

# COMPARAÇÃO DA MICROESTRUTURA E DA COMPOSIÇÃO DE CERÂMICAS INDÍGENAS PROVENIENTES DO SÍTIO ARQUEOLÓGICO CANINHAS, COM AS OBTIDAS ATUALMENTE NA REGIÃO

Matos, C.C.<sup>1</sup>; Nakano, F. P.<sup>1</sup>; Taguchi, S. P.<sup>1</sup>, Ribeiro, R. B.<sup>1,2</sup>; Rosa, S. J. L.<sup>2</sup>; Camargo-Vernilli, D.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Universidade de São Paulo- Escola de Engenharia de Lorena, USP-EEL/DEMAR. Pólo Urbo-Industrial, Gleba AI-6, s/n, Lorena-SP, CEP. 12600-000, Brasil

<sup>2</sup> Departamento de Desenho Industrial – Faculdades Integradas Teresa D`Ávila – FATEA, Rede Salesianas, Lorena, SP

[cristhian@alunos.eel.usp.br](mailto:cristhian@alunos.eel.usp.br)

## RESUMO

*O Sítio Arqueológico Caninhas é composto por estruturas funerárias, estruturas de combustão e diversos objetos de uso cotidiano indígena. Estas peças e fragmentos foram Salvos e Inventariados, constituindo aproximadamente 4000 unidades. O objetivo deste trabalho foi analisar a microestrutura e a composição destas cerâmicas arqueológicas, e também das cerâmicas obtidas por argilas atuais da região. As fases cristalinas foram identificadas por difração de raios-X, a composição elementar foi obtida por fluorescência de raios-X e Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS), e a microestrutura foi avaliada em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). A composição e a microestrutura das cerâmicas arqueológicas são diferentes das cerâmicas atuais, indicando o efeito da lixiviação no solo em função do tempo, além da evolução microestrutural devido a processamentos cerâmicos diferentes. Esses resultados são valiosos para os estudos arqueológicos, principalmente pelo significado cultural que representam. A interdisciplinaridade é fundamental para agregar conhecimentos: utilização da Engenharia de Materiais Cerâmicos para aplicação em Arqueologia.*

Palavras-Chave: cerâmica indígena, caracterização composicional, microestrutura, arqueologia.

## INTRODUÇÃO

A cultura arqueológica Tupiguarani, presente na quase totalidade do litoral brasileiro nos últimos milênios antes da chegada dos europeus, encontra-se também no município de Canas-SP. O Sítio Arqueológico Caninhas, localizado no domínio proto-tupi, composto por estruturas funerárias, estruturas de combustão e diversos objetos de uso cotidiano de populações indígenas que habitaram o local, abre um considerável leque de possibilidades no que diz respeito a estudos relacionados à História e conseqüentemente à memória vinculada ao patrimônio da região.

Historicamente, a cultura dos povos indígenas é conhecida principalmente pelos relatos de cronistas da época do descobrimento, dos primeiros tempos da colonização do Brasil e através de vestígios arqueológicos, expressando os valores coletivos desses primeiros habitantes do litoral brasileiro. Tais manifestações foram reunidas sob o nome “Tradição Tupiguarani” e dividida em dois domínios, proto-tupi que consta do Sudeste ao Nordeste da América do Sul, e o proto-guarani, localizado ao sul <sup>(1)</sup>; Figura 1.

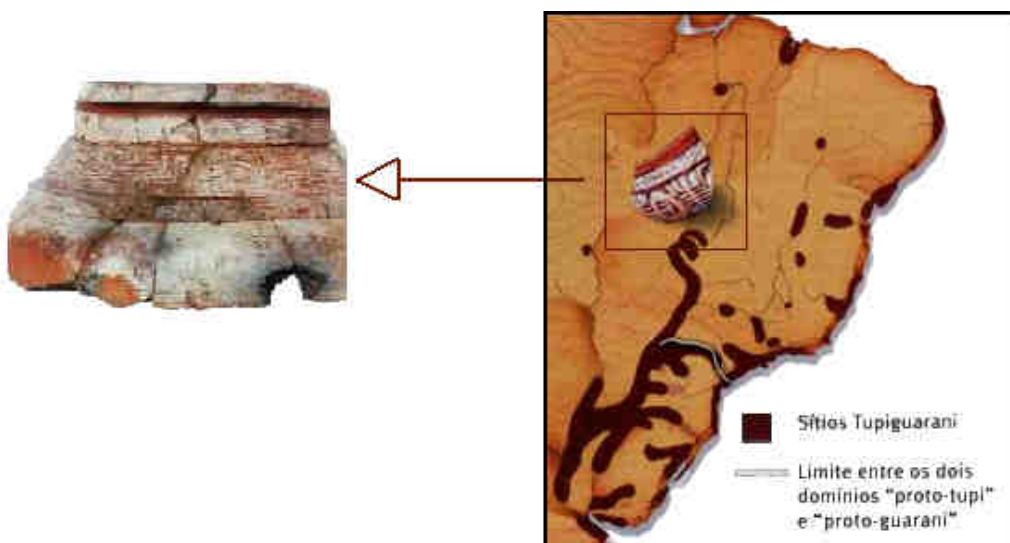


Figura 1 – Localização dos sítios arqueológicos de povos Tupi-guarani no Brasil, Uruguai e Argentina, com foto ampliada de uma amostra de cerâmica típica.

A arqueometria é uma área interdisciplinar, a qual integra conceitos de engenharia de materiais, desenho industrial, educação artística, história e arqueologia, que estuda artefatos de origem arqueológica. A importância deste tipo de estudo reside no fato que os artefatos cerâmicos refletem a compreensão da

dinâmica social e cultural dos povos, e que a classificação do material arqueológico, por meio de sua composição química, pode ser um dos meios para encontrar a procedência da matéria-prima utilizada na fabricação das cerâmicas <sup>(2, 3)</sup>.

As pesquisas realizadas nos sítios arqueológicos em todo mundo revelam a tradição tecnológica das cerâmicas, além das características físico-químicas. Isto é de vital importância, pois se trata de patrimônios culturais. Na Tabela 1 estão descritos alguns artigos relacionados à esta área.

Tabela 1 – Trabalhos relacionados a cerâmicas arqueológicas.

| Ref. | Título do Artigo                                                                          | Observações                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |
|------|-------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 3    | Análise parcial sobre a cerâmica arqueológica do Vale do Taquari – RS                     | Utilizou-se a análise tecno-tipológica, separação de fragmentos quanto sua borda, parede e base, análise microestrutural e de tratamento de superfície.                                                                                                                                                                                                                                                                  |
| 4    | Determinação da temperatura de cozedura de cerâmicas arqueológicas                        | Foi estabelecido uma metodologia em que os efeitos pós-deposicionais nas cerâmicas sejam minimizados. Foram utilizadas as análises de TL (Termoluminescência), DRX (Difração de Raio-X) e EM (Espectroscopia Mössbauer). Como resultado, a temperatura de cozedura é inferior a 550°C.                                                                                                                                   |
| 5    | Análises arqueométricas de cerâmica e argilas do Médio Rio Doce – MG                      | Estudo arqueométrico Tupi-guarani, por meio de testes microquímicos, FTIR (Dispersão Infravermelho por Transformada de Fourier), AAN (Análise por Ativação Neutrônica) e DRX. Por meio dos resultados, foi encontrado quartzo (elemento antiplástico). Sendo que a fonte de argilo-minerais utilizada pelos indígenas foi semelhante. Além disso, foi observado que a queima das argilas ocorreram em baixa temperatura. |
| 6    | Estudo de caso do design de utensílios domésticos a partir de estudos de cerâmica Guarani | Tem como objetivo a recuperação da cultura Guarani visando transpor informações estéticas para visão atual. Realizam as análises de DRX e TGA/DTG (Análises Térmicas). No DRX, analisaram 3 amostras do sítio “Ilha Francisco Manoel” que possuem fases distintas. Também apresentam temperatura de queima de baixa temperatura devido à presença de Na e K.                                                             |
| 7    | Avaliação de partículas de Caulinita por microscopia de força atômica                     | A análise de superfície da caulinita foi feita por MFA (Microscopia de Força Atômica), apresentando grande potencial em estudos de mineralogia e morfologia das partículas do solo e suas interações com outros materiais. Para identificar a caulinita na amostra, foi utilizado o DRX.                                                                                                                                 |
| 8    | Arqueologia Experimental: interpretação e produção de artefatos cerâmicos                 | Reprodução de como eram as cerâmicas, as etapas de fabricação, os usos de antiplásticos, tempo de queima e temperatura. Por meio destes dados, foi relacionado a complexidade cultural e social dos povos.                                                                                                                                                                                                               |
| 9    | Métodos e técnicas de caracterização aplicadas ao estudo do patrimônio cultural           | O artigo visa apresentar um painel das atividades de pesquisa, utilizando as análises de EDXRF (Fluorescência de Raios-X por Dispersão em Energia), RBS (Retroespalhamento Rutherford) e GT (Transmissão de Raios Gama).                                                                                                                                                                                                 |

Devido ao fato dos artefatos cerâmicos serem duráveis e resistentes às variações climáticas, são os materiais mais estudados pelos arqueólogos. As cerâmicas são formadas de rochas sedimentares, constituídas basicamente por alumino-silicatos. Entretanto, são os elementos traço, ou seja, os que ocorrem em concentrações de ppm e ppb na composição química da cerâmica, os que proporcionam a melhor informação para os estudos arqueométricos <sup>(2)</sup>.

O objetivo deste trabalho é analisar a microestrutura e composição destas cerâmicas indígenas, comparando-a com as cerâmicas obtidas por argilas atuais da região.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

As amostras das cerâmicas indígenas e as argilas/cerâmicas da região foram analisadas: por Difração de Raios-X (DRX), Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS), Fluorescência de Raios-X (FRX) e Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

### Análise das fases cristalinas

Pequenas amostras da cerâmica indígena e da argila atual da região foram fragmentadas a pó passante em peneira de 300 “mesh” e caracterizadas quanto às fases cristalinas. Foi utilizado um difratômetro de raios X, marca Rich-Seifert & Co – DEMAR/EEL; com radiação  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ ) filtrada com níquel, no intervalo angular  $2\theta=10\text{--}90^\circ$ , passo angular  $0,05^\circ$  e tempo de contagem 2 segundos. As fases foram identificadas utilizando as fichas JCPDS <sup>(10)</sup>.

### Análise Química

A determinação da composição química das cerâmicas arqueológicas e da cerâmica obtida pela argila regional foram determinada por Espectroscopia de Energia Dispersiva – EDS, e por Fluorescência de Raios-X em Espectrômetro de Raio-X, modelo AXIOS 40 kW, da marca PANalytical. (TOGNI S/A – Materiais Refratários).

### Análise Microestrutural

As amostras foram embutidas a frio em resina Serefix, e posteriormente foram lixadas e polidas em uma Politriz automática, tipo Phoenix 4000, utilizando lixas de

Carbeto de Silício com granulometria de #180-4000  $\mu\text{m}$ . Em seguida, as amostras foram metalizadas com aproximadamente 5 nm de ouro.

Utilizou-se o microscópio eletrônico de varredura (MEV), da marca LEO 1450 VP, com detectores de elétrons secundários para avaliar a morfologia e detectores de elétrons retroespalhados para avaliar a distribuição dos possíveis agregados na composição das cerâmicas.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

As cerâmicas indígenas apresentam diferentes gradientes de cor, observados no lado externo e interno da peça. Isto ocorre devido à queima rudimentar na produção das cerâmicas, realizadas pelos indígenas. O lado externo da peça fica em contato com a chama, na qual há combustão dos compostos orgânicos, dando uma coloração mais clara. Na parte de dentro, os compostos orgânicos não são completamente queimados, observando-se uma coloração mais escura, conforme mostrado na Figura 2.

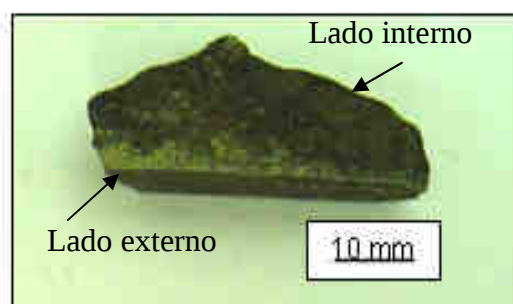


Figura 2 – Fragmento de cerâmica indígena mostrando o lado interno (coloração escura) e o lado externo (coloração mais clara).

Este comportamento pode ser observado também na Figura 3, a qual mostra cerâmicas sinterizadas de 400°C até 800°C, as quais foram obtidas a partir da argila atual. Com o aumento da temperatura observa-se o clareamento das amostras, ocorrido pela combustão dos compostos orgânicos, que normalmente estão contidos em argilas.

Pode-se observar que a 400°C praticamente toda a amostra permaneceu escura. Com o aumento da temperatura para 500°C, a superfície que fica em contato direto com o calor do forno ficou mais clara quando comparada com o centro, muito semelhante à cerâmica arqueológica, Figura 2. A partir de 600°C a amostra já ficou

com coloração homogênea e clara. Com isso, pode-se inferir que as cerâmicas arqueológicas foram queimadas em aproximadamente 500°C. Pode-se perceber a presença de antiplásticos na composição das cerâmicas.

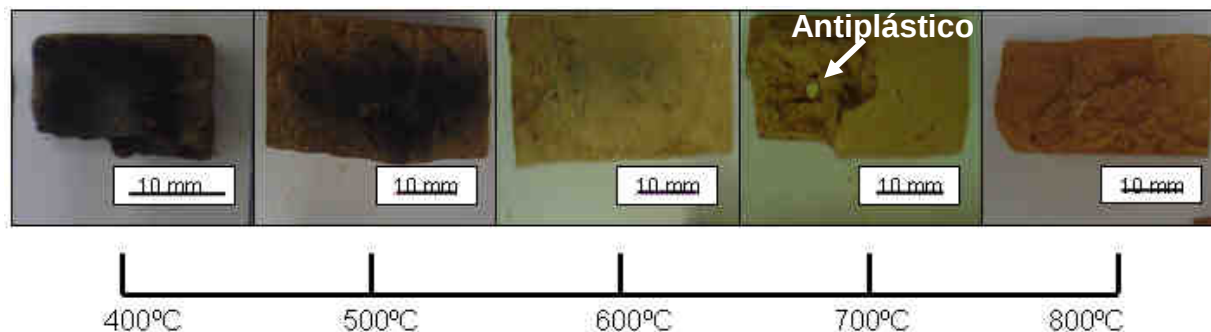


Figura 3 – Fotos das cerâmicas obtidas a partir da argila da região, sinterizadas ao ar, à temperaturas de 400°C, 500°C, 600°C, 700°C e 800°C.

A Figura 4 (a) apresenta a micrografia da argila arqueológica (massa que secou ao lado da peça cerâmica) e Figura 4 (b) mostra a parte externa da cerâmica arqueológica, onde foi encontrada uma raiz, caracterizado como um elemento antiplástico.

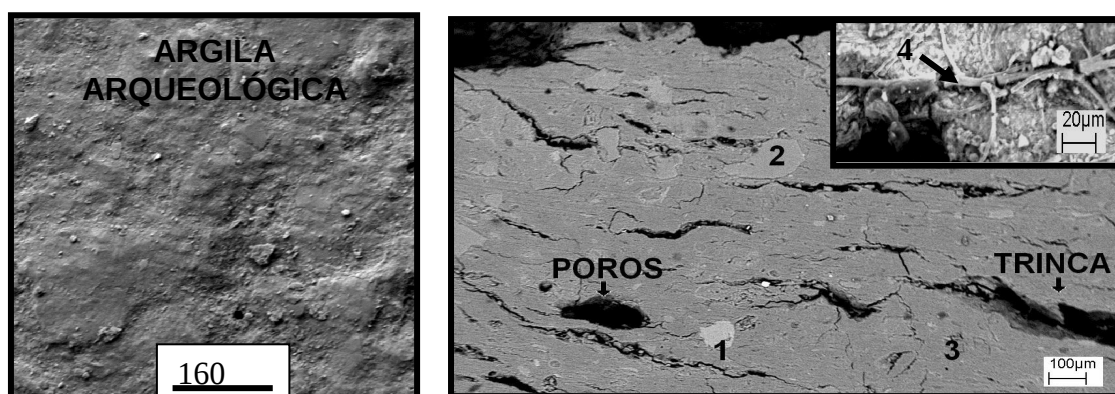


Figura 4 – Micrografias da cerâmica arqueológica indígena.

Observou-se que a amostra apresenta uma grande quantidade de trincas e poros. A micrografia apresenta quatro regiões distintas: **Região 1** – Grãos de cor branca; **Região 2** – Grãos de cor cinza; **Região 3** – Matriz da amostra; e **Região 4** – Antiplástico (raiz). As análises químicas realizadas por EDS, das regiões 1 à 4, estão mostradas na Tabela 2. Observou-se na Região 1 os elementos Si e O; na Região 2 Si, O, Al e K; na Região 3 Si, O, Al, K e Fe; e na região 4 Si, O, Al, Fe e C.

Tabela 2 – Composição química de um fragmento (parte clara) de cerâmica arqueológica.

|          | Cerâmica indígena arqueológica |       |          |       |          |       |          |       |
|----------|--------------------------------|-------|----------|-------|----------|-------|----------|-------|
| Elemento | Região 1                       |       | Região 2 |       | Região 3 |       | Região 4 |       |
|          | % p                            | % at. | % p      | % at. | % p      | % at. | % p      | % at. |
| O        | 38.64                          | 52.51 | 32.84    | 48.20 | 39.11    | 53.87 | 37.71    | 43.49 |
| Si       | 61.36                          | 47.49 | 36.87    | 30.82 | 30.87    | 24.22 | 9.87     | 6.48  |
| Na       | ---                            | ---   | 0.35     | 0.36  | ---      | ---   | ---      | ---   |
| Al       | ---                            | ---   | 9.83     | 8.55  | 22.78    | 18.61 | 9.38     | 6.41  |
| K        | ---                            | ---   | 20.11    | 12.07 | 2.28     | 1.29  | 0.62     | 0.29  |
| Ti       | ---                            | ---   | ---      | ---   | 0.94     | 0.43  | ---      | ---   |
| Fe       | ---                            | ---   | ---      | ---   | 4.03     | 1.59  | 18.11    | 5.98  |
| C        | ---                            | ---   | ---      | ---   | ---      | ---   | 24.31    | 37.35 |

A Figura 5 mostra as micrografias das cerâmicas obtidas com argila atual da região, sinterizadas de 400°C-800°C. Pode-se observar que as cerâmicas atuais, mesmo que sinterizadas em temperaturas baixas (400°C, por exemplo), possui uma microestrutura mais homogênea do que as cerâmicas arqueológicas, Figura 4. Não foi observado a presença de antiplástico, portanto foi realizada análise química global das amostras, resultados estes apresentados na Tabela 3. Pode-se observar que a composição global está semelhante para todas as amostras de cerâmica atual, e também semelhante à região 3 (matriz) das cerâmicas arqueológicas, como era de esperar. Mas percebe-se um pequeno aumento na quantidade de oxigênio e alumínio, em detrimento de Si, das cerâmicas atuais em relação à arqueológica.

Tabela 3 – Composição química das cerâmicas sinterizadas de 400-800°C.

[illegible]

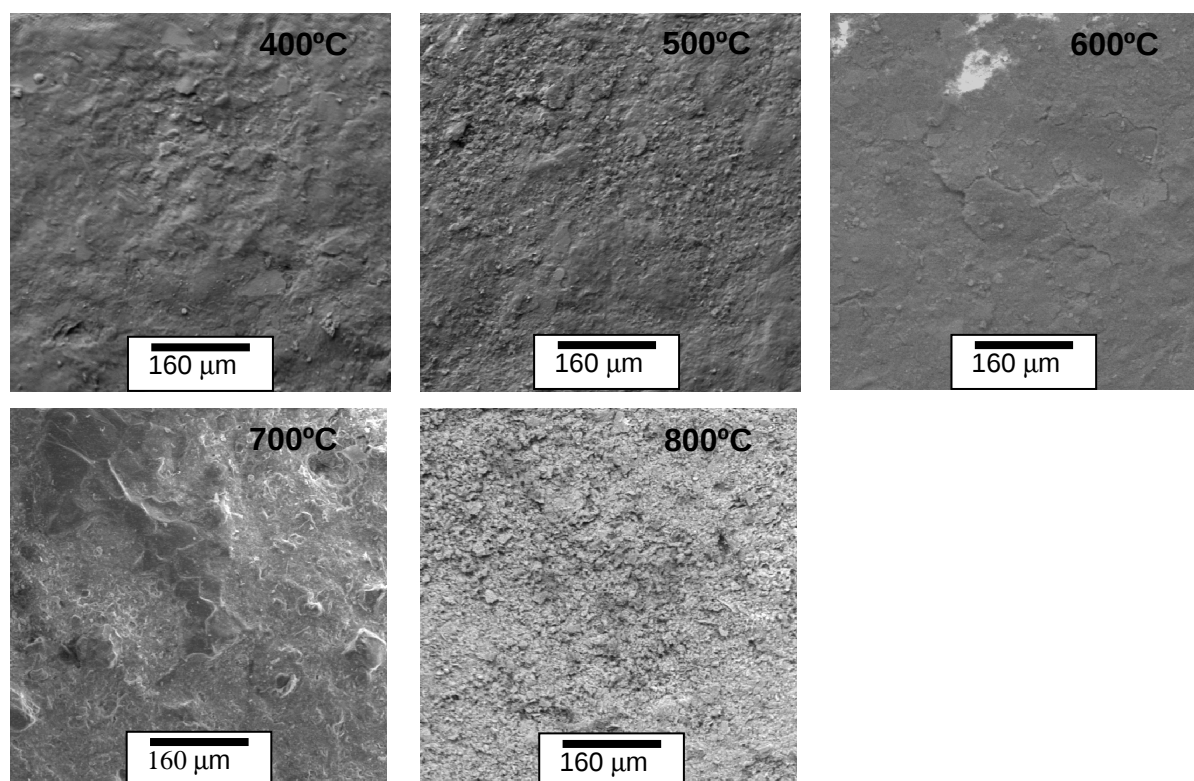


Figura 5 – Micrografias das cerâmicas obtidas com as argilas atuais da região, sinterizadas por 400°C, 500°C, 600°C, 700°C e 800°C .

As análises químicas realizadas por FRX estão mostradas na Tabela 4. Comprovou-se que as diferentes amostras estudadas apresentam composição química semelhante, apresentando como maiores constituintes  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{SiO}_2$ , resultado este comprovado pelas análises de raios-X mostrados na Tabela 5. As fases cristalinas predominantes, obtidas por DRX, das argilas/cerâmicas indígena e argila/cerâmicas atuais estão mostradas na Tabela 5.

Tabela 4 – Análise química realizada por FRX das cerâmicas/argilas arqueológicas e argila atual.

| Determinações           | Quantidade (%)        |                     |              |
|-------------------------|-----------------------|---------------------|--------------|
|                         | Cerâmica Arqueológica | Argila Arqueológica | Argila Atual |
| $\text{Al}_2\text{O}_3$ | 28,54                 | 28,00               | 28,32        |
| $\text{SiO}_2$          | 60,75                 | 60,73               | 61,23        |
| $\text{TiO}_2$          | 1,14                  | 1,29                | 1,22         |
| $\text{Fe}_2\text{O}_3$ | 5,60                  | 4,97                | 4,70         |
| $\text{CaO}$            | 0,12                  | 0,17                | 0,18         |
| $\text{MgO}$            | 0,63                  | 1,02                | 0,71         |
| $\text{Na}_2\text{O}$   | 0,30                  | 0,20                | 0,56         |
| $\text{K}_2\text{O}$    | 2,92                  | 3,63                | 3,07         |

Tabela 5 – Fases cristalinas encontradas nas cerâmicas arqueológicas e nas obtidas com argila atual da região.

|              | Amostras         | Fases Cristalinas                             |
|--------------|------------------|-----------------------------------------------|
| Arqueológico | Argila           | Quartzo, Ilita e Alumina hidratada            |
|              | Cerâmica         | Quartzo, Lutecita, Ilita e Alumina Hidratada  |
|              | Argila           | Quartzo, Lutecita e Caolinita                 |
|              | Cerâmica (400°C) | Quartzo, Lutecita, Ilita e Caolinita          |
| Atual        | Cerâmica (500°C) | Quartzo, Ilita e Caolinita                    |
|              | Cerâmica (600°C) | Quartzo e Sillimanita.                        |
|              | Cerâmica (700°C) | Quartzo, Lutecita, Ilita e Alumina hidratada. |
|              | Cerâmica (800°C) | Quartzo, Lutecita e Alumina hidratada.        |

\*Quartzo– $\text{SiO}_2$ ; Lutecita– $\text{SiO}_2$ ; Caolinita– $(\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4)$ ; Ilita– $(\text{K}_{0,7}\text{Al}_2(\text{Si},\text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2)$ ; Alumina Hidratada– $(\text{Al}_{10}\text{O}_{15}.\text{H}_2\text{O})$ ; Sillimanita– $(\text{Al}_2\text{SiO}_5)$ .

Pode-se observar que as fases cristalinas presentes na argila e cerâmica arqueológica são semelhantes, apresentando quartzo, ilita e alumina hidratada. A argila atual e as cerâmicas queimadas a 400 e 500°C também se apresentaram semelhantes, apresentaram quartzo e lutecita (fases cristalinas da sílica), além de ilita e caolinita (hidróxidos comuns em cerâmicas queimadas em baixa temperatura). A partir de 600°C tem-se, além do quartzo e lutecita, a presença da ilita e alumina hidratada. É natural que os hidróxidos (ilita e caolinita) se transformam em óxidos hidratados (alumina hidratada) ou mesmo óxidos (silimanita), devido ação do tratamento térmico.

Comparando as fases cristalinas das argilas/cerâmicas arqueológicas com as atuais, percebe-se que no primeiro se tem alumina hidratada e no segundo, caolinita. A existência da alumina hidratada nas cerâmicas/argilas arqueológicas pode ter ocorrido devido a ação do tempo, ou seja, pode ser que no passado esta tenha sido uma caolinita ou ilita. Esta hipótese parte do princípio de remineralização, assim como se procede com a formação da bauxita (alumino-silicatos), no qual pode ter sido, no passado, uma argila.

## **CONCLUSÕES**

- As cerâmicas arqueológicas podem ter sido sinterizadas a aproximadamente 500°C;
- A presença de aditivos antiplásticos antropomórficos nas cerâmicas (raízes e grãos de quartzo) indicam a preocupação do indígena em melhorar as propriedades mecânicas destas cerâmicas;
- A parte externa (ocre) da cerâmica foi sujeita a um melhor tratamento térmico que o interior (cinza escuro), indicando processamento cerâmico rudimentar realizado pelos indígenas;
- A composição química semelhante entre as cerâmicas arqueológicas e a argila da região indica que não ocorreu mudança mineralógica significativa, como por exemplo, lixiviação em função do tempo. Portanto, existe uma hipótese que essas cerâmicas sejam de idade recente (século XIV e XVI), mas que ainda exigem outras análise (datação) para confirmar esta hipótese;
- A engenharia de materiais é uma ferramenta muito importante para caracterizar as cerâmicas arqueológicas, e auxiliar os arqueólogos a inferir nos possíveis costumes indígenas da nossa região.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradecemos ao CNPq pela bolsa de IC e auxílio pesquisa (processo 121418/2008-1 e processo 481703/2008-0), a bolsa de Pré-IC fornecida pela USP, e a empresa TOGNI S/A – Materiais Refratários pelas análises de Fluorescência de Raios X.

## **REFERÊNCIAS**

1. PROUS. A. Revista Ciência Hoje, n. 36, p. 22-28, 2005.
2. NUNES K. P.; TOYOTA. R. G.; OLIVEIRA P. M. S.; NEVES E. G.; MUNITA C. S. Estudo dos elementos traço nas cerâmicas do sítio arqueológico Hatahara. XII Encontro Latino Americano de Iniciação Científica e VIII Encontro Latino Americano de Pós-Graduação – Universidade do Vale do Paraíba 2008.
3. MACHADO, N. T. G.; SCHNEIDER, P.; SCHNEIDER, F. Análise parcial sobre a arqueológica do Vale do Taquari-RS. Revista Cerâmica, n. 54, p. 103-109, 2008.

4. CARDOSO, G. O.; PRUDÊNCIO M. I.; ZINK. A.; DIAS, M. I.; WAERENBORGH, J. C. Determinação da temperatura de cozedura de cerâmicas arqueológicas. VI Congresso Ibérico de Arqueometria – 2005.
5. JÁCOME, C.; SOUZA, L. A. C. Análises arqueométricas de cerâmica e argilas do Médio Rio Doce – MG. Resumos do III Simpósio de Técnicas Avançadas em Conservação de Bens Culturais – Olinda 2006.
6. JUNIOR, W. K.; ODERICH, A. L.; PUREZA, J. C. C.; TIBURI, F.; JUNIOR, W. F. S. Estudo de caso do design de utensílios domésticos a partir de estudos de cerâmica guarani. Revista Design em Foco, v.3, n. 1, p. 51-62, 2006.
7. VAZ, C. M. P.; JUNIOR, P. S. P. H.; FILHO, R. B.; CRSTANA, S. Avaliação de partículas de Caulinita por microscopia de força atômica. Publicação de relatório técnico – Divulgação científica (Classificação CNCT) 1997.
8. BELLETI, J. S.; AÑAÑA, D. S.; RAMOS, R. N.; ZORZI, M.; ULGUIM, P. F.; DE BEM, E.; MACIEL, L. L.; VIANA, J. Arqueologia experimental: Interpretação e produção de artefatos cerâmicos. VII Encontro Estadual de História – 2006.
9. APOLONI, C. R.; PARREIRA, P. S.; LOPES, F. Métodos e técnicas de caracterização aplicadas ao estudo do patrimônio cultural. Revista CPC, n. 6, p. 198-207, 2008.
10. JCPDS – Joint Committee on Powder Diffraction Standards, By Total Access Diffraction Database.
11. Scapin, M. A. Aplicação da Difração e Fluorescência por Raio X (WDXRF): Ensaio em Argilominerais. Dissertação de Mestrado obtido no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares Autarquia Associada à Universidade de São Paulo, 2003.

**COMPARISON OF THE MICROSTRUCTURE AND COMPOSITION OF  
ABORIGINAL CERAMICS, FROM INDIGENOUS SITE CANINHAS, WITH THE  
OBTAINED ONES IN THE REGION.**

**ABSTRACT**

The archaeological site of Caninhas is made of funeral and combustion structures and various objects of aboriginal daily use. These parts and fragments were safe and inventoried, constituting approximately 4000 units. The objective of this project was to analyze the microstructure and composition of archaeological ceramics, and ceramics made of argil current of the zone. The crystalline phases were identified by X-Rays Diffraction (XRD), elementary composition was obtained by X-Rays Fluorescence (XRF) and Energy Dispersive Spectrometry (EDS), and the microstructure was evaluated by Scanning Electron Microscope (SEM). Composition and microstructure of archaeological ceramics are different of current ceramics, indicating the effect of lixiviation in function of the time and the microstructural evolution due different ceramic processing. These results are valuable for the archaeological area studies, mainly for the cultural denoting which represents. The relation between some studies is basic to add knowledge: use of the ceramic materials engineering for archeology application.

Key-words: Aboriginal Ceramics, Compositional Characterization, Microstructure, Archeology.