ESTUDOS DE CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA E MICROESTRUTURAL DE CERÂMICAS PRÉ-HISTÓRICAS DE ESTAÇÕES DA ÁREA TELÕES — CHAVES

Clara Gonçalves* Maria Fátima Melo*

1 — INTRODUÇÃO

A tecnologia cerâmica pré-histórica apresenta normalmente uma apreciável diversidade tecnológica, a qual nem sempre é possível comprovar através dos métodos analíticos mais vulgarmente utilizados na caracterização de cerâmicas.

Iniciaram-se os estudos deste tipo de cerâmicas, sob o ponto de vista de caracterização das espécies mineralógicas presentes e estimativa da gama de cozedura, no D.T.I.Q. do LNETI em colaboração com o I.I.C.T.(1).

Com o presente trabalho pretende-se realizar um estudo mais amplo de caracterização mineralógica das pastas utilizadas bem como do processo de cozedura efectuado, procedendo-se também ao estabelecimento de possíveis correlações entre fragmentos cerâmicos provenientes das estações arqueológicas da área de Telões — Chaves. As amostras cerâmicas sujeitas ao estudo mineralógico e microestrutural que se segue, foram recolhidas durante as escavações realizadas nos povoados de Mairos, Pastoria, S. Lourenço e Castelo de Aguiar, por Susana Oliveira Jorge, da Faculdade de Letras do Porto, de cuja responsabilidade são os parâmetros cronológicos indicados neste trabalho.

Com aquele objectivo estudaram-se sob o ponto de vista macro e microestrutural, bem como utilizando as técnicas analíticas tradicionais (D.R.X., F.R.X., A.T.D., T.G. e D.T.G.), 18 amostras provenientes das quatro estações arqueológicas e efectuou-se uma tentativa de formar grupos entre os quais fossem previsíveis ilações independentemente da cronologia geral conhecida e proveniência

Através do aspecto de corte ou das secções frescas das fracturas obtidas neste conjunto de fragmentos cerâmicos poder-se-á induzir alguns dados sobre processo de fabrico, temperatura de cozedura, atmosfera redutora ou oxidante.

Estes dados foram em algumas amostras posteriormente controntados com os resultados obtidos pelos ensaios analíticos e microestruturais.

2 — MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 — Preparação das amostras

As amostras, constituindo um conjunto de 18 fragmentos cerâmicos distribuídos pelas 4 estações arqueológicas citadas (Mairos, S. Lourenço, Castelo de Aguiar e Pastoria) foram cuidadosamente limpas e delas se destacaram troços cerâmicos representativos das mesmas (atendendo ao aspecto macroestrutural) para serem objecto de observação detalhada por microscopia óptica de luz reflectida.

^(*) Laboratório de Engenharia e Tecnologia Industrial — Departamento de Tecnologia de Indústrias Químicas (1 isboa).

De vários pontos de cada amostra raspou-se material suficiente para as análises de difracção de raios X e termoanalíticas, tendo o cuidado de o retirar das zonas escuras e claras duma forma sistemática.

Procedeu-se posteriormente à moagem fina (d \leq 35 μ m) para boa resolução de riscas e sensibilidade nos registos termo-analíticos.

No Quadro I estabelece-se um panorama geral dos métodos analíticos utilizados para o conjunto de fragmentos cerâmicos, incluindo alguns mais recentes, do Bronze Final/Proto-História e Romanização, que apenas serviram como termo de comparação, não se considerando esses resultados neste trabalho.

QUADRO I

	Métodos utilizados	Obs Ó	ervação Optica		Raio		Métodos Térmico-Anal.		
		Obs.	Observação	M	létodo Debye Scherr	ег			
Amostras		Lupa	Mic.Op.Ref.	F. tal qual	F. 550°C 1/2h	F. 950°C 3h	Fluorescência	ATD	DGT/TG
	1	х	х	х			х	х	х
	2	Х	х	х					
	3	Х	х	х					
	4	х	х	х			х	x	x
	5	X	х	х					
	6	х	х	х					
	7	X,	х	`x			х	х	х
	8	х	х	х					1
	9	х	х	х					
	10	х	х	x			x	. x	х
	1A	х	х	х	х	х	х	x	х
:	2A	x	х	х					
	3A	х	х	x					
	4A	х	х	х			. x	x	х
	5A	х	x	х	х	х			
	6A	х	х	х					
	7A	х	х	х			· x	х	х
	8A	х	х	х					
	9A	х	x	х			х		
1	0A	х	х	х					
1	1A	х	х	х					
1	2A	х	х	х					
1	3A	х	x	x	x	x		x	x
1	4A	x	x	x					1

2.2 — Descrição sumária sob o ponto de vista macroscópico dos materiais estudados

No Quadro II agrupam-se os materiais estudados, tomando em atenção o seu número de referência, estação arqueológica, cronologia geral e as características macroestruturais observadas à vista desarmada e à lupa, tendo em atenção o aspecto distinto das superfícies de fractura frescas desde a camada externa até ao interior do fragmento. O teor relativo de feldspatos calcosódicos e sódicos também foi objecto de observação à lupa mas dispondo de superfícies polidas.

2.3 — Observação microestrutural

Sobre as mesmas amostras realizaram-se análises microestruturais utilizando um microscópio óptico de luz reflectida com possibilidade de registo fotográfico.

Para esse efeito as porções representativas das amostras previamente seleccionadas foram impregnadas em vácuo com resina fluída adequada para este tipo de materiais mal compactados e que garantisse uma boa aglomeração entre os grãos para evitar assim o seu arranque nas operações de polimento.

Posteriormente procedeu-se ao polimento das amostras, recorrendo-se a um polimento final por forma a que se evidenciassem os cristais de reduzidas dimensões. As amostras não foram submetidas a nenhum tipo de ataque químico por se tornar desnecessário para as observações em causa.

2.4 — Difracção de Raios X

Para a identificação minerológica das 18 amostras em estudo utilizou-se o método de radiogramas de pó (câmara de Debye-Scherrer) obtidos com radiação $K\alpha$ do cobre.

Executaram-se os radiogramas sobre a fibra de material cerâmico tal e qual e após calcinação do ar a 500°C (1/2 h) e 950°C (3 h).

2.5 — Ensaios termo-analíticos

Nos tipos de amostras dominantes de cada estação arqueológica realizaram-se ensaios de Análise Térmica Diferencial, Termo-Gravimétrica e Termo-Gravimétrica Diferencial, utilizando, como material de referência, alumina calcinada com uma velocidade de aquecimento de 6°C/min.

2.6 — Espectrometria de fluorescência de Raios X

Registaram-se ainda os espectros de emissão de fluorescência X dos diferentes elementos químicos presentes nas amostras. Para cada amostra obtiveram-se dois tipos de espectros complemen-

QUADRO II (PST 84)

Amostras				
Aspectos Microestruturais Observados	3	4*	5*	6
Período a.C.	Finais do III milénio a.C.	Finais do III milénio a.C. Inícios do II milénio a.C.	Finais do III milénio a.C. Inícios do II milénio a.C.	Finais do III milénio a.C. Inícios do II milénio a.C.
Aspecto externo e cor	Avermelhada.	Cinzento claro.	Castanho avermelhado.	Cinzento acastanhado.
Porosidade	Homogeneamente distribuída de tama- nho médio revelando arranque de poli- mento na fase mais grosseira.	Amostra menos porosa com menor arranque de poli- mento.	Elevada.	Elevada, manifestan- do-se o arranque no polimento das fases mais grosseiras.
Minerais observados	Quartzo. Mica branca em grande quantidade, mica preta, feldspato.	Idênticas às amostras anteriores.	Idêntica à amostra 3.	Idêntica à amostra 3.
Granulometria	Cristais de 3 tipos: — cristais de grandes dimensões em pequeno número. — elevado número de cristais de dimensões médias e reduzidas.	Idêntica distribuição da amostra 3.	Idêntica distribuição da amostra 3.	Cristais de 2 tipos: Tamanho médio homogeneamente dis- tribuídos e de reduzi- das dimensões.
Grau de cozedura aparente	Pouca compacidade. Pouco cozido.	Pasta com mais elevada compacidade, mais cozido.	Aspecto pouco com- pacto e arenoso evi- denciando menor grau de cozedura.	Compacidade idêntica à da amostra 3. Amostra pouco cozida.

^{*} Cerâmicas de decoração campaniforme.

QUADRO II (PST 83)

Amostras						
Aspectos Macroestruturais Observados	IA	2A	3A	4A	5A	6 A
Período a.C.	Finais III milénio a.C. Inicios II milénio a.C.	Finais III milénio a.C. Inícios II milénio a.C.		Finais III milénio a.C. Inícios II milénio a.C.	Finais III milénio a.C. Inícios II milénio a.C.	Finais III milénio a.C Inicios II milénio a.C
Aspecto externo	Troço lateral da parede de um vaso (c/ cordão repu-xado); Pasta de cor castanha clara com alternância de zonas de cor acinzentada até amarela. Superfície rugosa.	Troço de parede lateral de um vaso c/cordão; Pasta de cor castanha clara amarelada com zonas de cor avermelhada. Superfície rugosa c/alteração de cor.	Castanho rosado.	Troço junto a uma saliência (possível asa) de cor avermelhada c/grandes áreas cinzentas escuro (núcleo negro). Superficie possivelmente alisada de cor acastanhada.	Castanha escura acin- zentada. Superficie possivelmente alisada.	Cinzenta escura. Pasta mais fina. Superficie possivelmente polida de cor idêntica à pasta.
Porosidade	Baixa homo- génea distri- buída com poros de pequenas dimensões.	Idêntica à da amostra ante- rior	Baixa c/ poros de pequenas dimensões sem arranque de polimento.	Aspecto de pedra pomes (poros de pequenas dimensões).	Elevada, poros de grandes dimensões.	Idêntica à das amostras anteriores
Minerais observados	Quartzo, Feldspato e Micas	Idêntica á amostra 1A.	Idênticas às amostras anteriores.	Idênticas às da amostra 3A.	Idênticas aos da amostra 3A. Cristal de cor vermelha (Fe ₂ O ₃ ?)	Idênticos aos das amostras anteriores.
Granulometria	Cristais de 3 tipos: — Grandes dimensões; — Médios; — Pequenos	Ausência e cristais de tamanho médio. Cristais de grandes dimensões (quartzo) e de dimensões reduzidas.	Presença de cristais de maior dimen- são (quartzo e mica).	Idêntica à da amostra ante- rior c/inclusões de cristais de grandes dimensões em zonas poro- sas.	Cristais de tamanho médio homo- geneamente distribuídos.	Cristais de tamanho médio homo- geneamente distribuídos de reduzidas dimensões.
Grau de cozedura aparente	Grau de compacidade muito baixo. Fractura esfarulenta. Amostra pouco cozida.	Material ligeiramente mais plástico de cor ligeiramente mais escura. Material cozido.	Grau baixo de transformação com os minerais bem cristalizados e micas dobradas o que denota as tensões a que foi submetida a pasta.	Um certo grau de plasticidade e compacidade e homogeneidade na fractura, exceptuando em zonas de inclusões de grandes massas de matéria orgânica que sofrem expansão originando aspecto de pedra pomes.	Fractura frágil. Pasta possuindo maior plasticidade e compacidade. Sofreu arranque de polimento. Dificuldade nas observações de M.O.	Fractura esfarulenta, pequena compacidade menos plástica. Material muito pouco cozido. Dificil de polimento por ter sofrido arranque. Ausência de observações em M.O.

tares, um deles destinado aos elementos pesados utilizando como cristal analizador fluoreto de lítio e outro para elementos de n.º atómico mais baixo, utilizando EDDT como cristal analizador. Nesta identificação por espectrometria de FRX foi utilizada uma ampola de anticátodo de cró-

Nesta identificação por espectrometria de FRX foi utilizada uma ampola de anticátodo de crómio, pelo que é comum a presença de riscas de crómio quer nos espectros de n.º atómico mais alto quer nos de n.º atómico mais baixo nas posições $69.29(2\theta)$ e $30.14(2\theta)$.

mais argiloso e mais

plástico.

Amostras Observações efectuadas 10 Est. Arqueológica IIIº milénio a.C. IIIº milénio a.C. IIIº milénio a.C. IIIº milénio a.C. Aspecto externo e Troço de bordo; pasta Pasta de cor negra. Fragmento cerâmico Troço de bordo de cor de cor negra. Superfidecorado com estriação castanho escuro revecie polida e alisada de representativo de uma lando na fractura uma cor amarelenta. parede lateral côncava camada mais escura do que no interior da e parte do bordo. pasta. Superfície possi-Cores variadas com predominância de velmente polida, castapasta de cor escura no nho acinzentado. interior. Zona de fractura de tom amarelento e acinzentado. Superficie possivelmente alisada de cor cinzenta amarelada descontinua Porosidade Poros muito pequenos Idêntica à amostra 7. Elevada: distribuída Idêntica à amostra 9. embora existam alguns heterogeneamente com de grandes dimensões poros de grandes dimensões. dispersos. Minerais Idênticos às amostras Idênticos às amostras Idênticas às amostras Idênticas às amostras observados anteriores. anteriores. anteriores com major anteriores com menor quantidade de fase número de minerais branca (quartzo + micáceos (mica preta). + feldspato) Granulometria Presença de cristais de Granulometria supe-Cristais de 2 tipos: Idêntica distribuição à grandes dimensões Preferencialmente crisda amostra 9 mas com Ocorrência de cristais existentes em pequeno tais de tamanho médio menor ocorrência de número. Elevado de grande tamanho e e de dimensões reduzicristais de tamanho número de cristais de cristais de reduzidas das, distribuídas homomédio. dimensão reduzida. dimensões em elevado geneamente. número. Grau de cozedura Fractura frágil. Pouca Fractura frágil. Com-Aspecto mais com-Material que revela aparente compactação. pacto que a amostra pacidade baixa. Matefractura muito frágil anterior. Mediamente rial pouco cozido. embora com major cozida. grau de transformação. Pouco cozido embora

QUADRO II (MRS 83; SLRN 84)

3 — RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 — Descrição das amostras

No Quadro II encontram-se referenciados os aspectos macroestruturais mais relevantes das amostras em estudo (observação em lupa ampl. 6x e à vista desarmada).

Poder-se-á agrupar o conjunto de amostras em alguns tipos com características semelhantes. Assim, relativamente às estações arqueológicas de Mairos e S. Lourenço (amostras 7,8,9 e 10) poder-se-á destacar dos exames macroestruturais realizados que se trata de uma cerâmica de pasta de cor escura quase negra com granulometria muito semelhante (cristais de dimensão média e finos) com grau de cozedura aparentemente baixo revelando fractura frágil. De realçar a amostra 8 proveniente de Mairos, que apresenta um maior grau de compactação.

No que diz respeito à porosidade não existe analogia entre os fragmentos provenientes das duas estações, possuindo a cerâmica de Mairos (amostras 7 e 8) porosidade de pequena dimensão, e homogeneamente distribuída, enquanto que a de S. Lourenço (amostras 9 e 10) manifesta um grau de porosidade mais elevado.

Reportando-nos agora a Castelo de Aguiar, os fragmentos cerâmicos 1,2,7A e 8A também se caracterizam por terem uma pasta predominantemente de cor escura (cinzenta ou negra):

— relevando porosidade elevada com cristais de tamanho médio e de reduzidas dimensões homogeneamente distribuídos (1,2, 7A).

QUADRO II — Est. AGR 84

Amostras					
Observações efectuadas		2	7 A	8A (a)	
Cronologia a.C.	Finais do III milénio Início do II milénio a.C.	Finais do III milénio Início do II milénio a.C.	Finais do III milénio Início do II milénio a.C.	Inicio do II milénio a.C.	
Aspecto externo e cor			Troço lateral de um vaso com decoração. Pasta de cor vermelha revelando na fractura uma camada cinzenta escura próxima da periferia do vaso. Superfície possivelmente alisada.	Troço de parede lateral e bordo de um vaso cerâmico decorado. Pasta negra cinzenta escura onde são visíveis poucos cristais de enorme dimensão e superficie muito rugosa não polida, cinzenta clara.	
Porosidade	Elevada, homogenea- mente distribuida com poros de pequenas dimensões.	Baixa, homogenea- mente distribuída com poros de grandes dimensões.	Mais elevada que as amostras 1 e 2 da mesma estação.	Elevada, embora menos que a amostra anterior.	
Minerais Observados	Quartzo, mica (branca e negra), feldspato.	Idênticas à amostra 1.	Idênticas às amostras anteriores.	Idênticas às anteriores. Na superficie de frac- tura detectam-se cris- tais de feldspato e mica de grandes dimensões.	
Granulometria	Cristais de 2 tipos (ausência de cristais de tamanho médio), cris- tais de grandes dimen- sões (quartzo) e de dimensões reduzidas.	Cristais de 2 tipos, descritos em 1.	Cristais de 2 tipos: cristais de grandes dimensões localizados (quartzo feldspato e mica). Cristais de menor dimensão homogeneamente dis- tribuídos.	Cristais predominante- mente de dimensão média com inclusões de cristais de dimensão superior (quartzo e feldspato).	
Grau de cozedura aparente	Pouca compacidade revelando arranque de polimento. Mediamente cozido.	Maior compacidade que a amostra 1. Grau de cozedura superior.	Compacidade muito baixa, amostra menos cozida do que as amostras 1 e 2 da mesma estação.	Amostra muito pouco cozida com grau de aglomeração dos cristais. (a) — Cst. AGR 83.	

De uma forma geral, trata-se de cerâmicas com grau de compacidade baixo, pouco cozidas (1, 7A, 8A) salientando-se a amostra 2 com um grau de cozedura aparentemente superior por evidenciar um maior grau de coesão entre as partículas.

Dentro da cerâmica pertencente à estação arqueológica de Pastoria (4,5,6,1A,2A,3A,4A,5A e 6A) não é possível definir um carácter dominante de cor, variando entre a pasta de cor vermelha tijolo e de tons claros (cinza e castanho) e a pasta de cor escura.

Relativamente às características de granulometria e porosidade poder-se-á agrupá-los em dois sub-grupos:

— cerâmicas de porosidade baica possuindo alguns cristais de grandes dimensões e de tamanho médio e reduzido em grande número (3,4,1A,2A e 3A).

— cerâmicas com porosidade elevada possuindo uma granulometria de dois tipos com cristais de tamanho médio e reduzido uniformemente distribuídos (5A e 6A, grupo minoritário).

Finalmente, referindo-nos ao grau de cozedura aparente, este grupo não se distingue das amostras anteriores, demonstrando um grau de cozedura baixo e pequena compacidade, destacando-se as de carácter mais plástico e mais cozidas (4,1A,4A e 5A).

Para as amostras 1,2,3,4,5,6,7,8 e 3A não foi possível efectuar observações sobre a superfície, tipo de fractura e plasticidade, uma vez que se dispunha de material manifestamente insuficiente e que ele já se encontrava embutido em resina.

3.2 — Observação microestrutural

De acordo com as observações efectuadas poder-se-á detectar analogias microestruturais de fragmentos cerâmicos provenientes das estações em estudo.

Assim, de uma forma geral as amostras revelam a presença de constituintes minerológicos comuns nas cerâmicas arqueológicas, nomeadamente quartzo (cristais de dimensões variadas compreendidas entre 120μ m e 960μ m) apresentando fissuras e "pitting" e cristais micáceos que se encontram por vezes dobrados, com foliação evidente. Estes minerais micáceos são de dois tipos (moscovite e biotite) com uma enorme diversidade de dimensões desde 70μ m — 100μ m inseridos na matriz até 0.35 mm a 2.2 mm.

Evidenciam-se também cristais de reduzidas dimensões (30 a 80μ m) constituindo uma fase altamente reflectora, os quais foram identificados como feldspato potássico (microclina). Em muito maior quantidade destacam-se cristais que apresentam grandes dimensões, formando uma fase mais acinzentada, menos reflectora, que, com o auxílio da lupa, foram identificados como feldspatos calco-sódicos (albite/anortite) e potássicos (ortose) sendo esta última menos frequente.

De uma forma geral, o aspecto da matriz argilosa em quase todas as amostras observadas caracteriza-se por um grau de transformação pouco avançado, elevada porosidade, aparentando uma grande quantidade de matéria orgânica ocluída.

Estes mesmos aspectos microestruturais encontram-se referenciados nas Ests. I a VIII correspondentes às observações de microscopia óptica de luz reflectida. Utilizando as técnicas analíticas referidas no parágrafo 2 e tendo em linha de conta os parâmetros grau de transformação da matriz, porosidade, matéria orgânica, presença de feldspatos calcosódicos (plagioclases) e potássicos e elementos não plásticos (quartzo, mica), estabelecemos no Quadro III uma correlação entre as estações pertencentes ao mesmo milénio e até uma comparação entre estações pertencentes a milénios diferentes.

Neste quadro é de salientar os fragmentos (1,2,7A e 8A) pertencentes à estação do Castelo de Aguiar (III.º-II.º milénios a.C.) que se apresentam como um conjunto muito homogéneo revelando em todas as amostras uma matriz argilosa muito pouco transformada, com elevada porosidade e matéria orgânica, presença de feldspatos calcosódicos e potássios em pequena quantidade.

No referente a elementos não plásticos este grupo apresenta quartzo em grande quantidade e com cristais de média e grande dimensão, e pequeno número de cristais de mica de dimensão reduzida.

Reportando-nos agora aos fragmentos cerâmicos (7,8,9,10 e 3) do III.º milénio a.C. (estações de Mairos, S. Lourenço e Pastoria) destaca-se a amostra 7 com matriz argilosa de grau mais elevado de transformação e consequentemente menor quantidade de matéria orgânica e poros em posição inversa à amostra 3. Em teor relativo de feldspato as amostras com menor número de grãos de fedspato calcosódicos são as referenciadas com os n.ºs 3 e 7, possuindo elas mesmo muito maior quantidade de elementos não plásticos (quartzo e mica) do que as restantes 8,9 e 10. Estas últimas apresentam uma certa analogia microestrutural, isto é, matriz argilosa medianamente transformada, valor médio para a porosidade e matéria orgânica, bem como elementos não plásticos presentes em pequeno número.

Durante o período seguinte (III.º-II.º milénio a.C.), na estação de Pastoria, que inclui também cerâmica campaniforme (4,5,6,1A,2A,3A,4A,5A e 6A) destacam-se as amostras 4A e 3A com maior grau de transformação da matriz e as amostras 1A e 3A com menor porosidade e quantidade de matéria orgânica. As amostras 4A e 6 apresentam o maior teor relativo de fedspatos possuindo as amostras 6,3A e 1A a maior quantidade relativa de elementos não plásticos (quartzo e mica). Inseridos dentro desta estação os fragmentos cerâmicos campaniformes 4,5 e 5A revelam uma certa analogia microestrutural conjuntamente com a amostra 6A nos parâmetros de grau de transformação da matriz, porosidade e presença de matéria orgânica e elementos não plásticos, nos quais apresentam teores relativos médios. No respeitante à quantidade relativa de fedspatos as cerâmicas campaniformes formam um grupo homogéneo com as amostras 1A,3A,2A, apresentando um valor médio.

A comparação dos fragmentos campaniformes dentro da sua estação permitiu concluir que estas cerâmicas embora semelhantes não constituem um grupo à parte, situando-se nos valores relativos médios dos parâmetros microestruturais observados.

Dentro do período (III.º-II.º milénio a.C.) comparando toda a estação de Pastoria (4,5,6,1A,2A,3A,4A,5A e 6A) com os fragmentos cerâmicos provenientes de Castelo de Aguiar 1,2,7A e 8A, grupo de elevada homogeneidade, poder-se-á inferir que estes últimos conjuntamente com a amostra 2A constituem um grupo com matriz argilosa menos transformada e simultaneamente com maior quantidade relativa de matéria orgânica e poros semelhantes à amostra 6. Este grupo de Castelo de Aguiar apresenta conjuntamente com as amostras 6, 3A e 1A, a maior quantidade relativa de elementos não plásticos (quartzo e mica). No respeitante ao teor relativo de fedspatos calcosódicos e sódicos o maior valor é evidenciado pelas amostras 6 e 4A, constituindo os fragmentos 1,2,7A e 8A de Castelo de Aguiar e a amostra 6A, um grupo com menor quantidade de feldspatos. Neste milénio e dentro deste tipo de correlações as cerâmicas (4,5,5A) ditas campanifor-

mes destacam-se em relação às provenientes de Castelo de Aguiar por aparentarem um grau mais elevado de transformação da matriz argilosa, menor porosidade e quantidade de matéria orgânica (possível grau mais elevado de cozedura), teor relativo mais elevado de feldspatos e quantidade ligeiramente superior de elementos não plásticos.

Com o objectivo de avaliar da diversidade de tecnologia cerâmica entre duas épocas distintas procedeu-se a uma tentativa de correlacionar as amostras pertencentes a milénios diferentes dentro da análise microestrutural dos parâmetros anteriores.

i) III.º milénio — III.º-II.º milénio a.C. (fragmentos campaniformes)

Dentro deste tipo de comparação salienta-se a amostra 3 que revela matriz argilosa menos transformada e consequentemente elevada porosidade e matéria orgânica. Da observação atenta do Quadro III destacam-se também os fragmentos cerâmicos 4,5 e 5A que, conjuntamente com as amostras 8,9,10 do III.º milénio a.C., constituem um grupo muito semelhante relativamente ao estado de transformação da matriz e porosidade e quantidade de matéria orgânica.

A mesma analogia também se poderá inferir no que diz respeito ao teor relativo médio de feldspatos. Relativamente aos elementos não plásticos (quartzo e mica) o grupo 4,5,5A e 6A constitui um grupo à parte com teor relativo intermédio entre as amostras 3 e 8,9,10 do III.º milénio a.C.

QUADRO III

	Grau de Transf, da Matriz (Mic. Opt.; DRX)	Porosidade e Matéria Orgánica (Míc. Opt.: ATD)	Feldspatos calcosodicos (Fundentes, nas cerámicas actuais) (Lupa; DRX; FRX)	Elementos não plasticos Q. Quartzo, M. Mica (Mic. Opt., DRN)
III.º mil. a.C. S. Lourenço Mairos/Pastoria	7>>8,9,10,>3	3>>8,9,10,>7	10>9>8>7,3	Q - 3> >7> >8,9,10 M - 3< <7>> 8,9,10
III.º-II.º mils. a.C. Castelo Aguiar	2>1,7A,8A Pequeno grau de transformação	1,2,7A,8A Quantidade elevada de matéria orgânica	1,2,7A,8A	Q - 1,2>7A,8A M - 1,2,7A,8A Mica em pequena quantidade Quartzo em grande quantidade
III.°-II.° mils. a.C. Pastoria (Camp/N Camp.)	4A,3A>1A,6A,6>2A 455A*	2A≥6> 4A,6A >1A>3A 455A*	6,4A>3A,45;2A>6A 1A,5A*	Q - 6,3A,1A≥2A> 6A > 4A 455A* M - 6,3A,1A> 6A > 2A> 4A 455A*
III.º mil. a.C. Pastoria Castelo Aguiar	4A,3A> IA,6A,6> 2A,1, 455A* 2,7A, 8A	2A,8A,7A≥6>4A,6A>1A,≩3A 1,2, 455A*	6,4A>3A,1A>2A> 1,2 >6A 455* 5A* 8A,7A	Q - 6,3A,1A≥ 2A > 6A > 4A 1,2,7A,8A 455A* M - 1,2,6,3A > 6A > 2A> 4A 7A,8A,1A 455A*
III.º mil. a.C./ /III.º-II.º mils. a.C. Só campaniforme	7>4;8,9,10,5;5A*>3	3>>55A%,9,104*>7	10>4;5;9,8>5A;7,3	Q - 3>>7>455A*>8,9,10 M - 3>>7>455A*>8,9,10
III.º mil. a.C./ /III.º-II.º mils. a.C. Pastoria (Incluindo campaniforme)	7>3A>4A>455A* 2A 6A 3 1A 8,9,10	2A≥6,3>455A*>7>1A,3A 4A,6A,8 9,10	10>6,4A>3A,1A>2A>6A 4559,8 5A* 7 3	Q - 3>6,3A,1A>2A>455A*>8,9,10 7 6A 4A M - 3>6,3A,1A>455A*> 2A > 4A 7 6A 8,9,10
III.º mil. a.C./ /III.º-II.º mils. a.C. Castelo Aguiar	7>>8,9,10,2>1,7A,8A>3	3>>8,9,10,1,2,7A,8A>7	8,9,2,10>1,8A,7A,3>7	Q - 3>>1,2,7A,8A,7>8,9,10 M - 3>>7>8,9,10>1,2,7A,8A
III.º mil. a.C./ /III.º-II.º mils. a.C. Pastoria Castelo Aguiar	7>3A>2A,1A,8,9,10,6> 4A 2,455A,6A > 1,7A,8A,3	2A,6,3>>455A*>7,1A,3A 4A,6A,8 9,10,1,2 7A,8A	8,9,2,10,6>45;5A*>1,2,7A 1A,4A,3A 8A,3,2A>7,6A	Q - 3>6,3A,1A,7,2A>455A*>8,9 1,2,7A,8A 6A 10,4A M - 3>>6,3A,1A>455A*> 2A > 7 6A 8,9,10 >1,2,7A,8A,4A

^{*} Cerâmica campaniforme.

ii) III.º milénio — III.º-II.º milénio a.C. (Pastoria — incluindo campaniforme)

Aqui poder-se-á referir o maior grau de transformação da matriz argilosa e menor valor de porosidade de matéria orgânica das amostras 7 e 3A já evidenciado em comparações anteriores e um grupo muito análogo constituído pelas cerâmicas campaniformes 4,5,5A conjuntamente com os fragmentos 4A e 6A e ainda os do III.º milénio, 8,9,10, que aparentam possuir valores médios para estes parâmetros.

Com maior teor relativo de fedspatos evidenciam-se as amostras 10,6 e 4Å e, no maior n.º de cristais de quartzo e mica presentes (e.n.p.) salientam-se as amostras 6,3A,1A e 7 constituindo as campaniformes e a amostra 6A um grupo homogéneo intermédio e com teor relativo superior às do III.º milénio a.C. (8,9,10).

iii) III.º milénio — III.º-II.º milénio a.C. (Castelo de Aguiar)

Neste estudo comparativo poder-se-á referir o maior grau de transformação da matriz argilosa evidenciado pela amostra 7 e consequentemente menor valor relativo de porosidade e matéria orgânica. Embora as amostras do III.º milénio a.C. (8,9,10) revelem uma matriz argilosa ligeiramente mais transformada, formam um conjunto de teor relativo médio juntamente com Castelo de Aguiar no respeitante à porosidade e matéria orgânica. Relativamente a feldspatos calcosódicos, as amostras (8,9,10) do III.º milénio a.C., exceptuando a 7, apresentam uma maior quantidade de feldspatos predominantemente calcosódicos em relação às de Castelo de Aguiar que revelam um teor relativo inferior.

Quanto à presença de elementos não plásticos na pasta (quartzo e mica) destaca-se a amostra 3 com um teor dos dois elementos superior às restantes. Com respeito ao número de grãos de quartzo, as amostras 1,2,7A,8A, pertencentes à estação de Castelo de Aguiar, apresentam muito maior quantidade do que as 8,9,10 pertencentes a Mairos e S. Lourenço (III.º milénio a.C.) invertendo-se a situação em relação aos elementos micáceos.

iV) Finalmente estabelecendo uma comparação de todas as amostras pertencentes III.º-II.º milénio a.C. e todas as amostras do III.º milénio a.C. relativamente aos parâmetros observados poder-se-á referir o seguinte:

No que diz respeito ao estado de transformação da matriz destacam-se as amostras 1,7A,8A e 3 de Castelo de Aguiar que aparentam possuir a matriz menos transformada, constituindo-se um grupo homogéneo com um grau de transformação médio da matriz formado pelas amostras 4,5,5A (campaniforme) 8,9,10 (Mairos e S. Lourenço III.º milénio a.C.) e as amostras 1A,2A,6A e 6 da estação da Pastoria. A amostra 4A revela um aspecto microestrutural diferente formado quase na sua totalidade por matriz argilosa razoavelmente bem transformada com poucos grãos de quartzo. Embora pouco transformada a amostra 8A evidencia uma matriz muito fina com alguns grãos de quartzo isolados. Por outro lado, com um teor relativo médio de matéria orgânica e poros, o mesmo grupo 4,5,5A,8,9,10 associa-se com as amostras 4A e 6A (Pastoria) e com as amostras 1,2,7A e 8A provenientes de Castelo de Aguiar.

No que respeita à quantidade relativa de fedspatos calcosódicos e potássicos podemos agrupar em valor médio os de Castelo de Aguiar (1,2,7A e 8A) e alguns da Pastoria (1A,3A,4A,2A,3) destacando-se as estações de Mairos e S. Lourenço com maior presença deste tipo de cristais (plagioclasses e ortose).

Quanto à presença de elementos não plásticos (quartzo e mica) poder-se-á destacar que o maior teor relativo é manifestado pelas amostras da estação da Pastoria (3,6,3A,1A) e a 7, não havendo coincidência destes dois tipos de cristais para os fragmentos da estação de Castelo de Aguiar, que revela o mais baixo teor relativo de elementos micáceos, mas simultaneamente com os fragmentos cerâmicos da Pastoria já referidos, apresentam uma quantidade relativamente elevada de cristais de quartzo. Os fragmentos 4,5,5A (campaniforme) e 6A caracterizam-se por um teor relativo médio nos elementos não plásticos e os fragmentos 8,9,10, do III.º milénio a.C., por os possuirem em menor quantidade.

Nesta discussão e avaliação de características deverá ter-se em atenção que a inclusão de fragmentos cerâmicos numa determinada classe ou grau não significa que eles sejam exactamente iguais mas que aparentam as semelhanças microestruturais já referidas.

3.3 — Difracção de Raios X

No Quadro IV apresentam-se as reflexões características evidenciadas pelo conjunto de amostras estudadas, as quais correspondem a espécies minerológicas presentes neste tipo de cerâmicas, e que se encontram assinaladas nas Ests. VIII-5 a XII.

As amostras mineralogicamente são todas muito semelhantes, registando-se a presença de quartzo e feldspato calcosódico (plagioclase-3,20A°) em todas as amostras, e um mineral do tipo

QUADRO IV —	Espécies	minerológicas	identificadas	através	de distâncias

Amostras	Π.				_	,		Γ.		T				Γ	Ī.,			
Minerais	1,	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1A	2A	3A	4A	5A	6A	7A	8A
E	_	-	_		_	_	_	-	_	_		_	_	14.0?		14.0?		
M/I	_	_	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0		10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
K	_	-		-		-	_	l –	_	_	7.4				_	_		
n.i	_	-		6.5		6.5				ĺ	6.6	ļ		6.8	İ		6.5	
n.i	_	_		6.0		5.9				ĺ				5.4			6.0	
n.i	-	-		5.0		5.0					5.0	l		4.8	5.0	5.0	5.0	
M/I	4.45	4.45	4.45	4.45	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.45	-		4.45	4.5	4.5	4.5	
Q	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26
F	4.05	4.10		4.00	4.1	4.00	4.00	4.00		4.00	4.00	4.00	4.00	4.10			4.00	4.00
F	3.80	_		3.80	3.80	3.80	3.80		_	3.80	3.80	3.80		l –		3.80	3.80	
	3.70	3.70	l	3.70	3.70					,				3.60	İ		3.70	3.60
F	3.50	3.50	3.50	3.50	3.50	3.5	3.45	3.50	. —	3.50	3.45	3.45		3.45	3.45	3.50	3.50	3.45
QF	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34	3.34
F	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20	3.20
C	3.00	3.00	3.00	-	3.00	3.00	3.00	2.95	_	3.00	3.00	3.00		2.95	_	3.00	3.00	
F	ľ			2.90		2.90	2.90			2.90	2.90	2.90		2.90	1	2.90	2.85	2.85
F	1			2.80		2.80	2.75				2.80					2.80	·2.80	
F				2.70										2.70	ļ			2.70
F				2.60	2.60						2.60			i	l	2.60	2.49	
F/I	2.49	2.55	2.55	2.50	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.55	2.45	2.49	·	2.50	2.55	2.49	2.55	2.50
Q (α)	2.46	2.46	2.46	2.46	2,46	2.46	2.46	2.46	2.46	2.46	2.46	2.46	2.46	2.46	2.45	2.46	2.46	2.46
Q (α)	2.28	2.28	2.28	2.28	2.28	2.28	2.28	2.28	2.28	2.28	2.28	2.28		2.28	2.30	2.28	2.28	2.28
Q (α)	2.24	2.24	2,24	2.24	2.24	2.24	2.24		_	2.24	2.24	2.24	2.24	2.24	2.25	2.24	2.24	2.24
Q (α)	2.13	2.13	2.13	2.13	2.13	2.13	2.13		_	2.10	2.13	2.13	2.13	2.13	2.10	2.13	2.13	2.13
•		ľ								2.13							2.10	
Q (α)	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82	1.82
Q (α)	1.67	1.67	1.67	1.67	1.67	1.67	1.67	_	_	1.67	1.67	1.67	-	1.67	1.67	1.67	1.67	1.67
Q (α)	1.54	1.54	1.54	1.54	1.54	1.54	1.54		1.54	1.54	1.54	1.54		1.54	1.54	1.54	1.54	1.54
Q (α)	1.45	1.45	1.45	1.45	1.45	1.45	1.45.	_	_	1.45	1.45	1.45		1,45	1.46	1.45	1.45	1.45

E - Esmectite (segundo ASTM 13-259)

M/I — Mica/Illite

K — Caulinite

n.i. - Não Identificado

F — Feldspato

C — Carbonato (segundo ASTM 5-058)

 $Q(\alpha)$ — Quartzo α .

mica/illite (10A°) comum a um grande conjunto de amostras (3,4,5,6,7,8,9,10,1A,3A,4A,5A,6A,7A). Isoladamente não aparece nenhum mineral de 7A° do grupo Kandite (caulinite), apenas na amostra 1A associado a illite.

A caulinite poderá estar presente noutras amostras na forma amorfa de meta-caulinite o qual não é destacável com esta técnica por se encontrar abaixo do limite de resolução experimental. O mesmo pode ocorrer com os minerais do grupo illite ou com o feldspato.

O aparecimento de uma risca de 3,00Aº num grande número de amostras deve-se muito provavelmente a uma recarbonatação do material.

Nas amostras 4A e 6A estará possivelmente presente um mineral do tipo esmectite, o qual necessita de ser confirmado por agregado orientado tratado com glicerol.

Atendendo à composição mineralógica seleccionaram-se duas amostras (1A e 5A) que se submeteram a um tratamento de calcinação a 550°C durante 1/2 hora em atmofera de ar.

Com este tratamento térmico confirmou-se a existência de caulinite na amostra 1A, a qual por colapso cristalino e consequente desaparecimento das reflexões de 7A° transformou-se em meta-caulinite. A amostra 5A que apresenta feldspato a nível vestigial não sofre qualquer alteração com este tipo de tratamento. Estas amostras 1A e 5A foram também submetidas a calcinação a 950°C (atmosfera de ar durante 3 h). Com este tratamento térmico verificou-se o colapso estrutural das micas illites deixando de ser visíveis as suas reflexões características.

As espécies mineralógicas mais abundantes (ilite, quartzo e feldspato) foram identificadas de acordo com as fichas ASTM que se encontram em apêndice.

No Quadro V sumarizam-se os minerais de argilas evidenciados no conjunto de amostras que nos propusemos estudar. Da observação atenta deste Quadro V salienta-se um grupo de amostras (2A,1,2,8A) que através dos seus radiogramas revelam a ausência de minerais de argila, o que não

QUADRO V

Espécies		III.º milénio (a.C	III-li milénio (a.C.)			
Mineralógicas (DIRX)	MAIROS	S. LOURENÇO	PASTORIA	PASTORIA	CASTELO AGUIAR	
Minerais de argila não detectados		_		2A	1,2,8A	
Mica/Illite	7,8	9,10	3	4*,5*,6,3A,5A*	7A	
Mica/Illite + + Esmectite	_	_	_	4A,6A		
Mica/Illite + + Caulinite		_	_	1A	-	

^{*} Cerâmica campaniforme

significa a inexistência destes na respectiva pasta cerâmica. Poderá ter ocorrido que os minerais de argila tivessem sido amorfizados por uma cozedura próxima dos 600°C, não sendo por isso detectável a sua presença durante as observações.

Com uma provável mistura de minerais de argila aparecem-nos as amostras 4A e 6A (illite + esmectite), as quais constituem argilas de boa qualidade para o fabrico de barros vermelhos, possuem maior plasticidade (característica já observada nestas duas amostras — Quadro II Pst 83) e exigem maior temperatura de cozedura para remineralizar.

A amostra 1A apresenta igualmente mistura de dois tipos de argilas (illite e caulinite) sendo a caulinite de maior qualidade para barros brancos, mas conferindo às amostras uma menor plasticidade e menor grau de coesão entre as partículas (Quadro II — Pst 83).

Para esta amostra poder-se-á sugerir um limite superior de $\approx 600^{\circ}$ C para a sua temperatura de cozedura, uma vez que a caulinite é detectável, não tendo portanto atingido a sua temperatura de transformação.

3.4 — Ensaios termo-analíticos

Realizaram-se ensaios termo-analíticos em mais de metade das amostras registando-se em todos eles um comportamento semelhante demonstrado nas figuras correspondentes aos fragmentos cerâmicos 4 e 8A. Com o intuito de obtenção de uma maior sensibilidade nos registos procedeu-se, para estas duas amostras, a uma degradação do material seguido de peneiração (pelos peneiros $300_{\mu m}$ e $180_{\mu m}$) extraindo-se assim a fracção grosseira constituída predominantemente por grãos de quartzo e feldspato.

Nos registos efectuados denota-se um efeito endotérmico entre 130-150°C acompanhado de uma acentuada perda de peso correspondente à saída da humidade ou de água absorvida.

Seguidamente, verifica-se um efeito exotérmico próximo dos 400-450°C associado à queima de matéria orgânica o qual parece sobrepor-se a outro efeito também exotérmico mais intenso nas amostras 4, 7, 9 e 10. Nesta zona a curva da perda de peso apresenta pequena variação estabilizando a partir dos 550°C.

Através destas análises não há evidência para uma tentativa de determinação de um limite superior de temperatura de cozedura. Unicamente se poderá afirmar que não se ultrapassou a temperatura da reacção de decomposição das illites próxima dos 950°C.

3.5 — Fluorescência de Raios X

No Quadro VI encontram-se resumidos os elementos detectados assim como uma avaliação semi-quantitativa dos seus teores.

O teor de sílica parece ser igual ou superior a 70% (W/W) nas várias amostras. No entanto não foi efectuada uma análise quantitativa pelo que este valor é uma estimativa que vai de encontro às observações obtidas por difracção de Raios X e de microscopia óptica.

Com base em ensaios de fluorescência há dúvida relativamente à colocação do elemento Ti no grupo dos elementos em concentração forte ou em concentração fraca.

QUADRO VI —	Análise	qualitativa	por	fluorescência	de raios-X
-------------	---------	-------------	-----	---------------	------------

Estação Arqueológica	Amostras	Constituinte Principal	Concentrações Fortes	Concentrações Fracas	Observações
	Resina Epóxi			Cl,Ca,K,Br Cu,Zr,Pb,Ti	Elementos mais leves não são detectáveis por este tipo de ensaio
CASTELO DE	1	Si	Al,Fe,K,Ca Ti	Zr,Rb,Cu,Zn Pb,As,Cl,S Sr.	Teor K > Teor Ca
AGUIAR	7 A	Si	Al,Fe,K,Ca e Ti.	Zr,Rb,Cu,Zn Pb,As,Cl,S, Sr.	Teor K > Teor Ca
	4	Si	Al,Fe,Ca,K e Ti	Zr,Rb,Pb,Cu, Zn,As,Sn,Cl, S e Br	Teor Ca > > Teor K
PASTORIA	1A	Si	Al,Fe,K,Ca e Ti.	Zr,Rb,Pb,Cu, Zn,As,Sr,Cl, S,Br.	Teor K > Teor Ca
	4A	Si	Al,Fe,Ca,K e Ti.	Cl,Zr,Rb,Cu, Zn,As,Pb,Sr, Br e S	Teor Ca > > Teor K
MAIROS	7	Si	Al,Fe,K,Ca e Ti.	Sr,Zr,Rb,Cl, Pb,Cu,Zn,S, As e Br	Teor K > Teor Ca
S. LOŲ- RENÇO	10	Si	Al,K e Ti.	Ca,Rb,Zr,Pb, Cu,Zn,As,Sn Cl e Br.	Teor K > Teor Ca

A altura dos picos nas várias amostras relativas aos elementos vestigiais detectada na resina epoxi — Cl, Ca, K, Br, Cu, Zr, Pb e Ti — é superior à altura das mesmas para a resina pelo que estes também se encontram presentes na constituição das pastas.

Nas amostras em que o teor estimado de cálcio é superior ao do potássio muito provavelmente estará presente uma plagioclase, rica em cálcio; contudo não foi possível comprovar esta sugestão porque não foi detectado o teor em sódio em nenhuma das amostras.

4 — COMENTÁRIOS FINAIS

Após o estudo e observações efectuados poder-se-á destacar alguns aspectos mais relevantes:

— Dentro da estação da Pastoria (Quadro V) verifica-se a existência de fragmentos cerâmicos com vários tipos de minerais argilosos, e em alguns casos mistura (amostras 1A, 4A, 6A). Esta escolha e mistura dos tipos de argilas não nos parece ser intencional para conferir às cerâmicas qualidades de plasticidade ou de grau de coesão, mas deverá tratar-se de uma mistura natural própria de barreiro rico em illite, uma vez que estes mínerais argilosos se encontram frequentemente associados em argilas de solos.

— Relativamente à adição intencional de elementos não plásticos é muito difícil diferenciar os elementos originais daqueles nos quais houve interferência humana. Segundo Williams (2) uma das possibilidades de distinção ocorre quando dois conjuntos de minerais provenientes de meios geológicos diferentes coexistem no mesmo fragmento cerâmico, certificando-nos assim que houve mistura. No entanto, a maior parte dos fragmentos cerâmicos estudados possuem uma pasta grosseira com grande quantidade de elementos desengordurantes e, segundo Echallier (3), eles ocorrem naturalmente na argila de solo, utilizada para a manufactura dos vasos. Pelo contrário, as argilas de textura mais fina eram propositadamente lavadas e moídas, podendo nestes casos a adição de desengordurante ser intencional.

Nesta perspectiva, através da observação das superfícies de fractura de alguns fragmentos cerâmicos (a) e pela presença de partículas grosseiras (quartzo e feldspato), visíveis até à vista desarmada, nas amostras 4A, 5A, 7A e 8A poderá eventualmente ter ocorrido uma adição intencional de desengordurantes.

(d) Exceptuando as amostras 1,2,3,4,5,6,8 e 3A, dada a escassez do material e o facto deste já se encontrar embutido em resina.

— O exame microscópico das amostras revelou a presença de grande quantidade de matéria orgânica na maioria das amostras exceptuando 7, 1A e 3A.

Observada a superfície de fractura da amostra 4A junto ao cordão, aparece-nos com o núcleo negro o que não é de modo algum significativo de um estado primitivo de tecnologia cerâmica (4). Tal facto permite-nos apenas concluir que a temperatura e a duração de cozedura foram insignificantes para a eliminação dessa zona escura.

A matéria orgânica encontra-se associada às argilas de solos, e é proveniente da decomposição de plantas, obtendo-se cor escura quase negra nas etapas iniciais de cozedura tornando-se cinzenta e cinzenta clara à medida que a matéria orgânica é removida por oxidação. Esta remoção depende também da porosidade, sendo argilas mais arenosas, mais abertas de estrutura, as adequadas à sua libertação.

Para as argilas de textura mais fina e inclusive com elementos carbonosos naturais, adicionados para aumentar a plasticidade, é necessário uma elevada temperatura para a sua decomposição. Este não parece ser o caso de nenhum dos fragmentos cerâmicos estudados.

- De uma forma geral as amostras possuem uma macroporosidade elevada (devido a bolhas de ar, vegetais, etc.), não se evidenciando a microporosidade característica das estruturas argilosas destruídas. Neste tipo de amostras verificou-se que em alguns casos os poros se encontravam obturados com compostos de carbono. Esta incorporação de carbono na pasta confere-lhe coloração negra ou cinzenta escura no decurso do processo de cozedura (3).
- Para avaliar do possível carácter oxidante ou redutor em que foram realizadas as cozeduras, baseamo-nos no facto de que o óxido de ferro confere cor vermelha à pasta na sua forma oxidada, mas também que esse mesmo óxido se reduz de cinzento a negro (na ausência de carbono residual) se não existe possibilidade de reoxidação durante o arrefecimento.

De referir que a cor não é inequivocamente indicativa do estado de oxidação do ferro, o qual somente por Espectrometria MössBauer poderia ser directamente determinado.

No entanto, adentro das amostras que foram analizadas por fluorescência de Raios X (Quadro VI) e nas quais foram detectadas concentrações fortes de ferro (1, 7A, 4, 1A, 4A, 7) é possível que as amostras 1, 7 e 4 tenham sido sujeitas a cozedura redutora, a 1A a cozedura com carácter neutro, e as amostras 4A e 7A a cozedura em atmosfera oxidante.

— No aspecto do tratamento da superficie é muito dificil distinguir à lupa binocular ou em luz reflectida um englobe de um polimento ou até se a amostra foi simplesmente alisada.

Nos casos em que a superficie da amostra apresenta cor distinta (em particular a amostra 7) seria necessário um estudo mineralógico cuidadoso dessa superficie para identificação e comparação com a pasta, da argila utilizada nesse tipo de tratamento.

Contudo, nas amostras passíveis de observação (não embutidas) e nas quais se registou diferença de coloração revelada à fractura poder-se-à apontar possíveis hipóteses de tratamento final.

Esta diferença de coloração, como, por exemplo, se observa nas amostras 7A, 4A e 8A, pode não significar que uma camada distinta tenha sido aplicada no fragmento cerâmico, mas que a sua origem se deva a fumos, impregnação de matéria orgânica no vaso cerâmico quente ou até mesmo um período de mudança nas condições de arejamento do forno (5).

Ocorre frequentemente que as cerâmicas apresentem superficies de cor amarelada, castanha ou vermelha (ex: 7, 9, 10), podendo esta coloração ser originada pela humidade das mãos do oleiro que procedeu ao alisamento da peça. De facto, segundo Matson (4) o alisamento em húmido da superficie concentra as partículas mais finas da argila numa película superficial (concentração de sais à superfície), a qual desenvolve uma cor mais intensa aquando da sua cozedura.

Para uma melhor caracterização das amostras seria útil completar este estudo com um exame mais detalhado de fracções das mesmas observadas por SEM (em particular, a alteração superficial dos cristais de quartzo e feldspato) e um estudo mineralógico mais aprofundado de fracções argilosas de diferentes granulometrias para comprovar a intencionalidade da adição dos elementos não plásticos.

AGRADECIMENTO

Os autores agradecem ao Instituto de Investigação Científica Tropical (Laboratório de Ciências da Terra) a cedência do equipamento para realização dos ensaios de caracterização mineralógica de Difracção de Raios X, ao Instituto de Química Inorgânica (C.S.I.C., Madrid) e Laboratório da Direcção Geral de Geologia e Minas pela realização de ensaios termoanalíticos, e muito particularmente à Dr.ª Ondina Figueiredo pela discussão e sugestões apresentadas.

REFERÊNCIAS

- 1 Figueiredo, M.ª Ondina; Melo, M.ª Fátima. «Estudo da Constituição Mineralógica e da Temperatura de cozeduras de Cerâmicas Pré-Históricas», *Arqueologia*, N.º 7, Julho de 1983.
 2 Williams, D.F.. «Ceramic Petrology and the Archaeologist», *Pottery and the Archeologist*, Edit. by M. Millet, Institut of Archaeology, University of London. 1979, occasional publication n.º 4, p. 73-76.
- 3 Echalier, Jean Claude, «Elements de Technologie Ceramique et d'Analyse des terres cuites archeologiques», Docu-
- ments d'Archeologie Maridionale (Numero special) 1984.

 4 Matson, Frederik R., «Some Aspects of Ceramic Technology,» Science in Archeology, Thames and Hudson, London, 1963.
- 5 Laming A. La decouverte du Passé, Editions A. et J. Picard & Co., Paris, 1952.

BIBLIOGRAFIA

BROWN, G. (ed.) (1965) - The X-Ray, identification and Crystal Structures of Clay Minerals, Mineralogical Society, Lon-

GRIMM RALPH., E. (1953) Clay Mineralogy, McGraw Hill Book Company inc. (printed in USA). INSLEY, H, & FRECHETTE, O (1956) — Microscopy of Ceramics and Cements, Academic Press, New York. MACKENZIE, R. C. (ed.) (1970) — Diferential Thermal Analysis, Academic Press, New York.

ESTAMPAS

EST. I

AMOSTRA 7

1 — Plano geral da matriz em transformação com poros e inclusões de matéria orgânica. (50 \times Diaf. 2)

2 — Detalhe de um grão de quartzo com mica na sua periferia. Aspecto da matriz. P — poros + matéria orgânica F - feldspato calcosódico

M - mica

Q - quartzo (50 × Diaf. 2,5)

3 — Interior da amostra. Grãos de quartzo e feldspato com inclusões de microclina. Matriz melhor transformada, com maior coesão.

 $F_{\mathbf{p}}$ - feldspato potássico (microclina) (100 × Diaf. 2)

4 — Detalhe da matriz com poros e matéria orgânica, evidenciando uma mica dobrada. (100 imes Diaf. 2) .

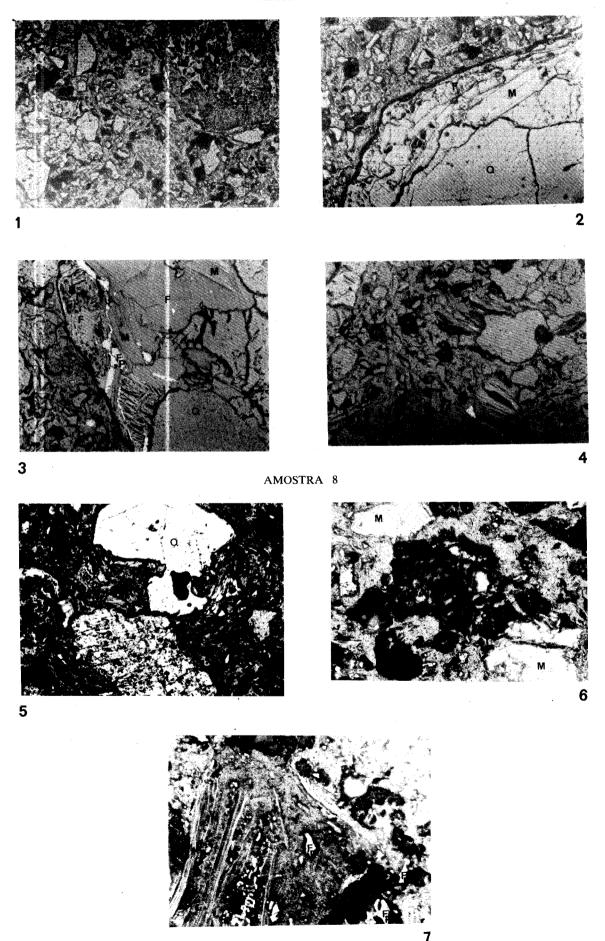
AMOSTRA 8

5 — Plano geral da amostra em que se evidenciam um cristal de quartzo e feldspato de grandes dimensões e pequenos cristais micáceos. Matriz argilosa com poros e matéria orgânica. (40 ×)

6 — Aglomerado de mica preta e presença de matéria orgânica + poros incluindo uma fase de possível feldspato potássico. (100 \times luz reflectida diaf. 1,5)

7 — Plano em que se destaca um grande aglomerado de micas juntamente com pequenos cristais de uma fase altamente reflectora. $(100 \times diaf. 1,5)$

AMOSTRA 7



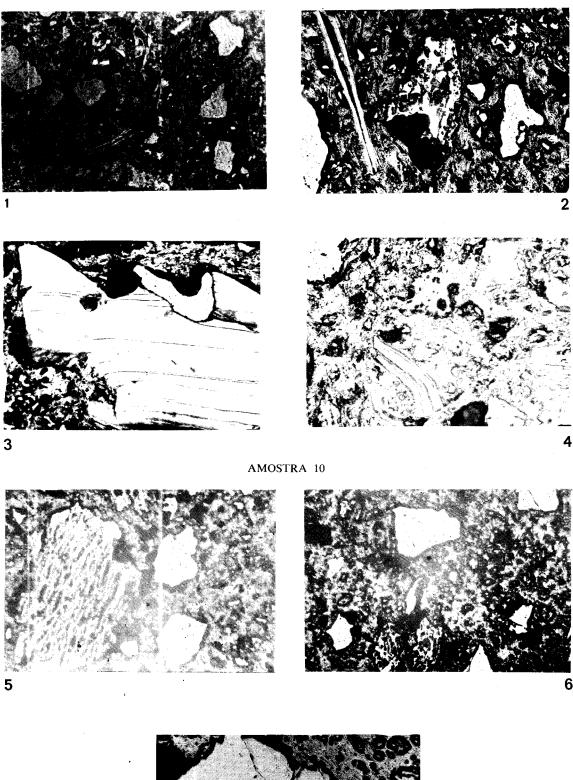
EST. II

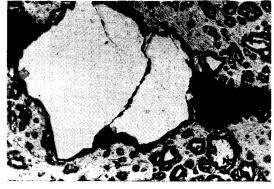
AMOSTRA 9

- 1 Plano geral em que se salienta a presença de micas dobradas e quartzo e feldspato (plagioclases). (40 × Diaf. 1,5)
- 2 Plano em que se distingue a matriz parcialmente transformada e envolvida por matéria orgânica e poros. Evidencia-se um cristal de mica, um de feldspato calcosódico e outro de quartzo. $(100 \times Diaf. 1,5)$
- 3 Detalhe de um grande cristal de mica englobando quartzo. $(100 \times Diaf. 1,5)$
- 4 Qutro plano em que se destaca micas dobradas, feldspato calcosódico e sódico e quartzo. Matriz parcialmente transformada. $(100 \times Diaf. 1,75)$

AMOSTRA 10

- 5 Plano geral representativo da amostra evidenciando-se as seguintes fases cristalinas:
- Cristais de quartzo picado e feldspato
 Cristai de uma fase altamente reflectora que poderá eventualmente ser identificado como feldspato potássico.
- Matriz com presença de cristais de granulometria média e baixa.
 (50 × diaf. 1,5)
- 6 Outro plano em que se denotam três fases brancas de reflexões diferentes e presença Outro piano em que se denotam tres tases brancas de reflexões diferentes e de grandes cristais (quartzo, feldspato e possível feldspato potássico).
 Existência de cristais de reduzidas dimensões no seio de uma matriz argilosa.
 (50 × diaf. 1,5)
- 7 Plano em que se denota um cristal de quartzo fissurado no seio de uma matriz parcialmente transformada com poros e matéria orgânica envolvendo os grãos. $(100 \times diaf. 1,4)$





7

EST. III

AMOSTRA 3

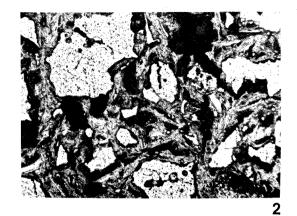
- 1— Plano geral em que se evidencia cristais micáceos com foliação e matéria orgânica ocluída. Cristais micáceos (mica preta)muito finos dispersos em toda a matriz. Cristais de quartzo fissurados. Matriz argilosa revelando pouco grau de transformação. Matéria orgânica e poros ocluídos na matriz. (50 \times Diaf. 1,8)
- 2— Grande ampliação da matriz com grãos de quartzo picado, cristais micáceos muito finos e presença de possível feldspato potássico. Poros e matriz orgânica ocluídos na matriz. (100 \times Diaf. 1,8)

AMOSTRA 1

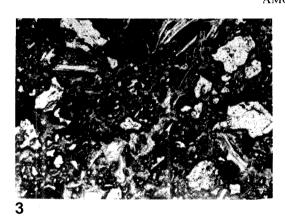
- 3 Plano geral da matriz evidenciando-se cristais micáceos e presença de matéria orgânica. (50 \times)
- 4 Presença de mica branca com incrustações de uma fase altamente reflectora que poderá ser identificada como feldspato potássico (microclina). Existência de cristais de quartzo de dimensão razoável. (100 \times)
- 5 Outro plano que demonstra a existência de cristais de quartzo, feldspato calcosódico e cristais micáceos. (50 \times)
- 6 Outro plano em que se destacam grãos de quartzo de grandes dimensões. (50 \times)

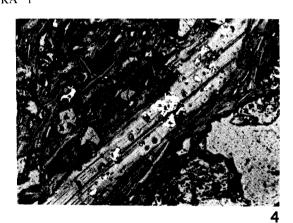
AMOSTRA 3



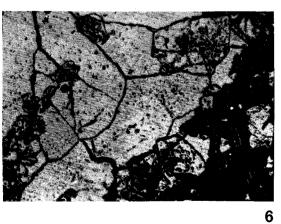


AMOSTRA 1









EST. IV

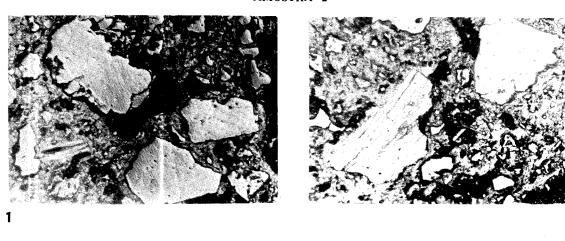
AMOSTRA 2

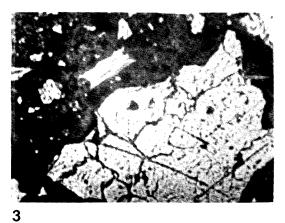
- 1— Plano geral da amostra em que se salienta a presença de grãos de quartzo de grandes dimensões, mica, poros e matéria orgânica. (50 \times luz polarizada)
- 2— Detalhe de grãos de quartzo e mica de grandes dimensões. Matriz com porosidade e matéria orgânica e cristais micáceos de reduzidas dimensões. (100 \times Diaf. 2,5)
- 3 Detalhe de um cristal de feldspato de grande dimensão. (40 \times)

AMOSTRA 7A

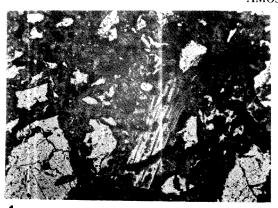
- 4 Plano geral de amostra em que se evidencia cristais de quartzo de dimensões diferentes no seio de uma matriz argilosa com poros e matéria orgânica. Presença de um cristal micáceo com matéria orgânica ocluída. (50 \times Diaf. 1,8)
- 5 Detalhe em que se evidencia um cristal de quartzo e felspato com grande dimensão, com a argila de base pouco transformada.
 \$`(50 \times Diaf. 1,8)\$
- 6 Detalhe de um cristal de mica de grandes dimensões com inclusões de quartzo e feldspato. (50 \times Diaf. 1,8)

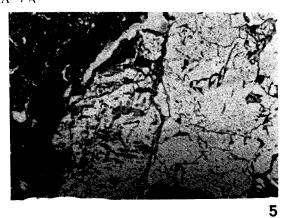
AMOSTRA 2





AMOSTRA 7 A





EST. V

AMOSTRA 8A

- 1 Plano geral em que se denota um cristal de feldspato calçosódico fissurado e grãos pequenos de quartzo.
- 2 Plano geral da matriz muito fina, pouco transformada, com elevada porosidade e matéria orgânica.

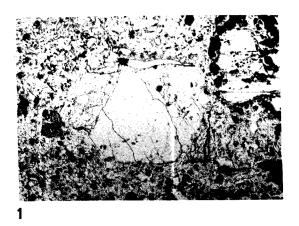
AMOSTRA 4

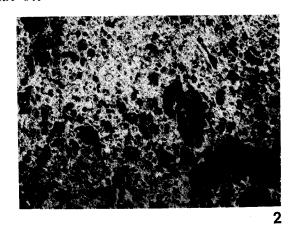
- 3 Plano geral da amostra em que se denota cristais de quartzo e feldspato todos fissurados no seio de uma matriz argilosa mal transformada com porosidade e matéria orgânica e cristais micáceos de reduzidas dimensões.
 (50 ×)
- 4 Detalhe de um cristal de feldspato de grande dimensão com poros e matéria orgânica. (100 \times)

AMOSTRA 5

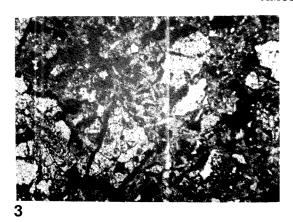
- 5 Plano geral da amostra em que se denota a variedade de minerais argilosos no seio de uma matriz pouco transformada e muito porosa. Observa-se distintamente micas dobradas, quartzo e feldspato de dimensão razoável, e outros cristais micáceos finíssimos inseridos na matriz. (100 × Diaf. 1,8)
- 6 Outro plano em que se evidenciam cristais micáceos de grande dimensão e mais finos inseridos no seio de uma matriz mal transformada com bastantes poros e matéria orgânica. (100 \times Diaf. 1,8)

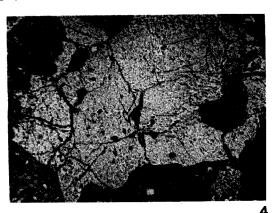
AMOSTRA 8 A





AMOSTRA 4





AMOSTRA 5





5

EST. VI

AMOSTRA 6

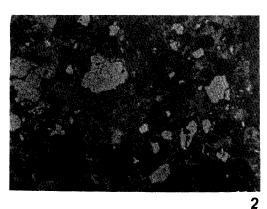
- l Plano geral da amostra em que se observa cristais de quartzo picado e mica de dimensões reduzidas, elevada porosidade e matéria orgânica. $(40 \times \text{Diaf. } 1,5)$
- 2 Aspecto da amostra que revela maior grau de transformação da matriz, maior aglomeração. Grande número de cristais micáceos e quartzo. (100 \times Diaf. 2)
- 3 Aspecto da argila de base em transformação. Visíveis ainda um cristal de quartzo, feldspato e mica. Zona escura deve-se a possível arranque de polimento. (100 \times Diaf. 2,5)

AMOSTRA 1A

- 4— Plano geral de amostra em que se evidenciam grãos de quartzo e mica de dimensões médias uniformemente distribuidos no seio de uma matriz argilosa mal transformada com poros e matéria orgânica. (50 \times Diaf. 1,8)
- 5 Outro plano em que se destaca um cristal de mica de grande tamanho, quartzo e feldspato. Matriz com o mesmo aspecto da fig. anterior. (50 \times Diaf. 1,8)
- 6-C ristal de mica de grandes dimensões com quartzo ocluído entre as lamelas. (50 \times Diaf. 1,8)
- 7 Maior ampliação em que se denota um cristal de quartzo fissurado, feldspato e mica de grande dimensão. (100 \times Diaf. 1,8)

AMOSTRA 6

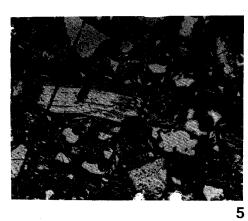


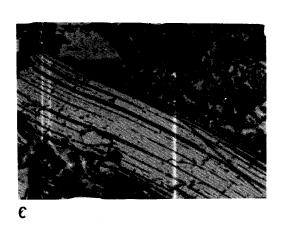


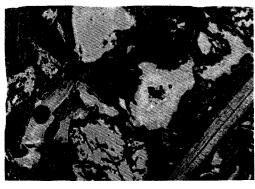


AMOSTRA 1 A









7

EST. VII

AMOSTRA 2A

- 1 Plano geral da matriz, salientando-se grãos de quartzo de tamanho médio e pequeno inseridos na matriz argilosa com pequeno grau de transformação e possuíndo elevada percentagem de matéria orgânica e poros.

 (50 × Diaf 1.8)
- 2 Outro plano da matriz, que evidencia um cristal de feldspato calcosódico de grandes dimensões. $(50 \times \text{Diaf. } 1.8)$

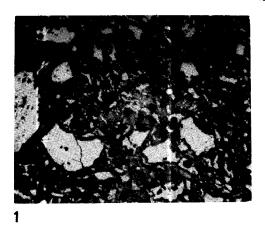
AMOSTRA 3A

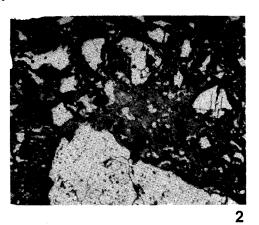
- 3 Plano geral da amostra evidenciando-se a junção de dois cristais de mica formando um ângulo agudo.
 (50 × Diaf. 1,8)
- 4 Detalhe da amostra em que se destaca um aglomerado de cristais de quartzo fissurados e um cristal micáceo de grandes dimensões.
 (50 × Diaf. 1,8)
- 5 Conjunto de cristais de quartzo de dimensão média disseminados no seio de uma matriz argilosa porosa.
 (50 × Diaf. 1,8)

AMOSTRA 4A

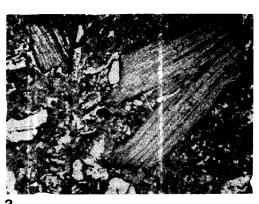
- 6 Plano geral em que se destaca a matriz argilosa com um grau razoável de transformação, embora porosa. Presença de cristais de quartzo. (40 × Diaf. 1,8)
- 7 Detalhe de cristais de quartzo fissurados e picados. (40 \times Diaf. 1,8)

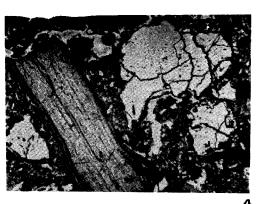
AMOSTRA 2 A

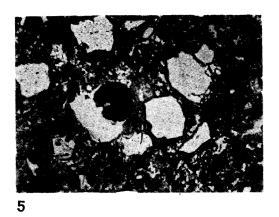




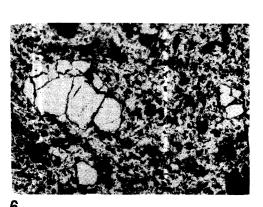
AMOSTRA 3 A

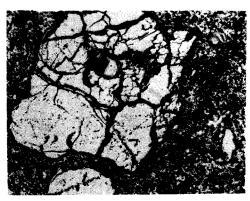






AMOSTRA 4 A





7

EST. VIII

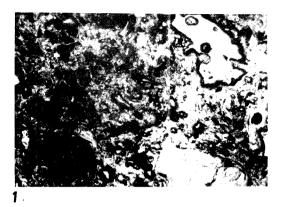
AMOSTRA 5A

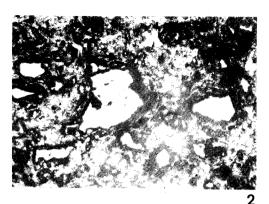
- 1 Plano geral da amostra em que é visível o baixo grau de transformação da matriz muito porosa com matéria orgânica. Presença de cristais de quartzo e mica de reduzidas dimensões. $(40 \times)$
- 2 Detalhe em que se evidencia um cristal de quartzo sem fissuração e uma mica de dimensão razoável. $(40 \times)$

AMOSTRA 6A

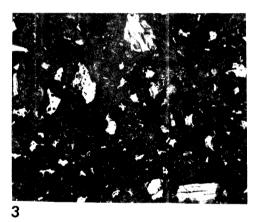
- 3 Plano geral da amostra com uma matriz argilosa com baixo grau de transformação. Cristais de dimensão reduzida.
- 4 Outro plano da amostra em que se evidenciam cristais de mica e quartzo de dimensões pequenas uniformemente distribuídos. (50 \times)
- 5 Radiogramas de pó de fragmentos cerâmicos Estação Arqueológica de Mairos.
 a) Amostra 7, tal qual.
 b) Amostra 8, tal qual.

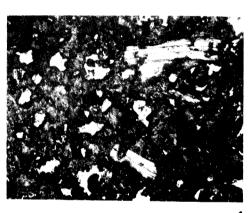
AMOSTRA 5 A

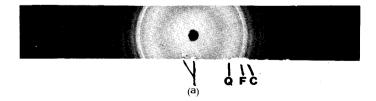




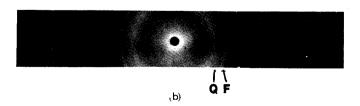
AMOSTRA 6 A







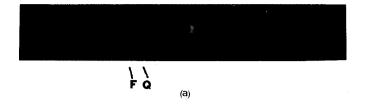
5

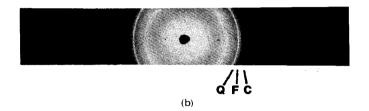


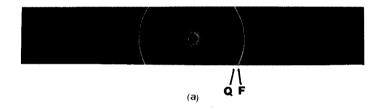
EST. IX

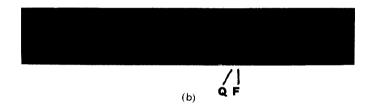
- 1 Radiogramas de pó de fragmentos cerâmicos Estação Arqueológica de S. Lourenço.
 a) Amostra 9, tal qual.
 b) Amostra 10, tal qual.

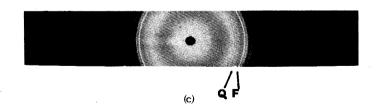
- 2 Radigramas de pó de fragmentos cerâmicos Estação Arqueológica de Castelo de Aguiar.
 a) Amostra 1, tal qual.
 b) Amostra 2, tal qual.
 c) Amostra 7A, tal qual.
 d) Amostra 8A, tal qual.

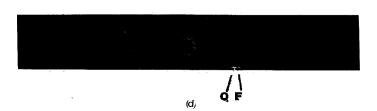








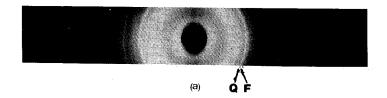


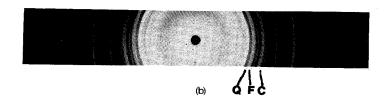


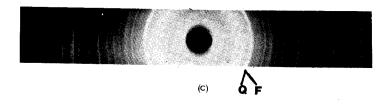
EST. X

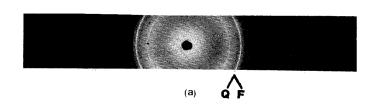
- 1 Radiogramas de pó de fragmentos cerâmicos Estação Arqueológica de Pastoria, 5A.
 a) Amostra 5A, tal qual.
 b) Amostra 5A, aquecida a 550°C, durante ½ hora.
 c) Amostra 5A, aquecida a 950°C, durante 3 h.

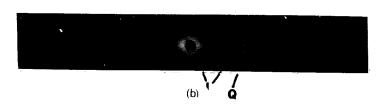
- 2 Radiogramas de pó de fragmentos cerâmicos Estação Arqueológica de Pastoria.
 a) Amostra 4A, tal qual.
 b) Amostra 6A, tal qual.











Est. XI

- 1 Radiogramas de pó de fragmentos cerâmicos Estação Arqueológica de Pastoria.
 a) Amostra 3, tal qual.
 b) Amostra 4, tal qual.
 c) Amostra 5, tal qual.

- 2 Radiogramas de pó de fragmentos cerâmicos Estação Arqueológica de Pastoria —
 1A.
 a) Amostra 1A, tal qual.
 b) Amostra 1A, aquecida a 550.° C, durante ½h.
 c) Amostra 1A, aquecida a 950.° C, durante 3h.

- 3 Radiogramas de pó de fragmentos cerâmicos Estação Arqueológica de Pastoria.
 a) Amostra 6, tal qual.
 b) Amostra 2A, tal qual.
 c) Amostra 3A, tal qual.

- 4 a) Registo termo-analítico do fragmento cerâmico 4.4 b) Registo termo-analítico do fragmento 8A.

