia no espalhamento de um feixe de Raios-X (Energia da linha $K\alpha$ do Cu) em que difratado emite Raios-X característicos dos elementos cristalinos presentes na amostra (ALBERS, MELCHIADES, *et al.*, 2002, p. 34); e da Fluorescência de Raios-X que é uma técnica utilizada para caracterizar os elementos químicos constituintes, o princípio desta é a interação do espectro de Raios-X, produzidos por um tubo de Raios-X com a amostra analisada (SILVA, FILHO, *et al.*, 2006, p. 371).

Com estas duas técnicas obtêm-se dados composicionais dos materiais construtivos estudados, podendo contribuir a partir disso com estudos sobre as formas de trabalhabilidade da matéria, as propriedades desta, e origem de obtenção da mesma. A partir destes objetivos pode-se utilizar também o auxílio da Análise Petrográfica, que tem por objetivo a descrição dos minerais e a análise das suas características estruturais, mineralógicas e químicas, nos possibilitando compreender, traço, resistência, opacidade, porosidade, dureza, clivagem e densidade (MAGALHÃES, 2015, p. 77). Assim como, com a Ressonância Paramagnética Eletrônica que se trata de uma técnica espectroscópica que mede a absorção de radiação de micro-ondas por espécies paramagnéticas, em que através do monitoramento do valor de g do centro paramagnético, devido à presença do Fe^{3+} nos permite obter a temperatura de queima

dos tijolos (SANTOS, SANTOS, *et al.*, 2012), que deixa evidente a resistência, porosidade e outros fatores do nível de tecnológico dos fornos e na influência das escolhas do material argiloso.

Um exemplo disso foi o estudo de caso dos tijolos produzidos a partir de argilas de Ipetumodu, Nigéria, em que junto à temperatura de queima foram analisadas as composições das amostras e as propriedades mecânicas das argilas, a uma temperatura de queima obtida de 950°C (ARAMIDE, 2012).

Diante destas abordagens, pode-se construir com os resultados dos vários elementos, dados informativos e cronológicos a respeito dos edifícios históricos, bem como os bens patrimoniais no geral, tratando-se importante tais estudos em casos de ausência de determinados dados, a respeito da História, da Conservação e da Restauração.

Como elemento de pesquisa para este trabalho, aborda-se o campo pernambucano, uma vez que a sua margem cronológica histórica é uma das mais antigas e relevantes dentro da história do Brasil, entretanto, grande parte de suas construções encontra-se destruída ou fortemente modificadas em suas estruturas; com isso optamos por aplicar a datação e caracterização em uma construção de grande margem cronológica dentro destes limites territoriais, mas que tenhamos certeza da data de sua construção inicial por base em dados historiográficos visto a comparar com os dados provenientes da técnica e obter resultados de aplicabilidade, uma vez que a técnica para estes fins ainda não foi aplicada nesta região. Dentro destas condições, encontram-se dados provenientes das escavações realizadas na Fortaleza de Santa Cruz na Ilha de Itamaracá.

O nome oficial desta edificação é Fortaleza de Santa Cruz, a qual foi estabelecida após uma reconstrução em 1654 com a retomada destas terras pelos portugueses. Contudo, no inconsciente coletivo, permaneceu a nomeação de Forte Orange, que se trata da fortificação holandesa anterior à reforma portuguesa pós-retomada territorial. Sondagens arqueológicas ocorridas na primeira prospecção em 1971 somaram-se a pesquisas iconográficas brasileiras, portuguesas e holandesas a respeito da certificação de tal presença defensiva holandesa; e a partir disso foram realizadas duas campanhas no projeto intitulado “Projeto Orange: os monumentos históricos que pertenceram a Companhia das Índias Ocidentais” coordenado pelo

arqueólogo Marcos Albuquerque, iniciada a primeira no ano 2000 e a segunda no ano de 2002 finalizada no ano de 2003, fazendo-se por objetivo, encontrar as evidências estruturais desta antiga fortificação (BARTHEL, 2007, p. 111). Nestas campanhas, foi evidenciada a principal portada de entrada dos holandeses ao forte, a qual se encontra inalterada desde sua parcial demolição na reforma da tomada portuguesa de 1654 (ALBUQUERQUE, 2007, p. 52 - 53).

Tal porta é um representante materializado da ocupação holandesa em Pernambuco, considerando-se de relevância cultural e científica a caracterização de seus materiais componentes, a fim de contribuir para posteriores estudos. Partindo do pressuposto de alto índice de preservação pós-destruição parcial em 1654, e de sua construção está devidamente representada em dados iconográficos de 1647, considera-se um objeto chave para a aplicação da datação absoluta por LOE das argamassas coloniais em Pernambuco, assim como para a datação de seus tijolos.

Com isso, o presente trabalho apresentou como problemática a possibilidade de inserir cronologicamente as argamassas coloniais de Pernambuco, usando a técnica de Luminescência Opticamente Estimulada pelo protocolo SAR, cujo objetivo secundário é caracterizar os materiais construtivos em estudo, as argamassas e os tijolos pertencentes ao Forte Orange em Pernambuco; visando uma contribuição para os estudos posteriores direcionados a esta ocupação, e contribuir para a difusão de uma técnica de datação para construções históricas desconexas de dados historiográficos, almejando a não depender somente de análises crono-estilísticas.

O presente trabalho encontra-se dividido em três partes; a primeira se trata de uma secção explicativa conceitual e contextual das técnicas abordadas neste trabalho, tanto para a datação dos elementos construtivos como para a caracterização dos mesmos, sob o objetivo de contribuir para estudos referentes aos materiais construtivos do período holandês no estado de Pernambuco.

A segunda secção deste trabalho está referente à metodologia utilizada para realização das análises e investigação dos elementos estudados, é composta das etapas e dos processos de preparação das amostras. A terceira e ultima secção é a apresentação dos resultados obtidos e a discussão dos mesmos.

2. ARQUEOLOGIA E DATAÇÃO ABSOLUTA PARA CONSTRUÇÕES HISTÓRICAS

A Arqueologia é uma ciência cuja definição e estudo, hoje, se detêm a compreender o comportamento humano e suas diversas manifestações culturais através de seus vestígios materiais, situando-os no espaço e no tempo, abordando os mais variados temas, contextos e ideologias, de uma forma interdisciplinar, (BEZERRA e SILVA, 2009, p. 122) (PALLESTRINI e PERASSO, 1984, p. 8); compreendendo a cultura como a principal demonstração da cognição humana, significando qualquer representação das ideias e ações de uma comunidade (TRIGGER, 2004, p. 158).

2.1.Arqueologia histórica e controvérsias cronológicas

Dentre as principais subdivisões da Arqueologia encontra-se: a Arqueologia Pré-Colonial, a qual estuda a dinâmica comportamental do homem através de seus vestígios pré-coloniais; e a Arqueologia Colonial, que atualmente encontra-se definida como o estudo do processo de formação do mundo moderno, o qual teve início na expansão europeia no século XV e se consolidou com o sistema capitalista, sendo a sociedade moderna entendida como resultado das transformações da vida cotidiana (ZARANKIN e SALERNO, 2007, p. 17 - 20).

A compreensão do processo de formação do registro arqueológico é umas das principais etapas para o estudo da arqueologia, através dele busca-se identificar padrões espaciais que inferem o comportamento humano, demonstrando a importância do contexto arqueológico para o vestígio (BICHO, 2006, p. 381). A partir disso, para entender a cultura material, se faz necessário examinar as ideias e as relações sociais na qual ela é criada, assim como a disposição espacial dos vestígios pode traduzir o modo como o homem se organizava no espaço em que vivia (ALARCÃO, 1996, p. 15 - 30).

No desenvolvimento atual dos estudos, as principais temáticas de interesse visam compreender as problemáticas sociais, econômicas, cronológicas, ideológicas, ecológicas, de conservação e restauro associadas com os processos de colonização. Dentre os estados possuidores de sítios urbanos de relevância no Brasil da colonização europeia, destaca-se: Rio de Janeiro, Bahia, Minas Gerais, Pernambuco e Rio Grande do Sul.

Dentro dos fatores que são intrínsecos para Arqueologia Colonial, está à identidade, sendo composta por caracteres exclusivos e representativos de um

determinado objeto (DIAS, 2001, p. 152); a ela se atribui o conceito de autenticidade, que define um bem cultural cujos materiais são originais ou genuínos, levando-se em conta quando e como foi construído e considerando seu envelhecimento e as mudanças que o afetaram através do tempo (LIRA, 2009, p. 14).

Tradicionalmente o modelo de estudo da arqueologia colonial é localizar estruturas arquitetônicas, recuperar e descrever os artefatos associados a estas e correlacionar os dados arqueológicos com os dados históricos (SOUTH, 2007, p. 136). Para a arqueologia, o comportamento humano é padronizado de acordo com linhas culturais e sociais, de modo que seus vestígios materiais consequentemente também são padronizados (SYMANSKI, 2009, p. 4).

Assim, a metodologia de interpretação de um sítio arqueológico, em termos cronológicos, estruturais, funcionais e sociais, decorre da identificação de padrões de assentamento que podem ser identificados conforme se repetem, onde o arqueólogo deve fazer uso de análises quantitativas comparando uma série de dados entre os sítios e os dados provenientes das documentações históricas e etnográficas (SOUTH, 2007, p. 137).

Com isso, padrões de artefatos passam a refletir o período no qual foi produzido e acumulado, o qual servirá como datação para o sítio em que estes foram evidenciados. O mesmo ocorre em estruturas, materiais construtivos característicos de determinadas épocas de produção, assim como o modelo construtivo em que está inserido, representam uma cronologia para a estrutura evidenciada. Dentro desta abordagem, consideram-se também, questões históricas como aberturas portuárias, as rotas de comércio, e os dados sobre suas respectivas indústrias. A fórmula está baseada na suposição da permanência de determinados elementos materiais para comparações, e que estes refletem seu uso através do tempo como uma curva unimodal, a qual se refere ao valor com o qual a função de massa de probabilidade tem o seu valor máximo. (SOUTH, 2007, p. 137 - 139).

Entretanto, os vestígios históricos arqueológicos, móveis ou imóveis, estão inseridos em contextos, muitas vezes, desconexos de registros documentais, tanto cronológicos quanto construtivos e originários. Visto que a arqueologia busca compreender as diferentes culturas sociais, em que suas mudanças estão diretamente relacionadas às mudanças nos artefatos, o estudo do patrimônio edificado de valor histórico, científico, artístico ou arquitetônico, religiosos ou seculares, representam

conceitualmente um testemunho da história adquirindo um valor relevante como fonte de pesquisa.

Muitas vezes, também, mesmo com a contextualização construtiva, o arqueólogo ficará submetido a qualquer eventual mudança sobre a veracidade do documento usado para comparar com os padrões identificados nos sítios. Em alguns casos, os dados empíricos também podem ser contrários às expectativas, tanto do registro histórico quanto do arqueológico (SOUTH, 2007, p. 137).

Um exemplo foi o estudo realizado por Araujo e Carvalho em 1993 na unidade doméstica oitocentista de São Paulo, onde se constatou que a amostra de louça apresentava uma datação média de 30 anos antes da data de construção da edificação, a qual também era incoerente com as telhas e artefatos de vidros de fabricação posterior, todos estes presentes no mesmo contexto arqueológico, indicando um alto intervalo entre a manufatura, a construção e a deposição dos vestígios no registro arqueológico (SYMANSKI, 2009, p. 6-7).

Um exemplo da ausência de dados e estudos é o Bairro da Boa Vista do Recife, localizado em uma cidade referência para a arqueologia urbana, este bairro como muitos outros em Pernambuco, contém presença ativa no passado histórico desta sociedade, entretanto, parte desta história encontra-se ausente de bibliografia e registros documentais precisos, gerando escassez de estudos e projetos de restauração e revitalização, tornando hoje grande parte do bairro, esquecida.

Contudo, a cultura material é vista na Arqueologia, como elemento ativo de produção e reprodução de relações sociais, sendo considerada como registro vivo de sua história que deve ser investigado e interpretado conforme suas propriedades e contextos, buscando entender primeiro as variáveis de sua cultura, para depois associá-las entre si (SYMANSKI, 2009, p. 7).

2.2.Arqueometria e suas contribuições

Tendo em vista o conhecimento cada vez mais aprofundado do artefato e sua preservação para o conhecimento das sociedades futuras, um dos principais campos atuais de estudo é a Arqueometria, disciplina das ciências aplicadas que através de análises físico-químicas, diagnóstica, caracteriza estruturalmente, evidencia fatores contextuais, confere grau de autenticidade e insere cronologicamente os artefatos arqueológicos. Os estudos arqueométricos são interdisciplinares em que interagem os

arqueólogos, geólogos, restauradores e conservadores, físicos, químicos, biólogos, engenheiros e museólogos, na busca de informação tecnológica, cultural e histórica sobre os diferentes materiais que compõem o patrimônio arqueológico (VIEIRA e COELHO, 2012, p. 107).

A Arqueometria teve sua formação a partir de 1930 onde era considerada uma área auxiliar que tinha a função de realizar medições no material arqueológico. Durante sua fase de desenvolvimento, a Segunda Guerra Mundial deteve um importante papel pelo impulso de estudos tecnológicos e nucleares, como o desenvolvimento de técnicas como a Espectroscopia de Absorção Atômica (AAS), as primeiras análises da Fluorescência de Raios-X por Dispersão de Energia (FRX), o surgimento da datação por Arqueomagnetismo, o Carbono 14 (C-14) e os princípios de Termoluminescência (TL). Desde então, a sua expansão ocorre até o presente, em que uma grande variedade de técnicas multielementares e o progresso no desenvolvimento da instrumentação, controle digital e padronização de plataformas que suportam softwares, obtém o desenvolvimento de equipamentos portáteis (VIEIRA e COELHO, 2012, p. 112 - 113).

Como grandes avanços citam-se o C-14 com a de Espectrometria de Massa por Aceleração de Partículas (AMS); o uso do Espaço de Sensoriamento Remoto e Sistemas de Informação Geográfica (GIS), as análises por Ativação Neutrônica (NAA), a Ressonância Paramagnética Eletrônica (RPE), a Magnetometria; o Georadar, Radar de Penetração no Solo (GPR); a Difração de Raios-X (DRX), as Análises Isotópicas, Escaneamento a laser 3D, Fotogrametria, Termogravimetria, a Espectroscopia por Infravermelho, Espectroscopia Raman, Espectroscopia Gama, Termografia, a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Microscopia Óptica e a datação por Luminescência Opticamente Estimulada (LOE) (VIEIRA e COELHO, 2012).

A grande quantidade de técnicas e aperfeiçoamentos condizentes a datações e caracterizações microestruturais, significa o primeiro passo para o estudo do objeto: situá-lo no tempo e no espaço, se aperfeiçoando no conhecer da matéria que o constitui, para poder assim, interpretá-lo e preservá-lo em suas variáveis faces, sejam ideológicas ou funcionais.

Visto todos estes avanços, e sendo visível que mesmo nas condições de investigação da Arqueologia Colonial, ocorrem muitas vezes contradições documentais, tanto cronológicas quanto construtivas, por variáveis fatores políticos e sociais; a Arqueometria vem trabalhando em formas precisas de datação para as construções

históricas, como método de auxílio na diminuição de tais impasses. Uma delas é a datação por Luminescência e Termoluminescência Opticamente Estimulada dos tijolos e argamassas.

2.3.Luminescência opticamente estimulada (LOE) aplicada a tijolos e argamassas

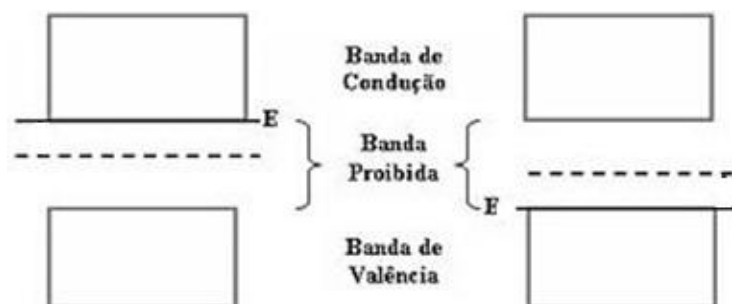
A radioatividade é a capacidade de alguns elementos instáveis emitirem energia em forma de partículas ou radiação eletromagnética (BARBOSA, 2014, p. 1) como o C-14, elemento chave da datação por radiocarbono, e o potássio-40, que é o elemento chave para o método de decaimento radioativo do K-40, Ar-40, e elementos como U, Th e K que contribuem na radiação ambiental por ano influente no planeta, valores que devem ser mensurado nos processos de datação por TL e LOE.

Quando Raios-X ou Raios- γ que são partículas carregadas e aceleradas incidem sobre qualquer material, produz ao longo de suas trajetórias, átomos ionizados. Por este motivo, este tipo de radiação é chamado de radiação ionizante (MÖLLER, 2012, p. 1). Os fótons de Raios-X e Raios- γ com energia da ordem de KeV a MeV, conseguem facilmente ionizar qualquer cristal iônico.

Em ambas as datações, TL e LOE, são utilizados os cristais iônicos presentes nas amostras arqueológicas. Estes cristais, quartzo e feldspato, são formados de íons positivos e negativos que se atraem com a força coulombiana de suas cargas (TORT, 2009, p. 9). Deve-se também considerar que não existe cristal puro na natureza, pois os cristais minerais incorporam impurezas na sua formação; como por exemplo, no Brasil, cujos solos são ricos em Fe e por isso quase nenhum mineral não contém o ferro como impureza.

Para entender o fenômeno da Luminescência Opticamente e Termicamente Estimulada, pode-se utilizar o modelo de estrutura de bandas de energia em sólidos; onde a faixa de energia que os elétrons estão ligados à rede cristalina constitui a banda de valência, e a faixa de energia em que os elétrons estão livres para transitar pela rede cristalina constitui a banda de condução. Ambas as bandas de energia são separadas por uma banda de estados de energia não permitidos aos elétrons, que é chamada de banda proibida (SULLASI, AZEVEDO e PESSIS, 2009, p. 3), conforme a figura 1.

Figura 1: Estrutura de bandas de energia em um cristal.

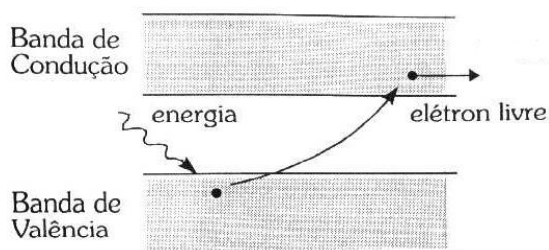


Fonte: (COHEN-TANNOUDJI, DIU e LALOË, 1977)

Quando uma radiação ionizante incide sobre um cristal, os elétrons presentes na banda de valência absorvem energia suficiente que permite que estes sejam transferidos para a banda de condução. Já na banda de condução o elétron encontra-se livre e está sujeito a ser capturado por armadilhas de elétron presentes na banda proibida, que representam os defeitos pontuais na rede cristalina. O buraco que se trata da ausência de um elétron produzido pela interação, fica livre pela banda de valência e pode ser capturado por níveis de energia localizados na banda proibida, que recebem o nome de armadilhas de buracos (SULLASI, AZEVEDO, *et al.*, 2008, p. 4).

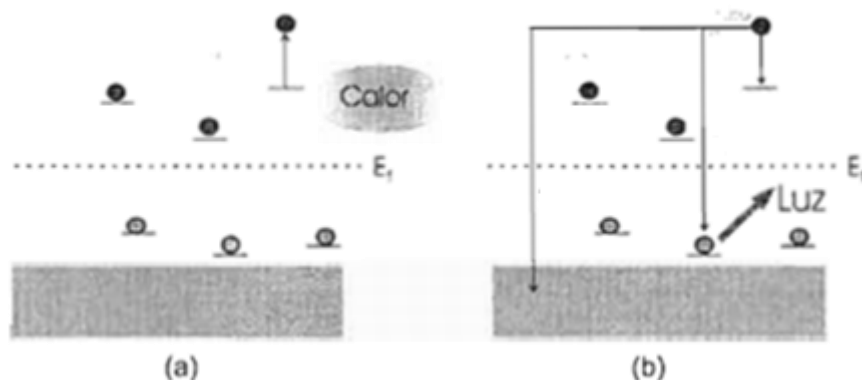
Caso o cristal iônico não seja estimulado, os elétrons armadilhados permanecerão armadilhados por tempos que variam de minutos a milhões de anos em estado metaestável de energia. Este estímulo pode ser feito por fótons de luz (LOE) ou aquecimento (TL), em que no processo de estimulação, os elétrons armadilhados adquirem energia suficiente para serem levados novamente a banda de condução e posteriormente se recombinando com as armadilhas de buracos. Esta recombinação é acompanhada pela emissão de luz, correspondendo ao fenômeno da luminescência (SULLASI, AZEVEDO, *et al.*, 2008, p. 3-5), conforme a figura 2 e 3.

Figura 2: Representação do efeito da radiação ionizante sobre um cristal.



Fonte: (PEREIRA, 2013)

Figura 3: A) Elétrons liberados por aquecimento. B) Possíveis recombinações acompanhadas da emissão de luz.



Fonte: (SULLASI, AZEVEDO, *et al.*, 2008, p. 4)

Na Arqueologia, todos os materiais que possuem cristais iônicos em sua estrutura e que foram expostos a radiação solar, e posteriormente restritos da exposição à luz, podem ser datados por LOE. e aqueles que foram previamente queimados, ou seja, tiveram seus elétrons excitados termicamente, podem ser datados por TL. Ambas as técnicas são aplicadas em materiais que possuem o quartzo como cristal iônico por conta de suas propriedades luminescentes.

O momento em que a amostra é queimada ou foi exposta a luz pela última vez no passado é chamado de zero arqueológico, pois é a partir deste que será contabilizado o tempo a ser datado, visto que passado o momento de queima e de exposição à luz solar, esses materiais passam a receber e acumular radiação natural. Esta radiação natural inclui os raios α , β e γ de elementos radioativos existentes na natureza somados aos raios cósmicos que chegam até nosso planeta (AZEVEDO, 2011, p. 16).

Usando os grãos de quartzo do vestígio arqueológico soterrado ou não, submetido a acúmulo de radiação ambiental, pode-se obter a quantidade de radiação natural acumulada durante o tempo (UMIJI, 2014, p. 38). O conhecimento da taxa de dose anual (D_{an}) é tão importante quanto o da dose acumulada (D_{ac}) para a determinação da idade em ambas as técnicas. Esta pode ser obtida a partir da determinação dos teores de U, Th e K nas argamassas e tijolos, por meio de espectrometria gama: que consiste em uma técnica de detecção e determinação dos espectros da radiação gama através da interação dos raios gama com a matéria pelo uso de um detector de cintilação; uma vez que estes radioclídeos ao decaírem emitem partículas α , β e raios γ , que interagem com o material depositando energia nele, esta contribuição forma a dose anual. Devido ao poder de penetração ser maior que as

partículas α e β que não passa dos 30 μm a 3 mm, os raios gama e a radiação cósmica são os únicos responsáveis pela dose externa, penetrando a amostra até 40cm. Os valores das taxas de dose anual, considerando as radiações alfa, beta e gama, provenientes do U-238 e Th-232 já são conhecidos e tabelados, conforme apresenta a tabela 1, em que estes são obtidos levando-se em consideração as energias das radiações emitidas nas séries de decaimento radioativos dos radioisótopos (AZEVEDO, 2011, p. 28); na determinação destes valores, deve-se considerar o efeito do gás radônio (Rn-222 e Rn-220) presente no solo, também presentes na tabela 1. Amostras subsuperficiais, ou profundas, normalmente recebem a contribuição do gás radônio, o que não acontece para amostras superficiais (AZEVEDO, 2011, p. 27).

A contribuição de cada radionuclídeo, U, Th e K, para a taxa de dose anual é obtida multiplicando-se a concentração média do elemento pelos fatores padrões para as radiações alfa, beta e gama, sendo por fim, a taxa de dose anual, em Gy/ano, obtida somando-se os valores encontrados para os radionuclídeos, acrescido do valor da radiação cósmica a depender do método utilizado no tratamento químico a contribuição da radiação alfa pode não ser considerada (AZEVEDO, 2011, p. 29).

Tabela 1: Valores de padrões para as contribuições α , β e γ de cada radioisótopo U, Th e K; para ambos os casos.

Elemento	COM a contribuição do Rn-222 e Rn-220			SEM a contribuição do Rn-222 e Rn-220		
	Alfa (mGy/a)	Beta (mGy/a)	Gama (mGy/a)	Alfa (mGy/a)	Beta (mGy/a)	Gama (mGy/a)
Th-232 (1 ppm)	0,7371	0,02762	0,05092	0,3091	0,01019	0,01935
U-238 (1ppm)	2,6916	0,14273	0,10207	1,1528	0,05739	0,00248
K-40 (1 %)	-	0,67805	0,20287	-	0,67805	0,20287

Fonte: (TUDELA, TATUMI, *et al.*, 2012, p. 241 - 242)

No calculo final da taxa de (Dan), deve-se considerar que os raios α , β e γ criam defeitos nos cristais iônicos, e que qualquer radiação que atravessa um material, perde sua energia à medida que no caminho interage com os átomos, por isso o caminho que percorre dentro da matéria é finito e é chamado de alcance. As partículas de α e β possuem um curto alcance, em que alfa detém-se superficialmente, e beta penetra um pouco mais. Por essa razão, as amostras para ambas as técnicas, são lavadas com ácido

fluorídrico (HF), que corrói superficialmente os grãos, para eliminar toda a contribuição de α e parcialmente a de β (NUCLEAR, 2014, p. 15 - 16).

A dose acumulada pode ser medida pela estimulação, com luz de um determinado comprimento de onda, de um mineral específico da amostra, no caso o quartzo, e pelo monitoramento da luminescência resultante, em outro comprimento de onda. Entretanto, a intensidade de luz emitida, para uma dose fixa de radiação, varia entre grãos de uma mesma amostra. Essa diferença de sensibilidade entre grãos é determinada por variações no tipo e quantidade dos defeitos cristalinos, os quais estão ligados à origem e história deposicional do mineral. Desse modo, não existe uma curva de calibração fixa e genérica entre intensidade de luminescência e dose de radiação recebida (GUEDES, SAWAKUCHI, *et al.*, 2015, p. 2).

No procedimento *Multiple Aliquot Regenerative-dose* - MAR, diferentes alíquotas são expostas à luz solar, de forma a eliminar a luminescência natural, e nelas são aplicadas doses conhecidas de radiação para aquisição de sinais artificiais de luminescência. O sinal de cada alíquota é utilizado para construir uma curva de dose-resposta. O sinal natural então é comparado com essa curva de calibração, para a determinação da dose natural absorvida pela amostra. Como as alíquotas podem apresentar sensibilidades LOE diferentes entre si, alguns procedimentos podem ser utilizados para normalizar o sinal das alíquotas. Apesar dessa normalização da sensibilidade LOE, o MAR não corrige variações na sensibilidade na alíquota que possam ocorrer durante os processos de zeramento, irradiação e aquecimento da amostra no laboratório; estas variações são muito significativas para materiais naturais como o quartzo e feldspato, o que limita o uso do procedimento MAR para a datação. Esta barreira foi superada pelo desenvolvimento de protocolo baseado em alíquota o *Single Aliquot Regenerative-dose* – SAR (GUEDES, SAWAKUCHI, *et al.*, 2015, p. 2).

No protocolo SAR, a curva de calibração, bem como a medida da luminescência natural, é realizada em uma única alíquota. Com isso, evita-se o uso de alíquotas com diferentes variações de sensibilidade LOE para estimativa da dose acumulada, além da variação da sensibilidade durante os procedimentos de medida ser monitorada pela administração de pequena dose de radiação após cada ciclo de irradiação, aquecimento e iluminação; isto minimiza variações intrínsecas às características de luminescência da amostra e torna o protocolo SAR mais robusto do ponto de vista estatístico (GUEDES, SAWAKUCHI, *et al.*, 2015, p. 3).

A partir disso, em ambas as técnicas, o calculo da idade da amostra é obtido usando a equação:

$$I = \frac{Dac}{Dan}$$

Onde a idade é obtida através da razão entre a dose acumulada pelas amostras e a dose anual que é calculada através da medição da influência anual das radiações α , β e γ no local em que as amostras foram coletadas.

Representando:

$$I = \frac{Dac}{T_{D\gamma} + T_{D\beta} + T_{D\alpha} + T_{Dc (Gy/ano)}} = \frac{T_{Dac}}{T_{D \text{ anual}}}$$

Em que $T_{D\gamma}$ é referente à taxa de dose de contribuição da radiação gama; $T_{D\beta}$ é referente à taxa de dose da radiação beta; $T_{D\alpha}$ é referente à taxa de dose da radiação anual; e $T_{Dc (Gy/ano)}$ referente à taxa de dose acumulada de radiação ao ano.

Logo após as primeiras aplicações da Termoluminescência nos ramos da Pré-História no Brasil nas décadas de 1970 e 1980, passou a ser utilizada também, em forma de teste, a aplicabilidade da técnica nas alvenarias de uma forma muito bem vinda à Arqueologia (SIBILIA e MARTINI, 2006, p. 64).

Em estudos de Bailiff e Holland, do Departamento de Arqueologia da Universidade de Durham em 1999, foi coletado um conjunto de quatro tijolos de edifícios medievais na cidade de Newcastle upon Tyne na Inglaterra, em que foram obtidas cronologias condizentes com as respectivas construções se utilizando da termoluminescência, com o objetivo de compreender amplamente as cronologias dos materiais construtivos romanos medievais (SYMANSKI, 2009, p. 7).

A produção dos tijolos acompanha o homem sedentário e o crescimento dos seus conhecimentos relacionados à utilização do barro, trata-se de elementos cerâmicos, produzidos por argila que é composta por quartzo, feldspato e micas em sua maioria, em uma granulometria extremamente fina, e que em sua produção, foram coletados, misturados e hidratados, sequencialmente modelados e queimados, representando assim a possibilidade de ser datado por Termoluminescência e Luminescência Opticamente Estimulada, visto sua composição argilosa, sua queima durante a produção e seu

isolamento da luz solar na paginação construtiva (GUELI, MARGANI, *et al.*, 2015, p. 6).

Entretanto a TL e LOE não poderia resolver todos os problemas visto a reutilização dos tijolos nas construções (SANTIAGO, 2007, p. 20), assim como edifícios não construídos por tijolos e sim a partir de materiais naturais crus, como adobes e pedra, que ainda não puderam ser datados. Assim, uma maneira confiável é optar por materiais construtivos que pode ser usado apenas uma vez para a construção (SANJURJO-SÁNCHEZ, ALVES e TEIXEIRA, 2012, p. 17-18).

A argamassa foi reconhecida pela primeira vez como um dosímetro adequado para datação por LOE no ano 2000 sendo esta um composto de cal e areia, ou de cal e pó de material cerâmico, produzido com principal função de elemento de coesão entre as pedras e os tijolos em uma construção (SANTIAGO, 2007, p. 20); sua aplicação desta forma é notória desde os gregos, etruscos e romanos, e é adotada até os dias atuais (PETRUCCI, 1979).

A partir do século XVIII passou-se a adicionar argila às argamassas, constituindo a cal argilosa. Desde então, tratamentos e produções artificiais de aglomerantes estão sendo elaborados, como à cal hidráulica artificial e o cimento, os quais vêm suprimindo os interesses industriais (PETRUCCI, 1979, p. 306 - 308); esta estará ausente da exposição à luz solar após o seu preparo e sua aplicação dentro da paginação construtiva, o que a qualifica para a datação por Luminescência Opticamente Estimulada (SANJURJO-SÁNCHEZ, ALVES e TEIXEIRA, 2012, p. 17 - 18) (PRUDÊNCIO, DIAS e BURBIDGE, 2009, p. 11).

A argamassa não pode ser realocada, sendo caracterizadora de cada construção e sua composição é constituída em sua maioria por cal, que se trata de um composto de óxido de cálcio (CaO), óxido de magnésio (MgO) e ou hidróxidos de cálcio e magnésio ($Ca(OH)_2$ e $Mg(OH)_2$) representados em sua maioria por sua forma calcária reduzida a pó que pode ser aplicado seco ou hidratado; e areia que é composta por cristais de quartzo, feldspato e micas, que tratam-se de cristais iônicos (COELHO, TORGAL e JALALI, 2009, p. 18).

Devido ao seu elevado teor de carbono, a argamassa seria também adequada para datação por radiocarbono; um grande número de experiências relevantes foram realizadas usando a Espectrometria de Massa com Aceleradores (AMS), mas por conta

da separação química da calcita, formadas durante a solidificação da cal em períodos históricos, não é possível obter bons resultados. O uso da madeira, restos de plantas ou partículas de carvão, misturados na cal durante a sua fabricação, tornaria a datação por AMS bem sucedida se o material contaminante for contemporâneo a sua elaboração, mas falha quando, por exemplo, quando uma madeira muito mais velha for usada na produção. Com isso, a datação por luminescência da argamassa permanece, portanto, como um método promissor. Os primeiros trabalhos sobre a aplicação da LOE nas argamassas não obtiveram resultados muito satisfatórios, obtendo cronologias do paleozoico; estudos realizados mostraram a importância do tratamento químico e da exposição a luz solar para zeramento das amostras em relação à retirada de impurezas que podem afetar os resultados da datação. O grau de zeramento é, portanto, um dos aspectos essenciais no início da análise. A exposição à luz solar é o método mais rápido entre todos os testes para a argamassa, que quanto menor os grãos, melhor de serem zerados (GOEDICKE, 2010, p. 43 - 45).

Trabalhos neste modelo foram elaborados na Grécia em uma igreja bizantina datada por métodos estratigráficos por LOE em 1050/1100 anos atrás, em que a LOE a partir do quartzo foi monitorada em estímulo da luz azul e detecção UV resultando em uma idade de 1095 ± 190 AP encontrando-se na margem de anos aceitável conforme a historiografia do local. Estes modelos ainda não foram difundidos no Brasil, trabalhos similares, sem utilizar o protocolo SAR, foram realizados na Capela da Graça em João Pessoa – PB, em que foram datadas amostras de argamassas da capela para confirmar se esta teria sido construída pelos Jesuítas no século XVIII, uma vez que suas informações historiográficas encontravam-se escassas. As datações obtidas foram no intervalo de 410 ± 30 BP e 390 ± 30 BP mostrando ser compatível com o século XVII, em que a partir disso foram buscados novos dados históricos para reavaliar a presença dos Jesuítas no local, verificando-se que estes foram expulsos da Paraíba em 1593 e retornando 115 anos depois em 1708, mostrando-se possível, junto com novos dados historiográficos, a construção desta no século XVII, validando a datação (CAJÚ, 2011, p. 31-32). Trabalhos no modelo termoluminescente aplicados a tijolos já foram amplamente testados, como por exemplo, os estudos realizados na capela de Bonajuto em Catania, Itália (GUELI, MARGANI, *et al.*, 2015).

2.4.Caracterização microestrutural

Visualizando o conhecimento aprofundado do objeto a ser estudado a fim de buscar compreender suas variedades temáticas, é necessário entender a matéria que o compõe como um primeiro passo na pesquisa. Esta revela as características mecânicas do objeto, sendo diretamente ligada ao grau de autenticidade, de preservação e de produção ao longo do tempo.

A partir disso obtêm-se dados com o auxílio de técnicas físico-químicas capazes de compreender mineralogicamente, quimicamente e mecanicamente. Para isso, utiliza-se o conhecimento de técnicas como a Fluorescência e Difração de Raios-X, a produção de Laminas Petrográficas e a Ressonância Paramagnética Eletrônica.

a) Fluorescência e Difração de raios-X

Para compreender estas técnicas, é necessário entender que os Raios-X são parte do espectro eletromagnético e possuem comprimentos de onda que variam da ordem de 10 nm a 0,01 nm, e podem ser produzidos da desaceleração de um feixe de elétrons de alta energia, onde parte ou toda da energia cinética do feixe incidente é convertida em Raios-X. Estes raios formam um espectro contínuo de distribuição de energia, que está diretamente associada com a energia aplicada ao feixe incidente, chamados de Raios-X de freiamento. Por outro lado este mesmo feixe incidente pode interagir com os átomos que constituem o alvo ou a amostra e podem produzir transições eletrônicas entre os níveis eletrônicos formando um espectro discreto de distribuição de energia diretamente associada ao número atômico do elemento, passando então a ser chamado de Raios-X característico (PARREIRA, 2006, p. 2).

Estes Raios-X característicos formam a base das técnicas analíticas de Fluorescência e Difração de Raios-X. Ao identificar e medir os Raios-X característicos proveniente da amostra podemos inferir o elemento químico que o origina como também determinar sua concentração; dessa forma, a técnica de Fluorescência, consiste em na interação de um feixe de Raios-X incidente na amostra que gera as transições eletrônicas que produzem a emissão de Raios-X característicos; separando-os, ou por seu comprimento de onda ou por sua energia, e medindo-os através da análise do espectro obtido é possível identificar todos os elementos que constituem a amostra; estejam estes em arranjos cristalinos ou não (ASFORA, 2010, p. 17-19).

Portanto, um sistema de Fluorescência de Raios-X é constituído de uma fonte para a excitação das amostras, um detector que identifica e separa os Raios-X

característicos, uma placa multicanal que registra o espectro obtido e a eletrônica necessária para a alimentação do sistema e amplificação dos sinais provenientes do detector. A equação que relaciona a intensidade de Raios-X característicos com sua concentração em uma determinada amostra é dada por:

$$I_i = C_i \cdot X \cdot S_i$$

Onde: I_i =intensidade do elemento; C_i =concentração do elemento i na amostra ($\mu\text{g/g}$); e S_i =sensibilidade do sistema de medidas para o elemento i (PARREIRA, 2006, p. 3).

Na Difração, o princípio se baseia no espalhamento de um feixe de Raios-X monoenergético que ao incidir em um cristal, o mesmo interage com os átomos presentes, originando o fenômeno de difração a qual ocorre segundo a Lei de Brag que estabelece a relação entre o ângulo de difração e a distância entre os planos que a originaram e apresenta-se sob a forma:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta$$

Onde n =numero inteiro, λ = comprimento de onda dos Raios-X, d =distancia interplanar e θ =ângulo de incidência do feixe de Raios-X (ALBERS, MELCHIADES, *et al.*, 2002, p. 34).

O feixe difratado é coletado por um detector em vários ângulos ao redor da amostra; segundo o arranjo cristalino dos materiais existentes na mesma, picos de difração são observados para certos ângulos com intensidades características, cada pico representa uma família de planos cristalinos na amostra. Com o uso do espectro de difração, por meio de um gráfico da intensidade do feixe difratado vs duas vezes o ângulo de difração, fazendo uso de amostras padrões, podemos identificar as fases cristalinas contidas na amostra, que no caso dos tijolos será dos tipos de argila e antiplástico utilizado na sua manufatura.

A técnica de FRX é usada para a caracterização dos elementos químicos constituintes da amostra, assim como a DRX é comumente utilizada na caracterização e identificação das estruturas cristalinas presentes ou remanescentes nas mesmas.

Diversos autores vêm utilizando estas técnicas para análises em tijolos e argamassas, estudos em tijolos romanos de 18 sítios arqueológicos da cidade de Veneza

permitiram observar uma grande quantidade de cálcio sobrepondo as quantidades de ferro, titânio, potássio e alumínio, permitindo visualizar quais as possíveis localidades de coleta de material de produção (CALLIARI, CANAL, *et al.*, 2001, p. 24 - 28); estudos realizados nas argamassas de fortificações lisboetas demonstraram uma composição rica em minerais de quartzo, feldspatos e micas, com caulinite, hematite e calcite denunciando uma argamassa de natureza siliciosa, assim como com a presença dos compostos carbonatados magnesite e aragonite que indicam a ação de um meio rico em íons magnésio, como é a água do mar (SILVA, 2015, p. 37 - 39); assim como, estudos na Universidade do Minho pelo Dr. Francisco Fernandes e colaboradores, que buscou caracterizar tijolos de mosteiros construídos entre os séculos XVI a XVIII (FERNANDES, LOURENÇO e CASTRO, 2003, p. 385 - 387), vem buscando contribuir para o conhecimento das construções e seus contextos históricos e arqueológicos.

b) Microscopia petrográfica

A Microscopia Petrográfica de Luz Transmitida (MPLT) é aplicada em materiais arqueológicos a fim de destacar os dados relacionados à mineralogia da peça, formato de grãos e a relação microestrutural entre eles. Esta técnica contribui para a identificação ótica dos minerais constituintes, de suas feições características e do modo como se relacionam. Adotada na Arqueologia Brasileira desde a década de 1980, vem permitido à Arqueologia, responder questões não só relacionadas a uma eventual conexão entre as fontes argilosas e os vestígios cerâmicos, como também abordagens inerentes aos aspectos tecnológicos da cerâmica, dentre os quais se destacam a seleção de grãos, a adição de antiplástico, a técnica de manufatura e tipos de queima (MAGALHÃES, 2015, p. 77).

Esta técnica faz uso da interação de um feixe de luz polarizado com uma fina seção da amostra a ser analisada, previamente preparada, e o equipamento empregado é o microscópio óptico petrográfico. Dentre as características passíveis de observação estão forma, distribuição granulométrica e a ocorrência dos minerais mais comuns na lâmina. O estudo da orientação dos grãos também é possível uma vez que os argilominerais, por conta da sua característica placóide, ao serem manipulados na pasta argilosa, se orientam perpendicularmente à direção de aplicação das forças de conformação promovidas pelo manuseio de moldagem do artefato. Tal orientação dá origem a microestruturas que são passíveis de identificação no microscópio permitindo

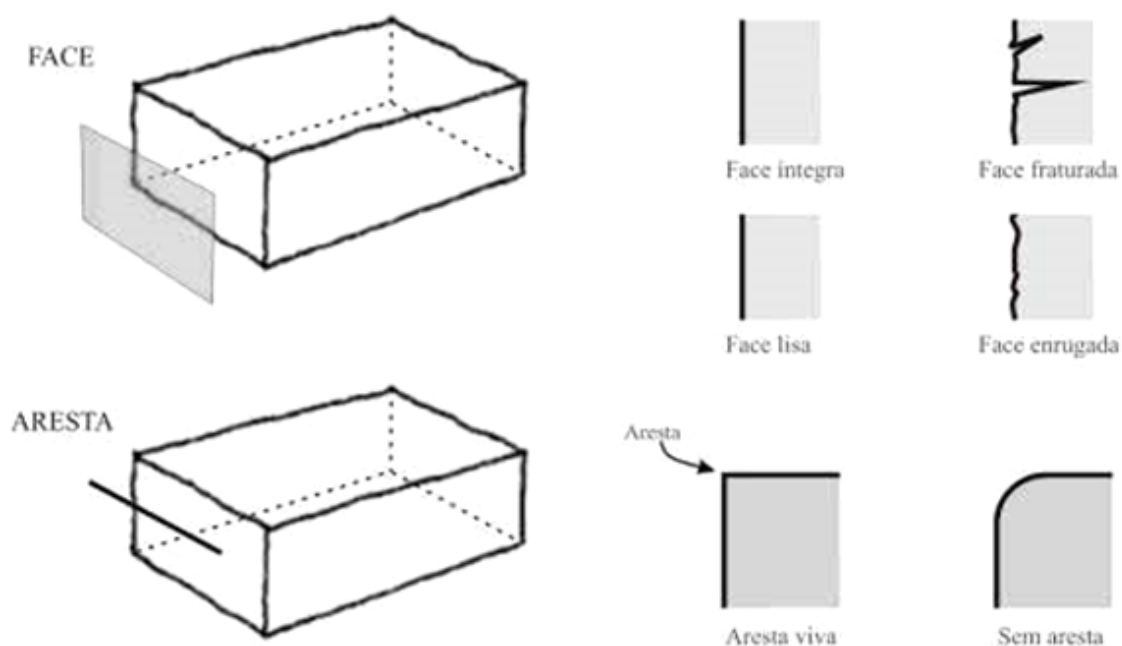
estabelecer como a massa foi trabalhada. É possível também analisar materiais opacos por meio da MPLT que permite a obtenção de informações relativas tanto da matéria-prima empregada, quanto ao modo de queima do material. Tal feição geralmente se manifesta em materiais cerâmicos confeccionados com matéria prima rica em material orgânico (MAGALHÃES, 2015, p. 79 - 80).

2.5.Caracterização macroestrutural

Os procedimentos de análise desta contribuição são provenientes de um dialogo entre a Engenharia e a Arquitetura, em que, levantar dados referentes à caracterização dos materiais construtivos é obter informações dos seus tipos de materiais, suas composições, seu formato, dimensões, coloração e aparência; em que estes dados nos aproximam da cadeia operatória de produção destes e da cultura que os produziu e edificou a estrutura. A análise consiste na observação visual das amostras, as dimensões e aparência são características que retratam o tipo de tijolo e seus aspectos de preparação. Analisar a aparência é observar sua feição exterior, no caso dos tijolos de suas faces e arestas, e no caso das argamassas sua superfície de aplicação, avaliando seu grau de integridade e grau de planura (MATOS, 2009, p. 62), conforme a figura 4.

Não existem nomenclatura e coloração exata para este tipo de caracterização, o pesquisador deve usar o que melhor se adapta a suas amostras, uma vez que, as argilas são compostas por muitas impurezas e nem sempre resultaram em uma mesma cor durante a produção dos artefatos, visto também que a cor dependerá igualmente da homogeneização e da temperatura de queima sendo, portanto, mais viável definir um intervalo de cores; e considerando que as formas de moldagem eram de madeira e nenhum tijolo sairia perfeitamente moldado ou igual ao anterior, uma vez que o modo de operação ser anterior ao século XX século da industrialização; ser artesanal (MATOS, 2009, p. 63).

Figura 4: Situações de faces e arestas nos tijolos maciços.



Fonte: (MATOS, 2009, p. 60)

As observações das inclusões, textura, granulometria e homogeneidade da pasta, podem ser feitas a olho nu ou com o auxílio de lentes de aumento, identificando atributos que agrupem ou diferenciem as amostras entre si. O nível de precisão destas observações é baixo, mas contribuem para identificar diferenças ou similitudes de maneira macro entre as amostras, como a presença de grãos de areia ou de pasta argilosa, se há ou não a presença de grãos grânulos, que podem, por exemplo, cumprir a função de um antiplástico dentro de um artefato cerâmico, como o tijolo; assim como pode permitir a identificação de diferentes grupos de materiais presentes na pasta (MATOS, 2009, p. 76).

A observação da coesão entre os grãos e de seu arredondamento e tamanho, da friagem, da coloração interna e externa, da presença de impurezas, da homogeneização da pasta, do acabamento de superfície e do desgaste da amostra, são dados que contribuem para interpretação da resistência, do preparo e da disponibilidade da matéria prima, dos materiais construtivos. Através do exame ótico é possível também verificar o grau de seleção, esfericidade e arredondamento dos grãos utilizando a tabela de Compton 1962 conforme a figura 6, que esta relacionada ao transporte e sedimentação que a matéria prima foi submetida, e a granulometria através da escala de Wentworth 1922 conforme a tabela 5.

Figura 5: Tabela de Compton, 1962.



Fonte: (MATOS, 2009, p. 77)

Tabela 2: Escala de granulometria de Wentworth 1922.

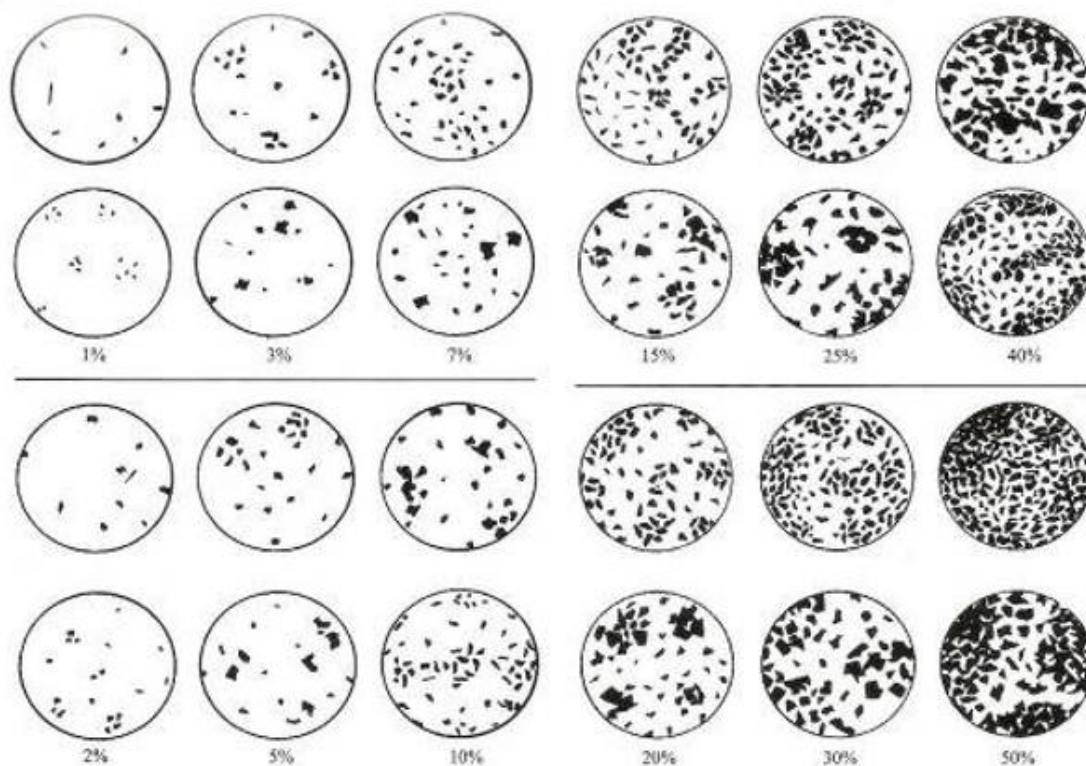
ϕ Escala	Dimensões (metros)	Dimensões (aprox. em polegadas)	Nome dos agregados (Escala de Wentworth)	Outros nomes
< -8	> 256 mm	> 10.1 in	Rocha	
-6 até -8	64-256 mm	2.5-10.1 in	Seixos	
-5 até -6	32-64 mm	1.26-2.5 in	Cascalho muito grosso	Seixo
-4 até -5	16-32 mm	0.63-1.26 in	Cascalho grosso	Seixo
-3 até -4	8-16 mm	0.31-0.63 in	Cascalho médio	Seixo
-2 até -3	4-8 mm	0.157-0.31 in	Cascalho fino	Seixo
-1 até -2	2-4 mm	0.079-0.157 in	Cascalho muito fino	Grânulo
0 até -1	1-2 mm	0.039-0.079 in	Areia muito grossa	

1 até 0	$\frac{1}{2}$ –1 mm	0.020–0.039 in	Areia grossa	
2 até 1	$\frac{1}{4}$ – $\frac{1}{2}$ mm	0.010–0.020 in	Areia média	
3 até 2	125–250 μ m	0.0049–0.010 in	Areia fina	
4 até 3	62.5–125 μ m	0.0025–0.0049 in	Areia muito fina	
8 até 4	3.90625–62.5 μ m	0.00015–0.0025 in	Silte	
> 8	< 3.90625 μ m	< 0.00015 in	Argila	
>10	< 1 μ m	< 0.000039 in	Coloidal	

Fonte: (WENTWORTH, 1922)

E por fim, pode ser observada a estimativa em porcentagem de substâncias intrusivas visíveis na pasta, complementando os dados sobre o grau de seleção dos materiais; cada atributo identificado seja reconhecido ou não, é classificado conforme o uso da planilha citada em (MATOS, 2009, p. 78) presente na figura 7.

Figura 6: Planilha para estimativa de porcentagem de atributos.



Fonte: (MATOS, 2009, p. 78)

2.6. O uso da Ressonância Paramagnética Eletrônica na caracterização da temperatura de queima dos tijolos

Esta técnica tem como fundamento a medição da absorção de radiação de micro-ondas por espécies paramagnéticas. Esse sistema funciona através de ondas eletromagnéticas que incidem na amostra e sua absorção só pode ser observada sob a presença de um campo magnético, onde este é necessário para orientar os centros paramagnéticos. Assim, à medida que o campo é aplicado os centros entram em ressonância, com uma radiação monoenergética, com uma única frequência na faixa das micro-ondas; e para que o fenômeno seja observado, se faz necessário o uso de um equipamento que gere e mensure a absorção de ondas eletromagnéticas chamado de espectroscópio de RPE (SULLASI, AZEVEDO e PESSIS, 2009, p. 99 - 100).

Em materiais cerâmicos os sinais devidos à absorção de micro-ondas estão relacionados essencialmente a espécie paramagnética Fe^{3+} , isso quer dizer que possui o maior número de elétrons desemparelhados. Esta espécie paramagnética é sensível ao processo de aquecimento havendo, portanto uma variação no espectro de RPE decorrentes da queima do material.

A temperatura de queima dos tijolos pode então ser inferida efetuando-se sucessivos aquecimentos no material a diferentes temperaturas monitoradas por RPE até que o valor de g sofra uma variação, esta temperatura é determinada partindo do princípio de que o valor de g no espectro de RPE sofre uma mudança assim que a simetria do comportamento da curva do Fe^{3+} se altera ao atingir a temperatura em que o material foi queimado no passado (FILHO, BICUDO, *et al.*, 2006, p. 4).

Com o auxílio de todas estas abordagens técnicas, micro e macro estruturais, pode-se construir dados caracterizadores e cronológicos a respeito dos edifícios históricos coloniais, bem como os bens patrimoniais no geral, tratando-se importante tais estudos em casos de ausência de determinados dados, a respeito da história, da conservação e da restauração; visto muitas vezes, a dificuldade de confiabilidade em documentos históricos, a inexistência ou ausência destes, e a dependência de análises crono-estilísticas que em algumas situações de ruínas não são suportadas.

Uma vez que o testemunho é disposto ausente de registro documental bibliográfico, a arqueologia histórica buscará dados materializados neste, através de

técnicas multidisciplinares, a fim de obter informações e poder avançar na interpretação e construção da história, e na restituição da memória do monumento histórico.

3. DATAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE TIJOLOS E ARGAMASSAS DA PORTADA PRINCIPAL DO FORTE ORANGE – PE

Como elemento de pesquisa para este trabalho, optou-se por selecionar um objeto de estudo pertencente ao território pernambucano, uma vez que a cronologia histórica da região é uma das mais extensas e relevantes dentro da história do Brasil. Inserido neste contexto encontram-se diversos elementos significativos de construções antigas, como engenhos e igrejas nas primeiras ocupações nas áreas de Vila Velha, Igarassu, Botafogo, Itapissuma, Catuama, Recife, Olinda, Escada, Cabo de Santo Agostinho, Jaboatão e Itamaracá.

Algumas destas estavam ligadas por um canal de transporte entre os principais engenhos do norte da capitania em 1516, chamado de Canal de Santa Cruz. Este canal liga a Ilha de Itamaracá às propriedades de Igarassu; Botafogo; Catuama; Itapissuma e Vila Velha; compondo um dos trechos de maior cronologia do espaço pernambucano, já muito movimentado devido à transportação do açúcar provindo dos engenhos desta região, em 1534 (ALBUQUERQUE, 2007). Atualmente, grande parte destas construções encontra-se destruídas e as que restaram, por muitas vezes, estão fortemente modificadas em suas estruturas.

Visto que o objetivo deste trabalho é testar a aplicabilidade da técnica para a datação de elementos construtivos pernambucanos, optou-se por uma construção de longa temporalidade que se tenha certeza da data de sua construção inicial por base em documentos históricos ou iconográficos. Dentro destas condições, encontramos os dados provenientes das escavações realizadas na Fortaleza de Santa Cruz na Ilha de Itamaracá.

3.1. Objeto de estudo: Portada Principal do Forte Orange

Em 1971 o Laboratório de Arqueologia da Universidade Federal de Pernambuco, realizou prospecções na Fortaleza de Santa Cruz a fim de coletar subsídios para uma restauração parcial na mesma. No ano 2000 fundou-se uma parceria com a *MOWIC Foundation*, a qual buscava resgatar uma herança em comum com os Países Baixos e o Brasil, intitulando o projeto desta campanha de “Projeto Orange: os monumentos históricos que pertenceram a Companhia das Índias Ocidentais”; o

trabalho foi dividido em duas campanhas coordenadas pelos arqueólogos Marcos Albuquerque e Velela Lucena realizadas entre os anos de 2002 e 2003 contemplando áreas externas e internas da fortificação (BARTHEL, 2007, p. 111).

A Fortaleza de Santa Cruz foi estabelecida após uma reconstrução em 1654 com a retomada destas terras pelos portugueses. Contudo, no inconsciente coletivo, permaneceu a nomeação de Forte Orange, que se trata da fortificação holandesa anterior à reforma portuguesa pós-retomada territorial (ALBUQUERQUE e BARTHEL, 2016, p. 95).

As pesquisas e sondagens arqueológicas ocorridas durante a primeira prospecção somou-se a pesquisas iconográficas portuguesas e holandesas a respeito da certificação de tal presença defensiva holandesa, fazendo-se por objetivo, encontrar as evidências estruturais desta antiga fortificação (ALBUQUERQUE e BARTHEL, 2016, p. 96).

Nestas campanhas, foi evidenciada a principal porta de entrada dos holandeses ao forte, próximo a um corte realizado na área central da escavação no terrapleno 03, área direita à entrada atual do forte, estando por trás da casa de pólvora, conforme a figura 12. Esta porta encontra-se inalterada desde sua parcial demolição na reforma da tomada portuguesa de 1654 (ALBUQUERQUE, 2007), sendo presente em sua estrutura: argamassa; tijolos amarelos, vindos da região da Frísia, na atual Holanda (ALBUQUERQUE e BARTHEL, 2016, p. 98) e tijolos vermelhos, que possivelmente podem ser provenientes de Leiden, na Holanda (NETO, MELLO, *et al.*, 1981, p. 103-104).

A partir desses dados, esta portada foi selecionada como objeto de estudo para o teste de datação das argamassas pela técnica de Luminescência Ópticamente Estimulada, assim como para a datação dos tijolos pela mesma técnica, e caracterização de tais materiais construtivos pelas técnicas analíticas arqueométricas de Difração e Fluorescência de Raios-X, Lâmina Petrográfica e Ressonância Paramagnética Eletrônica.

a) Contextualização Histórica

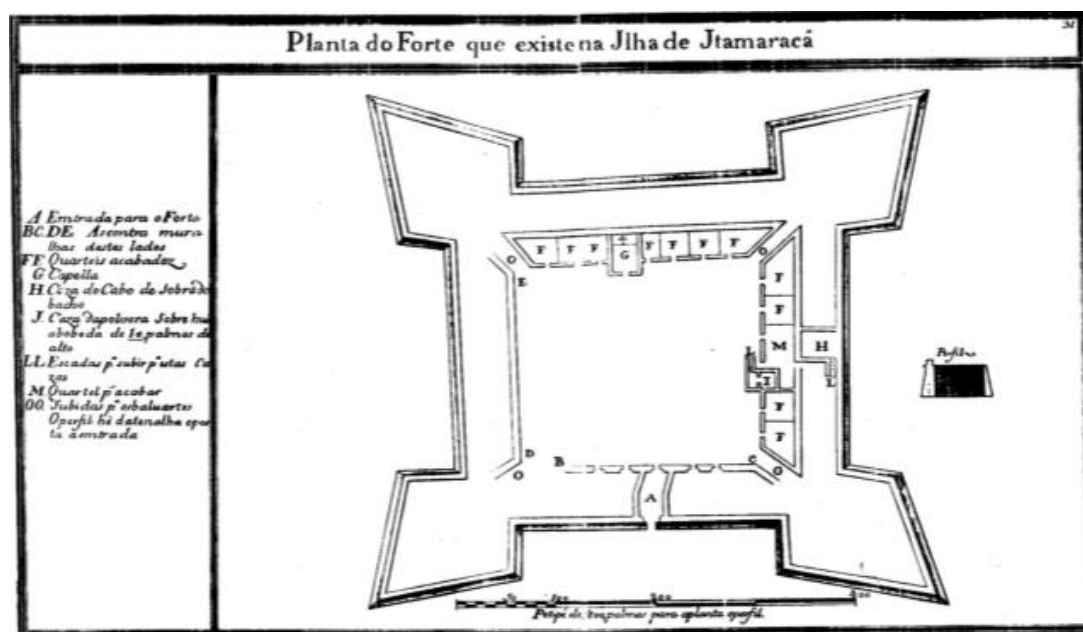
A capitania Itamaracá, cujo nome vem do tupi-guarani e significa “pedra que canta”, foi criada junto à de Pernambuco em 1534, em que havia uma povoação de portugueses, um porto e uma feitoria, e o açúcar produzido já era exportado para Portugal. No início do século XVII a capitania atingiu seu auge econômico, com 30

engenhos em forte produção açucareira. Neste mesmo período, ocorreu a invasão holandesa (1630) á capitania de Pernambuco, em que os quais vieram a invadir a ilha um ano depois (ALBUQUERQUE, 2007, p. 51) (BARTHEL, 2007, p. 22).

Devido a forte resistência da população local aos invasores durante dois anos, a grande maioria dos engenhos foi destruída, abalando economicamente a região. Em 1632 foi construído um pequeno reduto como ponto de apoio intitulado Forte Orange sob o comando do coronel então governador Diederick van Waerdenburch. Esta região despertou o interesse por conta de sua abundante oferta de madeira, pau brasil, açúcar, sal e cal; além de mandioca, tabaco, algodão, frutas, hortaliças, cachaça e água doce. Inicialmente o reduto foi construído em taipa, usando amarrações de galhos de madeira e palha para estabilização como um tipo de estuque, estando cercado por uma paliçada (BARTHEL, 2007, p. 26-27).

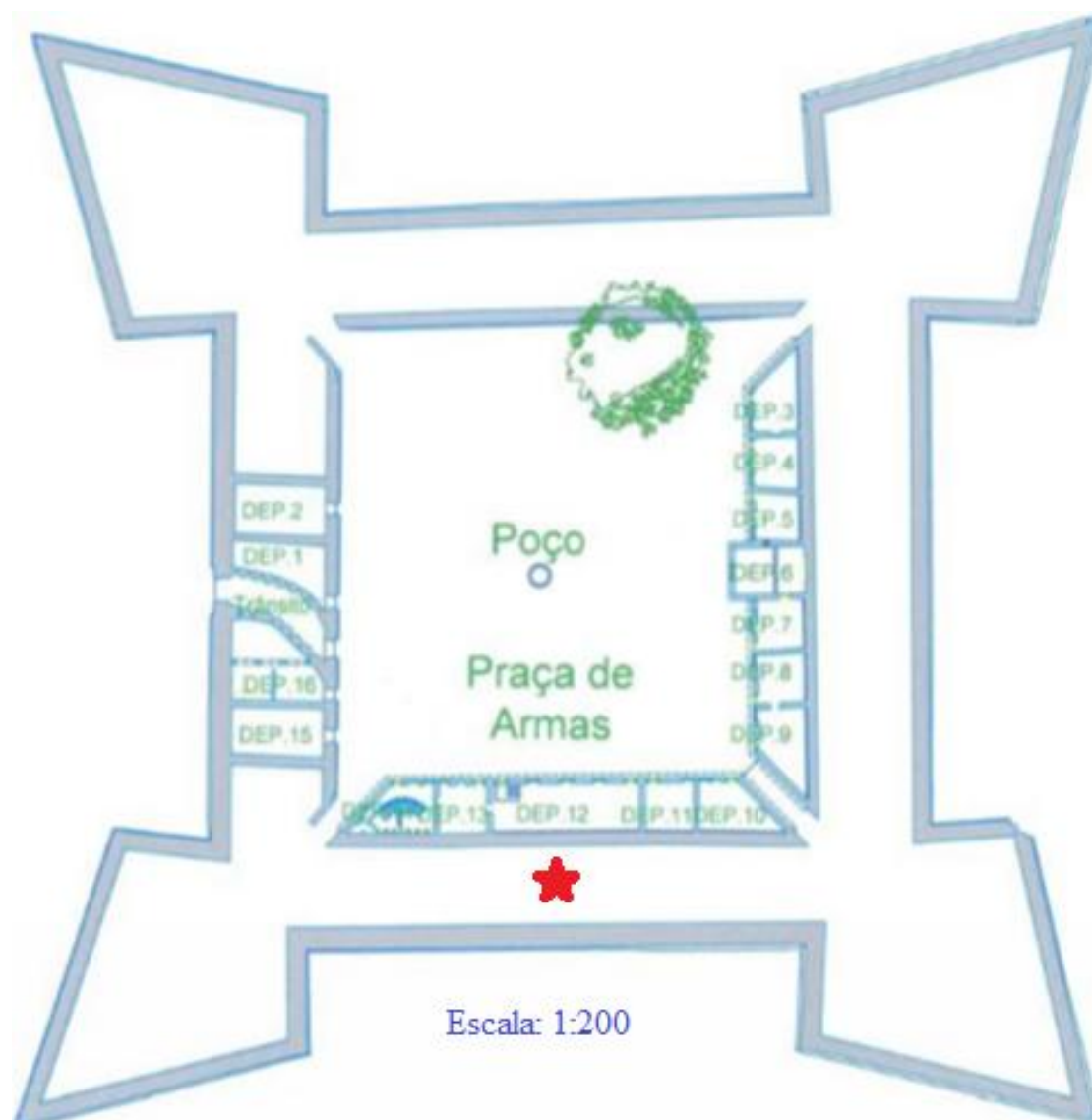
Possuidor de três etapas construtivas é na terceira que o Forte Orange assume uma entrada construída em alvenaria, em formato de arco intitulada “porta holandesa” que se encontraria voltada para o Canal de Santa Cruz, ao sul. Uma vez, que a portada portuguesa do atual forte encontra-se voltada de forma curvilínea para o oeste, conforme a figura 7 e 8 (BARTHEL, 2007, p. 33 - 37).

Figura 7: Planta baixa do Forte Orange e localização de sua portada principal voltada ao sul; cuja legenda está o programa de necessidades: A- entrada; B, C, D, E, contra-muralhas; F - quartéis acabados; G - capela; H - casa do cabo de sobrado de baixo; J - casa de pólvora sobre uma abóbada de 10 palmos de alto; L - escadas; M- quartel para acabar, O - subida para os baluartes.



Fonte: (ALBUQUERQUE e BARTHEL, 2016, p. 98)

Figura 8: Planta baixa atual da Fortaleza de Santa Cruz, Itamaracá – PE. Ponto de coleta em formato de estrela na cor vermelha, correspondente a localização da portada principal holandesa.

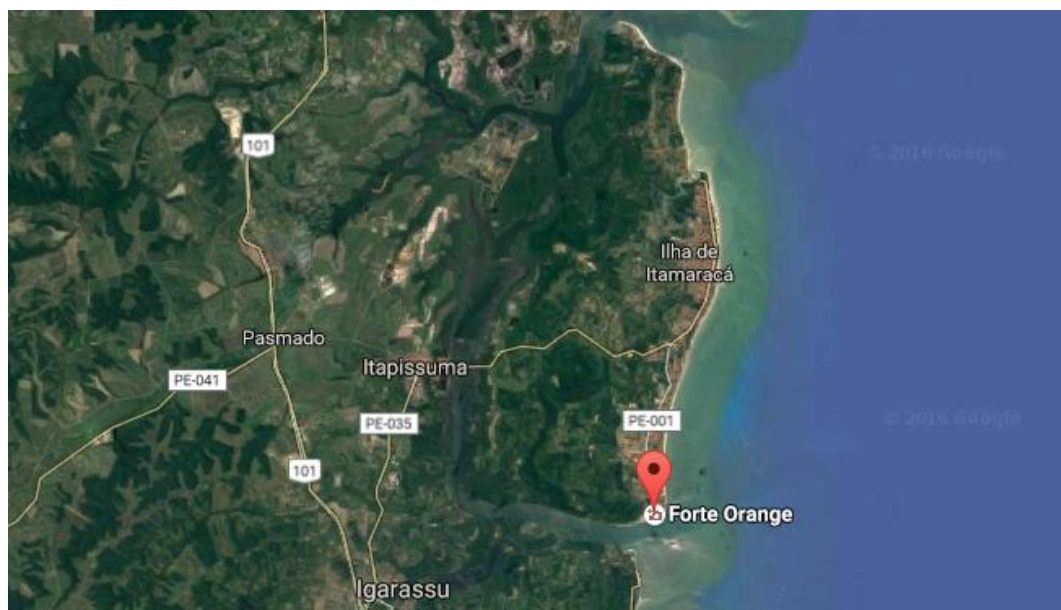


Fonte: Adaptado de (BARTHEL, 2007)

Entre 1654 e 1696 o forte foi readaptado e parcialmente destruído, sendo por fim, soterrado por um novo modelo defensivo, a chamada Fortaleza de Santa Cruz, já então, luso-brasileira. O monumento foi tombado em 1938 pelo Serviço do Patrimônio Histórico e Artístico Nacional (SPHAN) (ALBUQUERQUE e BARTHEL, 2016, p. 95), sendo tal portada um representante materializado da ocupação holandesa em Pernambuco. Partindo disso, considera-se de relevância cultural e científica a caracterização de seus materiais componentes, a fim de contribuir para estudos posteriores.

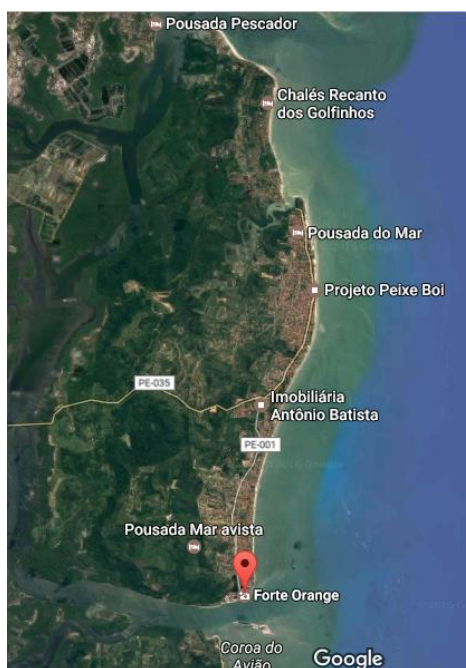
A Fortaleza de Santa Cruz localiza-se a sudoeste da Ilha de Itamaracá na Praia do Forte em Pernambuco, a dois quilômetros da orla marítima e a 44,7Km da cidade do Recife; em coordenadas geográficas $007^{\circ} 48' 38.6''$ S e $034^{\circ} 50' 22.0''$ W conforme as figuras 09 e 10. Seu acesso é feito pela PE 35 e pela PE 15. Situa-se numa planície costeira, possuidora de varias várzeas e terraços aluviais, com uma abundância em calcário, argila e areia (BARTHEL, 2007, p. 12).

Figura 9: Mapa de localização do Forte de Santa Cruz (Forte Orange), Itamaracá, Pernambuco.



Fonte: Google Maps, 2016

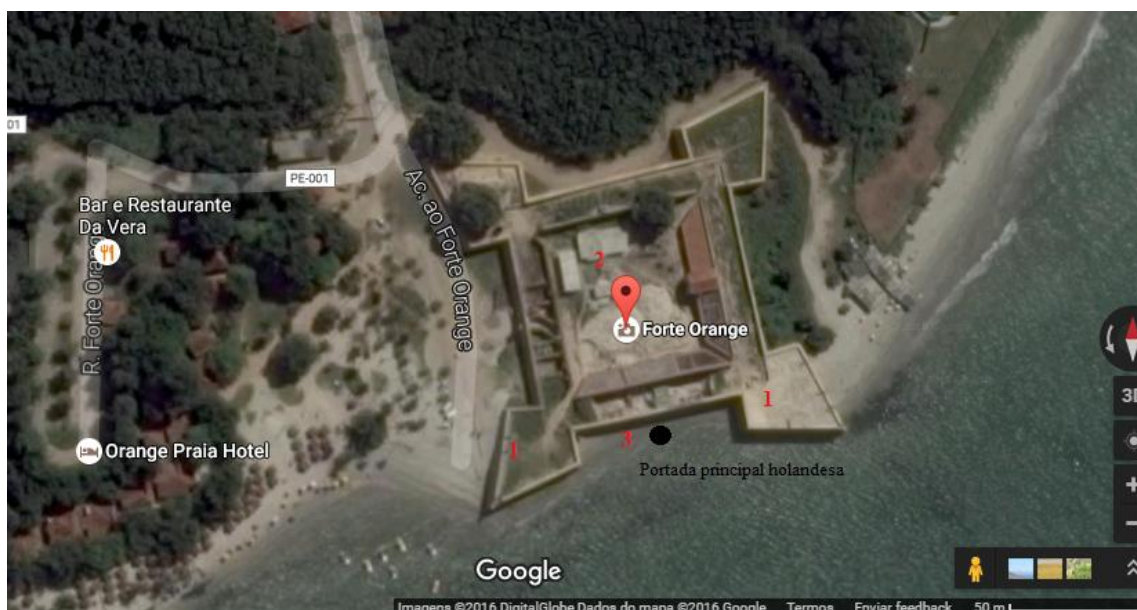
Figura 10: Mapa de localização do Forte de Santa Cruz (Forte Orange) aproximado, Itamaracá, Pernambuco.



Fonte: Google Maps, 2017

O terreno em que está situada a fortaleza possui 10.480 m² de área total, sendo 7.867 m² de área construída e 957 m² de área verde. As escavações foram feitas entre os dois baluartes voltados para o Canal de Santa Cruz (1) para localização do hornaveque e paliçada, na Praça de Armas (2) localizando o poço e a casa de pólvora, e no terrapleno sul (3) para localização da casa do Cabo, da portada principal e parte da muralha em terra, seguindo na parte externa a localização da berma, do fosso e da contraescarpa, conforme as figuras 11 e 12. (BARTHEL, 2007, p. 114 - 115).

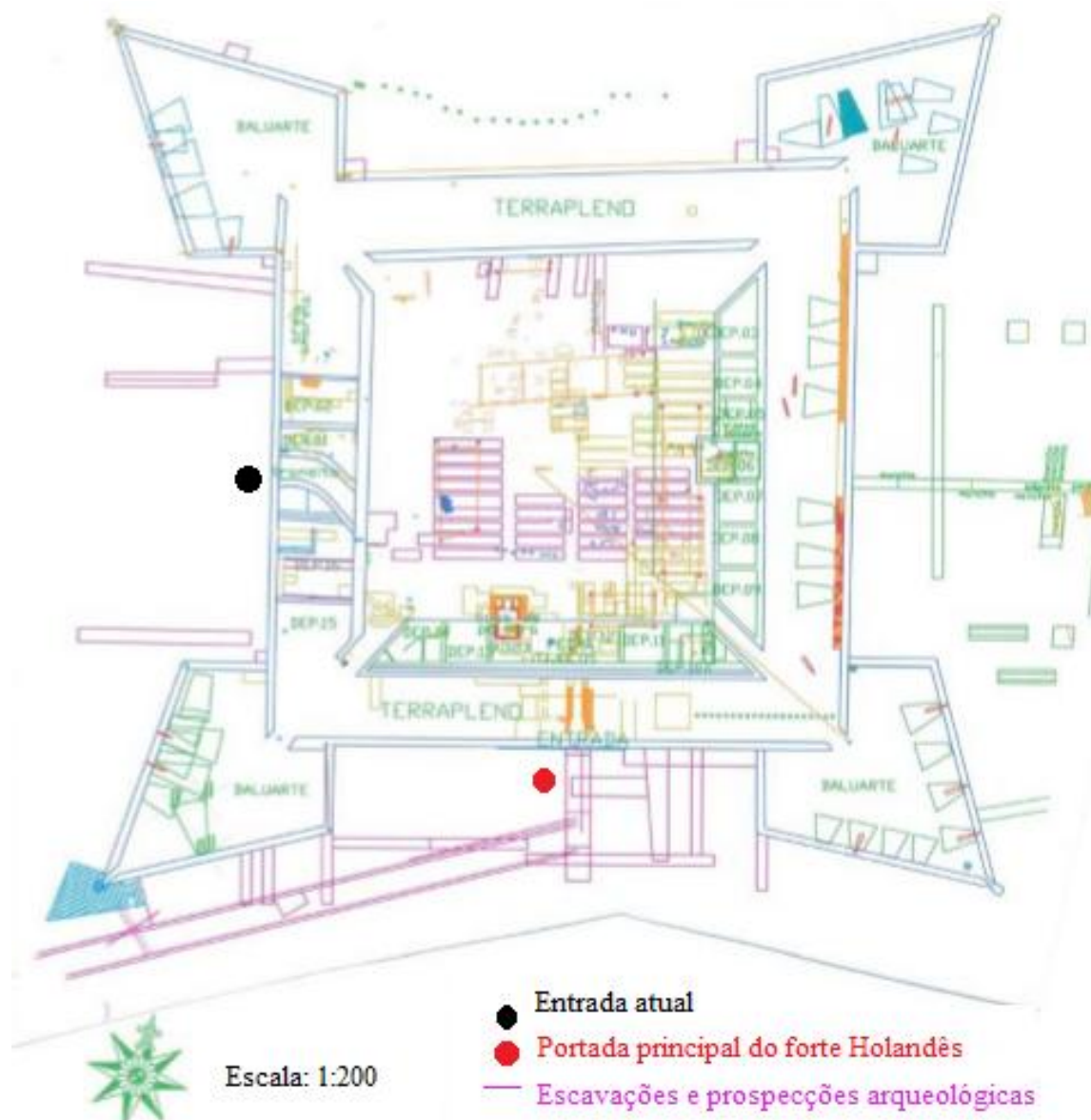
Figura 11: Planta de locação do Forte Orange.



Fonte: Google Maps, 2016

Figura 12: Planta baixa da atual fortificação com delimitação dos locais escavados em rosa e a localização da antiga e atual portada principal.

Figura 13: Planta baixa da atual fortificação com delimitação dos locais escavados em rosa e a localização da antiga e atual portada principal.



Fonte: (BARTHEL, 2007, p. 115)

3.2. Materiais e Métodos

a) Coleta de amostras

A coleta de material foi realizada na paginação esquerda da Portada Principal do Forte Orange conforme é mostrado na figura 13 e 14. Os tijolos e argamassas foram retirados de um ponto menos evidente de forma a não danificar a estrutura e a estética do referencial arqueológico, sendo este o ponto lateral superior da paginação esquerda da portada, ver figura 14; com exceção de um tijolo vermelho do conjunto que foi coletado solto ao lado da paginação. As amostras foram coletadas com a ajuda de uma enxó e uma espátula, conforme a mesma figura, e foram acondicionadas em sacos

pretos e salvaguardadas no Laboratório de Datação no setor de Metrologia do Departamento de Energia Nuclear da UFPE.

Figura 14: Figura da evidência da Portada Principal do Forte Orange durante as escavações da segunda campanha 2002 e 2003. Ponto de coleta na portada principal do Forte Orange demarcado com uma seta, localizada na paginação esquerda, ponto lateral superior.



Fonte: (ALBUQUERQUE, 2007, p. 53)

Os tijolos foram retirados em conjunto de modo que não se desprendessem um do outro até análise em laboratório, para que a argamassa entre os tijolos não fosse exposta a luz solar, traduzindo-se em quatro tijolos inteiros e uma metade. Estas quantidades não foram estabelecidas previamente, pois o objetivo foi coletar um conjunto a fim de obter a argamassa interna sem que ocorresse a desagregação dos materiais, sendo estes: um e uma metade de tijolo de cor avermelhada e três tijolos de cor amarelada, todos estes presentes em mesmo contexto na mesma paginação cobertos por uma mesma argamassa externa; com exceção do tijolo vermelho inteiro que foi coletado solto ao lado da paginação, pelo motivo da amostra correspondente a metade de um tijolo vermelho, não ser suficiente para as futuras análises.

Figura 15: Coleta de amostras. A portada encontrava-se coberta por um plástico preto; as amostras coletadas foram acondicionadas da mesma forma até o laboratório.



Fonte: Arquivo pessoal, Junho de 2016

b) Preparação das amostras

Todas as amostras coletadas foram descobertas em laboratório, sob a luz monocromática vermelha e foram codificadas respectivamente FOTA-PP.01, 02 e 03, correspondendo ao conjunto de 3 tijolos amarelos, e FOTV-PP.01; correspondente ao tijolo solto coletado ao lado da paginação; e 02 correspondendo a uma metade de um tijolo vermelho pertencente a paginação que encontrava-se preso aos demais tijolos amarelos, cobertos por uma mesma argamassa externa; em que FO/PP corresponde a unidade de coleta intitulada Forte Orange Portada Principal.

Em sequência foi separado duas unidades, de tijolos, uma de cada conjunto, correspondente a FOTA-PP.01 e FOTV-PP.01 para fotografias e análises macroscópicas e microscópicas que permitem exposição a luz. Todos os outros tijolos coletados foram lixados em laboratório, a fim de eliminar aproximadamente 02 mm de cada superfície para eliminar qualquer contaminação. A argamassa encontrada na parede externa dos tijolos e interna entre tijolos foram trituradas e peneiradas até atingir uma granulometria (ϕ) > 150 μ m e armazenadas em potinhos separadamente. Resultando em 06 potinhos de argamassa, 03 internos e 03 externos.

c) Análise Macroscópica

Esta etapa consiste no levantamento e descrição de dados que apresentam características macroscópicas dos elementos estudados, diferenciando ou assemelhando eles entre si. As amostras foram medidas em suas dimensões, fotografadas e analisadas quanto a sua granulometria com o uso da escala de Wentworth 1922 apresentada na tabela 2, esfericidade, arredondamento e grau de seleção, conforme o uso da tabela de Compton (1962), apresentada na figura 5; sendo também estimadas as percentagens para cada atributo identificado, seja reconhecido ou não, visualmente, conforme o uso da planilha citada em (MATOS, 2009, p. 78) presente na figura 6.

d) Análise Microscópica por Lâminas Petrográficas

Para análise superficial mineralógica e a possível observação de materiais opacos representantes de matérias orgânicas, foi utilizada a elaboração e observação dos materiais estudados em lâminas petrográficas. Para isto, as amostras FOTA-PP.01 e FOTV-PP.01 foram cortadas em uma máquina de corte abrasivo de alta precisão, visando a obtenção de uma fração necessária da peça cerâmica que permita uma laminação adequada. Logo em seguida essa fração, assim como a fração da argamassa,

foi impregnada por uma resina e submetida a um lixamento num composto abrasivo a base de carbureto de silício, visando uma perfeita planicidade das amostras de modo que possam ser coladas nas lâminas, através de uma resina epóxi incolor.

Após um período de secagem de 24 horas, estas foram submetidas ao corte e desbaste sendo desgastada de forma manual com auxílio de um composto abrasivo a base de carbureto a fim de obter espessura entre 30 μ e 20 μ e em seguida foram submetidas a um polimento com pasta diamantada. As lâminas de vidro foram limpas e aquecidas de Bálsamo do Canadá Natural em um cadinho sobre placa a 110°C, onde a montagem da lâmina se deu por meio da dispersão de uma pequena fração do material sobre a lâmina de vidro ainda aquecida e posteriormente recoberta com lamínula.

Após 24h de secagem as lâminas foram limpas com álcool etílico 96° GL e observadas em um microscópio óptico petrográfico binocular de modelo Olympus BX51 com uma câmera acoplada de modelo Olympus DP26 e o software utilizado para observar e fotografar foi o Olympus Stream Essentials 1.7.

e) Caracterização química e mineralógica por DRX e FRX

Para a caracterização mineralógica das amostras, foi utilizada a técnica de DRX, em que parte do restante da amostra correspondente a FOTA-PP.02 foi triturada a uma $\phi < 75\mu\text{m}$ para DRX, preenchendo 4 eppendorfs de 2ml, duas destas unidades foram enviadas para o Laboratório de Instrumentação Nuclear da UFPE para serem analisadas pela mesma técnica. Dá mesma forma se procedeu com a amostra FOTV-PP.02, assim como a argamassa interna e externa. O difratômetro utilizado foi do modelo Miniflex II da Rigaku, com a radiação do $\text{CuK}\alpha$; os parâmetros de medida utilizados foram passo de 0,02° e uma velocidade de varredura de 1°/min. A identificação e quantificação de fases foi feita usando o software Match!.

Para a caracterização química elementar através da técnica de FRX, ainda com mesmo material de amostragem, foi feita a medição utilizando um equipamento portátil X-MET modelo 5100 da *Oxford instrument*; outra parte foi triturada a uma $75 < \phi < 150\mu\text{m}$ para as leituras por RPE, sendo necessário 50mg de cada material para cada amostra analisada.

f) Determinação da temperatura de queima por RPE

Para a determinação da temperatura de queima foi elaborado um conjunto de cerâmicos de 10 unidades com dimensões de 5x5 cm com altura de 1cm; a matéria

prima utilizada na elaboração destes cerâmicos é composto unicamente da argila proveniente do sítio Valado localizado na Serra do Marinheiro na Chapada do Araripe; o preparo destas amostras consistiu na trituração e peneiramento a duas granulometrias, uma inicial de 50 μ m e outra por fim de 22,5 μ m. A esta argila a água foi sendo adicionada até que a massa ficasse pastosa e pudesse ser adicionada a forma. Os cerâmicos manufaturados foram postos a secagem a temperatura ambiente de 28°/29°. A queima destas amostras foi realizada sob uma faixa de 400°C a 1000°C durante uma hora; usando um forno mufla digital microprocessado modelo SP-1200DRP7/B.

As amostras manufaturadas e queimadas a diferentes temperaturas foram trituradas e peneiradas e foram selecionadas as granulometrias inferiores a 80 μ m, acondicionadas em alíquotas de 50mg e colocadas em tubinhos de quartzo os quais foram acoplados e medidos usando o equipamento RPE, da BRUKER modelo EMX usando a banda X.

Os parâmetros utilizados para registrar o sinal do Fe foram previamente ajustados e são mostrados na figura 15. Fazendo uso destes parâmetros foram registrados os espectros RPE do sinal do Fe conforme pode ser observado na figura 47 na secção 4 correspondente a discussão dos resultados.

Figura 16: Parâmetros de medida do equipamento de RPE na aquisição dos espectros do centro do Fe³⁺.

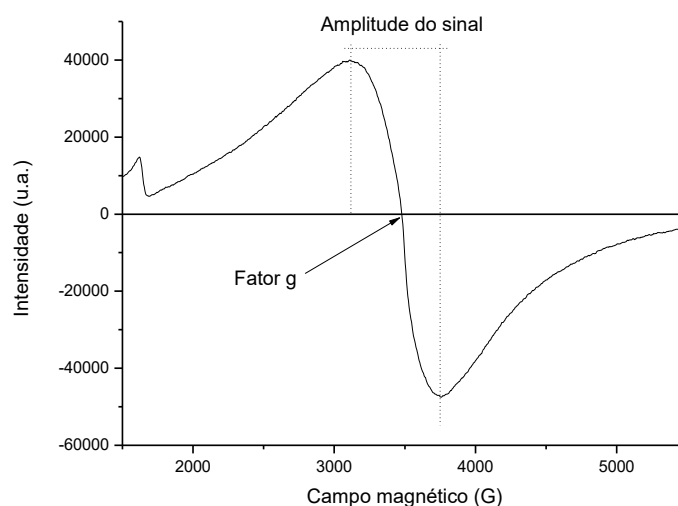
Receiver		Field	
Receiver Gain:	1.00e+002	Center Field:	3500.000 G
Phase:	0 deg	Sweep Width:	4000.000 G
Harmonic:	1	Resolution:	1100 POINT
Mod. Frequency:	100.000 kHz		
Mod. Amplitude:	1.000 G		
Signal Channel		Microwave	
Conversion:	60.000 ms	Frequency:	9.755100 GHz
Time Const.:	81.920 ms	Power:	3.991e+000 mW
Sweep Time:	66.000 s		

Fonte: Acervo pessoal, 2016

Esta curva foi construída pretendendo monitorar as mudanças da amplitude do sinal e o valor do fator g do Fe³⁺. Essas variações são representadas em curvas de comportamento das amostras em função do tratamento térmico conforme a figura 16,

para que possamos comparar com a amplitude e fator g das amostras obtidas na portada em análise.

Figura 17: Exemplo de um espectro RPE das amostras de cerâmicas manufaturadas com destaque ao Fator g e amplitude do sinal do Fe^{3+} .



Fonte: Acervo pessoal, 2017

A partir do monitoramento do fator g, das amostras manufaturadas, do espectro de cada amostra tratada a uma temperatura específica foi possível construir a curva que monitora a mudança do fator g vs a temperatura de queima. Após a elaboração desta curva as amostras dos tijolos vermelho e amarelo foram preparadas em etapas que consistiu na trituração, peneiramento e a seleção da porção granulométrica entre 150 e 200 μm das amostras FOTA-PP.02 e FOTV-PP.02, em que, uma alíquota de 100 mg para cada amostra foi utilizada.

Após a medição das amostras FOTA-PP02 e FOTV-PP02 e dos seus respectivos espectros RPE, os valores do fator g observados foram interpolados na curva de fator g vs temperatura de queima e desta forma foram inferidos os valores da temperatura de queima de ambos os tijolos, conforme a figura 49 na seção 4 correspondente as discussões dos resultados.

g) Datação das amostras por LOE

Para a datação das amostras de argamassa foi utilizada a técnica de LOE, onde 02 potinhos das argamassas internas e duas unidades de potinhos de cada tijolo triturado ($\phi > 150\mu\text{m}$) correspondentes a FOTA-PP.02 e FOTV-PP.02, foram enviadas para o Laboratório de Datação da Universidade Federal de São Paulo, Campus Baixada

Santista, para serem datadas pela técnica Luminescência Opticamente Estimulada usando o protocolo SAR. A datação das amostras envolveram duas etapas, primeiramente a determinação da dose acumulada na amostra e posteriormente a da taxa de dose anual.

Para a determinação da dose acumulada, um potinho de argamassa interna foi tratado quimicamente sendo submetidos há 1 hora em peróxido de hidrogênio (10%) para remoção das impurezas orgânicas, com três lavagens posteriores sequenciais em água destilada, seguido da submissão em ácido fluorídrico (10%) por 30 minutos para a remoção da contribuição da radiação α , com três lavagens posteriores sequenciais em água destilada, e por fim a submissão ao ácido clorídrico (10%) para remoção dos carbonatos, com três lavagens posteriores sequenciais em água destilada; em ambiente simulado conforme a figura 18 sendo isolado da luz branca.

As lavagens com água destilada posterior a aplicação dos ácidos, é realizada para evitar maiores corrosões dos grãos e do material de armazenamento da amostra, posteriormente ao tratamento químico. Ao final, as amostras repousaram em uma estufa a 50°C para secar, em que após 24hrs foram peneiradas e separadas em $\phi < 75 > 150 > 200\mu\text{m}$.

A partir destas amostras foi usado o método de datação LOE especificamente o protocolo SAR (GUEDES, SAWAKUCHI, *et al.*, 2015), isto para a determinação da dose acumulada, em que foram utilizadas 24 alíquotas para cada amostra e a partir de cada alíquota foi obtida uma idade.

A partir da distribuição de idades obtidas para cada amostra, tijolo ou argamassa, foi determinado um valor médio. Este procedimento foi realizado no laboratório de datação Laboratório de Datação da Universidade Federal de São Paulo, Campus Baixada Santista a cuidados do professor Rene Rojas Roca.

Para a determinação da taxa de dose anual, em seguida, 01 potinho de argamassa externa foi pesado em uma balança analítica de alta precisão 0.1mg, tecnologia UNIBLOC, modelo ATX-224 – SHIMADZU, em uma massa 28,33g e posteriormente lacrada por 30 dias para medição das taxas de U-238, Th-232 e K-40 por Espectrometria Gama a fim de calcular a taxa de dose anual, em um detector modelo GL2020RS, conforme a figura 17.

Figura 18: Detector gamma do Departamento de Energia Nuclear – UFPE. 2016.



Fonte: Acervo pessoal, 2016

Figura 19: Tratamento químico realizado em uma estufa em luz monocromática vermelha. Na ocasião da figura, foi realizado em presença de luz branca por se tratar apenas de uma demonstração.



Fonte: Acervo pessoal, 2016

Para a determinação da taxa de dose anual, as amostras FOTA-PP.02 e FOTV-PP.02 foram trituradas, peneiradas e pesadas em uma balança analítica de alta precisão de mesmo modelo usado nas argamassas, em uma massa de FOTA-PP.02 $m = 22,75\text{g}$ e FOTV-PP.02 $m = 27,98\text{g}$, e posteriormente lacradas por 30 dias para medição das taxas de U-238, Th-232 e K-40 por Espectrometria Gama.

O calculo da idade será feito usando a equação:

$$I = \frac{Dac}{T_{Ds} + T_{D\beta} + T_{D\alpha} + T_{Dc} (Gy/ano)} = \frac{T_{Dac}}{T_{D\text{ anual}}}$$

conforme descrito na secção 2 deste trabalho, que relaciona a dose acumulada obtida e a taxa de dose anual. No caso da argamassa relacionaremos a dose acumulada da argamassa e a taxa de dose anual interna, composta pela contribuição da própria argamassa e a dose externa composta pela contribuição dos radioisótopos presentes nos tijolos. Já no caso dos tijolos relacionaremos a dose acumulada no tijolo e as taxas de dose interna, referente ao próprio tijolo, e a taxa de dose externa, referente à argamassa.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O estudo arqueométrico dos materiais arqueológicos provenientes de construções enfocam fatores de identificação cultural, tecnológica, cronológica, geológica, de organização social, funcional, econômicos, grau de qualidade e de conservação. Diante disto, as análises trouxeram dados que correlacionados e interpretados dentro dos limites das presentes informações, puderam traduzir um pouco dos tijolos e argamassas aqui estudados. Estas amostras foram observadas macroscopicamente, microscopicamente, tecnologicamente e cronologicamente, em que a partir disso, foi possível direcionar seu estado de conservação, suas variáveis geológicas, funcionais, econômicas, sociais e o seu grau de qualidade, mesmo que ainda superficialmente em algumas destas, considerando um primeiro passo para o estudo do objeto.

4.1. Análise Macroscópica

Em primeiro momento as amostras foram medidas quanto a suas dimensões conforme a tabela 3, e fotografadas conforme a figura 21 e 22 do tijolo vermelho correspondente a etiqueta FOTV-PP.01, 23 e 24 do tijolo vermelho correspondente a etiqueta FOTA-PP.01 e 25 da argamassa externa e 26 da interna.

Tabela 3: Medições em cm das dimensões dos tijolos FOTA-PP e FOTV-PP coletados.

Tijolos: Forte Orange – Portada Principal					
Unidade	FOTA.01	FOTA.02	FOTA.03	FOTV.01	FOTV.02
Comprimento (cm)	17,58	17,52	17	18	7,5
Altura (cm)	3	2,5	3,5	3,54	3,5
Largura (cm)	8,52	8,54	7,59	8,58	8,5

Fonte: Acervo pessoal, 2016

Nestas medições foi possível observar que os tijolos coletados não diferem consideravelmente entre si no quesito de dimensões, considerando que a etiqueta correspondente a FOTV-PP.02 é relativa ao tijolo vermelho coletado pela metade, como foi assim foi possível durante a coleta.

Estas informações batem com a descrição correspondente a tijolos frísios, os amarelados, provenientes da região da Frísia, e os de Leiden, os avermelhados, ambos holandeses; em que são descritos como “de cor amarelada, com comprimentos entre

16,5 e 17 cm; larguras entre 7 e 10 cm; espessuras entre 3,0 e 4,5 cm”; e “os de cor avermelhada com comprimento de até 24 cm, largura até 10 cm e espessura de até 5 cm” (NETO, MELLO, *et al.*, 1981, p. 103-104).

Figura 20: Tijolo vermelho, face superior. Etiqueta correspondente á FOTV-PP.01.



Fonte: Acervo pessoal, 2017

Figura 21: Tijolo Vermelho, face inferior. Etiqueta correspondente a FOTV-PP.01.



Fonte: Acervo pessoal, 2017.

Figura 22: Tijolo Amarelo, face inferior, ainda esbranquiçada por conta da argamassa interna. Etiqueta correspondente a FOTA-PP.01.



Fonte: Acervo pessoal, 2017

Figura 23: Tijolo amarelo, face superior. Etiqueta correspondente a FOTA-PP.01.



Fonte: Acervo pessoal, 2017

Figura 24: Argamassa externa.



Fonte: Acervo pessoal, 2017

Figura 25: Argamassa interna.



Fonte: Acervo pessoal, 2017

Os materiais também foram observados quanto a sua coloração, faces e arestas, em que, os tijolos correspondentes à etiqueta FOTA-PP foram classificados com coloração amarelada, sendo perceptível a presença de arestas vivas; e os tijolos correspondentes à etiqueta FOTV-PP foram classificados com coloração avermelhada sem conter arestas, encontrando estas de forma arredondada. As faces dos tijolos vermelhos; apesar destes ser em menor quantidade que os amarelos; são mais enrugadas e fraturadas; já os amarelos são possuidores de faces mais lisas e integras, indicando um maior grau de conservação e resistência mecânica para o tijolo amarelo.

É importante relatar, que as amostras no geral, exceto a etiqueta FOTV-PP.02, encontravam-se integras, sem fraturas ou quebras. As fotografias 21 a 24, só puderam ser realizadas após a retirada de alguns fragmentos e cortes para a elaboração das lâminas, em que tais retiradas só puderam ser executadas após as medições e observações de faces e arestas. Os tijolos por sua aparência foram identificados como tijolos cerâmicos maciços.

Em quesito peso, as pastas dos tijolos e argamassas foram trituradas e postas em potinhos de mesma quantidade, e pesadas em uma balança semi-analítica de capacidade para 2200g com resolução 0.01g - S2202, obtendo massa de 25g para o tijolo amarelo, 28g para o tijolo vermelho, 23g para a argamassa interna e 23,5 para a argamassa externa. Estes dados nos traduz uma diferença de peso entre os tijolos, considerando o tijolo amarelo mais leve que o vermelho, e uma similitude entre o peso das argamassas externas e internas.

Em quesito de friabilidade, a amostra do tijolo vermelho se demonstrou mais friável que o amarelo ao realizarmos o ato de quebra, verificando também, maior facilidade de trituração da pasta dos tijolos vermelhos, que dos amarelos; o que contextualiza o maior grau de conservação e resistência mecânica para o tijolo amarelo. Assim como, a argamassa externa demonstrou mais resistência que a interna no ato de trituração, deixando perceber que os grãos da interna são mais friáveis, finos e esbranquiçados que os da externa.

Em seguida foi realizado um exame de observação da parte interna dos tijolos, a pasta, em quesito de obter informações dos procedimentos operacionais de sua produção, pela matéria argilosa e pela observação de seus possíveis ligantes, que aqui foram chamados de atributos, nomeados conforme identificação superficial.

Estas variáveis macroscópicas foram observadas com o auxílio de uma lupa de aumento e foram estabelecidas em granulometria, grau de seleção da pasta, esfericidade e angulação dos grãos, conforme a porcentagem de cada atributo identificado, segundo as tabelas de Wentworth, 1922 e Compton, 1962, e a planilha de porcentagem de atributos apresentada por (MATOS, 2009, p. 78); conforme as tabelas 4, 5, 6 e 7 a seguir.

Tabela 4: Observações de pasta e atributos macroscopicamente no tijolo amarelo.

Tijolo Amarelo	
Observável á lupa:	Não
Grau de seleção:	Pobrememente selecionado
% de Cal	2%
Granulometria	5 mm (Cascalho fino)
Esfericidade	N.I.
% de Material enegrecido	10%
Granulometria	0,5 á 2 mm (Areia muito grossa)
Esfericidade	Alta (angulação N.I)
% de Material avermelhado	-1%
Granulometria	2 mm (Areia muito grossa)
Esfericidade	Alta (angulação N.I.)
% de Buracos	5%
Granulometria	Até 2mm (Areia muito grossa)
Esfericidade	Alta (angulação N.I.)

Fonte: Acervo pessoal, 2017

Em geral, no tijolo amarelo foi possível perceber que não possui grãos da pasta observáveis através na lente de aumento, apresentando-se de forma pobremente selecionada por conter porcentagens de atributos identificados como 2% de manchas de cal em tamanhos de até 5 mm, 10% de material enegrecido em tamanhos de até 2 mm, menos de 1% de material avermelhado em tamanhos de 2 mm, e 5% de buracos de até 2 mm, representando assim uma pasta mal homogeneizada. Estes elementos não dissolvidos podem ter sido inseridos propositalmente; ou como mais indicado, já pertencente ao material argiloso usado, uma vez que não foi possível identificar com muita clareza o uso de antiplástico e quais seriam estes; conforme figura 27.

Tabela 5: Observações de pasta e atributos macroscopicamente no tijolo vermelho.

Tijolo Vermelho	
Observável á lupa:	Não
Grau de seleção:	Moderadamente selecionado
% de Material enegrecido	10%

Granulometria	Até 2 mm (Areia muito grossa)
Esfericidade	Alta e baixa (angulação N.I.)
% de Buracos	3%
Granulometria	Até 1 mm (Areia grossa)
Esfericidade	Alta e baixa (angulação N.I.)

Fonte: Acervo pessoal, 2017

Em geral, no tijolo vermelho foi possível perceber que não possui grãos da pasta observáveis através da lente de aumento, apresentando-se de forma moderadamente selecionada por conter porcentagens de poucos atributos, identificados como 10% de manchas de material enegrecido em tamanhos de até 2 mm e 3% de buracos com até 1 mm de tamanho; demonstrando ser mais bem homogeneizada que a do amarelo, notando-se também que não foi possível identificar com muita clareza o uso de antiplástico e quais seriam estes; conforme figura 27.

Ambos os tijolos demonstram uma pasta unicamente argilosa, mal homogeneizada, e uma mesma técnica de elaboração considerando atributos similares, tamanho, pasta, homogeneização e molde.

Assim como os tijolos, foram observadas as argamassas pelas mesmas propriedades como se verifica nas tabelas 6 e 7.

Tabela 6: Observações de pasta e atributos macroscopicamente na argamassa interna.

Argamassa Interna	
Observável á lupa:	Sim
Grau de seleção:	Moderadamente selecionado
% de Cal	3%
Granulometria	0,5 a 3 mm (Cascalho muito fino)
Esfericidade	N.I. (manchas)
% de Material enegrecido	15%
Granulometria	< 0,5 mm (Areia média)
Esfericidade	N.I.

Fonte: Acervo pessoal, 2017

A argamassa interna possui grãos da pasta observáveis através da lente de aumento, apresentando-se de forma moderadamente selecionada por conter porcentagens de poucos atributos identificados como 3% de manchas de cal em tamanhos de 0,5 a 3 mm e 15% de pequenos grãos enegrecidos muito menores que 0,5 mm. Sua pasta no geral demonstrou um maior refinamento, seja nos grãos e na homogeneidade, além de uma coloração esbranquiçada e similaridades para com os tijolos com a presença de material enegrecido, mesmo que de menor tamanho, talvez

por estar em forma de pó e não de manchas em blocos, como foi o caso das análises nos tijolos; conforme a figura 26.

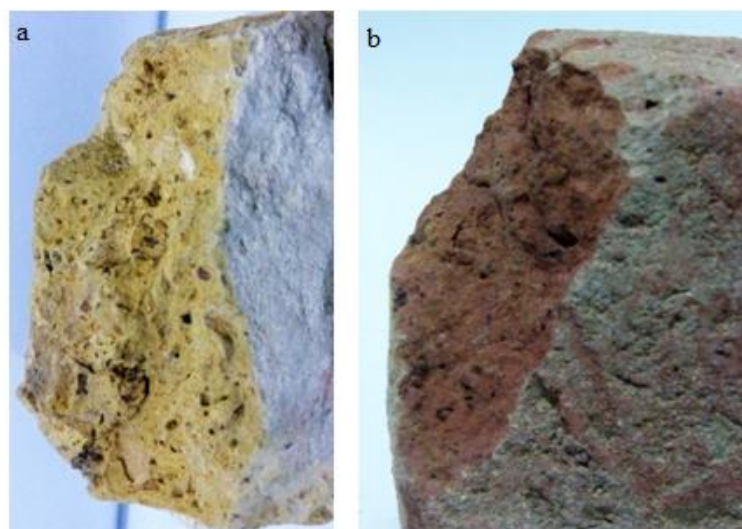
A argamassa externa, também é possuidora de grãos da pasta observáveis através da lente de aumento, no entanto demonstrou uma pasta pobremente selecionada com uma coloração mais amarelada que a interna, aproximando-se de um bege claro, um menor refinamento dos grãos, com a identificação de menos de 1% de grãos de quartzo de 3 mm de tamanho, 2% de manchas de cal de até 5 mm de comprimento e 15% de grãos muito pequenos menores que 0,5 mm de material enegrecido; conforme figura 25.

Tabela 7: Observações de pasta e atributos macroscopicamente na argamassa externa.

Argamassa Externa	
Observável á lupa:	Sim
Grau de seleção:	Pobremente selecionado
% de Cal	2%
Granulometria	Até 5 mm (Cascalho muito fino)
Esfericidade	(manchas)
% de Material enegrecido	15%
Granulometria	< 0,5 mm (Areia média)
Esfericidade	(manchas)
% de Quartzo	-1%
Granulometria	3 mm (Cascalho muito fino)
Esfericidade	Alta (muito anguloso)

Fonte: Acervo pessoal, 2017.

Figura 26: Figura correspondente a análise macroscópica dos tijolos. a) Corresponde ao tijolo amarelo FOTA-PP.01. b) Corresponde ao tijolo vermelho FOTV-PP.01.



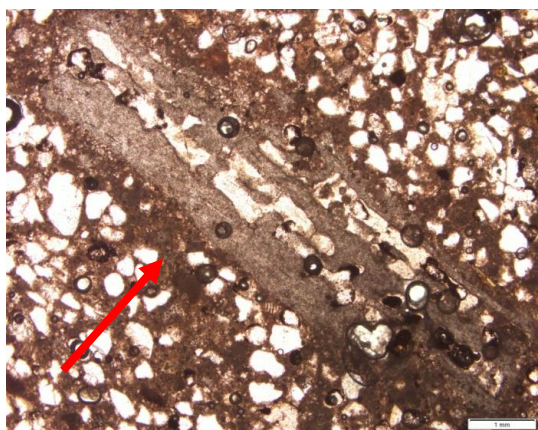
Fonte: Acervo pessoal, 2017

Estas análises nos permitiram observar as similaridades da técnica de produção aplicada a estes materiais construtivos, e identificar visivelmente as possíveis características que os diferenciam, como a cor e a resistência. Estas para serem bem compreendidas fez-se necessário o uso de análises microestruturais.

4.2. Análise Microscópica por Lamina Petrográfica

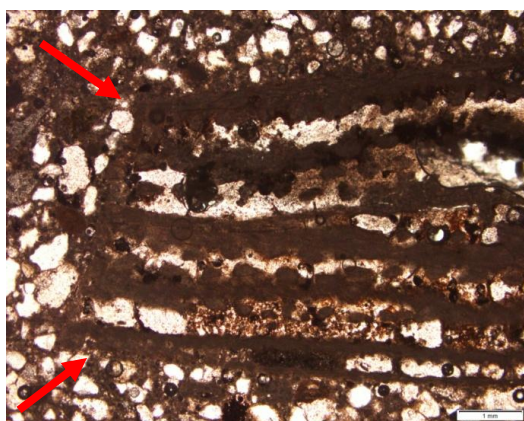
Esta análise se fez mediante o objetivo de identificar zonas opacas de possíveis presenças de materiais orgânicos nas pastas dos ligantes e dos artefatos cerâmicos, como foi possível identificar na figura 25 e 26 da argamassa interna, em que aparecem manchas na diagonal. Entretanto, através desta técnica também é possível observar a presença de minerais que compõe a microestrutura dos materiais aqui estudados pela feição típica que cada mineral apresenta; como podemos visualizar nas imagens 28, 29 e 30.

Figura 27: Lâmina correspondente a argamassa interna, com identificação de mancha opaca que pode corresponder à presença de matéria orgânica na no material. Escala de 1mm.



Fonte: Acervo pessoal, 2017

Figura 28: Lamina correspondente a argamassa interna, com identificação de mancha que pode corresponder à presença de matéria orgânica na no material. Escala de 1mm.



Fonte: Acervo pessoal, 2017

Também é possível observar através das lâminas características como a clivagem dos minerais, como visto no caso da figura 30, que demonstra uma clivagem paralela do feldspato. A clivagem é a forma que cada mineral se quebra seguindo os planos relacionados com sua estrutura atômica; esta é correspondente aos planos de fraqueza da estrutura, a direção na qual as ligações são fracas indicando as zonas de quebra do material (ARCHELA, 2004, p. 193). O feldspato apresenta dureza 6 na Escala de Mohs, e pode ser descrito de forma simplificada como sendo um silicato de alumínio, tendo como cátions átomos de potássio, sódio e cálcio, com formula química geral $(K,Na,Ca)(Si,Al_4)O_8$. Assim como o silício e o alumínio são uns dos elementos mais abundantes, os feldspatos compõem mais de 60% em volume, das rochas da crosta terrestre (JÚNIOR, 2014).

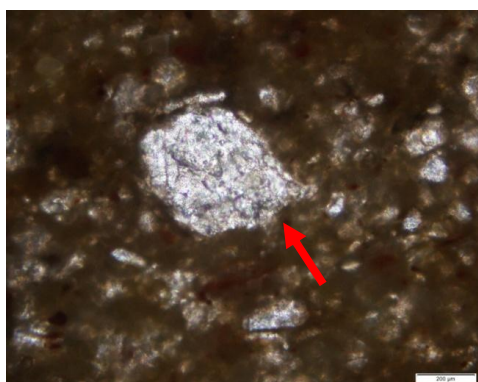
Figura 29: Feldspato com clivagem paralela presente na lâmina da amostra do tijolo amarelo correspondente a etiqueta FOTA-PP.01. Escala de 1mm.



Fonte: Acervo pessoal, 2017

Assim como no tijolo amarelo é possível observar a presença de feldspatos no tijolo vermelho, conforme a figura 31.

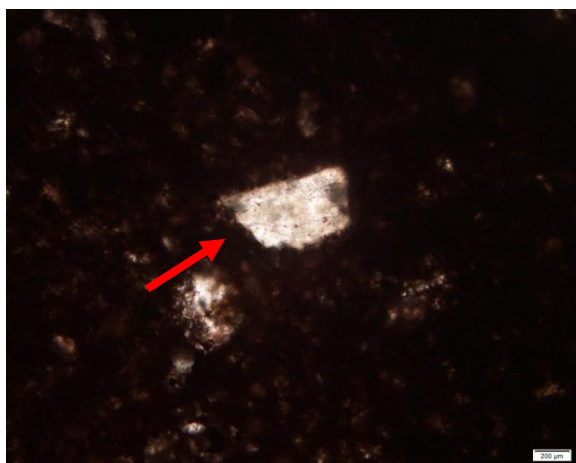
Figura 30: Feldspato presente na lâmina da amostra do tijolo vermelho correspondente a etiqueta FOTV-PP.01. Escala de 200µm.



Fonte: Acervo pessoal, 2017

Além da presença de feldspato, também é possível observar com clareza a presença de quartzo conforme a figura 32 referente à lâmina correspondente ao tijolo amarelo FOTA-PP.01. O quartzo também é um dos elementos mais abundantes da terra, possui dureza 7 na Escala de Mohs e fórmula química de SiO_2 . Trata-se de um dos principais componentes dos artefatos cerâmicos e das argamassas, por estar presente nas areias e argilas, portanto um dos principais elementos das análises arqueológicas, principalmente nas datações.

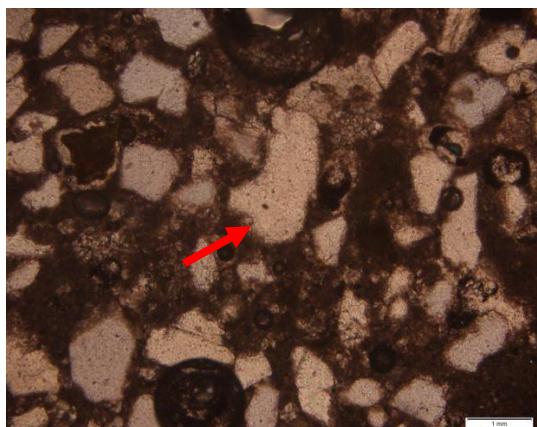
Figura 31: Quartzo policristalino presente na lamina que corresponde ao tijolo amarelo de etiqueta FOTA-PP.01. Escala de 200 μ m.



Fonte: Acervo pessoal, 2017

Também é possível observar a presença do quartzo na lâmina correspondente ao tijolo vermelho, conforme a figura 33.

Figura 32: Quartzo ânguloso presente na lamina que corresponde ao tijolo vermelho de etiqueta FOTV-PP.01. Escala de 1mm.

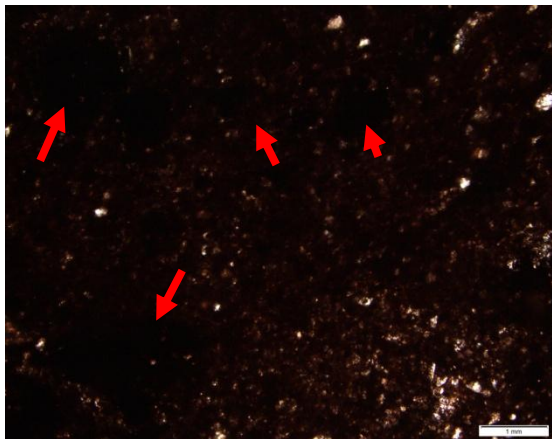


Fonte: Acervo pessoal, 2017

Também foi possível observar no tijolo vermelho a presença de nódulos ferruginosos conforme a figura 34. Esta informação é interessante por contextualizar a

coloração do presente material, uma vez que tais nódulos não foram encontrados nas análises da lâmina do tijolo amarelo, o que pode talvez indicar um maior tempo de duração de sua queima.

Figura 33: Presença de nódulos ferruginosos na lamina correspondente a etiqueta FOTV-PP.01.



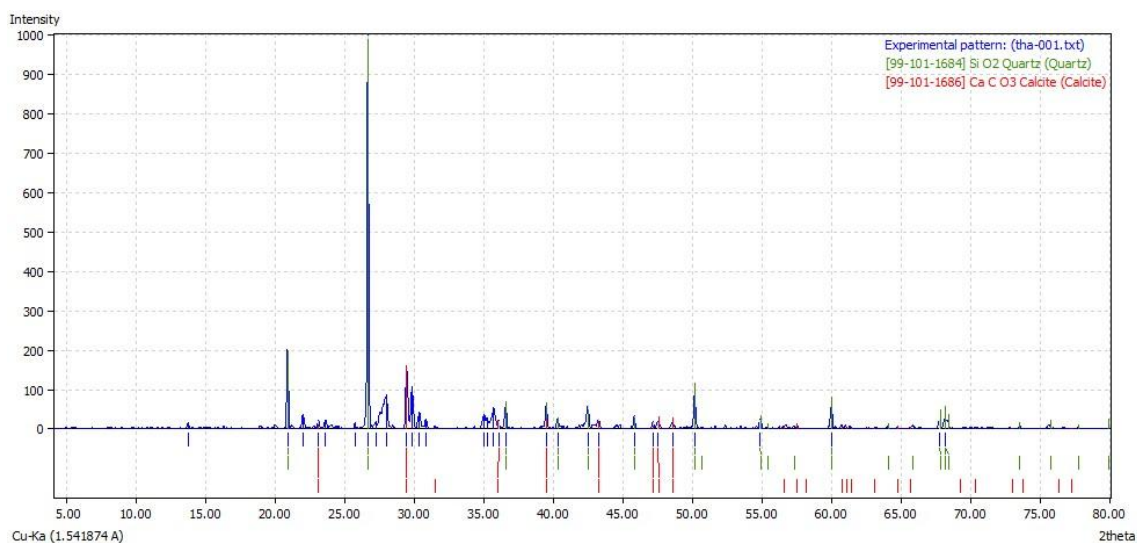
Fonte: Acervo pessoal, 2017

Através disto podemos observar que as amostras não diferem entre si em sua matriz argilosa e cristalina, exceto pela presença de nódulos ferruginosos na lâmina do tijolo vermelho e a argamassa que possui, ainda que não esclarecidamente, a presença de matéria orgânica em sua composição. Com isso, para melhor entendimento sobre a composição dos materiais estudados, se fizeram necessários o uso das técnicas de Difração de Raios-X e Fluorescência de Raios-X.

4.3. Caracterização Mineralógica e Química

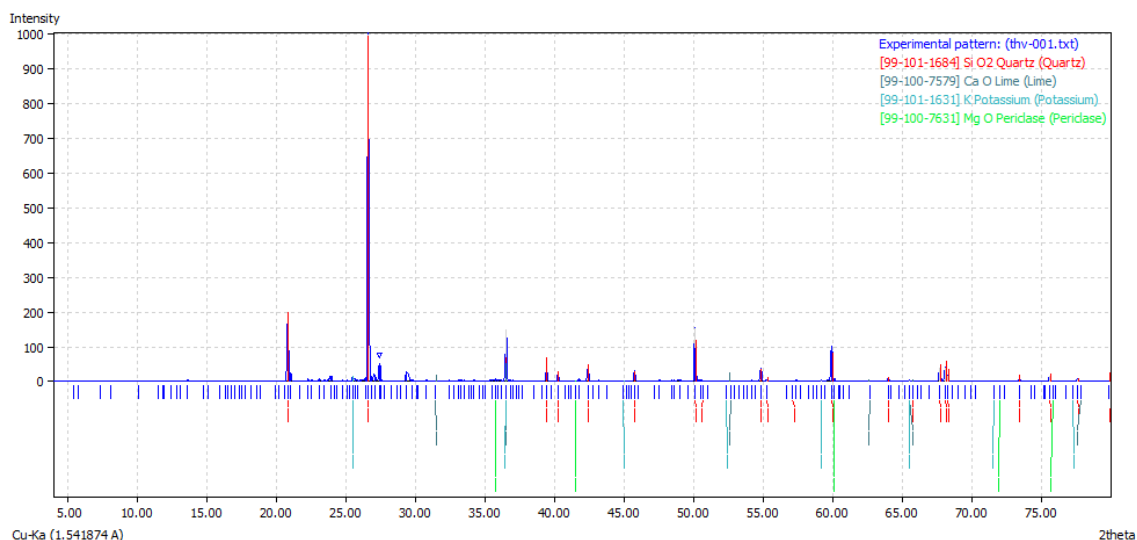
Os resultados nas análises de DRX dos tijolos e argamassas nos permitiu observar as quantidades e as variedades dos elementos cristalinos entre os materiais. No resultado da análise na amostragem de tijolo amarelo correspondente a FOTA-PP.02 observou-se maiores picos de quartzo (SiO_2) contendo 83,2% e picos de calcita ($CaCO_3$) contendo 16,8% conforme a figura 35, este resultado assemelha-se aos resultados de amostras de tijolos estudadas na cidade de Riga na Letônia, em que as espécimes calcárias corresponderam a coloração amarelada e não calcárias a coloração avermelhada (CULTRONE, SIDRABA e SEBARTIÁN, 2004), como podemos observar também nos nossos resultados de DRX aplicada na amostra correspondente a FOTV-PP.02 com 93,8% de quartzo, 4,8% de lime, que se trata da cal em seu estado natural (CaO), 0,8% de potássio e 0,6% de periclase, que é um óxido de magnésio (MgO), conforme a figura 36.

Figura 34: Gráfico correspondente ao resultado da análise por DRX da amostra FOTA-PP.02.



Fonte: acervo pessoal, 2016

Figura 35: Gráfico correspondente ao resultado da análise por DRX da amostra FOTV-PP.02.



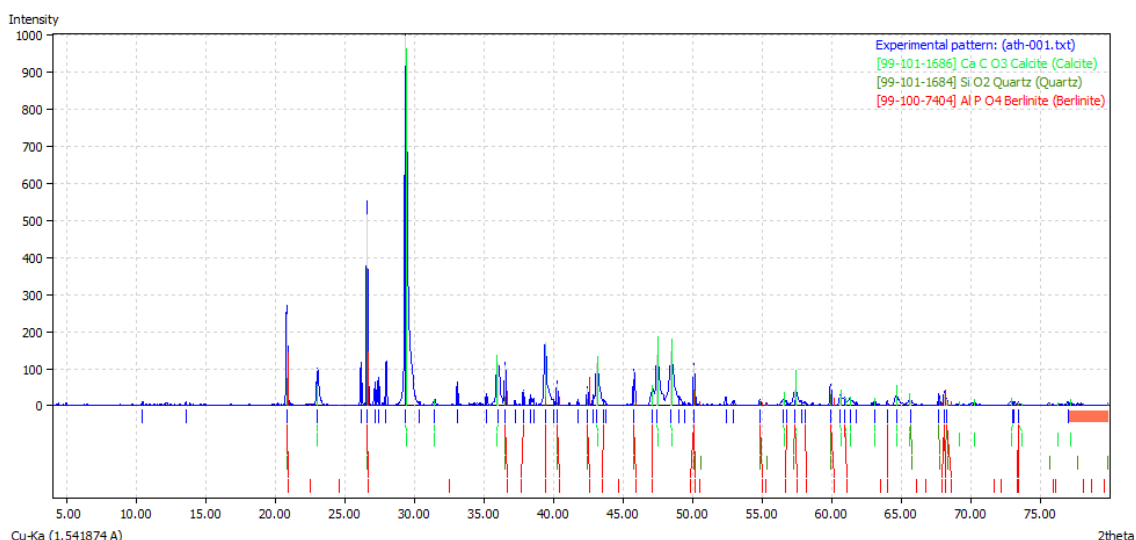
Fonte: acervo pessoal, 2016

Estes resultados nos mostram que os tijolos diferenciam entre si pela quantidade de quartzo e pela presença de calcita. Estes dados, junto a uma análise composicional química, também podem nos direcionar as argilas formadoras destes materiais e as possíveis fontes de origem destas, uma vez que o quartzo é composto de 46,74 % de silício (Si) e 53,26 % de oxigênio (O), compondo assim o dióxido de silício (SiO_2), e a calcita ($CaCO_3$) é composta de 53,0% de carbonato de cálcio (CaO) e 44,0% de gás carbônico (CO_2) (MACHADO, 2014).

Nos resultados da DRX da argamassa interna, escolhida para análise por ser o material selecionado para aplicação da técnica de datação por LOE, podemos observar a presença de 62,0% de calcita, 19,1% de berlinite e 18,8% de quartzo conforme a figura

37, o que representa uma argamassa de maioria calcária, portanto de boa resistência, com presença argilosa ou arenosa em sua composição, possivelmente como antiplástico para aumentar o seu índice de elasticidade e coesão entre os elementos (COELHO, TORGAL e JALALI, 2009, p. 18), fator que também contribui para datação por LOE, uma vez que o elemento usado é o quartzo.

Figura 36: Gráfico correspondente ao resultado da análise por DRX da amostra da argamassa.



Fonte: acervo pessoal, 2016

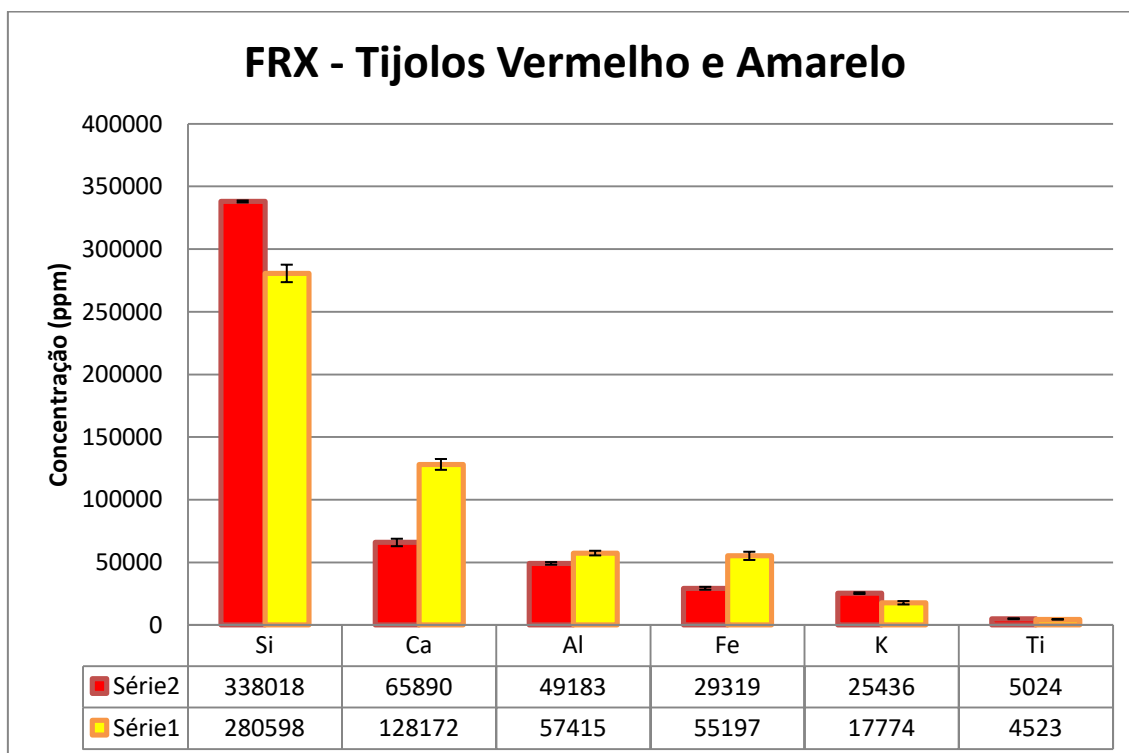
Nos resultados das análises de FRX nos tijolos e argamassa, foi possível observar as quantidades e as variedades dos elementos químicos entre os materiais. No resultado da análise na amostragem de tijolo amarelo correspondente a FOTA-PP.02 observou-se alto índice de silício, que infere a presença de quartzo, assim como elementos que possui em maior quantidade que o tijolo vermelho, como o cálcio, o alumínio, o ferro, manganês, estrôncio e zircônio, sendo assim os elementos caracterizadores da amostra; conforme a figura 38.

Isto reflete que a argila referente ao tijolo amarelo trata-se de uma argila carbonática, as quais são provenientes de rochas compostas em sua maioria por calcário que é uma rocha sedimentar. Estas argilas são produtos da acumulação e litificação de minerais carbonáticos precipitados direta ou indiretamente pelos organismos, e são abundantes devido a grandes volumes de minerais de cálcio e carbonato dissolvidos na água do mar, em que os carbonáticos derivam do dióxido de carbono da atmosfera e ambos provem do intemperismo no calcário dos continentes. Estes sedimentos são encontrados comumente em ambientes tropicais e subtropicais, além de algumas regiões do norte europeu, como os Países Baixos (GROTZINGER e JORDAN, 2013, p. 140-

141), são elementos bioclásticos, de alta plasticidade e resistência quando bem homogeneizados. Suas fontes argilosas e de sedimentação podem conter diversos outros elementos como impurezas além da calcita, gerando uma variação de cores que varia entre o branco, bege, amarelado ou rosa claro (GROTZINGER e JORDAN, 2013, p. 141).

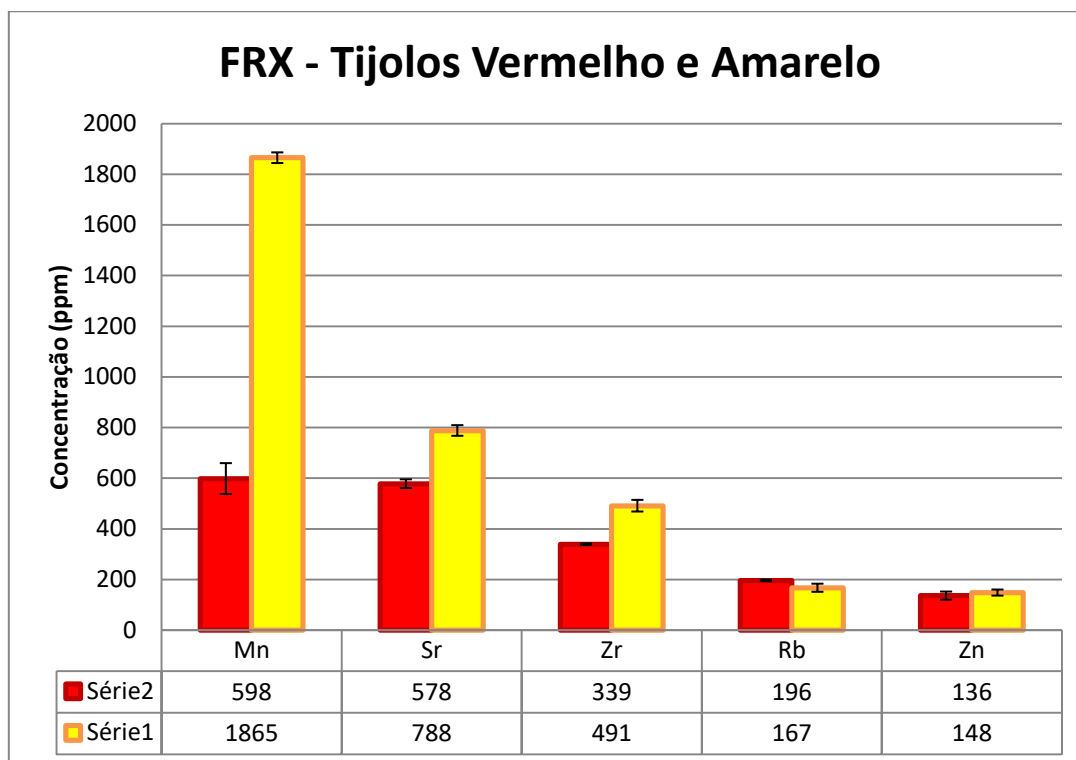
Nos resultados da análise de FRX no tijolo vermelho correspondente a etiqueta FOTV-PP.02 também observou-se o alto índice de silício, assim como os elementos que possui em maior quantidade que o tijolo amarelo como o próprio silício, o potássio, devido à presença de feldspato potássico, o titânio e o rubídio conforme a figura 38; o que caracteriza a argila do tijolo vermelho como silicosa. Esta tem como fonte de origem o sílex, uma rocha também sedimentar e de grande abundância; e na sedimentação em sua maioria encontra-se na forma de quartzo cristalino extremamente fino. Assim como o carbonato de cálcio, grande parte do sedimento silicoso é precipitada por processos biológicos (GROTZINGER e JORDAN, 2013, p. 146).

Figura 37: Resultados dos maiores índices de concentração da FRX nos tijolos correspondentes as etiquetas FOTA-PP.02 e FOTV-PP.02, com margem de erro ao topo de cada barra.



Fonte: Acervo pessoal, 2016

Figura 38: Resultados dos índices mais baixos de concentração da FRX nos tijolos correspondentes as etiquetas FOTA-PP.02 e FOTV-PP.02; com margem de erro ao topo de cada barra.



Fonte: Acervo pessoal, 2016

É considerado, que ambos os tijolos possuem os mesmos elementos químicos em sua composição, apenas diferindo em suas quantidades, exceto que ambos possuem uma equivalência na quantidade de zinco, coforme a figura 39.

Visto estes resultados acumulados até então referente aos tijolos, é necessário compreender que argilas são comumente definidas como um material inorgânico natural, terroso, de granulação fina não identificável a olho nu (PRADO, 2011, p. 6); assim como podemos verificar nas pastas componentes dos tijolos da presente pesquisa; as quais adquire, geralmente, certa plasticidade quando umedecida com água. Trata-se de materiais constituídos em sua maioria por argilominerais, que são silicatos hidratados de alumínio e ferro, podendo conter em varias proporções minerais não argilosos como o quartzo, feldspato, micas, calcita, hematita e as matérias orgânicas (PRADO, 2011, p. 8); como também foi possível verificas em nossas amostras; em que os principais tipos de argilominerais se identificam como illita, clorita, caulinita e montmorillonita que são usadas comumente na produção dos tijolos.

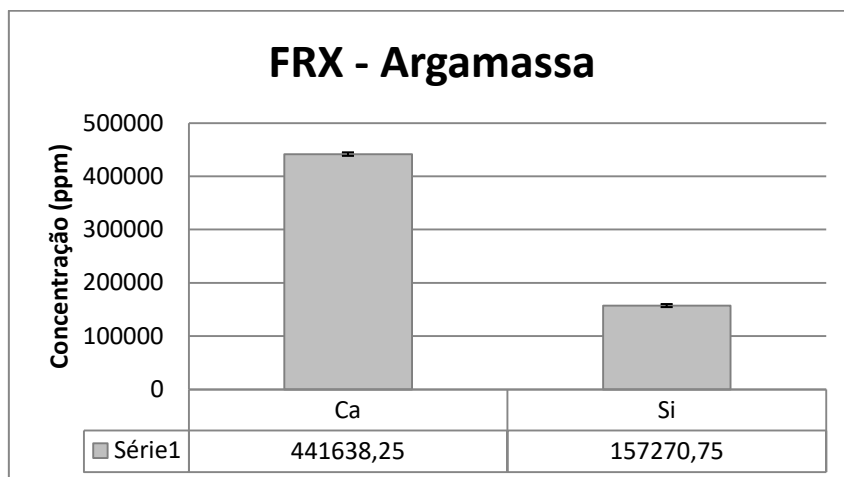
É importante considerar que a presença de óxidos e hidróxidos de ferro em quantidade razoáveis propicia tonalidade avermelhada nas peças cerâmicas (PRADO,

2011, p. 11), como podemos perceber em nossos tijolos correspondentes a FOTV-PP.; e que o teor de óxido de titânio (TiO_2) desvia a cor para um tom alaranjado. É importante considerar também que a presença de óxido de sódio e potássio encontra-se geralmente na forma de feldspatos (PRADO, 2011, p. 12); o qual podemos notar nas lâminas petrográficas dos tijolos; este é um mineral fundente fundamental para a vitrificação dos cerâmicos. Os óxidos de cálcio e magnésio, também fundentes, tendem a diminuir a refratariedade das peças; eles são indicativos da presença de minerais como calcita, dolomita ou gipsita (PRADO, 2011, p. 12); como também percebemos nas difrações dos tijolos. A importância de salientar a identificação de um material fundente na massa cerâmica, é que este se relaciona com a capacidade de diminuir a temperatura de formação de fase líquida durante o processo de queima. Esse líquido formado preenche as cavidades do corpo cerâmico, eliminando a porosidade e consequentemente aumentando a resistência mecânica (PRADO, 2011, p. 12), o que nos permite considerar que as amostras estudadas possuem uma boa resistência mecânica.

Outro elemento também importante de considerar é a sílica ou óxido de silício (SiO_2) ela está relacionada com os argilominerais, micas, feldspatos e quartzo, e oferece resistência na fabricação de cerâmica vermelha, agindo como redutor de plasticidade e importante no controle da retração de queima. Uma argila que apresenta um alto teor de SiO_2 e teores de MgO e CaO provavelmente indica a presença do argilomineral montmorillonita (PRADO, 2011, p. 12); o que é o caso do tijolo vermelho aqui estudado. As argilas com granulometria muito fina têm os índices de plasticidades mais elevados, favorecendo o seu uso quando é exigido do produto final boa trabalhabilidade e resistência mecânica, garantindo a obtenção de produtos cerâmicos resistentes à fratura durante a queima (PRADO, 2011, p. 12); o que podemos identificar em ambos os tijolos.

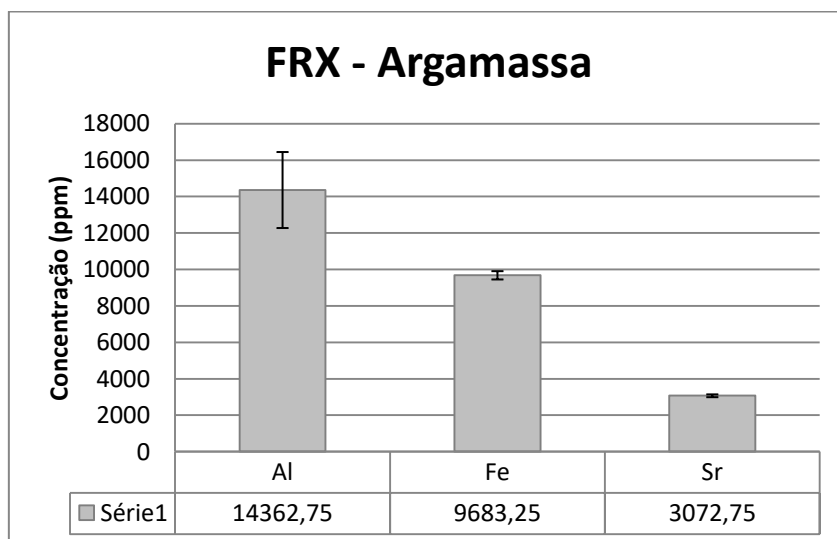
Nos resultados obtidos da FRX na argamassa, foi possível observar altos índices de cálcio e silício, além de consideráveis índices de ferro, alumínio e estrôncio, conforme as figuras 40, 41 e 42. É possível observar também, que além destes, a maioria dos componentes químicos das argamassas, também são observados nos tijolos como o titânio, o zircônio e o rubídio, apenas com exceção do estanho, do antimônio e do bário nas argamassas, e do zinco e do manganês nos tijolos. Trata-se, como visto anteriormente na DRX desta, de uma argamassa de maioria calcária, portanto de boa resistência (SANTIAGO, 2007, p. 20).

Figura 39: Composição química da argamassa por FRX, picos de maiores concentrações.



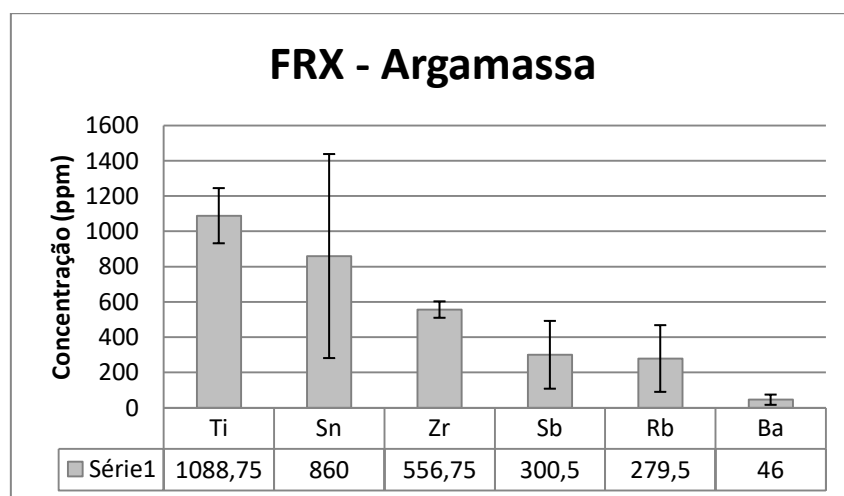
Fonte: Acervo pessoal, 2016

Figura 40: Composição química da argamassa por FRX, picos de concentrações medianas.



Fonte: Acervo pessoal, 2016

Figura 41: Composição química da argamassa por FRX, picos de baixas concentrações.



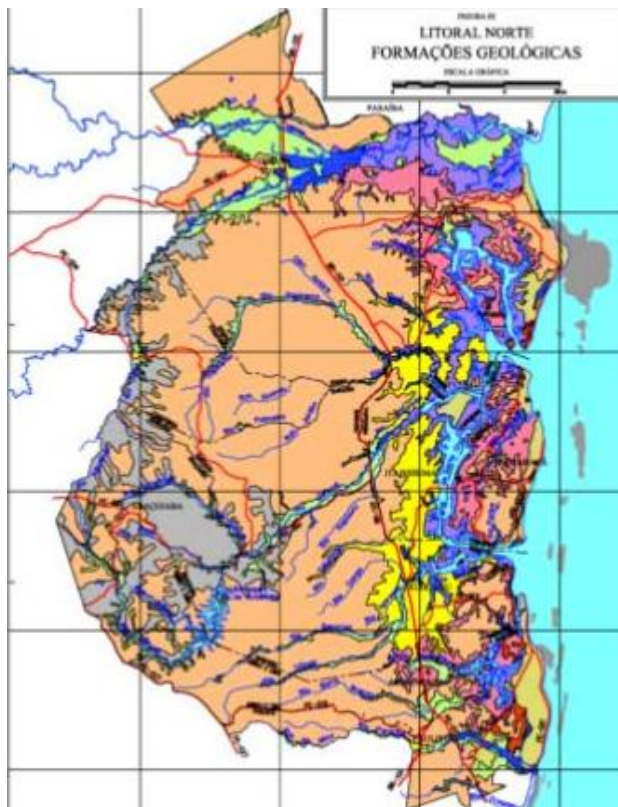
Fonte: Acervo pessoal, 2016

A carbonatação de uma argamassa de cal só ocorre em presença de umidade e gás carbônico, e a areia, de maneira geral, é um material formado por sílica (SiO_2), sem conter obrigatoriamente sal; a presença deste composto só é naturalmente constatada em areias de origem marinha, ou areias fluviais próximas da foz dos rios, estando assim, impregnadas por diversos sais, principalmente o cloreto de sódio, o que não ocorre de ser identificado aqui.

No geral as argamassas são feitas de cal, areia e água, mas muitas vezes podem ser adicionadas de pó de material cerâmico, de limalha de ferro e britas, além de materiais orgânicos (SANTIAGO, 2007, p. 20-23), assim como podemos observar, neste ultimo caso, possivelmente em lâminas petrográficas produzidas neste trabalho.

A partir disso, e de acordo com estudo realizado pelo LGGM-UFPE em 1992, as estruturas geológicas que afloram no Litoral Norte de Pernambuco onde está localizado a Fortaleza de Santa Cruz junto aos vestígios da fortaleza em estudo, o Forte Orange, estão distribuídas em Formação Barreiras; Formação Beberibe; Formação Gramame; Formação Maria Farinha e Embasamento Cristalino, conforme a figura 37 (ANDRADE, OLIVEIRA e ALBUQUERQUERQUE, 2003, p. 19).

Figura 42: Mapa geológico do Litoral Norte de Pernambuco.



Fonte: (ANDRADE, OLIVEIRA e ALBUQUERQUERQUE, 2003, p. 20)

Legenda:



As formações Barreiras, Beberibe, Gramame e Maria Farinha integram a Bacia Sedimentar Costeira Pernambuco-Paraíba, cuja sequência estratigráfica vai do Cretáceo ao Pleistoceno.

A Formação Barreiras é constituída por sedimentos areno-argilosos não consolidados, constituídos por arenitos conglomeráticos com seixos de quartzo e blocos de laterita, nos quais se intercalam camadas siltico-argilosas, compostas por depósitos de granulometria variada, apresentando cascalhos e areias grosseiras a finas intercaladas com microclásticos sob a forma de camadas e lentes de argila/silte constituída por areias quartzo-feldspáticas claras, incoerentes, de granulação fina a média, intercaladas, a argila cinza-esverdeada e matéria orgânica (ANDRADE, OLIVEIRA e ALBUQUERQUERQUE, 2003, p. 21); inserindo contextualmente as características apresentadas pela matriz sedimentar da argamassa estudada neste trabalho; além de traduzir alguns elementos que foram identificados nos tijolos como as porções siltico-argilosas.

Já a Formação Beberibe está constituída por arenitos continentais, apresentando na base uma predominância de leitos arenosos frequentemente conglomeráticos intercalados com níveis argilosos, e na parte superior arenitos finos com níveis de siltito e argilas cinzentas contendo restos de vegetais carbonizados; esta aflora na porção sudeste dos municípios de Igarassu e Goiana e em quase todo o município de Itapissuma; o que não se assemelha a nossas amostras (ANDRADE, OLIVEIRA e ALBUQUERQUERQUE, 2003, p. 22).

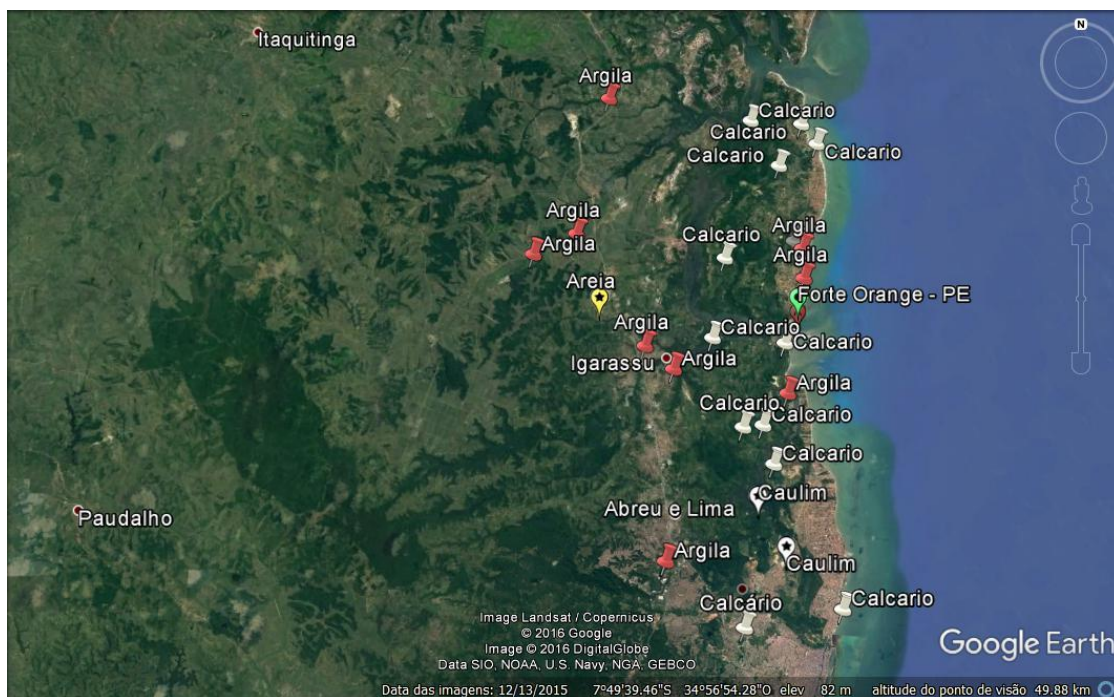
De origem marinha, a Formação Gramame é fossilífera e tem sua deposição associada à fase marinha transgressiva do Cretáceo Superior. Apresenta uma face fosfática, e uma calcária sobreposta à anterior e constituída por calcários areno-argilosos e argilosos (ANDRADE, OLIVEIRA e ALBUQUERQUERQUE, 2003, p. 23); o que

pode ser associado às porções de calcário identificadas na matriz sedimentar da argamassa, e do tijolo amarelo caso sua proveniência fosse desconhecida.

A Formação Maria Farinha apresenta-se sob a forma de ocorrências isoladas associadas à falhamentos localizados ao norte do rio Paratibe, entre a PE-022 e o rio do Limoeiro, na área do Engenho Maranguape e Maranguape II; nos morros situados entre Catuama e Ponta do Funil; a oeste da Praia da Conceição, entre a PE-022 e o rio Timbó; e na Ilha de Itamaracá, na Praia do Fortim e no Pontal de Jaguaribe. É constituída de calcários detríticos cinzentos e cremes; o que também poderíamos associar a matriz sedimentar do tijolo amarelo, caso desconhecêssemos sua proveniência, e as argamassas; com intercalações de níveis argilosos cinzentos que se tornam mais arenosos à medida que se aproximam do topo da formação, onde são dolomíticos (ANDRADE, OLIVEIRA e ALBUQUERQUERQUE, 2003, p. 24).

O município da Ilha de Itamaracá encontra-se inserido, geologicamente, na Província Borborema, estando constituído pelos litotipos da Formação Gramame, do Grupo Barreiras e dos Terraços marinhos, conforme a figura 43; e como elemento de contribuição foi feito uma planta de distribuição de minas de argila, cal e areia, segundo dados da listagem dos recursos minerais do estado de Pernambuco (FRANCO e SOBRINHO, 2000, p. 40), que podem ser encontradas na região próxima a Fortaleza de Santa Cruz em Itamaracá em que estão situados os vestígios arqueológicos do Forte Orange, conforme podemos visualizar na figura 44.

Figura 43: Planta de distribuição das fontes de argila comum, calcário, areia e caulim, próximas ao Forte Orange em Itamaracá.



Fonte: Acervo pessoal, 2017

Com isso é considerado que a matriz argilosa dos tijolos e a composição da argamassa são similares a matriz argilosa no entorno no qual o Forte Orange está inserido, assim como também é similar a outras regiões de mesma formação, seja o norte Europeu ou as regiões subtropicais e tropicais; sendo a argamassa possuidora da matriz sedimentar muito provavelmente correspondente a Formação Barreiras com intercalações sedimentares das Formações Gramame e Maria Farinha em menor proporção por conta da ausência de sódio em sua composição uma vez que esta é uma formação costeira marinha.

Visto o tijolo amarelo, possivelmente proveniente da região da atual Frísia (ALBUQUERQUE e BARTHEL, 2016, p. 98 - 99) e o tijolo vermelho, da atual região de Leisen (NETO, MELLO, *et al.*, 1981, p. 102 - 103), foi pesquisado algumas das principais fontes calcário-argilosas, como também as fontes arenosas da região dos Países Baixos, Holanda. Estas fontes foram identificadas nas regiões de Nimegue, como fonte de argila calcária próximo a Doornik na província da Guéldria; Winterwijk, como fonte de calcário; Mount Saint Peter, próximo à cidade de Maastricht capital da província de Limburgo; Soest província de Utrecht, como fonte arenosa próxima a Soest-Zuid; Landgraaf pertencente à província de Limburgo, como fonte arenosa próxima Shaesberg; Oirlo pertencente à província de Limburgo, como fonte calcária;

Heksenberg pertencente à província de Limburgo, com fonte calcária; Tienray pertencente à província de Limburgo, como fonte calcária; Schildersbuurt pertencente à província de Groningen, com fonte arenosa próxima a Oost; Tolsteegsingel pertencente à província de Utrecht, com fonte de argila calcária; Nijland pertencente à província da Frísia, com fonte de argila calcária; e Wassenaar pertencente à província da Holanda do Sul, com depósitos arenosos (BEENAKKER, 2013); conforme a figura 45 e a tabela 8.

As formações geológicas, as quais a região dos Países Baixos está inserida, é composta simplificada pela Formação Hannut, caracterizada por areia fina, calcário silicoso e argiloso; que contextualiza a matriz argilosa do tijolo amarelo; a Formação Kortrijk, composta por depósitos de argila Saint-Maur de camadas argilosas homogêneas com interfaces muito finas de silte e areias calcárias; o que não é similar à homogeneidade da pasta do tijolo amarelo; a Formação de Lede, composta por bancos de areia e cal, muito usados em blocos de construção local; também contextualizando a matriz argilosa do tijolo amarelo; a Formação de Sint-Huibrechts-Hern, composta de areia e sedimento argiloso, arenito, ferro e quartzitos, muito usados em materiais construtivos locais; contextualizando a matriz argilosa de ambos os tijolos; e a Formação Bruxelas constituída por areias raso-marinhas calcárias, depositadas nas proximidades da costa, como por exemplo, o Waddenzee, o Mar Frísio; também contextualizando o tijolo amarelo (KEIJERS, HANSSEN e LIPSCH, 2012, p. 9-11).

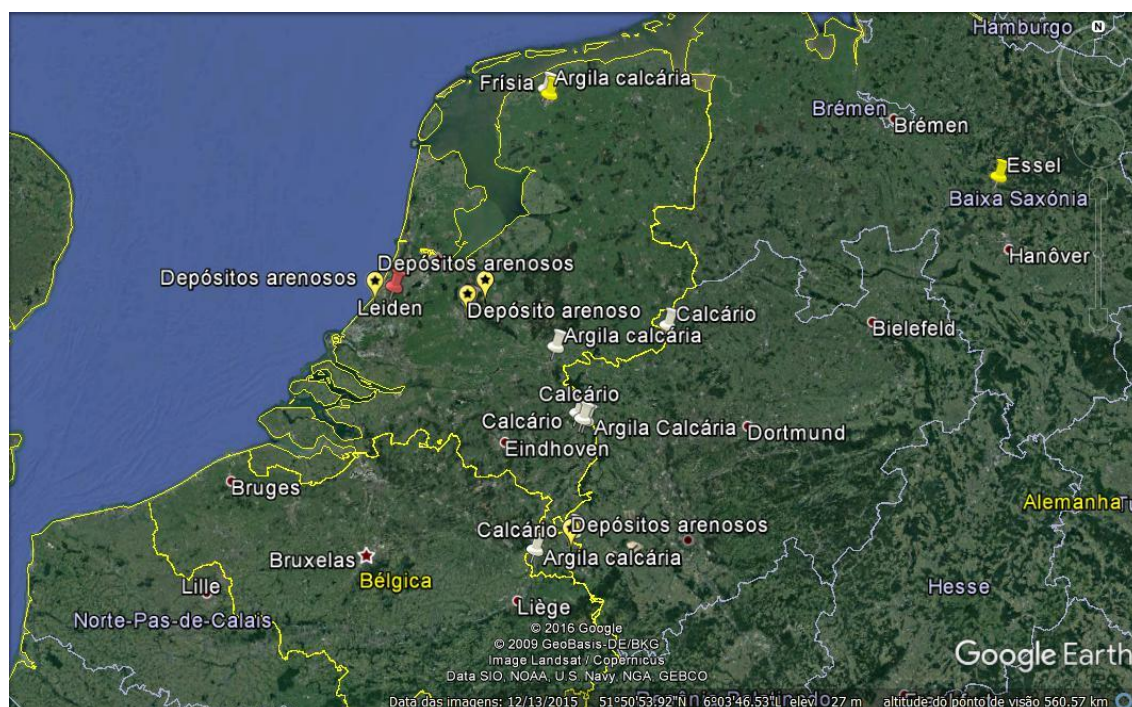
Tabela 8: Algumas das principais fontes calcário-argilosas e arenosas da região da Holanda.

Fontes de matéria prima	Coordenadas geográficas		
	N	L	Elevação (m)
Nimegue	51°51'36.81"	5°51'06.94"	10
Winterwijk	51°57'52.19"	6°47'14.83"	56
Mount Saint Peter	50°49'22.33"	5°41'03.78"	41
Soest	52°09'26.59"	5°17'38.39"	13
Landgraaf	50°53'18.04"	6°00'41.11"	147
Oirlo	51°31'14.68"	6°02'18.43"	22
	51°29'31.30"	6°04'09.34"	20
Tienray	51°29'12.53"	6°05'49.40"	22

Schildersbuurt	52°04'52.08"	5°08'51.24"	3
Tolsteegsingel	52°04'56.95"	5°08'03.09"	3
Nijland	53°11'46.07"	5°46'15.45"	1
Wassenaar	52°08'29.18"	4°22'21.40"	21
Heksenberg	50°54'56.26"	5°59'29.91"	115

Fonte: Acervo pessoal, 2017

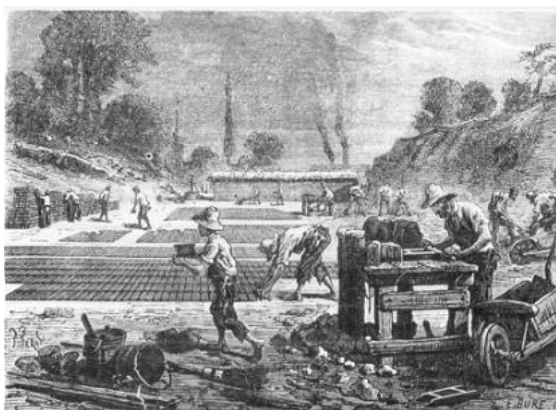
Figura 44: Fontes argilosas calcárias e arenosas na região próxima e correspondente aos Países Baixos. Em vermelho, Leisen, correspondente a possível proveniência do tijolo vermelho; em amarelo, Frísia, correspondente ao tijolo amarelo; balões amarelos com estrelas, correspondente aos depósitos arenosos; e em branco, correspondente as fontes calcárias.



Fonte: Acervo pessoal, 2017

A produção de tijolos até o século XIX nos Países Baixos não mudou consideravelmente, em maioria era um trabalho de coleta, condução até o campo de preparo, moldagem e secagem da pasta e condução até os fornos de queima, um trabalho escravo realizado em maioria por mulheres e crianças em condições precárias de forma rudimentar, mas muito produtivo e difundido na região (LINTSEN e JANSSEN, 2009), conforme a figura 46.

Figura 45: Tijolos secos e sendo moldados à esquerda, com a presença de uma fábrica de queima no fundo; à direita a queima de tijolos entre empilhamento de pedras, forno.

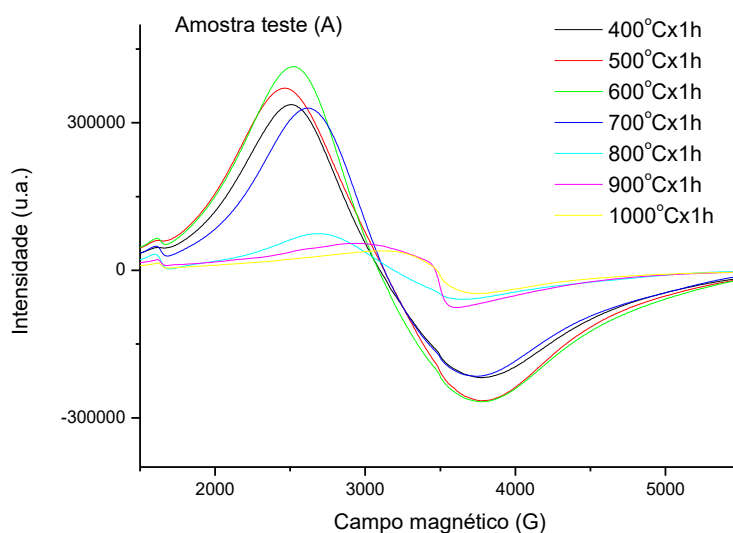


Fonte: (LINTSEN e JANSSEN, 2009)

4.4. Determinação da temperatura da Queima

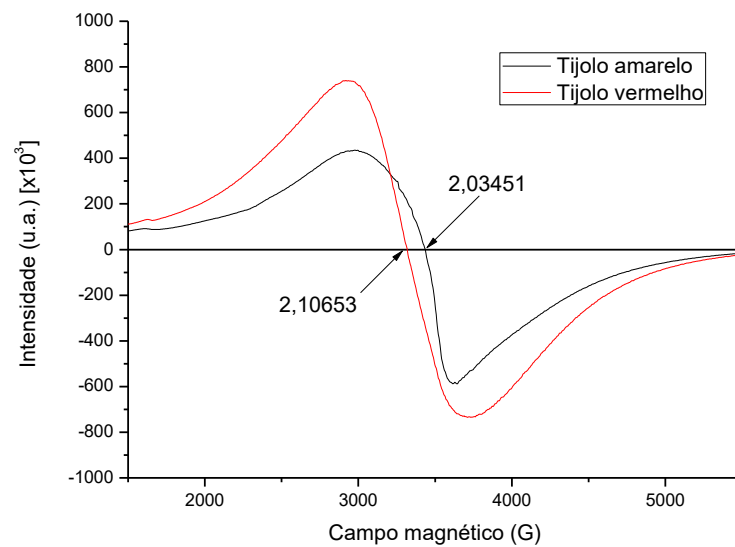
Foram observadas as curvas de comportamento das amostras teste em função do tratamento térmico aplicado a ela em um intervalo de 400° a 1000°C conforme a figura 47, e estas foram comparadas com a intensidade dos tijolos que se traduz conforme a figura 48, e o fator g dos mesmos conforme o que interpolado se traduz em uma temperatura de 865°C para o tijolo amarelo e 820°C para o tijolo vermelho, conforme a figura 49.

Figura 46: Gráfico correspondente às curvas de comportamento das amostras teste em função do tratamento térmico no intervalo de 400° a 1000°C.



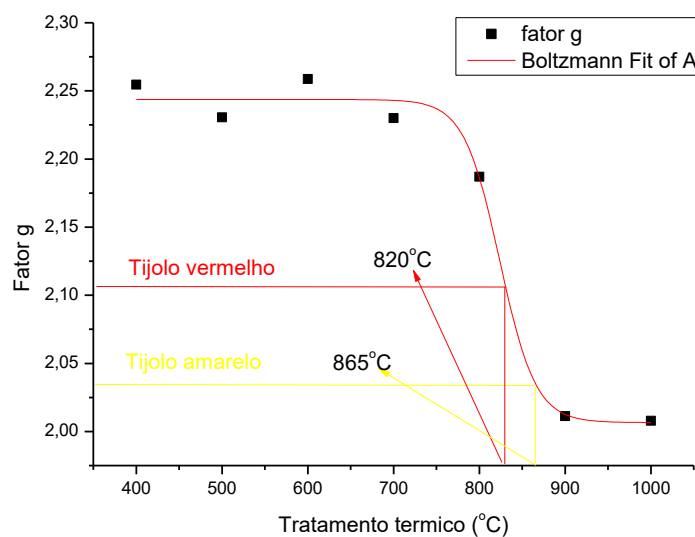
Fonte: Acervo pessoal, 2016

Figura 47: Gráfico correspondente à intensidade dos tijolos.



Fonte: Acervo pessoal, 2016

Figura 48: Gráfico correspondente ao fator g dos tijolos e a interpolação destas curvas com as curvas da figura 44 das amostras teste em função do tratamento térmico.



Fonte: Acervo pessoal, 2016

Estes resultados nos mostra uma semelhança entre as temperaturas de queima dos tijolos, o que apoia a ideia de ambos terem sido feitos por uma mesma técnica de produção.

Visto isso, um fato se torna interessante de ser avaliado é o tempo de queima que tijolo amarelo pode ser sofrido em diferença ao tijolo vermelho, por este conter maior quantidade Fe que o tijolo vermelho e possuir coloração amarelada, e não apresenta nódulos ferruginosos em sua micropetrografia.

4.5. Datação das amostras de argamassas e tijolos

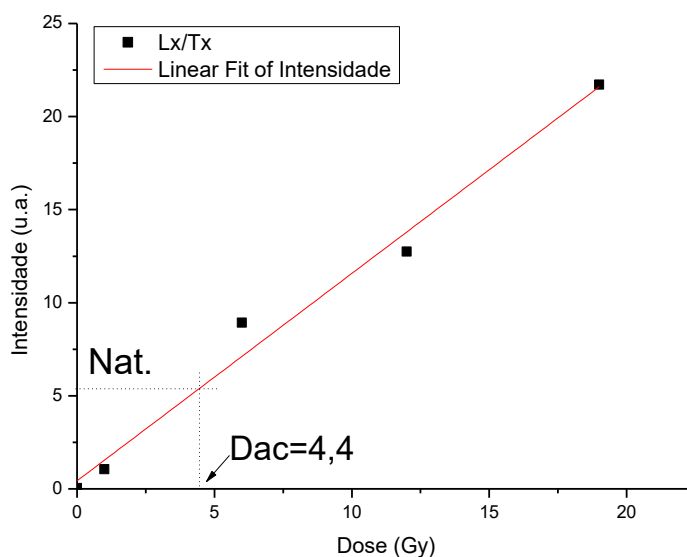
A determinação da dose acumulada foi feita pelo protocolo SAR que consiste em monitorar as mudanças de sensibilidade das amostras. Atualmente esta é a técnica mais utilizada na datação por LOE. Na tabela 9 é possível observar os dados de uma curva exemplo para uma única alíquota, e na figura 50 mostra como é feita a determinação da dose acumulada a partir dos dados obtidos usando o protocolo SAR. Este procedimento foi realizado nas 24 alíquotas de argamassa e dos dois tijolos que consequentemente obtivemos um conjunto de 24 doses acumuladas e a partir delas foram obtidos os valores médios que podem ser observados na tabela 10.

Tabela 9: Dados para a curva exemplo para a determinação da dose acumulada.

DOSE	Lx/Tx	Lx/Tx Err
Natural	5,374	0,373
0	0,043	0,054
1	1,058	0,099
6	8,928	0,788
12	12,745	0,922
19	21,719	1,57

Fonte: Acervo pessoal, 2017

Figura 49: Curva exemplo da determinação da dose acumulada a partir dos dados obtidos usando o protocolo SAR.



Acervo pessoal, 2017

Tabela 10: Resultados dos valores das doses acumuladas para a amostra de argamassa e tijolos.

Dose acumulada	Tijolo vermelho	Tijolo amarelo	Argamassa Interna
Valor médio	1235 mGy	934 mGy	358 mGy
Desvio padrão	34 mGy	273 mGy	33 mGy
Coeficiente de variação	3%	29%	9%

Fonte: Acervo pessoal, 2017

Tabela 11: Concentração de U, Th e K contidos na amostra de argamassa, tijolos amarelo e vermelho.

Uh – Th – K	Argamassa	Tijolo Amarelo	Tijolo Vermelho
Urânio	0,0020	3,3126	3,2336
Tório	0,0060	7,5715	16,6687
Potássio	0,0104	2,1619	1,3840

Fonte: Acervo pessoal, 2017

A partir da tabela 11 podemos observar que a argamassa contém baixas concentrações de U, Th e K, portanto sua contribuição na determinação da taxa de dose

anual é pouco significante. Já os tijolos vermelho e amarelo, apresentam uma quantidade de radioisótopos semelhantes.

O calculo da taxa de dose anual argamassa será calculada a partir da seguinte equação:

Taxa de dose anual da argamassa

$$= \text{radiação cósmica} + \text{radiação } \beta \text{ da argamassa} \\ + 50\% \text{ da radiação } \gamma \text{ do tijolo vermelho} \\ + 50\% \text{ da radiação } \gamma \text{ do tijolo amarelo}$$

$$TD (\text{argamassa}) = 0,25 + 0,0073 + (50\% \gamma TV)0,62 + (50\% \gamma TA)0,60$$

$$TD (\text{argamassa}) = 0,8613 \text{ mGy/ano}$$

$$Idade(\text{argamassa}) = \frac{355 \text{ mGy}}{0,8673 \text{ mGy/ano}} = 411 \text{ anos}$$

O calculo da taxa de dose anual do tijolo vermelho será calculado a partir da seguinte equação:

TD (Tijolo vermelho)

$$= \text{radiação cósmica} + \beta (TV) + 20\% \gamma (\text{argamassa}) \\ + 80\% \gamma (TA)$$

$$TD (TV) = 0,25 + 1,29 + (20\% \gamma \text{ argamassa})0,0022 + \left(\frac{80}{100} \gamma TA\right) 0,59$$

$$TD (TV) = 2,023$$

$$Idade = \frac{1235 \text{ mGy/ano}}{2,023 \text{ mGy}} = 610 \text{ anos}$$

O calculo da taxa de dose anual do tijolo amarelo será calculado a partir da seguinte equação:

TD (Tijolo amarelo)

$$= \text{radiação cósmica} + \beta (TA) + 20\% \gamma (\text{argamassa}) + 80\% \gamma (TV)$$

$$TD (TA) = 0,25 \text{ mGy} + 1,73 + (20\% \beta \text{ argamassa})0,0022 + (80\% \gamma TV) 0,61$$

$$TD (TA) = 2,2861 \text{ mGy/ano}$$

$$Idade = 934 \frac{\text{mGy}}{2,2861 \text{ mGy/ano}} = 408 \text{ anos}$$

As porcentagens utilizadas nas equações do cálculo de taxa de dose anual, em frente das contribuições gama dos tijolos e argamassa, foram definidos em função da distribuição espacial destes materiais construtivos considerando um raio de 30 cm até a amostra datada.

Tabela 12: Tabela das idades obtidas:

Idade (anos)	Tijolo vermelho	Tijolo amarelo	Argamassa
Valor médio	610	408	411
Desvio padrão	19	118	37
Coeficiente de variação	3%	29%	9%

Fonte: Acervo pessoal, 2017

É possível observar através da tabela 12, que as os intervalos de anos obtidos para o tijolo amarelo e para a argamassa, os quais consistem em 1606 a 1649 por conta do valor da margem de erro de 40 anos para cada amostra, foram condizentes com a historiografia da portada, uma vez que a data de sua construção varia entre 1631 a 1647.

Estes valores se traduziram em intervalos cronológicos similares para o tijolo amarelo e para a argamassa, os quais consistem em datas que abrangem 1605 ± 40 BP para a argamassa, ou seja, um intervalo entre 1605 e 1645 para que esta seja produzida e aplicada na paginação em estudo; e 1608 ± 40 BP para o tijolo amarelo, comportando um intervalo entre 1608 e 1648 para que este seja produzido. Ambas as cronologias obtidas são condizentes a data de construção da portada em estudo, a qual historiograficamente encontra-se em um intervalo de construção entre 1631 a 1647 (BARTHEL, 2007, p. 33-35), conforme abordado na seção 3 deste trabalho.

No entanto os valores obtidos para o tijolo vermelho fugiu aos resultados esperados, com intervalo de datas que abrangem 1406 ± 40 BP, ou seja, 1406 a 1446 aproximadamente, fazendo-se levantar possibilidades deste tijolo, o qual possivelmente seria provindo da região holandesa de Leiden, e que também fora coletado fora da paginação construtiva da portada, ter sido reaproveitado de outra localidade.

Estes resultados mostram a possibilidade de uso da técnica de Luminescência Opticamente Estimulada, pelo uso do protocolo SAR, inserir cronologicamente as argamassas coloniais de Pernambuco.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente trabalho apresentou como problemática a possibilidade de inserir cronologicamente as argamassas coloniais de Pernambuco, usando a técnica de Luminescência Opticamente Estimulada pelo protocolo SAR, cujo objetivo secundário foi caracterizar os materiais em estudo sendo traduzidos em argamassas e os tijolos pertencentes a uma fortificação do período holandês em Pernambuco, intitulada Forte Orange localizada na Ilha de Itamaracá, visando uma contribuição para os estudos posteriores direcionados a esta ocupação, e contribuir para a difusão de uma técnica de datação para construções históricas desconexas de dados historiográficos, almejando a não depender somente de análises crono-estilísticas.

A partir disto, foi levantada uma metodologia de pesquisa baseada em análises físicas e químicas, da Arqueometria, da Arquitetura e da Geologia, utilizando-se de técnicas comumente utilizadas como a Difração de Raios-X para a caracterização mineralógica dos elementos construtivos; a Fluorescência de Raios-X para a caracterização química dos mesmos; a Microscopia Petrográfica para a análise das faces mineralógicas e a percepção de elementos opacos correlacionados a matérias orgânicas nos materiais; a Ressonância Paramagnética Eletrônica para a caracterização da temperatura de queima dos tijolos; e a Luminescência Opticamente Estimulada para a datação dos materiais estudados.

Em uma análise macroscópica, foi possível perceber que ambos os tijolos e ambas as argamassas, possuem uma mesma técnica de produção; resultado compatível com os valores obtidos da temperatura de queima, uma vez que estes foram similares em valores de 865°C para o tijolo amarelo e 820°C para o tijolo vermelho; visualizando macroscopicamente características similares como, tamanho, forma, homogeneidade, atributos de composição, granulometria e grau de seleção; indicando que todos foram produzidos por uma mesma ocupação, que aqui se revela como holandesa. Estes elementos diferem entre si macroscopicamente em elementos que condizem com a composição destes, uma vez que estes elementos são a cor e a resistência.

Em uma análise microestrutural foi possível observar estas características de composição, sendo possível observar que os tijolos diferem entre si na composição apenas nas concentrações de cálcio, silício e ferro, demonstrando que o tijolo amarelo, sendo este possivelmente proveniente da região holandesa da Frísia, é

mais rico em calcário e ferro que o vermelho, se revelando fruto de uma argila calcária, de alta plasticidade, refratária, portanto mais resistente e menos porosa; presente em diversas localidades nos Países Baixos; contextualizando sua menor friabilidade e sua cor, em que, por conter maiores índices de ferro que o tijolo vermelho, pode ter sido sujeita a maiores períodos de queima; estando inserida possivelmente nas Formações Hanutt; Lede, uma das principais utilizadas para a fabricação de material construtivo; Bruxelas que é a mais próxima da Frísia por ser uma formação costeira; e Sint-Huibrechts-Hern que muito provavelmente é a que mais se aproxima a contextualização de ambos os tijolos, sendo esta também uma das mais presentes nas fontes utilizadas para a produção de materiais construtivos na região (KEIJERS, HANSSEN e LIPSCH, 2012, p. 9-11).

É demonstrado também que o tijolo vermelho, o qual possivelmente é proveniente da região holandesa de Leiden, possui maiores índices de silício que o tijolo amarelo, se traduzindo em uma argila silicosa, arenosa, menos plástica que a calcária, portanto contextualizando sua maior friabilidade, possuindo também índices de ferro, cálcio e alumínio, que contextualiza a matriz argilosa de sua possível região de origem e sua cor avermelhada; contextualizada como pertencente, possivelmente a Formação Sint-Huibrechts-Hern; vale salientar que estas formações percorrem toda a região do dos Países Baixos, Bélgica e Alemanha, e estão intercaladas entre si, podendo uma matriz argilosa conter em seu arranjo interfaces de mais de uma destas (KEIJERS, HANSSEN e LIPSCH, 2012, p. 9-11).

Nas argamassas, foi possível observar microscopicamente, a presença de elementos opacos correlacionados a matérias orgânicas em sua composição, assim como faces mineralógicas de quartzo e feldspato, diferenciando macroscopicamente entre si pela maior friabilidade da argamassa interna que a externa, pela cor mais esbranquiçada da interna em relação à cor bege claro da externa, e a trabalhabilidade da pasta de ambas, que se traduz na interna melhor homogeneizada que a externa; o que contextualiza a utilização das duas, uma vez que a interna por significar o elemento de coesão entre os tijolos necessita de uma melhor homogeneização, uma mais fina granulometria em um melhor grau de seleção dos grãos, a fim de reduzir a porosidade e aumentar a resistência, fato confirmado no considerável índice de cálcio presente nesta; e contextualiza a argamassa externa que por função de proteger a paginação necessita de uma menor friabilidade,

conforme apresenta. Estes dados também contextualiza a sua matriz sedimentar como pertencente à Formação Barreiras com intercalações sedimentares da Formação Gramame e em minoria da Formação Maria Farinha.

Na inserção cronológica, foi possível obter as idades nos tijolos e argamassa, dentre os quais os tijolos foram datados pela mesma técnica a Luminescência Opticamente Estimulada através do protocolo SAR, a fim de obtermos dados comparativos para com a datação da argamassa. As idades obtidas foram condizentes com os dados historiográficos.

Estes valores se traduziram em intervalos cronológicos similares para o tijolo amarelo e para a argamassa, os quais consistem em datas que abrangem 1605 ± 40 BP para a argamassa, ou seja, um intervalo entre 1605 e 1645 para que esta seja produzida e aplicada na paginação em estudo; e 1608 ± 40 BP para o tijolo amarelo, comportando um intervalo entre 1608 e 1648 para que este seja produzido. Ambas as cronologias obtidas são condizentes a data de construção da portada em estudo, a qual historiograficamente encontra-se em um intervalo de construção entre 1631 a 1647.

No entanto, a cronologia obtida para o tijolo vermelho, não foi condizente com a presente construção, se traduzindo em um intervalo de datas que abrangem 1406 ± 40 BP, ou seja, 1406 a 1446 aproximadamente, o que indica a possibilidade deste ter sido fruto de um reaproveitamento construtivo de sua região de proveniência, considerada possivelmente a cidade de Leiden na Holanda.

Contudo, estes resultados mostram a possibilidade de uso da técnica de Luminescência Opticamente Estimulada, pelo uso do protocolo SAR, inserir cronologicamente as argamassas coloniais de Pernambuco; fazendo-se solucionada a problemática principal deste trabalho; assim como a caracterização físico-química dos tijolos e argamassas da portada do Forte Orange, Itamaracá, mostrando as similaridades de técnica de produção entres os elementos construtivos, contextualizando um mesmo modelo de mão de obra, no caso holandês, e as diferenças entre os mesmos que se revelam em sua composição, possivelmente tempo de queima e cronologias, contextualizando seus diferentes locais de proveniência.

Sendo assim, este trabalho apresenta uma breve consideração do primeiro passo para o estudo dos materiais construtivos, caracterizando-os e os inserindo cronologicamente, contribuindo assim, com a Arqueologia nas áreas de conservação, na

solução para problemáticas cronológicas durante o período colonial, e nos estudos de um momento histórico de relevante importância para o estado de Pernambuco, que é o período holandês.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALARCÃO, J. D. **Para uma conciliação das arqueologias**. 580. ed. Porto: Edições Afrontamento, 1996.

ALBERS, A. P. F. et al. Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X. **Scielo**, São Paulo, v. 48, p. 34 - 37, Março 2002.

ALBUQUERQUE, M. A. G. D. M. D. As escavações arqueológicas no Forte de Orange. **Revista Brasileira de Arqueometria, Restauração e Conservação**, Olinda, v. 1, n. 2, p. 051 - 055 , Março 2007.

ALBUQUERQUE, M.; BARTHEL, S. Arqueologia de uma fortificação: O Forte Orange e a Fortaleza de Santa Cruz em Itamaracá, Pernambuco. **Clio Arqueológica**, Recife, v. 31, n. 1, p. 94-104, Dezembro 2016.

ANDRADE, E. A. D.; OLIVEIRA, F. P.; ALBUQUERQUE, M. M. B. D. **Diagnóstico Socio Ambiental do Litoral Norte**. CPRH. Recife, p. 19-31. 2003.

ARAMIDE, F. O. Effect of Firing Temperature on Mechanical Properties of Fired Masonry Bricks Produced from Ipetumodu Clay. **Leonardo Journal of Sciences** , Issue , 21 Dezembro 2012. 70-82.

ARCHELA, E. Identificando minerais através de suas propriedades macroscópicas. **Geografia**, Londrina, v. 13, n. 1, p. 191-198, Junho 2004.

ASFORA, V. K. **Fluorescência de raios-X por dispersão de energia aplicada a caracterização de tijolos de sítios históricos de Pernambuco**. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, p. 15-100. 2010.

AZEVEDO, R. L. D. **Datação por termoluminescência de cerâmicas do sítio arqueológico Aldeia do Carlos (PI)**. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, p. 1-53. 2011.

AZEVEDO, R. L. D. **Datação por termoluminescência de cerâmicas do sítio arqueológico Aldeia do Carlos (PI)**. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, p. 1-106. 2011.

BARBOSA, E. **Radioatividade**. Recife: Departamento de Química Fundamental Salesiano, v. 1, 2014.

BARTHEL, S. G. A. **Arqueologia de uma fortificação: O Forte Orange e a Fortaleza de Santa Cruz, em Itamaracá, Pernambuco**. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, p. 1-167. 2007.

- BEENAKKER, G. Kwarts. **Colofon Geologie van Nederland**, 2013. Disponível em: <<http://www.geologievannederland.nl/mineralen/beschrijvingen/kwarts>>. Acesso em: 28 Janeiro 2017.
- BEZERRA, I. M. A.; SILVA, H. P. Tirando do pó: uma introdução metodológica sobre tratamento de remanescentes ósseos humanos de origem arqueológica. **Revista de Arqueologia**, Belém, v. 22, n. 2, p. 121-135, Dezembro 2009.
- BICHO, N. F. **Manual de arqueologia pré-histórica**. Lisboa: Edições 70, 2006.
- CAJÚ, N. **Capela da Graça: restauro e pesquisa arqueológica**. Oficina Escola de João Pessoa. João Pessoa, p. 1-45. 2011.
- CALLIARI, I. et al. Roman bricks from Lagoon of Venice: chemical characterization with methods of multivariate analysis. **Journal of cultural heritage**, Cine, v. 2, p. 23-29, Outubro 2001.
- COELHO, A. Z. G.; TORGAL, F. P.; JALALI, S. **A cal na construção**. Universidade do Minho. Guimarães, p. 5-130. 2009.
- COHEN-TANNOUDJI, C.; DIU, B.; LALOË, F. **Quantum Mechanics**. 1. ed. Nova Jersey: Wiley, v. 2, 1977.
- CULTRONE, G.; SIDRABA, I.; SEBARTIÁN, E. Mineralogical and physical characterization of the bricks used in the construction of the "Triangul Brastion" Riga (Latvia). **Applied Clay Science**, Riga, 14 Julho 2004. 297-208.
- DIAS, A. F. Dos estudos culturais ao novo conceito de identidade. **FORUM**, Itabaiana, v. 9, p. 151-166, Junho 2001.
- FERNANDES, F.; LOURENÇO, P. B.; CASTRO, F. **Caracterização de tijolos antigos**. 3º Encontro sobre Conservação e Reabilitação de Edifícios. Guimarães: [s.n.]. Maio 2003. p. 385-394.
- FILHO, U. P. R. et al. **Estudo arqueométrico de cerâmicas indígenas pré-coloniais**. Instituto de Química da Universidade de São Paulo. São Paulo, p. 1-14. 2006.
- FRANCO, B. A.; SOBRINHO, A. C. P. D. L. **Panorama da economia mineral do estado de Pernambuco**. Departamento Nacional de Produção Mineral. Recife, p. 1-74. 2000.
- GOEDICKE, C. Dating mortar by optically stimulated luminescence : a feasibility study. **Geochronometria**, Berlin, p. 42-49, Agosto 2010.
- GROTZINGER, J.; JORDAN, T. Sedimentação: rochas formadas por processos de superfície. In: JORDAN, T.; GROTZINGER, J. **Para entender a terra**. 6. ed. Porto Alegre: Bookman, v. 1, 2013. Cap. 5, p. 139-150.
- GUEDES, C. C. F. et al. **Datação por luminescência opticamente estimulada: princípios e aplicabilidade nso depósitos sedimentares brasileiros**. Associação Brasileira de Estudos do Quaternário. Armação dos Buzios, p. 1-5. 2015.

- GUELI, A. M. et al. Historical survey and chronology of Bonajuto Chapel in Catania, Italy. **International Journal of Architectural Heritage: Conservation, Analysis, and Restoration**, Lincoln, 09 Abril 2015. 1-41.
- HOLLAND, N.; BAILIFF, I. K. Dating bricks of the last two millennia from Newcastle upon Tyne: a preliminary study. **Pergamon**, Durham , n. 32, p. 615-619, Dezembro 1999.
- JÚNIOR, R. F. P. **Feldspatos**. Departamento Nacional de Produção Mineral. Brasília , p. 1-2. 2014.
- KEIJERS, D. M. G.; HANSSEN, J.; LIPSCH, M. A. H.. Studie archeologie Oppem en Kapittelbeek, gemeenten Wezembeek-Oppem en Beersel; archeologisch vooronderzoek: een bureau- en inventariserend veldonderzoek. **RAAP Archeologisch Adviesbureau B.V.** , Weesp, 11 Dezembro 2012. 1-62.
- LINTSEN, H. W.; JANSSEN, G. B. Geschiedenis van de techniek in Nederland. De wording van een moderne samenleving 1800-1890. Deel III. **DBNL - Digitale bibliotheek voor de Nederlandse letteren**, 2009. Disponível em: <http://www.dbnl.org/tekst/lint011gesc03_01/lint011gesc03_01_0014.php>. Acesso em: 28 Janeiro 2017.
- LIRA, F. B. **Patrimônio cultural e autenticidade: montagem de um sistema de indicadores para o monitoramento**. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, p. 37-766. 2009.
- MACHADO, F. B. Calcita. **UNESP - Banco de dados**, 2014. Disponível em: <<http://www.rc.unesp.br/museudpm/banco/carbonatos/calcita.html>>. Acesso em: 28 Janeiro 2017.
- MACHADO, F. B. Quartzo. **UNESP - Banco de dados**, 2014. Disponível em: <<http://www.rc.unesp.br/museudpm/banco/silicatos/tectossilicatos/quartzo.html>>. Acesso em: 28 Janeiro 2017.
- MAGALHÃES, W. O emprego da microscopia petrográfica no estudo da cerâmica arqueológica e de fontes de proveniência: um exemplo prático. **Arqueometria para Bens Culturais** , São Paulo, v. 28, n. 43, p. 77-87, Julho 2015.
- MATOS, M. X. G. D. **Análise de estruturas em alvenaria: modelo para análise e identificação dos processos construtivos e das etapas de execução de uma edificação de valor histórico/cultural**. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, p. 1-241. 2009.
- MÖLLER, S. V. **Aplicações industriais das radiações ionizantes: radioatividade**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, p. 1-10. 2012.
- NETO, U. P. D. M. et al. O Cabo de Santo Agostinho e a Baía de Suape. **Revista do Instituto Histórico Arqueológico, Histórico e Geográfico Pernambucano**, Recife, v. LIII, p. 9-244, 1981.
- NIELSEN, K. B. The Risø TL/OSL reader. **DTU Nitech**, 2017. Disponível em: <<http://www.nitech.dtu.dk/english/products-and-services/dosimetry/radiation-measurement-instruments>>. Acesso em: 28 Janeiro 2017.

NUCLEAR, C. N. D. E. **Princípios básicos de segurança e proteção radiológica**. 4. ed. Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2014.

PALLESTRINI, L.; PERASSO, J. A. **Arqueologia: método y técnica en superficies amplias**. Asunción: Biblioteca Paraguaya de Antropologia, v. IV, 1984.

PARREIRA, P. S. Metodologia de EDXRF e aplicações com um sistema portátil. **LFNATEC - Publicação Técnica do Laboratório de Física Nuclear Aplicada**, Londrina, v. 10, n. 1, p. 2-16, Junho 2006.

PEREIRA, J. Eletrônica Básica. **Ebah - Rede Acadêmica**, 2013. Disponível em: <<http://www.ebah.com.br/content/ABAAA4VR4AG/eletronica-basica>>. Acesso em: 27 Janeiro 2017.

PETRUCCI, E. G. R. **Materiais de construção**. 4. ed. Porto Alegre: Globo, 1979.

PRADO, C. M. D. O. **Caracterização química e mineralógica das argilas utilizadas na produção de cerâmica vermelha no estado de Sergipe**. Universidade Federal de Sergipe. São Cristóvão, p. 1-82. 2011.

PRUDÊNCIO, M. I.; DIAS, M. I.; BURBIDGE, C. Técnicas nucleares e de luminescência na reconstituição da história da edificação de monumentos. **Pedra & Cal**, Porto, n. 42, p. 10-12, Junho 2009.

SANJURJO-SÁNCHEZ, J.; ALVES, C.; TEIXEIRA, D. **Algumas considerações sobre o estudo estatístico de medições de dose em grãos de argamassas por luminescência estimulada opticamente**. 1º Fórum de Estatística na Universidade do Minho. Minho: Universidade do Minho. 2012. p. 17-18.

SANTIAGO, C. C. **Argamassas tradicionais de cal**. Universidade Federal da Bahia. Salvador, p. 1-194. 2007.

SANTIAGO, C. C. Argamassas tradicionais de cal. **SciELO**, Salvador, v. 1, n. 1, p. 11-200, Dezembro 2007.

SANTOS, J. O. D. et al. **Espectroscopia de Ressonância Paramagnética Eletrônica aplicada ao estudo da temperatura de queima da cerâmica arqueológica do sítio arqueológico Justino, localizado no baixo São Francisco/Sergipe**. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo. 2012. (978-85-62830-10-5).

SIBILIA, E.; MARTINI, M. Absolute dating of historical buildings: the contribution of thermoluminescence (TL). **Journal of Neutron Research**, Berlim, 14, Outubro 2006. 64-79.

SILVA, A. S. A química e a caracterização de argamassas antigas. **Química**, Lisboa, p. 37-41, Junho 2015.

SILVA, R. M. D. C. E. et al. Fluorescência de raios-X aplicada a amostras arqueológicas. **Revista do Museu de Arqueologia e Etnologia**, São Paulo, v. 15-16, p. 371-382, Dezembro 2006.

SOUTH, S. Reconhecimento de padrões na arqueologia histórica. **Vestígios**, Belo Horizonte, v. 1, n. 1, p. 135-148, Junho 2007.

SULLASI, H. ; AZEVEDO, ; PESSIS, A. M. Datação de dentes por espectroscopia RPE: fundamentos, metodologia e aplicações. **Clio arqueológica**, Recife, v. 24, p. 97 - 117, Dezembro 2009.

SULLASI, H. L. et al. Comparação dos métodos de dose aditiva e dose regenerativa no processo de datação por termoluminescência. **Clio Arqueológica**, Recife, v. 1, n. 23, p. 1-17, Dezembro 2008.

SYMANSKI, L. C. P. Arqueologia histórica no Brasil: uma revisão dos últimos vinte anos. **Cenários Regionais em Arqueologia Brasileira**, Araçatuba, 2009. 279-310.

SYMANSKI, L. C. P. Arqueologia histórica no Brasil: uma revisão dos últimos vinte anos. **Cenários Regionais de uma arqueologia plural**, São Paulo, 2009. 279-310.

TORT, A. C. **Problemas e soluções em eletroestática**. Rio de Janeiro: Instituto de Física da Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2009.

TRIGGER, B. G. **História do pensamento arqueológico**. 1. ed. São Paulo: Odysseus, 2004.

TUDELA, D. R. G. et al. TL, OSL and C-14 dating results of the sediments and bricks from mummified nuns' grave. **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, Rio de Janeiro, v. 82, n. 2, p. 237-244, Junho 2012.

UMIJI, R. M. **Datação de Cerâmicas Arqueológicas do Noroeste Paulista pelo Método da Termoluminescência**. Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho. Ilha Solteira, p. 1-71. 2014.

VIEIRA, G. F.; COELHO, L. J. D. Arqueometria: mirada histórica de una ciencia en desarrollo. **CPC**, São Paulo, n. 13, p. 107-133, Abril 2012.

WENTWORTH, C. K. A Scale of Grade and Class Terms for Clastic Sediments. **The Journal of Geology**, Chicago, v. Vol. 30, n. 5, p. 377-392 , 19 Agosto 1922.

ZARANKIN, A.; SALERNO, M. A. El sur por el sur: una revisión sobre la historia y el desarrollo de la arqueología histórica en América meridional. **Vestígios**, Belo Horizonte, v. 1, n. 1, p. 17-35, Junho 2007.