

O estudo de Paleometria na Bacia do Araripe

The study of paleometry in the Araripe Basin

El estudio de la paleometría en la Cuenca de Araripe

Recebido: 27/04/2023 | Revisado: 09/05/2023 | Aceitado: 11/05/2023 | Publicado: 17/05/2023

Ana Luzia Frazão Santos

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4520-3306>
Universidade Regional do Cariri, Brasil
E-mail: analuzia.frazae@urca.br

Olga Alcântara Barros

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2671-4568>
Universidade Regional do Cariri, Brasil
Museu de Paleontologia Plácido Cidade Nuvens, Brasil
E-mail: olga.a.barros@urca.br

João Hermínio da Silva

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9518-3206>
Universidade Federal do Cariri, Brasil
E-mail: herminio@fisica.ufc.br

Monalissa Dias de Souza

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7109-7917>
Universidade Regional do Cariri, Brasil
E-mail: monalissa.dias@urca.br

Shaiane Bezerra dos Santos

ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-7317-6881>
Universidade Regional do Cariri, Brasil
E-mail: shaiane.bezerra@urca.br

Resumo

A presente pesquisa trata-se de uma revisão bibliográfica do tipo narrativa, com o objetivo de apresentar o estado da arte, contendo um panorama atualizado de todos os trabalhos publicados referentes ao uso de técnicas paleométricas na caracterização dos fósseis pertencentes à Bacia do Araripe de forma cronológica no tempo e espaço. As informações foram obtidas por meio de pesquisas em bases de dados online, além de consultas aos repositórios acadêmicos. O emprego da paleometria começou a se expandir no cenário desta unidade estratigráfica a partir das pesquisas de Lima e colaboradores em 2007. Embora já se tenha passado 16 anos desde esses trabalhos pioneiros, poucos estudos foram publicados, totalizando apenas 17 trabalhos até o momento, além de que, essas pesquisas se mostraram restritas, quase exclusivamente ao Grupo Santana (nas Formações Crato, Ipubi e Romualdo) existindo então, uma lacuna para as outras Formações detentoras de fósseis, que compõem a história geológica da região. Espera-se que os dados aqui reunidos e apresentados possam subsidiar e incentivar futuras pesquisas na área, contribuindo, dessa forma, com o progresso e ampliação da paleometria na Bacia do Araripe.

Palavras-chave: Bacia do Araripe; Fósseis; Paleometria.

Abstract

The present research is a bibliographic review of the narrative type, with the objective of presenting the state of the art, containing an updated overview of all the published works referring to the use of paleometric techniques in the characterization of the fossils belonging to the Araripe Basin in a way chronological in time and space. The information was obtained through searches in online databases, in addition to queries in academic repositories. The use of paleometry began to expand in the scenario of this stratigraphic unit from the research by Lima and collaborators in 2007. Although 16 years have passed since these pioneering works, few studies have been published, totaling only 17 works so far, in addition to that these researches were restricted, almost exclusively to the Santana Group (in the Crato, Ipubi and Romualdo Formations), thus existing a gap for the other Formations that hold fossils, which make up the geological history of the region. It is hoped that the data gathered and presented here can subsidize and encourage future research in the area, thus contributing to the progress and expansion of paleometry in the Araripe Basin.

Keywords: Araripe Basin; Fossils; Paleometry.

Resumen

La presente investigación es una revisión bibliográfica de tipo narrativo, con el objetivo de presentar el estado del arte, conteniendo un panorama actualizado de todos los trabajos publicados referentes al uso de técnicas paleométricas en la caracterización de los fósiles pertenecientes a la Cuenca de Araripe. de una manera cronológica en el tiempo y el espacio.

La información se obtuvo a través de búsquedas en bases de datos en línea, además de consultas en repositorios académicos. El uso de la paleometría comenzó a expandirse en el escenario de esta unidad estratigráfica a partir de la investigación de Lima y colaboradores en 2007. Aunque han pasado 16 años desde estos trabajos pioneros, se han publicado pocos estudios, totalizando hasta el momento solo 17 trabajos, además de que estas investigaciones se restringieron, casi exclusivamente, al Grupo Santana (en las Formaciones Crato, Ipubi y Romualdo), existiendo así un vacío para las demás Formaciones que albergan fósiles, que componen la historia geológica de la región. Se espera que los datos recopilados y presentados aquí puedan subsidiar y estimular futuras investigaciones en el área, contribuyendo así al progreso y expansión de la paleometría en la Cuenca de Araripe.

Palabras clave: Cuenca del Araripe; Fósiles; Paleometría.

1. Introdução

O estudo dos fósseis fornece informações valiosas sobre a evolução da vida e oferece subsídios para a compreensão da complexidade da biodiversidade atual (Machado, et al., 2019), dessa forma, a caracterização de espécimes fósseis é importante para compreender a história paleoambiental da região onde são encontrados (Santos & Carvalho, 2009). A fossilização é um processo lento e complexo que envolve condições climáticas, agentes físicos e químicos. Sua compreensão envolve estudos interdisciplinares envolvendo a física, a química, a biologia e a geologia.

Dada essa complexidade, novas técnicas para análise detalhada dos fósseis têm sido cada vez mais utilizadas, contribuindo para o avanço destes estudos (Oliveira, et al., 2015). Mundialmente, o uso de uma série de técnicas analíticas quantitativas e/ou qualitativas e não destrutivas (ou pouco destrutivas) tem se revelado importante para o estudo dos fósseis (Schopf, et al., 2005; Fairchild, et al., 2012). Várias técnicas espectroscópicas, como Espectroscopia Raman (Schopf & Kudryavtsev, 2009), e espectroscopias de raios-X, elevaram as pesquisas em Paleobiologia a um novo patamar de conhecimento e sofisticação (Fairchild, et al., 2012). O termo “Paleometria” é empregado para definir a utilização de técnicas analíticas avançadas para caracterização de fósseis (Riquelme, et al., 2009), fornecendo valiosas informações acerca da composição química, bem como dos eventos envolvidos durante o processo de fossilização.

No cenário brasileiro, essas técnicas paleométricas vêm sendo utilizadas nos últimos 16 anos na Bacia Sedimentar do Araripe, que está localizada entre os estados do Ceará, Pernambuco e Piauí (Figura 1). Pertencente a uma das mais importantes Bacias interiores do Nordeste do Brasil, principalmente por apresentar um jazigo fóssilífero cretácico do tipo *Konservat Lagerstätte* (Vila Nova, et al., 2011) onde diversos tipos de animais e plantas podem ser encontrados preservados por diferentes processos de fossilização (Sousa Filho, et al., 2016).

As pesquisas científicas envolvendo os fósseis da Bacia do Araripe, apesar de relativamente intensas, se restringiam basicamente à prospecção e identificação taxonômica (Lima, et al., 2007a), no entanto, atualmente este cenário mudou, visto que o uso de técnicas analíticas como a difração de raios-X e a espectroscopia, adequadas à caracterização de materiais, está cada vez mais presente nas rotinas dos estudos paleontológicos na Bacia do Araripe, principalmente na última década. O primeiro trabalho nessa área apresentou um estudo de caracterização da composição das escamas de um peixe fóssil oriundo da Formação Romualdo (Grupo Santana), do período Cretáceo, utilizando as técnicas de difração de raios-X em policristais e espectroscopia na região do infravermelho (Lima, et al., 2007a). A partir desse estudo pioneiro, as análises paleométricas nesta região, tornaram-se mais frequentes, totalizando 17 trabalhos publicados até o momento, dentre eles, destacam-se; Sousa Filho, et al., (2011, 2016); Bantim, et al., (2015); Silva, et al., (2013a, 2013b); Oliveira, et al., (2015); Freire, et al., (2014); Barros, et al., (2019).

Nesse contexto, o presente trabalho tem como objetivo apresentar o estado da arte, contendo um panorama atualizado de todos os trabalhos publicados referentes ao uso de técnicas paleométricas na caracterização dos fósseis pertencentes à Bacia do Araripe de forma cronológica no tempo e espaço, de modo a subsidiar e incentivar futuras pesquisas na área.

Figura 1 - Mapa da América do Sul: A. Mapa da localização geográfica do Brasil na América do Sul; B. Mapa com destaque da Região Nordeste localizando a Bacia do Araripe.



Fonte: Autores.

Contexto Geológico

A Bacia do Araripe constitui-se na mais completa e complexa das Bacias interiores do Nordeste do Brasil (Fambrini, et al., 2011). Recebeu esse nome devido à presença de uma feição geomorfológica denominada Chapada do Araripe, uma elevação de 900 m, alongada na direção Leste-Oeste (Valença, et al., 2003). A Bacia encontra-se na parte central da Província Borborema (Almeida & Hasui, 1984) e se estende até os estados do Ceará, Pernambuco e Piauí, ocupando uma área de aproximadamente 12.000km² (Saraiva, et al., 2007).

A origem e evolução da Bacia do Araripe relacionam-se com os eventos tectônicos que resultaram na ruptura do Supercontinente Gondwana e na abertura do Oceano Atlântico Sul (Matos, 1999; Assine, 2007). Seus ciclos de deposição estão relacionados aos mecanismos tectônicos de separação dos continentes da margem atlântica, e definidos como: o Pré-Rifte - estágio anterior à separação, o Sin-Rifte - estágio simultâneo ao esforço de fragmentação dos blocos continentais e o Pós-Rifte - estágio posterior a esta fragmentação (Carvalho & Santos, 2005).

Estudos estratigráficos pioneiros na Bacia do Araripe se devem a Spix & Martius (1820) e Small (1913). Este dividiu o registro sedimentar da Bacia do Araripe em quatro unidades principais. Ao longo das décadas de pesquisa, diversas propostas estratigráficas foram elaboradas para as camadas rochosas da Bacia do Araripe (por exemplo, Ponte & Appi, 1990; Assine, 2007). Para este trabalho adotou-se a proposta de Assine, et al., 2014 que subdivide a coluna estratigráfica em dez unidades geológicas.

2. Metodologia

A presente pesquisa trata-se de uma revisão bibliográfica do tipo narrativa onde, segundo Rother (2007): “Os artigos de revisão narrativa são publicações amplas, apropriadas para descrever e discutir o desenvolvimento ou o "estado da arte" de um determinado assunto, sob ponto de vista teórico ou contextual”. Para a sua realização, foram efetuados levantamentos bibliográficos e a leitura de artigos, dissertações e teses, com os seguintes descritores; “paleometria”, “caracterização

espectroscópica”, “espectroscopia Raman”, “espectroscopia no infravermelho”, “difração de raios-X”, “fluorescência de raios-X” e “microscopia eletrônica de varredura”, utilizados na caracterização de fósseis provenientes da Bacia do Araripe, também foram pesquisadas as mesmas terminologias em inglês.

Os dados analisados foram encontrados em bancos de dados online como a plataforma *The World Geographic Reference System* (GEOREF *database*), portal de periódicos da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (portal CAPES), *Google* acadêmico, Biblioteca Nacional Digital (Fundação Biblioteca Digital). Além disso, foram consultados repositórios acadêmicos, para propiciar uma síntese do conhecimento referente às pesquisas registradas na literatura.

Para a elaboração do mapa com a localização geográfica da Bacia do Araripe, utilizou-se o *software Qgis3*, o sistema de coordenadas geográficas (Datum, Sirgas, 2000) e as bases cartográficas do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE) e da Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais do Serviço Geológico do Brasil (CPRM).

3. Resultados e Discussão

O autor pioneiro na utilização de técnicas paleométricas para caracterizar fósseis provenientes da Bacia do Araripe, foi o pesquisador Ricardo Jorge Cruz Lima no ano de 2007. Os fósseis utilizados por ele foram obtidos a partir de uma escavação controlada realizada em novembro de 2004 no Sítio Romualdo na cidade do Crato-CE. Sua primeira pesquisa caracterizou a composição das escamas de um peixe, identificado como *Rhacolepis buccalis* Agassiz, 1841, originário da Formação Romualdo, utilizando as técnicas de difração de raios-X (DRX) em policristais e espectroscopia na região do infravermelho. Segundo os autores, os resultados mostraram que as escamas são constituídas predominantemente de carbonato de cálcio, CaCO_3 , indicando que os compostos orgânicos originais que constituíam o tecido da escama (proteínas, gorduras, etc) foram substituídos pelo mineral calcita, resultando no processo de fossilização por calcificação, preservados em nódulos calcários (Lima, et al., 2007a).

No mesmo ano, Lima e colaboradores publicaram sua segunda pesquisa na área da paleometria, utilizando um coprólito também pertencente à assembleia fossilífera da Formação Romualdo, aplicando a espectroscopia na região do infravermelho e o DRX. Os resultados das análises mostraram que o coprólito era basicamente composto por hidroxiapatita e sua rocha matriz, formada por carbonato de cálcio, sem a presença de hidroxiapatita. A origem da hidroxiapatita presente no coprólito foi associada ao hábito carnívoro de seu produtor.

Segundo os autores, o conteúdo mineralógico do corpo dos animais, possuía altos índices de hidroxiapatita em sua composição, indicando que um animal carnívoro ao se alimentar de outro animal, digere parcialmente o seu conteúdo ósseo e expele o que não foi processado pelo organismo. Como consequência, as fezes do predador conterão quantidades significativas de hidroxiapatita. Seguindo esse raciocínio, os autores concluíram que o animal que produziu o coprólito, seria um peixe do Cretáceo inferior, com hábitos carnívoros (Lima, et al., 2007b).

As análises paleométricas aplicadas aos fósseis da Bacia do Araripe retomaram 4 anos após a primeira publicação. Sousa Filho, et al., (2011), analisaram os processos envolvidos na fossilização de um vegetal, possivelmente identificado como *Brachyphyllum castilhoi* (Duarte, 1985), da Formação Ipubi, coletada na Mina Pedra Branca, em Santana do Cariri no Ceará, aplicando a DRX combinada com espectros de dispersão de energia de raios-X (EDS), espectrometria por infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e espectroscopia Raman. A partir da combinação dessas técnicas, foi possível constatar que a piritita (FeS_2) foi o mineral encontrado em maior quantidade, indicando a piritização como o principal mecanismo de fossilização da amostra estudada. As análises também demonstraram uma abundância de enxofre e ferro, sendo possível inferir que o ambiente ao redor do material fossilizado era anóxico, o que favoreceu a preservação dos detalhes do material primitivo. Osés e colaboradores, em 2012, analisaram fósseis de artrópodes da Formação Crato em seu trabalho utilizando a espectroscopia Raman, e, pela primeira vez, registraram a hematita como o mineral que substituiu a composição original do organismo no processo de fossilização (Osés, et al., 2012).

Silva, et al., (2013a), submetaram pequenos fragmentos de ossos do membro posterior de um dinossauro terópode, proveniente da Formação Ipubi, à utilização das técnicas de EDS, FTIR, bem como DRX e análise termogravimétricas (TGA). A partir do estudo, o fóssil e sua rocha matriz mostraram-se predominantemente compostos por hidroxiapatita $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ e calcita (CaCO_3) respectivamente. Esses elementos substituíram o conteúdo orgânico original do corpo, através dos mecanismos de fossilização da mineralização em xistos. Os resultados comprovaram que a calcificação também atuou na preservação fossilífera (Silva, et al., 2013a). Desse modo, os autores constataram a existência de fósseis não piritizados nessa formação, em desacordo com a ideia até então relacionada a esses fósseis, onde os trabalhos anteriores teriam demonstrado a piritização como o único mecanismo de fossilização de um espécime da Formação Ipubi (Sousa Filho, et al., 2011).

Posteriormente, Sayão, et al., (2020), após uma revisão estratigráfica da área, concluíram que o local onde foram coletados os ossos do dinossauro terópode pertencia à base da Formação Romualdo, e não à Formação Ipubi como foi anteriormente proposto.

Simultaneamente a este trabalho, Silva, et al., (2013b) publicaram um estudo de dois tipos de lenho fóssil de coloração clara e escura (Gimnospermas da família Araucariaceae), ambos pertencentes à Formação Crato, bem como suas respectivas matrizes. As amostras de lenho de coloração escura e clara foram coletadas em uma área de exploração de calcário laminado no município de Santana do Cariri, Estado do Ceará, e caracterizadas por Raman, espectroscopia de infravermelho (IR), DRX e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os autores concluíram com base na utilização dessas diferentes técnicas, que as matrizes rochosas são formadas principalmente por calcita. Entretanto, os dois tipos de fósseis têm composições diferentes: enquanto a amostra de fóssil de lenho claro foi constituído predominantemente por gipsita, o fóssil de lenho escuro foi composto principalmente por carbono amorfo. Isso sugeriu que na mesma região dois processos foram responsáveis pela fossilização das amostras analisadas. Segundo os autores, uma hipótese sobre a origem do fóssil de lenho escuro foi um incêndio natural, ocorrido em um período seco, com baixa pluviosidade, enquanto o fóssil do lenho de coloração clara, por estar associado a camada de gipsita, sugeriu um ambiente com alta salinidade e altas taxas de evaporação. Isso é compatível com o ambiente da Formação Crato, onde se sugere a ocorrência de períodos secos, com baixos índices pluviométricos durante o Cretáceo (Silva, et al., 2013b).

A caracterização de insetos fósseis oriundos da Bacia do Araripe a partir de técnicas paleométricas foi empregada pela primeira vez com o estudo de Delgado, et al., (2014). O espécime de grilo fóssil da Formação Crato foi cedido aos pesquisadores pela coleção do IGC/USP (Instituto de Geociências da Universidade de São Paulo), sua estrutura foi analisada por MEV e complementada pelo EDS a fim de identificar a composição química das estruturas observadas. Os autores verificaram que o exoesqueleto continha pseudomorfos de pirita framboidal com diâmetros menores que $5 \mu\text{m}$, a estrutura interna do fóssil era formada por pseudomorfos de pirita framboidal com $1 \mu\text{m}$ de diâmetro e apresentavam pequenas quantidades de fósforo e magnésio, diferente da composição observada no exoesqueleto. Os dados do EDS indicaram que as porções externas e internas do material fóssil possuíam os elementos ferro e oxigênio, sugerindo que a pirita foi substituída por óxidos/hidróxidos de ferro devido ao intemperismo (Delgado, et al., 2014).

Freire, et al., (2014) investigaram fósseis de crânios do peixe *Mawsonia* da ordem dos celacantos, obtidos de duas formações geológicas diferentes pertencentes à Bacia do Araripe (Formações Brejo Santo e Romualdo), por espectroscopia Raman, FTIR e DRX. O fóssil da Formação Brejo Santo mostrou-se constituído majoritariamente por hidroxiapatita, e sua matriz rochosa, por calcita, quartzo, albita e uma pequena quantidade de hidroxiapatita. Embora diferentes substâncias tenham sido encontradas na rocha matriz, tornaram o ambiente impróprio para a preservação de partes moles. Essa situação justificou a presença de apenas ossos desarticulados na área escavada.

A segunda amostra fossilífera analisada, pertencente a Formação Romualdo, foi constituída em fase majoritária por hidroxiapatita e calcita em menores concentrações. Sua rocha matriz foi formada por calcita e quartzo, que resultaram na substituição fossilífera por calcita durante o processo de fossilização (Freire, et al., 2014). Apesar do resultado satisfatório, a

substituição não é o único mecanismo de fossilização atuante na Bacia do Araripe, pois, como foi corroborado por Silva, et al., (2013b) para a Formação Crato, esses procedimentos podem se diversificar em uma mesma formação, ocorrendo mais de um processo de fossilização atuando naquele ambiente.

Essa circunstância também foi confirmada posteriormente por Bantim, et al., (2015) onde foi possível caracterizar amostras de lenhos fósseis coletados em um afloramento da Formação Romualdo na localidade de Sobradinho, Estado do Ceará, mediante a utilização de DRX e de fluorescência de raios-X (FRX). As análises revelaram que a fase cristalina predominante no fóssil e na rocha matriz foram constituídas por óxido de silício (SiO₂), indicando que o processo de silicificação foi o responsável pela preservação das amostras preservadas nos arenitos do topo da Formação Romualdo, constituindo a primeira ocorrência de silicificação em vegetais fósseis preservados na camada arenítica na Bacia do Araripe (Bantim, et al., 2015). O suprimento de sílica envolvido no processo de fossilização de vegetais, pode ser interpretado como proveniente de uma fonte externa, composta de materiais terrígenos, sujeitos às condições alcalinas típicas de clima árido (Faria Junior, 1979).

Além do trabalho de Bantim, et al., (2015), outro estudo foi publicado nesse mesmo ano: Oliveira, et al., (2015), analisaram um camarão fóssil com cerca de 28 mm de comprimento e 10 mm de largura, preservados na Formação Ipubi, através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e da detecção de elétrons e mapas elementares de raios-X observados por EDS, usados para gerar micrográficos de alta definição. As imagens resultantes revelaram características morfológicas do fóssil em camadas próximas da superfície, que não puderam ser observadas através da microscopia óptica convencional, como os detalhes morfológicos dos pleópodos, pereópodos, antenas e somitos abdominais. Além disso, as análises também reportaram um processo de fossilização bastante raro, e pioneiro para a Bacia do Araripe, que consistiu na formação de sulfeto de zinco (ZnS) em correlação com a hidroxiapatita (Oliveira, et al., 2015).

Sousa Filho, et al., (2016) publicaram análises referentes a dois tipos de fósseis de peixes da Formação Ipubi, *Cladocyclus gardneri* Agassiz, 1841 e *Vinctifer comptoni* (Agassiz, 1841), os materiais foram coletados em uma área de mineração de calcário laminado com sulfato de cálcio no município de Santana do Cariri-CE. Os resultados obtidos por meio das técnicas de IR, FRX e DRX mostraram que o fóssil de peixe *Cladocyclus gardneri* continham hidroxiapatita e calcita como principais constituintes, enquanto a rocha matriz foi formada por calcita, quartzo e pirita. Em relação ao *Vinctifer comptoni*, as medições confirmaram a presença de hidroxiapatita no fóssil, e em sua matriz rochosa, gipsita, pirita, quartzo e calcita. Estas diferenças nas fases das duas amostras observadas na rocha matriz, indicaram que foram fossilizados em diferentes períodos climáticos, mas no mesmo nível geológico, onde mudanças na temperatura e na salinidade da água, acabaram provocando modificações no meio ambiente, e como consequência a mortandade de peixes (Sousa Filho, et al., 2016).

Paralelamente, Osés (2016) conseguiu obter compreensões importantes sobre os processos responsáveis pela fossilização de insetos e peixes com tecidos moles preservados, pertencentes à Formação Crato, coletados em dois tipos de calcários laminados de diferentes colorações. Foram utilizados espectroscopia Raman, FRX, emissão de raios-X induzidas por partículas (PIXE), MEV e EDS. As apurações revelaram que, enquanto os insetos e os tecidos moles de peixes encontrados nos calcários de coloração bege foram substituídos por pseudomorfos de pirita framboidal, os tecidos de peixes do calcário de coloração cinza foram querogenizados e apresentaram um maior teor de argila e matéria orgânica, implicando que o soterramento poderia ter sido mais rápido no calcário cinza que no calcário de coloração bege, colocando as carapaças mais rapidamente dentro da zona de metanogênese, onde ocorreu a querogenização. Em contrapartida, as carapaças depositadas no calcário de coloração bege teriam passado um período mais longo na zona de redução de sulfato, levando a uma piritização generalizada. Esses resultados mostraram que as fácies influenciadas pelo paleoambiente conseguem preservar os fósseis com diferentes composições elementares preservando até tecidos moles (Osés, 2016).

No ano seguinte, Osés, et al., (2017) analisaram amostras do peixe fóssil *Dastilbe crandalli* Jordan, 1910 pertencente à Formação Crato por fluorescência de raios-X, dispersão de energia (WDXRF), MEV, EDS e espectroscopia Raman. Os

resultados revelaram que os tecidos moles encontrados nas amostras foram piritizados ou querogenizados em diferentes microfácies: a piritização fixou tecidos musculares 3D, sarcolema, núcleos celulares putativos, tendões e olhos, enquanto a querogenização produziu tecidos conjuntivos, tegumento e fibras musculares, confirmando a ampla aplicabilidade do modelo de piritização-querogenização para preservação de peixes da Formação Crato, além disso, também foi constatada a existência de diferentes vias tafonômicas que foram controladas por taxas distintas de sedimentação em duas microfácies diferentes, sugerindo que os peixes fósseis seguiram caminhos distintos de preservação de acordo com variações paleoambientais (Osés, et al., 2017). O trabalho também se destacou por fornecer dados pioneiros acerca do registro de músculos e olhos dos vertebrados piritizados.

Posteriormente, Bezerra, et al., (2018) estudou um exemplar fóssil de Blattodea adulto pertencente à espécie *Araripeblatta dornellesae* (Mendes & Coelho, 2007), que estava preservado nas camadas calcárias da Formação Crato, encontradas na mineradora Pedra Cariri em Nova Olinda-CE. A amostra foi submetida às análises de MEV, EDS e espectroscopia Raman, revelando a presença de carbono amorfo, indicando dessa forma, que a piritização-querogenização de vertebrados, modelo proposto por Osés, et al., (2017), poderia se estender aos insetos da Formação Crato, considerando um ponto de partida na investigação de diferentes tipos de preservação para aquela formação. A preservação por carbono no exemplar, implicou requisitos prévios de um soterramento rápido, resultando na não desarticulação anatômica do material fóssil. Além disso, as análises também apresentaram uma série de componentes derivados geoquimicamente que não se correlacionam com estruturas biológicas, em particular, Magnésio (Mg), Ferro (Fe) e Manganês (Mn), que foram interpretados como óxidos resultantes de precipitações desses metais em condições oxidantes durante a fase pós-diagenética (Bezerra, et al., 2018).

Barros, et al., (2019) investigaram a composição química de dois espécimes de camarões fossilizados. A primeira amostra oriunda dos folhelhos escuros da Formação Ipubi, foi coletada na mineradora Rancharia, área de exploração de gipsita, no município de Araripina, estado de Pernambuco, a segunda amostra coletada na Formação Romualdo, consistiu em uma concreção carbonática prospectada em uma escavação no Parque dos Pterossauros no município de Santana do Cariri-CE. Os exemplares foram comparados usando técnicas de espectroscopia vibracional (Raman e IR), raios-X, difração e mapeamentos de espectroscopia de raios-X com dispersão de energia de campo amplo (EDS). Constatou-se que em ambas as amostras fósseis, o processo de fossilização ocorreu principalmente por substituição por carbonato de cálcio (CaCO_3), entretanto, o camarão da Formação Ipubi ainda apresentou em sua composição, fases de silício, pirita e sulfeto de zinco, o que favoreceu o estado de preservação do fóssil. O fóssil da Formação Romualdo foi substituído predominantemente por CaCO_3 oriundo da precipitação em meio aquoso, e provavelmente, recebeu uma maior influência diagenética que influenciou na qualidade de preservação do fóssil, o que dificultou a visualização dos detalhes morfológicos do camarão analisado (Barros, et al., 2019).

As publicações mais recentes envolvendo o uso de técnicas paleométricas na Bacia do Araripe foram desenvolvidas no ano de 2020. Dias & Carvalho (2020), analisaram 178 espécimes de grilos da superfamília Grylloidea, pertencentes a Formação Crato por meio de análises de MEV e EDS. Os fósseis fazem parte do acervo de macrofósseis do Instituto de Geociências, da Universidade Federal do Rio de Janeiro. As amostras apresentaram um alto grau de fidelidade morfológica, com mineralização de características anatômicas externas e internas, como os omatídeos oculares, e microestruturas anatômicas internas associadas ao trato digestivo, sistema reprodutivo e tecidos musculares viscerais e locomotores. As análises de EDS também revelaram que as carcaças foram substituídas por três fases minerais distintas com ocorrência de características pouco preservadas no registro fóssil: i) óxido de ferro; ii) material carbonáceo; e iii) fosfato de cálcio. A partir das evidências, os autores também puderam evidenciar a presença de bactérias que formaram tapetes microbianos nas carapaças dos grilos, devido à presença de corrosão nas superfícies das mesmas (Dias & Carvalho, 2020).

Bezerra, et al., (2020), buscaram comparar a preservação dos tecidos moles analisados na cutícula de Ensifera (grilos) em diferentes camadas de calcário da Formação Crato (calcário cinza escuro; calcário amarelo; calcário vermelho), provenientes da mineradora Pedra Cariri em Nova Olinda-CE, por meio das técnicas de espectroscopia Raman, EDS e MEV. Os resultados

exibiram pelo menos duas vias tafonômicas principais: querogenização e piritização. Os fósseis da camada de calcário cinza escuro consistiram em material opaco, amorfo, espesso, escuro, sem microtecido bem definido em todo o corpo, sendo interpretados como querogênizados. Os da camada de calcário vermelho apresentaram principalmente grãos esféricos de óxido/hidróxido de ferro que foram interpretados como sendo preservados por pirita framboidal (piritização), enquanto que os fósseis da camada de calcário amarelo apresentaram composição mineral semelhante às demais, incluindo microesferulitos e material espesso e escuro, sugerindo que os dois processos mencionados acima, atuaram na sua fossilização. Esses diferentes tipos de preservação podem ser explicados pelo tempo que a carcaça permaneceu dentro das zonas de metanogênese. Fósseis querogeneizados foram enterrados mais rapidamente, enquanto os fósseis piritizados passaram mais tempo na zona de metanogênese (Bezerra, et al., 2020). Desta forma os autores, conseguiram fortalecer as evidências de que o modelo tafonômico para preservação de peixes proposto por Osés, et al., (2017), onde os autores evidenciaram que a preservação dos tecidos moles dos peixes, foram controladas por taxas de sedimentação distintas em duas fácies sedimentares diferentes, pode ser estendida à preservação de insetos na Formação Crato, fornecendo valiosas bases para pesquisas sobre a paleobiologia dos insetos nesta unidade.

4. Considerações Finais

A utilização de técnicas espectroscópicas para análise de fósseis, embora potencialmente promissora, ainda é um ramo relativamente novo dentro da ciência brasileira, especialmente para a Região Nordeste. Os dados obtidos a partir deste levantamento bibliográfico, que incluíram publicações de diversos autores ao longo do tempo, revelaram uma carência de estudos paleométricos aplicados a uma das mais importantes bacias interiores do país, a Bacia do Araripe.

O emprego da paleometria começou a se expandir no cenário desta unidade estratigráfica a partir das pesquisas de Lima e colaboradores em 2007. Embora já se tenha passado 16 anos desde esses trabalhos pioneiros, poucos estudos foram publicados, totalizando apenas 17 trabalhos até o momento, que tratam da descrição dos processos de fossilização ou do paleoambiente, de fósseis provenientes das diversas camadas fossilíferas desta Bacia, a partir da aplicação dessas avançadas técnicas.

Contudo, percebe-se que a maioria dos estudos foram realizados no Grupo Santana (Formações Crato, Ipubi e Romualdo) existindo então, uma lacuna para as outras Formações detentoras de fósseis, que compõem a história geológica da região. Dessa forma, o presente trabalho resulta de um instrumento norteador para as futuras pesquisas relacionadas ao tema.

As informações reunidas e aqui apresentadas, podem ser essenciais para ampliar o conhecimento a respeito de uma ferramenta valiosa à disposição do paleontólogo, para a obtenção de uma série de informações, não apenas da análise do próprio fóssil, mas também permitindo acessar a história paleoambiental e tafonômica desses organismos. Neste contexto, sugere-se a expansão da utilização destas técnicas paleométricas em outras formações da Bacia do Araripe que contém fósseis, não restringindo apenas ao Grupo Santana. Espera-se que estas análises ampliem a diversidade de material fóssil a ser examinado em áreas que ainda são pouco estudadas, como a paleobotânica e a paleoicnologia, de modo a contribuir cada vez mais, com o progresso e ampliação da paleometria na Bacia do Araripe, e nas demais bacias sedimentares brasileiras.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Laboratório de Paleontologia da Universidade Regional do Cariri (URCA), pela infraestrutura disponibilizada; a Fundação Cearense de Apoio ao Desenvolvimento Científico e Tecnológico - FUNCAP, através do Programa de Bolsa Acadêmica de Inclusão Social (BSocial) de A.L.Frazão, pela bolsa de pesquisador visitante (PV1-0187-00014.01.00/21), pelo financiamento atribuído ao edital Mulheres na Ciência, número: MLC-0191-00228.01.00/22 - SPU Nº: 06281427/2022 concedidos a O.A. Barros.

Referências

- Agassiz, L. (1841). On the fossil fishes found by Mr. Gardner in the Province of Ceará, in the north of Brazil. *Edinburgh New Philosophical Journal*, 30(1), 82–84.
- Almeida, F. & Hasui, Y. (1984). *O Pré-Cambriano do Brasil*. Edgard Blücher. 378p.
- Assine, M. L. (2007). Bacia do Araripe. *Boletim de Geociências da PETROBRAS*, 15(2), 371-389.
- Assine, M. L., Perinotto, J. D. J., Custódio, M. A., Neumann, V. H., Varejão, F. G., & Mescolotti, P. C. (2014). Sequências deposicionais do andar Alagoas da Bacia do Araripe, nordeste do Brasil. *Boletim de Geociências da PETROBRAS*, 22(1), 3-28.
- Bantim, R. A., Barros, O. A., Silva, J. H., Lima, F. J., Sayão, J. M., & Saraiva, A. A. (2015). Paleometria do conteúdo fossilífero de uma camada arenítica da Formação Romualdo (Bacia do Araripe). *Cadernos de Cultura e Ciência*, 14(2), 54-64.
- Barros, O. A., Silva, J. H., Saraiva, G. D., Viana, B. C., Paschoal, A. R., Freire, P. T. C., Oliveira, N. C., Paula, A. J., Viana, M. S. (2019). Physicochemical investigation of shrimp fossils from the Romualdo and Ipubi formations (Araripe Basin). *PeerJ*, 7(4), 1-19.
- Bezerra, F. I., da Silva, J. H., Miguel, E. D. C., Paschoal, A. R., Nascimento, D. R., Freire, P. T., Viana, B. C., & Mendes, M. (2020). Chemical and mineral comparison of fossil insect cuticles from Crato Konservat Lagerstätte, Lower Cretaceous of Brazil. *Journal of Iberian Geology*, 46(1), 61-76.
- Bezerra, F. I., Silva, J. H. D., Paula, A. J. D., Oliveira, N. C., Paschoal, A. R., Freire, P. T. C., Viana, B. C., & Mendes, M. (2018). Throwing light on an uncommon preservation of Blattodea from the Crato Formation (Araripe Basin, Cretaceous), Brazil. *Revista Brasileira de Paleontologia*, 21(3), 245–254.
- Carvalho, M. S. S., & Santos, M. E. C. M. (2005). Histórico das pesquisas paleontológicas na Bacia do Araripe, Nordeste do Brasil. *Anuário do Instituto de Geociências*, 28(1), 15-34.
- Delgado, A. D. O., Buck, P. V., Osés, G. L., Ghilardi, R. P., Rangel, E. C., & Pacheco, M. L. A. F. (2014). Paleometry: a brand new area in Brazilian science. *Materials Research*, 17(6), 1434-1441.
- Dias, J. J., & Carvalho, I. (2020). Remarkable fossil crickets preservation from Crato Formation (Aptian, Araripe Basin), a Lagerstätten from Brazil. *Journal of South American Earth Sciences*, 98(4), 1-43.
- Duarte, L. (1985). Vegetais fósseis da Chapada do Araripe. *Coletânea de Trabalhos Paleontológicos, Série Geologia*, 27(7), 557-563.
- Fairchild, T. R., Sanchez, E. A., Pacheco, M. L. A., & de Moraes Leme, J. (2012). Evolution of Precambrian life in the Brazilian geological record. *International Journal of Astrobiology*, 11(4), 309-323.
- Fambrini, G. L., Lemos, D. R. D., Tesser Junior, S., Araújo, J. T. D., Silva-Filho, W. F. D., Souza, B. Y. C. D., & Neumann, V. H. D. M. L. (2011). Estratigrafia, arquitetura deposicional e faciologia da Formação Missão Velha (Neojurássico-Eocretáceo) na área-tipo, Bacia do Araripe, Nordeste do Brasil: Exemplo de sedimentação de estágio de início de rifte a clímax de rifte. *Instituto de Geociências*, 11(2), 55-87.
- Faria Junior, L. E. D. C. (1979). *Estudo sedimentológico da formação Pedra de Fogo-Permiano: Bacia do Maranhão* (Dissertação de Mestrado). Universidade Federal do Pará.
- Jordan, D. S. (1910). Description of a collection of fossil fishes from the bituminous shales of Riacho Doce, State of Alagoas, Brazil. *Annual of the Carnegie Museum*, 7(1), 22–34.
- Sousa Filho, F. E., da Silva, J. H., Feitosa Saraiva, A. Á., Brito, D. D. S., Viana, B. C., de Oliveira Abagaro, B. T., & Freire, P. T. C. (2011). Combination of raman, infrared, and X-ray energy-dispersion spectroscopies and X-ray diffraction to study a fossilization process. *Brazilian Journal of Physics*, 41(4-6), 275-280.
- Sousa Filho, F. E., da Silva, J. H., Saraiva, G. D., Abagaro, B. T. O., Barros, O. A., Saraiva, A. A. F., Viana, B. C., & Freire, P. T. C. (2016). Spectroscopic studies of the fish fossils (*Cladocyclus gardneri* and *Vinctifer comptoni*) from the Ipubi Formation of the Cretaceous Period. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 157(40), 124-128.
- Freire, P. T., Silva, J. H., Sousa-Filho, F. E., Abagaro, B. T., Viana, B. C., Saraiva, G. D., Batista, T. A., Barros, O. A., & Saraiva, A. A. (2014). Vibrational spectroscopy and X-ray diffraction applied to the study of Cretaceous fish fossils from Araripe Basin, Northeast of Brazil. *Journal of Raman Spectroscopy*, 45(11-12), 1225-1229.
- Lima, R. J. C., Freire, P. D. T. C., Sasaki, J. M., Saraiva, A. Á. F., Lanfredi, S., & Nobre, M. A. D. L. (2007b). Estudo de coprólito da bacia sedimentar do Araripe por meios de espectroscopia FT-IR e difração de Raios-X. *Química Nova*, 30(8), 1956-1958.
- Lima, R. J. C., Saraiva, A. A. F., Lanfredi, S., Nobre, M. A. D. L., Freire, P. D. T. C., & Sasaki, J. M. (2007a). Caracterização espectroscópica de peixe do período cretáceo (Bacia do Araripe). *Química Nova*, 30(1), 22-24.
- Machado, A. C. F., dos Santos, V. S., de Souza, J. M., & Vasconcelos, E. S. (2019). A importância do estudo dos fósseis para compreensão da história e preservação da vida na terra. *Revista Insignare Scientia-RIS*, 2(2), 204-220.
- Matos, R. M. D. (1999). History of the northeast Brazilian rift system: kinematic implications for the break-up between Brazil and West Africa. *Geological Society*, 153(1), 55-73.
- Mendes, M. & Coelho, L.A. (2007). Novas baratas (Insecta, Blattodea, Blattidae) da Formação Santana, Cretáceo Inferior, Nordeste do Brasil. *Paleontologia: cenários de vida*, 1(1), p. 457–465.

- Oliveira, N. C., Silva, J. H., Barros, O. A., Pinheiro, A. P., Santana, W., Saraiva, A. A., Ferreira, O. P., Freire, P. T. C., & Paula, A. J. (2015). Large-field electron imaging and X-ray elemental mapping unveil the morphology, structure, and fractal features of a cretaceous fossil at the centimeter scale. *Analytical chemistry*, 87(19), 10088-10095.
- Osés, G. L., & Petri, S. (2012). Inventário dos artrópodes fósseis do Membro Crato (Formação Santana, NE do Brasil) acondicionados no IGc-USP. *Instituto de Geociências*, 20(1), 1-2.
- Osés, G. L., Petri, S., Voltani, C. G., Prado, G. M., Galante, D., Rizzutto, M. A., Rudnitzki, I. D., Silva, E. P., Rodrigues, F., Rangel, E. C., Sucerquia, P. A., & Pacheco, M. L. A. F. (2017). Deciphering pyritization-kerogenization gradient for fish soft-tissue preservation. *Scientific Reports*, 7(1), 1-15.
- Osés, G. L. (2016). *Tafonomia de grupos fósseis do membro crato (Formação Santana, Bacia do Araripe, Eocretáceo, NE do Brasil): implicações geológicas, paleoecológicas e paleoambientais* (Dissertação de Mestrado). Universidade de São Paulo.
- Ponte, F. C., & Appi, C. J. (1990). Proposta de revisão da coluna litoestratigráfica da Bacia do Araripe. In *Congresso Brasileiro de Geologia*, 36(1), 211-226.
- Riquelme, F., Ruvalcaba-Sil, J. L., & Alvarado-Ortega, J. (2009). Palaeometry: Non-destructive analysis of fossil materials. *Boletín de la Sociedad Geológica Mexicana*, 61(2), 177-183.
- Rother, E. T. (2007). Revisão sistemática X revisão narrativa. *Acta Paulista de Enfermagem*, 20(2), 5-6.
- Santos, M. E. D. C. M., & Carvalho, M. S. S. (2009). *Paleontologia das bacias do Parnaíba, Grajaú e São Luís*. CPRM Serviço Geológico do Brasil. 211p.
- Saraiva, A. A. F., Hessel, M. H., Guerra, N. C., & Fara, E. (2007). Concreções calcárias da Formação Santana, Bacia do Araripe: uma proposta de classificação. *Estudos Geológicos*, 17(1), 40-57.
- Sayão, J. M., Saraiva, A. Á. F., Brum, A. S., Bantim, R. A. M., de Andrade, R. C. L. P., Cheng, X., Lima, F. J., Silva, H. P., & Kellner, A. W. (2020). The first theropod dinosaur (Coelurosauria, Theropoda) from the base of the Romualdo formation (Albian), Araripe Basin, Northeast Brazil. *Scientific reports*, 10(1), 1-15.
- Schopf, J. W., Kudryavtsev, A. B., Agresti, D. G., Czaja, A. D., & Wdowiak, T. J. (2005). Raman imagery: a new approach to assess the geochemical maturity and biogenicity of permineralized Precambrian fossils. *Astrobiology*, 5(3), 333-371.
- Schopf, J. W., & Kudryavtsev, A. B. (2009). Confocal laser scanning microscopy and Raman imagery of ancient microscopic fossils. *Precambrian Research*, 173(1-4), 39-49.
- Silva, J. H., Freire, P. T. C., Abagaro, B. T. O., Silva, J. A. F., Saraiva, G. D., De Lima, F. J., Barros, O. A., Bantim, R. A., Saraiva, A. A. F., & Viana, B. C. (2013b). Spectroscopic studies of wood fossils from the Crato Formation, Cretaceous Period. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 115(40), 324-329.
- Silva, J. H., de Sousa Filho, F. E., Saraiva, A. Á. F., Andrade, N. A., Viana, B. C., Sayão, J. M., Abagaro, B. T. O., Freire, P. T. C., & Saraiva, G. D. (2013a). Spectroscopic analysis of a Theropod Dinosaur (Reptilia, Archosauria) from the Ipubi Formation, Araripe Basin, Northeastern Brazil. *Journal of Spectroscopy*, 40(15) 1-7.
- Spix, J. B., & von Martius, C. F. P. (1820). *Reise in Brasilien in den Jahren 1817 bis 1820*. Brockhaus, Stuttgart. 352p.
- Small, H. (1913). Geologia e Suprimento de Água Subterrânea no Piauí e Parte do Ceará. *Inspetoria de Obras Contra as Secas*, 32(1), 1-80.
- Valença, L. M. M., Neumann, V. H., & Mabesoone, J. M. (2003). An overview on Callovian-Cenomanian intracratonic basins of Northeast Brazil: Onshore stratigraphic record of the opening of the southern Atlantic. *Geologica Acta*, 1(3), 261-276.
- Vila Nova, B. C., Saraiva, A. A., Moreira, J. K., & Sayao, J. M. (2011). Controlled excavations in the Romualdo Formation lagerstätte (Araripe basin, Brazil) and pterosaur diversity: Remarks based on new findings. *Palaos*, 26(3), 173-179.