

## Revista Brasileira de Odontologia Legal – RBOL

ISSN 2359-3466

<http://www.portalabol.com.br/rbol>



### Estimativa da idade

## ESTIMATIVA DA IDADE APLICADA A INVESTIGAÇÕES ARQUEOLÓGICAS UTILIZANDO ESPECTROSCOPIA RPE – UMA REVISÃO.

### *Dental age estimation applied to archaeological investigations using spectroscopy ESR – a review.*

Renata Libonati de AZEVEDO<sup>1,2</sup>, Danilo Cavalcante FERNANDES<sup>3</sup>.

1. Departamento de Arqueologia, Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), Pernambuco, Brasil.
2. Graduação em Odontologia, Centro Universitário Tiradentes de Pernambuco (UNIT-PE), Pernambuco, Brasil.
3. Graduação em Odontologia, Centro Universitário Tiradentes de Alagoas (UNIT-AL), Alagoas, Brasil.

#### Informações sobre o manuscrito:

Recebido: 05 de dezembro de 2021  
Aceito: 04 de junho de 2022

#### Autor(a) para contato:

Renata Libonati de Azevedo.  
Av. da Arquitetura, s/n, Cidade Universitária, Recife, Pernambuco, Brasil. Depto. de Arqueologia, Centro de Filosofia e Ciências Humanas, universidade Federal de Pernambuco, 10º andar. CEP: 50.740-550.  
E-mail: [renata.libonati@ufpe.br](mailto:renata.libonati@ufpe.br).

#### RESUMO

A estimativa da idade utilizando dentes humanos é realizada por várias ciências. Enquanto na odontologia e antropologia forense o significado desta estimativa está associado à idade cronológica em indivíduos vivos ou mortos, na arqueologia o significado é outro, e reflete o tempo decorrido desde a formação do dente até a sua descoberta no sítio arqueológico, a chamada datação arqueológica. Diante do potencial uso da datação para identificação de corpos antigos (fossilizados) na área forense, o objetivo deste trabalho é abordar a estimativa da idade de dentes sob a perspectiva da arqueologia, por meio do principal método de datação utilizado: o da espectroscopia por ressonância paramagnética eletrônica (RPE). Com o intuito de verificar as principais aplicações deste método na datação de dentes humanos, foi realizada uma revisão da literatura. Os 18 artigos selecionados mostram que a espectroscopia RPE encontra-se consolidada como método de datação para dentes humanos e tem sido aplicada com sucesso nas últimas décadas, na solução de problemas de diversas pesquisas arqueológicas, ajudando a elucidar questionamentos acerca da dinâmica de ocupação, interações interespecíficas e extinção de várias espécies humanas que habitaram a Terra nas últimas centenas de milhares de anos.

#### PALAVRAS-CHAVE

Odontologia legal; Estimativa da idade pelos dentes; Espectroscopia por ressonância paramagnética eletrônica.

#### INTRODUÇÃO

Os vestígios humanos (ossos, dentes, cerâmicas, líticos, etc.) são a fonte primária de informações sobre as diversas espécies humanas que habitaram o planeta Terra, servindo de pistas para o entendimento do surgimento e da evolução das diversas culturas e do modo de vida

das diferentes sociedades humanas, sejam elas do passado ou do presente<sup>1</sup>.

Embora o estudo dos vestígios humanos não seja exclusividade da arqueologia, a exemplo da odontologia e antropologia forense, a essência da ciência arqueológica é. Desta forma, desde sua origem, a arqueologia tem buscado em

outras áreas do conhecimento, tais como a física e a química, as ferramentas necessárias que permitam o estudo e a compreensão de tais vestígios, culminando no surgimento de uma nova ciência interdisciplinar, conhecida como Arqueometria<sup>1-2</sup>.

Dentre os diversos questionamentos que norteiam as pesquisas arqueométricas, o “Quando?” é um dos principais, pois possibilita um posicionamento cronológico dos vestígios numa escala de tempo, permitindo uma compreensão do desenvolvimento biológico, cultural e tecnológico do homem, bem como da fauna e flora do planeta ao longo do tempo<sup>3</sup>.

Ao longo dos anos, vários métodos absolutos de datação foram desenvolvidos e baseiam-se na medida de alguma propriedade física ou química do material em estudo que varia com o tempo para se estimar a sua idade. Portanto, o método de datação depende do tipo de material a ser datado e da faixa de tempo que se pretende determinar<sup>3-4</sup>.

No âmbito da datação arqueológica um valor numérico é determinado matematicamente, contendo incertezas associadas, por meio de técnicas e métodos específicos. Como consequência direta disso, é bastante comum encontrar nas publicações da área o termo “determinação”, ao invés de “estimativa”, uma vez que ambos são considerados sinônimos<sup>1-3</sup>. Como o presente trabalho está publicado numa revista da área forense, optou-se pelo uso do termo “estimativa” em sua escrita.

Dentes são um dos principais vestígios humanos utilizados para datação<sup>2</sup>.

Pois, são frequentemente encontrados nas escavações arqueológicas. Uma consequência direta do fato de possuírem em sua composição uma parte inorgânica (tecidos mineralizados) que os tornam resistentes aos processos de deterioração que ocorrem no ambiente (ex.: solo, água, gelo) ao longo do tempo<sup>3</sup>.

Os principais métodos empregados pela arqueologia para a datação de dentes humanos são: carbono-14 (C-14), que é baseado na desintegração radioativa do elemento químico C-14; e espectroscopia por ressonância paramagnética eletrônica (RPE), que se baseia na energia absorvida por alguns materiais, como a hidroxiapatita, quando expostos à radiação ambiental<sup>5</sup>.

Apesar de ser um método de datação amplamente conhecido e utilizado por diversas áreas do conhecimento, como a arqueologia e a antropologia forense, o método do C-14 possui duas grandes limitações para sua aplicação em dentes. A primeira e principal, se refere a quantidade e qualidade do material orgânico (colágeno) presente no dente, que nem sempre é suficiente ou adequado para a aplicação do método, sobretudo quando se trata de dentes muito antigos (fossilizados); A segunda, refere-se a faixa de tempo que se pode determinar, visto que por meio do método de datação por C-14 as idades obtidas não costumam ultrapassar mais de cinquenta mil anos<sup>1-3</sup>.

Por outro lado, o método da espectroscopia RPE não possui estas

limitações<sup>6</sup>, uma vez que utiliza a parte inorgânica do dente (hidroxiapatita) que melhor se preserva ao longo do tempo e cobre uma ampla faixa de tempo que se estende desde centenas até milhões de anos. Merecendo destaque a faixa entre 50.000 e 200.000 anos (época de intenso deslocamento e povoamento da nossa espécie *Homo sapiens* por todo o planeta Terra) que está além do período que pode ser datado pelo método do C-14<sup>2,5</sup>. Como consequência direta disso, tornou-se, nas últimas décadas, o método de datação mais indicado para a estimativa da idade de dentes humanos dentro da arqueologia<sup>2,5-6</sup>.

Diferentemente do que ocorre na arqueologia, no âmbito da odontologia e antropologia forense, a estimativa da idade utilizando dentes, está ligada a idade mais próxima da idade cronológica de indivíduos vivos ou mortos<sup>7</sup>, através de métodos confiáveis, sobretudo para a identificação de pessoas desconhecidas<sup>8</sup>. Ou seja, possui um significado diferente da idade arqueológica abordada neste trabalho, que está relacionada ao quanto antigo é um corpo (tempo de enterramento).

Isto não significa que a datação arqueológica não tenha uso na área forense. Muito pelo contrário, possui potencial de aplicação em situações onde seja necessário saber o tempo de enterramento para identificar corpos antigos (fossilizados), provenientes de crimes ou eventos ocorridos a muitas décadas ou séculos passados. Além disso, por ser uma ciência multidisciplinar, legistas podem auxiliar as pesquisas arqueológicas, sendo interessante

conhecer os métodos e técnicas empregados pela arqueologia.

Neste sentido, o presente trabalho tem por objetivo abordar os principais fundamentos que norteiam o tema da datação por espectroscopia RPE de dentes, verificando, a partir de uma revisão da literatura, as principais aplicações deste método dentro da arqueologia, servindo, assim, de inspiração para trabalhos futuros no campo da odontologia forense.

## METODOLOGIA

Para o presente estudo, foi realizada uma busca bibliográfica nas plataformas LILACS (Literatura Latino-Americana e do Caribe em Ciências da Saúde), MEDLINE (Medical Literature Analysis and Retrieval System on-line); e CAPES (Periódicos da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), utilizando os seguintes termos (português/inglês) como palavras-chave: “arqueologia/archaeology”, “determinação da idade pelos dentes/age determination by teeth”, “espectroscopia por ressonância paramagnética eletrônica/electron spin resonance spectroscopy” e “datação de dentes por RPE/ ESR dating of teeth”, sendo este último o único termo dos quatro utilizados que não faz parte dos descritores em ciências da saúde DeCS/MeSH, mas que melhor engloba o tema abordado. O termo “estimativa da idade” não foi utilizado na busca bibliográfica por estar relacionado a trabalhos da área forense que envolvem a estimativa da idade cronológica, que foge do escopo do presente trabalho, além de não estar contemplado dentro do rol de descritores DeCS/MeSH.

As buscas foram realizadas nos meses de setembro e outubro de 2021, com cada termo de forma individual, por cruzamentos em pares e com todos os termos juntos, com exceção do termo “datação de dentes por RPE/ ESR dating of teeth”, utilizado apenas de forma individual. Para a seleção dos artigos, foram adotados os seguintes critérios de inclusão: artigos publicados a partir de 2000, escritos em

português ou inglês, que abordassem a aplicações do método da espectroscopia RPE para a datação de dentes humanos e que estivessem indexados de forma completa nas respectivas bases de dados.

A Tabela 1 apresenta a estratégia de busca utilizada e os artigos encontrados em cada uma das três plataformas, antes e após a aplicação dos critérios de inclusão adotados.

**Tabela 1 – Artigos encontrados nas plataformas LILACS, MEDLINE e CAPES, antes e após aplicação dos critérios de inclusão.**

DESCRITORES	LILACS		MEDLINE		PERIÓDICOS CAPES	
	Antes	Depois	Antes	Depois	Antes	Depois
Arqueologia/Archaeology	210	0	3.001	0	30.388	0
Determinação da idade pelos dentes/ Age determination by teeth	31	0	0	0	13	0
Espectroscopia por ressonância paramagnética eletrônica/ Electron spin resonance spectroscopy	43	0	0	0	40	0
Arqueologia e Determinação da idade pelos dentes/ Archaeology and Age determination by teeth	1	0	12	0	9	0
Arqueologia e Espectroscopia por ressonância paramagnética eletrônica/ Archaeology and Electron spin resonance spectroscopy	0	0	1	0	0	0
Determinação da idade pelos dentes e Espectroscopia Paramagnética Eletrônica/ Age determination by teeth and Electron spin resonance spectroscopy	0	0	1	0	0	0
Arqueologia e Determinação da idade pelos dentes e Espectroscopia Paramagnética Eletrônica/ Archaeology and Age determination by teeth and Electron spin resonance spectroscopy	0	0	3	0	0	0
Datação de dentes por RPE/ ESR dating of tooth	0	0	36	07	696	35

Após a leitura do título e resumo dos 42 artigos encontrados, 24 foram descartados por estarem em duplicata ou não se enquadrarem em um dos quatro critérios de inclusão adotados. Por exemplo, artigos que abordavam a datação de dentes de animais da megafauna

(mamíferos de grande porte que habitaram os diversos continentes do planeta, durante o período Pleistocênico<sup>1</sup>) por meio da espectroscopia RPE não foram considerados visto que o interesse desta revisão são dentes humanos. No total, foram selecionados 18 artigos.

Posteriormente, de modo a enriquecer a fundamentação teórica do tema, foram incorporadas ao presente estudo referências basilares da datação de dentes por espectroscopia RPE que não foram encontradas na revisão de literatura realizada nas três plataformas.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Artigos Selecionados

Os 18 artigos selecionados, juntamente com suas principais informações, são apresentados na Tabela 2.

Observa-se pela Tabela 2 que dos 18 artigos selecionados, 13 são de

delineamento experimental (72%), enquanto 5 são teóricos (28%), refletindo as aplicações do método na pesquisa arqueológica. Além disso, fica evidente que a grande maioria das revistas onde os artigos foram publicados são internacionais (80%), sendo apenas 2 das 10 revistas nacionais (10%), o que justifica apenas 1 dos 18 artigos selecionados ser escrito em língua portuguesa (6%).

As revistas em que os artigos foram publicados são de áreas diversas, sobretudo das ciências humanas (5 revistas) e exatas (5 revistas), demonstrando a multidisciplinaridade do tema.

**Tabela 2 – Principais informações dos artigos selecionados.**

Título (ano)	Nome da Revista	Delineamento do Estudo	Desfecho
Improvements in dating tooth enamel by ESR <sup>9</sup> (2000)	Applied Radiation and Isotopes	Teórico	A depender da complexidade do espectro RPE observado, as amostras de dentes fossilizados podem ser agrupadas em diferentes grupos.
ESR dating: is it still an "experimental" technique? <sup>10</sup> (2000)	Applied Radiation and Isotopes	Teórico	Progressos notáveis foram obtidos com os equipamentos e técnicas de medição para a realização da datação por espectroscopia RPE. Para amostras de esmalte dentário, o método encontra-se bem estabelecido, o que não descarta a necessidade constante de novas pesquisas para se obter idades cada vez mais precisas e exatas, visto que qualquer método de datação possui limitações e incertezas associadas.
ESR and AMS-based C-14 dating of Mousterian levels at Mujina Pećina, Dalmatia, Croatia <sup>11</sup> (2002)	Journal of Archaeological Science	Experimental	Estabelecimento do primeiro marco temporal para o sítio arqueológico Mujina Pećina, localizado no sul da Croácia, através da datação de 2 dentes por meio do método da espectroscopia RPE, e de outras amostras via outros métodos de datação. As idades RPE médias encontradas para os dentes foram de $40 \pm 7$ ka* e $44 \pm 5$ ka.
Dating of Tooth Enamel from Aterian Levels at Mugharet el 'Aliya (Tangier, Morocco) <sup>12</sup> (2003)	Journal of Archaeological Science	Experimental	As idades RPE para esmalte dentário coletadas no sítio Mugharet el 'Aliya, sugerem uma ocupação do local por grupos humanos da cultura Ateriana anterior a 40 ka. Resultado este que está em consonância com as cronologias obtidas (90-60 ka) em outros sítios arqueológicos no Saara Central, onde a presença Ateriana já foi identificada.

Título (ano)	Nome da Revista	Delimitação do Estudo	Desfecho
On the age of Border Cave 5 human mandible <sup>13</sup> (2003)	Journal of Human Evolution	Experimental	O método da RPE em combinação com a técnica de ICP-MS** proporcionou a estimativa de uma idade de $74 \pm 5$ ka, utilizando um fragmento de esmalte dentário de mandíbula de uma ossada identificado como "Border Cave 5".
Confirmation of a near 400 ka age for the Yabrudian industry at Tabun Cave, Israel <sup>14</sup> (2004)	Journal of Archaeological Science	Experimental	Uma idade de $340 \pm 33$ ka foi estimada a partir de um dente encontrado "in situ" no importante sítio Paleolítico*** Inferior e Médio de Tabun (Israel). Esta datação comprovou que de fato a ocupação humana no local é mais antiga, e que usar amostras provenientes de museus (não coletadas "in situ") não são adequadas, por não permitir a adequada estimativa da taxa de dose anual do local.
U-series and ESR analyses of bones and teeth relating to the human burials from Skhul <sup>15</sup> (2005)	Journal of Archaeological Science	Experimental	As datações de dentes e ossos, serviram para esclarecer problemas que envolvem os primeiros humanos modernos que chegaram ao sítio de Skhul (Israel), sugerindo que estes já habitavam o local antes de 100 ka.
Direct dating of human fossils <sup>16</sup> (2006)	American Journal of Physical Anthropology	Teórico	Fósseis humanos (dentes e ossos) podem ter suas idades estimadas a partir de diferentes métodos de datação, incluindo o da espectroscopia RPE.
Dating the Demise: Neandertal extinction and the establishment of modern humans in the southern Caucasus <sup>17</sup> (2008)	Journal of Archaeological Science	Experimental	As idades encontradas a partir de datações de 76 amostras (incluindo 5 dentes por espectroscopia RPE) mostram que o sítio arqueológico paleolítico de Ortvale Klde Rockshelter (Geórgia) foi habitado durante muito tempo por Neandertais, e que estes foram extintos de forma relativamente rápida, tendo sido ocupado por populações humanas modernas que chegaram no local por volta de 42-34 ka.
Dating of the hominid ( <i>Homo Neanderthalensis</i> ) remains accumulation from El Sidron Cave (Pilon, Asturias, north Spain): an example of a multi-methodological approach to the dating of upper pleistocene sites <sup>18</sup> (2009)	Archaeometry	Experimental	Idades entre 35 e 49 ka, foram estimadas a partir de vestígios Neandertais provenientes da caverna El Sidrón (Espanha) utilizando-se diferentes métodos de datação e amostras, incluindo o método da espectroscopia RPE e amostras de dentes.
Datação de dentes por espectroscopia RPE: fundamentos, metodologia e aplicações <sup>19</sup> (2009)	CLIO. Série Arqueológica (UFPE)	Teórico	A datação por espectroscopia RPE é de fundamental importância para o desenvolvimento da arqueologia, sobretudo em sítios onde o método do C-14 não pode ser utilizado.
The challenge of direct dating old human fossils <sup>20</sup> (2010)	Quaternary International	Experimental	A datação de fósseis humanos (ossos e dentes) mais antigos do que 500 ka é possível, desde que se combine o método da série do urânio com o da espectroscopia RPE.

Título (ano)	Nome da Revista	Delineamento do Estudo	Desfecho
The age of the 20 meter Solo River terrace, Java, Indonesia and the survival of <i>Homo erectus</i> in Asia <sup>21</sup> (2011)	Plos one	Experimental	Novas idades RPE, em associação com o método da série do urânio, foram obtidas para tentar elucidar os questionamentos a respeito da ocupação e extinção da espécie <i>Homo erectus</i> no local. As idades encontradas sugerem ocupação mais antigas (podendo chegar à casa dos 143 ka) que as datações realizadas em 1996, quando idades entre 35-50 ka foram obtidas.
The chronostratigraphy of the Haua Fteah cave (Cyrenaica, northeast Libya) <sup>22</sup> (2014)	Journal of Human Evolution	Experimental	As idades de duas mandíbulas de humanos modernos foram estimadas por meio do método da espectroscopia RPE. Os dentes utilizados, forneceram idades entre 73 e 65 ka, contribuindo com informações para ajudar a elucidar as questões de ocupação de espécies humanas na região do norte da África.
Dating results on sedimentary quartz, bones and teeth from the Middle Pleistocene archaeological site of Coudoulous I (Lot, SW France): A comparative study between TT-OSL and ESR/U-series methods <sup>23</sup> (2015)	Quaternary Geochronology	Experimental	Foram realizadas datações de 7 dentes por espectroscopia RPE em associação com o método da série do urânio, além de datações de sedimentos pelo método da LOE****. Ambos os métodos forneceram idades consistentes, permitindo a correlação da ocupação humana no local como sendo do início do Paleolítico Médio (157 ± 14 ka) ao Paleolítico Inferior (193 ± 32 ka).
Dating of fossil human teeth and shells from Toca do Enoque site at Serra das Confusões National Park, Brazil <sup>24</sup> (2016)	Anais da Academia Brasileira de Ciências	Experimental	As idades de um dente humano e concha fóssil proveniente de um sítio localizado na região sudoeste do Piauí foram estimadas de forma independente por dois laboratórios (UFPE e USP) e os resultados comparados. As idades obtidas para o dente e a concha, por ambos os laboratórios, são semelhantes (~ 4.8ka). Os resultados também estavam de acordo com as datações por C-14 da concha e outras amostras (carvão) encontradas no local, mostrando que o método da espectroscopia RPE é confiável e uma boa alternativa para locais onde remanescentes fósseis estão muito deteriorados para a aplicação do método do C-14.
A very personal, 35 years long journey in ESR dating <sup>6</sup> (2018)	Quaternary international	Teórico	Reflexões e ideias sobre o tema da datação por espectroscopia RPE são fornecidas a partir do relato pessoal de um dos mais importantes pesquisadores da área.
Middle Stone Age human teeth from Magubike rockshelter, Iringa Region, Tanzania <sup>25</sup> (2018)	Plos one	Experimental	6 dentes de homínídeos, com forte sugestão para a espécie <i>Homo sapiens</i> moderno, foram datados por espectroscopia RPE. As idades obtidas divergiram das obtidas com carbono-14 para conchas de caracol associadas, tendo sido estimada uma idade mínima conservadora de 45 ka.

\* ka: mil anos; \*\* ICP-MS: Espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado; \*\*\*Paleolítico: Primeiro período da pré-história, também conhecido como Idade da Pedra Lascada. Caracterizado por grupos humanos nômades, caça, pesca, colheita de frutos e a descoberta do fogo. Compreende desde as origens do homem até 8000 A.C. \*\*\*\*LOE: Luminescência Ópticamente Estimulada.

## Fundamentos da espectroscopia RPE aplicada à datação

A espectroscopia RPE (em inglês: “*Electron Paramagnetic Resonance*”, EPR), também chamada de ressonância de spin eletrônico, RSE (em inglês: “*Electron Spin Resonance*”, ESR), é um método físico desenvolvido nas décadas de 1950 e 1960, tendo como fundamentação e interpretação a física quântica. Consiste na detecção de centros paramagnéticos e radicais livres presentes na composição de diversos tipos de minerais, como é o caso da Hidroxiapatita (HAp) encontrada nos tecidos dentários, que são formados quando os minerais são expostos à radiação ionizante<sup>3</sup>.

Desde os primeiros trabalhos na década de 1970 até o presente<sup>3,6</sup>, significativos avanços foram obtidos para a melhoria da qualidade dos equipamentos (espectrômetros RPE), das metodologias de medida e análise, e para a compreensão da estrutura e comportamento do sinal RPE usado para datação, o que tem permitido que o método possa ser aplicado com sucesso (idades confiáveis) numa grande variedade de materiais arqueológicos, paleontológicos e geológicos, tais como dentes (esmalte dentário), corais, moluscos, espeleotemas e quartzo<sup>3,6,9-10</sup>.

### Princípio do método de datação

Durante o tempo de enterramento, as amostras ficam expostas à radiação ambiental natural que é proveniente dos raios cósmicos, principalmente dos radionuclídeos: urânio (U-238), tório (Th-

232) e potássio (K-40), presentes tanto no solo como na composição das amostras<sup>3,16</sup>.

Ao longo do tempo, a dose acumulada pelas amostras, a partir da exposição à radiação ambiental, induz na estrutura cristalina das mesmas a formação de elétrons desemparelhados que podem originar centros paramagnéticos e radicais livres que são detectados no espectrômetro RPE<sup>3</sup>. A vida média desses centros e radicais à temperatura ambiente pode variar de algumas horas (instável) até milhões de anos (estável), sendo os centros paramagnéticos estáveis os de interesse para aplicações na datação de materiais arqueológicos ou geológicos<sup>2-4</sup>.

No caso das amostras de dentes, o sinal RPE representa o período compreendido entre a formação da HAp no esmalte dentário (tempo zero,  $t = 0$ ) e a coleta da amostra no sítio arqueológico<sup>3,16,26</sup>. Portanto, quanto mais antiga for uma amostra, maior será a dose absorvida por ela e, por consequência, um sinal RPE maior será observado<sup>1-3,16,19</sup>.

Relacionando-se essa dose absorvida pela amostra, chamada de dose acumulada (DA), medida em gray (Gy), com a taxa de dose a qual a amostra foi exposta ao longo do tempo (TD), em Gy/ano, a idade RPE ( $I_{RPE}$ ) da amostra, em anos, pode ser obtida segundo a equação<sup>3</sup>:

$$I_{RPE} \text{ (anos)} = \frac{DA \text{ (Gy)}}{TD \left( \frac{\text{Gy}}{\text{ano}} \right)} \quad (1)$$

### Dose Acumulada (DA)

As medidas RPE são realizadas nos chamados espectrômetros RPE (Figura 1). Nesses equipamentos, a absorção de

energia (condição de ressonância) é medida variando-se o campo magnético (H), enquanto a frequência de micro-ondas ( $\nu$ ) é mantida constante. Comercialmente, podem-se encontrar espectrômetros

operando em diferentes frequências de micro-ondas, sendo as de 9,5 GHz (banda-X) e 25 GHz (banda-K) as mais comumente utilizadas para datação<sup>5</sup>.

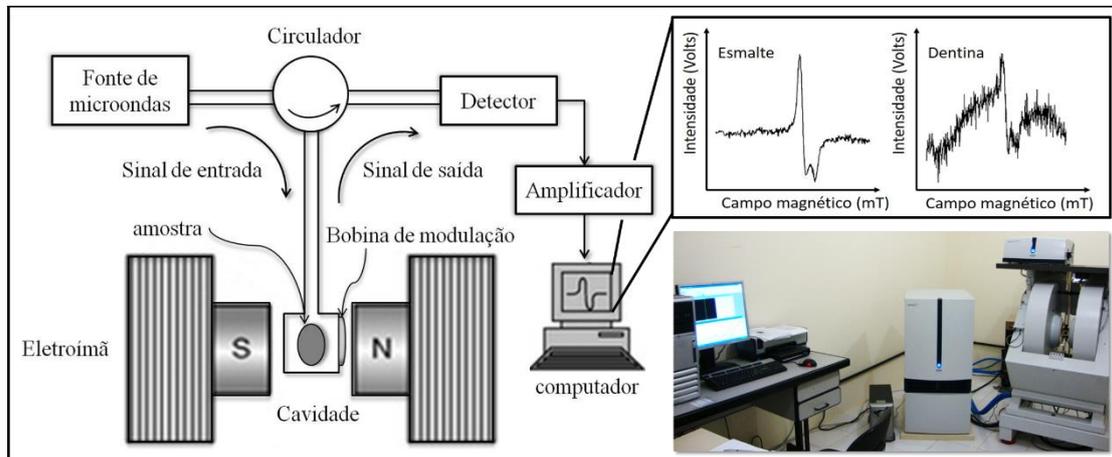


Figura 1 – Espectrômetro RPE e sinais RPE obtidos para tecidos dentários.

Fonte: Adaptado de Azevedo (2016)<sup>1</sup>.

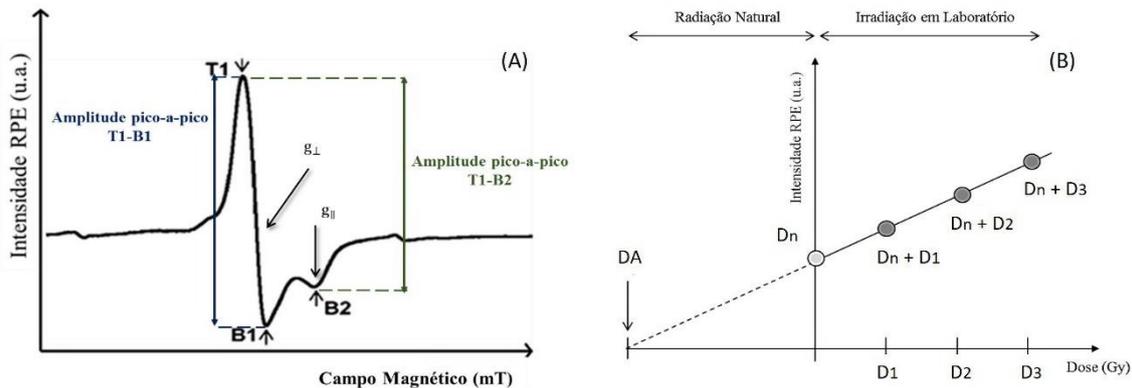
Devido a pouca quantidade de esmalte presente no dente, costuma-se utilizar uma única alíquota de massa, entre 50 e 100 mg, podendo esta ser pulverizada (mais comum e simples) ou fragmentada<sup>16</sup>. Por este motivo, é sugerido, sempre que possível, utilizar amostras de dentes molares por estes possuírem uma quantidade maior de esmalte<sup>5,16</sup>.

Para a datação de dentes, costuma-se utilizar o sinal RPE proveniente do radical  $\text{CO}_2^-$  da hidroxiapatita (HAp) (Figura 2A), mineral cristalino cuja composição básica é o  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , por este apresentar estabilidade a temperatura de 25 °C de  $10^7$  anos<sup>5-6,16,19</sup>. Dentre os tecidos dentários mineralizados, o esmalte é o que apresenta a maior concentração de HAp: esmalte ( $\cong 96\%$ ), dentina ( $\cong 70\%$ ) e cimento ( $\cong 70\%$ ). Consequentemente, o sinal RPE do

esmalte possui menos “borramento” (ruído de sinal) se comparado com o da dentina (Figura 1), sendo por este motivo o material selecionado para utilização no processo de datação<sup>16</sup>. Portanto, para a realização das medidas RPE, o esmalte precisa ser separado da dentina e submetido a um processo de limpeza que envolve o uso de ácido clorídrico (HCl) diluído em água destilada. A fim de se obter um sinal RPE com pouco ruído e que não interfira de forma significativa na estimativa da idade<sup>1,2</sup>.

Relacionando-se a variação da amplitude do sinal RPE com diferentes e crescentes doses de radiação ionizante laboratoriais (normalmente com irradiadores contendo fonte de radiação gama), por meio do método de doses aditivas, são obtidas as chamadas curvas de calibração (Figura 2B). As doses

acumuladas são obtidas extrapolando-se a curva de ajuste aos pontos até o eixo



**Figura 2 – Parâmetros do sinal RPE de amostra de esmalte dentário humano e curva de calibração. Parâmetro da amplitude pico – a – pico do sinal RPE de esmalte dentário; (B) Esquema de curva de calibração construída através do método de doses aditivas, onde Dn é a dose natural da amostra. Adaptado de Azevedo (2016)<sup>1</sup>.**

*Taxa de Dose Anual (TD)*

A TD representa um desafio para a datação, uma vez que é calculada a partir de uma suposição de como os diferentes tipos de radiação presentes no ambiente (Ex.: alfa, beta, gama, cósmica) influenciaram no acúmulo da dose acumulada<sup>3,16</sup>. Embora seja impossível saber como era exatamente o ambiente ao longo do tempo em que a amostra ficou enterrada, com o conhecimento adquirido e a instrumentação desenvolvida nas últimas décadas, consegue-se estimar com boa precisão e exatidão as taxas de dose anuais<sup>5</sup>.

Os valores das taxas de dose anual, para as radiações alfa ( $\alpha$ ), beta ( $\beta$ ) e gama ( $\gamma$ ), provenientes do U-238 e Th-232, para a concentração igual a 1 ppm (partes por milhão), e do K-40, para a concentração de 1 por cento (%), já são conhecidos e tabelados<sup>1-3</sup>. Isto possibilita que ao se determinar as concentrações dos elementos radioativos urânio, tório e potássio presentes no esmalte dentário

horizontal<sup>3</sup> (linha tracejada na Figura 2B).

(taxa de dose interna,  $TD_{int}$ ) e nos sedimentos e materiais (como a dentina) encontrados ao redor da amostra (em um raio de 30 cm) mais radiação cósmica (taxa de dose externa,  $TD_{ext}$ ), a taxa de dose anual (TD) possa ser estimada<sup>1-3,16</sup>.

Os métodos comumente empregados para a determinação dos teores dos radionuclídeos são a espectrometria gama com sistemas de detecção com base em detectores de germânio hiperpuro (GeHP) ou iodeto de sódio (NaI), a análise por ativação neutrônica (AAN) e a Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS)<sup>1-3,5,16</sup>.

Portanto, é imprescindível que durante as escavações nos sítios arqueológicos, a coleta do sedimento ao redor do dente seja coletada para uma estimativa adequada da TD. Motivo este que inviabilizada, na maioria das vezes, a datação de amostras expostas em museus<sup>14</sup>.

*Estimativa das Idades RPE*

Diante dos diversos fatores que interferem diretamente no acúmulo da dose acumulada pela amostra (Ex.: umidade, espessura da amostra, profundidade de coleta, altitude, desequilíbrio do urânio, modelo de captação do urânio, etc.), e que precisam ser levados em consideração na hora de se estimar as taxas de dose anuais<sup>2-3,6,16</sup>, foram desenvolvidos programas computacionais, dentre os quais dois foram desenvolvidos especificamente para a datação de dentes (esmalte dentário) por espectroscopia RPE: Data<sup>27</sup> e Rosy<sup>28</sup>. Idades estatisticamente semelhantes costumam ser obtidas nos trabalhos de datação RPE de dentes quando ambos os programas são utilizados<sup>1,24</sup>.

No geral, os valores das idades RPE podem variar de centenas até milhões de anos, com erros entre 5 e 10%<sup>3,5-6</sup>. Quando a espectroscopia RPE é associada ao método da série do urânio (Série-U) idades maiores que 500 mil anos podem ser obtidas<sup>20</sup>, o que tem se mostrado bastante útil na datação de dentes provenientes de sítios arqueológicos muito antigos (acima de 100 mil anos), onde devido a fossilização avançada, muitas vezes, a qualidade e quantidade de esmalte e dentina presentes no dente é muito pouca<sup>21,23</sup>.

#### *Algumas Aplicações*

Como pode ser observado na Tabela 2, as aplicações do método da espectroscopia RPE na datação de dentes envolvem estudos que buscavam o estabelecimento de um marco temporal inexistente para um determinado local<sup>11</sup>, ou

validar outras datações realizadas simultaneamente ou previamente aos estudos<sup>11,18,24-26</sup>.

Independentemente de onde a amostra de dente tenha sido encontrada e coletada, esta representa uma prova irrefutável da presença de uma determinada espécie humana neste local<sup>16</sup>. Prova disto é que a grande maioria dos trabalhos experimentais encontrados nesta revisão de literatura envolvem estudos que buscam compreender a dinâmica de ocupação de determinados lugares por distintas espécies humanas ao longo do tempo.

À luz de todo o conhecimento adquirido até o presente, os humanos surgiram há cerca de 2,5 milhões de anos na África Oriental, a partir de um gênero primata em comum chamado "*Australopithecus*" (que significa "macaco do sul"). Por volta de 2 milhões de anos atrás, alguns destes humanos arcaicos deixaram sua terra natal (provavelmente por escassez de água e comida) para desbravarem outras terras, alcançando os demais continentes. Ao longo do tempo, estes grupos se adaptassem aos diferentes climas e ambientes (fauna e flora) surgindo assim diferentes espécies humanas que coexistiram ao mesmo tempo, até que por volta de 13 mil anos atrás a nossa espécie "*Homo sapiens*" (que significa "homem sábio") torna-se a única espécie humana a habitar o planeta Terra<sup>29</sup>.

Trabalhos como os realizados no sítio Border Cave<sup>13</sup> e na caverna Magubik<sup>25</sup> são exemplos de aplicação que buscam entender a dinâmica de ocupação e interação da espécie humana "*Homo*

*sapiens*” na região Sul da África, e como estes humanos modernos desenvolveram diferentes culturas e civilizações antigas nesta região.

Datações realizadas em sítios arqueológicos da região Norte da África e na região onde hoje se localiza a cidade de Israel tem contribuído para esclarecer dúvidas sobre como os primeiros humanos partiram para ocuparem os continentes europeu e asiático<sup>22</sup>, assim como entender como as diferentes culturas que habitavam a região interagem<sup>12,14</sup> e como os primeiros humanos modernos chegaram à região<sup>15</sup>.

Datações de dentes da espécie “*Homo neanderthalensis*” (que significa “homem de Neander”), popularmente conhecida como neandertais, tem ajudado a arqueologia a entender por quanto tempo esta espécie habitou determinado local<sup>18,23</sup> e quando a extinção desta espécie neste local ocorreu, dando lugar as ocupações humanas modernas de *sapiens*<sup>17,21</sup>.

Aqui no Brasil, datações de dentes por espectroscopia RPE também tem sido realizada. Trabalhos com amostras de dentes humanos provenientes de sítios arqueológicos localizados na região do Parque Nacional da Serra da Capivara (PI)<sup>24,30</sup>, localizado na região sudoeste do Piauí, onde várias idades superiores a 12 mil anos foram determinadas<sup>19</sup> (considerado marco inicial para a ocupação do continente Sul Americano segundo a teoria clássica de Bering), tem ajudado a desvendar o grande enigma da ocupação humana no continente Americano.

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

A estimativa da idade pelos dentes é uma prática comum na arqueologia e na área forense. Enquanto nesta última a idade está relacionada a idade cronológica de indivíduos vivos ou mortos, na outra a estimativa da idade, também chamada de datação, reflete o quão antigo um corpo é, ou seja, o tempo decorrido desde seu enterramento.

Em relação à revisão da literatura, a palavra-chave “datação de dentes por RPE/ESR dating of teeth” demonstrou ser a mais eficiente para a busca de artigos sobre o tema.

As revistas onde os 18 artigos que foram selecionados neste trabalho encontram-se publicados, são, na sua grande maioria, revistas estrangeiras, o que justifica o fato de apenas 1 destes 18 artigos está publicado na língua portuguesa, demonstrando, assim, a importância do presente trabalho na divulgação científica do tema no âmbito nacional.

A partir da leitura e análise dos trabalhos selecionados, pode-se concluir que o método da espectroscopia RPE tem sido aplicado com sucesso pela arqueologia no estabelecimento de idades de dentes humanos, com erros típicos variando entre 5 e 10%, contribuindo com informações temporais fundamentais para o entendimento dos processos de migração, ocupação, interação e extinção de diversas espécies humanas, sobretudo em sítios arqueológicos antigos (≥ 50 mil anos). Por outro lado, nenhum trabalho com aplicação deste método na área legal/forense foi encontrado.

Embora este fato induza uma ideia errônea de que a datação de dentes não tem utilidade para a área forense, situações onde seja necessário saber o tempo de enterramento para identificar corpos antigos (fossilizados), provenientes de

crimes ou eventos ocorridos há muitas décadas ou séculos passados, tem grande potencial para a aplicação da datação por espectroscopia RPE, visto que este método possui um limite de detecção que varia de centenas a milhares de anos.

#### ABSTRACT

Age estimation using human teeth is performed by several fields of knowledge. While in forensic dentistry and anthropology the meaning of this estimate is associated with chronological age in living or dead individuals, in archaeology, the meaning is different and reflects the time elapsed from the formation of the tooth until its discovery at the archaeological site, the so-called archaeological dating. Faced with the potential use of archaeological dating to identify ancient (fossilized) bodies in the forensic area, the aim of this work is to approach the age estimation of teeth from the perspective of archaeology, through the main dating method used: Electron spin resonance (ESR) spectroscopy. In order to verify the main applications of this method for the dating of human teeth, a literature review was carried out. 18 articles were selected and show that ESR spectroscopy is consolidated as a dating method for human teeth and it has been applied, successfully over the last few decades, in the solution of problems of several archaeological researches, helping to clarify questions about the dynamics of occupation, interspecific interactions and extinction of several human species that have inhabited the Earth in the last few hundred thousand years.

#### KEYWORDS

Forensic dentistry; Age estimation by teeth; Electron spin resonance spectroscopy.

#### REFERÊNCIAS

1. Azevedo RL. Datação do sítio arqueológico lagoa Uri de Cima (PE, Brasil) por espectroscopia RPE e luminescência. Tese (Doutorado). Universidade Federal de Pernambuco. Recife, PE; 2016. 137p.
2. Guilarte V. ESR dating in Archaeology. In: Shukla A. K. Spectroscopic Techniques for Archaeological and Cultural Heritage Research. Bristol, UK: IOP Publishing Ltd; 2020, p 2-1 a 2-29.
3. Ikeya M. New application of ESR: Dating, dosimetry and microscopy. Singapura: Scientific World; 1993.
4. Rink W, Thompson J. Encyclopedia of Scientific Dating Methods. Springer, 2014.
5. Skinner AR. Electron Spin Resonance Dating. In: Alderton D, Scott AE. Encyclopedia of Geology. 2nd ed. Academic Press; 2021, p. 153-63.
6. Grün R. A very personal, 35 years long journey in ESR dating. Quat Int. 2018, 556: 20-37. <https://doi.org/10.1016/j.quaint.2018.11.038>.
7. Peyneau PD, Dezem, TU. Estimativa de idade por meio do volume das câmaras pulpares em imagens de tomografia computadorizada de feixe cônico – revisão de literatura. Rev Bras Odontol Leg RBOL. 2020, 7(1): 67-77. <https://doi.org/10.21117/rbol-v7n12020-298>.
8. Corrêa NMO, Maia LVA, Freitas SG, Moura RNV. Estimativa de idade dental em corpos não identificados: aplicação e desafios da rotina odontológica. Rev Bras Odontol Leg RBOL. 2021, 8(1): 88-98. <https://doi.org/10.21117/rbol-v8n12021-363>.
9. Skinner AR, Blackwell BA, Chasteen ND, Shao J, Min SS. Improvements in dating tooth enamel by ESR. Appl Radiat Isot. 2000, 52(5): 1337-44. [https://doi.org/10.1016/s0969-8043\(00\)00092-0](https://doi.org/10.1016/s0969-8043(00)00092-0).
10. Skinner AR. ESR dating: is it still an 'experimental' technique? Appl Radiat Isot. 2000, 52(5): 1311-6. [https://doi.org/10.1016/s0969-8043\(00\)00089-0](https://doi.org/10.1016/s0969-8043(00)00089-0).
11. Rink WJ, Karavanic I, Pettitt PB, Van der Plicht J, Smith FH, Bartoll, J. ESR and AMS-based C-14 dating of Mousterian levels at Mujina Pećina, Dalmatia, Croatia. J Archaeol Sci. 2002, 29(9):943-52.
12. Wrinn PJ, Rink, WJ. ESR Dating of Tooth Enamel from Aterian Levels at Mugharet el 'Aliya (Tangier, Morocco). J Archaeol Sci. 2003, 30(2):123-33.
13. Grün R, Beaumont P, Tobias PV, Eggins S. On the age of Border Cave 5 human mandible. J Hum Evol. 2003, 45(2):155-67.
14. Rink WJ, Schwarcz HP, Ronen A, Tsatskin A. Confirmation of a near 400 ka age for the Yabrudian industry at Tabun Cave, Israel. J Archaeol Sci. 2004, 31 (1):15-20.
15. Grün R, Stringer C, Mcdermott F, Nathan R, Porat N, Robertson S, *et al.* U-series and ESR analyses of bones and teeth

- relating to the human burials from Skhul. *J Archaeol Sci.* 2005, 49(3):316-34.
16. Grün R. Direct dating of human fossils. *Am J Phys Anthropol.* 2006, 43:2-48.
  17. Adler DS, Bar-Yosef O, Belfer-Cohen A, Tushabramishvili N, Boaretto E, Mercier N. Dating the demise: Neandertal extinction and the establishment of modern humans in the southern Caucasus. *J Archaeol Sci.* 2008, 55(5): 817-33.
  18. De Torres T, Ortiz JE, Grün R, Eggins S, Valladas H, Mercier N, *et al.* Dating of the hominid (*Homo Neanderthalensis*) remains accumulation from El Sidron Cave (Pilona, Asturias, north Spain): an example of a multi-methodological approach to the dating of upper pleistocene sites. *Archaeometry.* 2009, 52(4): 680–705.
  19. Sullasi HSL, Azevedo RL, Pessis AM. Datação de dentes por espectroscopia RPE: fundamentos, metodologia e aplicações. *CLIO (UFPE).* 2009, 24: 97-114.
  20. Grün R, Aubert M, Hellstrom J, Duval M. The challenge of direct dating old human fossils. *Quat Int.* 2010, 223: 87-93. <https://doi.org/10.1016/j.quaint.2009.10.005>.
  21. Indriati E, Swisher CC, Lepre C, Quinn RL, Suriyanto RA, Hascaryo AT, *et al.* The age of the 20 meter Solo River terrace, Java, Indonesia and the survival of *Homo erectus* in Asia. *PLoS One.* 2011, 6(6):1-10. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0021562>.
  22. Douka K, Jacobs Z, Lane C, Grün R, Farr L, Hunt C, *et al.* The chronostratigraphy of the Haua Fteah cave (Cyrenaica, northeast Libya. *Inglaterra: J Hum Evol.* 2014, 66: 39-63. <https://doi.org/10.1016/j.jhevol.2013.10.001>.
  23. Hernandez M, Bahain JJ, Mercier N, Tombret O, Falguères C, Jaubert J. Dating results on sedimentary quartz, bones and teeth from the Middle Pleistocene archaeological site of Coudoulous I (Lot, SW France): A comparative study between TT-OSL and ESR/U-series methods. *Quat Geochronol.* 2015,30: 493-7. <https://doi.org/10.1016/j.quageo.2015.06.003>.
  24. Kinoshita A, Sullasi HSL, Asfora VK, Azevedo RL, Guzzo P, Guidon N, *et al.* Dating of fossil human teeth and shells from Toca do Enoque site at Serra das Confusões National Park, Brazil. *An Acad Bras Cienc.* 2016, 88(2):847-55. <https://doi.org/10.1590/0001-3765201620150083>.
  25. Willoughby PR, Compton T, Bello SM, Bushozi PM, Skinner AR, Stringer CB, *et al.* Middle Stone Age human teeth from Magubike rockshelter, Iringa Region, Tanzania. *PLoS One.* 2018, 13(7):1-40. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0200530>.
  26. Rink WJ. Electron Spin Resonance (ESR) Dating and ESR applications in Quaternary science and archaeometry. *Radiat Meas.* 1997, 27: 975-1025.
  27. Grün R. The “AGE” program for the calculation of luminescence age estimates. *Ancient TL.* 2009, 27(2):45-6.
  28. Brennan BJ, Rink WJ, Rule EM, Schwarcz HP, Prestwich WV. The ROSY ESR dating program. *Ancient TL.* 1999: 17: 45-53.
  29. Harari YN. *Sapiens: Uma breve história da humanidade.* 51st ed. Porto Alegre, L&PM; 2020.
  30. Kinoshita A, Figueiredo AMG, Felice GD, Lage MCSM, Guidon N, Baffa O. Electron spin resonance dating of human teeth from “Toca da Santa shelter of São Raimundo Nonato”, Piauí, Brazil. *Nucl Instrum Methods Phys Res B.* 2008, 266(4): 635-9.