

Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”



Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira

Departamento de Física e Química

Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais

# **Caracterização das propriedades termoluminescentes de sedimentos da formação geológica Rio Claro**

**GIOVANA OLIVEIRA SALMAZO**

Ilha Solteira  
Estado de São Paulo - Brasil  
2009

# **Livros Grátis**

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”



Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira

Departamento de Física e Química

Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais

# **Caracterização das propriedades termoluminescentes de sedimentos da formação geológica Rio Claro**

**GIOVANA OLIVEIRA SALMAZO**

**Orientador:** Prof. Dr. Keizo Yukimitu

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

Área de conhecimento: Física da Matéria Condensada

Ilha Solteira  
Estado de São Paulo - Brasil  
2009

## FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Seção Técnica de Aquisição e Tratamento da Informação  
Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da UNESP - Ilha Solteira.

S171c

Salmazo, Giovana Oliveira.

Caracterização das propriedades termoluminescentes de sedimentos da formação geológica Rio Claro / Giovana Oliveira Salmazo. -- Ilha Solteira : [s.n.], 2009.  
97 f. : il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira. Área de Conhecimento: Física da Matéria Condensada, 2009

Orientador: Keizo Yukimitu

Bibliografia: p. 93-97

1. Termoluminescência. 2. Sedimentos (Geologia). 3. Quartzo.  
4. Datação arqueológica.



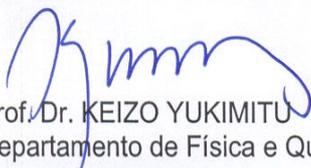
**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
CAMPUS DE ILHA SOLTEIRA  
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ILHA SOLTEIRA

### CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

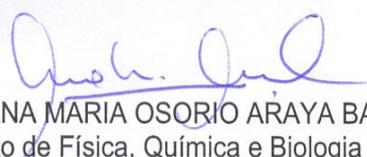
**TÍTULO:** Caracterização das propriedades termoluminescentes de sedimentos da formação geológica Rio Claro

**AUTORA:** GIOVANA OLIVEIRA SALMAZO  
**ORIENTADOR:** Prof. Dr. KEIZO YUKIMITU

Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de MESTRE em CIÊNCIA DOS MATERIAIS, Área: FÍSICA DA MATERIA CONDENSADA, pela Comissão Examinadora:



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



Profa. Dra. ANA MARIA OSORIO ARAYA BALAN  
Departamento de Física, Química e Biologia / Faculdade de Ciências e Tecnologia de Presidente Prudente



Profa. Dra. SONIA HATSUE TATUMI  
Departamento de Ensino Geral / Faculdade de Tecnologia de São Paulo

Data da realização: 21 de outubro de 2009.

“Portanto, não pensem que foi com a sua própria força e com seu trabalho que vocês conseguiram todas essas riquezas. Lembrem do Senhor, nosso Deus, pois é Ele quem lhes dá força para poderem conseguir riquezas.”

**Dt 8, 17-18a.**

### **DEDICO**

Aos meus pais, Antonio e Aparecida de Fátima, e minha irmã Leandra, pelo amor, compreensão e apoio ilimitado.

### **OFEREÇO**

Ao meu esposo Marcos, com amor e carinho. Pelo seu amor e compreensão.

## AGRADECIMENTOS

A Nosso Senhor Jesus Cristo pelo dom da vida, por tantas bênçãos e pela graça de ter concluído esta etapa.

Ao Marcos pela ‘ paciência’, compreensão, incentivo e companheirismo.

À minha família pela dedicação, apoio, confiança e carinho. Aos meus pais por minha educação e valores, à minha irmã pelas orientações e aos meus avós pelo incentivo.

À minha nova família: Luiz Vitor, Márcia Aparecida, Janaina, Cícero e Camille. Agradeço o apoio e o carinho.

Ao meu orientador prof. Dr. Keizo Yukimitu, pelo exemplo de profissionalismo. Agradeço pela compreensão, amizade, empenho e formação pessoal e intelectual.

Ao Departamento de Física e Química, aos colegas, professores e funcionários. Em especial, ao Salmo Moreira Sidel, Fabrícia Roberta Lunas, João Borges da Silveira, Anderson José Silva Maurity, Daniela Cristina M.Rodrigues, professor Dr. Devaney Ribeiro do Carmo, Moisés Pereira Lima e aos técnicos Mário e Levi.

Ao setor de zeladoria, em especial à Marisa e ao Márcio que, com muito carinho, cuidaram da limpeza do laboratório de datação arqueológica.

Aos bibliotecários da FEIS.

Ao Grupo de Oração Universitário (GOU) pela formação desta profissional do Reino e à família GOU.

Ao Grupo de Partilha de Profissionais (GPP) pelo incentivo, motivação e amizade.

Aos amigos que se fizeram anjos durante o curso mestrado: Angelo Ricardo Fávaro Pipi, Suelino Gabriel Jr., Renata Cristina Gutierrez Castanha, Michael Jones da Silva, Enedir Silva Santos, Leandro e Silvia Alberione, Renan Silva Maciel e Thais Monique Souza, Silvia e André.

Aos amigos que apostaram em meu potencial: Flávio e Toninha, Carlos Alberto (Tripa), Francisco de Assis (Tutuca), Débora, Sara, Agnaldo Israel, Rosine, Ricardo, Lucas, Vinícius e Lourdes.

A Tetsuaki Wakabayashi e ao Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN), pela irradiação das amostras com raios gama.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP – pelo financiamento do projeto de mestrado.

## RESUMO

A formação geológica Rio Claro constitui um dos mais importantes registros sedimentares cenozóicos da Depressão Periférica Paulista. Apesar de essa formação geológica ser muito estudada, sua idade ainda encontra-se indeterminada. De modo a contribuir aos conhecimentos sobre a formação geológica Rio Claro, o trabalho objetivou um estudo geocronológico de seus sedimentos. Para isso, foram estudadas cinco amostras sedimentares coletadas de pontos arbitrários da formação geológica, as quais foram denominadas de DSRC-09, DSRC-10, DSRC-21, DSRC-22 e DSRC-23, e caracterizadas pela técnica da termoluminescência (TL). Grãos de quartzo de diâmetros entre 75 a 180  $\mu\text{m}$  foram utilizados na caracterização. As amostras apresentaram sinal de termoluminescência natural entre 200 e 450  $^{\circ}\text{C}$ . Com exceção da amostra DSRC 22, todas as amostras apresentaram região de Plateau, que indica a região da curva de emissão que se manteve estável durante o período geológico a temperatura ambiente. A região de Plateau de DSRC-09, DSRC-10, DSRC 21 e DSRC-23 compreendeu o intervalo de temperatura de 320 a 380  $^{\circ}\text{C}$ . Pelo método  $T_m-T_{stop}$  se observou a presença de três picos constituindo a curva de emissão termoluminescente nessa região de temperatura. O nível residual da TL foi obtido após 80 horas de exposição dos grãos de quartzo à luz solar. Os sedimentos apresentaram não estar saturados, pois a intensidade do sinal TL aumentou em função de dose adicional artificial. Para a avaliação da idade dos sedimentos, o pico de 325  $^{\circ}\text{C}$  foi isolado e a energia de ativação foi calculada pelo método de crescimento inicial. As idades de deposição obtidas para as amostras DSRC-09, DSRC-10 e DSRC-21 foram respectivamente de 188.000 anos, 210.000 anos e 166.000 anos.

Palavras-chave: termoluminescência, caracterização, datação, quartzo, sedimentos, Rio Claro.

## ABSTRACT

The geological formation Rio Claro constitutes one of the most important sedimentary records of São Paulo Peripheral Depression. Although this geological formation is too much studied, its age yet is not determinate. To contribute to knowledge about Rio Claro geological formation, the work aimed a geochronological study of its sediments. For this, five sedimentary samples collected from arbitrary points were studied, which were called DSRC-09, DSRC-10, DSRC-21, DSRC-22 and DSCR 23, and characterized by thermoluminescence technique. Grains of quartz with diameter between 75 and 180  $\mu\text{m}$  were utilized to characterize it. The samples showed natural thermoluminescence signal between 200 and 450  $^{\circ}\text{C}$ . Except for the sample DSRC 22, all samples showed Plateau region, indicating that the region of glow curve remained stable during the geological time at environment temperature. Plateau region of DSRC-09, DSCR-10, DSRC-21 and DSRC-23 was defined by temperature range of 320  $^{\circ}\text{C}$  to 380 $^{\circ}\text{C}$ . The method  $T_m-T_{stop}$  showed that the glow curves are composed by three peaks in this temperature range. The residual TL was obtained after 80 hours of sunlight exposure. The sediments had not been saturated, because the TL signal intensity increased according to the artificial additional dose. For evaluation of the age sediments, the 325  $^{\circ}\text{C}$  peak was isolated and the activation energy was calculated by the method initial rise. The deposition ages for the samples DSRC-09, DSRC-10 and DSRC-21 were respectively 188.000, 210.000 and 166.000 years.

Keywords: thermoluminescence, characterization, dating, quartz, sediments, Rio Claro.

## LISTA DE FIGURAS

|   |    |
|---|----|
| Figura 1. Modelo de banda de energia com dois níveis energéticos na banda proibida. Os elétrons são liberados das armadilhas $A_e$ por excitação térmica e recombinam-se com os buracos capturados em $C_b$ . Os círculos brancos representam os buracos e os círculos escuros representam os elétrons. ....  | 18 |
| Figura 2. Um diagrama do ciclo de TL geológica de um mineral que não sofreu aquecimento: o sinal de TL é reduzido ao nível residual pela exposição à luz. O sinal de TL é aumentado após o soterramento do sedimento. A TL natural é o sinal de TL no período de coleta da amostra. ....  | 22 |
| Figura 3. Curva de emissão da TL natural dos grãos de quartzo da amostra DSRC-21. ....  | 24 |
| Figura 4. Ilustração da determinação da dose equivalente ( $De$ ) pelo método de regeneração. ....  | 25 |
| Figura 5. Ilustração da determinação da dose equivalente ( $De$ ) pelo método de dose aditiva. ....   | 26 |
| Figura 6. Ilustração da determinação da dose equivalente ( $De$ ) pelo método $R\Gamma$ . A linha (a) representa a curva de crescimento da parcela com dose aditiva. A linha (B) representa a parcela com dose aditiva exposta à luz. ....  | 27 |
| Figura 7. Ilustração do teste de Plateau. ....  | 29 |
| Figura 8. Esquema da curva $T_m-T_{stop}$ para termoluminescência de primeira (linha B) e segunda ordem (linha C). A coluna (a) mostra um único pico e a curva $T_m-T_{stop}$ correspondente à cinética de primeira e segunda ordem. A coluna (b) mostra a curva $T_m-T_{stop}$ em forma de escada como resultado da sobreposição de picos. Uma sobreposição próxima, ou uma distribuição quase contínua de picos (coluna c) produz uma linha de inclinação aproximadamente 1,0. .... | 31 |
| Figura 9. Pico termoluminescente hipotético. Identificação dos pontos da curva utilizados para avaliar o fator geométrico ( $\mu_g$ ) e energia de ativação. ....   | 32 |
| Figura 10. Fator geométrico calculado como função da ordem da cinética. A linha sólida é o valor médio, enquanto que as tracejadas correspondem às possíveis variações. ....  | 33 |
| Figura 11. Peneiras analíticas. ....  | 39 |
| Figura 12. Leitor comercial TL da marca Harshaw série 3500 do laboratório de datação arqueológica do departamento de Física e Química da UNESP de Ilha Solteira. ....   | 40 |
| Figura 13. Esquema simplificado de um sistema leitor TL. ....   | 41 |
| Figura 14. Bastão de lucite utilizado como padrão para a quantidade de massa de amostra utilizada para a leitura TL e, funil utilizado para colocar a amostra na ‘panelinha’ do aparelho leitor TL. ....  | 42 |
| Figura 15. Grãos de quartzo sobre placa de petri durante irradiação por luz solar. ....   | 44 |
| Figura 16. Irradiador de luz ultravioleta. ....   | 44 |
| Figura 17. Forno comercial e multímetro. ....   | 45 |
| Figura 18. Difratoograma da amostra DSRC 21 após tratamento químico. ....   | 48 |
| Figura 19. Difratoograma da amostra DSRC 21 (acima) e da carta do software (abaixo). ....   | 49 |
| Figura 20. Curvas de emissão termoluminescente natural de DSRC 09, DSRC 10, DSRC 21, DSRC 22 e DSRC 23. ....  | 50 |
| Figura 21. Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 09 após exposição à luz solar. ....  | 51 |
| Figura 22. Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 10 após exposição à luz solar. ....  | 52 |

|   |    |
|---|----|
| Figura 23. Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 21 após exposição à luz solar. ....  | 52 |
| Figura 24. Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 22 após exposição à luz solar. ....  | 53 |
| Figura 25. Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 23 após exposição à luz solar. ....  | 53 |
| Figura 26. Comportamento do decaimento da intensidade termoluminescência a 330°C para os diferentes períodos de exposição solar.....  | 54 |
| Figura 27. Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 09 após irradiação por luz ultravioleta. ....  | 55 |
| Figura 28. Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 10 após irradiação por luz ultravioleta. ....  | 55 |
| Figura 29. Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 21 após irradiação por luz ultravioleta. ....  | 56 |
| Figura 30. Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 22 após irradiação por luz ultravioleta. ....  | 56 |
| Figura 31. Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 23 após irradiação por luz ultravioleta. ....  | 57 |
| Figura 32. (a) Curvas 1 a 6; (b) curvas 7 a 9, para a amostra DSRC 09 com dose adicional. ....  | 58 |
| Figura 33. (a) Curvas 1 a 6; (b) curvas 7 a 9, para a amostra DSRC 10 com dose adicional. ....  | 58 |
| Figura 34. (a) Curvas 1 a 6; (b) curvas 7 a 9, para a amostra DSRC 21 com dose adicional. ....  | 59 |
| Figura 35. (a) Curvas 1 a 6; (b) curvas 7 a 9, para a amostra DSRC 22 com dose adicional. ....  | 59 |
| Figura 36. (a) Curvas 1 a 6; (b) curvas 7 a 9, para a amostra DSRC 23 com dose adicional. ....  | 60 |
| Figura 37. Teste de Plateau da amostra DSRC 09.....   | 61 |
| Figura 38. Teste de Plateau da amostra DSRC 10.....   | 61 |
| Figura 39. Teste de Plateau da amostra DSRC 21.....   | 62 |
| Figura 40. Teste de Plateau da amostra DSRC 22.....   | 62 |
| Figura 41. Teste de Plateau da amostra DSRC 23.....   | 63 |
| Figura 42. Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 09.....   | 64 |
| Figura 43. Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 10.....   | 64 |
| Figura 44. Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 21.....   | 65 |
| Figura 45. Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 22.....   | 65 |
| Figura 46. Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 23.....   | 66 |
| Figura 47. (a) Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 09 em função de doses aditivas.(b) Detalhe destacado em (a). Ilustração da obtenção da dose equivalente pelo método de doses aditivas. .... | 67 |
| Figura 48. (a) Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 10 em função de doses aditivas.(b) Detalhe destacado em (a). Ilustração da obtenção da dose equivalente pelo método de doses aditivas. .... | 67 |
| Figura 49. (a) Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 21 em função de doses aditivas.(b) Detalhe destacado em (a). Ilustração da obtenção da dose equivalente pelo método de doses aditivas. .... | 68 |
| Figura 50. Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com forno comercial de DSRC 09. ....   | 69 |
| Figura 51. Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com forno comercial de DSRC 10. ....   | 70 |
| Figura 52. Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com forno comercial de DSRC 21. ....   | 70 |

|  |    |
|--|----|
| Figura 53. Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com forno comercial de DSRC 22. ....                                | 71 |
| Figura 54. Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com forno comercial de DSRC 23. ....                                | 71 |
| Figura 55. Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com o leitor TL de DSRC 09. ....                                    | 72 |
| Figura 56. Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com o leitor TL de DSRC 10. ....                                    | 72 |
| Figura 57. Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com o leitor TL de DSRC 21. ....                                    | 73 |
| Figura 58. Curva de $T_m - T_{stop}$ de DSRC 09, submetido a tratamento térmico pelo leitor TL. ....                                       | 74 |
| Figura 59. Curva de $T_m - T_{stop}$ de DSRC 10, submetido a tratamento térmico pelo leitor TL. ....                                       | 74 |
| Figura 60. Curva de $T_m - T_{stop}$ de DSRC 21, submetido a tratamento térmico pelo leitor TL. ....                                       | 75 |
| Figura 61. Curva de $T_m - T_{stop}$ de DSRC 09, submetido a tratamento térmico utilizando forno comercial. ....                           | 75 |
| Figura 62. Curva de $T_m - T_{stop}$ de DSRC 10, submetido a tratamento térmico utilizando forno comercial. ....                           | 76 |
| Figura 63. Curva de $T_m - T_{stop}$ de DSRC 21, submetido a tratamento térmico utilizando forno comercial. ....                           | 76 |
| Figura 64. Doses equivalentes obtidas por curvas de crescimento do sinal TL para DSRC 09. ....   | 77 |
| Figura 65. Doses equivalentes obtidas por curvas de crescimento do sinal TL para DSRC 10. ....   | 77 |
| Figura 66. Doses equivalentes obtidas por curvas de crescimento do sinal TL para DSRC 21. ....   | 78 |
| Figura 67. Doses equivalentes obtidas por curvas de crescimento do sinal TL para DSRC 22. ....   | 78 |
| Figura 68. Doses equivalentes obtidas por curvas de crescimento do sinal TL para DSRC 23. ....   | 79 |
| Figura 69. Energia de ativação calculada pelo método de crescimento inicial para tratamento térmico com forno comercial para DSRC 09. .... | 80 |
| Figura 70. Energia de ativação calculada pelo método de crescimento inicial para tratamento térmico com forno comercial para DSRC 10. .... | 80 |
| Figura 71. Energia de ativação calculada pelo método de crescimento inicial para tratamento térmico com forno comercial para DSRC 21. .... | 81 |
| Figura 72. Energia de ativação calculada pelo método de crescimento inicial para tratamento térmico com leitor TL para DSRC 09. ....       | 81 |
| Figura 73. Energia de ativação calculada pelo método de crescimento inicial para tratamento térmico com leitor TL para DSRC 10. ....       | 82 |
| Figura 74. Energia de ativação calculada pelo método de crescimento inicial para tratamento térmico com leitor TL para DSRC 21. ....       | 82 |
| Figura 75. Energia de ativação calculada pelo método da forma do pico para as curvas de tratamento térmico pelo leitor TL de DSRC 09. .... | 83 |
| Figura 76. Energia de ativação calculada pelo método da forma do pico para as curvas de tratamento térmico pelo leitor TL de DSRC 10. .... | 83 |
| Figura 77. Energia de ativação calculada pelo método da forma do pico para as curvas de tratamento térmico pelo leitor TL de DSRC 21. .... | 84 |
| Figura 78. Pico isolado de DSRC 09. ....   | 85 |
| Figura 79. Pico isolado de DSRC 10. ....   | 85 |
| Figura 80. Pico isolado de DSRC 21. ....   | 86 |

## LISTA DE TABELA

|   |    |
|---|----|
| <b>Tabela I.</b> Valores das constantes $c_\gamma$ e $b_\gamma$ . .....                           | 33 |
| <b>Tabela II.</b> Valores das constantes $c_\gamma$ e $b_\gamma$ para o caso de ordem geral. .... | 34 |
| <b>Tabela III.</b> Dispersão da massa tendo o bastão de lucite como padrão de medida. ....        | 43 |
| <b>Tabela IV.</b> Parâmetros obtidos do difratograma. ....  | 49 |
| <b>Tabela V.</b> Pontos de intersecção sobre o eixo de doses. ....                                | 68 |
| <b>Tabela VI.</b> Parâmetros do pico de emissão. ....   | 86 |
| <b>Tabela VII.</b> Idades das amostras. ....  | 89 |

# SUMÁRIO

|        |  |    |
|--------|--|----|
| 1.     | INTRODUÇÃO.....  | 13 |
|        | OBJETIVOS.....   | 15 |
| 2.     | TERMOLUMINESCÊNCIA (TL).....   | 16 |
| 2.1.   | BREVE HISTÓRICO DA TERMOLUMINESCÊNCIA.....                                       | 16 |
| 2.2.   | TERMOLUMINESCÊNCIA.....  | 18 |
| 2.3.   | APLICAÇÕES DA TERMOLUMINESCÊNCIA.....  | 19 |
| 2.4.   | DATAÇÃO DE SEDIMENTOS POR TL.....  | 21 |
| 2.5.   | DETERMINAÇÃO DA PALEODOSE.....   | 23 |
| 2.5.1. | MÉTODO DE REGENERAÇÃO TOTAL.....   | 25 |
| 2.5.2. | MÉTODO DE DOSE ADITIVA.....  | 26 |
| 2.5.3. | MÉTODO RG (MÉTODO DE BRANQUEAMENTO PARCIAL).....                                 | 27 |
| 2.6.   | TAXA DE DOSE NATURAL.....  | 28 |
| 3.     | MÉTODOS DE ANÁLISE DA CURVA DE EMISSÃO TL.....                                   | 29 |
| 3.1.   | TESTE DE PLATEAU.....  | 29 |
| 3.2.   | MÉTODO $T_m - T_{stop}$ .....  | 30 |
| 3.3.   | MÉTODOS DE ANÁLISE DA CURVA DE EMISSÃO.....                                      | 31 |
| 3.3.1. | MÉTODO DA FORMA DO PICO.....   | 32 |
| 3.3.2. | MÉTODO DE CRESCIMENTO INICIAL.....   | 34 |
| 3.3.3. | AVLIAÇÃO DO FATOR DE FREQUENCIA ( $s$ ).....                                     | 34 |
| 3.4.   | MÉTODO PROPOSTO POR IKEYA PARA CORREÇÃO DO DECAIMENTO ESPONTÂNO DO SINAL TL..... | 35 |
| 4.     | MATERIAIS E EXPERIMENTOS.....  | 39 |
| 4.1.   | MATERIAL.....  | 39 |
| 4.2.   | TÉCNICA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....  | 40 |
| 4.3.   | TÉCNICA DA TERMOLUMINESCÊNCIA.....   | 40 |
| 4.4.   | AVLIAÇÃO DA DISPERSÃO DA MASSA DAS AMOSTRAS.....                                 | 42 |
| 4.5.   | AVLIAÇÃO DO ERRO ASSOCIADO À IDADE OBTIDA.....                                   | 43 |
| 4.6.   | IRRADIAÇÃO DAS AMOSTRAS.....   | 44 |
| 4.7.   | TRATAMENTO TÉRMICO.....  | 45 |
| 4.8.   | TESTE DE PLATEAU.....  | 46 |
| 4.9.   | CURVA DE CALIBRAÇÃO OBTIDA PELO MÉTODO DE DOSE ADITIVA.....                      | 46 |
| 4.10.  | CONSTRUÇÃO DA CURVA $T_m - T_{stop}$ .....                                       | 46 |
| 4.11.  | SEPARAÇÃO DO PICO DE 325 °C.....   | 47 |
| 5.     | RESULTADOS E DISCUSSÃO.....  | 48 |
| 5.1.   | DIFRATOGRAMA DA AMOSTRA.....   | 48 |
| 5.2.   | CURVAS DE EMISSÃO TERMOLUMINESCENTE.....   | 50 |
| 5.3.   | CURVAS DE EMISSÃO TL APÓS EXPOSIÇÃO À LUZ SOLAR.....                             | 51 |
| 5.4.   | CURVA DE EMISSÃO APÓS IRRADIAÇÃO POR UV.....                                     | 54 |
| 5.5.   | CURVAS DE EMISSÃO TERMOLUMINESCENTE APÓS IRRADIAÇÃO $\gamma$ .....               | 57 |
| 5.6.   | TESTE DE PLATEAU.....  | 60 |
| 5.7.   | CURVA DE CRESCIMENTO DO SINAL DE TL EM FUNÇÃO DE DOSE ADICIONAL.....             | 63 |
| 5.8.   | ESTIMATIVA DA DOSE EQUIVALENTE ( $De$ ).....                                     | 66 |
| 5.9.   | DECAIMENTO DO SINAL TERMOLUMINESCENTE EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA.....              | 69 |
| 5.10.  | CURVAS DE $T_m - T_{stop}$ .....   | 73 |

|       |   |    |
|-------|---|----|
| 5.11. | MÉTODO DE PLATEAU.....  | 77 |
| 5.12. | ENERGIA DE ATIVAÇÃO OBTIDA PELO MÉTODO DE CRESCIMENTO INICIAL.....  | 79 |
| 5.13. | ENERGIA CALCULADA PELA FORMA DO PICO.....                           | 83 |
| 5.14. | PICOS ISOLADOS E PARÂMETROS DO PICO.....                            | 84 |
| 5.15. | AVALIAÇÃO DA IDADE DO SEDIMENTO PELO MÉTODO PROPOSTO POR IKEYA..... | 86 |
| 5.16. | AVALIAÇÃO DO FATOR DE CORREÇÃO.....                                 | 89 |
| 6.    | CONCLUSÕES.....   | 90 |
| 7.    | PLANO DE DESENVOLVIMENTO FUTURO.....                                | 92 |
| 8.    | REFERÊNCIAS.....  | 93 |

# 1. INTRODUÇÃO

O registro dos depósitos sedimentares cenozóicos preservados na Depressão Periférica Paulista (unidade geomorfológica representada por uma área rebaixada, com altitudes de 500 a 700 metros, de origem e desenvolvimento erosivos) é ainda pouco caracterizado e entendido <sup>[1]</sup>. As interpretações paleoambientais, as possíveis idades, a gênese, a história geológica e a própria contextualização estratigráfica dessas ocorrências são precárias e controvertidas <sup>[2]</sup>. A formação geológica Rio Claro não escapa à regra. Trata-se do mais expressivo registro sedimentar cenozóico embutido na Depressão Periférica Paulista, o que levou diversos pesquisadores a tentar entendê-lo associando-o à sedimentação que o produziu com formas de relevo.

Alguns autores designam de formação geológica Rio Claro a junção das formações geológicas Rio Claro, Pirassununga e Santa Rita do Passo Quatro <sup>[3]</sup>.

A formação geológica Rio Claro é caracterizada por depósitos neocenozóicos que recobrem extensas áreas no estado de São Paulo. Esses depósitos sedimentares ocorrem em níveis escalonados na paisagem, vinculados a fases de aplainamento. Suas espessuras máximas variam de 20 a 40 m <sup>[3]</sup>. Os depósitos sedimentares atribuídos a esta unidade geológica ocorrem mais extensamente no platô do município de Rio Claro e, de forma mais descontínua, nas proximidades do limite leste da Depressão Periférica, junto ao Planalto Atlântico.

A formação geológica Rio Claro é constituída por quatro litofácies principais <sup>[4]</sup>:

1. Lamitos de processos gravitacionais (ocorre principalmente próximo aos relevos mais acidentados do limite leste da Depressão Periférica, junto ao Planalto Atlântico);
2. Cascalhos e areias de canais e barras fluviais;
3. Areias finas de rompimento de diques marginais;
4. Argilas de transbordamento em planícies de inundação.

Além dessas quatro litofácies principais, a formação geológica Rio Claro apresenta um horizonte delgado de conglomerados basal, cuja constituição reflete a contribuição de rochas sedimentares do substrato. Essas litofácies reconhecidas na formação geológica Rio Claro indicam sedimentação em ambiente fluvial meandrante, no qual se admite baixos gradientes e clima úmido <sup>[1]</sup>. Quanto às relações estratigráficas, a formação geológica Rio Claro aparece principalmente sobreposta à formação geológica Corumbataí. E, segundo análise petrográfica,

é constituída predominantemente por arenitos, onde o principal constituinte detrítico da estrutura é o quartzo.

A formação geológica Rio Claro tem despertado interesse econômico pelo alto teor de sílica dos arenitos nela encontrados, sendo foco de pesquisa e exploração mineral de areia industrial para vidros e moldes de fundição <sup>[2]</sup>. Grande parte dos conhecimentos sobre essa formação geológica foi adquirida nas décadas de 60 e 70 por meio de estudos geológicos e geomorfológicos <sup>[5-12]</sup>. Apesar da significativa contribuição e avanço resultantes de tais estudos, existem várias questões não completamente esclarecidas, dentre as quais cabem destacar a história evolutiva cenozóica e a geocronologia dos depósitos <sup>[2,3]</sup>.

A idade da formação geológica Rio Claro encontra-se em aberto. Algumas ferramentas aplicadas, tais como geomorfologia e paleontologia estrutural e sedimentológica não estabelecem um posicionamento cronológico preciso. A formação geológica Rio Claro apresenta impressões de folhas e caules, pistas de prováveis crustáceos de água doce, impressão de inseto e oogônios de carófitas, porém os fósseis presentes ainda não permitiram atribuir-lhe idade precisa. Os elementos disponíveis até o momento dão conta de que a idade da formação geológica Rio Claro ainda deve ser considerada indefinida, apesar de alguns argumentos paleontológicos e geomorfológicos apontarem para uma idade neogênica (Mioceno – Pleistoceno) <sup>[3,4]</sup>.

De modo a contribuir com os conhecimentos sobre a formação geológica Rio Claro, o presente trabalho objetiva um estudo da formação geológica em nível geocronológico. Sua prática se dará por meio de investigação de camadas de sedimentos de áreas selecionadas, através de datações utilizando o método da termoluminescência (TL).

A técnica da TL está sendo utilizada neste estudo, pois é suposto que os sedimentos ao longo da sua deposição foram submetidos à intensa luz solar, “zerando” desta forma a termoluminescência induzida até então nos grãos de quartzo constituintes dos sedimentos. Baseado neste fato, a TL encontrada nos sedimentos é devida a sua indução após a sedimentação <sup>[13]</sup>. Desta forma, a datação do quartzo significa de maneira direta a datação do sedimento.

Esse método tem sido aplicado com sucesso a datações de sedimentos cenozóicos, onde o princípio básico é similar ao utilizado para material arqueológico <sup>[14]</sup>.

## **OBJETIVOS**

O presente estudo tem como objetivo geral estabelecer um protocolo de procedimentos experimentais para a datação de sedimentos utilizando a técnica da termoluminescência, no laboratório de datação arqueológica do DFQ – UNESP/ Ilha Solteira.

Para tal, fazem parte deste objetivo os seguintes tópicos:

- Caracterizar as propriedades termoluminescentes de amostras de sedimentos coletados da formação geológica Rio Claro;
- Desenvolver procedimentos para avaliar as idades dessa formação de sedimentos, aplicando a correção de idades proposta por Ikeya.

## 2. TERMOLUMINESCÊNCIA (TL)

### 2.1. *BREVE HISTÓRICO DA TERMOLUMINESCÊNCIA*

Em 1663, Robert Boyle relatou à Royal Society de Londres “que observou uma emissão estranha de luz, quando um cristal de diamante foi submetido a um processo de aquecimento”. Esta foi a primeira manifestação do fenômeno da TL registrada com caráter científico.

Em 1895, Wiedemann e Schmidt, irradiando a fluorita com raios catódicos, observaram que o mineral emitia luz intensa quando sujeito a aquecimento. Constataram, ainda, que o material irradiado apresentava TL mesmo depois de algumas semanas de armazenamento. Esta foi a primeira vez em que a TL foi estudada para detectar radiação ionizante.

Apesar de o fenômeno ser conhecido há algumas centenas de anos, somente por volta de 1930, estudos sistemáticos do mesmo foram iniciados por Urbach. Nesses estudos, foi relacionada à chamada energia de ativação de uma armadilha de portadores de carga presente na banda proibida do material com o pico correspondente na curva de emissão TL. Em 1945, Randall e Wilkins formalizaram a teoria da termoluminescência. Eles formularam um modelo teórico para a curva de emissão baseado numa cinética de primeira ordem <sup>[15]</sup>.

Em 1947, Farrington Daniels e colaboradores <sup>[16]</sup> iniciaram uma série de experiências na Universidade de Wisconsin (EUA) visando à utilização da TL na dosimetria de radiação (DTL), dando início a uma das mais importantes aplicações da TL. Mais tarde, em 1961, J.R. Cameron e colaboradores <sup>[17]</sup>, na mesma universidade, estudaram as propriedades termoluminescentes do Fluoreto de Lítio (LiF), culminando com o desenvolvimento, em colaboração com a Harshaw Chemical Company, de vários tipos de dosímetros de LiF dopados com Mg e Ti. Esses dosímetros, denominados por TLD-100, TLD-600 e TLD-700, são os dosímetros termoluminescentes comerciais mais utilizados atualmente.

Depois de 1950, outros grupos de pesquisa também estudaram o fenômeno da TL e sua utilização na dosimetria de radiação. Em 1956, no Naval Research Laboratory, Ginther e Kirk <sup>[18]</sup> desenvolveram o  $\text{CaF}_2 : \text{Mn}$ , um material usado na dosimetria TL.

Em 1962, dosímetros de  $\text{CaF}_2$  natural foram desenvolvidos na Bélgica. Nesta época, nos países da ex-URSS e Alemanha, pesquisas em termoluminescência também foram

desenvolvidas. Nas décadas de 1970 e 1980 o uso da dosimetria termoluminescente (DTL) cresceu rapidamente, devido não só a sua eficiência, mas também, em razão das vantagens técnicas e econômicas que o método apresenta.

Em 1967, a pesquisa em TL e suas aplicações foram introduzidas no Brasil por Shigueo Watanabe, do Instituto de Física da USP <sup>[19-23]</sup>.

Os primeiros trabalhos sobre datação de sedimentos utilizando a termoluminescência são de Shelkopyas e Morozov <sup>[24]</sup>. Em 1965, eles reconheceram a possibilidade de datar por termoluminescência sedimentos que sofreram iluminação. Nos anos seguintes, grande quantidade de trabalhos sobre loess (sedimento eólico amarelado encontrado na Europa, Ásia e América do Norte) e outros sedimentos foram realizados na União Soviética e na China. Somente idades TL relativas foram obtidas devido à insuficiência nos métodos utilizados, principalmente para estimar taxa de dose <sup>[25]</sup>.

Huntley e Jonhson, em 1976, observaram que a termoluminescência natural de sedimentos do fundo do mar do Norte do Pacífico aumentava com a profundidade e, concluíram que a datação de sedimentos por meio da termoluminescência era possível.

Morozov em 1969, Shelkoplays em 1971 e Huntley e Jonhson em 1976 apresentaram evidências de que a iluminação por luz solar e a trituração mecânica são capazes de remover uma grande fração de portadores de cargas armadilhados nos níveis metaestáveis da banda proibida dos dosímetros constituintes dos sedimentos. E essas ações ocasionam a redução do sinal de termoluminescência natural <sup>[14]</sup>.

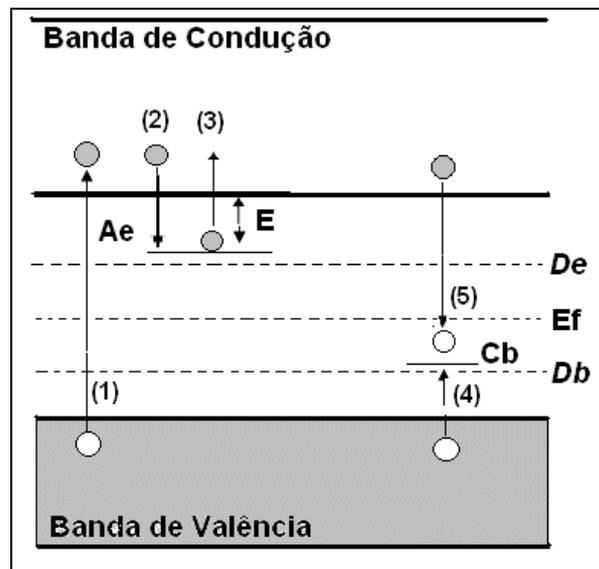
Em 1979, Wintle e Huntley propuseram que os grãos de quartzo e feldspato poderiam ser utilizados para datar o tempo decorrido desde a última vez em que esses foram expostos à luz solar, isto é, o período de deposição <sup>[26]</sup>. Em 1980, eles analisaram uma série de testes sobre a eficiência da luz solar na remoção da termoluminescência pré existente. Observaram que, embora a redução do sinal seja no início muito rápido, existe um sinal residual pequeno,  $I_0$ , que não pode ser removido <sup>[14]</sup>. Os trabalhos de Wintle e Huntley forneceram importantes embasamentos para o alcance de datação TL absoluta de sedimentos <sup>[25]</sup>.

Estudos da datação por TL, durante o período de 1988 a 1996, tiveram grande impacto sobre a cronologia da ocupação humana da Austrália. Constatou-se que o calendário da chegada humana no continente obtido pela TL se aproximou ao da datação por radiocarbono <sup>[26]</sup>.

## 2.2. TERMOLUMINESCÊNCIA

A TL é um fenômeno apresentado, em geral, por materiais isolantes e alguns semicondutores. Quando uma amostra desse material, previamente irradiado com algum tipo de radiação ionizante (raios X ou gama, feixe de partículas carregadas, etc.), é aquecida, parte da energia absorvida durante a irradiação é liberada sob a forma de luz.

A emissão TL pode ser explicada através do modelo de bandas de energia <sup>[27]</sup>. A Figura 1 apresenta o esquema de banda de energia com apenas dois níveis localizados, a armadilha de elétrons  $A_e$  e o centro de recombinação  $C_b$ , em que um buraco poderá ser capturado.



**Figura 1.** Modelo de banda de energia com dois níveis energéticos na banda proibida. Os elétrons são liberados das armadilhas  $A_e$  por excitação térmica e recombina-se com os buracos capturados em  $C_b$ . Os círculos brancos representam os buracos e os círculos escuros representam os elétrons. <sup>[27]</sup>

A radiação incidente transfere aos elétrons da banda de valência, por processo fotoelétrico ou Compton, energia suficiente para serem promovidos à banda de condução onde se movem livremente (transição 1). Uma fração desses elétrons é aprisionada em níveis de energia existentes na banda proibida (transição 2), produzidos por defeitos na rede cristalina, como vacâncias, impurezas (átomos estranhos à rede), etc. Esses níveis de energia, denominados de armadilhas de portadores de cargas, são caracterizados pela sua profundidade  $E$ , em unidades de energia. Se  $E$  (energia de ativação) for pequena, o elétron aprisionado tem probabilidade considerável de escape, mas se ela for grande, a meia-vida da carga torna-se também grande. De uma forma simétrica, armadilhas de buracos também passam a existir

(transição 4). A liberação dos elétrons (transição 3) ou buracos aprisionados pode ocorrer com o aquecimento da amostra. Uma vez libertos, os elétrons (buracos) se recombinam com os buracos (elétrons) aprisionados nas armadilhas (transição 5), emitindo luz <sup>[28]</sup>. O centro onde ocorre esta recombinação chama-se centro de luminescência.

A curva que se obtém, registrando a luz TL em função do tempo ou da temperatura de aquecimento, chama-se curva de emissão. Cada grupo de armadilhas de portadores de carga corresponde a um pico na curva de emissão. A temperatura em que se dá o máximo do pico depende da profundidade  $E$  da armadilha de portadores de carga e da taxa de aquecimento <sup>[27]</sup>. A altura de um pico, assim como a área debaixo de sua curva, está relacionada à dose de radiação com que a amostra foi irradiada.

Outra forma de se liberar os elétrons aprisionados pela radiação ionizante é através da exposição da amostra à luz, conhecida como esvaziamento ou clareamento. Este fenômeno é apresentado por alguns materiais e o quartzo é um deles <sup>[29]</sup>.

### 2.3. *APLICAÇÕES DA TERMOLUMINESCÊNCIA*

As principais aplicações da TL referem-se à dosimetria de radiação (DTL) e à datação arqueológica e geológica. Na dosimetria, sua aplicação abrange a área da saúde, ciências biológicas, proteção radiológica e controle. Na datação, é possível obter idades de cerâmicas, cinzas de fogueiras, estalagmite e estalactite, lavas e camadas de sedimentos <sup>[30]</sup>.

O princípio físico fundamental que possibilita o uso da TL em dosimetria é a relação entre a intensidade de TL e à dose de radiação acumulada no material. Em um sistema ideal, o sinal TL é diretamente proporcional à dose absorvida, em um amplo intervalo de doses. No laboratório, é possível construir uma curva de calibração da intensidade TL em função da dose, utilizando doses conhecidas e avaliando as intensidades TL resultantes da exposição à essas doses. Como resultado, a dose resposta pode ser calibrada, e doses desconhecidas podem ser determinadas através da medida da intensidade TL e comparando-as com um sinal de calibração. O método pode ser utilizado para medir doses tão pequenas quanto àquelas ocasionadas pelo ambiente natural, sobre um período de vários dias, ou doses muito altas liberadas de reatores nucleares <sup>[31]</sup>.

Nas aplicações em arqueologia e geologia, a utilização do quartzo como dosímetro é vantajosa devido à sua abundância na crosta terrestre e também por apresentar estabilidade térmica em sua TL, possibilitando obter idades além de 100.000 anos. O quartzo sendo quase livre de radioatividade no interior de seus grãos absorve uma grande dose somente de radiação  $\gamma$  e cósmica. Devido à uma característica de penetração na matéria, nos grãos de quartzo apenas um ou dois milímetros externos recebem radiação  $\beta$  e somente 20  $\mu\text{m}$  externo recebe radiação  $\alpha$  <sup>[32]</sup>.

Elementos radioativos (como tório (*Th*), urânio (*U*), potássio (*K*) e rubídio) estão presentes na crosta terrestre e sofrem decaimento radioativo a longo prazo ( $> 10^6$  anos). Quando minerais como quartzo ou feldspato (usados como dosímetros luminescentes) são expostos à radiação ionizante, elétrons podem ser liberados dentro da rede cristalina e difundir na proximidade de defeitos na rede, onde podem ser aprisionados. O número de elétrons armadilhados aumenta proporcionalmente com a duração e intensidade da exposição à radiação. Subseqüente aquecimento ou iluminação de um mineral durante um evento, ou artificialmente no laboratório, pode liberar elétrons armadilhados. Os elétrons desarmadilhados podem retornar ao centro de recombinação, podendo emitir parte da energia absorvida durante a irradiação na forma de fóton, ou podem ser armadilhados em outro sítio de defeito.

Durante um evento de desarmadilhamento (como o cozimento da cerâmica, o aquecimento de rochas ou, a exposição à luz de um depósito sedimentar), as cargas que foram previamente armadilhadas pelos minerais constituintes são removidas. Esse evento demarca o ponto zero do relógio cronológico <sup>[33]</sup>. Assim, a luz termoluminescente emitida pelo dosímetro em análise corresponderá ao período posterior a esse evento.

Uma irradiação adicional ao dosímetro com fontes de radiação calibrada em laboratório permite a determinação da sensibilidade do material. Ou seja, é possível construir uma curva de calibração relacionando a intensidade da luz termoluminescente a valores de dose de radiação conhecidos. Com este conhecimento é possível calcular a quantidade total de radiação absorvida usando a intensidade de luz termoluminescente apresentada pelo dosímetro.

A idade de uma amostra é calculada pela equação:

$$\text{Idade (ka)} = \text{dose equivalente (Gy)} / \text{taxa de dose (Gy/ka)} \quad (1)$$

A dose equivalente (*De*) corresponde à dose de radiação, medida em laboratório, que a amostra absorveu no ambiente devido à radiação natural, desde algum evento de ajuste do

relógio cronológico. A taxa de dose é a quantidade de dose a qual a amostra tem estado exposta por unidade de tempo <sup>[34]</sup>.

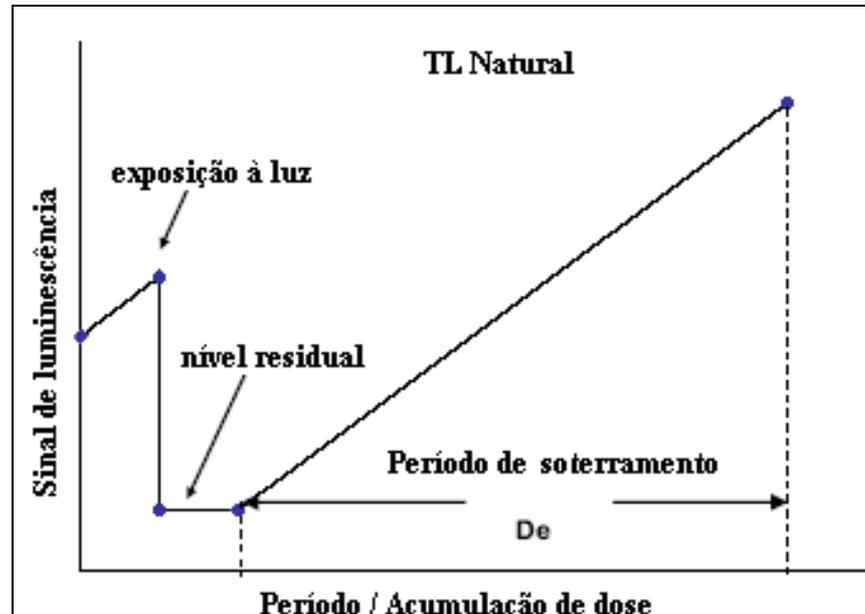
## 2.4. *DATAÇÃO DE SEDIMENTOS POR TL*

Vários pesquisadores têm utilizado a técnica da termoluminescência para obter a idade de deposição dos sedimentos <sup>[25]</sup>. Dentre os sedimentos estudados podem ser citadas as dunas de areia, sedimentos de oceano, sedimentos em lagos preenchidos por derretimento de geleiras e pó incorporado ao gelo <sup>[24]</sup>, loess, sedimentos glaciais <sup>[35]</sup>, dentre outros.

A datação de sedimentos de sítios arqueológicos pela técnica da TL tem permitido responder a várias questões <sup>[26]</sup>. Dentre estas pode ser citada a possibilidade de determinar quando o homem esteve presente em uma localização geológica específica, como mostrada pela datação de sedimentos vizinhos de restos humanos ou artefatos <sup>[36]</sup>. Também, é possível informar se os homens tiveram ou não efeito sobre o meio ambiente. A datação de seqüência sedimentar tem fornecido informação sobre práticas agrícolas de vários milênios, relacionando atividades agrícolas históricas com processos de erosão do solo. Registro de movimento de areia em áreas costeiras possibilita mostrar sua ocorrência em uma escala de tempo histórica e dessa maneira verificar se a degradação do solo está relacionada à agricultura nessas áreas <sup>[37]</sup>. A datação de sedimentos tem contribuído com a determinação de períodos de ocorrência de eventos e processos glaciais terrestres <sup>[35]</sup>. Além disso, auxilia na predição da probabilidade de ocorrência de terremotos, como também pode fornecer informações a respeito do último movimento das placas tectônicas em região de abalos sísmicos <sup>[38]</sup>.

O princípio de datação por TL de sedimentos quaternários é similar àquele utilizado em materiais arqueológicos queimados e vulcânicos. Em materiais queimados e vulcânicos o evento que determina o marco zero do relógio cronológico para eles é o aquecimento desses materiais a temperaturas elevadas. Esse tipo de aquecimento remove completamente o sinal TL do mineral. Para sedimentos, o evento que marca o ponto zero do relógio cronológico é a exposição do sedimento à luz. A exposição à luz, chamado de branqueamento, remove a parte opticamente sensível do sinal luminescente do mineral e reduz o sinal TL ao nível residual. O nível residual da TL é o ponto a partir do qual o sinal TL geológico é acumulado depois do

soterramento <sup>[34]</sup>. Quando o sedimento é coberto como resultado de subsequente sedimentação, a termoluminescência começa a acumular. Desta forma, a intensidade TL medida corresponde ao período desde a última exposição solar <sup>[25,39,40]</sup>( Figura 2). É observado que quanto mais profunda for à deposição do sedimento, mais antigo ele será.



**Figura 2.** Um diagrama do ciclo de TL geológica de um mineral que não sofreu aquecimento: o sinal de TL é reduzido ao nível residual pela exposição à luz. O sinal de TL é aumentado após o soterramento do sedimento. A TL natural é o sinal de TL no período de coleta da amostra. <sup>[34]</sup>

A datação por termoluminescência baseia-se na relação entre a intensidade TL apresentada pelo sedimento e a dose de radiação absorvida por ele. A intensidade da TL natural está relacionada à dose de radiação ionizante (radiação cósmica e radioatividade de urânio, tório e potássio) recebida pelos minerais constituintes do sedimento (quartzo ou feldspato) durante o período de soterramento. Se a taxa de dose anual de radiação e a dose de radiação absorvida durante o período de soterramento (paleodose) pelo material são definidas, a idade TL para o sedimento pode ser determinada pela equação (1) <sup>[41]</sup>.

A dose absorvida é avaliada utilizando a intensidade TL apresentada pelo sedimento. Em laboratório, o sinal TL natural apresentado pelo sedimento é comparado com sinais TL do mesmo material que tenha recebido doses artificiais de valores conhecidos. Essa comparação é realizada por meio da utilização de uma curva de calibração. A curva de calibração é construída registrando o sinal TL em função da dose. Através da curva de calibração é possível avaliar qual foi a dose necessária para produzir a intensidade TL apresentada pelo sedimento.

Para a determinação da paleodose é necessário conhecer qual o nível residual atingido pelo sedimento durante o período de deposição. A dose acumulada desde a deposição é proporcional à diferença entre a dose que produza a TL total apresentada pelo sedimento no período de coleta da amostra e a dose que produza a TL residual.

A redução da TL ao nível residual depende de vários fatores incluindo: a natureza dos minerais, as condições e duração da exposição à luz, e o espectro de luz. Muitas vezes, durante o evento de deposição do sedimento, o nível residual da TL não é atingido. Em razão de a TL residual ter que ser subtraída da TL total medida, sua avaliação correta torna-se um problema crítico na datação de sedimentos. Assim, as condições de deposição podem somente ser deduzidas, pois não é simples avaliar de modo preciso a quantidade de clareamento atingido quando o sedimento foi coberto por uma camada de depósito sedimentar recentemente <sup>[42]</sup>.

Para sedimentos jovens é observada certa inconveniência na determinação de sua idade. Essa inconveniência é devido à incerteza na determinação da magnitude da componente residual do sinal TL que não é removida pela exposição à luz solar <sup>[43,44]</sup>. Este fato dificulta a avaliação de sua idade pelo método. Porém, a datação por TL de sedimentos antigos se faz muito útil.

Diferentes métodos foram propostos para separar a TL pós-deposição da TL residual obtida na deposição, e assim medir a dose de radiação absorvida pelo sedimento durante o período de soterramento, *De*.

## 2.5. DETERMINAÇÃO DA PALEODOSE

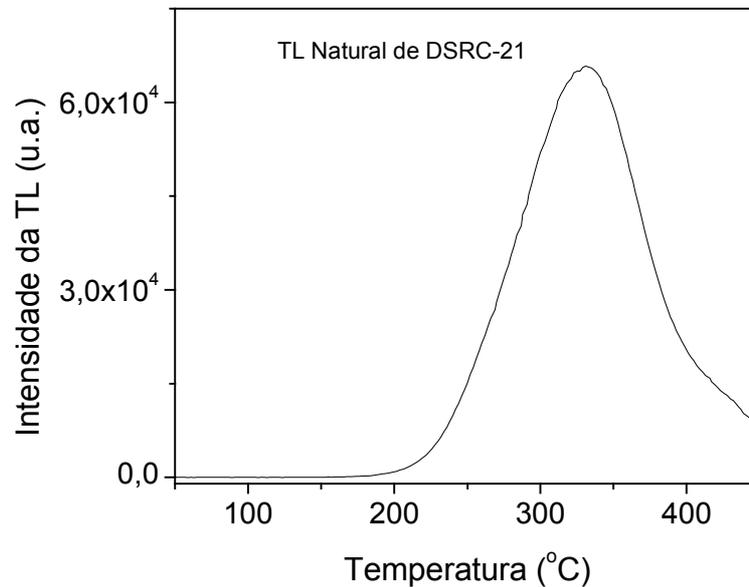
As idades termoluminescentes dos sedimentos são calculadas segundo a expressão <sup>[45]</sup>:

$$I = \frac{P}{(DA_{\gamma} + DA_{\beta} + DA_{rc})} \quad (2)$$

onde *I* é a idade em anos, *P* é a paleodose (Gy), que corresponde a energia total absorvida pelo sedimento devido a incidência de radiação ionizante; *DA<sub>γ</sub>*, *DA<sub>β</sub>* e *DA<sub>rc</sub>* são as taxas de doses anuais (Gy/ano) relativas às radiações gama, beta e raios cósmicos, respectivamente.

No laboratório é obtida a curva de emissão termoluminescente, que é característica de cada material. Ela representa a intensidade TL emitida pelo dosímetro em função da

temperatura de aquecimento. A intensidade TL aumenta proporcional à dose que é absorvida pelo dosímetro, podendo atingir um máximo. A Figura 3 mostra a curva de emissão da TL natural de grãos de quartzo constituintes do sedimento sob estudo.



**Figura 3.** Curva de emissão da TL natural dos grãos de quartzo da amostra DSRC-21.

A intensidade da TL natural ( $TL_{nat}$ ) do sedimento apresentada na curva de emissão pode ser descrita através da expressão:

$$I_{nat} = I_0 + I_d \quad (3)$$

onde  $I_0$  é o nível residual da TL que é atingido pelo sedimento durante a deposição e  $I_d$  é a TL induzida pela dose de radiação ambiente acumulada posterior a deposição. Reescrevendo a expressão em termos de dose de laboratório que reproduza a mesma intensidade TL tem-se:

$$D_{nat} = D_0 + P \quad (4)$$

onde  $D_0$  é a dose residual e  $P$  é a paleodose, ou seja a dose equivalente ( $De$ ).

Experimentos mostram que é possível reproduzir em laboratório a intensidade da TL residual apresentada pelo sedimento durante sua deposição. A redução é obtida por expor o dosímetro à luz solar ou a lâmpada ultravioleta por um determinado período <sup>[25]</sup>. No caso da exposição do dosímetro à luz solar, 86 horas de exposição reduz o sinal termoluminescente ao nível residual, segundo os resultados obtidos e que serão apresentados mais adiante.

Estimativas da dose equivalente,  $De$ , são determinadas pela comparação do sinal TL natural com sinais TL de amostras irradiadas em laboratório. Um meio comum de fazer essa

comparação é pelo uso da curva de dose resposta (curvas de crescimento) <sup>[32]</sup>. Três métodos que possibilitam a estimativa da dose equivalente serão apresentados a seguir.

### 2.5.1. MÉTODO DE REGENERAÇÃO TOTAL

Wintle e Prozyńska, em 1982, sugeriram o método de regeneração total. Por comparação, o método avalia a dose de radiação ionizante que produz o sinal de TL regenerado de mesma intensidade que o observado na amostra em seu estado ‘natural’.

Em laboratório, a amostra é submetida à prolongada exposição à luz até que o sinal TL seja reduzido a nível residual não branqueável (branqueamento total). Em seguida, a amostra é dividida em várias alíquotas. Cada alíquota recebe doses regenerativas à dose residual. Uma curva de crescimento de TL regenerada é construída em função da dose adicionada. A paleodose,  $De$ , é tomada como aquela dose regenerativa que é necessária para reproduzir o nível TL natural, comparando o sinal TL natural com o sinal TL regenerado em laboratório após branqueamento artificial. (Figura 4) <sup>[25, 32, 46]</sup>

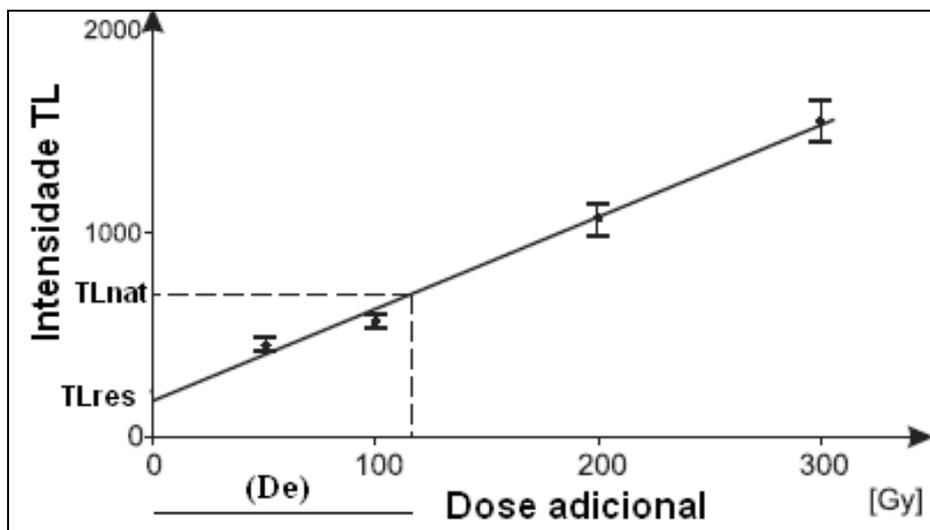


Figura 4. Ilustração da determinação da dose equivalente ( $De$ ) pelo método de regeneração. <sup>[46]</sup>

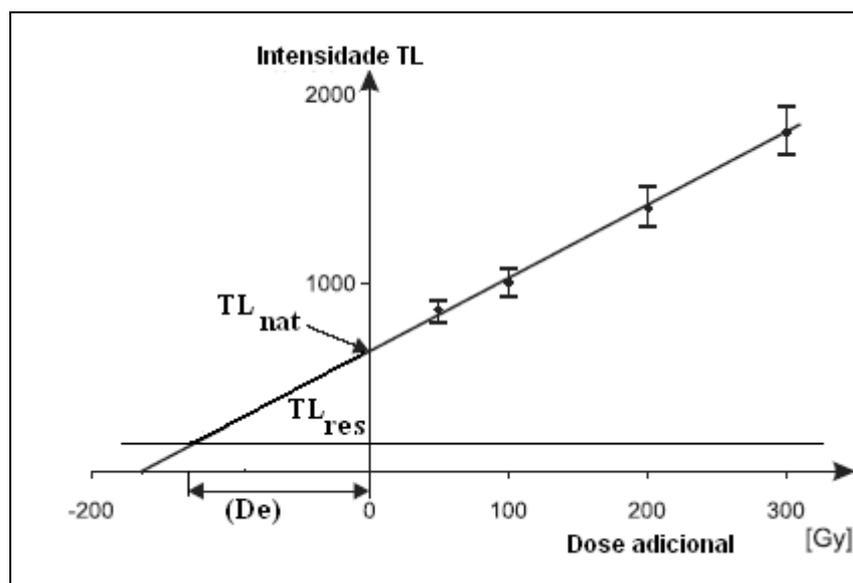
Uma grande vantagem do método de regeneração total é que ele pode ser utilizado para amostras antigas, onde a TL natural está sobre a parte não linear da curva de crescimento. <sup>[46]</sup>

### 2.5.2. MÉTODO DE DOSE ADITIVA

O método de dose aditiva envolve a extrapolação da curva de crescimento de TL em função da dose de radiação adicionada em laboratório, para alíquotas contendo dose natural, e o conhecimento do nível TL residual.

Em laboratório, uma amostra é dividida em alíquotas iguais. Uma alíquota é utilizada para medir a TL natural. Às outras alíquotas são dadas várias doses de radiação de uma fonte artificial em adição a dose natural preexistente. Uma curva de crescimento da TL é construída em função das doses adicionadas à dose natural.

Uma alíquota é exposta à luz até atingir o nível residual. Com o valor do nível TL residual obtido é construída uma reta. A  $De$  é obtida pela intersecção da curva de crescimento do sinal TL em função da dose com a curva da TL residual. (Figura 5) <sup>[25,46]</sup>

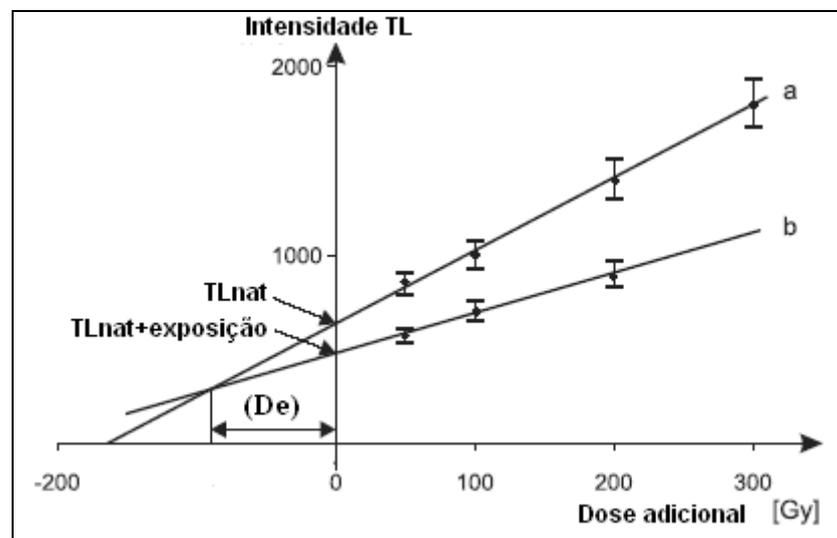


**Figura 5.** Ilustração da determinação da dose equivalente ( $De$ ) pelo método de dose aditiva. <sup>[46]</sup>

### 2.5.3. MÉTODO RΓ (MÉTODO DE BRANQUEAMENTO PARCIAL)

Wintle e Huntley, em 1980, propuseram o branqueamento parcial R-gamma. O método consiste em construir duas curvas de crescimento da intensidade TL em função da dose adicional no mesmo gráfico. O ponto de intersecção das duas curvas corresponde à dose equivalente,  $De$ .

Em laboratório, uma amostra é dividida em dois grupos de alíquotas iguais. Uma alíquota é utilizada para medir a TL natural. Às outras alíquotas dos dois grupos são dadas várias doses de radiação de uma fonte artificial em adição a dose natural preexistente. Um grupo de alíquotas é utilizado para a construção de uma curva de crescimento da intensidade de TL em função da dose adicional (curva 'a'). O outro grupo é exposto à luz solar ou a luz UV por um período de tempo e em seguida é utilizado para a construção de outra curva de crescimento da intensidade de termoluminescência em função da dose adicional (curva 'b'). O ponto de intersecção das duas curvas de crescimento corresponde a  $De$ . (Figura 6) <sup>[25,46]</sup>



**Figura 6.** Ilustração da determinação da dose equivalente ( $De$ ) pelo método RΓ. A linha (a) representa a curva de crescimento da parcela com dose aditiva. A linha (B) representa a parcela com dose aditiva exposta à luz. <sup>[46]</sup>

Devido à proximidade da inclinação das curvas, um valor preciso de  $De$  somente pode ser obtido com curvas de crescimento linear. O método também pode ser aplicado para curvas de crescimento levemente não linear. Ele será inadequado para a situação em que a TL se aproxima da saturação, pois apresentará incertezas nas extrapolações. <sup>[47]</sup>

## 2.6. *TAXA DE DOSE NATURAL*

A dose de radiação natural medida por TL é originada da irradiação contínua de raios cósmicos e de materiais radioativos (como tório (*Th*), urânio (*U*), potássio (*K*) e rubídio) presentes no ambiente onde o sedimento se manteve soterrado.

A avaliação da taxa de dose da região de origem dos sedimentos não foi realizada neste trabalho. Foi adotado o valor médio da taxa de dose no Brasil, que é suposto ser 1,6 mGy/a<sup>[48]</sup>. O valor médio da taxa de dose adotado é a média das contribuições das taxas de dose anuais decorrentes de radiação beta, gama e raios cósmicos.

### 3. MÉTODOS DE ANÁLISE DA CURVA DE EMISSÃO TL

#### 3.1. *TESTE DE PLATEAU*

A avaliação da estabilidade da curva de emissão é necessária. Com essa avaliação é possível determinar a porção da curva que é favorável para ser utilizada na datação do sedimento. Essa avaliação é conhecida como ‘teste de Plateau’ e consiste em comparar a curva de emissão natural com uma curva de emissão artificial <sup>[32]</sup>, obtida em laboratório.

Em laboratório, a amostra é dividida em duas alíquotas. Uma alíquota é utilizada para leitura da TL natural. A outra alíquota é irradiada com uma dose conhecida por uma fonte artificial ( raios  $\gamma$  de fonte de cobalto), em seguida é realizada a leitura de sua TL artificial. É realizada a comparação entre a curva de emissão natural e a curva de emissão artificial. Uma razão constante entre as curvas indica que nessa região de ‘Plateau’, o decaimento da TL ao longo do período posterior à deposição foi insignificante.

A Figura 7 mostra o procedimento para a avaliação do teste de Plateau. A curva  $N$  ilustra uma curva de emissão natural, enquanto que a curva  $N+\beta$  representa uma curva de emissão artificial irradiada por dose conhecida. Os pontos representam a razão entre  $N/(N+\beta)$ . A região de temperaturas onde a razão consiste em um patamar, chamado de ‘Plateau’, é a de interesse para a realização da datação do sedimento, compreendendo a região de temperaturas elevadas. <sup>[49]</sup>

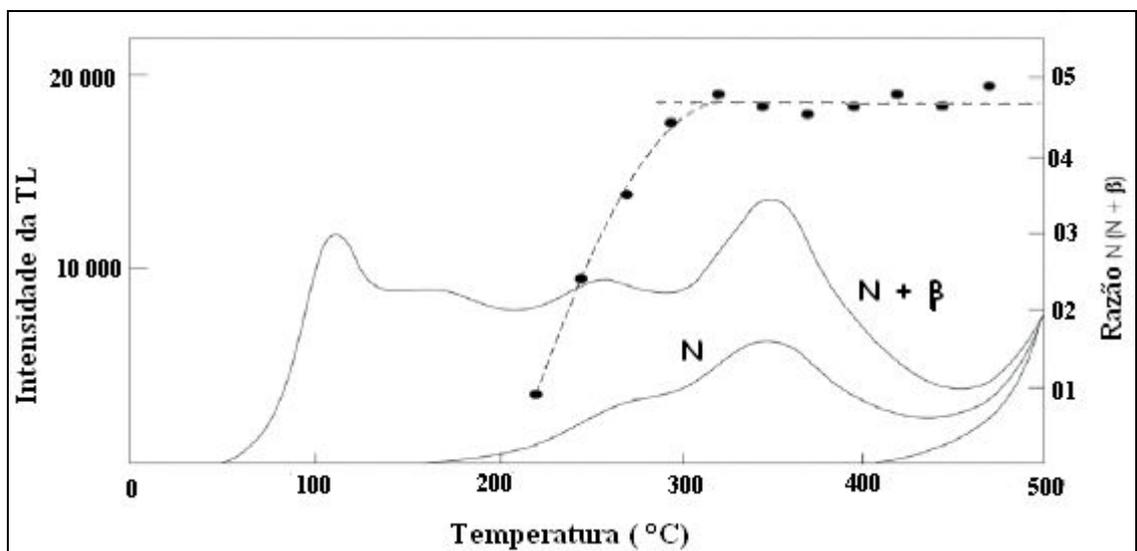


Figura 7. Ilustração do teste de Plateau. <sup>[50]</sup>

### 3.2. **MÉTODO $T_m - T_{stop}$**

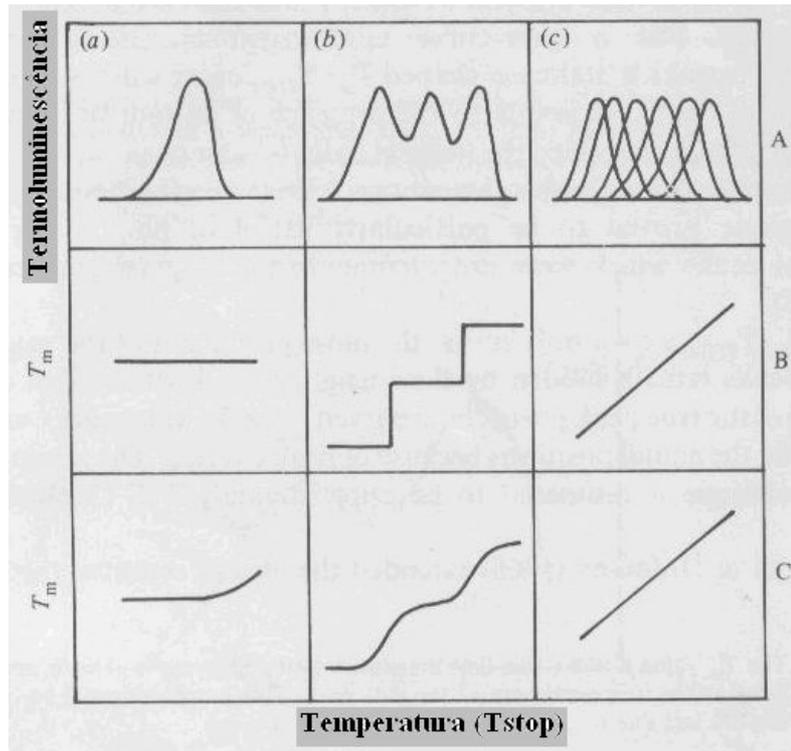
A curva de emissão natural termoluminescente pode apresentar mais de um pico em sua composição. E muitas vezes esses picos apresentam-se sobrepostos. A identificação do número de picos que compõe a curva de emissão e a temperatura na qual ocorre o máximo de cada pico é necessária para calcular os parâmetros da curva de emissão.

Mckeever, em 1980, propôs o método  $T_m - T_{stop}$  para resolução de picos.  $T_m$  é a temperatura onde o máximo do pico ocorre e,  $T_{stop}$  é a temperatura na qual a amostra é aquecida antes de ser realizada a leitura TL. O método consiste em acompanhar a posição de ocorrência do pico da curva de emissão TL à medida que  $T_{stop}$  é elevada.

A amostra é aquecida, em uma taxa linear de aquecimento, até uma temperatura ( $T_{stop}$ ) correspondente ao início do primeiro pico da curva de emissão termoluminescente. Após, ela é rapidamente resfriada à temperatura ambiente e é realizada a leitura da termoluminescência remanescente, na mesma taxa de aquecimento. A posição de máximo do pico da curva de emissão é observada. O processo completo é então repetido sobre outra amostra utilizando um novo valor de  $T_{stop}$ . A cada novo processo,  $T_{stop}$  é aumentado de dois a três graus. A curva de  $T_m$  versus  $T_{stop}$  é obtida por registrar o valor de  $T_m$  correspondente a cada  $T_{stop}$ .

Para picos de cinética de primeira ordem não é observado deslocamento de  $T_m$ , pois ele é independente da concentração inicial de cargas armadilhadas (Figura 4, coluna *a*, linha *a*). Entretanto, para picos que não obedecem à cinética de primeira ordem observa-se uma mudança na posição do pico para temperaturas mais altas, enquanto a concentração inicial de cargas armadilhadas é reduzida (Figura 8, coluna *a*, linha *b*).

Uma curva de emissão composta de um único pico apresentará uma curva  $T_m-T_{stop}$  como apresentado pela Figura 8 coluna *a*. Para curva de emissão contendo picos termoluminescentes separados, a curva  $T_m-T_{stop}$  terá formato de escada (Figura 8 coluna *b*). Cada região plana na curva é devido à presença de um pico individual. Uma curva de emissão composta por uma distribuição quase contínua de picos apresenta uma curva  $T_m-T_{stop}$  como uma linha inclinada (Figura 8 coluna *c*).



**Figura 8.** Esquema da curva  $T_m$ - $T_{stop}$  para termoluminescência de primeira (linha B) e segunda ordem (linha C). A coluna (a) mostra um único pico e a curva  $T_m$ - $T_{stop}$  correspondente à cinética de primeira e segunda ordem. A coluna (b) mostra a curva  $T_m$ - $T_{stop}$  em forma de escada como resultado da sobreposição de picos. Uma sobreposição próxima, ou uma distribuição quase contínua de picos (coluna c) produz uma linha de inclinação aproximadamente 1,0. <sup>[51]</sup>

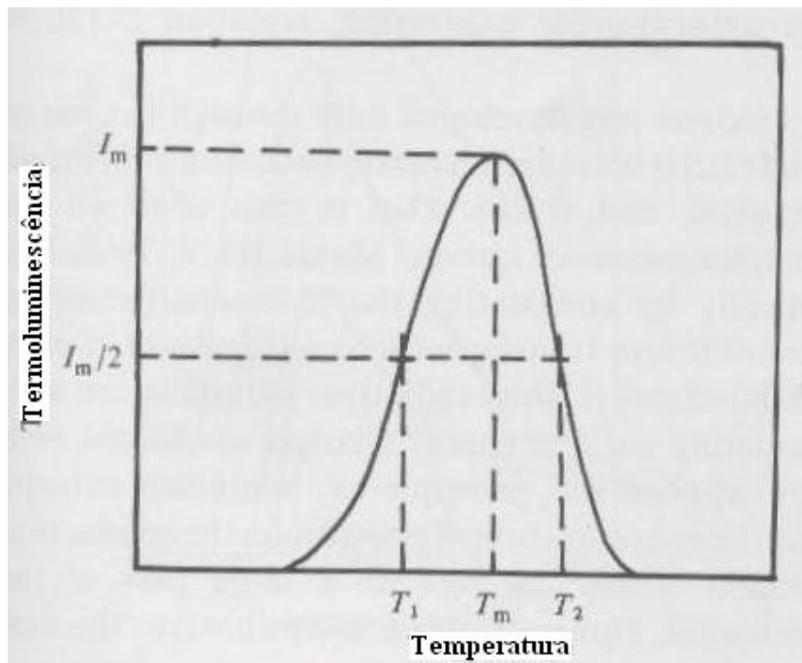
A curva  $T_m$ - $T_{stop}$  somente mostra os picos mais intensos – picos muito pequenos permanecem escondidos por seus vizinhos. Além disso, somente estimativas da verdadeira posição dos picos são dadas. Os valores de  $T_m$  são usualmente maiores que a verdadeira posição real em razão da sobreposição de picos. <sup>[52]</sup>

### 3.3. MÉTODOS DE ANÁLISE DA CURVA DE EMISSÃO

Cada pico que compõe a curva de emissão termoluminescente está associado a uma determinada armadilha de portadores de carga presente na banda proibida do cristal. As armadilhas são caracterizadas por parâmetros físicos que incluem a profundidade da armadilha ( $E$ ) e o fator de frequência ( $s$ ). Para a aplicação das propriedades termoluminescentes em dosimetria ou datação é necessário o conhecimento desses parâmetros físicos.

### 3.3.1. MÉTODO DA FORMA DO PICO

Para melhor entendimento do método, a Figura 9 apresenta um pico de emissão termoluminescente hipotético.  $T_m$  é a temperatura do máximo do pico e,  $T_1$  e  $T_2$  são respectivamente as temperaturas inferior e superior onde a intensidade do pico de emissão é igual à metade de sua intensidade máxima <sup>[53, 54]</sup>.



**Figura 9.** Pico termoluminescente hipotético. Identificação dos pontos da curva utilizados para avaliar o fator geométrico ( $\mu_g$ ) e energia de ativação. <sup>[55]</sup>

Definem-se as relações:

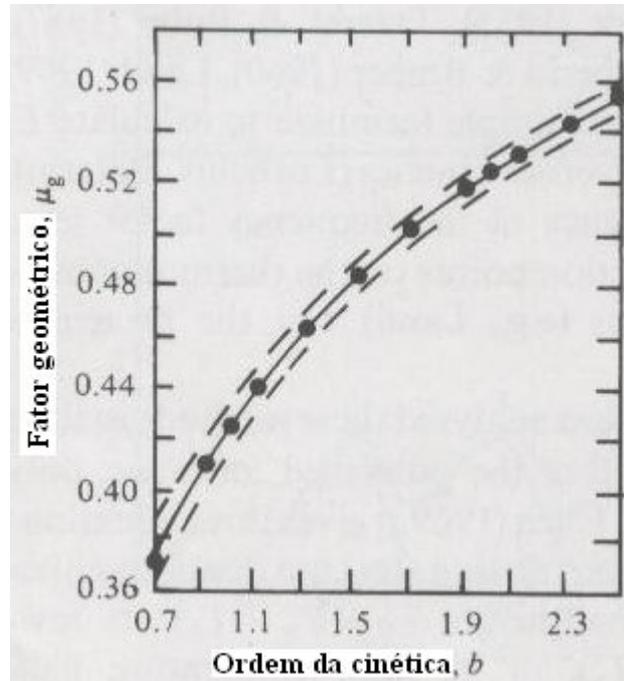
$$\begin{aligned}\omega &= T_2 - T_1 \\ \tau &= T_m - T_1 \\ \delta &= T_2 - T_m.\end{aligned}\tag{5}$$

A aplicação deste método requer o conhecimento da cinética de recombinação associada ao pico de emissão termoluminescente. Esta é determinada pelo fator geométrico ( $\mu_g$ ), definido como:

$$\mu_g = \delta / \omega\tag{6}$$

Os picos que obedecem à cinética de primeira ordem apresentam  $\mu_g$  igual a 0,42; enquanto que os de segunda ordem apresentam  $\mu_g$  igual a 0,52. Os picos termoluminescentes

podem apresentar ordens intermediárias para as quais  $0,42 < \mu_g < 0,52$ . Nesse caso, a ordem pode ser avaliada por conhecer  $\mu_g$  e utilizar a curva da Figura 10.



**Figura 10.** Fator geométrico calculado como função da ordem da cinética. A linha sólida é o valor médio, enquanto que as tracejadas correspondem às possíveis variações. <sup>[56]</sup>

A energia de ativação é calculada pela equação geral:

$$E = c_\gamma (kT_m^2 / \gamma) - b_\gamma (2kT_m) \quad (7)$$

onde  $k$  é a constante de Boltzmann,  $c_\gamma$  e  $b_\gamma$  são coeficientes que dependem da ordem da cinética do pico de emissão e do valor assumido pelo índice  $\gamma$ . O índice  $\gamma$  pode ser substituído por  $\omega$ ,  $\tau$  ou  $\delta$ . A Tabela I lista os valores das constantes  $c_\gamma$  e  $b_\gamma$  para cinéticas de primeira e segunda ordem.

**Tabela I.** Valores das constantes  $c_\gamma$  e  $b_\gamma$ . <sup>[57]</sup>

|            |          | Primeira ordem |          |          | Segunda ordem |          |  |
|------------|----------|----------------|----------|----------|---------------|----------|--|
| $\Gamma$   | $\omega$ | $\tau$         | $\delta$ | $\Omega$ | $\tau$        | $\delta$ |  |
| $c_\gamma$ | 2,52     | 1,51           | 0,976    | 3,54     | 1,81          | 1,71     |  |
| $b_\gamma$ | 1,0      | 1,58           | 0        | 1,0      | 2,0           | 0        |  |

Para cinética de ordem geral, os coeficientes dependerão do valor do fator geométrico obtido. E podem ser determinados pela utilização da Tabela II.

**Tabela II.** Valores das constantes  $c_\gamma$  e  $b_\gamma$  para o caso de ordem geral. <sup>[57]</sup>

| $\Gamma$   | $\omega$                  | $\tau$                   | $\delta$                  |
|------------|---------------------------|--------------------------|---------------------------|
| $c_\gamma$ | $2,52+10,2(\mu_g - 0,42)$ | $1,51+3(\mu_g - 0,42)$   | $0,976+7,3(\mu_g - 0,42)$ |
| $b_\gamma$ | 1,0                       | $1,58+4,2(\mu_g - 0,42)$ | 0                         |

### 3.3.2. MÉTODO DE CRESCIMENTO INICIAL

O método de crescimento inicial é o mais simples <sup>[58]</sup> para avaliar a energia de ativação de uma armadilha relacionada a um pico de emissão termoluminescente e, não depende da cinética envolvida no processo TL responsável pelo pico <sup>[59]</sup>. O método considera que na região de temperaturas relativas ao início da subida do pico de emissão termoluminescente, a taxa de variação da população de portadores de carga armadilhados é desprezível. Assim, a intensidade do pico em questão será igual a:

$$I(T) = C \exp(-E/kT) \quad (8)$$

Onde  $I(T)$  é a intensidade do pico de emissão TL para temperatura absoluta  $T$ ,  $E$  é a energia de ativação,  $k$  é a constante de Boltzmann e  $C$  é uma constante.

A solução da equação será:

$$\ln(I) = C_1 - E/kT \quad (9)$$

O gráfico de  $\ln(I)$  versus  $1/T$ , considerando as temperaturas relacionadas ao início da subida do pico de emissão TL, é uma reta cuja inclinação é igual a  $(-E/k)$ . Conhecendo-se a inclinação,  $E$  é facilmente calculado.

### 3.3.3. AVALIAÇÃO DO FATOR DE FREQUENCIA (s)

Os métodos forma do pico e crescimento inicial não calculam diretamente o valor do fator de frequência <sup>[60]</sup>. O valor de  $s$  é calculado substituindo os valores de  $E$  (calculado pelos métodos anteriormente apresentados),  $T_m$  (medido diretamente do pico de emissão termoluminescente) e  $\beta$  (a taxa de aquecimento conhecida) na equação <sup>[61]</sup>:

$$\beta E / kT_m^2 = s \exp(-E / kT_m) \quad (10)$$

### 3.4. MÉTODO PROPOSTO POR IKEYA PARA CORREÇÃO DO DECAIMENTO ESPONTÂNEO DO SINAL TL

O sinal de TL apresentado pelos materiais termoluminescentes presentes nos sedimentos sofre decaimento espontâneo à temperatura ambiente durante o longo período geológico pela presença da luz. O decaimento do sinal está relacionado à estabilidade térmica dos defeitos da rede cristalina do dosímetro. A região de altas temperaturas da curva de emissão termoluminescente também está sujeita a decaimento espontâneo.

A estabilidade térmica dos defeitos depende de suas propriedades e da temperatura do ambiente que o sedimento se encontra. O processo de ativação térmica é responsável pelo decaimento da concentração de defeitos ou, pela liberação de elétrons de armadilhas<sup>[62]</sup>. O tempo de vida ( $\tau$ ) do defeito, ou, o tempo gasto pelos elétrons dentro de uma armadilha eletrônica<sup>[63]</sup> depende da temperatura,  $T$ , e pode ser escrito como:

$$\tau^{-1} = s \exp(-E/kT) \quad (11)$$

Onde  $E$  é a energia de ativação,  $s$  é o fator de frequência e  $k$  a constante de Boltzmann. Os parâmetros  $E$  e  $s$  apropriados são obtidos pela análise da curva de emissão termoluminescente.

O sinal termoluminescente que é observado através da curva de emissão é a resultante entre formação de defeitos e seu decaimento à temperatura em que ocorre a radiação natural. A formação de defeitos durante irradiação natural a uma taxa de dose de radiação  $D$ , no ambiente em que o sedimento encontra-se depositado é dado por<sup>[64]</sup>:

$$\begin{aligned} \frac{dn}{dt} &= \alpha D \left( \frac{N_0 - bn}{N_0} \right) \\ \frac{dn}{dt} &= \alpha D - \frac{n}{[N_0 / (\alpha b D)]} \\ \frac{dn}{dt} &= \alpha D - n\tau_s \end{aligned} \quad (12)$$

- $n$  é a concentração de defeitos;
- $\alpha$  é eficiência de criação de defeitos [ $\text{cm}^{-3} \text{Gy}^{-1}$ ] (é a concentração de defeitos por  $\text{cm}^{-3}$  produzida pela radiação e, depende apenas da sensibilidade do material);
- $N_0$  é o número de sítios disponível na rede;
- $b$  é chamado de volume de interação. Um defeito produzido na vizinhança de outro defeito a certa distância deste não é estável, pois os defeitos podem interagir entre si. Um volume,  $b$ ,

com determinado número de átomos, conterà apenas um defeito estável, e se tornará ineficiente para a produção de outros defeitos <sup>[65]</sup>;

-  $\tau_s$  é chamado de tempo de saturação. É o tempo necessário para preencher todos os sítios da rede com volume  $b$  a uma taxa de dose natural  $D$ .

A concentração de defeitos  $n$  durante o tempo  $t$  de irradiação será:

$$n = \alpha D \tau_s [1 - \exp(-t / \tau_s)] \quad (13)$$

Essa é a equação da curva de crescimento de defeitos. A saturação da curva é obtida tomando  $n = 0$  em  $t = 0$ :

$$n_s = \alpha D \tau_s \quad (14)$$

A saturação da produção de defeitos ocorre devido ao equilíbrio obtido entre produção por radiação natural e o decaimento dos defeitos na natureza. A formação e decaimento espontâneo dos defeitos na natureza são descrito usando o tempo de vida dos defeitos,  $\tau$ :

$$\begin{aligned} \frac{dn}{dt} &= \alpha D \left(1 - \frac{bn}{N_0}\right) - \frac{n}{\tau} \\ \frac{dn}{dt} &= \alpha D - n \left(\frac{1}{\tau_s} + \frac{1}{\tau}\right) \\ \frac{dn}{dt} &= \alpha D - \frac{n}{\tau_e} \end{aligned} \quad (15)$$

-  $\tau_e$  é o tempo de vida efetivo, o qual considera o tempo de vida dos defeitos ( $\tau$ ) e o tempo necessário para o preenchimento de todos os sítios da rede disponíveis ( $\tau_s$ ), com volume  $b$ . Ele é definido como

$$\frac{1}{\tau_e} = \frac{1}{\tau_s} + \frac{1}{\tau} \quad (16)$$

A concentração de armadilhas responsáveis pelo sinal da TL, que é observado, pode então ser definida utilizando o tempo efetivo e é obtida pela solução da equação acima:

$$n = \alpha D \tau_e (1 - e^{-t/\tau_e}) \quad (17)$$

Na datação por termoluminescência é suposto que a irradiação artificial gera a mesma curva de emissão termoluminescente que a irradiação natural <sup>[66]</sup>. Porém, a curva que descreve o crescimento do sinal de TL como uma função da irradiação natural não é em geral conhecida. A informação sobre essa função pode somente ser obtida através da curva gerada por irradiação artificial. Esta exige que o crescimento do sinal de TL dependa exclusivamente da dose recebida. A suposição pode ser incorreta porque a irradiação natural ocorre em um

período de tempo muito longo comparado ao da irradiação artificial. Dessa forma, o decaimento térmico do sinal natural deveria ser considerado.

O método de dose aditiva é aplicado para avaliação da produção de defeitos em laboratório. Através do método é possível obter uma curva de saturação para a formação de defeitos. A formação de defeitos na rede cristalina do material durante irradiação aditiva em laboratório, a uma taxa de dose de radiação de laboratório  $D'$  será:

$$\frac{dn}{dt} = \alpha D' \left( \frac{N_0 - bn}{N_0} \right)$$

$$\frac{dn}{dt} = \alpha D' - n\tau'_s \quad (18)$$

-  $\tau'_s$  é o tempo necessário para preencher todos os sites da rede com volume  $b$  a uma taxa de dose artificial  $D'$ .

A concentração de defeitos  $n$  durante o tempo  $t'$  de irradiação será:

$$n = \alpha D' \tau'_s [1 - \exp(-t' / \tau'_s)] \quad (19)$$

A concentração de defeitos  $n$  é aumentada como função da dose de radiação absorvida da irradiação artificial,  $Q'$ , que é igual ao produto da taxa de dose aditiva  $D'$  e o tempo de irradiação  $t'$  em laboratório <sup>[67]</sup>. Assim:

$$Q' = D' \cdot t' \quad (20)$$

Quando  $n = 0$  e  $t = 0$  o valor da concentração de saturação de defeitos formados no dosímetro pode ser observado e será igual à  $n_s = \alpha D' \tau'_s$ . A saturação do crescimento da curva de emissão artificial pode ser escrita como:

$$n = n_s (1 - e^{-1}) = 0,63212 \cdot n_s \quad (21)$$

Essa concentração de defeitos  $n$  é obtida quando o tempo de irradiação em laboratório for igual a  $\tau'_s$ . A dose de radiação artificial absorvida para produzir essa concentração  $n$  de defeitos será  $Q = D' \tau'_s$ .

A taxa de dose de radiação artificial  $D'$  dada em laboratório ao dosímetro é muito maior que a taxa de dose de radiação natural  $D$  a qual ele esteve exposto durante o período geológico. Dessa forma, o tempo de vida de saturação  $\tau_s$  na natureza é muito maior que o tempo  $\tau'_s$  obtido em laboratório. Ambos os tempos de vida de saturação são escritos como:

$$\tau'_s = N_0 / \alpha b D' \quad \text{e} \quad \tau_s = N_0 / \alpha b D \quad (22)$$

e podem ser relacionados por  $\tau'_s \cdot D' = \tau_s \cdot D$ .

Através da curva de saturação obtida em laboratório pelo método de dose aditiva é possível obter diretamente os valores do tempo de vida de saturação dos defeitos na natureza ( $\tau_s$ ) e a concentração de saturação ( $n_s$ ). Antes é necessário substituir  $n$  por  $I$  (intensidade de termoluminescência). Substituindo o valor de  $I_s$  obtido por observar a curva de saturação em:  $I = I_s \cdot (1 - e^{-t/\tau_s})$ , a intensidade  $I$  é encontrada. Da curva de saturação é possível avaliar diretamente qual é o valor da dose,  $Q$ , que foi necessária para produzir esta intensidade TL. Essa dose  $Q$  é igual a:

$$Q = \tau_s' \cdot D' \quad \text{e} \quad Q = \tau_s \cdot D \quad (23)$$

$$\text{Logo, } \tau_s = \frac{Q}{D}.$$

Define-se  $I_e$  como a intensidade de emissão termoluminescente apresentada pelo sedimento após sua coleta. A intensidade de emissão termoluminescente apresentada é a resultante entre formação de defeitos e o decaimento espontâneo do sinal TL à temperatura ambiente. E pode ser escrita como:

$$I_e = \alpha D \tau_e (1 - e^{-t/\tau_e})$$

$$I_e = I_{se} (1 - e^{-t/\tau_e}) \quad (24)$$

$I_{se}$  é obtida por ser comparada com a intensidade de saturação da curva de crescimento construída em laboratório por meio do método de dose aditiva. Assim:

$$\frac{I_{se}}{I_s} = \frac{\alpha D \tau_e}{\alpha D' \tau_s'}$$

$$I_{se} = I_s \cdot (D \tau_e / D' \tau_s') \quad (25)$$

$$I_{se} = I_s \cdot (D \tau_e / Q)$$

Substituindo a equação (25) em (24), obtém-se:

$$I_e = [I_s \cdot (D \tau_e / Q)] \cdot (1 - e^{-t/\tau_e}) \quad (26)$$

A equação (26) possibilita avaliar a verdadeira idade do sedimento em estudo. A intensidade de emissão termoluminescente  $I_e$  é substituída pela intensidade apresentada pela curva de emissão termoluminescente natural. Em especial, a intensidade onde o máximo do pico ocorre [48].

## 4. MATERIAIS E EXPERIMENTOS

### 4.1. MATERIAL

Os sedimentos em análise constituem a formação geológica Rio Claro, localizada no centro leste do estado de São Paulo.

Para a caracterização por termoluminescência foram utilizadas cinco parcelas sedimentares, denominadas de DSRC 09, DSRC 10, DSRC 21, DSRC 22 e DSRC 23. As parcelas foram aleatoriamente coletadas de seções colunares cravando tubos de PVC com 75 cm de comprimento e 2 polegadas de diâmetros em sentido horizontal nos perfis, de modo a evitar o recebimento de radiação solar. Em câmara escura foram retiradas dos tubos e embaladas em sacos pretos. Todas recolhidas pela professora doutora Maria Rita Caetano Chang, do Instituto de Geociências da Unesp do campus de Rio Claro.

Em laboratório, as amostras foram mantidas em estufa por 12 horas a 80 °C, para a remoção de umidade. Na ausência de luz, as amostras foram submetidas a tratamento químico para a separação dos grãos de quartzo (o dosímetro a ser utilizado para as leituras de termoluminescência) das parcelas sedimentares. As amostras permaneceram em água régia por 26 horas. Após, foram lavadas com água destilada e deionizada para a remoção de material orgânico. Em seguida, as amostras foram mantidas por 9 minutos em ácido fluorídrico para remoção da camada externa dos grãos de quartzo e neutralizado com solução de hidróxido de sódio.

Com a utilização de peneiras analíticas (Figura 11), grãos de quartzo de dimensões entre 75 e 180  $\mu\text{m}$  foram selecionados para realização da caracterização. Segundo Yukimitu<sup>[68]</sup>, as dimensões selecionadas são aquelas adequadas para a leitura da termoluminescência do quartzo.



**Figura 11.** Peneiras analíticas.

Após o processo de preparação e seleção, as amostras foram acondicionadas em embalagens escuras para serem protegidas de qualquer tipo de iluminação.

#### 4.2. *TÉCNICA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X*

A análise por difração de raios X possibilita avaliar a composição do material que será utilizado na caracterização por TL. A avaliação é importante, pois permite confirmar se o material obtido pelo tratamento químico foi mesmo o quartzo, como era esperado. A análise foi realizada no DFQ – UNESP/ Ilha Solteira com a utilização do difratômetro da marca Shimadzu XRD 6000. Os parâmetros utilizados foram: varredura de 10 a 60 °, velocidade de varredura 2 °/min com um patamar de 0,02°. Para análise do difratograma foi utilizado o software Crystallographica Search-Match.

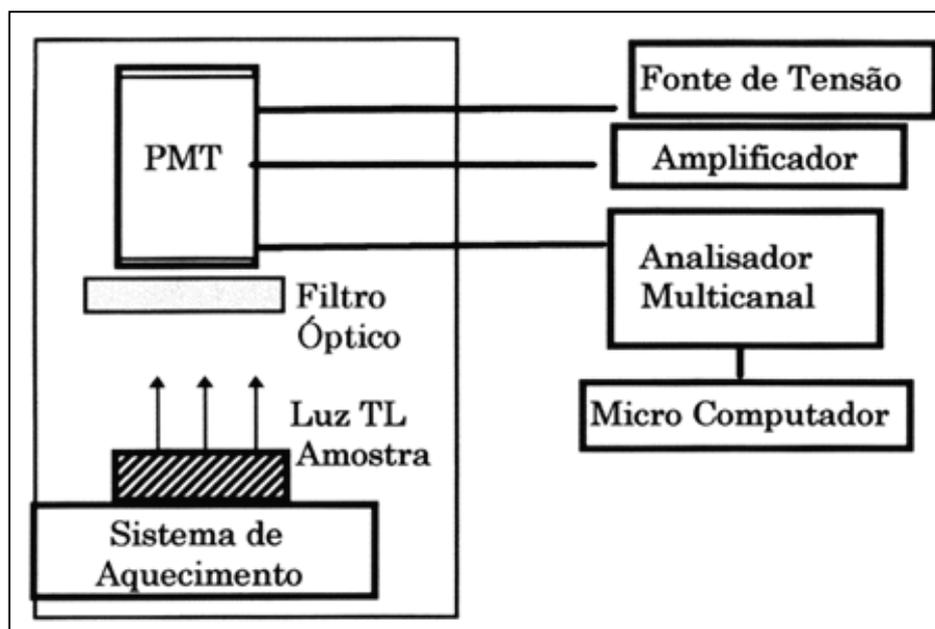
#### 4.3. *TÉCNICA DA TERMOLUMINESCÊNCIA*

As amostras foram caracterizadas utilizando a técnica da termoluminescência. A caracterização foi realizada no laboratório de datação arqueológica do departamento de Física e Química da UNESP de Ilha Solteira. Para efetuar as leituras utilizou-se o aparelho leitor TL comercial da marca Harshaw, série 3500 (Figura 12).



Figura 12. Leitor comercial TL da marca Harshaw série 3500 do laboratório de datação arqueológica do departamento de Física e Química da UNESP de Ilha Solteira.

O aparato experimental necessário para a observação da luz emitida pelos dosímetros presentes no sedimento, o quartzo, é constituído de um dispositivo para aquecimento do dosímetro, uma válvula fotomultiplicadora para captar a luz emitida e, normalmente um filtro óptico que permite a eliminação da influência de emissão infravermelha. A Figura 13 apresenta um esquema simplificado do sistema leitor TL utilizado.



**Figura 13.** Esquema simplificado de um sistema leitor TL.

O esquema de aquecimento consiste em colocar o dosímetro sobre uma lâmina metálica (liga de platina) que é alimentada por uma corrente elétrica. O intervalo de temperatura no qual o aparelho opera é de 25 a 500 °C. A taxa de aquecimento pode variar de 1 a 5 °C/s.

A fotomultiplicadora opera em um intervalo de voltagem de 500 a 1500 V, com fluxo de N<sub>2</sub> entre ela e a amostra, com o intuito de evitar sinal espúrio devido à presença de oxigênio e vapor de água durante o aquecimento da amostra.

O filtro óptico utilizado nas medidas de TL foi de 690 nm da Andover Corporation número 700FL07-50S. O intervalo de temperatura de aquecimento utilizado nas leituras do sinal de termoluminescência foi de 50 a 450 °C, a uma taxa constante de aquecimento de 5 °C/s. Sendo a fotomultiplicadora alimentada por 700 V.

A curva de emissão termoluminescente é construída utilizando a luz termoluminescente registrada pelo leitor em função do intervalo de temperatura de aquecimento. Cada curva de emissão termoluminescente é uma média de cinco leituras termoluminescente descontado o sinal de fundo.

#### 4.4. *AValiação da dispersão da massa das amostras*

Para a caracterização foram utilizadas amostras na forma de pó, com grãos de dimensões entre 75 e 180  $\mu\text{m}$ . Utilizou-se um bastão de lucite de orifício de 1,0 mm x 1,0 mm como padrão da quantidade de amostra para a realização das leituras.



**Figura 14.** Bastão de lucite utilizado como padrão para a quantidade de massa de amostra utilizada para a leitura TL e, funil utilizado para colocar a amostra na 'panelinha' do aparelho leitor TL.

O estudo da flutuação dos valores da massa utilizada em cada leitura TL faz-se necessário, pois quantidades de massas diferentes da utilizada como padrão afetarão a emissão do sinal TL das amostras em estudo. Para determinar o erro associado à dispersão da massa, 50 alíquotas de amostras foram obtidas utilizando o bastão de lucite. Em seguida, a massa de cada alíquota foi medida. A Tabela III lista o valor médio e o desvio padrão da massa utilizada para cada leitura do sinal de termoluminescência.

**Tabela III.** Dispersão da massa tendo o bastão de lucite como padrão de medida.

| <b>MASSA (mg)</b>      |      |                        |      |      |
|------------------------|------|------------------------|------|------|
| 14,8                   | 14   | 13,7                   | 15   | 15,1 |
| 14,3                   | 13,7 | 14,2                   | 14,7 | 14,3 |
| 14,2                   | 14   | 13,7                   | 14,4 | 14,6 |
| 13,9                   | 13,6 | 14,1                   | 14,6 | 15,1 |
| 14,7                   | 14,7 | 13,8                   | 14,7 | 14,8 |
| 14,4                   | 14,1 | 14,4                   | 15,2 | 14,7 |
| 14,6                   | 14,6 | 15,3                   | 15,4 | 15   |
| 13,7                   | 14,8 | 14,8                   | 15,3 | 14,8 |
| 13,9                   | 14,6 | 14,7                   | 15,2 | 15   |
| 14,2                   | 14,2 | 14                     | 14,4 | 14,7 |
| <b>MÉDIA = 14,5 mg</b> |      | <b>DESVIO = 0,5 mg</b> |      |      |

#### 4.5. *AValiação do erro associado à idade obtida*

O erro associado à idade calculada está relacionado à quantidade de massa utilizada nas leituras de termoluminescência e à taxa de dose recebida pelo sedimento durante o período de soterramento.

A taxa de dose anual pode assumir valores entre 1,6 mGy/a a 1,8 mGy/a. O valor utilizado para o cálculo da idade foi de 1,6 mGy/a, que é considerado ser a média de taxa de dose para o Brasil. Sendo assim, o erro associado a esse valor corresponde a 12,5 %.

O desvio da quantidade média de massa, 14,5 mg, é igual a 0,5 mg. Este desvio corresponde a um erro de 3,5 %.

O erro associado às idades obtidas para os sedimentos será:

$$\text{erro} = \sqrt{(3,5)^2 + (12,5)^2}$$

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

#### 4.6. *IRRADIAÇÃO DAS AMOSTRAS*

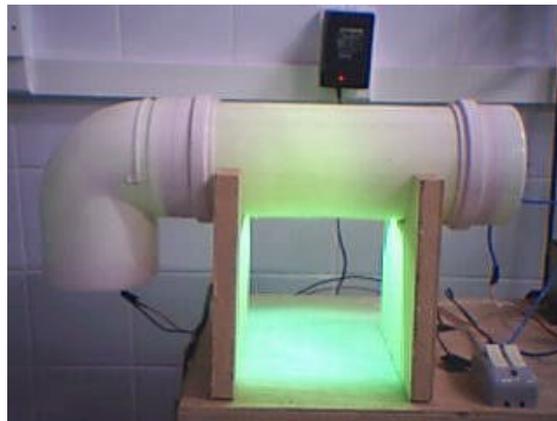
As amostras foram irradiadas com três fontes distintas:

- Luz solar em intervalos de 1, 3, 9, 14, 20, 40 e 86 horas;



**Figura 15.** Grãos de quartzo sobre placa de petri durante irradiação por luz solar.

- Luz ultravioleta de uma lâmpada comercial de mercúrio (500 W), com raia espectral centrada em 253,6 nm, instalada no laboratório de datação arqueológica do Departamento de Física e Química da UNESP/ Ilha Solteira; em intervalo de 2, 5, 7, 10, 15, 20 e 30 minutos.



**Figura 16.** Irradiador de luz ultravioleta.

- Raios  $\gamma$  de uma fonte de cobalto ( $^{60}\text{Co}$ ), instalada no CDTN – Centro de desenvolvimento de Tecnologia Nuclear da Comissão Nacional de Energia Nuclear, em Belo Horizonte. As doses adicionais de radiação artificial foram 100, 200, 300, 500, 1 000, 5 000, 10 000 e 50 000 Gy.

#### 4.7. *TRATAMENTO TÉRMICO*

Alíquotas de amostra foram embaladas em papel alumínio e submetidas a tratamento térmico. Cerca de 20 minutos foram necessários para ocorrer à estabilização do forno comercial, pré-aquecido, na temperatura desejada. Atingida a estabilidade, as amostras foram inseridas no forno e mantidas por cinco minutos.

O intervalo de temperatura utilizado para o tratamento térmico consistiu do início do pico de emissão termoluminescente até pouco depois do máximo do pico. As temperaturas médias utilizadas foram 176, 193, 203, 210, 224, 234, 244, 252, 260, 268, 279, 293, 303, 311, 325, 328, 347 e 359 °C.

O forno comercial utilizado para o tratamento térmico é da marca EDG Equipamentos modelo EDGCON 3P 1800. A calibração do forno foi realizada com a utilização de um multímetro da marca Minipa ET – 2040. A leitura registrada pelo multímetro foi feita pelo termopar do tipo K (cromel – alumel) colocado dentro do forno, de modo a permanecer bem próximo ao local de colocação da amostra.



**Figura 17.** Forno comercial e multímetro.

#### 4.8. *TESTE DE PLATEAU*

Para o teste de Plateau foram utilizadas duas alíquotas de mesma amostra. Uma alíquota foi utilizada para medir a luminescência natural ( $TL_{nat}$ ). A outra, foi irradiada artificialmente com raios  $\gamma$  de uma fonte de cobalto com uma dose de 1 kGy e submetida a leitura do sinal de termoluminescência artificial ( $TL_{irrad}$ ). A razão entre a  $TL_{nat}$  e a  $TL_{irrad}$  foi calculada.

#### 4.9. *CURVA DE CALIBRAÇÃO OBTIDA PELO MÉTODO DE DOSE ADITIVA*

Em laboratório as amostras foram irradiadas com radiação  $\gamma$ . Para cada dose artificial adicionada, uma curva de emissão termoluminescente foi obtida. Construiu-se uma curva de calibração registrando a intensidade de emissão termoluminescente em função da dose adicional artificial. As intensidades de emissão termoluminescente utilizadas na curva de emissão são aquelas observadas à temperatura de 330 °C em cada dose correspondente.

#### 4.10. *CONSTRUÇÃO DA CURVA $T_m - T_{stop}$*

Cada alíquota de amostra é aquecida a partir de 50 °C até uma temperatura arbitrária ( $T_{stop}$ ), a uma taxa de aquecimento constante de 5 °C/s. Em seguida, é resfriada muito rapidamente até a temperatura ambiente. Realiza-se a leitura do sinal termoluminescente e registra a temperatura em que o máximo do pico ocorreu ( $T_m$ ). O mesmo procedimento é repetido com outras alíquotas da mesma amostra, aumentando 3 °C o valor de  $T_{stop}$  a cada processo.

Uma curva é construída por registrar o valor de ocorrência do máximo do pico de emissão termoluminescente ( $T_m$ ) em função de  $T_{stop}$ .

#### 4.11. *SEPARAÇÃO DO PICO DE 325 °C*

Através do gráfico de  $T_m - T_{stop}$  é possível avaliar em qual região de temperatura da curva de emissão termoluminescente o pico se encontra. Dessa forma é possível definir o começo ( $T_i$ ) e o final do pico ( $T_f$ ).

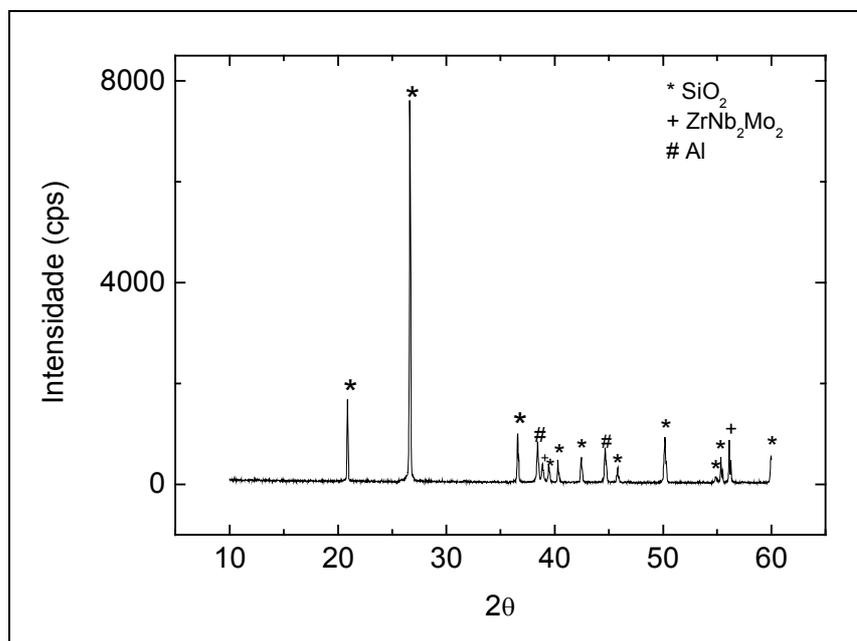
Duas alíquotas da mesma amostra foram utilizadas para a separação do pico. Uma alíquota foi aquecida até a temperatura do início do pico  $T_i$ , resfriada rapidamente até temperatura ambiente e realizado a leitura de emissão termoluminescente remanescente. Outra alíquota foi aquecida até a temperatura do final do pico  $T_f$ , resfriada rapidamente até a temperatura ambiente e realizado a leitura de emissão termoluminescente. O pico isolado é obtido pela diferença entre a curva de emissão termoluminescente  $T_i$  pela curva de emissão termoluminescente  $T_f$ . Ou seja,

$$\text{PICO} = I(T_i) - I(T_f) \quad (26)$$

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

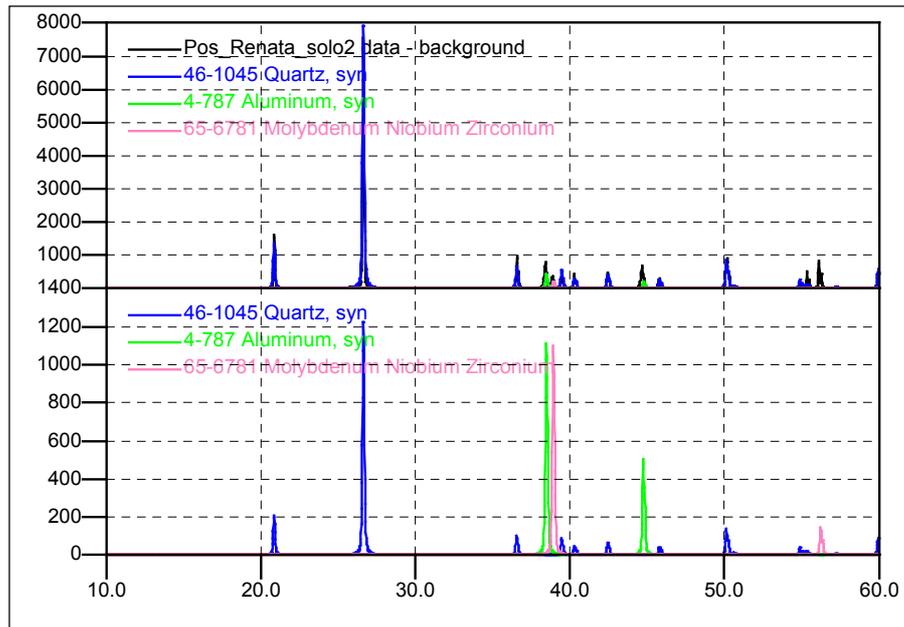
### 5.1. DIFRATOGRAMA DA AMOSTRA

O difratograma obtido para a amostra DSRC 21 apresenta claramente presença majoritária do mineral Quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), como esperado.



**Figura 18.** Difratograma da amostra DSRC 21 após tratamento químico.

A Figura 18 apresenta predominância de quartzo,  $\text{SiO}_2$ . A presença de alumínio no gráfico é devido à porta-amostra. É notada presença de  $\text{ZrNb}_2\text{Mo}_2$  em pequena concentração.



**Figura 19.** Difratoograma da amostra DSRC 21 (acima) e da carta do software (abaixo).

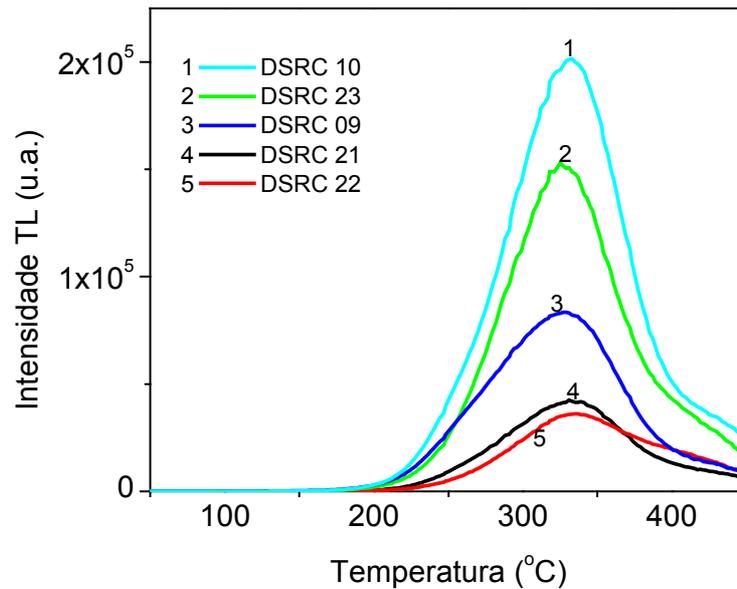
A amostra não apresenta orientação preferencial de crescimento, e tem seu pico mais intenso (100%) com  $I = 7.627$  cps, no plano (101), confirmando a informação da carta do software para o  $\text{SiO}_2$ . Abaixo, estão listados os planos com maiores intensidades da amostra (acima de 900 cps, pois os outros apresentavam intensidade muito baixa), a intensidade da amostra e da carta. É importante observar que as intensidades não sofreram alterações significativas.

**Tabela IV.** Parâmetros obtidos do difratograma.

| Planos | d (Å)  | Intensidade padrão (%) | Intensidade da amostra (%) |
|--------|--------|------------------------|----------------------------|
| (100)  | 4,2550 | 16                     | 22,29                      |
| (101)  | 3,3435 | 100                    | 100                        |
| (110)  | 2,4569 | 9                      | 12,62                      |
| (112)  | 1,8180 | 13                     | 12,81                      |

## 5.2. CURVAS DE EMISSÃO TERMOLUMINESCENTE

A Figura 20 mostra as curvas de TL natural das cinco parcelas sedimentares. Todas apresentam sinal termoluminescente entre 200 °C e 450 °C com pico em torno de 330 °C.



**Figura 20.** Curvas de emissão termoluminescente natural de DSRC 09, DSRC 10, DSRC 21, DSRC 22 e DSRC 23.

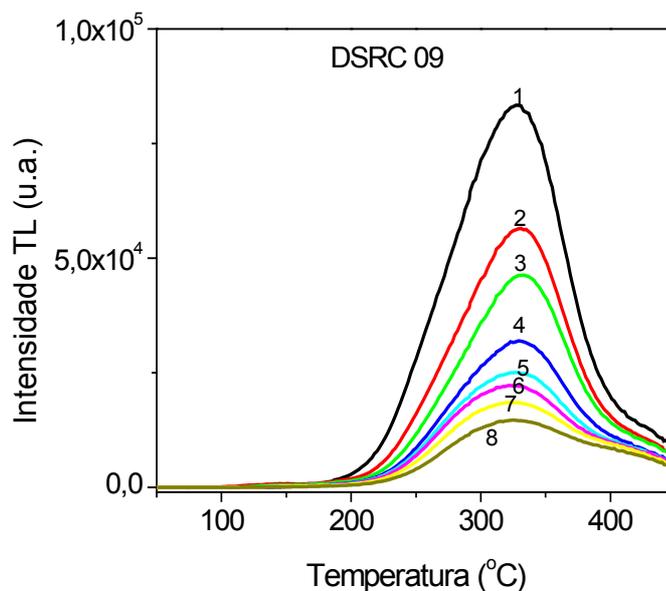
As amostras DSRC 09, DSRC 10 e DSRC 23 apresentam alturas de picos distintas. Porém, DSRC 21 e DSRC 22 exibem alturas de pico muito semelhantes. Isso pode indicar que o período de sedimentação para as duas amostras é o mesmo.

### 5.3. CURVAS DE EMISSÃO TL APÓS EXPOSIÇÃO À LUZ SOLAR

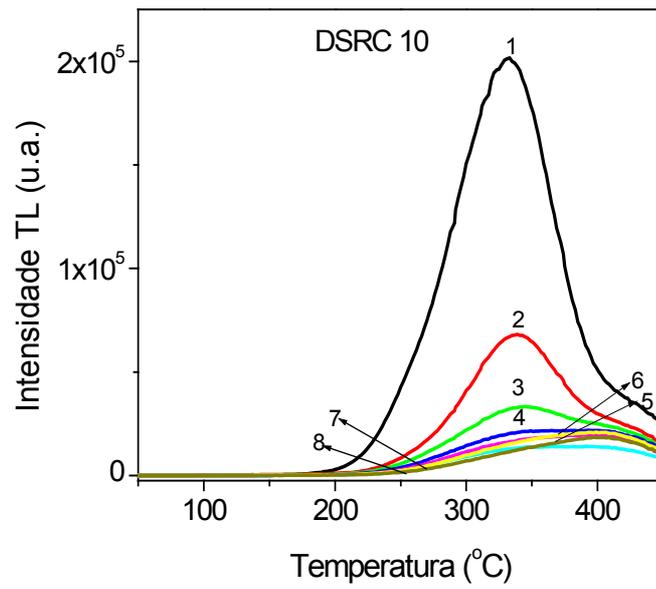
Por considerar que os sedimentos foram expostos à luz solar durante o evento de deposição, necessitou-se observar a influência dessa luz sobre a intensidade do sinal de termoluminescência.

As Figuras 21 a 25 apresentam as curvas de emissão termoluminescente resultantes da exposição das amostras à luz solar. Nas Figuras, cada curva de emissão corresponde a um período de exposição. Assim:

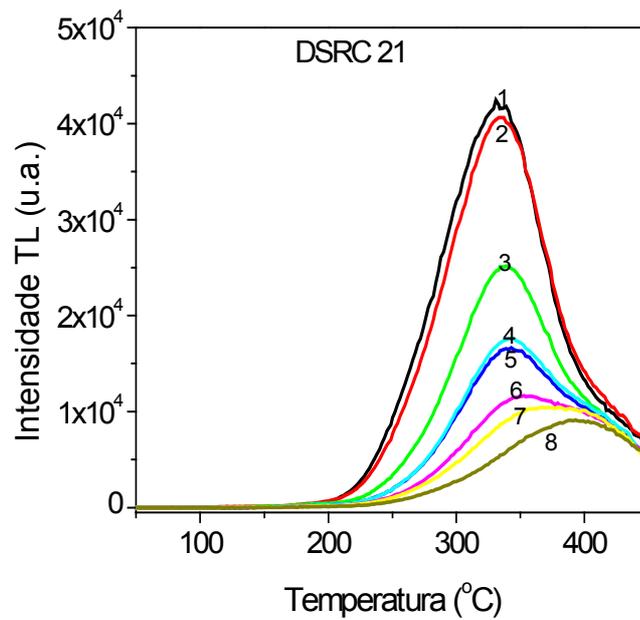
- Curva 1: curva de emissão termoluminescente natural sem exposição à luz;
- Curva 2: exposição solar por 1 hora;
- Curva 3: exposição solar por 3 horas;
- Curva 4: exposição solar por 9 horas;
- Curva 5: exposição solar por 14 horas;
- Curva 6: exposição solar por 22 horas;
- Curva 7: exposição solar por 40 horas;
- Curva 8: exposição solar por 86 horas.



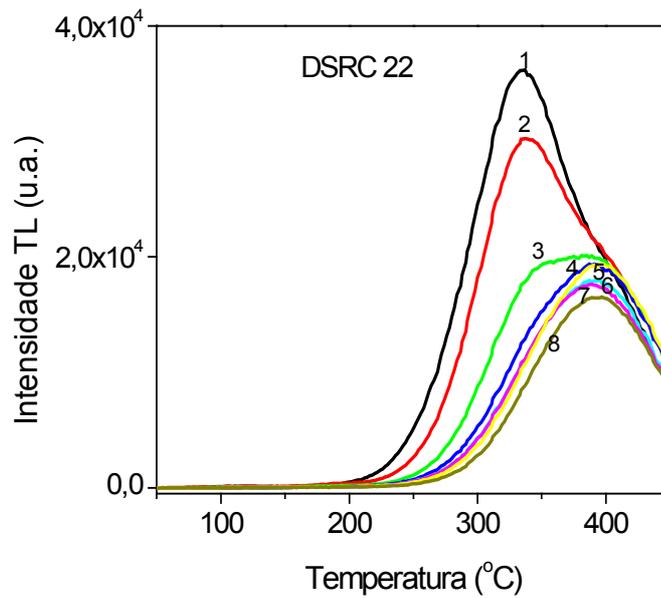
**Figura 21.** Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 09 após exposição à luz solar.



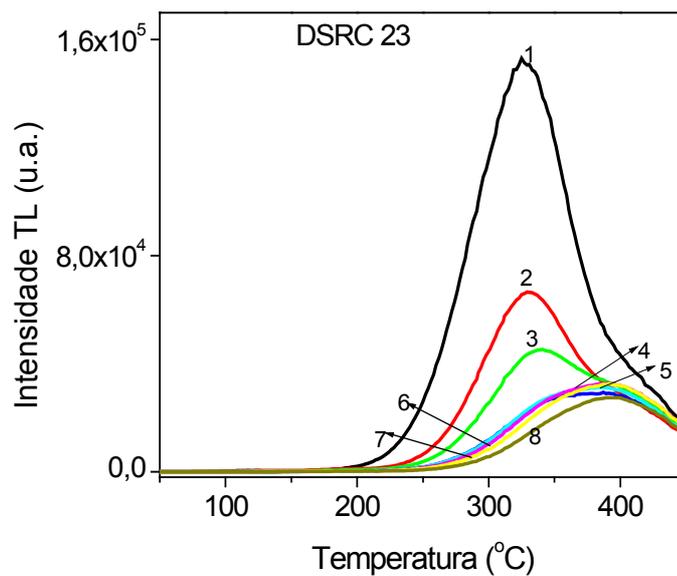
**Figura 22.** Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 10 após exposição à luz solar.



**Figura 23.** Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 21 após exposição à luz solar.



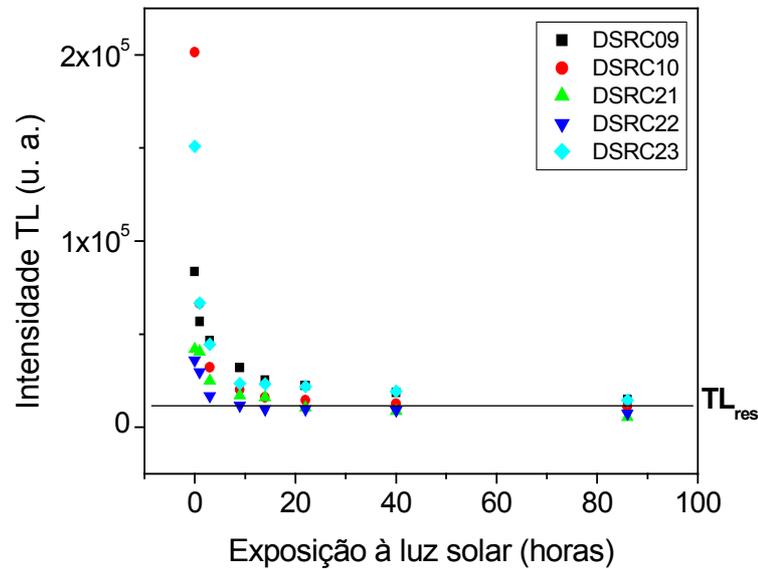
**Figura 24.** Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 22 após exposição à luz solar.



**Figura 25.** Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 23 após exposição à luz solar.

Observa-se pelas Figuras que ocorre diminuição das intensidades dos picos devido à exposição à luz solar. Não se observa o deslocamento dos picos para temperaturas elevadas, mas apenas uma redução gradual. O decaimento gradual do pico é decorrente do esvaziamento simultâneo das armadilhas, tanto as próximas à banda de condução (rasas) como as próximas à banda de valência (profundas) presentes no nível metaestável da banda proibida da amostra. O que causa essa ocorrência é que a luz solar é composta por um intervalo de comprimento de ondas, e assim transfere energia com intensidade diferente ao mesmo tempo.

O comportamento do decaimento do sinal de TL foi melhor visualizado construindo uma curva da intensidade de termoluminescência observada em 330 °C em função do tempo de exposição à luz solar. Para a comparação do decaimento entre as amostras, as curvas foram colocadas em um mesmo gráfico.



**Figura 26.** Comportamento do decaimento da intensidade termoluminescência a 330°C para os diferentes períodos de exposição solar.

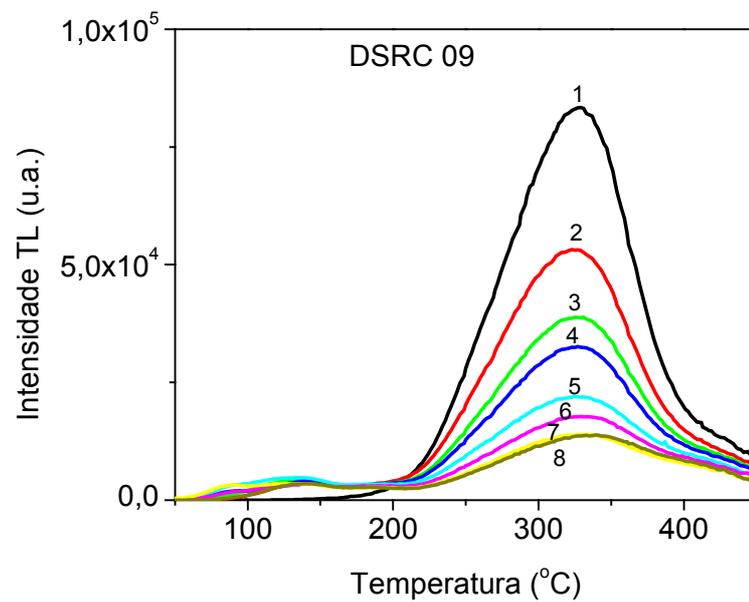
Uma redução bastante rápida do sinal de termoluminescência ocorre durante as primeiras nove horas de exposição solar. Após, a intensidade do sinal continua a reduzir, mas numa velocidade menor. É notado que as intensidades da termoluminescência de todas as amostras tendem a uma mesma magnitude ao passo que o período de exposição aumenta. E isso corresponde ao nível TL residual alcançado durante a sedimentação.

#### 5.4. CURVA DE EMISSÃO APÓS IRRADIAÇÃO POR UV

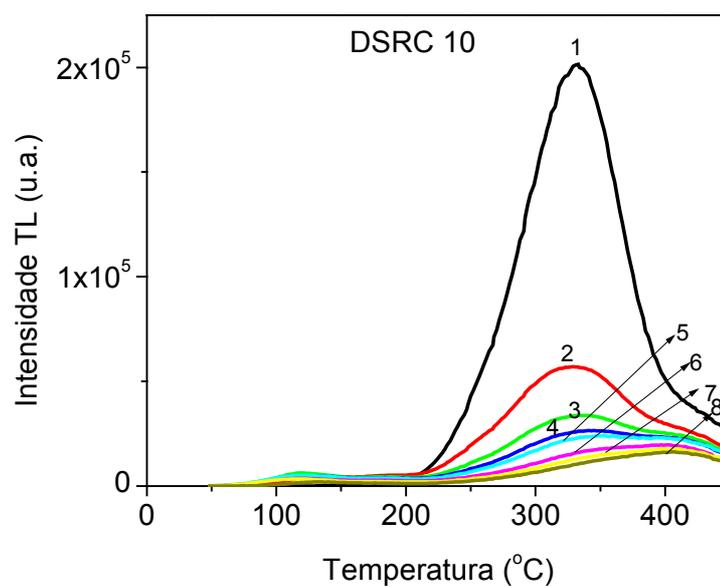
A luz ultravioleta foi utilizada para irradiar em laboratório as amostras, por ser uma componente da luz solar. As Figuras 27 a 31 apresentam as curvas de emissão termoluminescente das amostras. Em cada Figura há uma curva de emissão correspondente a cada período de exposição à luz ultravioleta.

- Curva 1: curva de emissão termoluminescente natural sem sofrer irradiação UV;

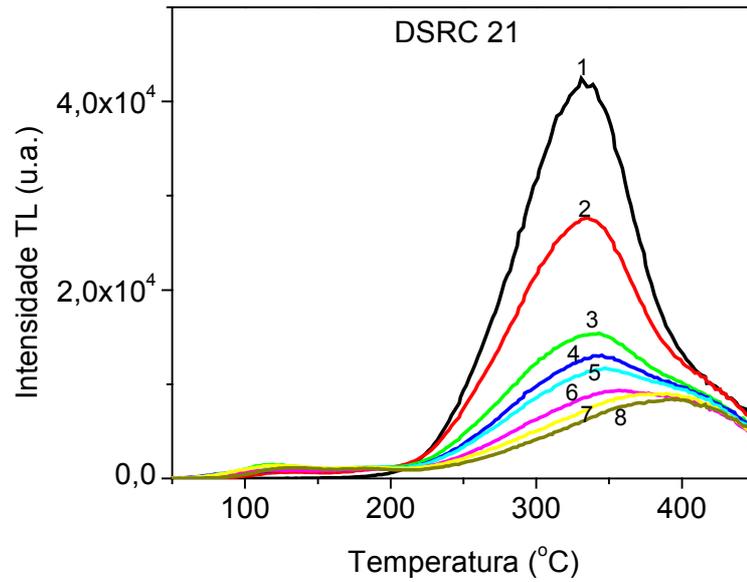
- Curva 2: irradiação UV por 2 minutos;
- Curva 3: irradiação UV por 5 minutos;
- Curva 4: irradiação UV por 7 minutos;
- Curva 5: irradiação UV por 10 minutos;
- Curva 6: irradiação UV por 15 minutos;
- Curva 7: irradiação UV por 20 minutos;
- Curva 8: irradiação UV por 30 minutos.



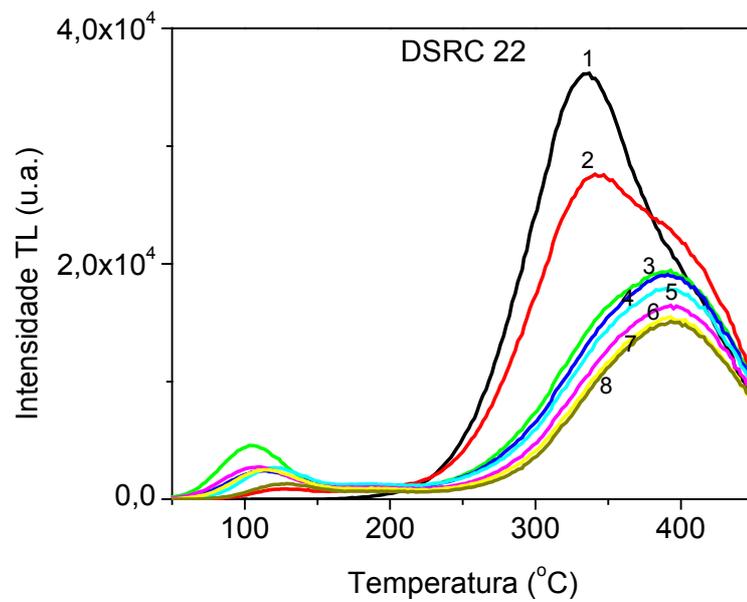
**Figura 27.** Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 09 após irradiação por luz ultravioleta.



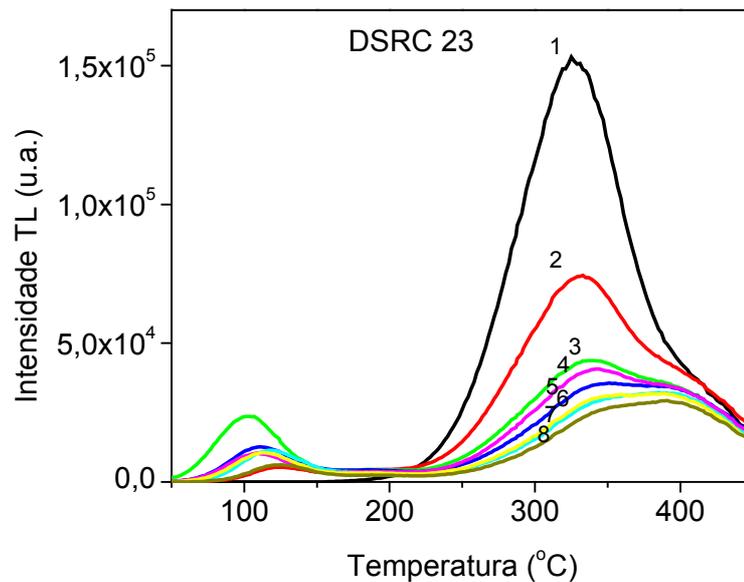
**Figura 28.** Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 10 após irradiação por luz ultravioleta.



**Figura 29.** Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 21 após irradiação por luz ultravioleta.



**Figura 30.** Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 22 após irradiação por luz ultravioleta.



**Figura 31.** Curvas de emissão termoluminescente da amostra DSRC 23 após irradiação por luz ultravioleta.

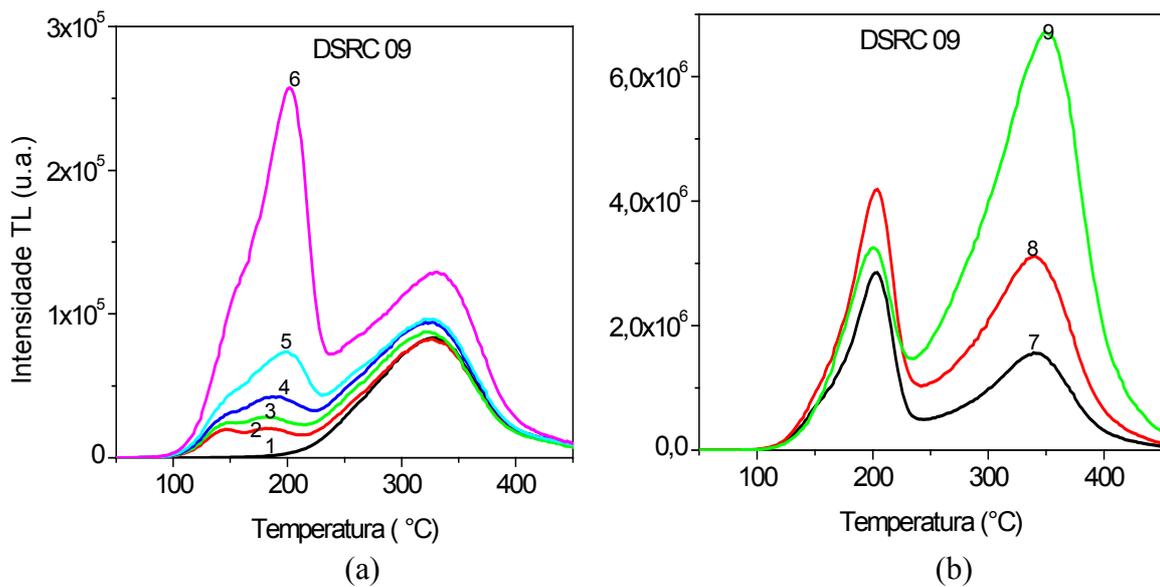
As Figuras mostram que ocorre uma diminuição da intensidade do sinal termoluminescente devido à irradiação por UV semelhante à observada nas amostras submetidas à exposição solar. Porém, é observado o aparecimento de um pico em torno de 100 °C. O crescimento do pico de emissão termoluminescência após irradiação por UV é devido à fototransferência <sup>[69]</sup>. Isso ocorre porque a luz ultravioleta promove elétrons de armadilhas mais profundas para as mais rasas. Esse fenômeno não é observado em materiais expostos à luz solar devido o tempo de exposição ser menor durante irradiação por UV.

### 5.5. CURVAS DE EMISSÃO TERMOLUMINESCENTE APÓS IRRADIAÇÃO $\gamma$

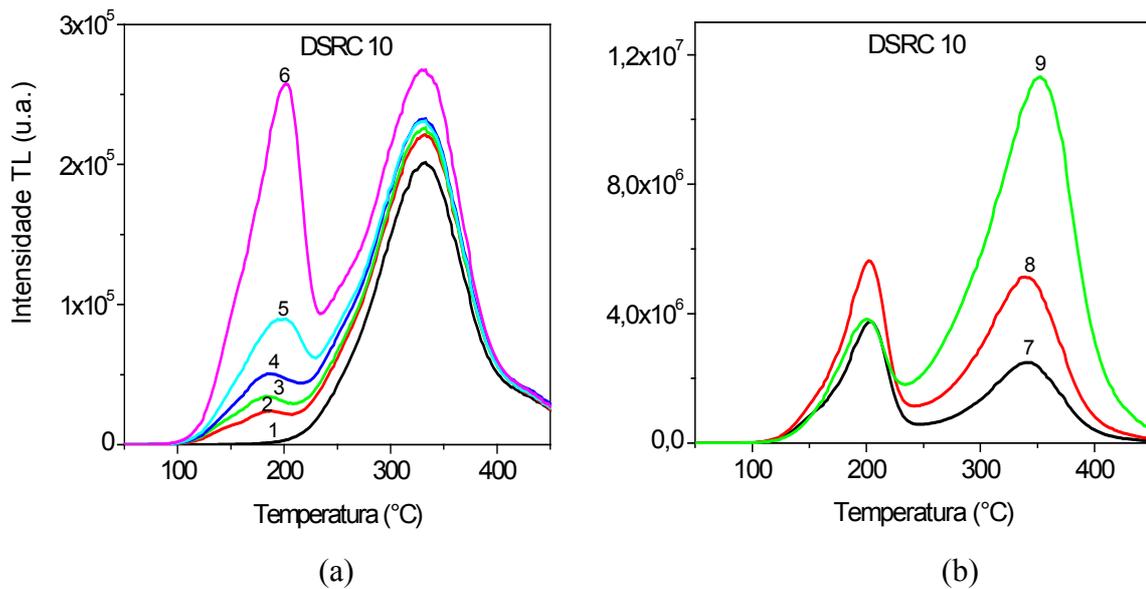
As Figuras 32 a 36 mostram curvas de termoluminescência com dose artificial adicional. Cada curva de emissão presente nas Figuras corresponde a uma dose de irradiação  $\gamma$  a qual a amostra foi exposta.

- Curva 1: curva de emissão termoluminescente natural sem adição de dose artificial;
- Curva 2: curva irradiada com 100 Gy;
- Curva 3: curva irradiada com 200 Gy;
- Curva 4: curva irradiada com 300 Gy;

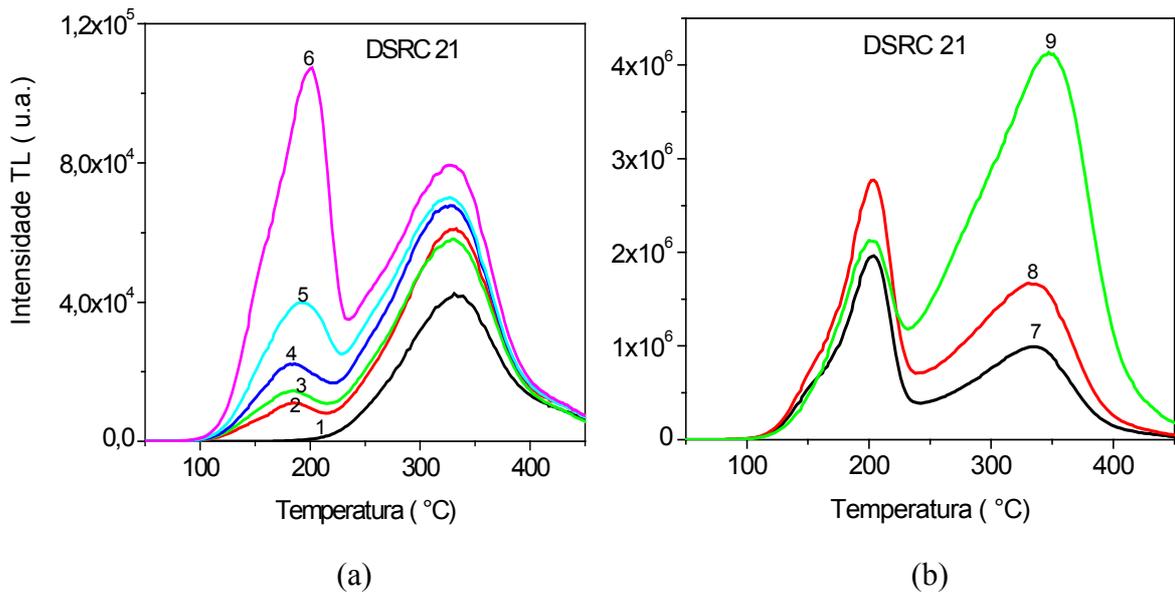
- Curva 5: curva irradiada com 500 Gy;
- Curva 6: curva irradiada com 1 kGy;
- Curva 7: curva irradiada com 5 kGy;
- Curva 8: curva irradiada com 10 kGy;
- Curva 9: curva irradiada com 50 kGy.



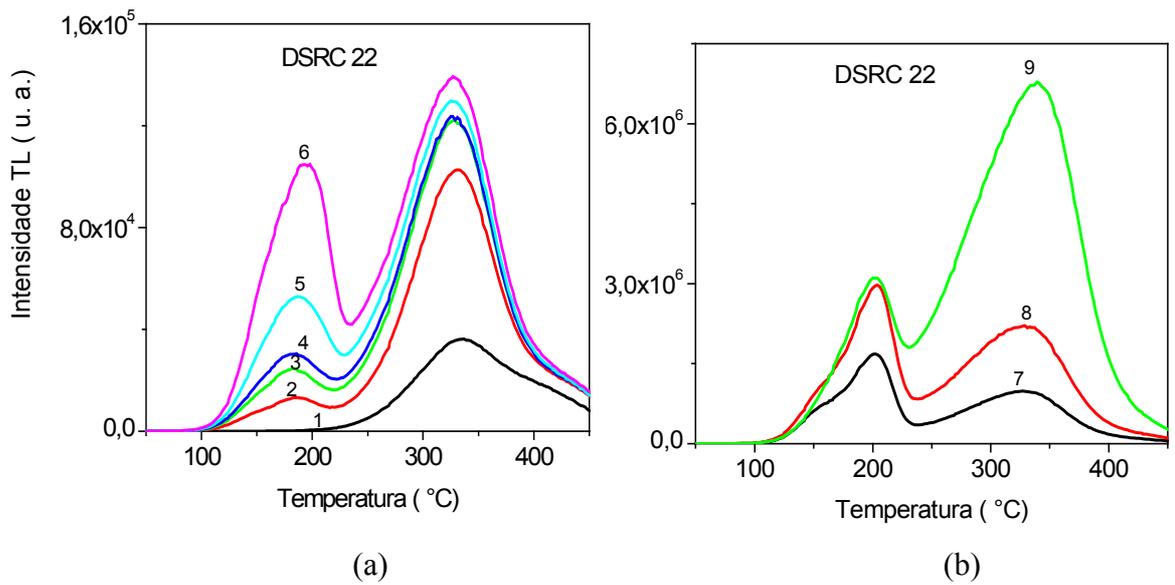
**Figura 32.** (a) Curvas 1 a 6; (b) curvas 7 a 9, para a amostra DSRC 09 com dose adicional.



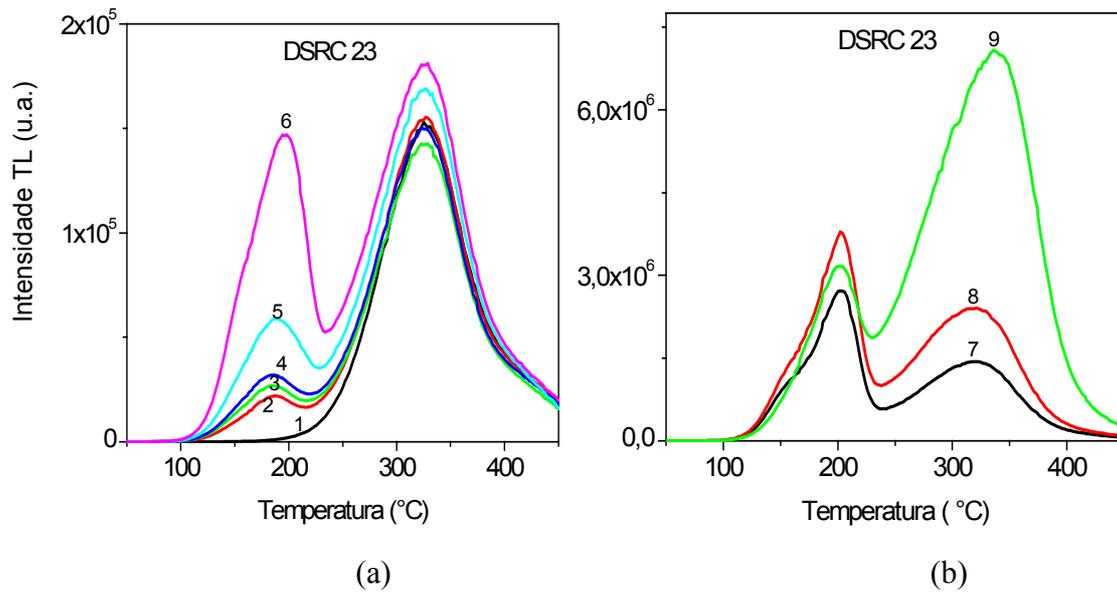
**Figura 33.** (a) Curvas 1 a 6; (b) curvas 7 a 9, para a amostra DSRC 10 com dose adicional.



**Figura 34.** (a) Curvas 1 a 6; (b) curvas 7 a 9, para a amostra DSRC 21 com dose adicional.



**Figura 35.** (a) Curvas 1 a 6; (b) curvas 7 a 9, para a amostra DSRC 22 com dose adicional.



**Figura 36.** (a) Curvas 1 a 6; (b) curvas 7 a 9, para a amostra DSRC 23 com dose adicional.

Pelas curvas de emissão é notada a presença de um pico em torno de 200 °C, o qual não se observava nas curvas de emissão natural. A presença desse pico após a irradiação artificial  $\gamma$  é devido ao preenchimento de armadilhas mais rasas, as quais não se mantiveram estáveis durante o período em que os sedimentos permaneceram soterrados.

As Figuras mostram que as curvas de emissão termoluminescentes irradiadas com doses adicionais apresentam formas semelhantes. Essa semelhança indica que os dosímetros componentes dos sedimentos são da mesma rocha matriz.

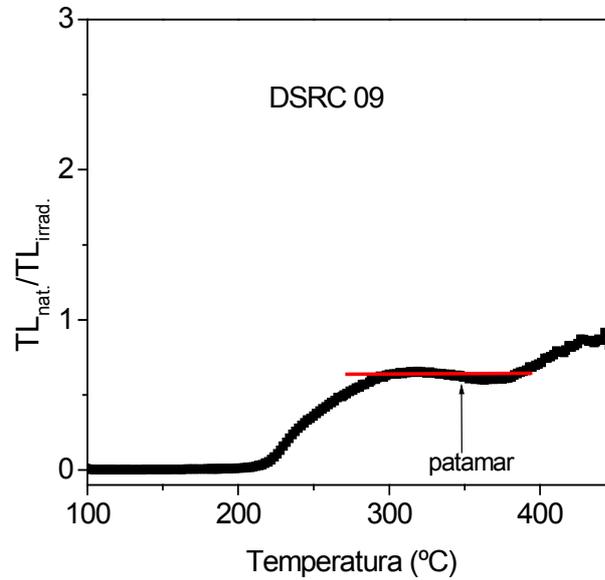
Outro fato é que, à medida que se aumentou a dose adicionada, a intensidade do sinal termoluminescente crescia. Isso implica que a TL natural encerrada nos sedimentos não atingiu saturação. Todas amostras apresentaram pelo menos um pico entre 300 e 400 °C e mostraram possuir dois picos significativos.

## 5.6. *TESTE DE PLATEAU*

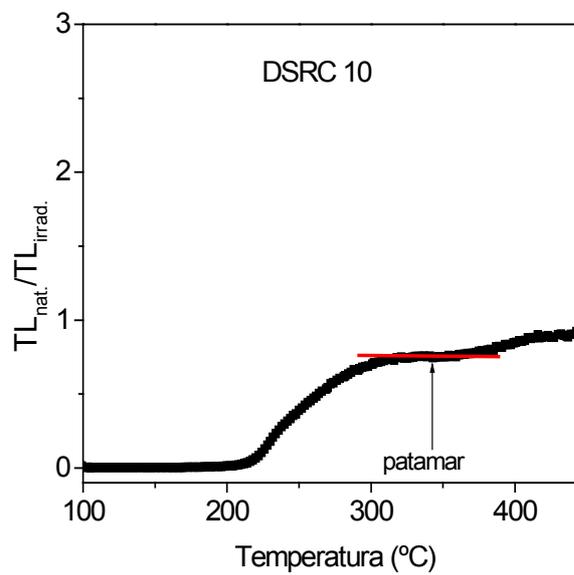
Mesmo a porção de temperaturas elevadas da curva de emissão termoluminescente sofre decaimento térmico espontâneo à temperatura ambiente. A estabilidade do sinal termoluminescente indica que esse decaimento foi insignificante durante todo o período em

que o sedimento esteve soterrado. O teste de Plateau avalia a porção da curva de emissão que permaneceu estável durante todo o período geológico.

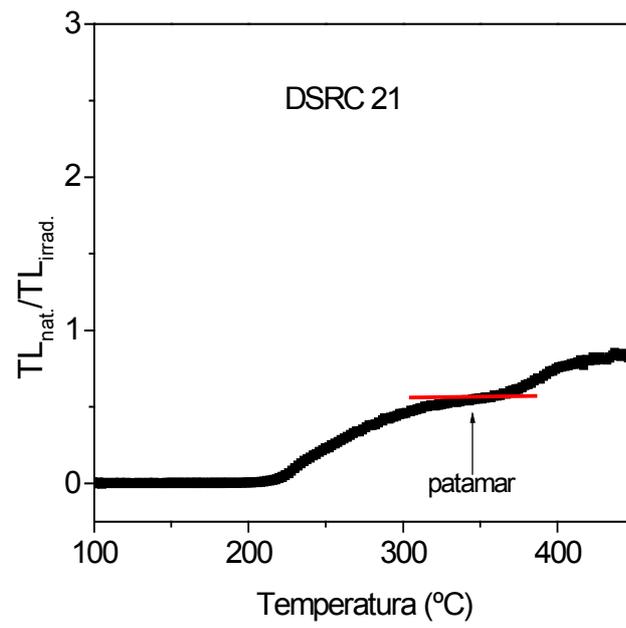
As Figuras 37 a 41 mostram o teste de Plateau aplicado às amostras.



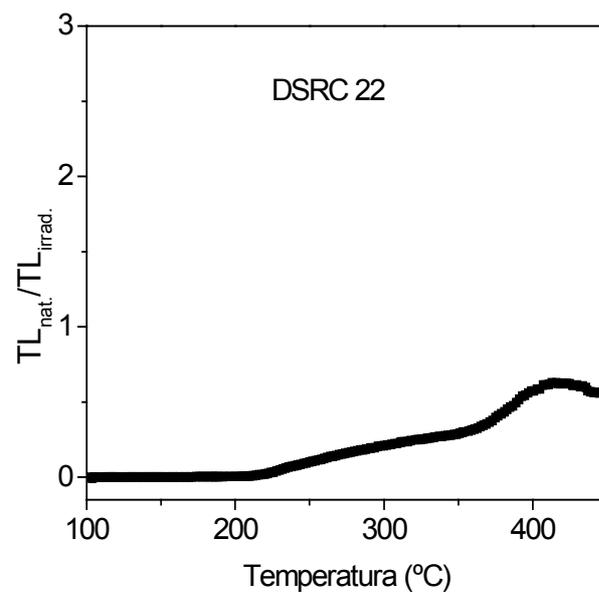
**Figura 37.** Teste de Plateau da amostra DSRC 09.



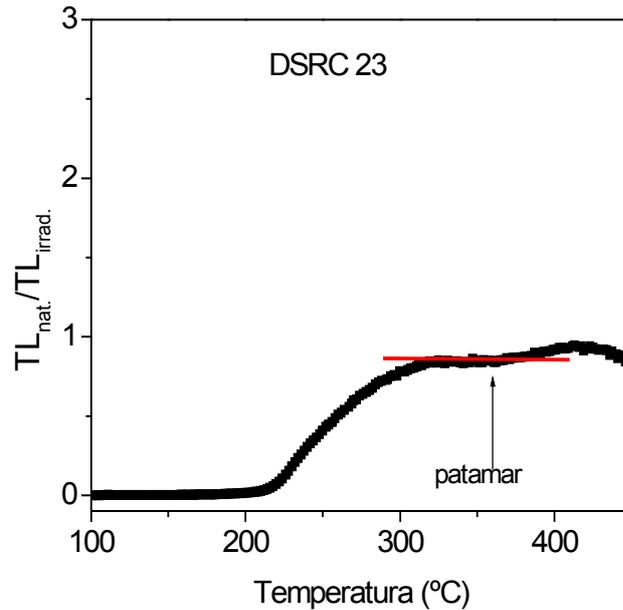
**Figura 38.** Teste de Plateau da amostra DSRC 10.



**Figura 39.** Teste de Plateau da amostra DSRC 21.



**Figura 40.** Teste de Plateau da amostra DSRC 22.



**Figura 41.** Teste de Plateau da amostra DSRC 23.

Observa-se que DSRC 09, DSRC 10, DSRC 21 e DSRC 23 apresentam plateau. As regiões de plateau observada em cada Figura estão entre 320 e 380°C em DSRC 09; 320 e 370 °C em DSRC 10; 320 e 360 °C em DSRC 21, e 325 e 370 °C em DSRC 23.

A Figura 40 não apresentou região de plateau.

É suposto que a temperaturas mais elevadas a curva de emissão se apresenta estável. Porém, apenas a porção da curva de emissão correspondente à região de plateau foi utilizada para os cálculos dos parâmetros da curva. Isso porque na região de temperaturas superiores a região de plateau a curva apresenta comportamento diferente em cada Figura.

### **5.7. CURVA DE CRESCIMENTO DO SINAL DE TL EM FUNÇÃO DE DOSE ADICIONAL**

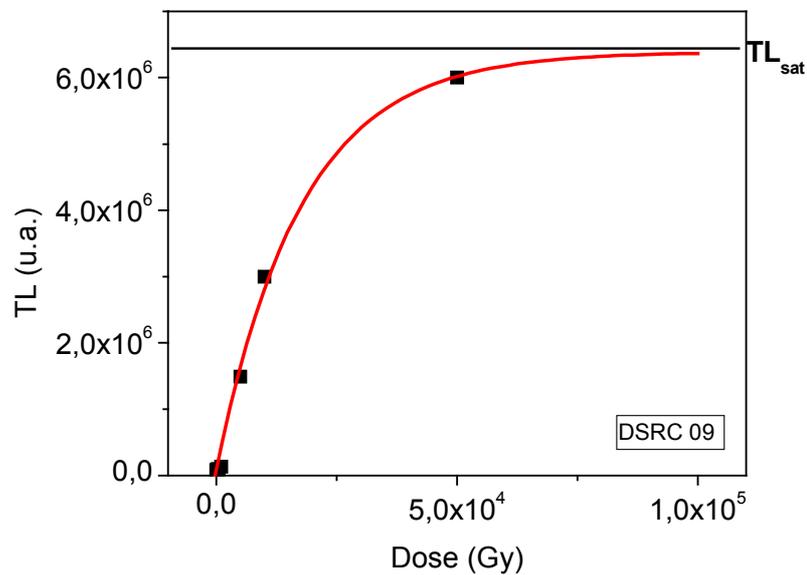
A partir das Figuras 32 a 36 observou-se em 330 °C a intensidade TL que correspondia a cada dose aditiva. Com os pontos obtidos, construíram-se curvas de crescimento do sinal TL em função da dose aditiva. As curvas de crescimento do sinal TL serão utilizadas no item método de correção da idade proposto por Ikeya como curvas de calibração para estimar o crescimento da intensidade do sinal TL em função da dose.

Os pontos experimentais das curvas de crescimento do sinal TL em função da dose adicional foram ajustados de acordo com a equação [70]:

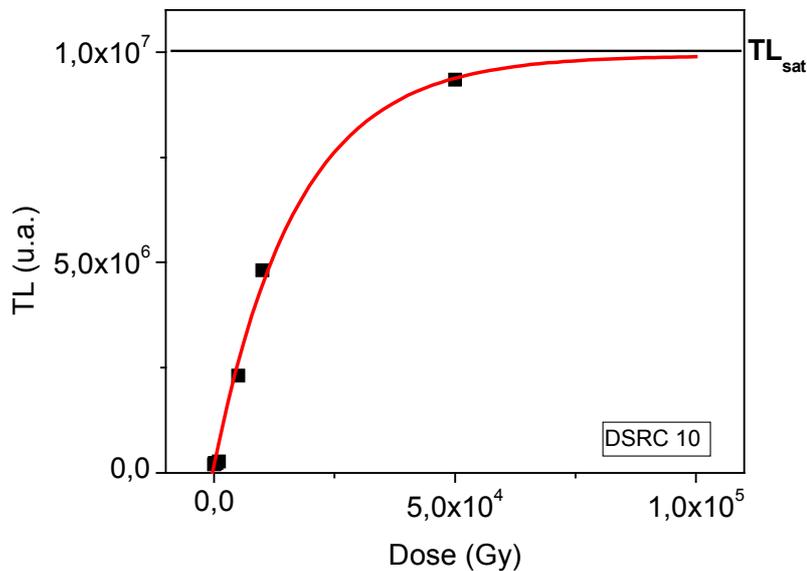
$$y = A + B(1 - e^{-x/C}) \quad (27)$$

onde  $A$  é o valor da TL natural,  $B$  é o valor de saturação do sinal de TL,  $x$  é o valor da dose adicional e,  $C$  é o valor da dose adicional tal que para  $x = C$ ,  $y - A$  é 0,63 vezes o valor de saturação do sinal TL. O valor de  $A$  é obtido experimentalmente (intensidade do sinal de TL natural) e  $B$  é obtido através do ajuste da curva.

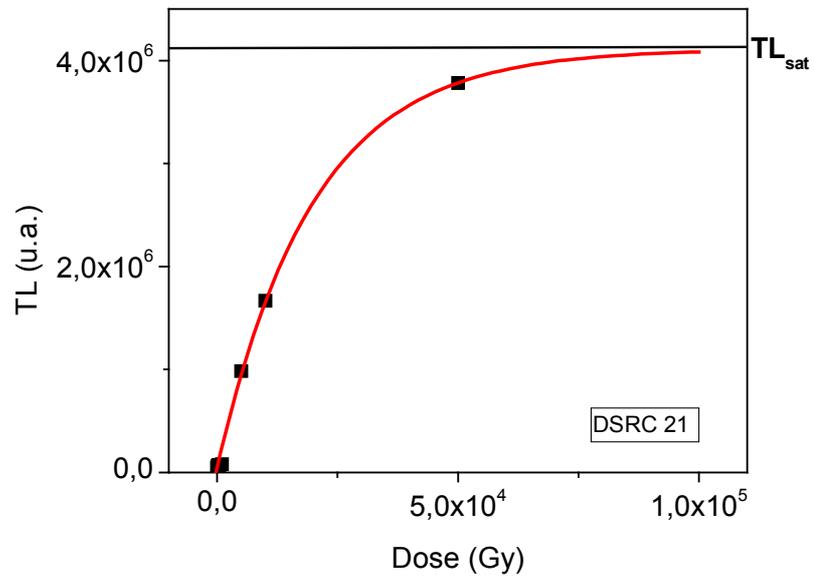
As Figuras 42 a 46 mostram as curvas de crescimento do sinal de TL. É destacada nas Figuras a intensidade de saturação do sinal TL para cada amostra.



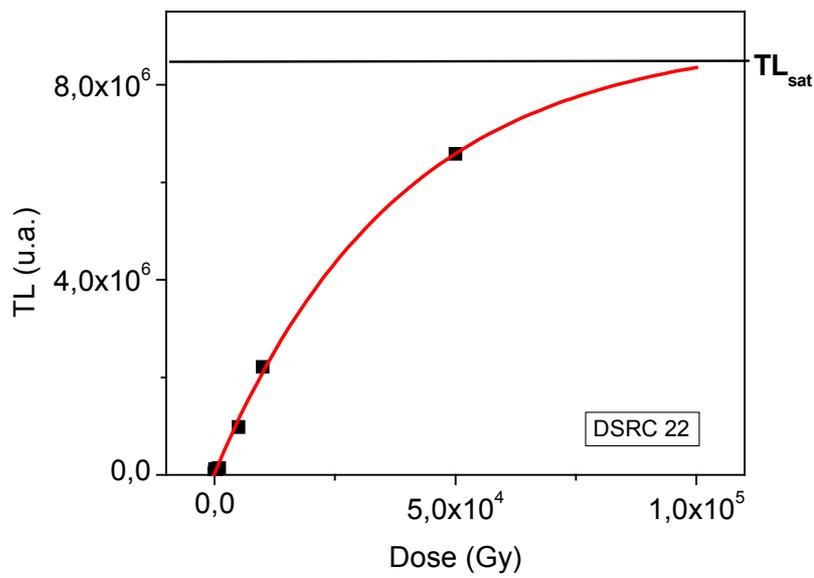
**Figura 42.** Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 09.



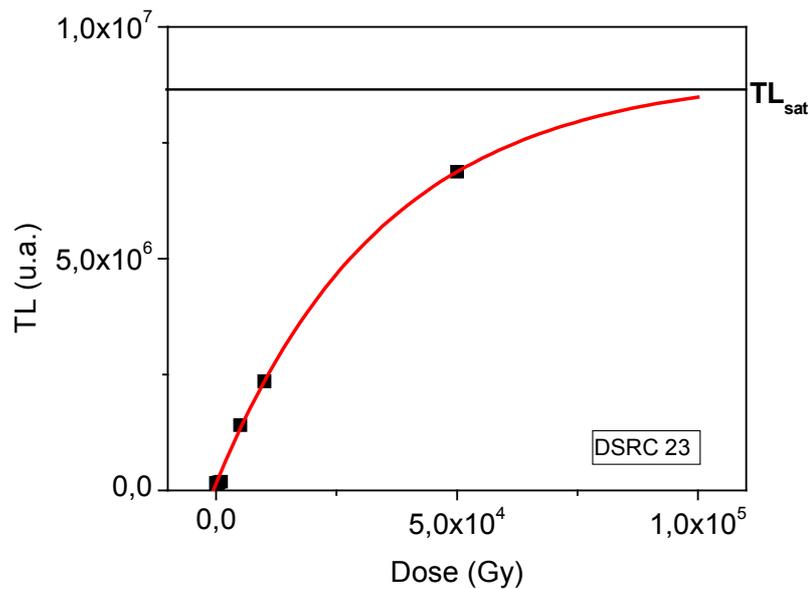
**Figura 43.** Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 10.



**Figura 44.** Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 21.



**Figura 45.** Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 22.



**Figura 46.** Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 23.

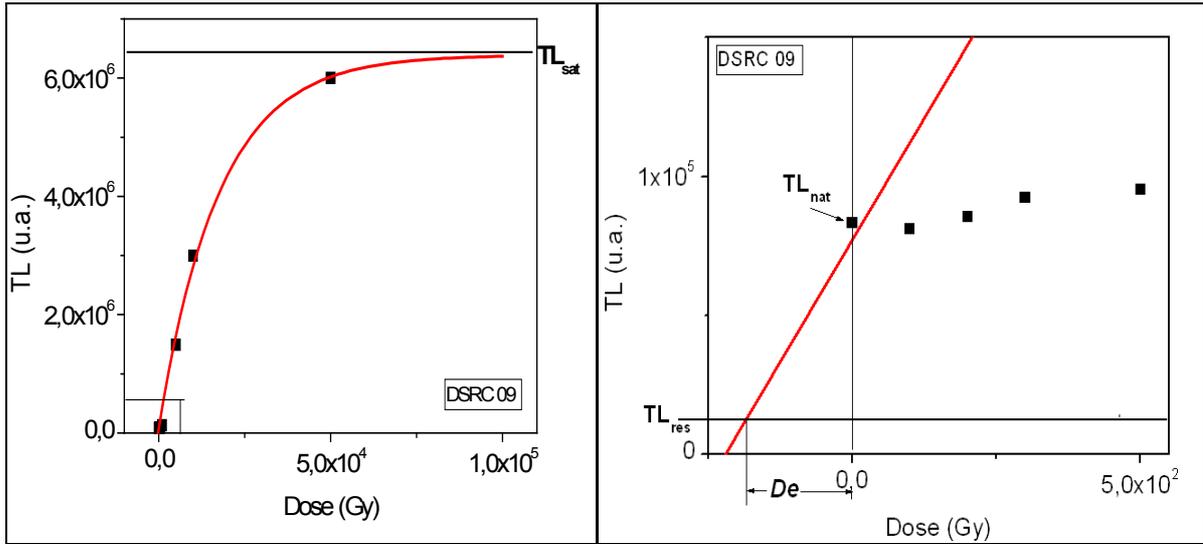
### 5.8. ESTIMATIVA DA DOSE EQUIVALENTE (*De*)

A avaliação da dose acumulada pelos sedimentos (*De*) durante o período de soterramento, posterior a sua deposição, foi realizada pelo método de doses aditivas.

As Figuras 42, 43 e 44 mostram as curvas de crescimento TL *versus* dose aditiva em 330 °C para as amostras DSCR 09, DSCR 10 e DSCR 21. Essas curvas foram extrapoladas até o eixo de doses adicionais.

A Figura 26 mostra o decaimento do sinal TL em função do tempo de exposição das amostras à luz solar. A intensidade TL para 86 horas de exposição solar é admitida ser a intensidade do nível TL residual ( $TL_{res}$ ). Nos gráficos das curvas de crescimento do sinal TL em função da dose são traçadas retas paralelas ao eixo de doses que cortam o eixo das intensidades TL no valor da TL residual.

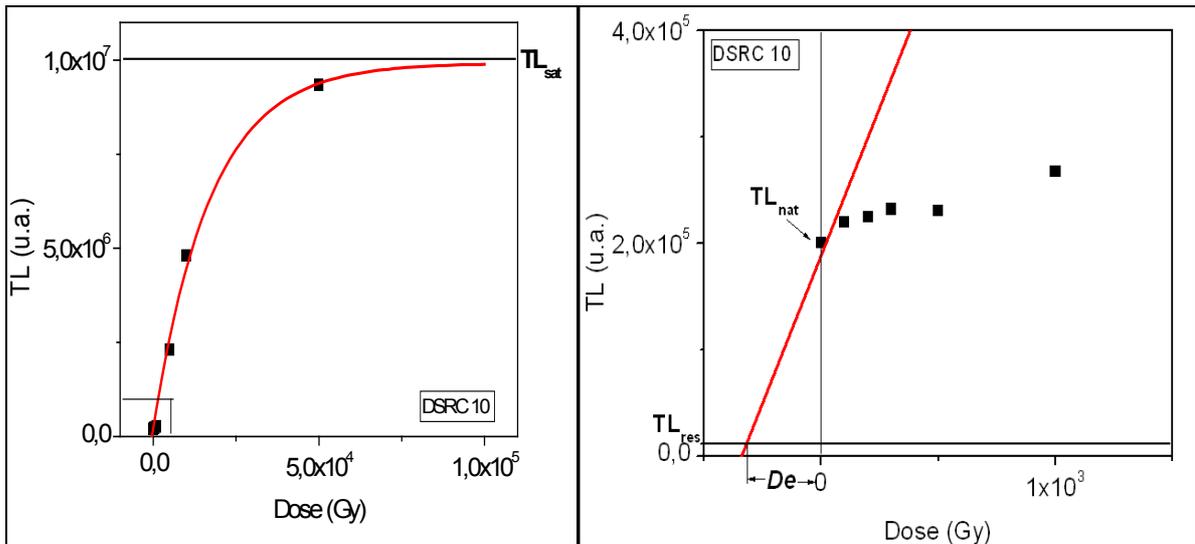
Os pontos de encontro entre as extrapolações das curvas de crescimento do sinal TL em função da dose e a reta que passa pela TL residual determinam o valor da dose acumulada pelos sedimentos durante o período de soterramento, ou seja, determinam a dose equivalente (*De*). Observando nas Figuras 47, 48 e 49 a dose que corresponde ao ponto de intersecção, obtém-se diretamente das Figuras o valor das doses equivalentes.



(a)

(b)

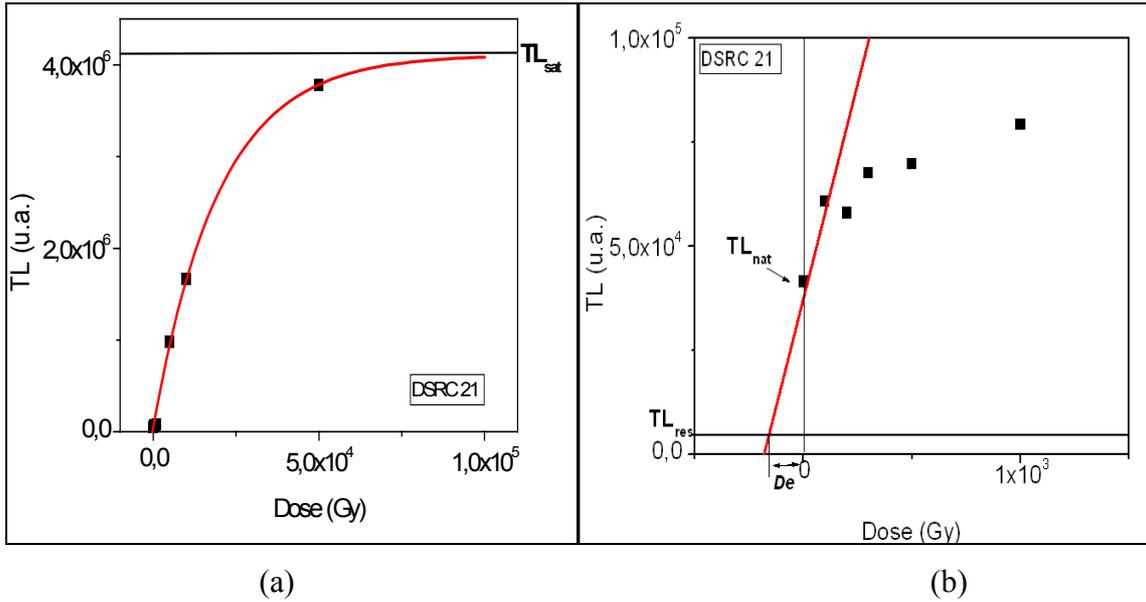
**Figura 47.** (a) Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 09 em função de doses aditivas. (b) Detalhe destacado em (a). Ilustração da obtenção da dose equivalente pelo método de doses aditivas.



(a)

(b)

**Figura 48.** (a) Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 10 em função de doses aditivas. (b) Detalhe destacado em (a). Ilustração da obtenção da dose equivalente pelo método de doses aditivas.



**Figura 49. (a)** Curva de crescimento do sinal TL da amostra DSRC 21 em função de doses aditivas. **(b)** Detalhe destacado em (a). Ilustração da obtenção da dose equivalente pelo método de doses aditivas.

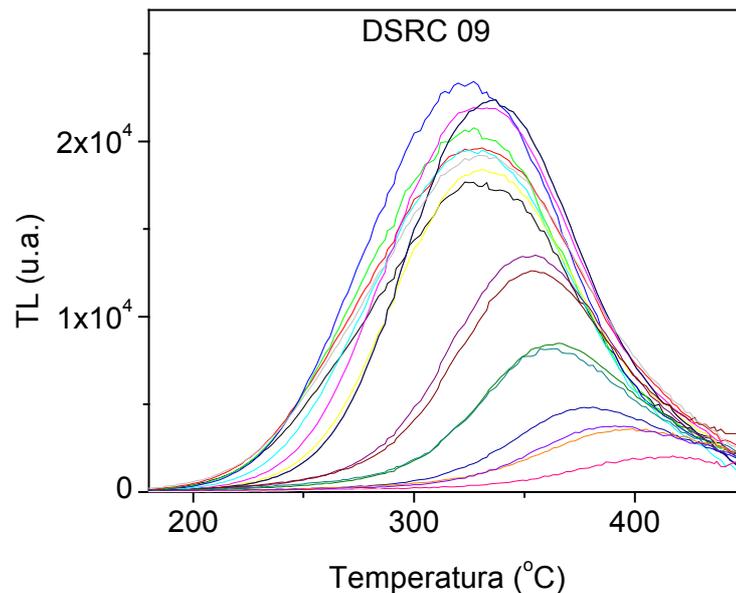
A Tabela V lista os valores das doses equivalentes obtidas pelo método de doses aditivas.

**Tabela V.** Pontos de intersecção sobre o eixo de doses.

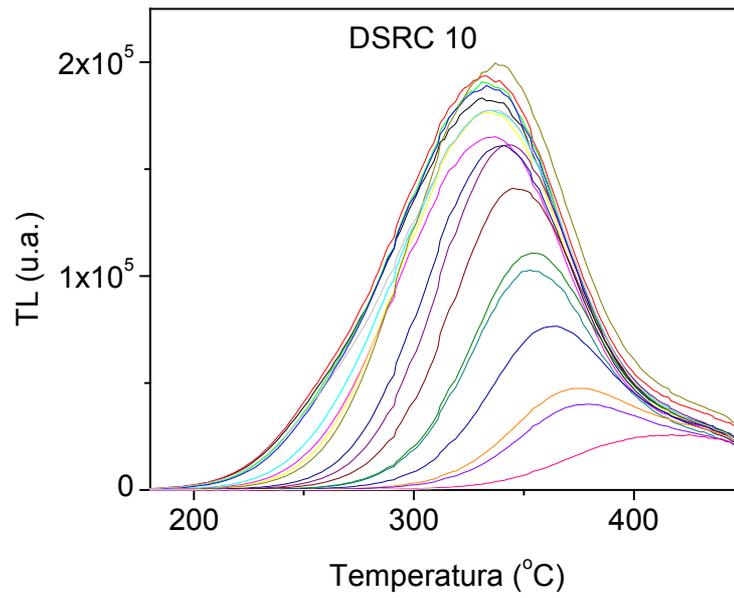
| Amostras              | DSRC 09 | DSRC 10 | DSRC 21 |
|-----------------------|---------|---------|---------|
| Doses acumuladas (Gy) | 184     | 315     | 158     |

### 5.9. DECAIMENTO DO SINAL TERMOLUMINESCENTE EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA

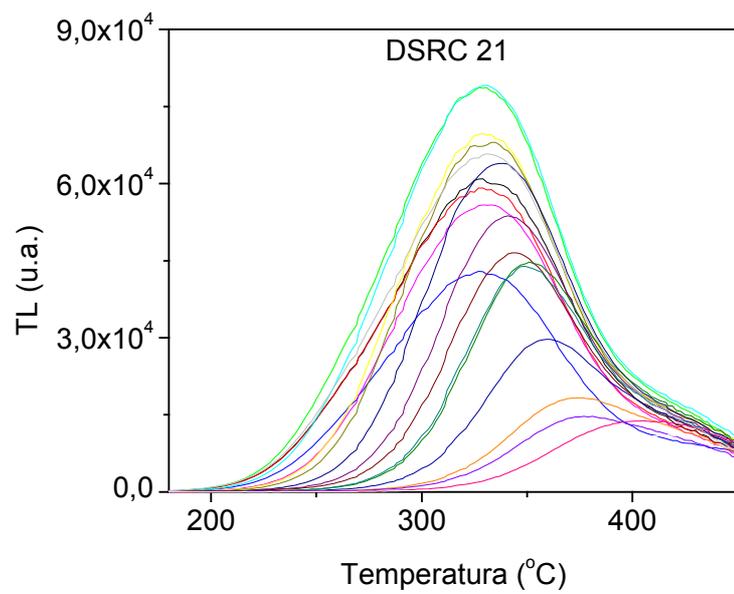
As amostras foram submetidas a tratamento térmico em forno comercial e pelo aparelho leitor de termoluminescência. As Figuras 50 a 54 mostram as curvas de emissão termoluminescentes observadas após tratamento térmico em forno comercial. As Figuras 55 a 57 mostram as curvas de emissão termoluminescentes observadas após tratamento térmico pelo leitor TL. Cada curva nas Figuras corresponde a uma temperatura de tratamento térmico. A medida em que a temperatura de tratamento térmico é elevada, a intensidade do pico é reduzida. O intervalo de temperatura utilizado no tratamento térmico com forno comercial foi de 176 a 359 °C. Para o tratamento térmico com o leitor TL o intervalo de temperatura foi de 220 a 430 °C.



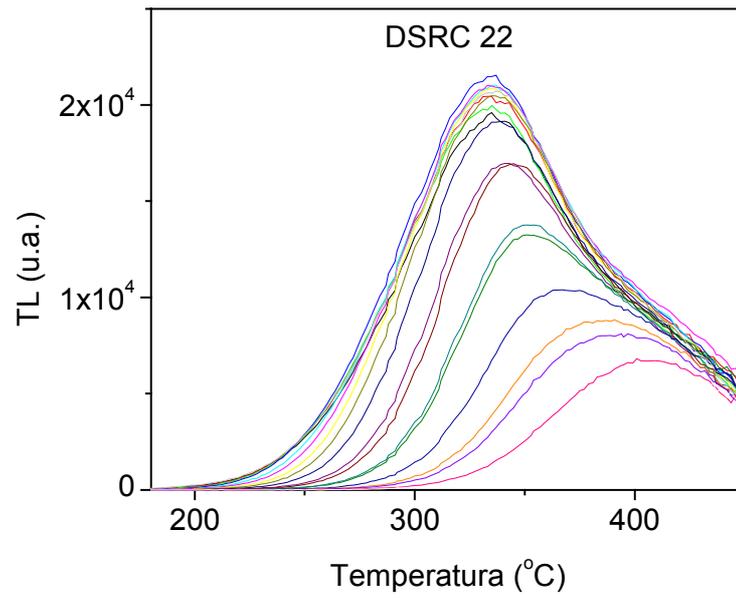
**Figura 50.** Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com forno comercial de DSRC 09.



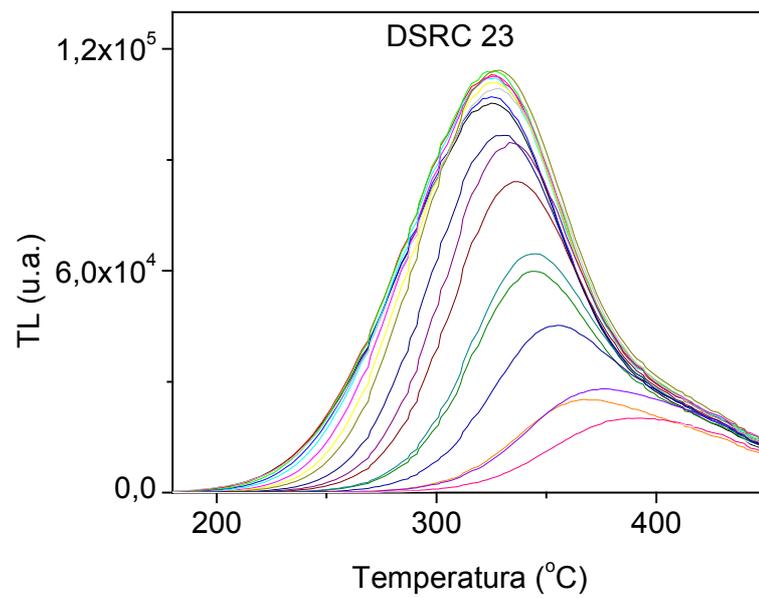
**Figura 51.** Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com forno comercial de DSRC 10.



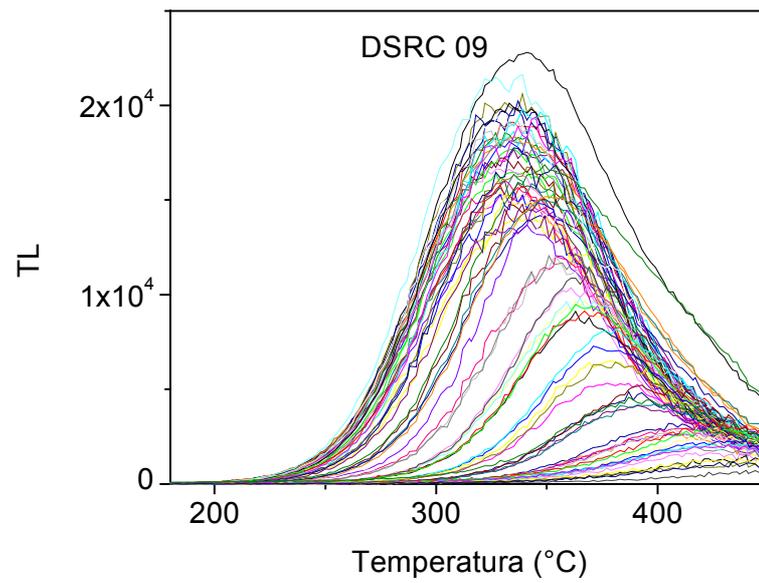
**Figura 52.** Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com forno comercial de DSRC 21.



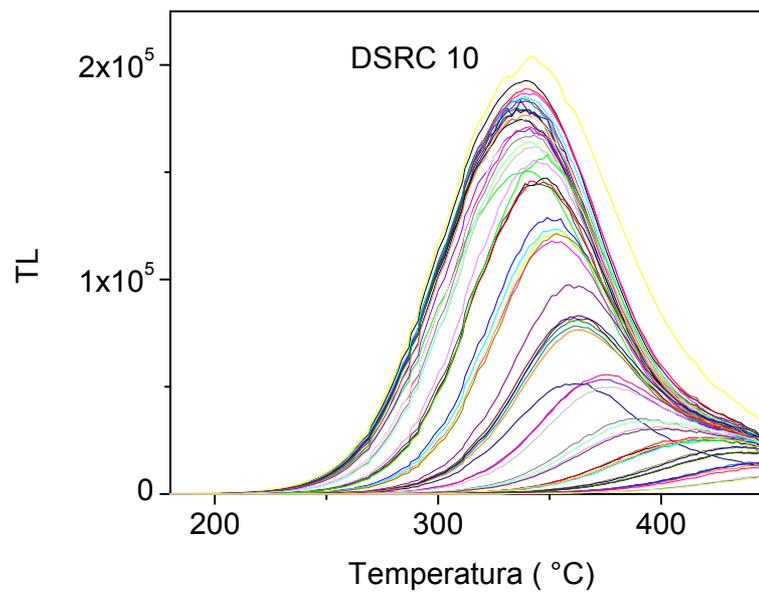
**Figura 53.** Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com forno comercial de DSRC 22.



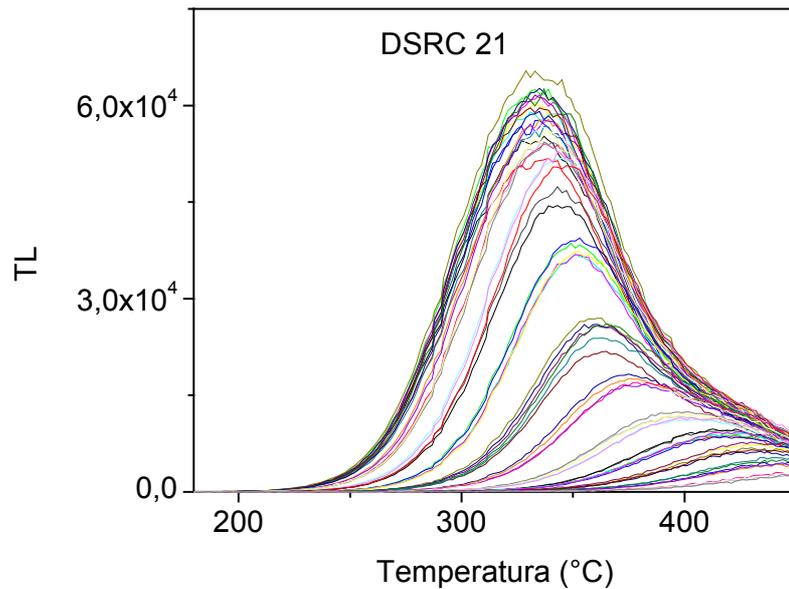
**Figura 54.** Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com forno comercial de DSRC 23.



**Figura 55.** Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com o leitor TL de DSRC 09.



**Figura 56.** Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com o leitor TL de DSRC 10.



**Figura 57.** Curvas de emissão termoluminescente após tratamento térmico com o leitor TL de DSRC 21.

Comparando a Figura 50 com a Figura 55, a Figura 51 com a Figura 56 e a Figura 52 com a Figura 57, observa-se que o decaimento do sinal termoluminescente é semelhante em todas as amostras.

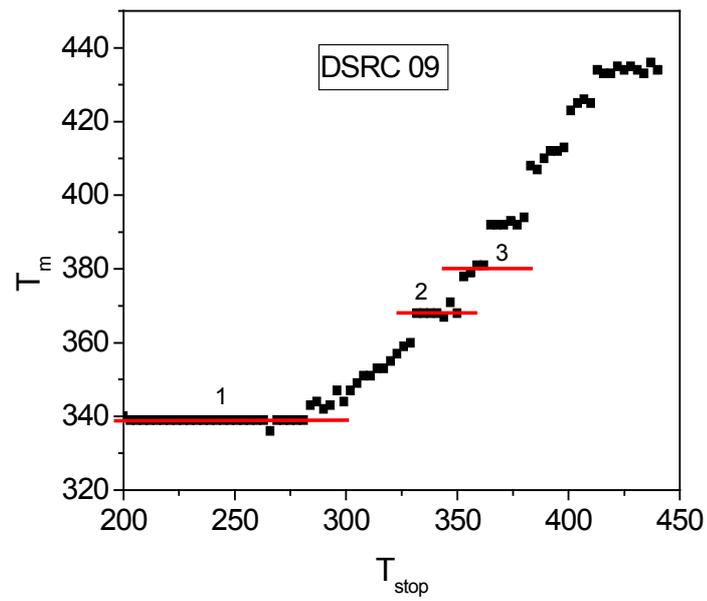
Nota-se que o pico termoluminescente desloca-se para temperaturas elevadas à medida que a intensidade do pico é reduzida pelo tratamento térmico. Isso ocorre devido o aumento da probabilidade de liberação ( $p$ ) dos elétrons aprisionados em uma concentração de armadilhas eletrônicas de profundidade  $E$ , decorrente da elevação da temperatura.

$$p = \tau^{-1} = s \exp(-E/kT) \quad (28)$$

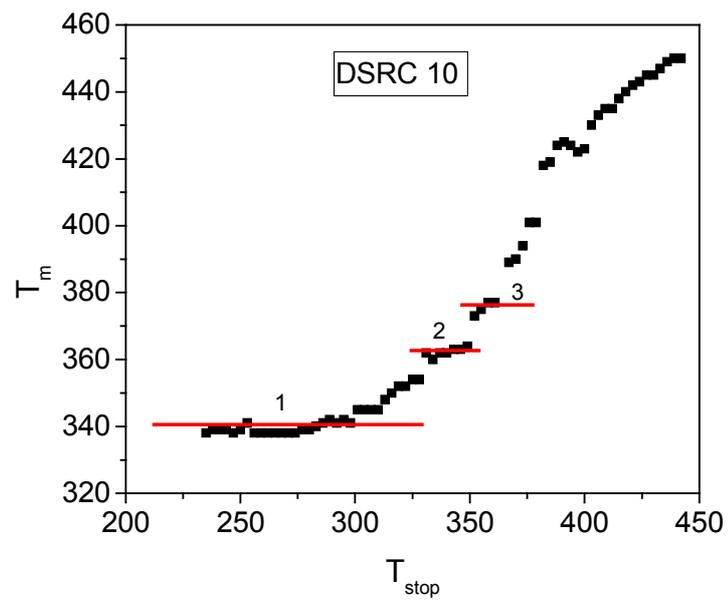
À medida que a temperatura é aumentada a concentração eletrônica das armadilhas  $E$  é reduzida e, uma nova concentração de armadilhas começa a se esvaziar.

### 5.10. ***CURVAS DE $T_m - T_{stop}$ .***

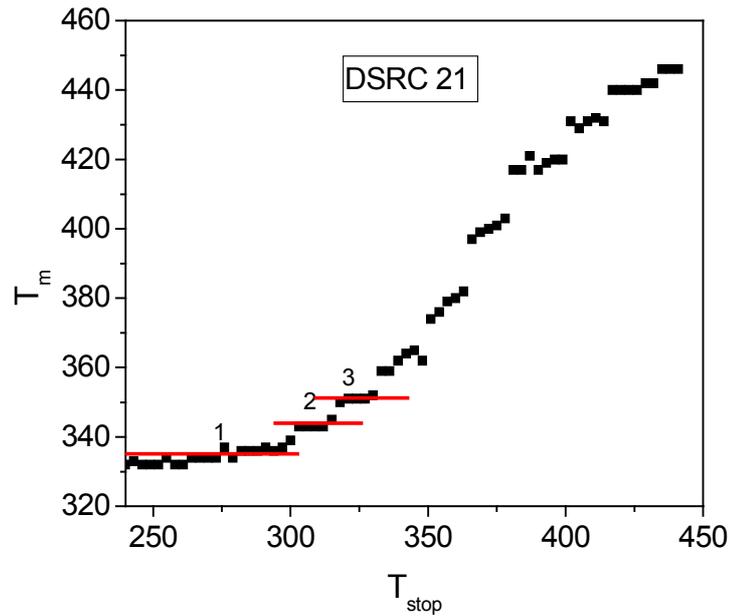
Para cada tratamento térmico realizado pelo leitor TL com a amostra, registrou-se a posição do pico ( $T_m$ ) em função da temperatura de tratamento térmico ( $T_{stop}$ ). As Figuras 58 a 60 mostram as curvas de  $T_m - T_{stop}$ .



**Figura 58.** Curva de  $T_m - T_{stop}$  de DSRC 09, submetido a tratamento térmico pelo leitor TL.



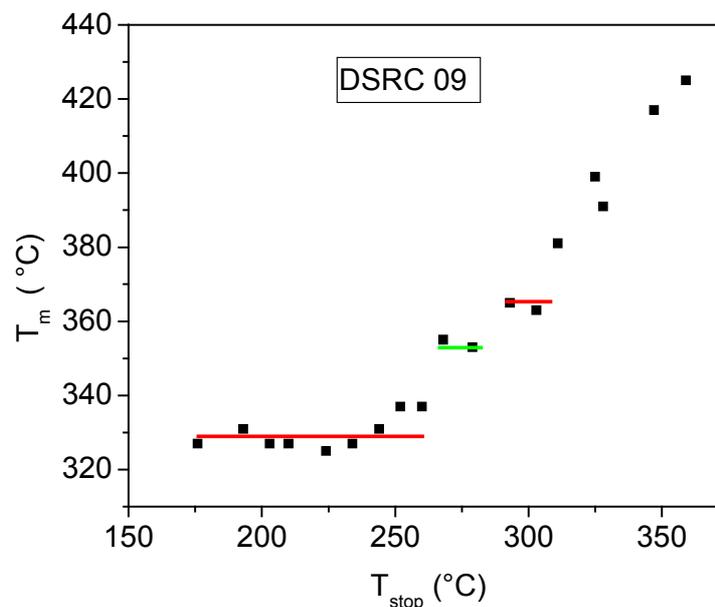
**Figura 59.** Curva de  $T_m - T_{stop}$  de DSRC 10, submetido a tratamento térmico pelo leitor TL.



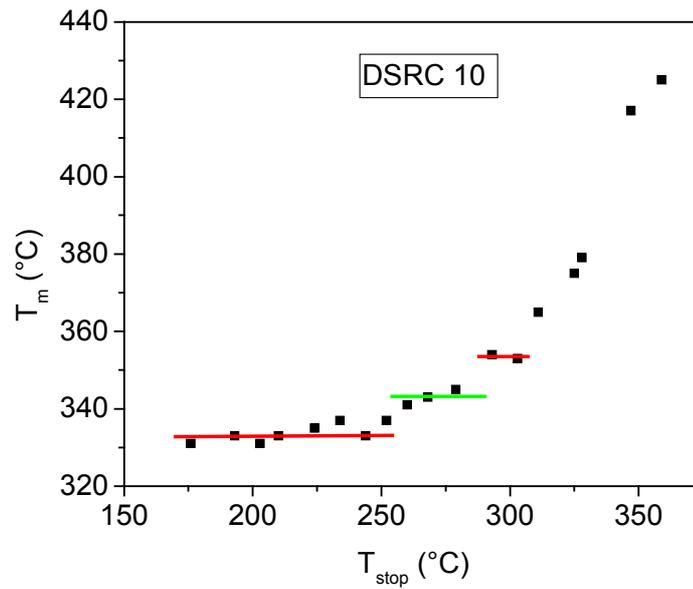
**Figura 60.** Curva de  $T_m - T_{stop}$  de DSRC 21, submetido a tratamento térmico pelo leitor TL.

É observada a presença de três picos compondo a curva de emissão de DSRC 09, DSRC 10 e DSRC 21 na região de plateau. Esses picos foram destacados nas Figuras. Existem mais picos presentes ocorrendo em temperaturas maiores. Porém, os picos destacados podem ser aplicados à datação dos sedimentos em estudo por estarem na porção da curva que se manteve estável durante o período de soterramento. E isso pode ser confirmado por observar as Figuras 37 a 41.

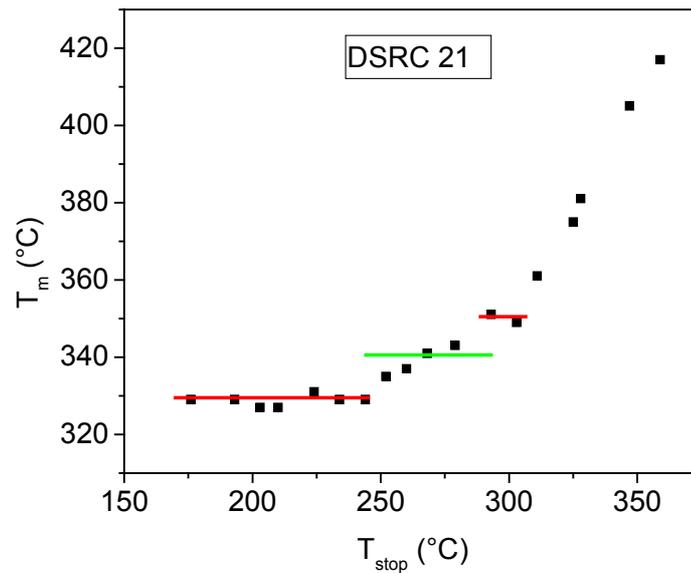
Construíram-se também curvas  $T_m - T_{stop}$  para as amostras submetidas a tratamento térmico utilizando forno comercial. As curvas são apresentadas a seguir:



**Figura 61.** Curva de  $T_m - T_{stop}$  de DSRC 09, submetido a tratamento térmico utilizando forno comercial.



**Figura 62.** Curva de  $T_m - T_{stop}$  de DSRC 10, submetido a tratamento térmico utilizando forno comercial.

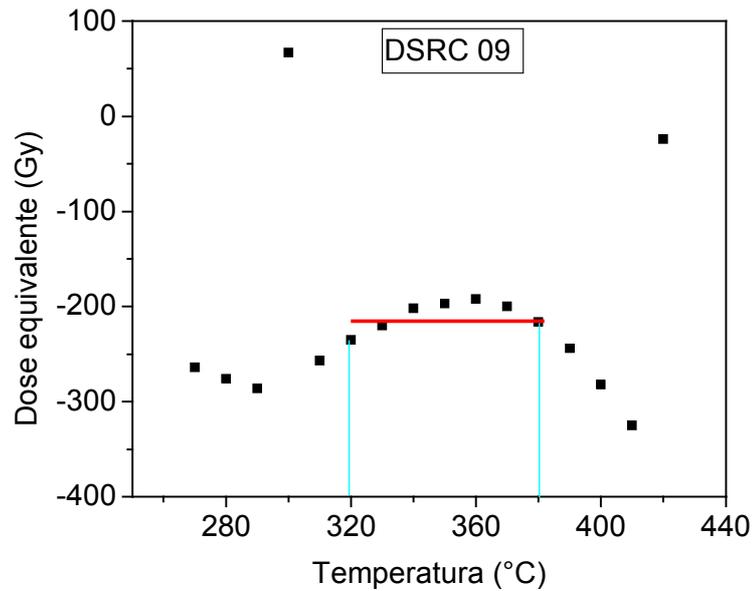


**Figura 63.** Curva de  $T_m - T_{stop}$  de DSRC 21, submetido a tratamento térmico utilizando forno comercial.

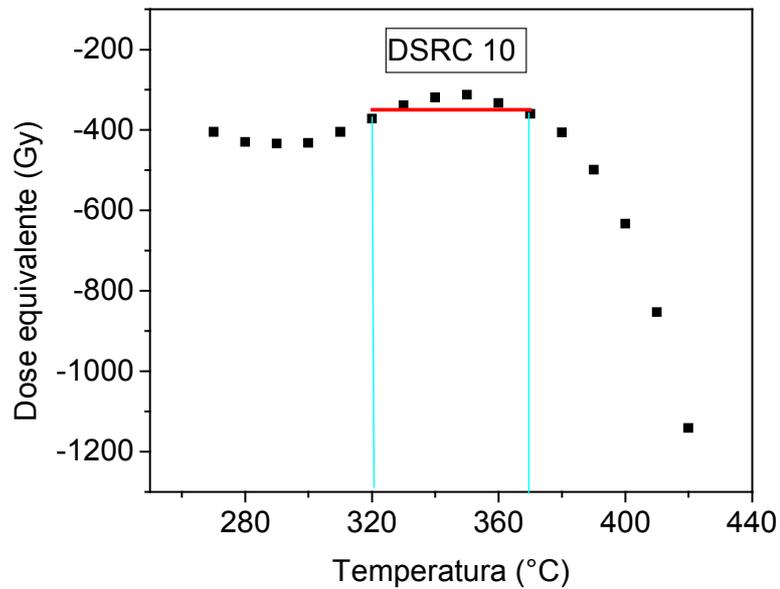
As Figuras 61 a 63 também apresentaram três picos compondo a curva de emissão na região de plateau. Por comparação das Figuras 58 a 60 com as Figuras 61 a 63, é observado que, para a mesma amostra, os picos ocorrem em temperaturas semelhantes. Isso indica que, com um forno bem calibrado é possível obter curvas  $T_m - T_{stop}$  adequadas.

### 5.11. MÉTODO DE PLATEAU

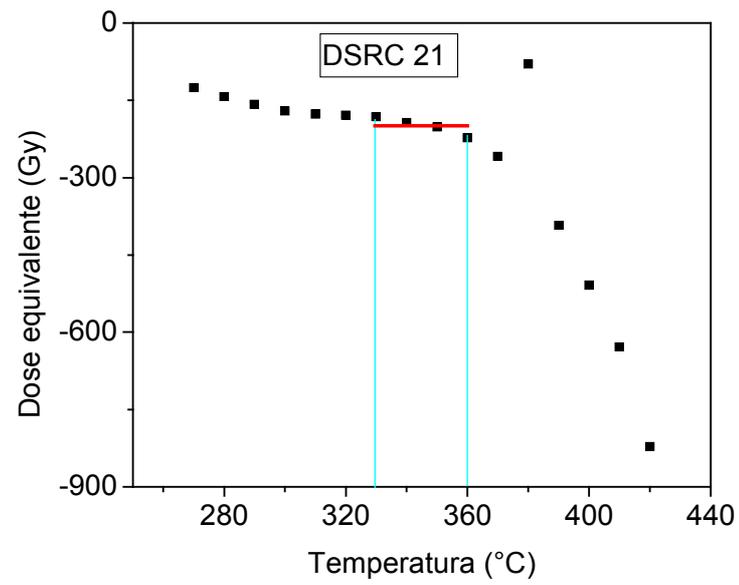
A dose equivalente das amostras foi obtida para um intervalo de temperaturas de 270 a 420°C utilizando o método de doses aditivas.



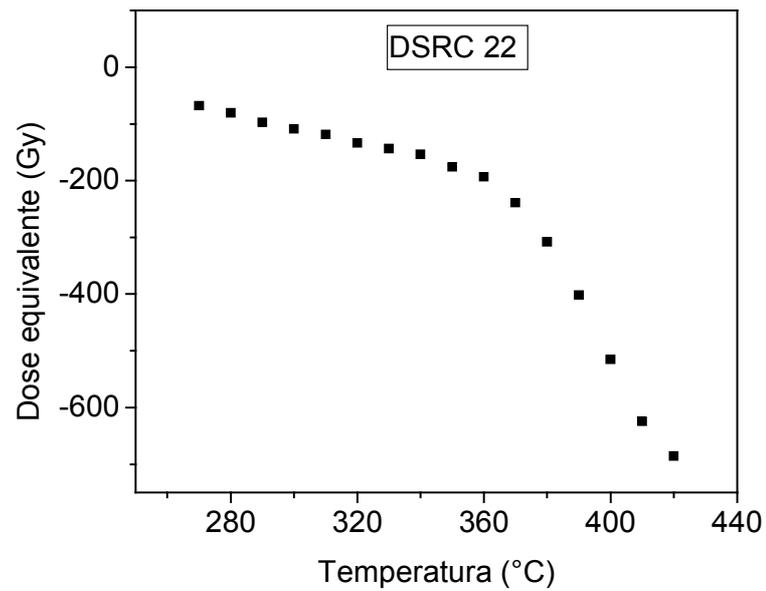
**Figura 64.** Doses equivalentes obtidas por curvas de crescimento do sinal TL para DSRC 09.



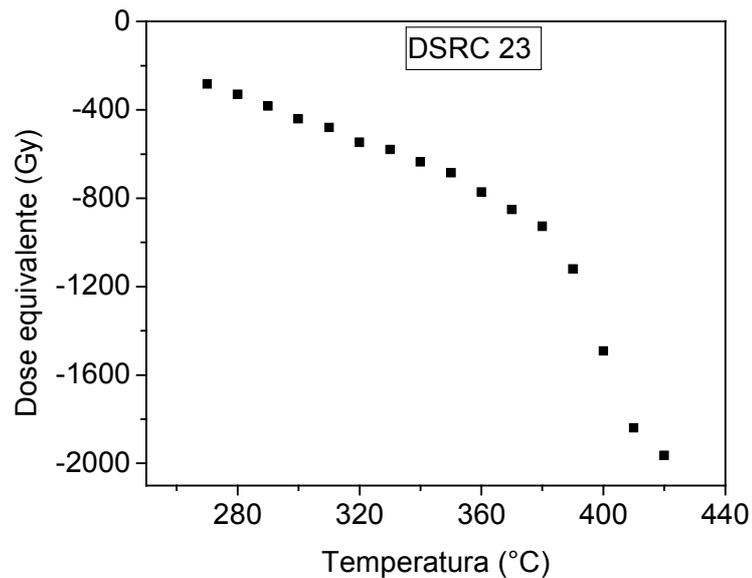
**Figura 65.** Doses equivalentes obtidas por curvas de crescimento do sinal TL para DSRC 10.



**Figura 66.** Doses equivalentes obtidas por curvas de crescimento do sinal TL para DSRC 21.



**Figura 67.** Doses equivalentes obtidas por curvas de crescimento do sinal TL para DSRC 22.



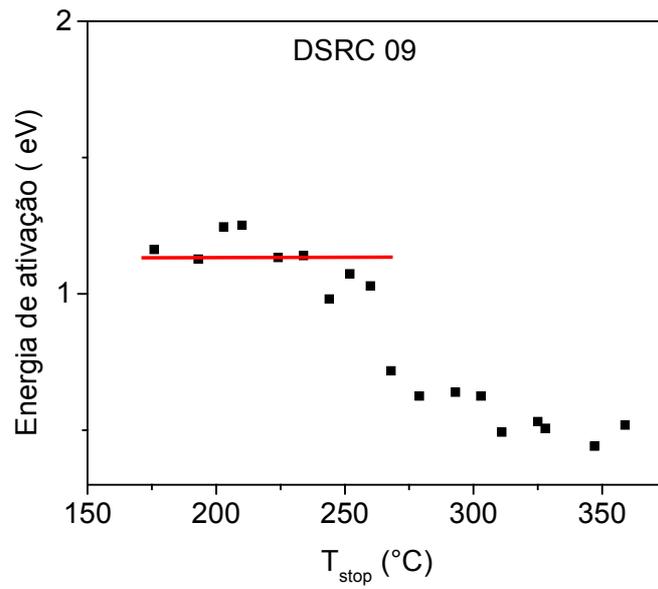
**Figura 68.** Doses equivalentes obtidas por curvas de crescimento do sinal TL para DSRC 23.

As Figuras 64, 65 e 66 sugerem a existência de plateau na curva de doses equivalentes. Nas Figuras 67 e 68, isso não é observado.

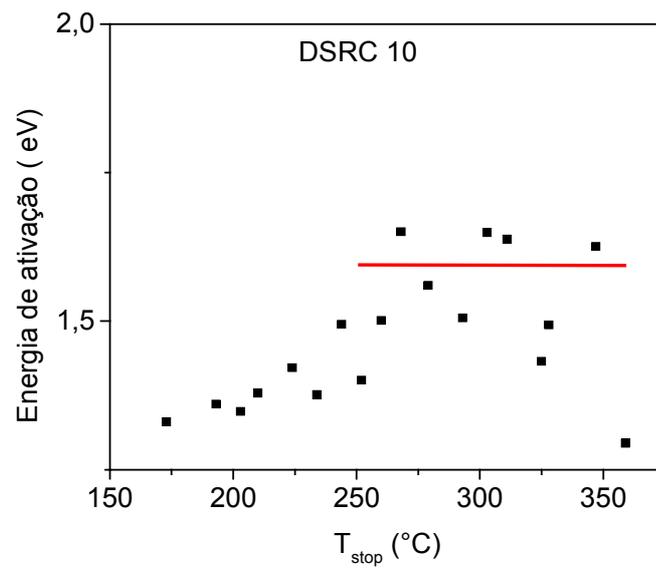
As Figuras 64 a 66 são comparadas as Figuras 37 a 39. Observa-se que a região de temperatura que é sugerida a existência de plateau nas Figuras 64 a 66 é a mesma região de temperatura em que ocorre o patamar nas Figuras 37 a 39. Em temperaturas superiores à região apontada, é observado um decaimento das curvas de dose equivalente e um aumento nas curvas de teste de Plateau. Essa observação reforça que é adequado utilizar a porção da curva de emissão que compreende essa região de plateau para datação.

### 5.12. ***ENERGIA DE ATIVAÇÃO OBTIDA PELO MÉTODO DE CRESCIMENTO INICIAL***

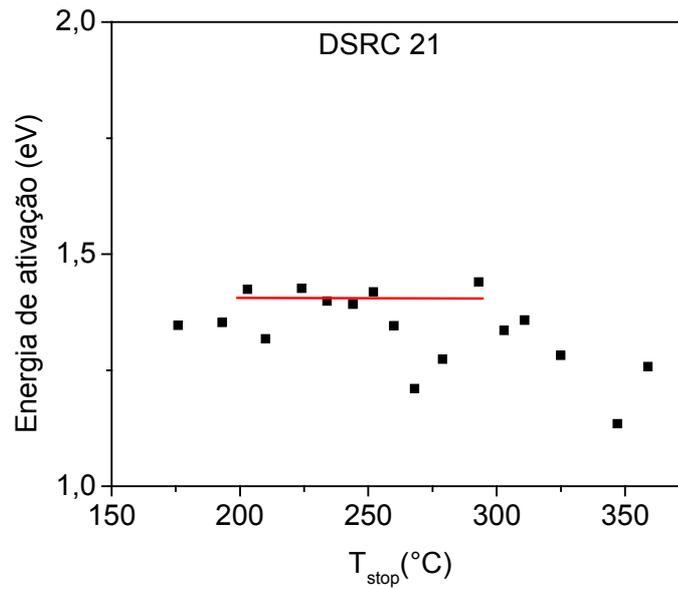
A energia de ativação foi calculada para todas as curvas termoluminescentes remanescentes de tratamento térmico tanto com o leitor TL como forno comercial. As Figuras 69 a 71 apresentam as energias obtidas para curvas de tratamento térmico com forno comercial. As Figuras 72 a 74 apresentam as energias para curvas de tratamento térmico com leitor TL.



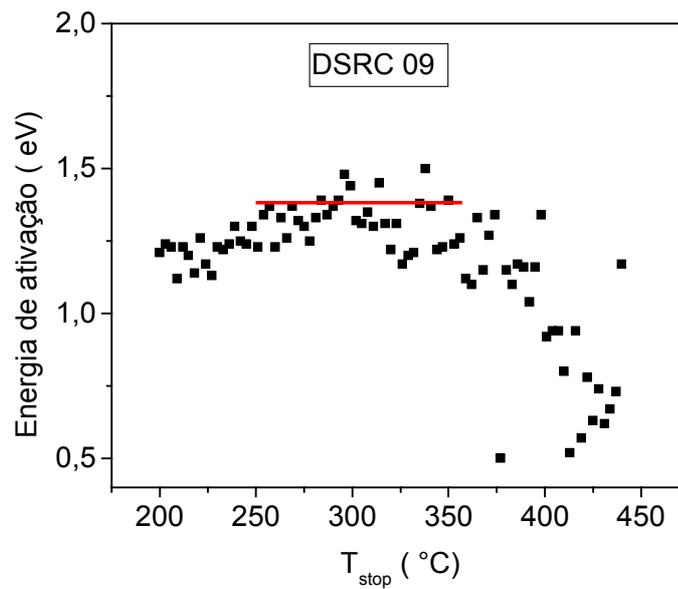
**Figura 69.** Energia de ativação calculada pelo método de crescimento inicial para tratamento térmico com forno comercial para DSRC 09.



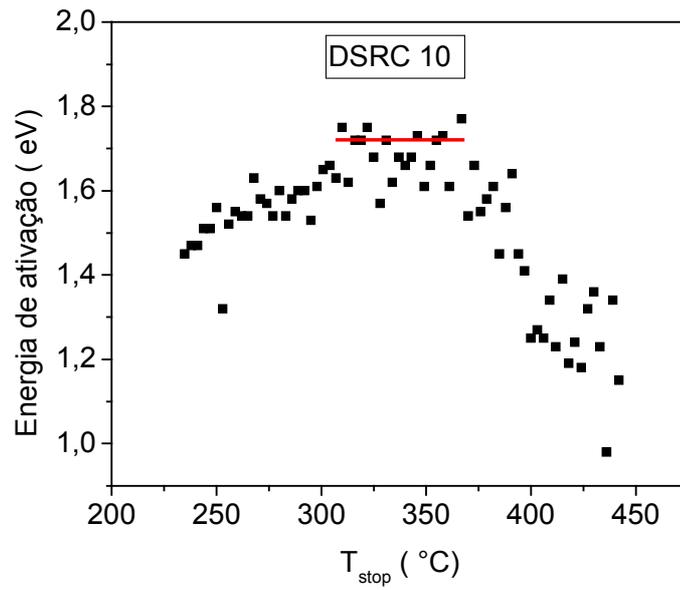
**Figura 70.** Energia de ativação calculada pelo método de crescimento inicial para tratamento térmico com forno comercial para DSRC 10.



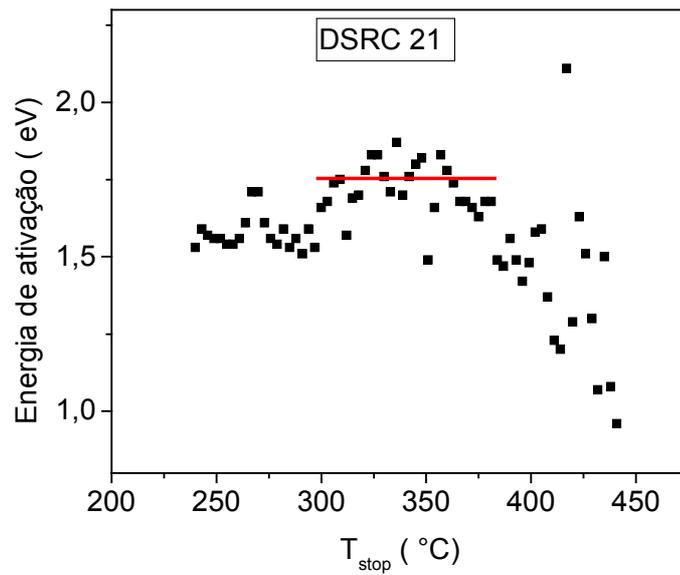
**Figura 71.** Energia de ativação calculada pelo método de crescimento inicial para tratamento térmico com forno comercial para DSRC 21.



**Figura 72.** Energia de ativação calculada pelo método de crescimento inicial para tratamento térmico com leitor TL para DSRC 09.



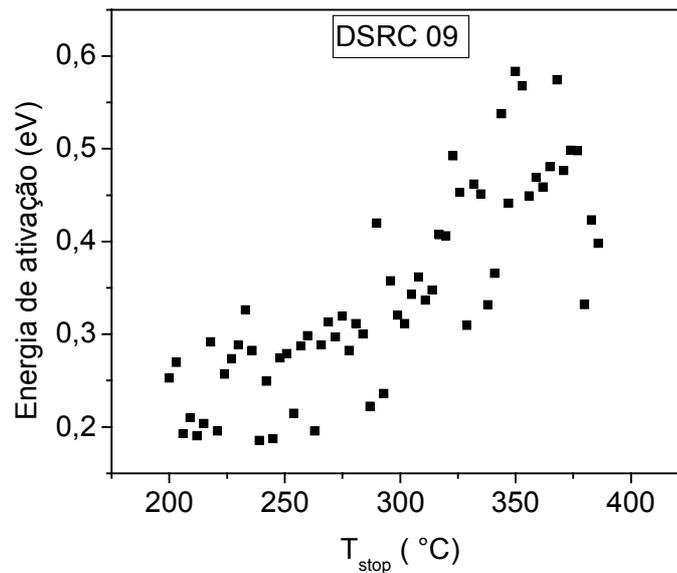
**Figura 73.** Energia de ativação calculada pelo método de crescimento inicial para tratamento térmico com leitor TL para DSRC 10.



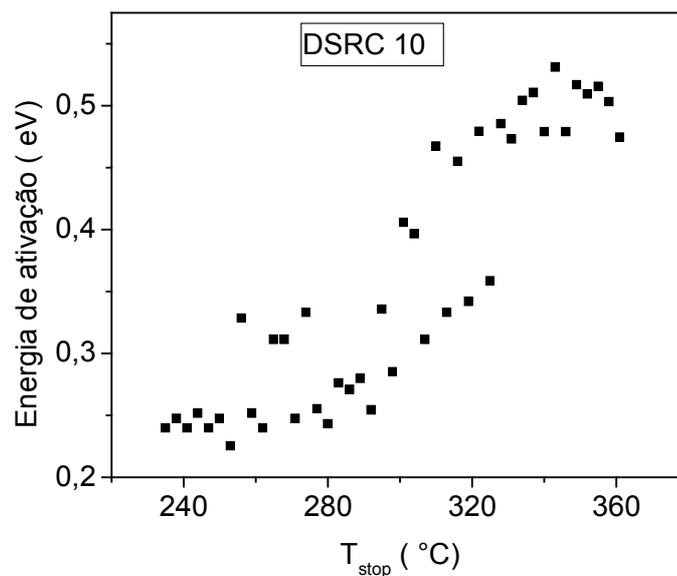
**Figura 74.** Energia de ativação calculada pelo método de crescimento inicial para tratamento térmico com leitor TL para DSRC 21.

### 5.13. ENERGIA CALCULADA PELA FORMA DO PICO

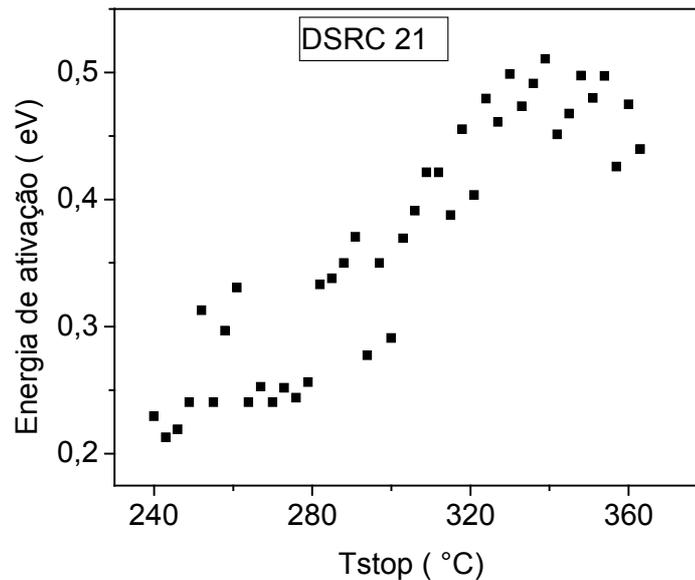
A energia de ativação foi calculada pelo método da forma do pico, para as curvas de emissão remanescentes do tratamento térmico pelo leitor TL. As Figuras 75 a 77 mostram os valores obtidos.



**Figura 75.** Energia de ativação calculada pelo método da forma do pico para as curvas de tratamento térmico pelo leitor TL de DSRC 09.



**Figura 76.** Energia de ativação calculada pelo método da forma do pico para as curvas de tratamento térmico pelo leitor TL de DSRC 10.

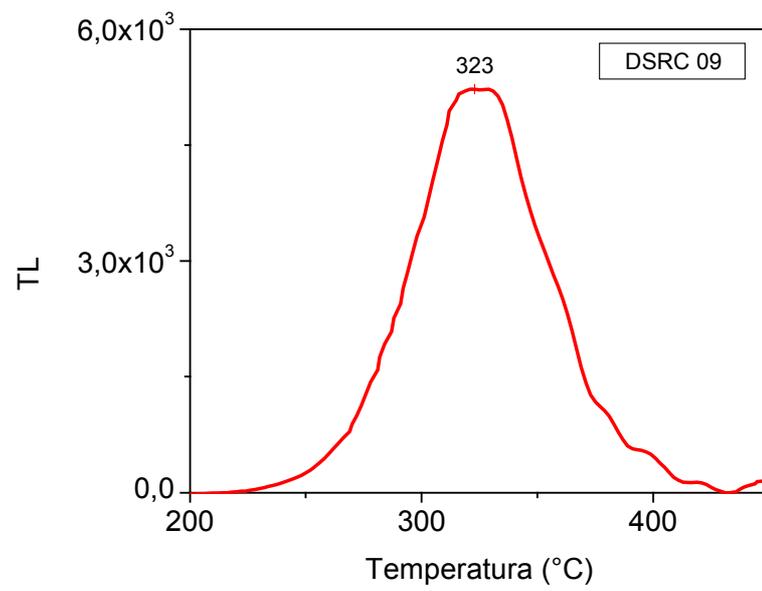


**Figura 77.** Energia de ativação calculada pelo método da forma do pico para as curvas de tratamento térmico pelo leitor TL de DSRC 21.

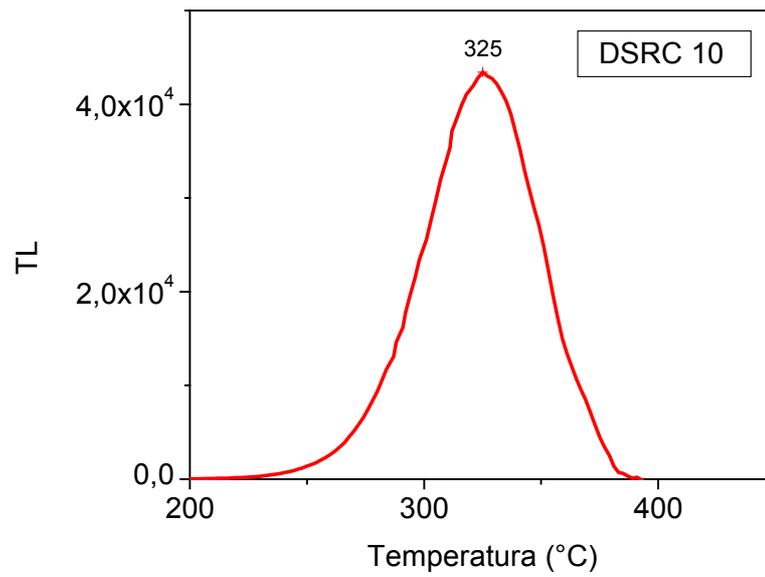
Os valores de energia de ativação obtidos pelo método da forma do pico foram inferiores a 1 eV. O cálculo da energia de ativação realizado com os dois métodos possibilitou avaliar qual método seria o mais adequado para calcular a energia de ativação do pico isolado.

#### 5.14. *PICOS ISOLADOS E PARÂMETROS DO PICO*

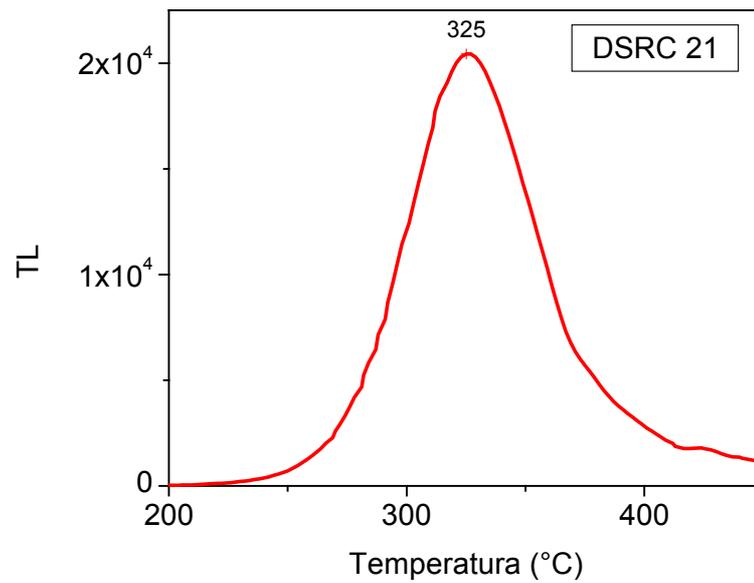
A partir das Figuras 58 a 60, foi definido o início e o final do pico 2. Para cada amostra foram utilizadas duas alíquotas. Uma alíquota foi aquecida até a temperatura  $T_{stop}$  correspondente ao início do pico 2. A outra alíquota foi aquecida até a temperatura  $T_{stop}$  correspondente ao final do mesmo pico. Realizou-se a leitura das TL das duas alíquotas e utilizou-se da equação (26). As Figuras 78 a 80 apresentam os picos isolados do restante da curva de emissão.



**Figura 78.** Pico isolado de DSRC 09.



**Figura 79.** Pico isolado de DSRC 10.



**Figura 80.** Pico isolado de DSRC 21.

Utilizando os valores das intensidades da termoluminescência dos picos, pelo método de crescimento inicial foi obtida a energia de ativação, e também foi avaliado o fator de frequência obtida pela equação (10). A Tabela VI lista os valores obtidos.

**Tabela VI.** Parâmetros do pico de emissão.

| Parâmetros das curvas                  | DSRC 09               | DSRC 10               | DSRC 21               |
|--|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Energia de ativação (eV)               | 1,70                  | 1,62                  | 1,48                  |
| Fator de frequência (s <sup>-1</sup> ) | 6,54x10 <sup>13</sup> | 1,17x10 <sup>13</sup> | 7,09x10 <sup>11</sup> |

### 5.15. AVALIAÇÃO DA IDADE DO SEDIMENTO PELO MÉTODO PROPOSTO POR IKEYA.

Para a obtenção das idades dos sedimentos foi aplicado o método proposto por Ikeya, o qual leva em consideração o decaimento espontâneo do sinal termoluminescente à temperatura ambiente durante o período geológico o qual o sedimento permaneceu soterrado. Para os cálculos, a temperatura considerada foi  $T = 303,15$  K, a taxa de dose anual  $D_{an} = 1,6$  mGy/ano e constante e Boltzmann  $k = 8,617 \times 10^{-5}$  eV/K.

- DSRC 09

Os parâmetros do pico de emissão termoluminescente a 325 °C, calculados no item anterior, são  $E = 1,70$  eV e  $s = 6,54 \times 10^{13} \text{ s}^{-1}$ . Aplicando esses valores à equação (11), obtêm a meia – vida dos defeitos,  $\tau = 8,88 \times 10^6$  anos.

Pela Figura 20 é observada a intensidade do sinal de TL natural  $I_{nat} = 83\ 153,33$  u.a, e pela Figura 42 tem-se que a intensidade TL de saturação é igual à  $I_{sat} = 6\ 306\ 163,82$  u.a. Pela equação (21) obtém-se  $I(Q) = 4,03 \times 10^6$  u.a. Na Figura 42 essa intensidade de emissão TL corresponde a  $Q = 17\ 348,20$  Gy.

Pela equação (23) obtém  $\tau_s = 10,84 \times 10^6$  anos. A meia vida efetiva é obtida pela equação (16), sendo  $\tau_e = 4,88 \times 10^6$  anos. A intensidade de saturação efetiva,  $I_{se}$ , é determinada pela equação (25). Para a DSRC 09,  $I_{se} = 1\ 815\ 089,30$  u.a.

Para o cálculo da idade é necessário realizar o desconto da intensidade TL residual ( $I_{res}$ ) daquela apresentada pela curva de emissão termoluminescente natural. Para isso utilizou-se da intensidade TL observada em 325 °C da Figura 21 curva 8 que é igual a  $I_{res} = 14\ 516,33$  u. a. Logo, a intensidade de termoluminescência correspondente a dose absorvida durante o período geológico é igual a:

$$I_e = I_{nat} - I_{residual} = 68\ 637 \text{ u. a.}$$

A equação (24) pode ser reescrita como:

$$I_e = I_{se}(1 - e^{-t/\tau_e})$$

$$68\ 637 = 1.815.089,30(1 - e^{-t/4,88 \times 10^6})$$

$$t = 188\ 115 \text{ anos.}$$

- DSRC 10

Os parâmetros do pico de emissão termoluminescente a 325 °C, calculados no item anterior, são  $E = 1,62$  eV e  $s = 1,17 \times 10^{13} \text{ s}^{-1}$ . Aplicando esses valores à equação (11), obtêm a meia – vida dos defeitos,  $\tau = 2,32 \times 10^6$  anos.

Pela Figura 20 é observada a intensidade do sinal de TL natural  $I_{nat} = 200\ 452,66$  u.a e pela Figura 43 tem-se que a intensidade TL de saturação é igual à  $I_{sat} = 9\ 718\ 627,69$  u.a. Pela equação (21) obtém-se  $I(Q) = 6,30 \times 10^6$  u.a. Na Figura 43 essa intensidade de emissão TL corresponde a  $Q = 17\ 321,49$  Gy.

Pela equação (23) obtém  $\tau_s = 10,70 \times 10^6$  anos. A meia vida efetiva é obtida pela equação (16), sendo  $\tau_e = 4,07 \times 10^6$  anos. A intensidade de saturação efetiva,  $I_{se}$ , é determinada pela equação (25). Para a DSRC 10,  $I_{se} = 3\,772\,556,65$  Gy.

Para o cálculo da idade é necessário realizar o desconto da intensidade TL residual ( $I_{res}$ ) daquela apresentada pela curva de emissão termoluminescente natural. Para isso utilizou-se da intensidade TL observada em 325 °C da Figura 22 curva 8 que é igual a  $I_{res} = 11\,001,33$  u. a. Logo, a intensidade de termoluminescência correspondente a dose absorvida durante o período geológico é igual a:

$$I_e = I_{nat} - I_{residual} = 189\,451,33 \text{ u. a.}$$

A equação (24) pode ser reescrita como:

$$I_e = I_{se}(1 - e^{-t/\tau_e})$$

$$189\,451,33 = 3.772.556,65(1 - e^{-t/4,07 \times 10^6})$$

$$t = 209\,698 \text{ anos}$$

- DSRC 21

Os parâmetros do pico de emissão termoluminescente a 325 °C, calculados no item anterior, são  $E = 1,48$  eV e  $s = 7,09 \times 10^{11} \text{ s}^{-1}$ . Aplicando esses valores à equação (11), obtém a meia-vida dos defeitos,  $\tau = 1,80 \times 10^5$  anos.

Pela Figura 20 é observada a intensidade do sinal de TL natural  $I_{nat} = 41\,544$  u.a e pela Figura 44 tem-se que a intensidade TL de saturação é igual à  $I_{sat} = 4\,067\,331,99$  u.a. Pela equação (21) obtém-se  $I(Q) = 2\,584\,670,49$  u.a. Na Figura 44 essa intensidade de emissão TL corresponde a  $Q = 19\,233,30$  Gy.

Pela equação (23) obtém  $\tau_s = 12,02 \times 10^6$  anos. A meia vida efetiva é obtida pela equação (16), sendo  $\tau_e = 1,78 \times 10^5$  anos. A intensidade de saturação efetiva,  $I_{se}$ , é determinada pela equação (25). Para a DSRC 10,  $I_{se} = 60\,431,32$  Gy.

Para o cálculo da idade é necessário realizar o desconto da intensidade TL residual ( $I_{res}$ ) daquela apresentada pela curva de emissão termoluminescente natural. Para isso utilizou-se da intensidade TL observada em 325 °C da Figura 23 curva 8 que é igual a  $I_{res} = 4\,901$  u. a. Logo, a intensidade de termoluminescência correspondente a dose absorvida durante o período geológico é igual a:

$$I_e = I_{nat} - I_{residual} = 36\,643 \text{ u. a.}$$

A equação (24) pode ser reescrita como:

$$I_e = I_{se}(1 - e^{-t/\tau_e})$$

$$36643 = 60\,431,32(1 - e^{-t/1,78 \times 10^5})$$

$$t = 165\,951 \text{ anos}$$

As idades obtidas para cada amostra é listada na Tabela abaixo.

**Tabela VII.** Idades das amostras.

| AMOSTRA      | DSRC 09                       | DSRC 10                       | DSRC 21                       |
|--------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| IDADE (ANOS) | $(1,88 \pm 0,24) \times 10^5$ | $(2,10 \pm 0,23) \times 10^5$ | $(1,66 \pm 0,22) \times 10^5$ |

### 5.16. *AVALIAÇÃO DO FATOR DE CORREÇÃO*

A idade do sedimento é dita ser calculada utilizando a equação (1). Por essa equação tem-se que as idades de DSRC 09, DSRC 10 e DSRC 21 são respectivamente iguais 115.000 anos, 196.875 anos e 98.750 anos.

Comparando as idades obtidas pela equação (1) com as idades obtidas pelo método proposto por Ikeya para a correção das idades, tem-se:

- DSRC 09

$$\frac{115.000}{188.115} = 0,61$$

- DSRC 10

$$\frac{196.875}{209.698} = 0,93$$

- DSRC 21

$$\frac{98.750}{165.951} = 0,60$$

## 6. CONCLUSÕES

Como conclusão geral do presente trabalho pode ser afirmada que uma metodologia e procedimentos para caracterizar as propriedades termoluminescentes de sedimentos foram estabelecidos, com o intuito de se avaliar a idade do evento da deposição de sedimentos. Estes estudos serão de grande importância para futuros trabalhos a serem desenvolvidos no laboratório de datação arqueológica do Departamento de Física e Química da UNESP de Ilha Solteira.

Como resultado específico da análise das amostras de sedimentos da região Rio Claro, denominados de – DSRC-09, DSRC-10, DSRC-21, DSRC-22 e DSRC-23 – podem ser destacados os seguinte:

- os sedimentos analisados são constituídos, na sua maior parte, pelo mineral quartzo ( $\text{SiO}_2$ );
- as amostras não estavam saturadas, em termos de seu sinal TL, reforçando a possibilidade de se datar usando a sua emissão termoluminescente;
- os dados do teste de plateau indicam que as amostras mostraram uma região de temperatura na sua emissão TL útil para datação (normalmente entre  $320^\circ\text{C}$  até  $380^\circ\text{C}$ ). A amostra DSRC-22 não mostrou uma região de estabilidade em sua TL;
- dentre os métodos de determinação de parâmetros TL, o que se mostrou mais indicado para determinação da energia de ativação foi o método de crescimento inicial;
- as idades de deposição calculadas para as amostras pelo método de Ikeya: DSRC-09, DSRC-10 e DSRC-21, são respectivamente de 188.000 anos, 210.000 anos e 166.000 anos. Esta seqüência de idades está de acordo com os dados das intensidades das TL naturais, Figura 20, como recolhidas;
- Os resultados das idades são compatíveis, cabendo as seguintes considerações:

a) zero da idade – o esvaziamento até o nível residual é aceitável para as amostras estudadas, pois o tempo necessário para atingir o nível residual da TL foi de aproximadamente 80 horas de exposição solar, segundo os resultados obtidos em laboratório. Por outro lado, resta a dúvida se a sedimentação foi determinada por deslocamento de volume muito grande de sedimentos que impediu a sua iluminação adequada. Neste caso a interpretação poderia ser como que a deposição foi ocasionada por inundação.

b) O intervalo de idades – a avaliação das idades foi realizada com sedimentos aleatórios da formação geológica Rio Claro, pois, o que se esperava não era datar precisamente cada sedimento, e sim, avaliar o período geológico no qual ocorreu a deposição

dos sedimentos. Estudos anteriores apontavam que essa formação geológica deveria possuir idade neogênica, podendo ter sido formada no período Mioceno ou Pleistoceno. Pelo intervalo de idades obtido, conclui-se que a formação é do período quaternário, posicionando-se no Pleistoceno.

Da observação do comportamento do teste de plateau, conclui-se que apesar do quartzo apresentar pico de emissão na região de 400 °C, o mesmo não pode ser usado para datação, pois apesar da alta temperatura o sinal TL é instável.

Finalmente, pela comparação das idades obtidas pelo método proposto por Ikeya e aquelas obtidas pela equação (1) pode ser concluído que o decaimento espontâneo do sinal TL durante o período de soterramento é algo que deve ser considerado. E, é notado que o método proposto por Ikeya satisfaz esta consideração.

## **7. PLANO DE DESENVOLVIMENTO FUTURO**

- Sistematizaros estudos qui desenvolvidos, com intenção de se datar as variadas camadas sedimentares da formação geológica de Rio Claro;
- Estudar o comportamento do teste de Plateau para variadas amostras. Pois, observou-se que algumas amostras não apresentam Plateau.

## 8. REFERÊNCIAS

- [1] OLIVA, A.; KIANG, C. H.; CAETANO-CHANG, M. R. Determinação da condutividade hidráulica da Formação Rio Claro: análise comparativa através de análise granulométrica e ensaios com permeâmetro *Guelph* e testes de testes de Slug. **Águas Subterrâneas**, São Paulo, v. 19, n. 2, p. 1-17, 2005.
- [2] PREINOTTO, J. A. et al. Nova contribuição ao conhecimento da Formação Rio Claro (T) na Folha Rio Claro (SP). **Geociências**, São Paulo, v. 25, n. 3, p. 297 – 306, 2006.
- [3] DOS-SANTOS, M. A.; BERNARDES-DE-OLIVEIRA, M. E.; SANT'ANA, L. G. Evidências paleoclimáticas e paleoecológicas, segundo dados paleobotânicos e mineralógicos, dos argilitos neógenos de Jaguariúna ( SP), correlatos à Formação Rio Claro. **Revista UnG-Geociências**, Guarulhos, v. 6, n.1, p.80-106, 2007.
- [4] DE MELLO, M. S.; COIMBRA, A. M.; CUCHIERATO, G. Fácies sedimentares da formação Rio Claros, neoceno-zóico da depressão periférica paulista. **Revista IG**, São Paulo, v. 18, n.1/2, p. 49-63, 1997.
- [5] MEZZALIRA, S. Novas ocorrências de vegetais fósseis cenozóicos no estado de São Paulo. **Revista do Instituto de Geografia e Geologia**, São Paulo, v.15, p. 73-94, 1961/1962.
- [6] BJÖRNBERG, A. J. S.; LANDIM, P. M. B.; MEIRELLES FILHO, G. M. Restos de plantas modernas em níveis elevados na região de Rio Claro (SP). **Boletim da Escola de Engenharia de São Carlos**, São Carlos, v. 11, p. 37-57, 1964.
- [7] FÚLFARO, V. J.; SUGUIO, K. A Formação Rio Claro (Neo-cenozóico) e seu ambiente de deposição. **Revista do Instituto de Geografia e Geologia**, São Paulo, v. 20, p. 45 – 60, 1968.
- [8] AB'SABER, A. N. A. A. Depressão periférica paulista: um setor das áreas de circundenudação pos-cretácea da bacia do Paraná. **Boletim do Instituto de Geografia da USP**, São Paulo, v. 13, p. 1-15, 1969.
- [9] PENTEADO, M. M. A bacia de sedimentação de Rio Claro – Estado de São Paulo. **Revista da Sociedade de Geografia de Lisboa**, Lisboa, v.17, n.5, p. 38-61, 1969.
- [10] FÚLFARO, V. J.; SUGUIO, K.O. O Cenozóico paulista: gênese e idade. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE GEOLOGIA, 28, 1974, Porto Alegre. **Anais...** Porto Alegre: [s.n.], 1974. v. 3, p. 91-101.
- [11] SOARES, P. C.; LANDIM, P. M. B. Depósitos cenozóicos na Região Centro – sul do Brasil. **Notícia Geomorfológicas**, Campinas, v. 31, n.16, p. 17 – 39, 1976.
- [12] FREITAS, R. O. et al. Projeto levantamento geológico de formações superficiais. In: SIMPÓSIO REGIONAL DE GEOLOGIA, 1979, Rio Claro. **Atas...** Rio Claro: Unesp, 1979. v. 2, p. 263 – 277.
- [13] FATTAHI, M. Distinguishing past earthquakes and related sediments by thermoluminescence methods: A review. **Quaternary International**, Oxford, v. 199, p. 104-146, 2009.
- [14] McKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids**. Great Britain: Cambridge University Press, 1985. p.282

- [15] McKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids**. Great Britain: Cambridge University Press, 1985. p. 8.
- [16] McDOUGALL, D.J. Thermoluminescence of geological materials. **Science**, Washington, v. 156, n. 3778, p. 1137, 1966.
- [17] CAMERON, J.R. Radiation dosimeter utilizing the thermoluminescence of lithium fluoride. **Science**, Washington, v.134, n. 3475, p.333-334, 1961.
- [18] GINTHER, R.J; KIRK R.D. Thermoluminescence of  $\text{CaF}_2$ : Mn and its application to dosimetry. In: **REPORT of nrl progress**. [ S.l.: s.n], 1956, p. 12.
- [19] MORATO, S. P. **Modêlo contínuo para armadilhas termoluminescentes**. 1970. 74 f. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1970.
- [20] CRUZ, M. T. **Propriedades termoluminescentes da fluorita brasileira de coloração violeta**. 1972. 149 f. Tese (Doutorado) – Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1972.
- [21] OKUNO, E. **Propriedades termoluminescentes do fluoreto de cálcio natural**. 1971. 141 f. Tese (Doutorado) - Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1971.
- [22] WATANABE, S. **Propriedades de TL do LiF: Mg**. 1968. Tese (Livre-Docência) - Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1968.
- [23] LAS, W. C. **Mecanismo proposto de termoluminescência induzida pela luz UV no  $\text{CaF}_2$  natural**. 1976. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1976.
- [24] CHEN, R.; McKEEVER, W. S. **Theory of thermoluminescence and related phenomena**. Singapore: Wolrd Scientific Publishing Co. Pte., 1997. 309p.
- [25] MEJDAHL, V. Thermoluminescence dating of sediments. **Radiation Protection Dosimetry**, Kent, v.17, p. 219-227, 1986.
- [26] WINTLE, A. G. Fifty years of luminescence dating. **Archaeometry**, Oxford, v. 50, n.2, p. 276-312, 2008.
- [27] FERRAZ, G. M. et al. Termoluminescência e datação de peças arqueológicas. **Integração**, São Paulo. v. 12, n° 46, p.285 – 290,2006
- [28] CHEN,R.; PAGONIS, V.; LAWLESS, J. L. Duplicituos thermoluminescence peak associated with peak associated with a thermal release of eletrons and holes from trapping states. **Radiation Measurements**, Oxford, v. 43, p. 162-166, 2008.
- [29] HANSE, L. et al. Luminescence dating of the last weichselian glacier advance in East Greenland. **Quaternary Science Reviews**, Oxford. v.18, n. 2, p. 179-90, 1999.
- [30] McKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids**. Great Britain: Cambridge University Press, 1985.
- [31] CHEN, R.; McKEEVER, W. S. **Theory of thermoluminescence and related phenomena**. Singapore: Wolrd Scientific Publishing Co. Pte, 1997. 283p.
- [32] AITKEN, M. J. TLD methods in archaeometry, geology and sediment studies. **Radiation Protection Dosimetry**, Kent, v. 34, n.1/4, p. 55-60, 1990.
- [33] TRIBOLO, C. et al. Thermoluminescence dating of a stillbay – howiesons poort sequence at diepkloof rock shelter ( Western Cape, South Africa). **Journal of Archaeological Science**, New York, v. 36, p. 730 – 739, 2009.

- [34] FATTAHI, M. Dating past earthquakes and related sediments by thermoluminescence methods: A review. **Quaternary International**, Oxford, v. 199, p. 104 – 146, 2009.
- [35] PAWLEY, S. M. et al. Age limits on Middle Pleistocene glacial sediments from OSL dating, north Norfolk, UK. **Quaternary Science Reviews**, Oxford, v. 27, p. 1363– 1377, 2008.
- [36] QUICKERT, N. A.; GODFREY-SMITH, D. I.; CASEY, J. L. Optical and thermoluminescence dating of Middle Stone Age and Kintampo bearing sediments at Birimi, a multi-component archaeological site in Ghana. **Quaternary Science Reviews**, Oxford, v. 22, p. 1291–1297, 2003.
- [37] SYLVIA, D. A.; GALLOWAY, W. E. Morphology and stratigraphy of the late Quaternary lower Brazos valley: Implications for paleo-climate, discharge and sediment delivery. **Sedimentary Geology**, Amsterdam, v.190, p.159-175, 2006.
- [38] SONGMUANG, R. et al. Detecting active faults using remote-sensing technique : a case study in the sri sawat area, Western Thailand. **ScienceAsia**, Thailand, v. 33, p. 23-33, 2007.
- [39] MACHATLETT, B. et al. The loess sequence from Remisowwka (northern boundary of the Tien Shan Mountains, Kazakhstan) – Part I : Luminescence dating. **Quaternary International**, Oxford, v.152/153, p. 192-201, 2006.
- [40] LIAN, O. B.; ROBERTS, R. G. Dating the Quaternary: progress in luminescence dating of sediments. **Quaternary Science Reviews**, Oxford, v. 25, p. 2449-2468, 2006.
- [41] GIANNINI, P.C. F. et al. Eolian depositional episodes controlled by Late Quaternary relative sea level changes on the Imbituba-Laguna coast (southern Brazil). **Marine Geology**, v. 237, p. 143-168, 2007.
- [42] MIALLIER, D. et al. Residual thermoluminescence for sun-bleached quartz: Dependence on pre-exposure radiation dose. **Quaternary Geochronology**, [S. l.], v. 1, p. 313 – 319, 2006.
- [43] JAINA, M.; DULLER, G. A. T.; WINTLE, A. G. Dose response, thermal stability and optical bleaching of the 310 °C isothermal TL signal in quartz. **Radiation Measurements**, Oxford, v. 42, p. 1285 – 1293, 2007.
- [44] CHOI, J. H. et al. Estimation of equivalent dose using quartz isothermal TL and the SAR procedure. **Quaternary Geochronology**, [S. l.], v. 1, p. 101-8, 2006.
- [45] SALLUN, A. E. M.; *et al.* Datação absoluta de depósitos quaternários brasileiros por luminescência. **Revista Brasileira de Geociências**, São Paulo, v. 2, n.37, p. 402-413, 2007.
- [46] FEDOROWICZ, S. TL age Upper Pleistocene stratified deposits measured using the additive, regeneration and RF methods. **Geological Quarterly**, Warszawa, v. 2, n.50, p. 211-218, 2006.
- [47] HUNTLEY, D. J.; HUTTON, J. T.; PRESCOTT, J. R. The stranded beach-dune sequence of south-east south Australia: a test of thermoluminescence dating, 0 – 800 ka. **Quaternary Science Reviews**, Oxford, v. 12, p. 1-20, 1993.
- [48] ANDRADE, M. B. **Datação de peixe fóssil da Chapada de Araripe – CE por termoluminescência e ressonância paramagnética eletrônica ( EPR)**. 2001. 81 f. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.
- [49] CHEN, R.; McKEEVER, W. S. **Theory of thermoluminescence and related phenomena**. Singapore: Wolrd Scientific Publishing Co. Pte., 1997. p. 302.
- [50] CHEN, R.; McKEEVER, W. S. **Theory of thermoluminescence and related**

**phenomena.** Singapore: Wolrd Scientific Publishing Co. Pte., 1997. p. 303

[51] McKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids.** Great Britain: Cambridge University Press, 1985. p. 80.

[52] McKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids.** Great Britain: Cambridge University Press, 1985. p. 79.

[53] McKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids.** Great Britain: Cambridge University Press, 1985. p. 87.

[54] CHEN, R.; McKEEVER, W. S. **Theory of thermoluminescence and related phenomena.** Singapore: Wolrd Scientific Publishing Co. Pte. , 1997. p. 110.

[55] McKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids.** Great Britain: Cambridge University Press, 1985. p. 71.

[56] McKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids.** Great Britain: Cambridge University Press, 1985. p. 88.

[57] McKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids.** Great Britain: Cambridge University Press, 1985. p. 89.

[58] CHEN, R.; McKEEVER, W. S. **Theory of thermoluminescence and related phenomena.** Singapore: Wolrd Scientific Publishing Co. Pte., 1997. p. 101.

[59] CHEN, R.; McKEEVER, W. S. **Theory of thermoluminescence and related phenomena.** Singapore: Wolrd Scientific Publishing Co. Pte., 1997. p.105.

[60] McKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids.** Great Britain: Cambridge University Press, 1985. p. 111.

[61] McKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids.** Great Britain: Cambridge University Press, 1985. p. 91.

[62] IKEYA, M. **Dating and age determination of biological materials.** London: Zimmerman M.R. , 1986. p. 76.

[63] McKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids.** Great Britain: Cambridge University Press, 1985. p. 42.

[64] IKEYA, M. **New applications of elétron spin resonance.** London: World Scientific, 1993. p. 86.

[65] IKEYA, M. **Dating and age determination of biological materials.** London: Zimmerman M.R. 1986. p. 80.

[66] BARABAS, M.; BACH, A.; MANGINI, A. An analytical model for the growth of ESR signals. **Nuclear Tracks and Radiation Measurements**, Oxford, v. 14, n.1/2 , p. 231- 235, 1988.

[67] IKEYA, M. **New applications of elétron spin resonance.** London: World Scientific, 1993. p. 70.

[68] YUKIMITU, K. **Efeito da pré-dose no quartzo e seu uso na datação arqueológica.** Dissertação (Mestrado) - Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1985.

[69] McKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids.** Great Britain: Cambridge University Press, 1985. p. 141.

[70] Sullasi, H. S. et al. Irradiation for dating Brazilian fish fossil by thermoluminescence and EPR technique. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research**, v. 213, p.756 – 760, 2004.

# Livros Grátis

( <http://www.livrosgratis.com.br> )

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)  
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)  
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)  
[Baixar livros de Matemática](#)  
[Baixar livros de Medicina](#)  
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)  
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)  
[Baixar livros de Meteorologia](#)  
[Baixar Monografias e TCC](#)  
[Baixar livros Multidisciplinar](#)  
[Baixar livros de Música](#)  
[Baixar livros de Psicologia](#)  
[Baixar livros de Química](#)  
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)  
[Baixar livros de Serviço Social](#)  
[Baixar livros de Sociologia](#)  
[Baixar livros de Teologia](#)  
[Baixar livros de Trabalho](#)  
[Baixar livros de Turismo](#)