



INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

**Datação de sedimentos Pleistocênicos do terraço arenoso da região de Icapara
- São Paulo, Brasil**

BRUNA CORTEZ

**Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Aplicações**

**Orientador:
Prof. Dr. Shiguo Watanabe**

**São Paulo
2020**

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

Datação de sedimentos Pleistocênicos do terraço arenoso da região de Icapara
- São Paulo, Brasil

Versão Original

Versão Original disponível no IPEN

BRUNA CORTEZ

Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Aplicações

Orientador:
Prof. Dr. Shiguelo Watanabe

São Paulo
2020

Fonte de Financiamento: Capes/Proex (88882.33334/2019-01)

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho,
para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte

Como citar:

CORTEZ, B. C. ***Datação de sedimentos Pleistocênicos do terraço arenoso da região de Icapara - São Paulo, Brasil.*** 2020. 70 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo. Disponível em: (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca IPEN/USP,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Cortez, Bruna Cortez

Datação de sedimentos Pleistocênicos do terraço arenoso da região de Icapara - São Paulo, Brasil / Bruna Cortez Cortez; orientador Shiguelo Watanabe. -- São Paulo, 2020.
70 p.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear (Aplicações) -- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2020.

1. Datação. 2. Difração de Raios-X. 3. Termoluminescência .
4. Ressonância Paramagnética eletrônica. 5. Icapara. I.
Watanabe, Shiguelo, orient. II. Título.

FOLHA DE APROVAÇÃO

Autor: Bruna Cortez

Titulo: Datação de sedimentos Pleistocênicos do terraço arenoso da região de Icapara - São Paulo, Brasil

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Mestre em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear – Aplicações;

Data: ____/____/____

Banca examinadora

Prof. Dr.: _____

Instituição.: _____ Julgamento: _____

Prof. Dr.: _____

Instituição.: _____ Julgamento: _____

Prof. Dr.: _____

Instituição.: _____ Julgamento: _____

AGRADECIMENTOS

À Deus primeiramente que me trouxe sabedoria para trilhar meus sonhos.

Ao professor Dr. Shigueo Watanabe, sua disposição para orientação, realizou uma grande inspiração para minha carreira acadêmica, incentivando com muito carinho.

Ao professor Dr. José Fernando Diniz Chubaci acompanhou toda trajetória de mestrado auxiliando no projeto com seu conhecimento, disponibilidade e sempre muito disposto em querer ajudar nas coletas, e pelas viagens memoráveis junto com a Rosinha.

À Edna, com seus conselhos e disposição em querer ajudar.

Aos colegas do LACIFID Edy, Carlos, Noemi, Nilo, Roseli, René, Sônia que sempre apoiaram nos momentos de dúvidas.

Aos amigos que me apoiaram com palavras de incentivos, em especial Monise que me acompanha desde o início da faculdade e continuou na jornada comigo no mestrado, e amigos que conheci no IPEN Bianca e João sou grata pelos momentos de dificuldades e momentos de prazer.

Aos meus pais Valmir e Claudete, meu irmão Willian, cunhada Tereza, tia Carla, tio Afrânio, vó Josina, e namorado Fernando pelo carinho, amor, compreensão que nunca deixaram de incentivar.

Ao IPEN-CTR, À Beth que sempre se dispõe a irradiar as amostras com a fonte Cobalto. E a Bruna com a ajuda para os processos de documentos.

À empresa Piramide Extração Ltda, especialmente ao Eng. Nagaoka e Cleiton que participaram ativamente no processo de coleta.

À CAPES pelo financiamento do auxílio da bolsa de Mestrado (88882.333434/2019-01), à FAPESP pelo financiamento do projeto Temático (2014/03085-0).

*“Não vos amoldeis às estruturas deste mundo,
mas transformai-vos pela renovação da mente,
a fim de distinguir qual é a vontade de Deus:
o que é bom, o que Lhe é agradável, o que é perfeito.
(Bíblia Sagrada, Romanos 12, 2)*

RESUMO

Cortez, B. ***Datação de sedimentos Pleistocênicos do terraço arenoso da região de Icapara - São Paulo, Brasil.*** 2020. 67 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP. São Paulo.

O presente trabalho relata idades obtidas por métodos físicos, que correlacionam ao período Pleistocênico, Sistema Laguna-Barreira II. No estado de São Paulo, na região de Icapara localizado no litoral sudeste, 10 km de distância da costa um grande terraço foi formado. Essa formação pode estar vinculado às flutuações do nível relativo do mar no passado (NRM), que ocorreram há mais de 120 000 anos passados. A determinação da idade das amostras coletadas foram realizadas utilizando os grãos de quartzo através das técnicas de métodos físicos como Termoluminescência (TL) e Ressonância Paramagnética Eletrônica (RPE). A análise da estrutura cristalina do quartzo após tratamentos químicos foram realizadas por Difração de Raios-X, contendo a presença de fases cristalinas devido a cristobalita, feldspato e quartzo. A curva de emissão TL apresenta picos em torno de 110°C e 325°C para todas as amostras. Devido à estabilidade do pico em 325°C foi utilizado para determinar a dose acumulada (Dac) por método aditivo. O espectro RPE dos grãos de quartzo mostra o sinal E_1 na região $g = 2,00053$. Através de processo de sensibilização com temperatura em 320°C das amostras irradiadas com diferentes doses foi construído o comportamento da intensidade RPE em função da dose regenerativa para determinar a Dac. O teor de U, Th e K nas amostras foram determinados por espectroscopia-gama, e por medida das concentrações destes radionuclídeos obtemos a taxa de dose anual, das amostras coletadas em Icapara. As idades obtidas por amostras técnicas correlacionam ao período Pleistocênico, que correspondem idades entre 35 000 a 48 000 anos passados.

Palavras-chaves: Datação; Difração de Raios-X; Termoluminescência; Ressonância Paramagnética Eletrônica; Icapara.

ABSTRACT

CORTEZ, B. *Dating of Pleistocene sediments from the sandy terrace of the Icapara region - São Paulo, Brazil*. 2020. 67 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP. São Paulo.

The present work reports ages obtained by physical methods, which correlate to the Pleistocene period, Laguna-Barreira II System. In the state of São Paulo, in the Icapara region located on the southeast coast, 10 km away from the coast, a large terrace was formed. This formation may be correlated to fluctuations in the relative sea level in the past (RSL), which occurred more than 120,000 years ago. The determination of the age of the collected samples was carried out using the quartz grains through techniques of physical methods such as Thermoluminescence (TL) and Electronic Paramagnetic Resonance (EPR). The analysis of the crystalline structure of the quartz after chemical treatments was performed by X-ray diffraction, containing the presence of crystalline phases due to cristobalite, feldspar and quartz. The TL emission curve shows peaks around 110 °C and 325 °C for all samples. Due to the stability of the peak at 325 °C it was used to determine the accumulated dose (Dac) by additive method. EPR spectrum of the quartz grains shows the signal E₁ in the region $g = 2,00053$. Through the process of sensitization with temperature at 320 °C of the samples irradiated with different doses, the behavior of the EPR intensity was constructed in function of the regenerative dose to determine the Dac. The U, Th and K content in the samples were determined by gamma spectroscopy, and by measuring the concentrations of these radionuclides obtained the annual dose rate of the samples collected in Icapara. The ages obtained by technical samples correlate to the Pleistocene period, which correspond to ages between 35,000 to 48,000 years past.

Keywords: Dating; X-ray diffraction; Thermoluminescence; Electronic Paramagnetic Resonance; Icapara.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Sistemas Lagunas-Barreira formados em quatro períodos, cada um de diferentes níveis do mar, chamados de Barreira I,II,III e IV.	15
Figura 2 – Exemplos de mudanças de NRM nos últimos 7 000 anos, ao longo da costa, Curva (A) Salvador, (B) Ilhéus e (C) Santos.	16
Figura 3 – Planície costeira entre Cananéia e Iguape.	17
Figura 4 – Modelos de defeitos pontuais: auto - intersticial, impureza substitucional, impureza intersticial e Vacância	22
Figura 5 – Modelo de bandas de energia BV e BC.	24
Figura 6 – Diagrama esquemático do processo termoluminescente por teoria de bandas de energia.	25
Figura 7 – Modelos de projeções a) rede de quartzo plano perpendicular e b) parâmetros de rede do quartzo	26
Figura 8 – Esquema ilustrativo para lei de Bragg.	28
Figura 9 – (a) orientação desordenada de spins sem a corrente eletromagnética, (b) parcial orientação com campo magnético e (c) mudança de fase do spin por absorção de micro-onda.	32
Figura 10 – Nível de energia de um elétron spin em função do campo magnético.	33
Figura 11 – Modelos de configuração atômica para a) rede de quartzo e b) o centro de E_1	34
Figura 12 – A dependência da dose da intensidade do sinal regenerativo do centro E_1	35
Figura 13 – Variação das constantes J, F, H com a latitude geométrica.	37
Figura 14 – visão geral do cálculo para datação.	38
Figura 15 – modelo de método aditivo	39
Figura 16 – modelo de método regenerativo	39
Figura 17 – Foto aérea do terraço Icapara.	40
Figura 18 – (a) Escavação do local, (b) Perfil e inserção do tubo IC1 e (c) Perfil e inserção do tubo IC3	41
Figura 19 – (a) Construção de perfil estratigráfico, (b) Construção de perfil estratigráfico.	42

Figura 20 – (a) escavação do local da amostra IC0, (b) Construção de perfil. . .	42
Figura 21 – Modelo de divisão das amostras em parte A e B.	43
Figura 22 – Espectro de DRX da amostra IC2-B com tratamento químico	47
Figura 23 – Curvas de emissão TL da amostra Dose luminescente natural (LN) e das amostras em diferentes doses conhecidas da amostra IC0	49
Figura 24 – Curva de calibração da intensidade em função da dose para determi- nar a Dac	52
Figura 25 – Curva de calibração da intensidade em função da dose para determi- nar a Dac	53
Figura 26 – Exemplo do momento "zero" em função do tempo e dose residual em função do tempo.	55
Figura 27 – Decaimento do sinal TL com exposição luz ultravioleta artificial (Xenon). 56	
Figura 28 – Teste de tratamento térmico em diferentes temperaturas de 0, 180, 230, 270, 290, 320, 350, 400 e 450 °C por 15 minutos	58
Figura 29 – Quartzo centro de E ₁	58
Figura 30 – Espectro de emissão Dose luminescente natural (LN) e doses conhe- cidas estimuladas das amostras IC0, IC1-B, IC2-B, IC3-B e IC4-B com tratamento térmico	59
Figura 31 – Curva de calibração doses equivalentes com a Intensidade RPE das amostras IC0, IC1-B, IC2-B, IC3-B e IC4-B	60
Figura 32 – Nível de significância	63

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Fatores de conversão dos radionuclídeos da tabela 4.5 Ikeya	36
Tabela 2 – Posições geográficas das coletas, NRM e sentido do tubo inserido.	43
Tabela 3 – Teor de umidade % para cada amostra coletada.	44
Tabela 4 – Etapas de pré-tratamento e recozimento do quartzo.	45
Tabela 5 – Ângulos 2θ das estruturas Microclina, Albita e Quartzo.	48
Tabela 6 – valores de D_{ac} para TL por método aditivo.	54
Tabela 7 – valores de D_{ac} e $D_{ac,r}$	57
Tabela 8 – Teores de radionuclídeos de ^{238}U , ^{232}Th e ^{40}K	61
Tabela 9 – valores de D_{ac} para TL por método aditivo, D_{ac} para RPE por método regenerativo e suas respectivas idades dos sedimentos.	62
Tabela 10 – valores de D_{ac} para TL por método aditivo, D_{ac} para RPE por método regenerativo e suas respectivas idades dos sedimentos.	63

LISTA DE SÍMBOLOS

A. P.	Anos Passados
DRX	Difratômetro de Raios-X
TL	Termoluminescência
RPE	Ressonância Paramagnética eletrônica
Dac	Dose acumulada
Dan	Dose anual
U	Urânio
Th	Tório
K	Potássio
Na	Sódio
Cl	Cloro
Si	Sílica
O	Oxigênio
TA	Temperatura ambiente
α	Alfa
β	Beta
γ	Gama
BC	Banda de condução
BV	Banda de valência
BP	Banda Proibida

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
1.1	Objetivos	19
1.1.1	Objetivos gerais	19
1.1.2	Objetivos específicos	19
1.2	Justificativa	20
2	REVISÃO DA LITERATURA	21
2.1	Teoria de bandas dos sólidos	21
2.1.1	Estrutura cristalina do Quartzo	25
2.2	Princípios fundamentais de Difração de Raios-x (DRX)	27
2.3	Princípios fundamentais de Termoluminescência (TL)	29
2.4	Princípios fundamentais de Ressonância Paramagnética Eletrônica (RPE)	30
2.5	Caracterização dos Centros de Defeitos associados ao E'_{1}	33
2.6	Determinação da idade e estimativa da taxa de dose anual	35
2.6.1	Protocolos de datação pelos métodos Luminescentes	38
3	MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS	40
3.1	Coleta das amostras	40
3.2	Preparação de cada amostra	43
3.3	Equipamentos de medidas	45
3.3.1	Difração de Raios - X	45
3.3.2	Termoluminescência	45
3.3.3	Ressonância Paramagnética Eletrônica	45
3.3.4	Radiação ultravioleta com lâmpada de Xenônio	46
3.3.5	Espectroscopia-gama	46
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	47
4.1	Espectro de Difração de Raios-X (DRX)	47
4.2	Curva de emissão Termoluminescente (TL)	48
4.2.1	Espectro de emissão termoluminescente Residual (TL-Residual)	54

4.3	Espectros de emissão Ressonância Paramagnética eletrônica (RPE)	57
4.4	Determinação das idades	61
4.4.1	Teste de compatibilidade	62
5	CONCLUSÃO	64
	REFERÊNCIAS	65
6	ANEXO 1 - SUBDIVISÃO COSTEIRA DO LITORAL PAULISTA. . .	70

1 INTRODUÇÃO

Há evidências de que o Nível Relativo do Mar (NRM) sofreu variações no passado. Em torno de 100 000 a 120 000 (A. P.), ao longo da costa brasileira, podendo chegar a 8 ± 2 m de variação pelas características geomorfológicas e datações marinhas anteriores (COELHO et al., 2010). É evidente que essas variações do NRM deve ter influenciado a formação da planície costeira, junto com os efeitos de clima, temperatura e vento.

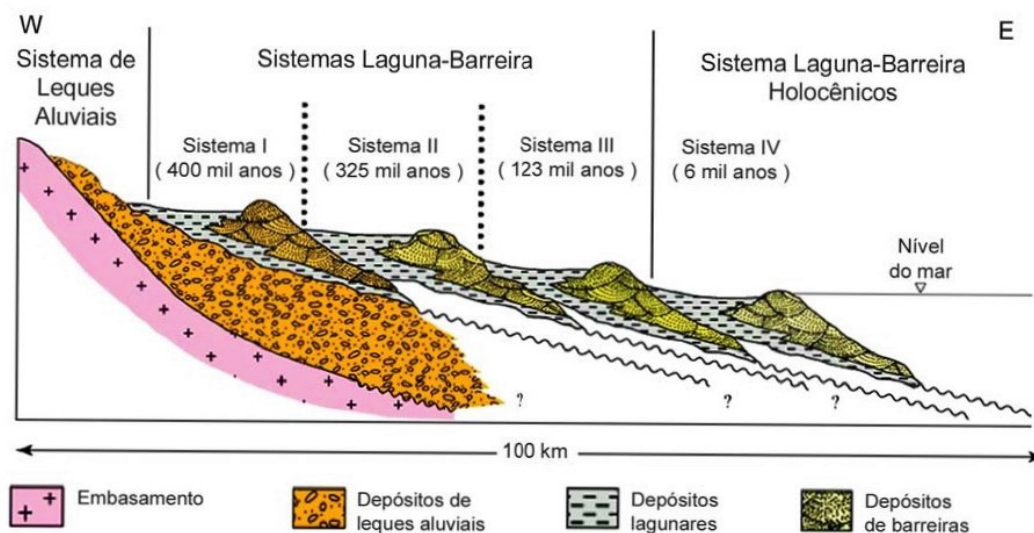
O aumento do nível do mar é chamado de transgressão e a diminuição de regressão. Durante a transgressão uma região é completamente inundada e, na regressão pode ocorrer laguna ou lagoas. Nessa formação a transgressão forma-se relevos, que na regressão são deixados como ilha ou ilhas barreiras. Assim, num dado período Transgressão-Regressão formou-se sistemas de Laguna-ilha Barreiras (SOUZA-JÚNIOR et al., 2007).

Segundo VILLWOCK et al. (1986), no estudo da planície costeira do Rio Grande do Sul, encontraram tais sistemas de Laguna-ilha que, segundo eles, foram formados em diferentes épocas, tomado como parâmetro as alturas em que tais sistemas foram encontrados.

Esse sistema Laguna-Barreira existe na região Sudeste e Sul, principalmente no estado de Rio grande do Sul, e com estudos podem ocorrer formações na região litoral paulista, com mais de 13 m de altura com provável origem marinha, que poderiam ser correlacionados (MARTIN; SUGUIO; FLEXOR, 1988). Caracterizado por quatro períodos que afetaram a planície costeira do sudeste, a Figura 1 mostra a divisão em Barreira dos períodos passados.

O sistema Laguna-Barreira III e IV pertencem, respectivamente, entre 5 000 e 120 000 (A. P.), logo o sistema Laguna-Barreira II e I pertencem a períodos anteriores a 120 000 (A. P.), em relação NRM, a Barreira III e IV foi devido a níveis do mar mais altos que o atual.

Figura 1 – Sistemas Lagunas-Barreira formados em quatro períodos, cada um de diferentes níveis do mar, chamados de Barreira I,II,III e IV.



Fonte: Adaptado VILLWOCK et al. (1986)

De acordo com a literatura Hartt e Agassiz (1870), Branner (1904), Bigarella e Mousinho (1965), as situações no nível do mar encontradas no passado foram baseadas nos mapeamentos sistemáticos dos depósitos de sedimentos da planície costeira, complementadas por datações de amostras pelo método de 14-C, verificando o reconhecimento de várias fases de transgressões no Quaternário, com consequências importantes na evolução das planícies costeiras brasileiras.

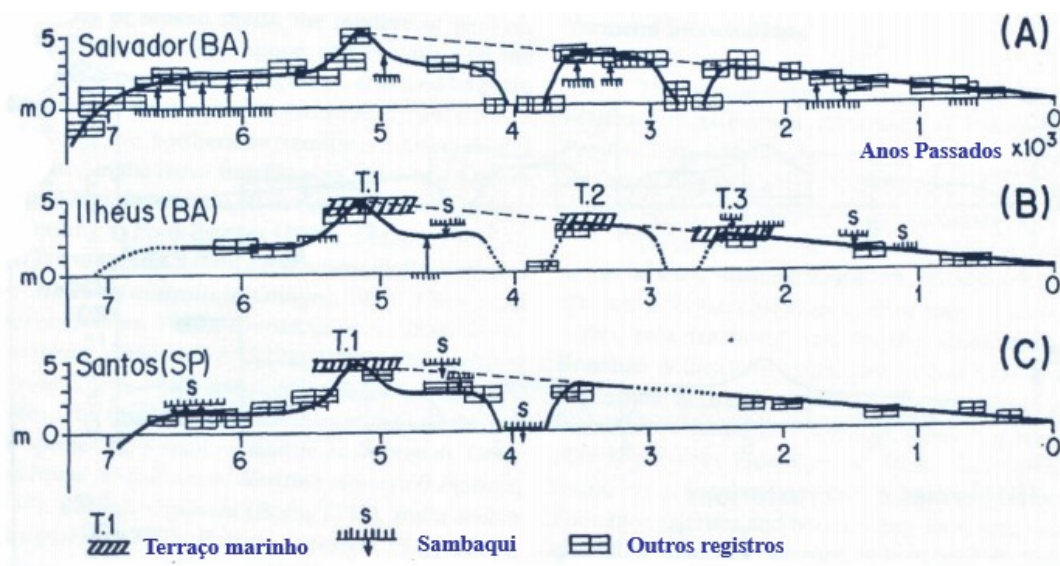
Os estudos de Andel e Laborel (1964) foram os primeiros a analisar os estudos. No entanto, depois de 1974, vários pesquisadores realizaram estudos mais sistemáticos do nível relativo do mar, principalmente no Holoceno. No presente trabalho serão citadas evidências que serviram de base (MARTIN; SUGUIO, 1975), tais como:

- (a) Evidências sedimentológicas: depósitos marinhos Quaternários situados acima do nível do mar atual que estão associados a paleoníveis mais altos presentes no passado.
- (b) Evidências biológicas: incrustação de vermetídeos, gastrópodes, ostras e corais, tocas de ouriços, situadas acima do nível do mar no passado.
- (c) Evidências pré-históricas: os inúmeros sambaquis encontrados na costa brasileira

foram construídos por habitantes há poucos milhões de anos passados, sendo um indício da regressão do mar no passado. De modo mais atual, são estas as evidências de níveis do mar.

Quanto aos níveis do mar do holoceno, foram determinados por Suguio et al. (1985) no tempo e espaço, através de mais de 700 datações pelo método de ^{14}C . A Figura 2 mostra as curvas de variações do nível relativo do mar nos últimos 7 000 anos ao longo de vários setores estudados do litoral brasileiro.

Figura 2 – Exemplos de mudanças de NRM nos últimos 7 000 anos, ao longo da costa, Curva (A) Salvador, (B) Ilhéus e (C) Santos.



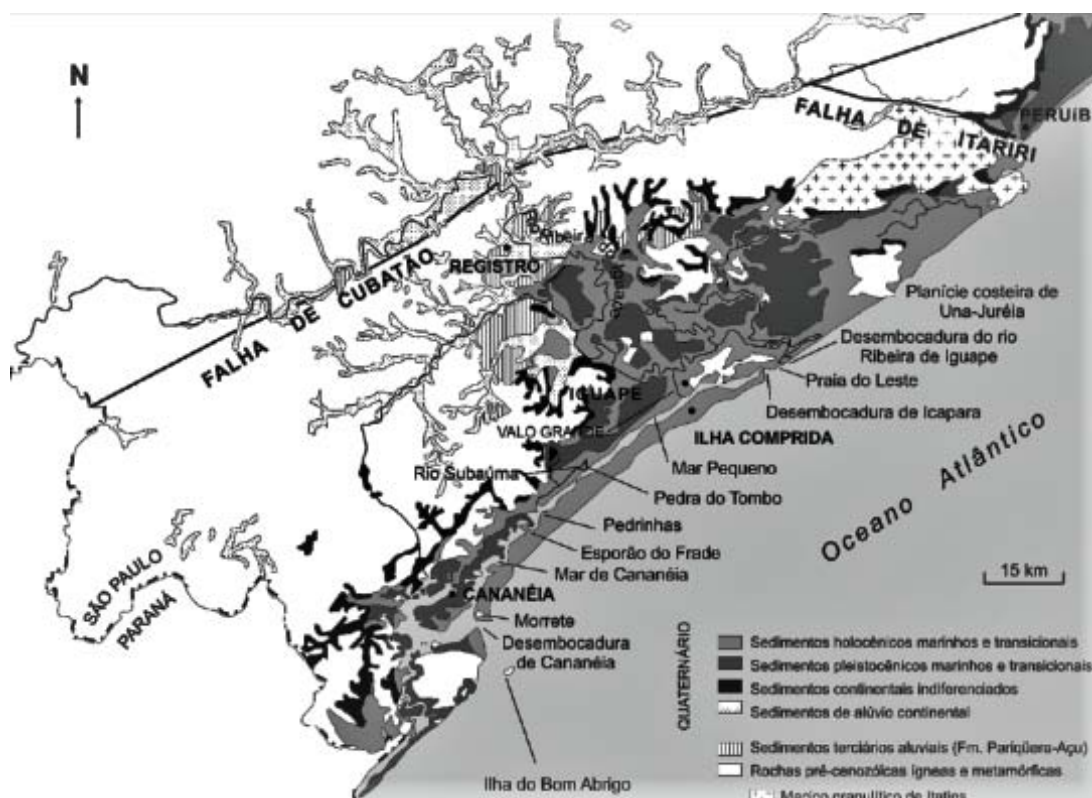
Fonte: Adaptado Suguio et al. (1985)

A literatura refere que considerando os limites mais importantes do embasamento pré-cambriano, foi feita a subdivisão do litoral paulista em planícies entre Cananéia e Iguape, Itanhaém e Santos, Bertioga e Ilha de São Sebastião, Caraguatatuba e Ubatuba. Baseados em critérios de compartimentação tectônicas atribuído por alinhamentos oblíquos ou transversais à costa, foi reconhecido na costa de São Paulo que existe uma morfologia de submersão ao norte e de emersão no sul, No anexo 1 é possível observar as subdivisões (FÚLFARO; SUGUIO; PONÇANO, 1974; MARTIN; SUGUIO, 1975).

A planície costeira de Cananéia – Iguape tem uma extensão de cerca de 40 km de largura por 150 km de comprimento, delimitada no nordeste pela Ilha de Iguape e

no sudeste pela Ilha do Cardoso, onde embasamentos cristalinos avançam oceano adentro (Figura 3).

Figura 3 – Planície costeira entre Cananéia e Iguape.



Fonte: Adaptado Jr et al. (2008)

Sistemas de canais lagunares e rios que desembocam no oceano separam quatro ilhas e, são denominadas de sul para o norte, ilha do Cardoso, Comprida, Cananéia e Iguape. O rio principal é o Ribeira do Iguape que apresentou e ainda apresenta uma influência continental seguindo até a foz, desempenhando um papel muito importante nos processos evolutivos da área durante o Quaternário.

A Ilha de Cardoso, que é uma das estruturas da Cananéia – Iguape, na posição ao sul, segundo Petri e Fúlfaro (1970) seria composta essencialmente por rochas pré-cambrianas e os sedimentos quaternários restritos e localizados apenas nas suas bordas, ao longo do canal de Ararapira.

A Ilha Comprida, com exceção de Morrete com cerca de 40 m de altura, é predominantemente constituída de areias. Este Morrete é uma continuação do Morro de São João, acima visto.

A Ilha de Cananéia, exceto pelo Morro de São João com 120 m de altura é um a oramento de rocha cristalina na praia de Aroeira, é composta de sedimentos Quaternários (AMARAL et al., 1967).

A quarta ilha denominada Iguape tornou-se ilha com a abertura de um canal de ligação entre o Mar Pequeno e o Ribeiro de Iguape, em 1852, tendo recebido o nome de Valo Grande.

Segundo Suguio e Tessler (1992), os a oramentos da formação desse período nas costas sul e sudeste do Brasil não forneceram material que possa ser datado para obtenção de sua idade absoluta, embora estejam bem preservados em certas áreas, como nas planícies costeiras de Cananéia – Iguape. No entanto, há troncos de madeiras carbonizadas encontradas no interior das argilas basais desses a oramentos com idades não datáveis (acima do limite) pelo método de radiocarbono suguiou1975.

Segundo Suguio et al. (1987), usando tubos fossilizados de *Callichirus*, reconstruíram as posições de paleoníveis relativos do mar durante a sua deposição. Esse nível alto do mar reconstruído na costa do estado de São Paulo foi denominado transgressão Cananéia por Suguio e Martin (1978).

A origem da Formação Cananéia com cerca de 10 m maior do que atual e sedimentos foram transportados por água do mar e confinada contra o cristalino rochas pré-cambriano. À medida que o mar recuava gradualmente ocorreu progressão contínua, dando origem a uma planície de encostas na praia, apresentando uma declive em direção ao oceano. De acordo com Watanabe et al. (1997) esses declive de praia podem realmente ser vistas na ilha de Cananéia.

Portanto, existe em Icapara um terraço arenoso a cerca de 10 Km ao norte de Iguape, localizado em Icapara. Terraço de origem quando o nível do mar estava a 8 m acima do atual. E até o momento presente o terraço não foi estudado porque em Icapara o oceano depositou sedimentos assim como Cananéia.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivos gerais

Neste trabalho, a datação de sedimentos do terraço de Icapara serão analisados por Termoluminescência (TL) e Ressonância Paramagnética Eletrônica (RPE) das idades dos sedimentos para verificar se confirma a sua origem com o sistema Laguna-Barreira Pleistocênico, das amostras retiradas entre 12 a 3 m do nível relativo do mar e será caracterizado o material utilizando o Difratorômetro de Raios-X (DRX).

1.1.2 Objetivos específicos

- Métodos na obtenção da coleta do Quartzo otimizando as práticas.
- Mapeamento da área estudada com DRONE.
- Tratamento químico do Quartzo com diferente porcentagem de HF para a retirada da camada superficial da radiação- α .
- Diferentes comportamentos após a irradiação do Quartzo.
- Estudos do recozimento do quartzo para estabilidade do centro E_1 por método regenerativo para Ressonância paramagnética eletrônica (RPE).
- Cálculo da taxa de concentração de radionuclídeos ^{238}U , ^{232}Th e a porcentagem de ^{40}K e possível calculo da Dose anual.
- Cálculo da dose acumulada de amostras coletadas.
- Métodos de cálculos da idade e propagação de desvio padrão com parâmetros de radiação cósmica, Latitude e Longitude com o programa DRAC.
- Compatibilidade dos resultados obtidos com nível de significância entre técnicas de análises.

1.2 Justificativa

O estado de São Paulo, os terraços encontrados depois de Morro de Icapara em Iguape, poderiam ser parte de Barreira II. Como mencionado anteriormente, Barreira I e II seriam típicos do estado de Rio Grande do Sul, porém Martin, Suguio e Flexor (1988) sugeriu que a Barreira II pode ter ocorrido na costa de Santa Catarina, Paraná e São Paulo. Consta-se que houveram tentativas de datar, porém sem um resultado convincente e serão feitas coletas de diferentes pontos do terraço de Icapara para correlacionar com o período Pleistocênico Barreira II.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Nos métodos de datação, seja utilizando as técnicas Termoluminescente (TL) ou Ressonância Paramagnética Eletrônica (RPE) estão sujeitos aos seguintes princípios:

(a) Ser possível determinar o marco zero da idade, ou seja, para determinar a idade algum evento deve apagar o efeito anterior. Na cerâmica arqueológica, a queima do molde de argila é o momento zero. Nos sedimentos, a exposição solar é o momento zero, embora na TL ocorre um problema, em que a radiação solar não zera o efeito anterior deixando a chamada de TL-residual. Mais adiante, voltaremos a examinar este problema. No caso de calcita, o momento de sua formação determina o marco zero.

(b) O material a ser datado deve conter principalmente algum cristal iônico. A cerâmica arqueológica ou os sedimentos geológicos contêm grãos de quartzo. Assim como um espeleotema, conchas ou coral que contêm a calcita.

(c) Determinar experimentalmente a chamada dose acumulada, D_{ac} (ou dose equivalente ou paleodose). O solo, de onde o material a ser datado é coletado, contém elementos radioativos, como U (238), Th (232), K (40) e outros. As séries radioativas de urânio e Tório na desintegração emitem raios α , β e γ . E o potássio isolado emite na desintegração raios β e γ . Assim, aquele material, enquanto no solo, a partir do enterro recebem radiação desde o marco zero até momento da coleta, acumulando uma dose, que é exatamente a dose acumulada, D_{ac} .

(d) A radiação mencionada em (c) produz uma taxa de dose anual D_{an} , que é calculada a partir da medida de teores de U (238), Th (232) e K (40) mais a radiação cósmica, podendo ser utilizado a tabela de Ikeya (1993). Há vários métodos para medir os teores de U, Th e K, sendo comum a Espectroscopia-gama, a Espectroscopia de Massa com Plasma Acoplado e também a ativação de nêutrons térmicos é utilizado.

2.1 Teoria de bandas dos sólidos

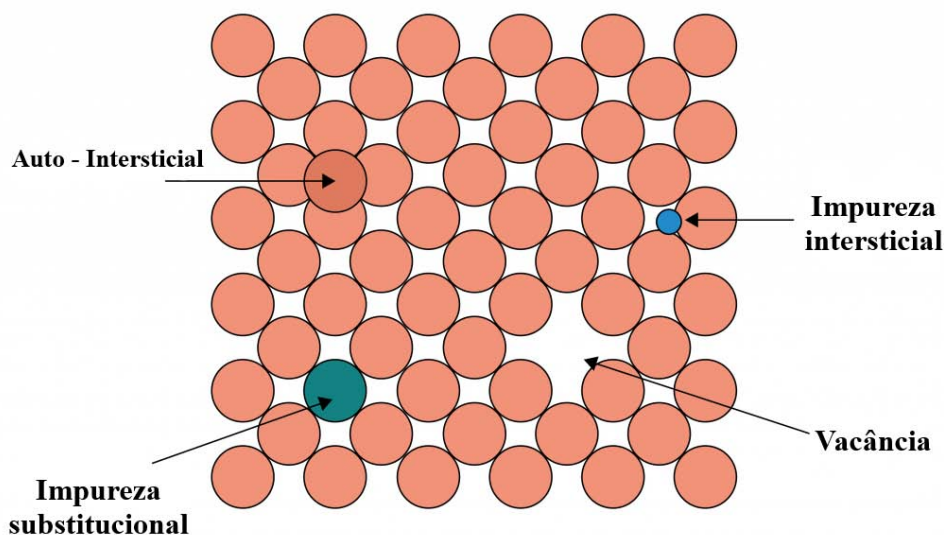
O conceito de luminescência do cristal utilizado para datação pode ser explicado na teoria das bandas de energia, um fenômeno ocasionado por converter a energia armazenada em emissão de radiação eletromagnética, no qual é emitida pelo material luminescente com suas propriedades e características próprias do cristal.

Cristais que se encontram na natureza, chamados reais, diferem dos ideais por terem na sua estrutura cristalina (ou rede cristalina) defeitos pontuais que ocorrem de duas naturezas: intrínsecos e extrínsecos (CALLISTER, 2000).

Os defeitos intrínsecos ocorrem na própria rede cristalina, pela questão termodinâmica, na temperatura ambiente (TA) ou próximo, alguns íons se deslocam de sua posição normal, deixando a posição vaga (vacância). O íon que se desloca se aloja em uma posição intersticial, recebendo o nome de defeito intersticial (impureza intersticial ou auto - intersticial). Esses defeitos podem se agregar dando origem a novos defeitos (MCKEEVER, 1988).

Os defeitos extrínsecos ocorrem devido a elementos estranhos do cristal sendo chamados de impurezas e desempenham um papel importante na técnicas de TL e RPE, tanto quanto os defeitos intrínsecos, a Figura 4 mostra exemplos dos defeitos pontuais citados (MCKEEVER, 1988).

Figura 4 – Modelos de defeitos pontuais: auto - intersticial, impureza substitucional, impureza intersticial e Vacância



Fonte: Autor

As bandas de energia dos elétrons no sólido surgem quando se observa a distribuição de elétrons, quanto as suas energias, dentro do sólido. A solução de equação de Schrödinger para os elétrons no potencial periódico ao modelo de bandas de energia, é

empregado, aqui será apresentado um modelo exemplificado. Considerando um cristal de NaCl, no qual 1 cm^3 do cristal em sua estrutura contém cerca de $2 \cdot 10^{22}$ átomos de Na e de Cl. A configuração eletrônica do Na é dada por $1s^2 2s^2 2p^6 3s^1$, o que significa 2 elétrons na camada 1s, 2 na camada 2s, 6 na camada 2p e 1 na camada 3s. O Cl é igual ao de Na até $2p^6$, porém acrescentando $3s^2 3p^5$. Além disso, considerando $2 \cdot 10^{22}$ elétrons na camada 1s. Cada elétron tem energia ϵ , enquanto os átomos estão separados uns dos outros. No qual a energia total desses elétrons é igual a $2 \cdot 10^{22} \cdot \epsilon$.

Quando todos os átomos são aproximados entre si, com cerca de 10 angström=1 nm. De acordo com a mecânica quântica, nestas condições, dois elétrons não podem ter energias iguais, exceto quando se tem spins opostos, sendo o princípio de Pauli atuante. Então dois elétrons vizinhos com spins não opostos devem ter energias que diferem de ϵ dividido por 10^{22} , isto é, o conjunto de todos os elétrons 1s forma uma banda de energia s. Isto se aplica aos elétrons de todas as camadas, ou seja, bandas 1s de Na e 1s de Cl (EISBERG; RESNICK; BROWN, 1974).

No caso de NaCl, os elétrons $3s^1$ de Na transferem-se para a camada $3p^5$ de Cl, resultando em uma camada de p^6 completo. O Na se torna íon positivo e o Cl, um íon negativo. De qualquer modo, os elétrons $3p^6$ formam a camada de elétrons de valência, por isso, será a banda de valência (BV) do NaCl (EISBERG; RESNICK; BROWN, 1974). Nos isolantes, a última banda está totalmente cheia de elétrons. Temos assim, o conceito de bandas de elétrons em um sólido.

Na rede cristalina dos materiais isolantes os subníveis são diferentes aos materiais condutores e semi-condutores, pois em materiais semi-condutores ou condutores a camada de energia não se encontra ocupada totalmente por elétrons, enquanto que em materiais isolantes estão totalmente ocupados e o princípio de Pauli impede que elétrons sejam transferidos.

Na Figura 5 é observado um modelo de banda de energia, onde a Banda de valência (BV) pode ser ocupado por elétrons, Banda de condução (BC) sendo separada pela banda proibida, é vazia e não recebe elétrons. A extremidade inferior da banda parcialmente ocupada é a $E = 0$, o nível ocupado mais alto da banda no zero absoluto ($T = 0 \text{ K}$) é denominado como nível de Fermi, sendo a energia correspondente chamada de energia de Fermi, representada pelo símbolo E_f .

Então, os níveis de energia que os defeitos criam na BP podem ser de dois tipos,

um que captura elétrons e outros, os buracos. Esses níveis de energia receberam, por isso, nome de armadilhas (MCKEEVER, 1988). Chama-se energia de Fermi (E_f), o nível de energia que divide a BP ao meio. Então E_f e BC terão as armadilhas de elétrons e, entre E_f e BV, as armadilhas de buraco

Figura 5 – Modelo de bandas de energia BV e BC.

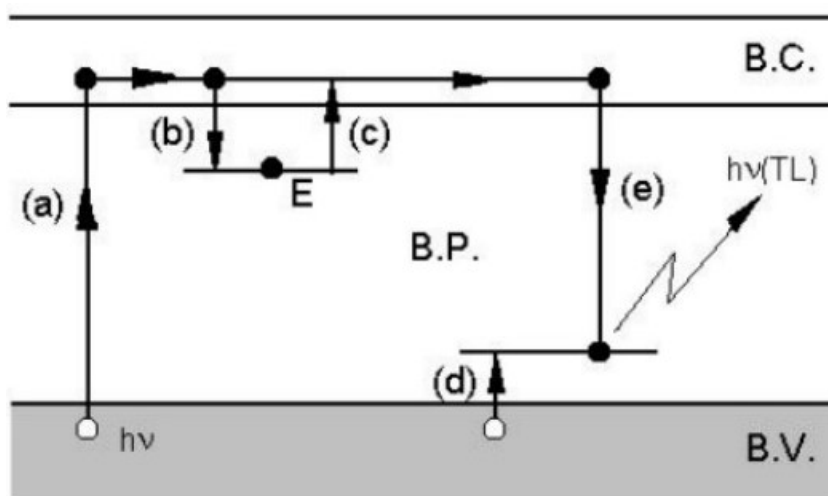


Fonte: Autor

O principal contexto é que esses defeitos é que criam níveis de energia na Banda Proibida (BP). Entretanto, quando um cristal é irradiado com uma radiação ionizante (em geral radiação eletromagnética), o fóton incidente pode transferir a um elétron da BV energia suficiente para passar para a BC (a), deixando um buraco na nuvem de BV. Esse buraco passa a se comportar como uma partícula positiva de mesma massa e mesmo spin do elétron retirado (MCKEEVER, 1988; GOZZI; TATUMI, 2000).

Esse elétron se não sofrer recombinação imediata, pode ser capturado (b) por uma armadilha dando lugar a um nível metaestável. Posteriormente, quando o cristal é aquecido (como a técnica termoluminescente), o elétron é liberado da armadilha (c) para a BC, podendo, em seguida recombinar-se com um buraco, emitindo a luz TL (e), (MCKEEVER, 1988; GOZZI; TATUMI, 2000), condorme mostra a Figura 6.

Figura 6 – Diagrama esquemático do processo termoluminescente por teoria de bandas de energia.



Fonte: Gozzi e Tatumi (2000)

2.1.1 Estrutura cristalina do Quartzo

O oxigênio e o silício são os dois elementos mais comuns na crosta terrestre, constituindo juntos uma estimativa de 74,32% em massa e 83,77% em átomos de rochas cristais. o quartzo compreende 12% da crosta em volume, ficando atrás dos grupos minerais que incluem feldspato (59,5%) e anfíbola / piroxena (16,8%) (CLARKE, 1904). Conseqüentemente, os estudos em torno da sílica prevalece pela sua facilidade de extração e considerável volume na crosta terrestre.

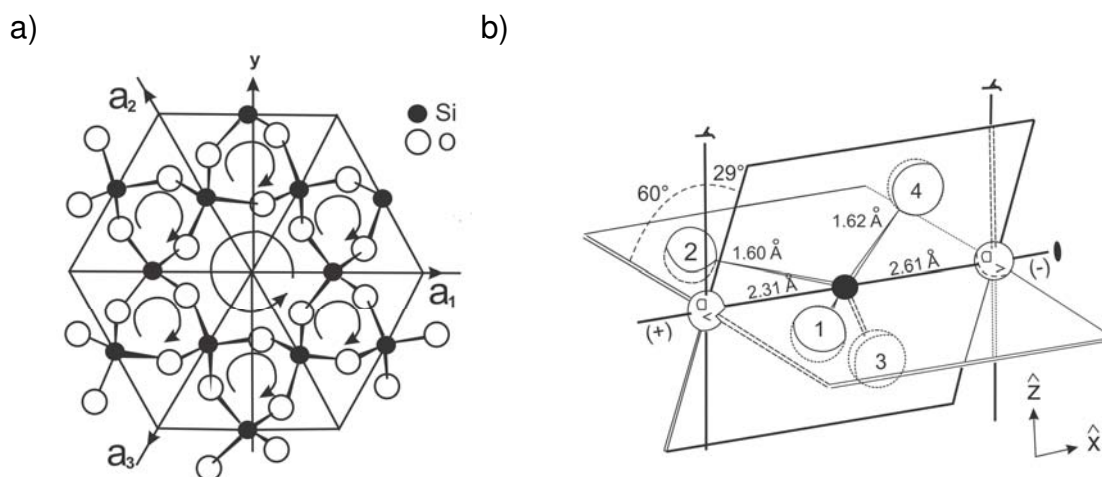
No entanto, as curvas de emissão de TL para os variados tipos de quartzo são levados em consideração os parâmetros para cada quartzo, pois as taxas de aquecimento, concentração de impurezas, tratamento térmico, condições de gênese e crescimento do cristal é característico de cada comportamento da amostra (MCKEEVER, 1988).

A forma mais comum de estrutura é o quartzo- α , tem estrutura prismático piramidal $[\text{SiO}]^4$, pertencendo ao sistema trigonal e sua classe de simetria cristalina é a 32. A ausência de planos e centros de simetria faz com que os cristais desta classe sejam enantiomorfos, ou seja, suas imagens especulares não se sobrepõem. Por esse motivo, encontram-se cristais ditos direito e esquerdo (GUZZO, 2008).

A Figura 7(a) mostra as projeções dos átomos de Si em um plano perpendicular. A célula unitária do quartzo- α possui três átomos de silício e seis de oxigênio. A força

de coesão no interior do tetraedro é força interatômica eletrostática, entre os íons Si^{4+} e O^{2-} adjacentes e a força de coesão é caracterizada pela ação de ligações covalentes. Dessas interações, as ligações Si-O é misto, Quartzo sendo 40% iônica e 60% covalente. Os parâmetros da célula unitária à temperatura ambiente são $a = 4.913 \text{ \AA}$ e $c = 5.405 \text{ \AA}$ (GUZZO, 2008), conforme mostra a Figura 7(b)

Figura 7 – Modelos de projeções a) rede de quartzo plano perpendicular e b) parâmetros de rede do quartzo



Fonte: Adaptado Guzzo (2008)

O quartzo- α trigonal com baixa temperatura como dito anteriormente, é enantiotrópico e transforma-se a $575 \text{ }^\circ\text{C}$ sob pressão normal em quartzo- β hexagonal de alta temperatura, e o processo magmático é o reverso com temperaturas baixas (KRBETSCHEK et al., 1997).

Há cerca de 10 polimorfos quartzo, tais como: quartzo- α , quartzo- β , α -tridimita, Cristobalita, Tridimita, Stishovita, Coesita, β -cristobalita, β -tridimita. Por outro lado, existem variedades do quartzo- α : quartzo hialino, preto, rosado, quartzo verde e quartzo azul. Esses dois últimos são excelentes materiais termoluminescentes, capazes de detectar doses altas de mGy e, também, respondem bem a doses altas de kGy (FARIAS, 2008).

Existem variantes de quartzo, pelo fato de não existir um cristal perfeito sem nenhuma impureza, sendo determinante em sua estrutura. McKeever (1988) cita a existência de quartzos de diferentes comportamentos (pela técnica Termoluminescente). Assim, é necessário antes verificar o comportamento do quartzo. Portanto, os defeitos na estrutura são caracterizados pela termodinâmica da mineralogia, podendo ser

classificada pelo seu tamanho, como também os pontos dos defeitos (sendo importante para a termoluminescência), a translação, inclusão de mineral paramagnético e inclusão de gás/líquido.

De acordo com a literatura, em torno de 20 diferentes tipos de centros de defeitos paramagnéticos são observados e desta categoria são divididos em dois tipos: defeitos causados por íons intersticiais, centros associados por vacância de oxigênio ou posições de sílica (KRBETSCHEK et al., 1997).

O Centro pode existir em três estágios diferentes E_1^0 , E_1 e E_1^- caracterizada à sua estabilidade térmica e à reatividade em relação à irradiação (captura de um ou dois elétrons possíveis). Os centros representam diferentes tipos de defeitos associados na vacância de O_2^- (AGEL, 1992; KRBETSCHEK et al., 1997; MCKEEVER, 1988).

O primeiro tipo de defeito é do grupo com E e O^- , o mais utilizado para a datação, é o centro E_1 , um centro de vacância de oxigênio. Os tetraedros de oxigênio são transformados em um arranjo plano de três íons de oxigênio (AGEL, 1992; KRBETSCHEK et al., 1997; MCKEEVER, 1988).

O centro de E_1 foi utilizado por Weeks (1956) pela primeira vez com a técnica de EPR. Há centros associados a vacâncias de oxigênios que em sua estrutura contém um próton e com relaxações diferentes, sendo o E_2^e E_4 (RUDRA; FOWLER; FEIGL, 1985).

2.2 Princípios fundamentais de Difração de Raios-x (DRX)

A difração de Raios-X é uma técnica de caracterização de materiais, que possibilita determinar as fases cristalinas de sedimentos. Isto é possível nos cristais, pois os átomos se ordenam em planos cristalinos separados, periodicamente por uma distância de ordem de grandeza dos comprimentos de onda dos raios-X (ALBERS et al., 2002).

A análise de Difração de raio-X tem como vantagem a identificação de diferentes fases, e assim quantificar os teores. Essa técnica permite definir em qual fase cristalina pretende se datar, pois é importante caracterizar o quartzo e seus polimorfismos.

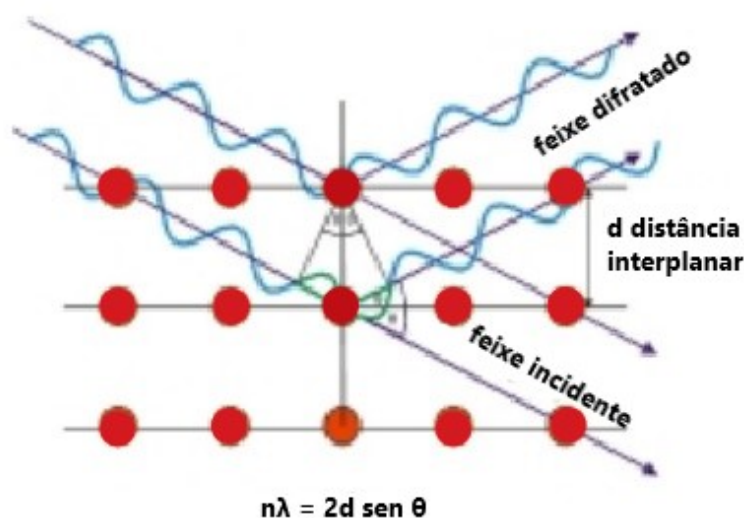
O tipo de espalhamento define as características do material, portanto ao incidir um feixe de raios X em um cristal, esse interage com os átomos, originando o fenômeno de difração. A difração de raios X ocorre segundo a Lei de Bragg, a qual estabelece a

relação entre o ângulo de difração e a distância entre os planos que a originaram, dada a equação (ALBERS et al., 2002):

$$n\lambda = 2d \operatorname{sen}\theta \quad (1)$$

Onde θ é o ângulo definido entre o feixe incidente e difratado do material, d é a distância inter-planar dos átomos, e n a ordem de grandeza de difração. A Figura 8 mostra a interação do material com o espalhamento de raios-X.

Figura 8 – Esquema ilustrativo para lei de Bragg.



Fonte: Bleicher e Sasaki (2000)

O espalhamento dos feixes de difração de raios-X é uma análise em diferentes aspectos. No qual, há o espalhamento de raios-X por um elétron. Esse espalhamento pode ser coerente ou incoerente. (BLEICHER; SASAKI, 2000).

No espalhamento coerente, a onda espalhada tem direção, fase e energia definida em relação à onda incidente do feixe. Esse comportamento seria a colisão elástica. No espalhamento incoerente, a onda espalhada não tem direção, energia (Efeito Compton), uma colisão inelástica, e a energia referente à diferença entre a onda incidente e a onda espalhada traduz-se em ganho de temperatura (vibração do átomo). (BLEICHER; SASAKI, 2000).

2.3 Princípios fundamentais de Termoluminescência (TL)

De acordo com Randall e Wilkins (1945), pela cinética de primeira ordem, a probabilidade em reaprisionamento do elétron durante o período de excitação térmica pode ser nula. Então, as armadilhas podem ser monoenergéticas e a intensidade (I) é proporcional à diminuição da concentração de elétrons aprisionados (n) com o tempo (t), conforme é visto pela equação:

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} \quad (2)$$

Dado a taxa de aquecimento β e T_0 a temperatura inicial do sistema:

$$\beta = \frac{dT}{dt} \quad (3)$$

$$T(t) = T_0 + \beta t \quad (4)$$

O nível de energia de um elétron armadilhado é E (ev) na banda de valência, o elétron deve absorver a menor energia E antes de escapar do aprisionamento. O elétron preso tem uma energia térmica de distribuição Maxwelliana, onde a probabilidade p de um escape de elétron preso na profundidade E em temperatura E , k é a constante de Boltzmann e s é uma constante que pode variar conforme a temperatura, dado pela equação:

$$p = s \exp \left\{ -\frac{E}{kT} \right\} \quad (5)$$

seja n o número de elétrons nas armadilhas variando, definida por:

$$\frac{dn}{dt} = -np \quad (6)$$

Substituindo as equações acima e integrando, e n_0 é a concentração inicial dos elétrons aprisionados obtemos:

$$n(t) = n_0 \exp \left\{ -s \int e^{-\frac{E}{kT}} dt \right\} \quad (7)$$

A intensidade da curva I é proporcional pela taxa de fornecimento de elétrons de centros de luminescência.

$$I(t) = I_0 \exp \left\{ -\frac{s}{\beta} \int e^{-\frac{E}{kT}} dT \right\} \quad (8)$$

ou

$$I(t) = n_0 s e^{-\frac{E}{kT}} \exp \left\{ -\frac{s}{\beta} \int_{T_0}^T e^{-\frac{E}{kT}} dT \right\} \quad (9)$$

Na cinética de segunda ordem, a probabilidade de reaprisionamento dos elétrons não é nula como a de primeira ordem e as armadilhas são consideradas monoenergéticas (MCKEEVER; CHEN, 1997). Como temos dois comportamentos prováveis para o elétron, a equação 6 muda para:

$$\frac{dn}{dt} = -n^2 p \quad (10)$$

Logo, mantendo a taxa de aquecimento constante, para n obtemos a seguinte resposta:

$$I(t) = n_0 \left\{ 1 + n_0 s \int e^{-\frac{E}{kT}} dT \right\}^{-1} \quad (11)$$

E no caso para a intensidade TL temos:

$$I(t) = n_0^2 s' e^{-\frac{E}{kT}} \left\{ 1 + \left(\frac{n_0 s'}{\beta} \right) \int_{T_0}^T e^{-\frac{E}{kT}} dT \right\}^{-2} \quad (12)$$

Onde seja definido $S = S/N$ ou também $S = S \sigma_n / N \sigma_{mn}$ se $\sigma_n \neq \sigma_{mn}$, sendo σ_n e σ_{mn} a secção transversal de captura para rearmadilhamento e recombinação respectivamente, sendo N o número total de armadilhas.

2.4 Princípios fundamentais de Ressonância Paramagnética Eletrônica (RPE)

Inicialmente, nos cristais iônicos os elétrons livres tem uma característica de serem rotativos carregados negativamente. Essa rotação produz uma corrente de circulação na direção oposta à rotação da esfera, uma vez que a carga de um elétron é negativa. Portanto, o spin de elétrons (auto rotação) pode ser considerado equivalente a um próprio ímã na esfera (IKEYA, 1993).

Quando o elétron em rotação é colocado em um campo magnético estático externo, o sentido do spin torna-se aleatório. Logo, aplicando um campo magnético externo \vec{H} , pelo efeito Zeeman, em relação a \vec{H} o spin S se projeta com $M = -\frac{1}{2}$, encontrado em um estado de menor energia que a orientação antiparalela, ou $M = +\frac{1}{2}$,

tornando-se igual ou oposta à das situações, como mostrado nas Figuras 9(a) e (b). Se tivermos um número muito grande de elétrons livres, no campo \vec{H} , alguns se orientam paralelamente ao campo e outros antiparalelamente. Essas duas condições são energeticamente diferentes e podem ser chamadas de estados "spin up" e "spin down" (IKEYA, 1993).

A aplicação de uma micro onda causa absorção de seus fótons, $h\nu$, de modo que a orientação de spins é invertido, ou seja, tendência de população de spins dos 2 estados fiquem praticamente iguais, conforme observado na Figura 9(c). O elétron gira excitado do nível inferior pela absorção do quanta de microondas para o nível inferior pela vibração da rede em um tempo chamado de "tempo de relaxamento da rede de rotação" (T_1) (IKEYA, 1993).

Se a potência do micro ondas for tão alta que leve as rotações no nível mais baixo ou o tempo de relaxamento for muito longo para a restauração da população, é observada uma diminuição na intensidade do sinal. Isso é chamado de "saturação" (IKEYA, 1993).

De forma geral, na espectroscopia de Ressonância paramagnética eletrônica as ondas eletromagnéticas incidem sobre uma amostra e a absorção dessas ondas é medida, no entanto são absorvidas somente se um campo magnético estiver presente simultaneamente na amostra (BAFFA, 1997).

A energia que gera diferentes estados de giros sob o campo magnético externo \vec{H} é conhecida como efeito Zeeman e depende de \vec{H} e do momento magnético ($-g\beta M$). A equação de Zeeman sendo:

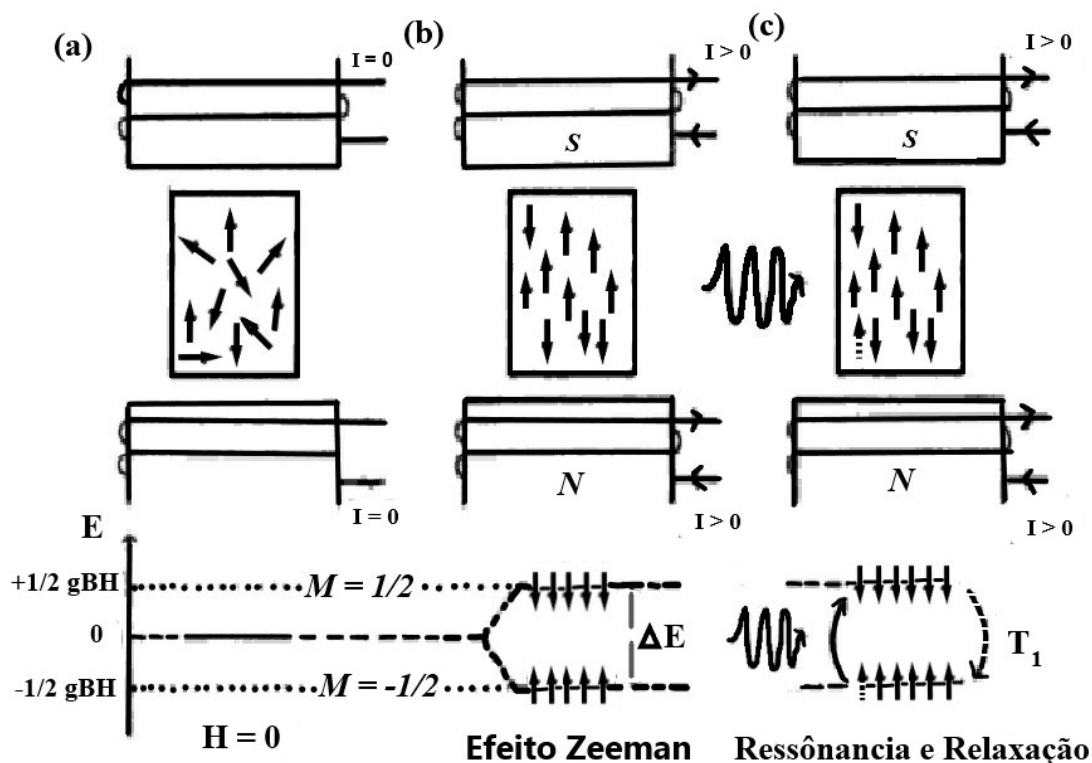
$$E = -\mu \cdot H \quad (13)$$

E as propriedades magnéticas dos elétrons não emparelhados são expressas pelos seguintes parâmetros:

$$E_z = g\beta HM \quad (14)$$

Onde $g = 2,0023$ para elétrons livres; β é magneton Bohr a unidade básica de um magneto para um elétron spin; H é dado como Tesla (T) ($1T = 10^4$ Gauss) (IKEYA, 1993).

Figura 9 – (a) orientação desordenada de spins sem a corrente eletromagnética, (b) parcial orientação com campo magnético e (c) mudança de fase do spin por absorção de micro-onda.



Fonte: Adaptado, (IKEYA, 1993)

A direção do giro é alterada pela absorção de micro ondas. Quando a diferença de energia ($\Delta E_z = g\beta H$) é igual à energia quântica de um nível eletromagnético, alinhado $h\nu$. Essa absorção da onda eletromagnética (micro ondas) pelos elétrons não emparelhados é chamada de Ressonância de Spin de elétron ou Ressonância Paramagnética Eletrônica (IKEYA, 1993). A Ressonância pode ser expressa como:

$$g\beta H_0 = h\nu \tag{15}$$

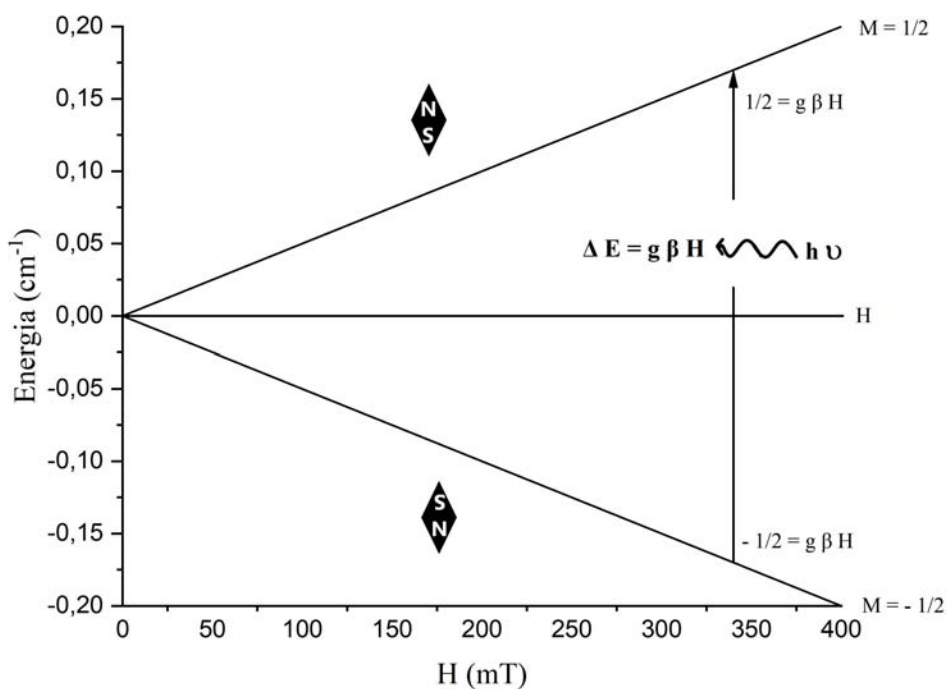
ou seja,

$$H = H_0 = \frac{h\nu}{g\beta} \tag{16}$$

Onde H_0 é o campo de ressonância magnética, pode-se obter a absorção

de ressonância varrendo o campo magnético H . enquanto mantém a frequência ν constante. Portanto, os níveis de energia de um spin de elétrons em função de um campo magnético é representado pela Figura 10 (IKEYA, 1993).

Figura 10 – Nível de energia de um elétron spin em função do campo magnético.

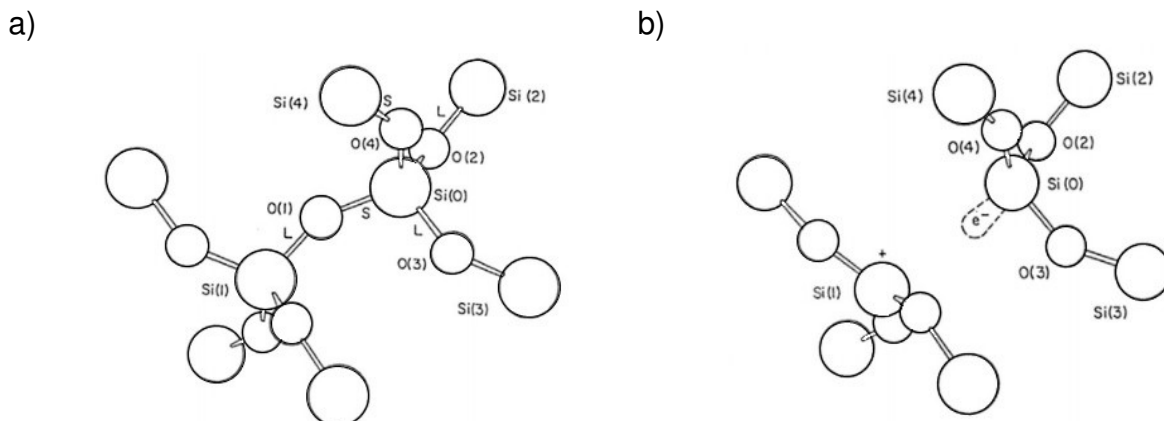


Fonte: Adaptado, (IKEYA, 1993)

2.5 Caracterização dos Centros de Defeitos associados ao E_1

O centro de E_1 foi o primeiro a ser estudado e atualmente ainda é muito utilizado. Na Fig.11(a) é a estrutura de $[\text{SiO}]^4-$ e 11(b) é o centro de E_1 , o elétron que não está emparelhado em uma vacância de oxigênio.

Desde os primeiros estudos do centro E_1 , foi observado o aumento do sinal com o aquecimento (WEEKS; NELSON, 1960). O processo eletrônico para esse fenômeno foi proposto por Jani, Bossoli e Halliburton (1983), que sugeriram que os buracos eletrônicos nos centros de buracos Al são ativados pelo aquecimento e transferidos para as vacâncias de oxigênio diamagnético com dois elétrons (Si-Si).

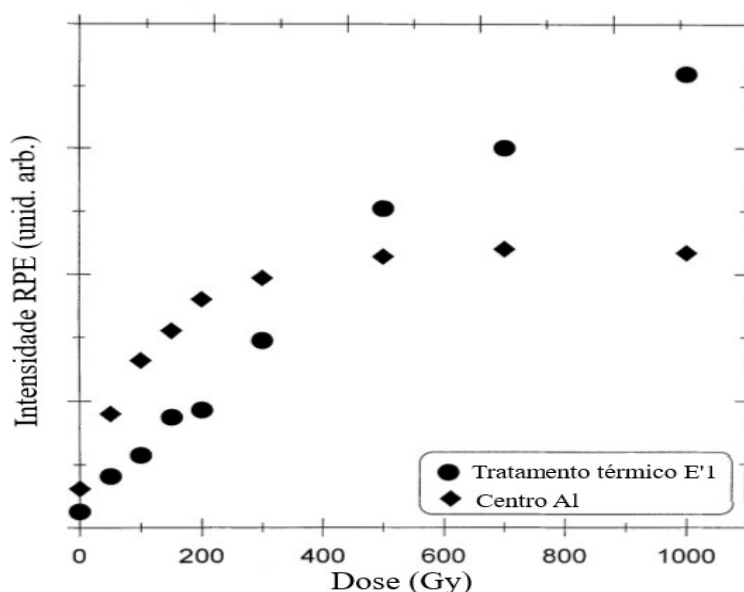
Figura 11 – Modelos de configuração atômica para a) rede de quartzo e b) o centro de E_1 .

Fonte: Adaptado Toyoda (2011)

Toyoda e Ikeya (1991) propuseram um protocolo para estimar o número total de vacâncias de oxigênio, obtido através da medição da intensidade em RPE do centro E_1 após irradiação de raios-gama maiores que 200 Gy, seguida de aquecimento a 300 °C com tempo de 15 minutos (centro E_1 tratado termicamente).

Toyoda e Hattori (2000) apoiaram esse estudo das respostas à dose do centro E_1 tratado termicamente e do centro Al. No quartzo granítico aquecido a 450 °C, o centro E_1 é apagado, foi observado que a intensidade do centro E_1 tratado termicamente satura acima de 200 Gy, enquanto a do centro Al ainda aumenta com a dose.

Foi atribuído esse aumento do centro E_1 tratado termicamente com dose abaixo de 200 Gy ao aumento do número de vacâncias transferidos. Na região de dose mais alta, a saturação ocorre devido ao número limitado de vacâncias de oxigênio em quartzo Toyoda e Hattori (2000).

Figura 12 – A dependência da dose da intensidade do sinal regenerativo do centro E₁.

Fonte: Adaptado Toyoda e Hattori (2000)

2.6 Determinação da idade e estimativa da taxa de dose anual

Após determinar a Dose anual e a Dose acumulada será possível estimar a idade, onde I = idade (Ka); D_{ac} = Dose acumulada (Gy), corresponde a energia total absorvida; DA_{γ} , DA_{β} e $DA_{r c}$ = Doses anuais (mGy/ano) dos quais seriam as radiações- γ , partículas- β e aos raios cósmicos, respectivamente, dada a relação da equação:

$$I = \frac{D_{ac}}{DA_{\gamma} + DA_{\beta} + DA_{r c}} \quad (17)$$

De modo geral, as datações arqueológicas por métodos físicos é da ordem de Gy e a taxa de dose anual de mGy/ano. Assim, nesses casos a idade calculada será dada de 10^4 ano que representa em quilo-ano (Ka).

O sedimento no local está em constante desintegração de radionuclídeos, que através dos teores em ppm de ^{238}U , ^{232}Th e a porcentagem de ^{40}K é encontrado a dose externa (D_{ext}) em que o sedimento se submeteu em anos. O cálculo da dose anual deve seguir as seguintes equações 18 e 19 para determinação da (D_{ext}), tanto para radiações- γ e partículas- β por Ikeya (1993):

$$D\beta = C_U D_{U-\beta} + C_{Th} D_{Th-\beta} + C_K D_{K-\beta} \quad (18)$$

$$D\gamma = C_U D_{U-\gamma} + C_{Th} D_{Th-\gamma} + C_K D_{K-\gamma} \quad (19)$$

Outro parâmetro que deve ser incluído é a taxa de umidade do local, a água possui propriedades atenuantes significativas, portanto, ser ajustados para o teor de água do sedimento do qual a amostra foi colhida durante a vida útil do enterro da amostra. Os fatores de atenuação de Aitken e Xie (1990) e ZIMMERMAN (1971) são utilizados no cálculo e são 1,49, 1,25 e 1,14 para radiação alfa, beta e gama, respectivamente.

É necessário fazer a reprodutibilidade e monitoramento do local levando em consideração chuvas, pois com a água existe uma atenuação de dose que o sedimento recebe. As equações 20, 21, 22 considera a água no local, w é a porcentagem de água na amostra.

$$D\alpha' = \frac{D\alpha}{\left[1 + \frac{1,49w}{100-w}\right]} \quad (20)$$

$$D\beta' = \frac{D\beta}{\left[1 + \frac{1,25w}{100-w}\right]} \quad (21)$$

$$D\gamma' = \frac{D\gamma}{\left[1 + \frac{1,14w}{100-w}\right]} \quad (22)$$

Os valores da tabela 1 por Ikeya (1993) de radionuclídeos são usados no cálculo da dose anual de sedimentos.

Tabela 1 – Fatores de conversão dos radionuclídeos da tabela 4.5 Ikeya

Desintegração	$D\alpha$	$D\beta$	$D\gamma$
U 238	2,6916	0,14273	0,10207
Th 232	0,7371	0,02762	0,05092
K 20	0	0,67805	0,20287

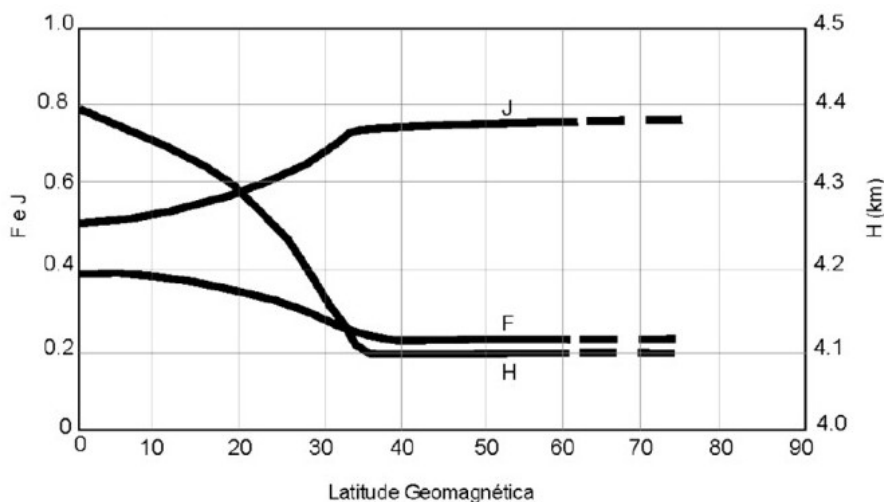
Fonte: Ikeya (1993)

Dado as taxas dos radionuclídeos com umidade, a radiação cósmica do local também é um parâmetro importante. Nesse cálculo, a latitude, longitude e altitude do local que a amostra foi coletada são variáveis.

O cálculo da radiação cósmica D_c , é dado pela equação 23, onde D_{AC} é a dose anual do local, h é a altitude, e os fatores F , J e H são constantes que variam com a latitude geométrica do local, conforme Figura 13.

$$D_c = D_{AC} \left[F + J \exp\left(\frac{h}{H}\right) \right] \quad (23)$$

Figura 13 – Variação das constantes J, F, H com a latitude geométrica.

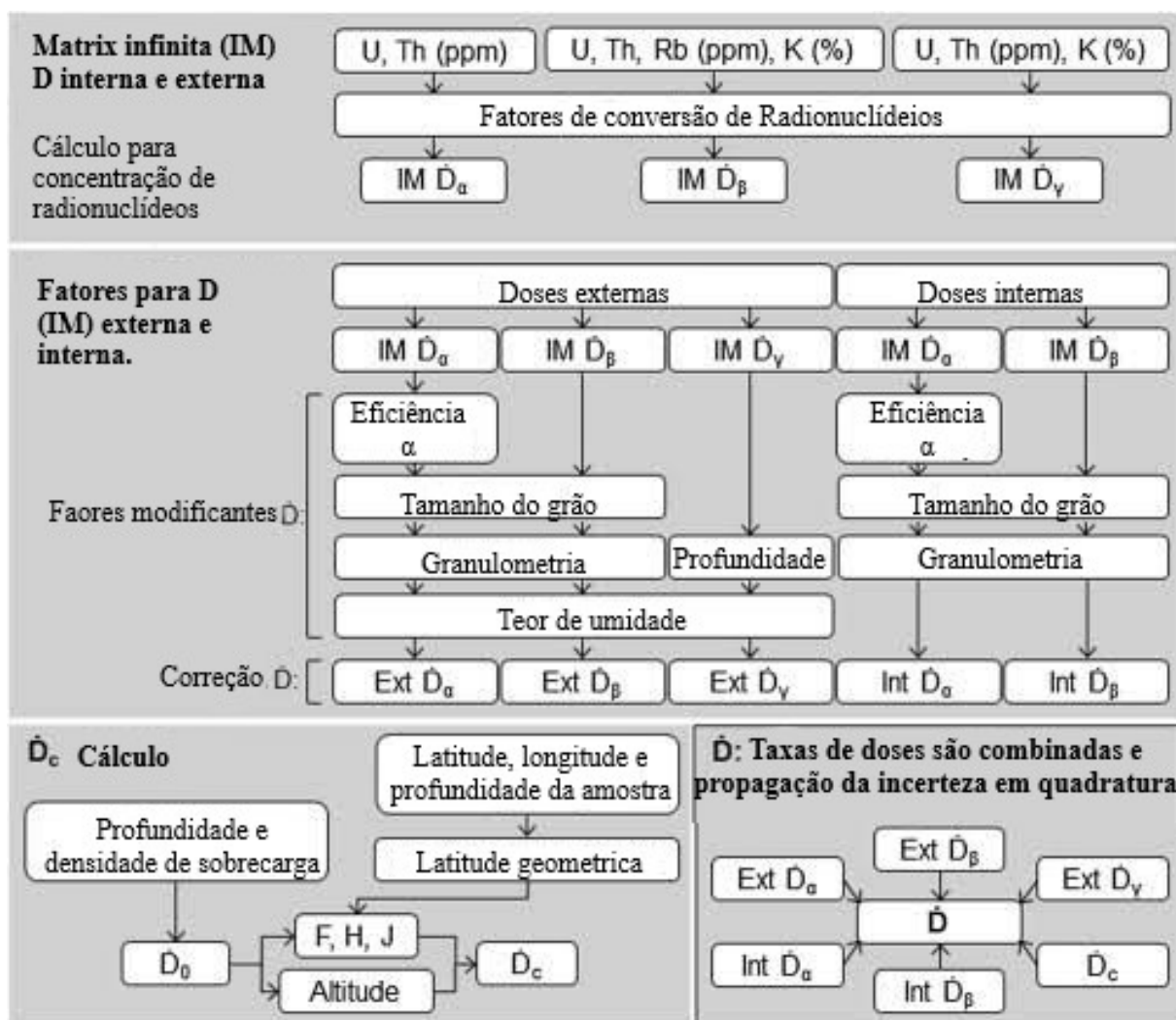


Fonte: Prescott e Stephan (1982)

Neste projeto, o programa de parâmetros (DURCAN; KING; DULLER, 2015), que consideram teores de umidade, contribuição da radiação cósmica de 0,25, altitude, profundidade da coleta de amostra e não perca do radônio por ser acumulativo abaixo da superfície, foi utilizado para ter maior precisão na idade dos sedimentos.

O DRAC fornece um meio eficaz de remover o potencial de erro de cálculo e facilitará uma avaliação melhorada da taxa de dose e idade cálculos e comparações inter laboratoriais mais simples. O diagrama na Figura 14 mostra esquematicamente as fases de como deve ser calculado a idade dos sedimentos.

Figura 14 – visão geral do cálculo para datação.



Fonte: Adaptado Durcan, King e Duller (2015)

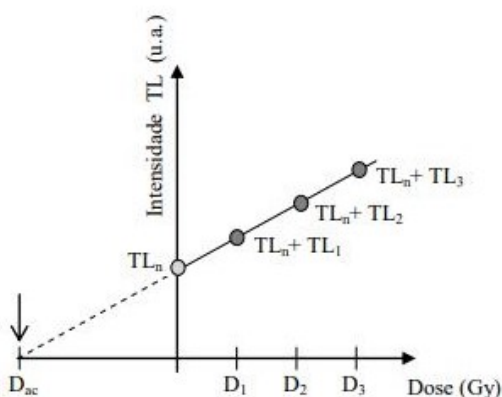
2.6.1 Protocolos de datação pelos métodos Luminescentes

Para a obtenção da dose acumulada (D_{ac}) deve-se considerar o sedimento, onde existem 2 métodos, tais como:

Método aditivo: Após tratamento químico, peneiramento para retenção de grãos de dimensões entre 0,080 μm e 0,180 μm . Dividir parte da amostra pulverizada em 6 a 8 porções e irradiar com doses de Raios- γ . E finalmente, fazer a leitura em função da dose, em geral, se obtém um gráfico, conforme é mostrado na Figura 15. Nessa técnica é possível utilizar o protocolo **multiple-aliquot additive-dose technique (MAAD)**.

Extrapolando esta reta para o eixo negativo (doses), na intersecção com o eixo das doses, cujo valor absoluto é a D_{ac} .

Figura 15 – modelo de método aditivo

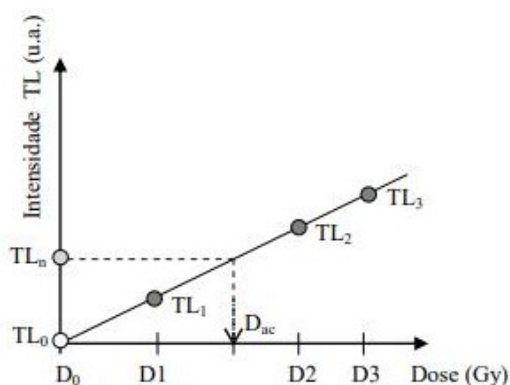


Fonte: Adaptado Azevedo (2011)

Método regenerativo: Neste método, primeiramente as alíquotas passam por um tratamento térmico (recozimento) em 500 °C por 30 minutos. Subsequentemente, irradiados e feito à leitura. No qual, o valor da Leitura natural (TL_n) da amostra será comparado à curva de calibração das amostras recozidas e traçado uma reta paralelamente (interpolação), e com a intersecção é traçado uma reta perpendicularmente ao eixo de doses, por fim obtendo-se o resultado da D_{ac} , conforme é mostrado na Figura 16.

Já nessa técnica é possível utilizar o protocolo **multiple-aliquot regenerative-dose technique** (MARD).

Figura 16 – modelo de método regenerativo



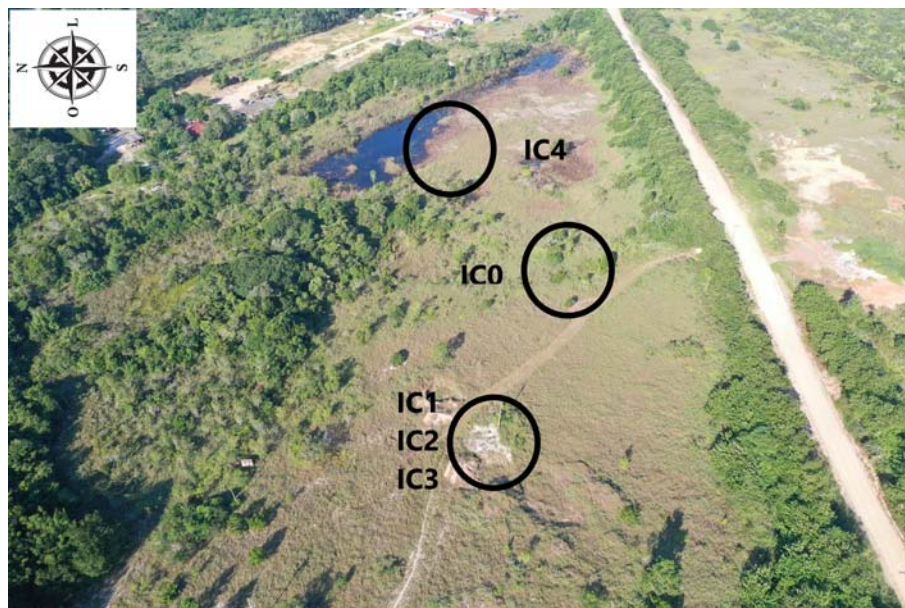
Fonte: Adaptado Azevedo (2011)

3 MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

3.1 Coleta das amostras

O terraço de areia de Icapara pertence a mineradora Pirâmide Extração e Comércio de Areia, Ltda, localizada na cidade de Registro, sendo uma empresa que extrai areia para comércio. No local, foi aberto uma escavação anteriormente pela empresa com objetivo de estudo do sedimento, e utilizaram esta escavação para parte das coletas. Esse terraço de Icapara é dividida por uma rodovia local, por imagens aéreas com DRONE (Fig. 17), é possível observar a grande porção está no sudoeste da estrada, onde são encontradas duas cavidades resultantes da extração de areia.

Figura 17 – Foto aérea do terraço Icapara.



Fonte: Autor

Inicialmente, com auxílio de uma pá, foi realizado duas decapagens com 20 cm de profundidade soltando material orgânico resultando num perfil (Fig.18(a)). Em seguida um tubo de PVC com 80 cm de comprimento e 3 cm de diâmetro foi inserido horizontalmente, neste perfil as primeiras coletas foram identificados como IC1 (Fig. 18(b)), o segundo tubo IC2 sendo 40 cm abaixo do primeiro tubo e IC3 horizontalmente (Fig.18(c)), localizado ao lado e com maior profundidade em relação ao tubo IC1 e IC2.

Figura 18 – (a) Escavação do local, (b) Perfil e inserção do tubo IC1 e (c) Perfil e inserção do tubo IC3



Fonte: Autor

Em outra localidade, utilizando o mesmo método, porém introduzido verticalmente o tubo de PVC, foi construído um perfil sendo identificado como IC4 (Fig.19(a) e 19(b)) e a última coleta do tubo IC0 foi inserido de forma vertical (Fig.20(a) e 20(b)).

Figura 19 – (a) Construção de perfil estratigráfico, (b) Construção de perfil estratigráfico.

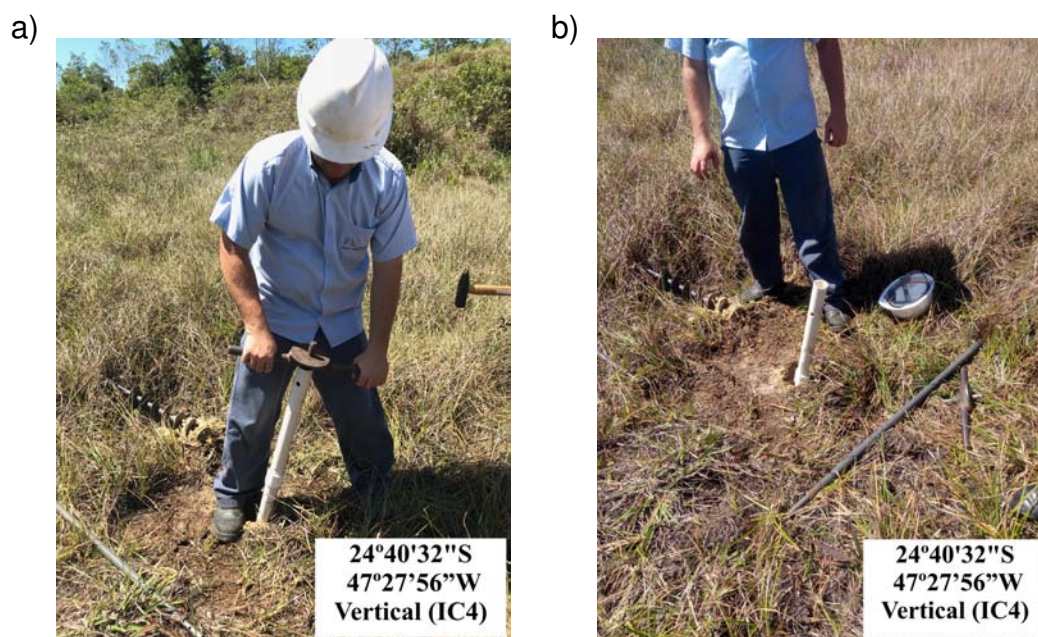
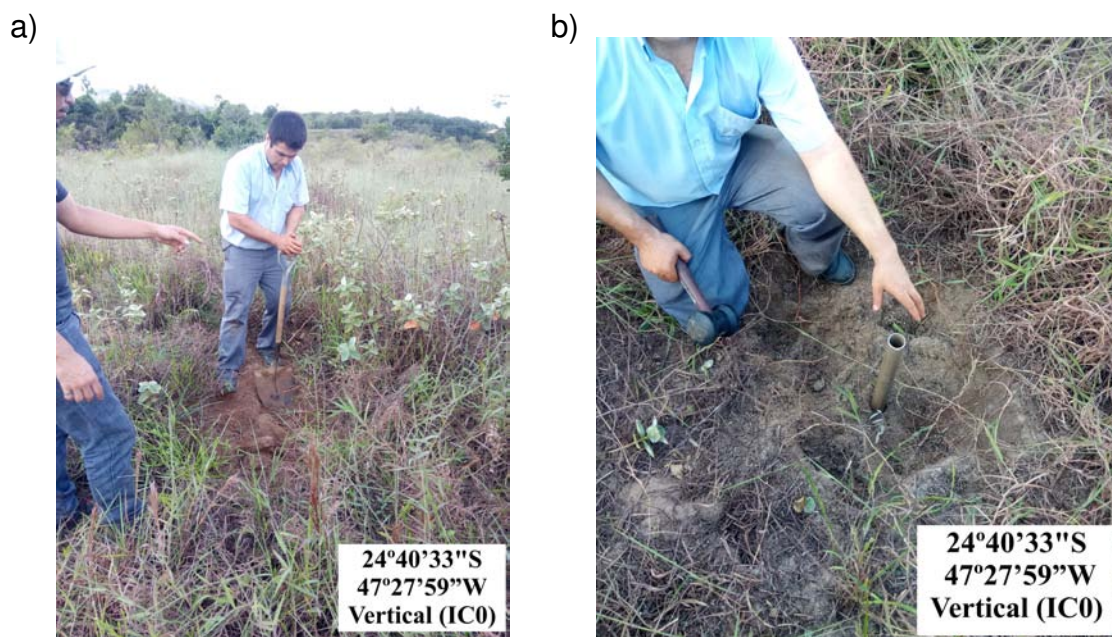


Figura 20 – (a) escavação do local da amostra IC0, (b) Construção de perfil.



Todos os tubos devidamente rotulados foram colocados em sacos plásticos preto para proteger da exposição à luz e transportados para o Laboratório de Cristais iônicos, Filmes Finos e Datação (LACIFID). As coordenadas geográficas, o NRM e o sentido do tubo esta descrito na tabela 2.

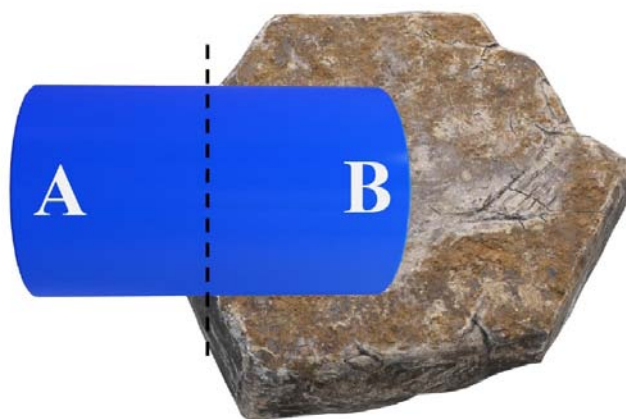
Tabela 2 – Posições geográficas das coletas, NRM e sentido do tubo inserido.

Amostra	Latitude	Latitude	NRM	Tubo
IC0	24°40 33"S	47°27 59"W	11,60	VERTICAL
IC1-A	24°40 31"S	47°27 01"W	10	HORIZONTAL
IC1-B	24°40 31"S	47°27 01"W	10	HORIZONTAL
IC2-A	24°40 31"S	47°27 01"W	9,6	HORIZONTAL
IC2-B	24°40 31"S	47°27 01"W	9,6	HORIZONTAL
IC3-A	24°40 31"S	47°27 01"W	7,80	HORIZONTAL
IC3-B	24°40 31"S	47°27 01"W	7,60	HORIZONTAL
IC4-A	24°40 32"S	47°27 56"W	4	VERTICAL
IC4-B	24°40 32"S	47°27 56"W	3,60	VERTICAL

3.2 Preparação de cada amostra

Inicialmente, foi feito a abertura do tubo e dividido em duas parte A e B, para melhor reprodutibilidade de resultados. Portanto, A é a parte posterior do tubo, e B sendo identificada como a inserção do tubo em relação ao perfil, conforme mostrado na Fig. 21.

Figura 21 – Modelo de divisão das amostras em parte A e B.



Fonte: Autor

Uma porção do tubo aberto, foi retirado aproximadamente 20 mg e separados para determinar o teor de Th, U e K, e anteriormente também foi determinado a quantidade de água, de acordo com a tabela 3.

Tabela 3 – Teor de umidade % para cada amostra coletada.

ID	Teor de umidade %
IC0	5,34 %
IC1-A	4,56 %
IC1-B	9,27 %
IC2-A	3,98 %
IC2-B	1,8 %
IC3-A	1,7 %
IC3-B	4,9 %
IC4-A	12,29 %
IC4-B	13,41 %

Outra porção do tubo aberto, com objetivo de extrair grãos de quartzo das amostras de sedimento foram feitos diferentes tratamento químicos: H_2O_2 (14 %) para retirada de material orgânico por 30 minutos, HF (48 %) para remover óxidos e outros materiais, remover uma camada do quartzo por 40 minutos e por último, tratamento com HCL (37 %) uoretos foram removidos durante o tratamento químico com HF, por 1h. O resíduo é lavado várias vezes com H_2O_2 deionizado e são descartados com a água de enxágue (BEERTEN et al., 2008; KOHL; NISHIIZUMI, 1992).

Em seguida, as amostras foram peneiradas com tamanho de partícula entre 75 μm e 180 μm , visando a melhor emissão de TL (JÚNIOR, 2010).

Uma porção dos grãos de quartzo com tratamento químico foi utilizado para determinação do teor de Dose acumulada utilizando o protocolo **multiple-aliquot additive-dose technique** (MAAD) para a técnica de TL, dividida em 8 alíquotas de 30 mg, as quais foram irradiados com 10, 20, 30, 40, 50, 80, 100 e 150 Gy. A irradiação foi realizada no CTR/ IPEN com uma fonte do tipo Gamma-cell de ^{60}CO . As Medidas de TL foram realizadas com um leitor TL.

Outra porção da amostra de quartzo com tratamento químico foi dividida em 7 alíquotas de aproximadamente 250 mg. Para determinar a Dac pela técnica de RPE através do protocolo de **multiple-aliquot regenerative-dose** (MAR) foi utilizado para o cálculo de Dac pela técnica de RPE as amostras foram tratadas termicamente a 450 °C por 15 min e em seguida irradiados a 10, 20, 40, 60, 80, 100 e 200 Gy, as irradiações das amostras de grãos de quartzo foram realizadas no (CTR-IPEN). O protocolo para medir o espectro de RPE da amostra é mostrado na tabela 4.

Tabela 4 – Etapas de pré-tratamento e recozimento do quartzo.

Pré-tratamento 450 °C por 15 min
Irradiação no laboratório com 10, 20, 40, 60, 80, 100 e 200 Gy
Recozimento 330 °C por 15 min (aumento da sensibilidade)
Medida do espectro RPE do quartzo

3.3 Equipamentos de medidas

3.3.1 Difração de Raios - X

Para realizar as análises de DRX, as amostras foram pulverizadas com tamanho de partícula menores que 75 μm . As análises foram realizadas utilizando um difratômetro STADI-X (Stoe®, Darmstadt, Alemanha), operando em modo de transmissão usando radiação $\text{Mo K } \alpha 1$ a um comprimento de onda 0,7093Å selecionado por um monocromador Ge (111) curvado. Os fótons de raios-X foram coletados por um detector de micro bandas Mythen 1K, varrendo entre 2θ de 15° a 94°. O objetivo deste teste foi identificar as estruturas cristalinas existentes na amostra.

3.3.2 Termoluminescência

As análises de emissão termoluminescente foram feitas no equipamento modelo Harshaw TL 4500, que pertence ao laboratório LACIFID. As leituras foram feitas com taxa de aquecimento 4 °C/s com variação de temperatura de 50 - 500 °C, ambiente em fluxo de nitrogênio controlado e que pode ser alterado de acordo com Software. Anteriormente as amostras passaram por tratamentos químicos que possibilitaram uma dispersão e escolhas de grãos para utilização no equipamento, variando entre 2 - 2,5 mg para cada leitura no compartimento do equipamento, sendo aspirado para trocas de amostras. A leitura TL é um sistema de aquecimento com um porta amostra metálico que detecta a sensibilidade da luz dissipada pela amostra em sinais elétricos convertidos para um microcomputador.

3.3.3 Ressonância Paramagnética Eletrônica

Os sinais de RPE nas amostras de quartzo foram feitos com o espectrômetro MiniScope MS 5500 ESR da Freiberg Instruments na banda X. A intensidade do centro E_1 após irradiação com raios-gama e aquecimento a 300 °C por 15 min (TOYODA;

IKEYA, 1991), foram realizado utilizando as seguintes condições de medição de RPE: potência de microondas de 0,01mW, frequência de modulação de 100 kHz, com campo considerado em 0,1 mT, a campo central de 336,0 a 337,0 mT e um tempo de varredura de 80 s das medições foram realizadas à temperatura ambiente.

3.3.4 Radiação ultravioleta com lâmpada de Xenônio

O ajuste de TL-residual foi feita em laboratório com uma luz ultravioleta artificial - lâmpada de Xenônio (Xe) (Oriental® Instruments - modelo 6427 60 W), a energia controlada de 800 mJ. As amostras foram colocadas com 65 cm de distância entre a leitura e a luz ultravioleta artificial. E tempo controlado de 5, 10, 20, 30, 40, 60, 120, 360 e 900 minutos. Subsequentemente após cada tempo de medida foi feito a leitura termoluminescente.

3.3.5 Espectroscopia-gama

A detecção dos radioisótopos U, Th e K-40 foi feita por espectroscopia-Gama com um detector de Ge hiperpuro da Camberra calibrado através de amostras padrões de solo (JR-1, JG-1, JB-3 e JG-3). Nesta técnica as taxas dos radionuclídeos foram calculados de acordo com os espectros da radiação-gama emitidos e comparados as amostras padrões. As intensidades dos picos correspondentes as energias: 234, 286, 343 e 1460 keV emitidas pelos filhos das séries de U e Th foram usados nessa comparação.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

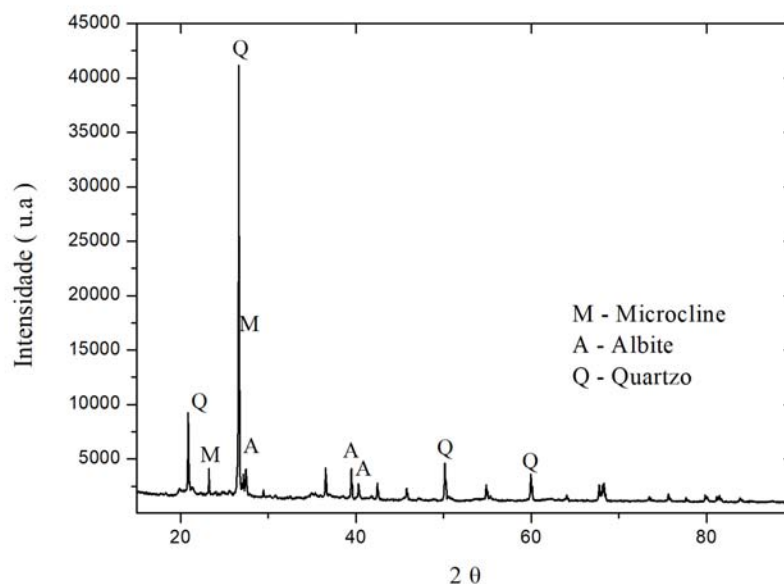
4.1 Espectro de Difração de Raios-X (DRX)

A técnica de DRX foi utilizada para identificar as diferentes fases cristalina e conferir se o material datado é quartzo e a existência de alguma outra fase. Conforme é mostrado na Figura 22, as estruturas encontradas foram Microclina, Albita e Quartzo, $K(AlSi_3O_8)$, $Na(AlSi_3O_8)$ e SiO_2 , respectivamente.

Os resultados obtidos foram comparados com padrões existentes, as amostras foram analisadas com tratamento químico para observar qual material seria estudado do sedimento, e as fases presentes. No entanto, foi observado padrões de feldspato além do quartzo, em que a intensidade do sinal luminescente das amostras alcalinas tem proporção a quantidade do feldspato, sendo muito utilizado assim como o quartzo para datação (PRESCOTT; FOX, 1993; DULLER, 1997).

As proporções de Quartzo se sobrepôs aos demais, evidenciando os padrões de quartzo. Sendo assim, não interferindo na baixa proporção de feldspato no sedimento. Foi confirmado a alta concentração do quartzo na amostra para ser utilizado na datação.

Figura 22 – Espectro de DRX da amostra IC2-B com tratamento químico



A tabela 5 mostra os ângulos encontrados de acordo com a literatura (IBRAHIM et al., 2011). Os padrões característicos do quartzo seria de Ângulo $2\theta = 26,6835$.

Tabela 5 – Ângulos 2θ das estruturas Microclina, Albita e Quartzo.

Estrutura	Ângulo 2θ
Microclina	23, 246
Microclina	26,6017
Albita	27,4408
Albita	39, 4719
Albita	40,3709
Quartzo	20,9134
Quartzo	26,6835
Quartzo	50,1733
Quartzo	59,9743

4.2 Curva de emissão Termoluminescente (TL)

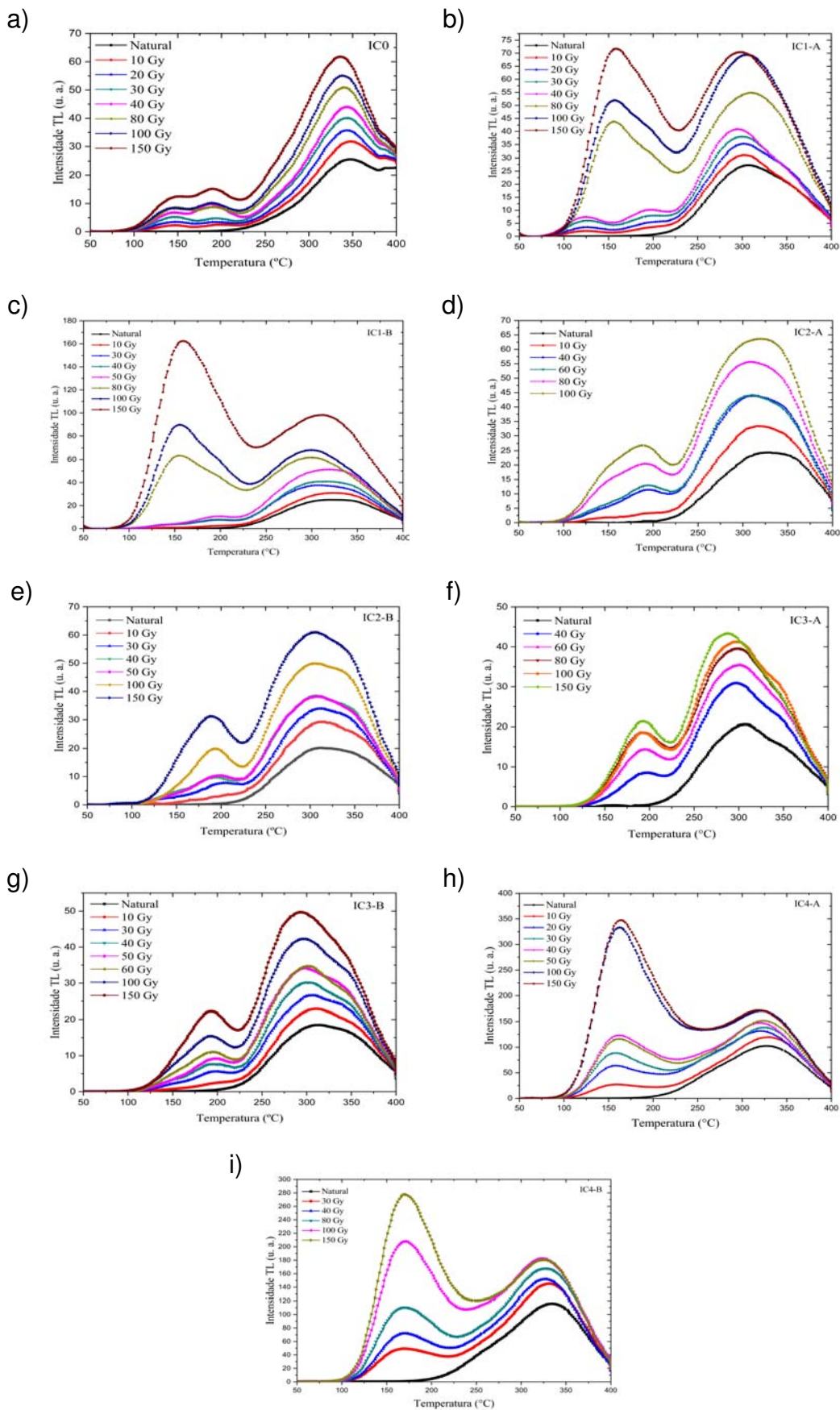
Com a curva de emissão TL da amostra natural (LN), e das amostras com doses adicionais conhecidas (LN+D¹, LN+D², LN+D³...) é construído a curva de calibração, conforme observado na fig. 23(a), 23(b), 23(c), 23(d) 23(e), 23(f), 23(g) e 23(h), 23(i) das amostras IC0, IC1-A, IC1-B, IC2-A, IC2-B, IC3-A, IC3-B, IC4-A e IC4-B, respectivamente.

A curva de emissão TL das amostras apresentam picos TL em torno de 150 e 325 °C. O pico utilizado para fazer a extrapolação dos dados foi 325 °C. Pois, foram sugeridos estudos que no quartzo após a irradiação existe as armadilhas competitivas.

O modelo estudado foi discutido por McKeever (1991) e Morris e McKeever (1993) para compreender o comportamento de supralinear do evento na temperatura em torno de 100 °C no quartzo.

A partir dessa discussão Sunta, Yoshimura e Okuno (1994), notou que tanto a supralinearidade quanto a sensibilização representam a partida da resposta observada de sua tendência linear em doses baixas (o que satura em uma dose alta), e os concorrentes são os “termicamente armadilhas profundas desconectadas” que podem emitir picos de brilho a temperaturas mais altas que o pico considerado.

Figura 23 – Curvas de emissão TL da amostra Dose luminescente natural (LN) e das amostras em diferentes doses conhecidas da amostra IC0



Fonte: Autor

No modelo de Sunta, Yoshimura e Okuno (1994) essas armadilhas se enchem como de costume durante a irradiação, e também capturam os portadores durante o aquecimento quando vazios, que pode ser chamado de sistema armadilha interativa.

Os primeiros modelos propostos que abordaram o fenômeno de supralinearidade em TL do quartzo, foram por Aitken, Thompson e Fleming (1968), Kristianpoller, Chen e Israeli (1974) e Chen e Bowman (1978). Onde, na maioria dos cristais iônicos a curva de intensidade da termoluminescência (TL) em função da dose de radiação é caracterizada por uma região linear, seguida de uma região supralinear ou sublinear e a região de saturação.

Trabalhos desenvolvidos por Chen, Yang e McKeever (1988) e modelos anteriores realizados por Kristianpoller, Chen e Israeli (1974) compreendem melhor sobre a dinâmica de sensibilidade térmica e a dependência da dose alterando o comportamento, e utilizaram um modelo matemático. Os estudos sugerem, que em altas temperaturas foi retirado as armadilhas do concorrente e resultando em uma dependência da dose. As armadilhas também permitiriam que todas as cargas retiradas se recombinassem nos centros de luminescência e dariam origem a um pico maior e Sensibilidade TL.

Outra proposta sugerida por McKeever e Chen (1997), foi o modelo com uma armadilha TL única e dois centros de recombinação, o segundo centro de recombinação concorre como centro de recombinação radiativa para termicamente elétrons liberados. Esse segundo modelo presume uma dependência linear inicial da dose seguida por supralinearidade "moderada", linearidade e, finalmente, saturação da TL.

A curva de emissão de crescimento é portanto quadrático (ou supralinear) seguido de saturação. Portanto, existe uma diferença quando o número de centros concorrentes aumenta com a dose, e por outro lado a concentração de armadilhas concorrentes diminui com a dose aplicada (MCKEEVER; CHEN, 1997).

Em materiais geológicos como as cerâmicas, azulejos ou tijolos teriam um comportamento supralinear na região de baixa dose como mostrado por McKeever e Chen (1997) e Watanabe et al. (1998a). No entanto, um comportamento diferente em grãos de quartzo de sedimentos marinhos ou dunas areias foi observado, em baixas doses a curva de TL vs dose teria uma concavidade inserida para baixo, a partir de 100 a 400 Gy, a TL cresce lentamente, porém de 400 Gy a 800 Gy aumenta rapidamente (CHAWLA; DHIR; SINGHVI, 1992). O crescimento sublinear da intensidade foi explicado

em base da competição durante a fase de aquecimento TL.

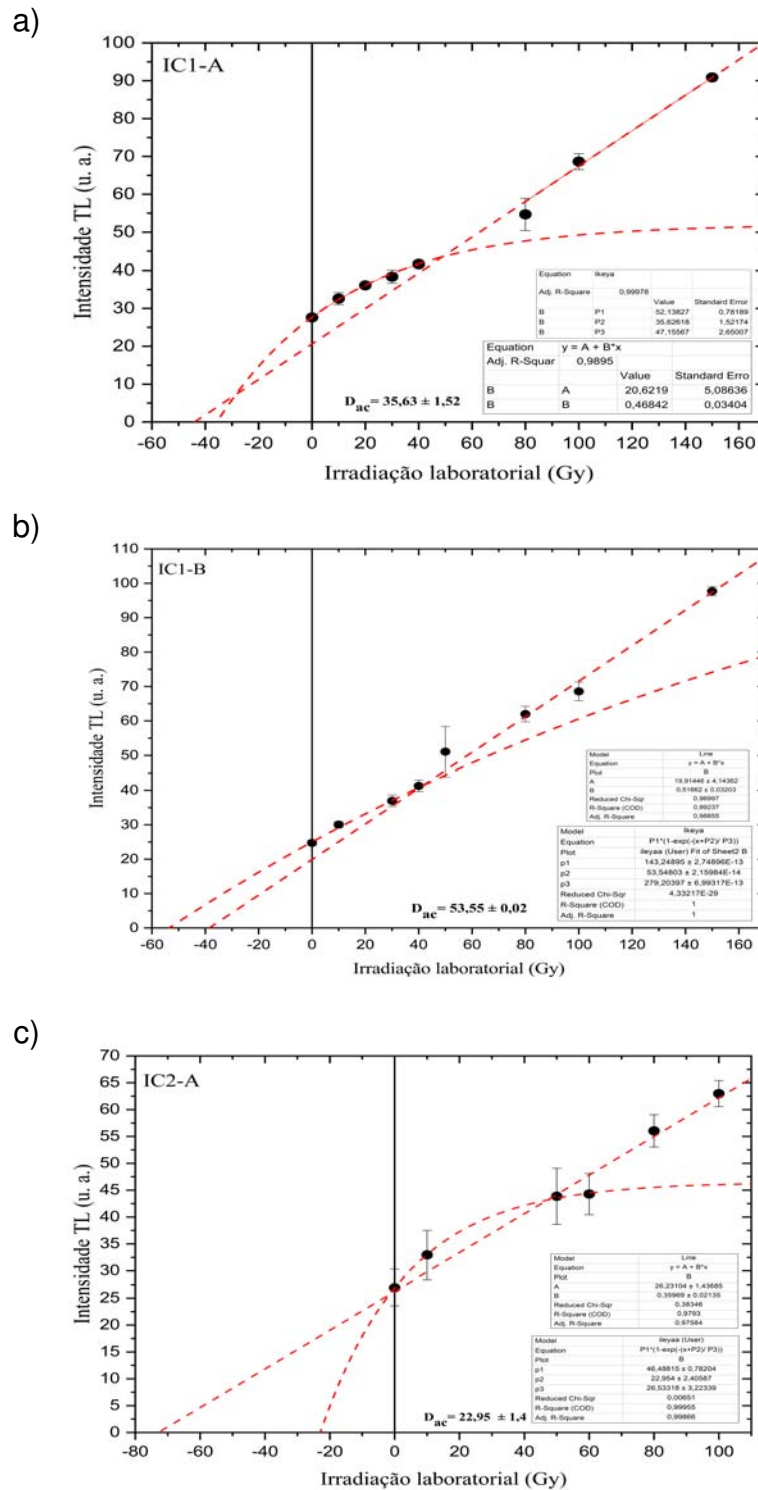
Segundo Watanabe et al. (1998b) os concorrentes são centros de recombinação não-radiativos que existem em alta concentração, e não são preenchidos durante a irradiação, mas captura os transportadores liberados durante o aquecimento.

A extrapolação das amostras IC1-A, IC1-B e IC2-B exhibe um fenômeno de sublinearidade. A partir das curvas de emissão TL foi possível traçar os gráficos com os resultados dos picos das curvas de emissão com a Intensidade TL em função da dose, observado na figura 24(a), 24(b), 24(c). A dose acumulada foi obtida por extrapolação, utilizando a seguinte equação 24, de Ikeya (1993). E equação 25 polinomial constante:

$$I(Q) = I_0(1 - e^{-(D+De)/D_s}) \quad (24)$$

$$y = ax + b \quad (25)$$

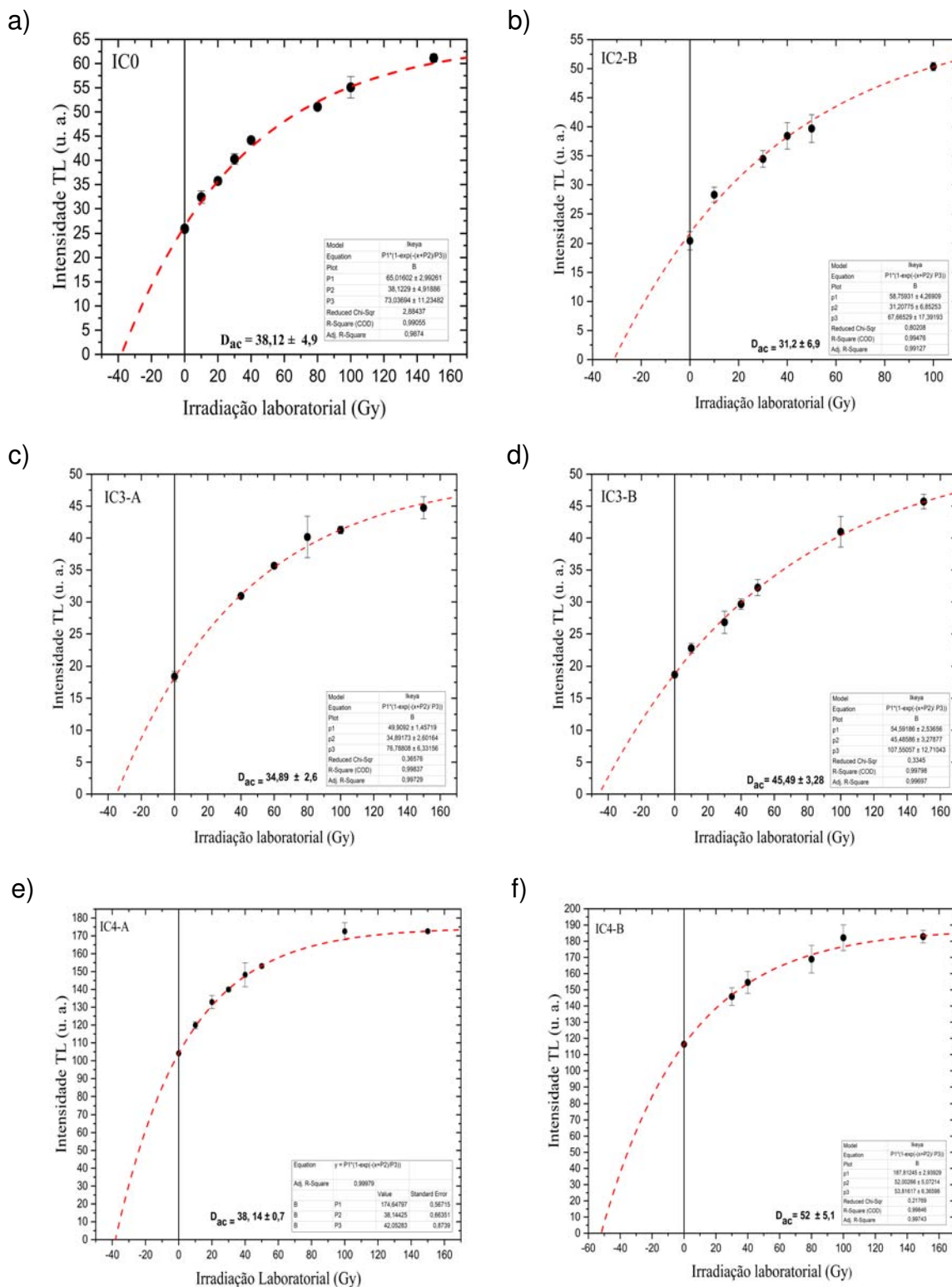
Figura 24 – Curva de calibração da intensidade em função da dose para determinar a D_{ac}



Fonte: Autor

No entanto, as demais amostras 25(a), 25(b), 25(c), 25(d), 25(e) e 25(f) tem um comportamento com uma equação de Ikeya (1993).

Figura 25 – Curva de calibração da intensidade em função da dose para determinar a D_{ac}



Fonte: Autor

Na tabela é mostrado os resultados da D_{ac} obtidos com a extrapolação de dados.

Tabela 6 – valores de D_{ac} para TL por método aditivo.

Amostras	D_{ac}, σ (Gy)
IC0	38 ± 5
IC1-A	36 ± 2
IC1-B	54 ± 2
IC2-A	23 ± 2
IC2-B	31 ± 7
IC3-A	35 ± 3
IC3-B	42 ± 6
IC4-A	38 ± 1
IC4-B	62 ± 10

Fonte: Autor

4.2.1 Espectro de emissão termoluminescente Residual (TL-Residual)

A dose acumulada foi feita com correção da TL-residual, em laboratório com luz ultravioleta artificial. Com as vantagens de ambiente controlado com um sistema isento de ventos, chuvas, variações da intensidade UV e tempo de exposição, fazendo a reprodutibilidade do comprimento de onda da radiação UV do sol.

A radiação que pode estimular os elétrons é a radiação UV (250-400), a fonte de ultravioleta artificial (Xenon) é separada em 2 componentes: UVA (320 - 400 nm), UVB (280 - 320 nm), apresentando irradiância espectral para análises de TL-residual (CANO et al., 2013).

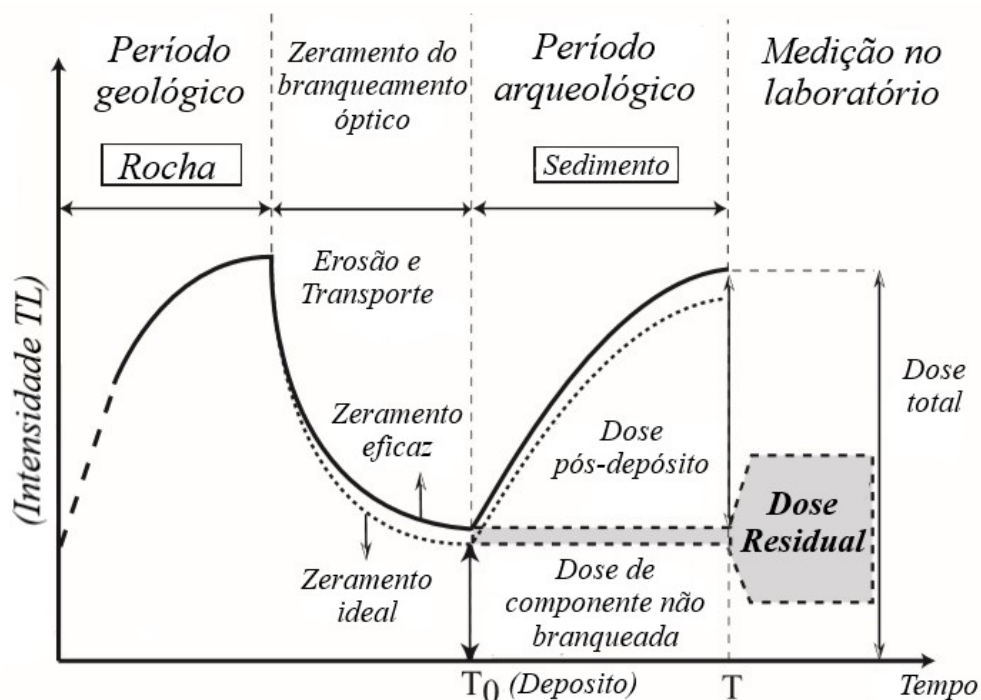
O ajuste é necessário na utilização do equipamento termoluminescente, impossibilitado da leitura de armadilhas mais profundas, pois a energia de ativação como o caso da térmica não tem energia suficiente para excitar elétrons em camadas mais profundas, e observando o momento "zero" do material e com excitação de 16 horas é possível ajustar comparando com o momento do evento do período pleistocênico.

Após o "zero" novos defeitos são gerados. Portanto, a dose da radiação na amostra é proporcional ao tempo exposto. Utilizar a luz ultravioleta ou luz natural compara o momento que foi feito o "zero".

A Figura 26 exemplifica como ocorre. Antes de algum evento ou período, desde

a formação do quartzo há irradiação constante natural por radionuclídeos, no período geológico. Com o acontecimento de algum evento (Erosão e transporte), ocorre por esse motivo o zeramento do branqueamento óptico, sendo exposto a radiação solar. E a incidência solar causa excitação de elétrons emitindo luz, zerando o quartzo.

Figura 26 – Exemplo do momento "zero" em função do tempo e dose residual em função do tempo.



Fonte: Adaptado Voinchet et al. (2015)

As amostras de modo geral, foram expostas a luz ultravioleta artificial (Xenônio) com 5, 10, 20, 30, 40, 60, 120, 360, e 900 minutos e o sinal TL remanescente é o valor do TL residual, a $D_{ac,c}$ é obtida através da equação:

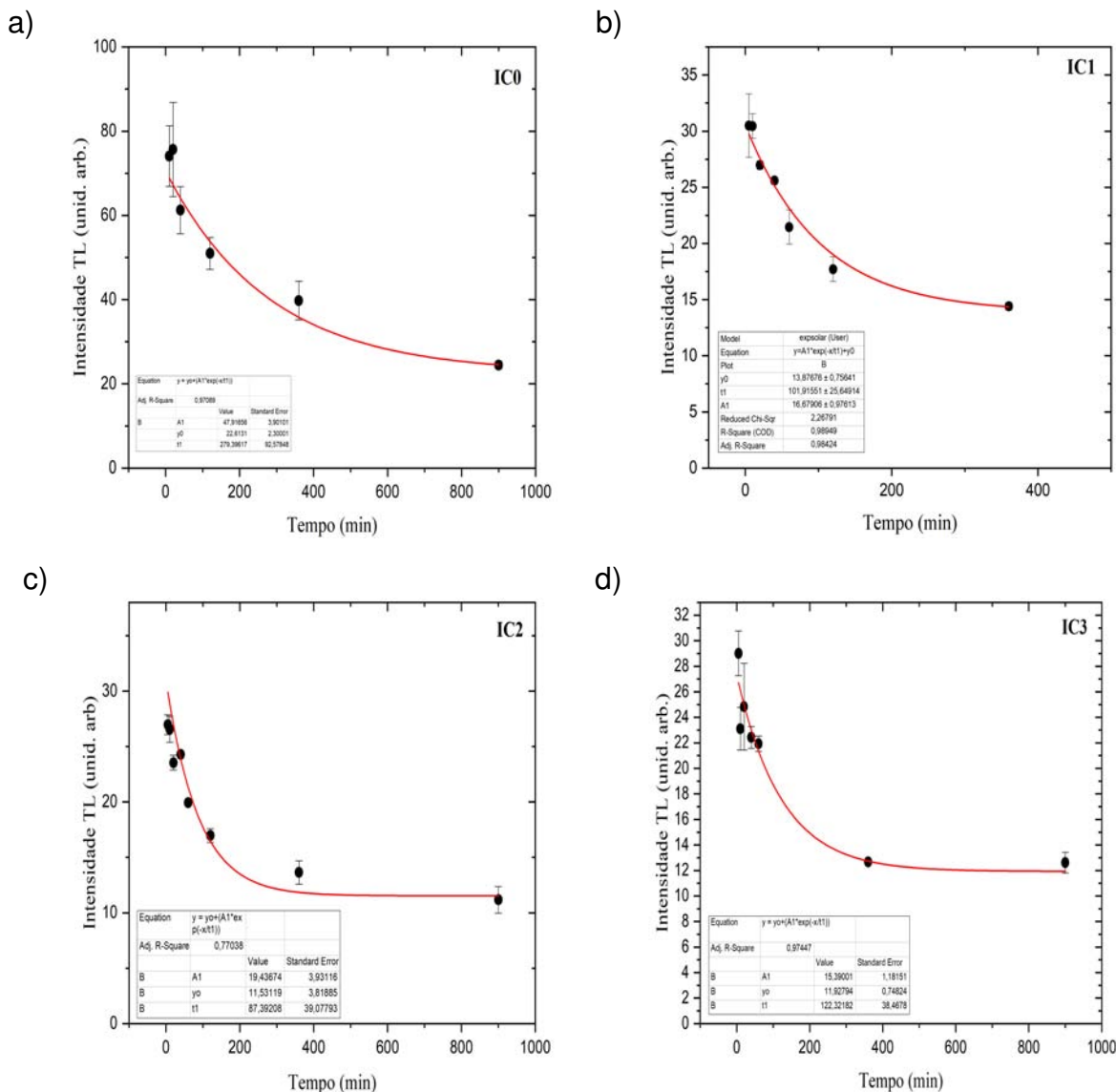
$$D_{ac,c} = D_{ac} \times \left(1 - \frac{TL_r}{TL_0}\right) \quad (26)$$

Onde TL_0 é a intensidade TL natural, TL_R é a intensidade da TL residual calculada experimentalmente por exposição a luz ultravioleta artificial em função ao tempo, sendo a equação:

$$TL_0 + \left(A_1 \times \exp\left(\frac{-x}{T}\right)\right) \quad (27)$$

A TL decai para um valor residual após 16 horas de exposição, como visto nas Fig. 27(a), 27(b), 27(c) e 27(d) e não zerando completamente, como previsto.

Figura 27 – Decaimento do sinal TL com exposição luz ultravioleta artificial (Xenon).



Fonte: Autor

Após as 16 horas de exposição à luz ultravioleta, a intensidade do sinal TL da banda de emissão de cada amostra apresentou diferentes reduções. Na tabela 7 é mostrado TL_0 , TL_R , redução e Dose acumulada com e sem ajuste da TL - residual.

Tabela 7 – valores de D_{ac} e $D_{ac,r}$

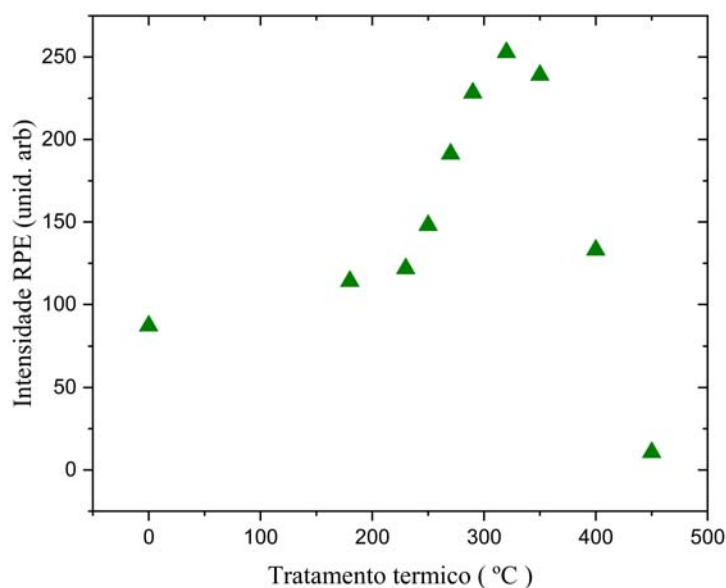
Amostra	$TL_0 \pm \sigma$ (Gy)	$TL_r \pm \sigma$ (Gy)	$1-(TL_r/TL_0)$	$D_{ac} \pm \sigma$ (Gy)	$D_{ac,r} \pm \sigma$ (Gy)
IC0	74 ± 7	23 ± 4	0,69	38 ± 5	33 ± 5
IC1-A	30 ± 3	14 ± 1	0,53	36 ± 2	31 ± 4
IC1-B	30 ± 3	14 ± 1	0,53	54 ± 2	34 ± 3
IC2-A	27 ± 1	12 ± 1	0,57	23 ± 2	28 ± 8
IC2-B	27 ± 1	12 ± 1	0,57	31 ± 7	38 ± 12
IC3-A	29 ± 2	12 ± 1	0,59	35 ± 3	54 ± 6
IC3-B	29 ± 2	12 ± 1	0,59	42 ± 6	35 ± 5
IC4-A	29 ± 2	12 ± 1	0,59	38 ± 1	29 ± 1
IC4-B	29 ± 2	12 ± 1	0,59	62 ± 10	43 ± 7

4.3 Espectros de emissão Ressonância Paramagnética eletrônica (RPE)

Para determinar a temperatura do tratamento térmico no qual a intensidade RPE é máxima, foram realizadas diferentes temperaturas de 0, 180, 230, 270, 290, 320, 350, 400 e 450 °C por 15 minutos, porém com 450 °C foi realizado com 30 minutos para observar a zeragem da amostra natural. Conforme mostra a Fig. 28 o do tratamento térmico, em torno de 320 °C estabiliza e alcança a maior intensidade, e em tratamento térmico a 450 °C eliminou completamente os centros de E_1 .

A Alteração típica no aquecimento da intensidade do sinal em quartzo é observado (TOYODA; SCHWARCZ, 1997) onde o sinal central E_1 aumentou até 320 °C e depois desapareceu o sinal em 450 °C.

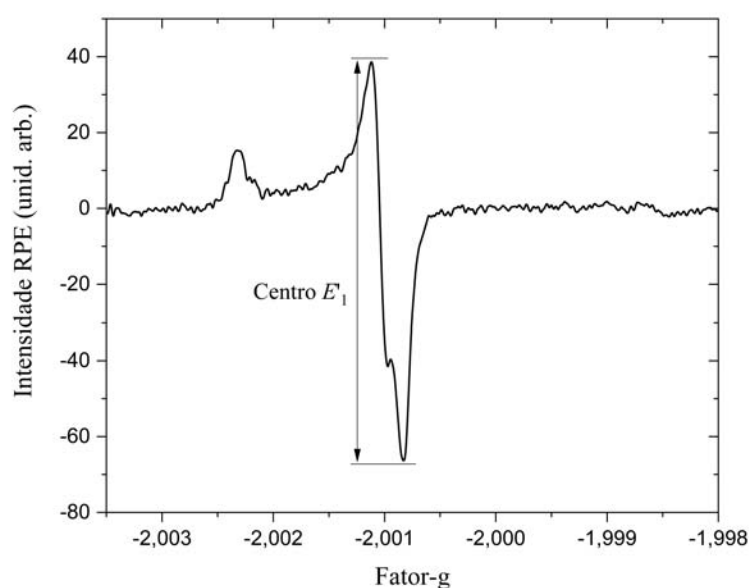
Figura 28 – Teste de tratamento térmico em diferentes temperaturas de 0, 180, 230, 270, 290, 320, 350, 400 e 450 °C por 15 minutos



Fonte: Autor

O espectro RPE característico dos centros E_1 no cristal de quartzo é mostrado na Fig. 32, que é dependente de tratamentos térmicos anteriores na amostra. O espectro RPE do centro E_1 possui simetria ortorrômbica possíveis três fatores-g sendo 2,00179, 2,00053, e 2,00030 (JANI; BOSSOLI; HALLIBURTON, 1983).

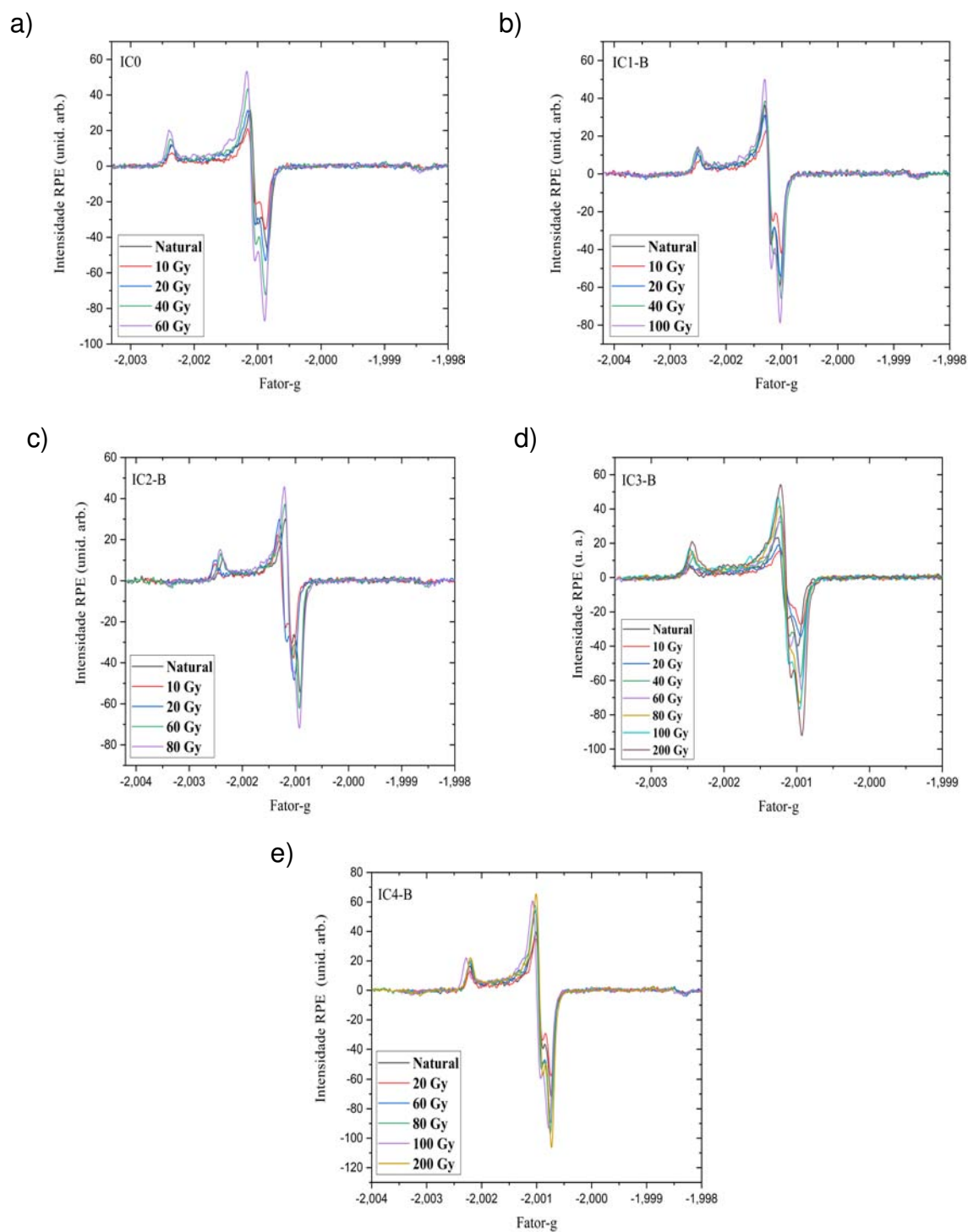
Figura 29 – Quartzo centro de E_1



Os estudos de tratamento térmico definem a temperatura que estabiliza o defeito de E_1 , conforme o protocolo utilizado mencionado anteriormente, foram construídos os

gráficos das amostras 30(a), 30(b), 30(c), 30(d), 30(e).

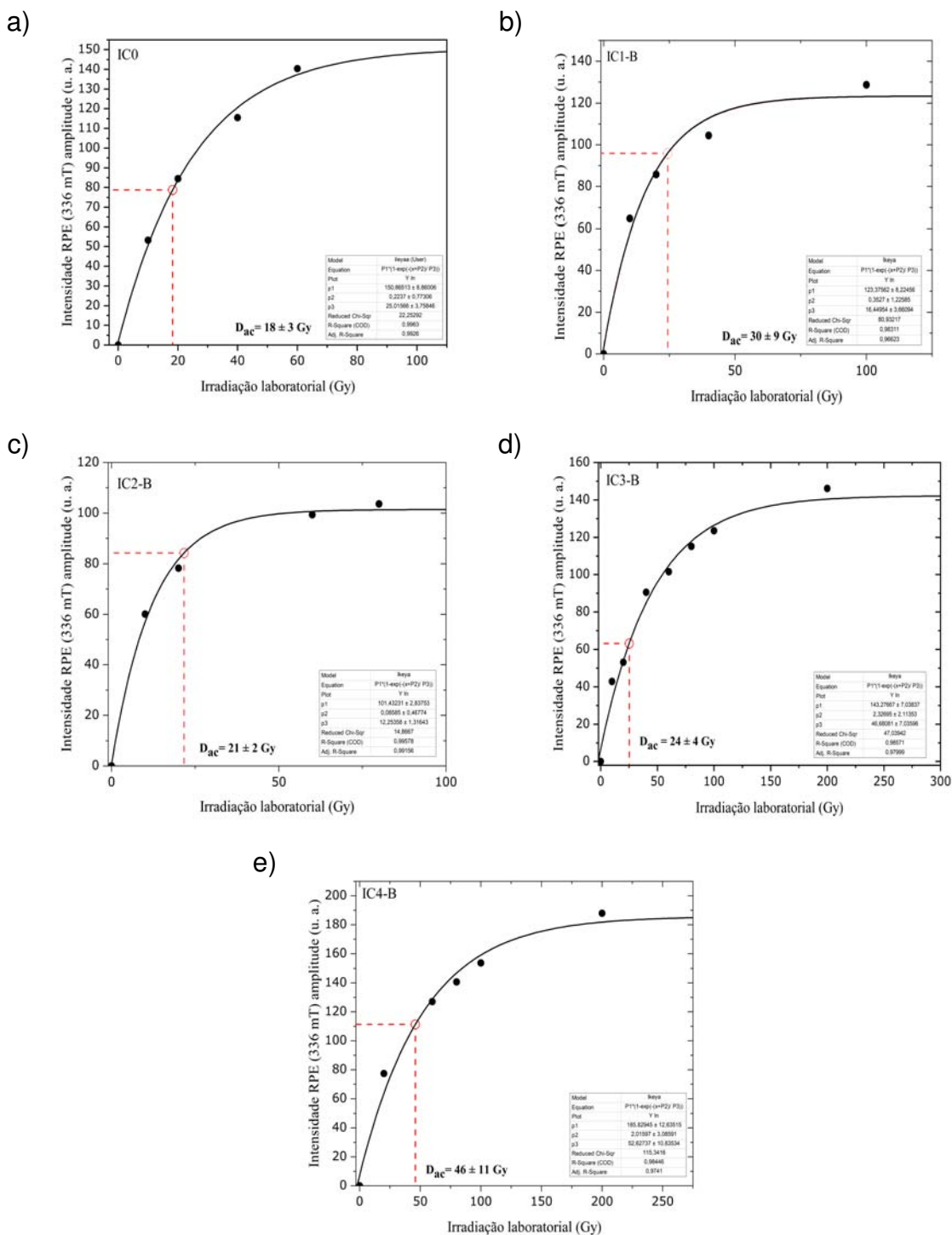
Figura 30 – Espectro de emissão Dose luminescente natural (LN) e doses conhecidas estimuladas das amostras IC0, IC1-B, IC2-B, IC3-B e IC4-B com tratamento térmico



Fonte: Autor

E a partir das curvas foi utilizado a intensidade pico a pico, construindo a curva de calibração e determinar a D_{ac} utilizando a equação de Ikeya (1993), e com a dose natural foi feito a interpolação para obtenção da Dose acumulada de cada amostra 31(a), 31(b), 31(c), 31(d), 31(e).

Figura 31 – Curva de calibração doses equivalentes com a Intensidade RPE das amostras IC0, IC1-B, IC2-B, IC3-B e IC4-B



Fonte: Autor

4.4 Determinação das idades

A amostra foi armazenada por um período de 30 dias para a contagem do equilíbrio secular dos radionuclídeos, após o repouso foi colocado em um medidor de GeHP por tempo de 48 horas.

Os teores dos radionuclídeos ^{238}U , ^{232}Th e ^{40}K de D_{an} (Dose anual) foi calculado. Na tabela 8, valores dos resultados dos teores que foram utilizados para cálculo da idade.

Tabela 8 – Teores de radionuclídeos de ^{238}U , ^{232}Th e ^{40}K .

ID	^{238}U (ppm)	^{232}Th (ppm)	^{40}K (%)
IC0	$0,63 \pm 0,04$	$3,78 \pm 0,19$	$0,11 \pm 0,01$
IC1-A	$0,43 \pm 0,03$	$1,92 \pm 0,09$	$0,12 \pm 0,01$
IC1-B	$0,62 \pm 0,04$	$3,55 \pm 0,19$	$0,20 \pm 0,01$
IC2-A	$0,47 \pm 0,03$	$1,31 \pm 0,06$	0 ± 0
IC2-B	$0,47 \pm 0,03$	$1,34 \pm 0,07$	0 ± 0
IC3-A	$0,23 \pm 0,02$	$0,51 \pm 0,04$	$0,04 \pm 0,01$
IC3-B	$0,48 \pm 0,03$	$3,30 \pm 0,16$	$0,09 \pm 0,01$
IC4-A	$0,35 \pm 0,02$	$2,12 \pm 0,10$	$0,31 \pm 0,01$
IC4-B	$0,61 \pm 0,04$	$2,33 \pm 0,12$	$0,30 \pm 0,02$

Fonte: Autor

Na tabela 10, são mostrados os valores da dose acumulada por Termoluminescência (TL) e Ressonância Paramagnética eletrônica (RPE). Construídos os gráficos acima mencionados (Dac) e suas respectivas idades.

As idades das amostras estão relacionadas com o período Pleistocênico inferior, que corresponde com a literatura. O início do período de formação do terraço de Iguape também é condizente com os eventos transgressivo-regressivos marinhos do Quaternário no Estado de São Paulo, as idades de TL estão altas e precisam ser corrigidas com a TL residual, pois é o marco zero do evento citado.

Apesar do terraço Icapara estar a 10 km de distância do mar, existe uma correlação de NRM ter sido alto, e com isso uma vida marinha e formações terraços na ilha de Cananéia e Icapara serem presentes.

Em alguns estudos, entre os anos de 1993 e 1999, a extremidade Norte da Ilha Comprida teve um aumento de 220 metros, com média de crescimento de orla com 37

Tabela 9 – valores de D_{ac} para TL por método aditivo, D_{ac} para RPE por método regenerativo e suas respectivas idades dos sedimentos.

Amostras	D_{ac}, σ (Gy) TL _c aditivo	D_{ac}, σ (Gy) RPE regenerativo	Idade (ka) TL _c aditivo	Idade (ka) RPE regenerativo
IC0	33 ± 5	19 ± 2	35 ± 5	24 ± 3
IC1-A	31 ± 4		32 ± 3	
IC1-B	34 ± 3	31 ± 9	37 ± 4	38 ± 12
IC2-A	28 ± 8		29 ± 7	
IC2-B	38 ± 12	22 ± 3	38 ± 12	46 ± 7
IC3-A	54 ± 6		54 ± 6	
IC3-B	35 ± 5	25 ± 5	36 ± 6	61 ± 13
IC4-A	29 ± 2		32 ± 2	
IC4-B	43 ± 7	46 ± 12	48 ± 8	57 ± 15

Fonte: Autor

metros/ano. O recuo da Ilha de Iguape provocada pelos processos erosivos em suas margens devido a correntes foi considerada pela Geobrás e Fundações (1966) como sendo regular comparada com a Ilha Comprida. Em sua direção predominante a Ilha de Iguape deslocou cerca de 2800 metros. O deslocamento médio anual na direção que corresponde ao maior recuo foi de 32 metros por ano.

No passado a ocorrência de correntes pode ter sido como a atual, onde ventos viriam e depositavam sedimentos, por sua vez, os elementos úviais contrários não deixariam a dispersão desses sedimentos.

4.4.1 Teste de compatibilidade

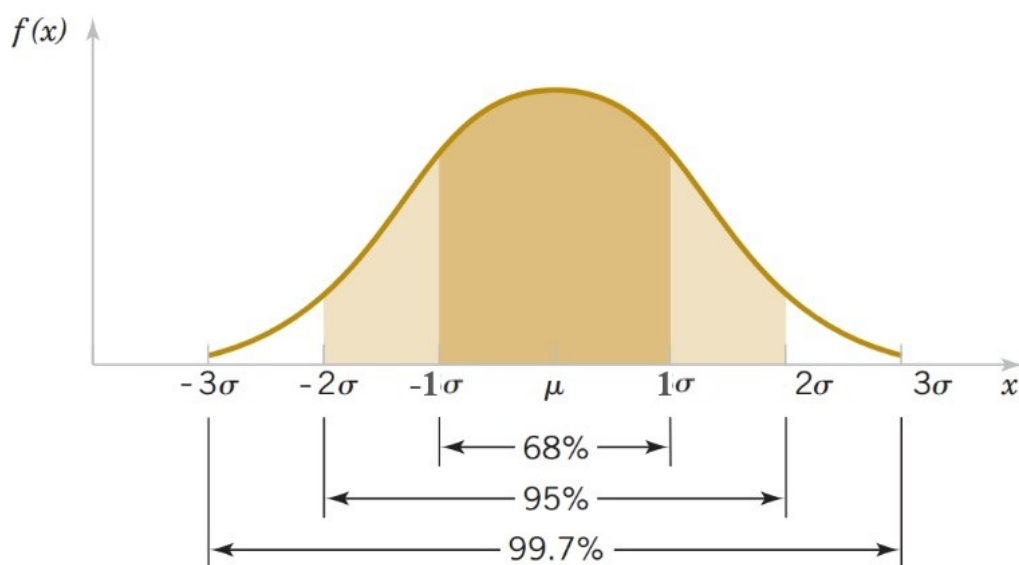
Os métodos utilizados por Termoluminescência (TL) e Ressonância Paramagnética eletrônica (RPE) devem ser testadas para comprovar os resultados das amostras, chamado teste z. O conceito teste de hipóteses é o nível de significância do resultado, z é um parâmetro estatístico relacionado ao nível de confiança.

A equação é relativo quanto as análises TL e RPE tem concordância, dada a equação:

$$Z = \frac{(a_1 - a_2)}{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}} \quad (28)$$

onde a_1 é o resultado da idade por técnica TL, a_2 por técnica RPE, σ_1^2 desvio padrão por TL, σ_2^2 por RPE. H_0 não foi considerado nessa equação.

Figura 32 – Nível de significância



Fonte: Adaptado Reis et al. (1999)

Na tabela 10, é mostrado o nível de significância 1σ para cada amostra analisada por cada método, todos os resultados não passaram de 3σ , as amostras do tubo IC1, IC2 e IC4 obteve um nível de significância 1σ , porém para as amostra IC0 e IC3 foi 2σ , mantendo com uma análise de confiabilidade.

Tabela 10 – valores de D_{ac} para TL por método aditivo, D_{ac} para RPE por método regenerativo e suas respectivas idades dos sedimentos.

Amostras	Idade (ka) TL _c aditivo	Idade (ka) RPE regenerativo	Nível de compatibilidade σ
IC0	35 ± 5	24 ± 3	2σ
IC1-A	32 ± 3		
IC1-B	37 ± 4	38 ± 12	1σ
IC2-A	29 ± 7		
IC2-B	38 ± 12	46 ± 7	1σ
IC3-A	54 ± 6		
IC3-B	36 ± 6	61 ± 13	2σ
IC4-A	32 ± 2		
IC4-B	48 ± 8	57 ± 15	1σ

Fonte: Autor

5 CONCLUSÃO

Há alguns terraços arenosos na costa sudeste brasileira, a maioria na beira do mar. É o caso da Barreira de Paranaguá no Paraná e o terraço de areia perto da cidade de São Vicente no estado de São Paulo. O terraço de areia de Icapara faz exceção e se encontra a cerca de 10 Km ao norte da cidade de Iguape. Segundo alguns estudos há cerca de 100 mil a 120 mil anos passados, o nível relativo do mar chegou a 8 ± 2 metros do nível do mar atual.

Nesta ocasião o mar pode ter carregado uma quantidade enorme de areia e depositado essa areia em Icapara. A questão é porque aparentemente, não há nenhum fato que tenha favorecido a escolha de Icapara para depositar e formar o terraço de areias.

A idade obtida de aproximadamente para RPE e TL é consistente com o período do Pleistoceno e o período em que se acreditava ter ocorrido flutuações no nível do mar no passado. No estado de São Paulo, o terraço pode ser considerado parte da Barreira II devido à sua idade.

Na técnica de RPE é possível correlacionar o número de centros de E_1 do quartzo e a idade do sedimento encontrada. O centro de E_1 para ser estabilizado foi utilizado tratamento térmico.

REFERÊNCIAS

- AGEL, A. *Paramagnetische Defektzentren in polykristallinem Quarz granitischer und metamorpher Herkunft*. [S.l.: s.n.], 1992.
- AITKEN, M.; THOMPSON, J.; FLEMING, S. Pre-dose effects in tl and in luminescence during irradiation. In: *Proc. 2nd Int. Conf. Lumin. Dosim.* [S.l.: s.n.], 1968. p. 364–370.
- AITKEN, M.; XIE, J. Moisture correction for annual gamma dose. *Ancient TL*, v. 8, n. 2, p. 6–9, 1990.
- ALBERS, A. et al. Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios x. *Cerâmica*, SciELO Brasil, v. 48, n. 305, p. 34–37, 2002.
- AMARAL, G. et al. Potassium-argon ages of alkaline rocks from southern brazil. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, Elsevier, v. 31, n. 2, p. 117–142, 1967.
- ANDEL, T. H. V.; LABOREL, J. Recent high relative sea level stand near recife, brazil. *Science*, American Association for the Advancement of Science, v. 145, n. 3632, p. 580–581, 1964.
- AZEVEDO, R. Libonati de. *Datação por termoluminescência de cerâmicas do sítio arqueológico Aldeia do Carlos (PI)*. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal de Pernambuco, 2011.
- BAFFA, O. O método de datação arqueológica por ressonância paramagnética eletrônica. *Rev. do Museu de Arqueologia e Etnologia, São Paulo*, v. 2, p. 151–160, 1997.
- BEERTEN, K. et al. Dose recovery tests using ti-related esr signals in quartz: First results. *Quaternary Geochronology*, Elsevier, v. 3, n. 1-2, p. 143–149, 2008.
- BIGARELLA, J.; MOUSINHO, M. Contribuição ao estudo da formação pariquera-açu (estado de são paulo). *Boletim Paranaense de Geogra a*, v. 16, n. 17, p. 17–41, 1965.
- BLEICHER, L.; SASAKI, J. M. Introdução à difração de raios-xem cristais. *Universidade Federal do Ceará*, p. 1–20, 2000.
- BRANNER, J. C. *The Stone Reefs of Brazil, Their Geological and Geographical Relations, with a Chapter on the Coral Reefs... With Ninety-nine Plates*. [S.l.: s.n.], 1904.
- CALLISTER, W. *Ciência E Engenharia de Materiais: Uma Introdução* . [S.l.]: Grupo Gen-LTC, 2000.
- CANO, N. F. et al. Tl dating of sediments from ilha do mel, brazil. *Quaternary international*, Elsevier, v. 306, p. 137–145, 2013.
- CHAWLA, S.; DHIR, R.; SINGHVI, A. Thermoluminescence chronology of sand profiles in the thar desert and their implications. *Quaternary Science Reviews*, Elsevier, v. 11, n. 1-2, p. 25–32, 1992.

- CHEN, R.; BOWMAN, S. Superlinear growth of thermoluminescence due to competition during irradiation in seminaire de recherches consacrées à la datation par thermoluminescence. oxford, 1978. *Pact. Revue du Groupe Européen d Etudes pour les Techniques Physiques, Chimiques et Mathématiques Appliquées à l Archéologie Rixensart*, n. 2, p. 216–230, 1978.
- CHEN, R.; YANG, X.; MCKEEVER, S. The strongly superlinear dose dependence of thermoluminescence in synthetic quartz. *Journal of Physics D: Applied Physics*, IOP Publishing, v. 21, n. 9, p. 1452, 1988.
- CLARKE, F. W. *Analyses of rocks from the laboratory of the United States Geological Survey, 1880 to 1903*. [S.l.]: US Government Printing Office, 1904.
- COELHO, M. R. et al. Relação solo-relevo-substrato geológico nas restingas da planície costeira do estado de são paulo. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, v. 34, n. 3, p. 833–846, 2010.
- DULLER, G. Behavioural studies of stimulated luminescence from feldspars. *Radiation Measurements*, Elsevier, v. 27, n. 5-6, p. 663–694, 1997.
- DURCAN, J. A.; KING, G. E.; DULLER, G. A. Drac: Dose rate and age calculator for trapped charge dating. *Quaternary Geochronology*, Elsevier, v. 28, p. 54–61, 2015.
- EISBERG, R.; RESNICK, R.; BROWN, J. Quantum physics of atoms, molecules, solids, nuclei, and particles. *Phys Today*, v. 39, n. 3, p. 110–111, 1974.
- FARIAS, T. M. d. B. *Estudo das propriedades termoluminescentes e de absorção óptica de oito variedades de quartzo*. Tese (Doutorado) — Universidade de São Paulo, 2008.
- FÚLFARO, V.; SUGUIO, K.; PONÇANO, W. gênese das planícies costeiras paulistas. In: *Congresso Brasileiro de Geologia*. [S.l.: s.n.], 1974. v. 28, p. 37–42.
- GEOBRÁS, S.; FUNDACÕES, S. Complexo valo grande, mar pequeno, rio ribeira de iguape. *Relatório GEOBRÁS S/A. São Paulo: Engenharia e Fundações para o Serviço do Vale do Ribeira do Departamento de Águas e Energia Elétrica*, v. 2, 1966.
- GOZZI, G.; TATUMI, S. H. Novo método de datação por termoluminescência. *Boletim Técnico da Faculdade de Tecnologia de São Paulo, São Paulo*, v. 8, p. 24–28, 2000.
- GUZZO, P. L. Quartzo. In: . [S.l.]: CETEM/MCTI, 2008.
- HARTT, C. F.; AGASSIZ, L. *Geology and physical geography of Brazil*. [S.l.]: Fields, Osgood, 1870.
- IBRAHIM, I. et al. A study on the interaction of feldspar and quartz with mixed anionic/cationic collector. *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences*, v. 7, n. 2, 2011.
- IKEYA, M. *New applications of electron spin resonance: dating, dosimetry and microscopy*. [S.l.]: World Scientific, 1993.
- JANI, M.; BOSSOLI, R.; HALLIBURTON, L. Further characterization of the e 1 center in crystalline si o 2. *Physical Review B, APS*, v. 27, n. 4, p. 2285, 1983.

JR, D. R. do N. et al. Mudanças morfológicas da extremidade ne da ilha comprida (sp) nos últimos dois séculos. *Geologia USP. Série Científica*, v. 8, n. 1, p. 25–39, 2008.

JÚNIOR, A. B. d. C. Preparação e caracterização de quartzo particulado e discos quartzo-te on para dosimetria termoluminescente das radiações ionizantes. Universidade Federal de Pernambuco, 2010.

KOHL, C.; NISHIIZUMI, K. Chemical isolation of quartz for measurement of in-situ-produced cosmogenic nuclides. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, Elsevier, v. 56, n. 9, p. 3583–3587, 1992.

KRBETSCHEK, M. et al. Spectral information from minerals relevant for luminescence dating. *Radiation Measurements*, Elsevier, v. 27, n. 5-6, p. 695–748, 1997.

KRISTIANPOLLER, N.; CHEN, R.; ISRAELI, M. Dose dependence of thermoluminescence peaks. *Journal of Physics D: Applied Physics*, IOP Publishing, v. 7, n. 7, p. 1063, 1974.

MARTIN, L.; SUGUIO, K. The state of são paulo coastal marine quaternary geology: The ancient strandlines. *Anais da academia Brasileira de Ciências*, n. 47, p. 249–263, 1975.

MARTIN, L.; SUGUIO, K.; FLEXOR, J.-M. Hauts niveaux marins pleistocenes du littoral bresilien. *Palaeogeography, palaeoclimatology, palaeoecology*, Elsevier, v. 68, n. 2-4, p. 231–239, 1988.

MCKEEVER, S. Mechanisms of thermoluminescence production: some problems and a few answers? *International Journal of Radiation Applications and Instrumentation. Part D. Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, Elsevier, v. 18, n. 1-2, p. 5–12, 1991.

MCKEEVER, S.; CHEN, R. Luminescence models. *Radiation Measurements*, Elsevier, v. 27, n. 5-6, p. 625–661, 1997.

MCKEEVER, S. W. *Thermoluminescence of solids*. [S.l.]: Cambridge University Press, 1988. v. 3.

MORRIS, M.; MCKEEVER, S. Further developments of a model for describing the optical bleaching of thermoluminescence from quartz as applied to sediment dating. *Radiation Protection Dosimetry*, Oxford University Press, v. 47, n. 1-4, p. 637–641, 1993.

PETRI, S.; FÚLFARO, V. Nota sobre a geologia e terraços marinhos da ilha do cardoso. *Notícias Geomorfol*, v. 10, p. 21–31, 1970.

PRESCOTT, J.; STEPHAN, L. The contribution of cosmic radiation to the environmental dose for thermoluminescence dating. latitude, altitude and depth dependences. In: *Pact*. [S.l.: s.n.], 1982. v. 6, p. 17–25.

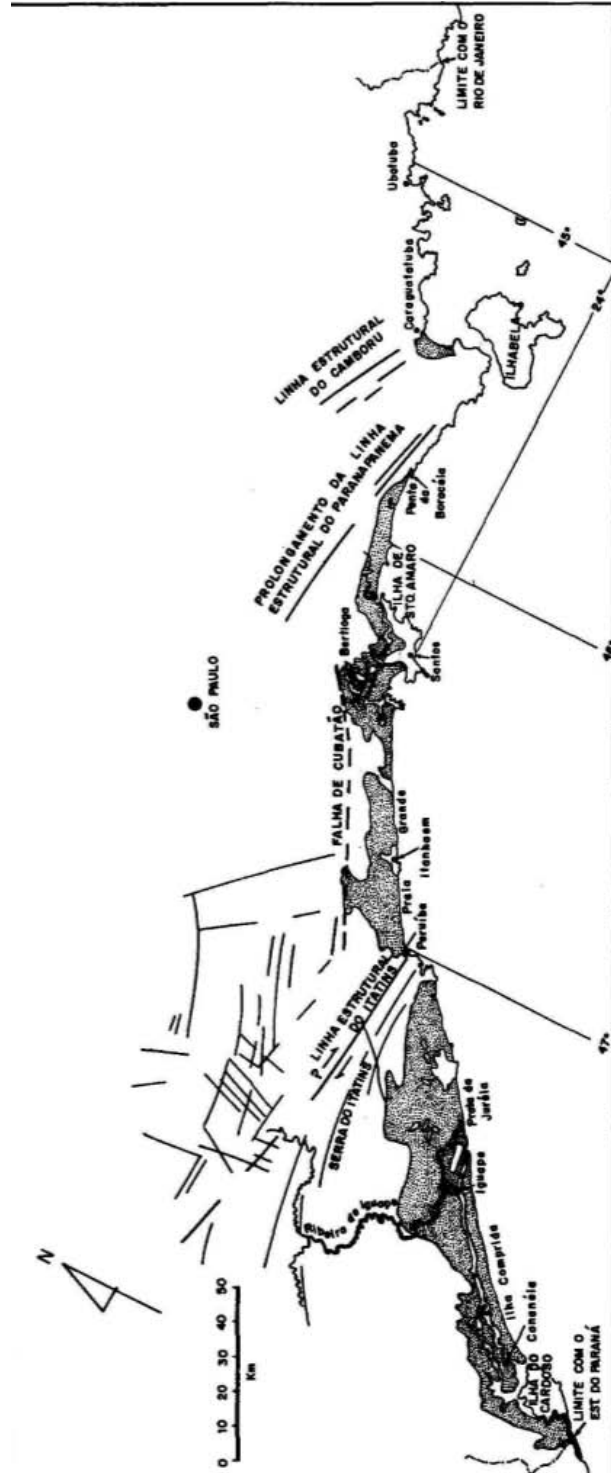
PRESCOTT, J. R.; FOX, P. Three-dimensional thermoluminescence spectra of feldspars. *Journal of Physics D: Applied Physics*, IOP Publishing, v. 26, n. 12, p. 2245, 1993.

RANDALL, J. T.; WILKINS, M. H. F. Phosphorescence and electron traps-i. the study of trap distributions. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, The Royal Society London, v. 184, n. 999, p. 365–389, 1945.

- REIS, E. et al. Estatística aplicada. Lisboa: Edições Sílabo, 1999.
- RUDRA, J. K.; FOWLER, W. B.; FEIGL, F. J. Model for the e 2 center in alpha quartz. *Physical review letters*, APS, v. 55, n. 23, p. 2614, 1985.
- SOUZA-JÚNIOR, V. S. d. et al. Evolução quaternária, distribuição de partículas nos solos e ambientes de sedimentação em manguezais do estado de são paulo. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, SciELO Brasil, v. 31, n. 4, p. 753–769, 2007.
- SUGUIO, K. et al. Fluctuações do nível relativo de mer durante or quarternário superior, ao longo do litoral brasileiro e suas implacações sedimentação costiera. *Revista Brasileira de Geociências*, v. 15, p. 273–286, 1985.
- SUGUIO, K.; MARTIN, L. Formações quaternarias marinhas do litoral paulista e sul uminense= quaternary marine formations of the state of sao paulo and southern rio de janeiro. 1978.
- SUGUIO, K. et al. Perfilagens geofísicas e sedimentação na área submersa entre cananéia e barra de cananéia (sp). 1987.
- SUGUIO, K.; TESSLER, M. G. Depósitos quaternários da planície costeira de cananéia-iguape (sp). *Publicação Especial do Instituto Oceanográ co USP*, n. 9, p. 1–33, 1992.
- SUNTA, C.; YOSHIMURA, E. M.; OKUNO, E. Supralinearity and sensitization factors in thermoluminescence. *Radiation measurements*, Elsevier, v. 23, n. 4, p. 655–666, 1994.
- TOYODA, S. The e1 center in natural quartz: Its formation and applications to dating and provenance researches. *Geochronometria*, Versita, v. 38, n. 3, p. 242–248, 2011.
- TOYODA, S.; HATTORI, W. Formation and decay of the e1 center and of its precursor. *Applied Radiation and Isotopes*, Elsevier, v. 52, n. 5, p. 1351–1356, 2000.
- TOYODA, S.; IKEYA, M. Thermal stabilities of paramagnetic defect and impurity centers in quartz: Basis for esr dating of thermal history. *Geochemical Journal*, GEOCHEMICAL SOCIETY OF JAPAN, v. 25, n. 6, p. 437–445, 1991.
- TOYODA, S.; SCHWARCZ, H. Counterfeit e1 signal in quartz. *Radiation measurements*, Elsevier, v. 27, n. 1, p. 59–66, 1997.
- VILLWOCK, J. A. et al. Geology of the rio grande do sul coastal province. In: *International symposium on sea-level changes and quaternary shorelines*. [S.l.: s.n.], 1986. p. 79–97.
- VOINCHET, P. et al. Evaluation of esr residual dose in quartz modern samples, an investigation on environmental dependence. *Quaternary Geochronology*, Elsevier, v. 30, p. 506–512, 2015.
- WATANABE, S. et al. Tl dating of sands from ilha de cananeia. *Radiation measurements*, Elsevier, v. 27, n. 2, p. 373–376, 1997.
- WATANABE, S. et al. 325° c thermoluminescence peak growth in quartz related to oxygen vacancies. *Radiation effects and defects in solids*, Taylor & Francis, v. 145, n. 1-2, p. 123–132, 1998.

- WATANABE, S. et al. 325° c thermoluminescence peak growth in quartz related to oxygen vacancies. *Radiation effects and defects in solids*, Taylor & Francis, v. 145, n. 1-2, p. 123–132, 1998.
- WEEKS, R. Paramagnetic resonance of lattice defects in irradiated quartz. *Journal of Applied Physics*, AIP, v. 27, n. 11, p. 1376–1381, 1956.
- WEEKS, R.; NELSON, C. Trapped electrons in irradiated quartz and silica: li, electron spin resonance. *Journal of the American Ceramic Society*, Wiley Online Library, v. 43, n. 8, p. 399–404, 1960.
- ZIMMERMAN, D. W. Thermoluminescent dating using fine grains from pottery. *Archaeometry*, Wiley Online Library, v. 13, n. 1, p. 29–52, 1971.

6 ANEXO 1 - SUBDIVISÃO COSTEIRA DO LITORAL PAULISTA.



Fonte: Adaptado FÚLFARO, Suguio e Ponçano (1974)

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Diretoria de Pesquisa, Desenvolvimento e Ensino
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP: 05508-000
Fone/Fax(0XX11) 3133-8908
SÃO PAULO – São Paulo – Brasil
<http://www.ipen.br>

O IPEN é uma Autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento, associada à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações.
