Revista de la Sociedad Española de Geomorfología (SEG) y Asociación Española para el Estudio del Cuaternario (AEQUA)





Spanish Journal of Quaternary and Geomorphology

Número especial

Métodos de datación en el Cuaternario

Editor invitado

Pablo G. Silva Barroso





# CUATERNARIO y GEOMORFOLOGÍA

SPANISH JOURNAL OF QUATERNARY & GEOMORPHOLOGY

Revista de la Sociedad Española de Geomorfología (SEG) y Asociación Española para el Estudio del Cuaternario (AEQUA)

#### Editores Principales - Editors in-Chief:

Askoa Ibisate González de Matauco (SEG). Dpto. de Geografía, Prehistoria y Arqueología. Universidad del País Vasco Euskal Herriko Unibertsitatea. askoa.ibisate@ehu.eus

Javier Élez Villar (AEQUA). Dpto. Geología. Escuela Politécnica Superior de Ávila. Universidad de Salamanca. Calle Hornos Caleros, nº 50. 05003, Ávila. j.elez@usal.es

#### Editores Adjuntos - Associated Editors:

David Regüés Muñoz (SEG). Dpto. de Procesos Geoambientales y Cambio Global. Instituto Pirenaico de Ecología (CSIC). Avda. de Montañana, 1005. 50059, Zaragoza. dregues@ipe.csic.es

Jesús Francisco Jordá Pardo (AEQUA). Dpto. Prehistoria y Arqueología. Facultad de Geografía e Historia. UNED. Paseo Senda del Rey 7. 28040, Madrid. jjorda@geo.uned.es

#### Gestor de la Revista - Editorial Manager:

María Begoña Bautista Davila. Administración. Escuela Politécnica Superior de Ávila. Universidad de Salamanca. Calle Hornos Caleros, nº 50. 05003, Ávila. begovigo@usal.es

#### Comité Asesor – Advisory Board:

Benito Ferrández, G. (Museo de Ciencias Naturales, CSIC, Madrid) Mather, Anne E. (Plymouth University, Reino Unido) García Ruiz, J.M. (Instituto Pirenaico de Ecología, CSIC, Zaragoza) Rodríguez Vidal, J. (Universidad de Huelva, España) Gracia Prieto, J. (Universidad de Cádiz) Serrano Cañadas, E. (Universidad de Valladolid) Jiménez Sánchez, Montserrat (Universidad de Oviedo, España) Silva Barroso, Pablo G. (Universidad de Salamanca, España)

#### Comité Editorial - Editorial Board

Alcántara-Ayala, Irasema (Universidad Nacional Autónoma de México) Alcaraz Castaño, Manuel (Universidad de Alcalá de Henares, España) Audemard, Franck (Universidad Central de Venezuela, Venezuela) Baena Escudero, Rafael (Universidad de Sevilla, España) Bardají Azcárate, Teresa (Universidad de Alcalá de Henares, España) Carrasco González, Rosa María (Universidad de Castilla-La Mancha, España)Proença Cunha, Pedro (Universidade de Coimbra, Portugal) Cearreta Bilbao, Alejandro (Universidad del País Vasco, España) Faust, Dominik (Technische Universität Dresden, Alemania) Galve Arnedo, Jorge Pedro (Universidad de Granada, España) García García, Jesús Horacio (Universidad de Santiago de Compostela) González Amuchastegui, María José (UNED) Iriarte Avilés, Eneko (Universidad de Burgos, España) Iroumé, Andrés (Universidad Austral de Chile) Keizer, Jan Jacob (Universidade Aveiro, Portugal) Nadal Romero, Estela (Instituto Pirenaico de Ecología, CSIC, Zaragoza)

Peña Monné, José Luis (Universidad de Zaragoza) Pérez Alberti, Augusto (Universidade de Santiago de Compostela) Pérez López, Raúl (IGME, Madrid, España) Pérez Torrado, Francisco J. (Universidad de Las Palmas de Gran Canaria, España) Porfido, Sabina (Consiglio Nazionale delle Ricerche, Italia) Reynard, Emmanuel (Université de Lausanne) Romero Díaz, María Asunción (Universidad de Murcia, España) Roquero García-Casal, Elvira (Universidad Politécnica de Madrid, España) Rosas González, Antonio (M. Nac. CC. Naturales, CSIC, España) Sampietro Vattuone, María Marta (CONICET) Schnabel, Susana (Univ. Extremadura) Seeger de la Muela, Manuel (Universität Trier) Soldati, M. (Universidad de Módena, Italia) Vieira, António (Universidade do Minho)

Cuaternario y Geomorfología (CyG) es una revista científica periódica, de carácter semestral, co-editada por la Asociación Española para el Estudio del Cuaternario (AEQUA) y la Sociedad Española de Geomorfología (SEG). Incluye trabajos de investigación originales acerca de cualquiera de los campos puros o aplicados del Cuaternario y la Geomorfología, que hayan sido seleccionados por los editores previa revisión y asesoramiento por el Comité editorial y especialistas anónimos. AEQUA y SEG no se hacen responsables de las opiniones vertidas por los autores en los artículos publicados. La propiedad intelectual atribuye al autor la plena disposición y explotación de la obra creada, de acuerdo con las leyes vigentes. La revista se distribuye entre los cerca de 600 socios que suman AEQUA y SEG, así como entre las bibliotecas de los departamentos de Geología, Geodinámica, Geografía y Ciencias de La Tierra de diferentes universidades e instituciones científicas nacionales e internacionales. La revista se encuentra indexada en: GeoRef; DICE; YCIT-Ciencia y Tecnología, CSIC (Humanidades); Latindex; Ulrichs Web; Geoscience e-journals, SCIMAGO (Scopus) y REDIB.

Información On-line: http://tierra.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/ AEQUA: www.aegua.es SEG: www.segeomorfologia.es

Envío de manuscritos y repositorio de volúmenes publicados: http://recyt.fecyt.es/index.php/CUGEO/

Cuaternario y Geomorfología (CyG) is a periodical scientific journal co-edited by the Spanish Quaternary Research Association (AEQUA) and the Spanish Society of Geomorphology (SEG). Our journal publishes innovative papers covering the full range of pure and applied fields on Quaternary and Geomorphology preferentially focused on the Iberian Peninsula and iberoamerican countries. All the submitted manuscripts will be refereed by at least two reviewers, members of the editorial board or anonymous reviewers selected by the editors. The Journal is indexed in: GeoRef; DICE; YCIT-Ciencia y Tecnología, CSIC (Humanidades); Latindex; Ulrichs Web; Geoscience e-journals, SCIMAGO (Scopus) and REDIB.

#### Foto Portada / Cover:

Alegoría geocronológica ilustrando diferentes métodos de datación utilizados para datar materiales y elementos geomorfológicos del periodo cuaternario. Pablo G. Silva, 2022.

Geochronological allegory illustrating different dating methods used to date materials and geomorphological elements belonging to the quaternary period. Pablo G. Silva, 2022.

# CUATERNARIO y GEOMORFOLOGÍA

SPANISH JOURNAL OF QUATERNARY & GEOMORPHOLOGY

Vol. 36, N°<sup>5</sup>. 3-4 Diciembre/December, 2022 *ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589* 

# ÍNDICE / INDEX

# Prólogos CyG

Gutiérrez, F. Nota sobre la 10th International Conference on Geomorphology celebrada en Coímbra, Portugal	
(septiembre, 12-16, 2022) y organizada por la International Association of Geomorphologists (IAG)	3
Serrano Cañadas, E. Recensión del libro "European Glacial Landscapes. Maximum Extent of Glaciations"	5
Silva, P.G. Métodos de datación en el Cuaternario: La Cartografía del Cuaternario en España y la controversia	
del concepto "Datación Absoluta"	9

#### Artículos de Investigación / Research Papers

Campos, J.M.; González, J.; Arévalo, A.; Bermejo, J. Datación en arqueología a través de la cultura material: cerámicas, epígrafes y monedas	19
Carrancho, Á.; Gómez-Paccard, M.; Pavón-Carrasco, F.J. La datación arqueomagnética. Fundamentos, éxitos y limitaciones	31
Génova, M.; Díez Herrero, A. Dendrocronología: datación de materiales, formas y eventos a través de los anillos de los árboles	45
Pérez-López, R. Datación por liquenometría aplicada en geomorfología, clima y arqueología	59
Corella, J.P.; Martín-Puertas, C. Métodos de datación en sedimentos cuaternarios con laminación anual: Ejemplos de la Península Ibérica	73
Cearreta, A.; Gómez-Arozamena, J.E.; Irabien, M.J.; Ruiz-Fernández, A.C.; Sanchez-Cabeza, J.A.; Ortiz, J.; Sáez-Muñoz, M. Datación de sedimentos recientes utilizando radionucleidos de vida corta	87
Moreno, A.; Gil-Romera, G.; Bartolomé, M.; Valero-Garcés, B.; González-Sampériz, P. Cronología "extrema": Generación de modelos cronológicos robustos a partir de diferentes métodos de datación; ejemplos en la Península Ibérica	105
Silva, P.G.; Roquero, E. Cronofunciones: modelización estadística de conjuntos de dataciones numéricas para el estudio del Cuaternario: Ejemplos para la Península Ibérica	123
Bardají, T.; Lario J. Estadios Isotópicos Marinos. Estratigrafía de los isótopos del oxígeno	143
Bardají, T.; Lario J. Estratigrafía isotópica del último ciclo glaciar (MIS 4 - MIS 1): estadiales/interestadiales de Groenlandia; Eventos Dansgaard-Oeschger y Eventos Heinrich	155
Alonso-García, M.; Tarruella, J.P.; Bejard, T.M.; Azibeiro, L.A.; Sierro, F.J. La micropaleontología como herra- mienta de datación e identificación de eventos climáticos en registros sedimentarios marinos	171
Cuenca-Bescós, G. Micromamíferos y datación relativa en medios continentales	189
Muñoz-García, M.B.; Martín-Chivelet, J. Datación de carbonatos por el método de U/Th: ejemplos en Es- paña	201
Torres, T.; Ortiz, J.E.; Sánchez-Palencia, Y.; López-Cilla, I. Datación por análisis de racemización de aminoá- cidos: su aplicación en la Península Ibérica	225
Duval, M. La datación por Resonancia Paramagnética Electrónica de materiales cuaternarios	237
Medialdea, A.; Rivera-Silva, J. Datación por luminiscencia: ópticamente estimulada (OSL) y termoluminis- cencia (TL)	255
Alcalá-Reygosa, J.; Macías, J.L.; Arce, J.L. Aplicación de los isótopos cosmogénicos terrestres en terrenos volcánicos del holoceno en México: experiencias y retos	271







This Journal is also supported by International union for Quaternary Research (INQUA) and International Association of Geomorphologists (IAG)

© SEG, AEQUA



Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589 Depósito Legal: Z-113-1996

Impresión:

Talleres Editoriales Cometa, S.A.

# **Prólogo Editores**

noticias de interés • información • opinión • debate • nuevas metodologías • proyectos • programas de doctorado • nuevas tendencias • universidades • política científica • eventos • actividades • grupos de trabajo • actualidad una sección abierta a todos los entusiastas de las ciencias del Cuaternario y Geomorfología.

Sección coordinada por Askoa Ibisate (askoa.ibisate@ehu.eus) y Javier Elez (j.elez@usal.es)



Nota sobre la 10th International Conference on Geomorphology celebrada en Coímbra, Portugal (septiembre, 12-16, 2022) y organizada por la International Association of Geomorphologists (IAG).

Notes on the 10th International Conference on Geomorphology held in Coimbra, Portugal (September, 12-16, 2022) and organized by the International Association of Geomorphologists (IAG).

F. Gutiérrez, Universidad de Zaragoza.

Tras varios aplazamientos debidos a la pandemia de COVID-19, el X Congreso Internacional de Geomorfología se celebró en Coímbra (Portugal) entre el 12 y el 16 de septiembre de 2022. Esta edición de congresos internacionales de la *International Association of Geomorphologists* (IAG) fue excelentemente organizada por el Profesor Lúcio Cunha y sus colaboradores de la Universidad de Coímbra. La asistencia fue de 524 participantes procedentes de 47 países. La IAG concedió un total de 21 becas a jóvenes investigadores.

El programa del congreso constó de 1, 3 y 3 excursiones pre- (Cabo Verde), intra- (Arouca

El congreso fue un éxito, reuniendo a 524 participantes de 47 países con más de 650 resúmenes presentados. Contó además con siete excursiones y dos conferencias plenarias.

The congress was a success, bringing together 524 participants from 47 countries with more than 650 abstracts submitted. It also included seven excursions and two plenary lectures.

Geopark, Costa Central y Bairrada, Centro de Portugal) y post-congreso (Minho y Galicia, Serra da Estrela, Región de Lisboa), respectivamente, y 4 jornadas de sesiones científicas, con 2 conferencias plenarias impartidas por la profesora Monique Fort (Francia) y el profesor José Luís Zêzere (Por-

tugal). El número de resúmenes aceptados para las 25 sesiones temáticas fue de 671, de los cuales 382 fueron presentados oralmente y 240 en formato póster.

Durante la ceremonia inaugural, el presidente saliente de la IAG, el Profesor Mauro Soldati (Universidad de Modena y Reggio Emilia), otorgó la distinción de *Honorary Fellow* a los profesores Ana Luiza Coelho Netto (Brasil), Monique Fort (Francia), Antonio Cendrero (España), Adrian Harvey (Reino Unido), Michael Kirkby (Reino Unido) y Dénes Lóczy (Hungría). Así mismo, se entregó la *Brunsden Medal* a Gishlain Zangmo (Camerún), y la *Early Career Medal* a Irene Bollati (Italia) y a Anita Bernatek-Jakiel (Polonia).



Foto del presidente saliente de la IAG, el Profesor Mauro Soldati (en el centro), junto con dos de los *Honorary Fellows,* el Profesor Antonio Cendrero (Universidad de Cantabria; izquierda) y el Profesor Adrian Harvey (Universidad de Liverpool; derecha).

En el primer *Council Meeting* se presentaron las candidaturas para ocupar los puestos de Presidente (Susan Conway, Francia; Sunil Kumar De, India), Vice-Presidente (3 puestos, Andrea Coronato, Argentina; Mihai Micu, Rumanía; Takashi Oguchi, Japón; Baotian Pan, China), Secretario (Achim Beylich, Noruega), Tesorero (Francisco Gutiérrez, España), y responsable de publicaciones (Katja Laute, Noruega). Además, se anunciaron propuestas para organizar el próximo Congreso Internacional de Geomorfología en 2026 (Christchurch, Nueva Zelanda) y los próximos congresos regionales de la IAG (2023 Capadocia, Turquía; 2025 Rumanía).

En el segundo *Council Meeting* se procedió a votar las dos candidaturas a Presidente, prevaleciendo el Profesor Sunil Kumar De con 21 votos sobre los 20 votos otorgados a la Dra. Susan Conway. Sunil Kumar De ha sido previamente miembro del Comité Ejecutivo de la IAG en dos ediciones y fue el organizador del anterior congreso internacional celebrado en Nueva Delhi. Los Vice-Presidentes elegidos fueron Andrea Coronato, Mihai Micu y Takashi Oguchi. En este consejo se aprobaron las propuestas para la celebración del congreso internacional y los dos regionales.



Nuevo comité ejecutivo de la IAG, junto con los responsables de la organización de futuros congresos. De izquierda a derecha: Cengiz Yildirim (Congreso Regional de Turquía), Samuel McColl (Congreso de Nueva Zelanda), Ghislain Zangmo (miembro cooptado, Camerún), Susan Conway (miembro cooptado, Francia), Sunil Kumar De (Presidente, India), Narges Kariminejad (miembro cooptado, Irán), Anita Bernatek-Jakiel (miembro cooptado, Polonia); Efthymios Karympalis (miembro cooptado, Grecia), Achim Beylich (Secretario, Noruega), Katja Laute (responsable de publicaciones, Noruega), Andrea Coronato (Vice-Presidente, Argentina), Mihai Micu (Vice-Presidente, Rumanía), Francisco Gutiérrez (Tesorero, España), Takashi Oguchi (Vice-Presidente, Japón).



# Recensión del libro "European Glacial Landscapes. Maximum Extent of Glaciations"

Recension of the book "European Glacial Landscapes. Maximum Extent of Glaciations"

Enrique Serrano Cañadas, Universidad de Valladolid

Geomorfólogos españoles han editado en la última década varios libros de geomorfología en editoriales internacionales. Es esta una buena noticia para la geomorfología española, pues demuestra su inserción en el colectivo internacional e implica la difusión de las contribuciones de los geomorfólogos españoles en el mundo. En esta ocasión los editores de "European Glacial Landscapes" son David Palacios, José María García Ruiz y Nuria Andrés, junto al británico Philip Hughes, todos ellos con una larga trayectoria investigadora en el estudio del glaciarismo cuaternario. En este libro afrontan la dirección y coordinación de un importante trabajo de síntesis, homogeneización y puesta al día de la morfología glaciar y su evolución en Europa.

Europa fue un espacio prácticamente cubierto por el hielo durante gran par-

Geomorfólogos españoles han editado en la última década varios libros de geomorfología en editoriales internacionales. Es esta una buena noticia para la geomorfología española, pues demuestra su inserción en el colectivo internacional e implica la difusión de las contribuciones de los geomorfólogos españoles en el mundo.

Spanish geomorphologists have edited in the last decade several books on geomorphology in international editorials. This is good news for Spanish geomorphology, as it demonstrates its insertion in the international community and implies the dissemination of the contributions of Spanish geomorphologists in the world.

te del Pleistoceno y en particular durante el Último Máximo Glaciar (LGM). Los estudios sobre glaciarismo y paisajes glaciares en Europa comenzaron hace casi 200 años, cuando I. Venetz, J. Esmark, J. Charpentier o J.L. Agassiz deducen que los glaciares avanzan y retroceden. Después han sido muchos los estudios realizados sobre paisajes y evolución glaciar desde que, a principios del siglo XX, A. Penck y E. Brückner establecen el modelo alpino de las glaciaciones cuaternarias. El siglo XX y las primeras dos décadas del XXI han conocido importantes avances sobre la extensión, evolución, cronología o dinámica de los glaciares europeos, con estudios basados en la cartografía, el análisis sedimentológico y las dataciones relativas y absolutas. Los avances sobre estadios isotópicos y la secuencia de periodos fríos permitieron relacionar la evolución climática y el comportamiento de los glaciares cuaternarios, y los métodos de datación, en particular las técnicas de radiocarbono, luminiscencia y cosmogénicos, establecer de modo más preciso la cronología y evolución temporal



European Glacial Landscapes. Maximum Extent of Glaciations David Palacios, Philip D. Hughes, José M. García Ruiz y Nuria Andrés. Elsevier, Amsterdam, 2021, 528 p. https://www.elsevier.com/books/european-glacial-landscapes/ palacios/978-0-12-823498-3

de los glaciares. Todo ello nos confirma la dificultad afrontada por los editores y autores para acometer una síntesis sobre casi doscientos años de conocimientos, incorporando sobre todo las aportaciones más recientes.

El libro se organiza en cuatro partes y sesenta y cinco capítulos, lo que ya denota la exhaustividad del análisis. En ellos se desgranan los elementos significativos del modelado glaciar en ambientes muy diferentes, desde las altas montañas a las llanuras orientales y las penínsulas escandinavas. Los editores han propuesto unificar la información cronológica mediante el uso de programas de calibración reciente para todas las dataciones, tanto radiométricas como de cosmogénicos. Es un aspecto muy valioso para la lectura del libro pues evita el problema de la correlación entre dataciones de ámbitos geográficos tan dispares. Además, se ha realizado una unificación de los mapas y también se presentan en cuadros unificados los datos de los glaciares cuaternarios y sus parámetros más característicos (altitud de cumbres, altitud mínima de los glaciares, ELA).

Los editores realizan en primer lugar una introducción a las glaciaciones cuaternarias con una síntesis previa sobre el glaciarismo y la historia de sus investigaciones

que contextualiza las glaciaciones en Europa. Un segundo bloque analiza los paisajes glaciares en Europa, seis capítulos dedicados a las áreas con inlandsis, y diez a aquellas con glaciarismo de montaña. En esta sección se incluye un capítulo de síntesis sobre la península ibérica y otro sobre los Pirineos. En el tercer bloque se afrontan los cambios climáticos durante el último ciclo glaciar, donde se exponen los conocimientos existentes sobre los registros y cronologías marinas, volúmenes de hielo, cambios en el nivel del mar y cambios climáticos abruptos en una visión conjunta de cómo los glaciares se extendieron o retrocedieron en el Pleistoceno. La cuarta y quinta parte afrontan el glaciarismo anterior a 29 ka y entre 29 y 19 ka respectivamente, nuevamente organizado en ambos casos en dos secciones con las mismas áreas geográficas. Los dos bloques finalizan con una síntesis sobre la evolución glaciar que muestra la respuesta homogénea a los cambios climáticos pleistocenos y permite una visión geográfica de la evolución glaciar. Finalmente, el bloque sexto es la síntesis de todo lo analizado en el libro y una valoración de su importancia en el contexto del cambio global y como patrimonio natural. Los editores aportan una visión global sobre la extensión de los glaciares cuaternarios europeos y las fases de retroceso, y señalan la importancia del LGM, perfectamente preservado en el paisaje, así como la elevada complejidad del glaciarismo en Europa. El avance y retroceso del hielo modela gran parte de Europa y organiza el relieve actual, pero, además los depósitos glaciares son importantes registros paleoclimáticos del Pleistoceno. A pesar de los avances, aún no comprendemos aspectos como la circulación atmosférica del Pleistoceno, fundamental para entender el cambio climático actual, ni sus interrelaciones con las temperaturas y variaciones del CO<sub>2</sub> atmosférico. Señalan, de este modo, nuevas líneas de investigación en glaciarismo, muy estudiado, pero ni mucho menos agotado.

En el libro participan sesenta y dos autores de quince nacionalidades diferentes, lo que implica un magnífico esfuerzo de coordinación y unificación de criterios y parámetros para exponer homogéneamente el glaciarismo europeo. Es esta una de las aportaciones más valiosas de los editores, que ha posibilitado una síntesis actual y de largo recorrido para comprender el modelado glaciar en los distintos ámbitos de Europa y en su conjunto. Es el complemento perfecto del libro sobre el glaciarismo de la península ibérica<sup>1</sup>, coordinado por algunos editores de este libro. El libro muestra el buen trabajo de los geomorfólogos españoles, quienes con su presencia en los foros y plata-formas editoriales internacionales han adquirido el prestigio y la consideración de la comunidad geomorfológica internacional, aportando un libro sobre Europa de indispensable lectura para todo interesado por el glaciarismo y las glaciaciones de este continente.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Oliva, M., Palacios, D., Fernández-Fernández, J.M. 2021. Iberia, land of glaciers. How the mountains were shaped by glaciers. Amsterdam, Elsevier, 628 p.



Métodos de datación en el Cuaternario: La Cartografía del Cuaternario en España y la controversia del concepto *"Datación Absoluta"* 

Quaternary dating methods: Quaternary mapping in Spain and the controversy on the concept of "Absolute Dating"

> Pablo G. Silva (USAL; Editor Invitado Vol. Esp. Métodos de datación)

El presente volumen de la revista Cuaternario y Geomorfología recoge diecisiete artículos sobre los distintos métodos de datación aplicables al Periodo Cuaternario, es decir los últimos 2,58 Ma.

Durante las dos últimas décadas, el número de dataciones disponibles para los materiales y formas cuaternarias en la Península Ibérica ha crecido de una manera exponencial, pudiéndose asegurar que, hoy en día, se dispondría de una base de datos El presente Volumen Especial sobre métodos de datación en el Periodo Cuaternario es una iniciativa AEQUA y recoge diecisiete artículos específicos sobre el tema.

The present Special Volume on dating methods in the Quaternary Period is an initiative of AEQUA and gathers seventeen specific articles on the subject.

de más de 1000 dataciones numéricas para el conjunto de territorios peninsulares e insulares. Aunque las dataciones isotópicas para nuestro territorio comenzaron a publicarse desde mediados de los años 70 y comienzos de los 80 del siglo XX, estas se reducían a un pequeño puñado de dataciones isotópicas C<sup>14</sup> o Th/U aplicadas a problemáticas climáticas o neotectónicas muy particulares y específicas que no permitían realizar extrapolaciones regionales, la mayor parte de ellas publicadas por investigadores extranjeros. No es hasta bien entrada la década de 1990 cuando comienzan a aparecer conjuntos de dataciones que permitían analizar la evolución de valles fluviales, sistemas kársticos o sectores litorales desde un punto de vista geocronológico apoyado en fechas numéricas. Hasta esa fecha, las dataciones y correlaciones de materiales, procesos y formas cuaternarias se habían realizado desde un punto de vista cronológico totalmente relativo. Contenidos faunísticos, secuencias edáficas, industria lítica, materiales arqueológicos y, en proporción ya creciente, datos paleomagnéticos habían constituido los geo-relojes disponibles más fiables para cuaternaristas, geomorfólogos, prehistoriadores, paleontólogos y paleoantropólogos en nuestro territorio.

#### Geocronología y Estratigrafía del Cuaternario en la Cartografía Geológica en España

Para hacernos una idea, las palabras geocronología, datación radiométrica, isotópica o numérica referida a materiales cuaternarios están completamente ausentes en obras tan emblemáticas como los Mapas de España 1:1.000.000 del Cuaternario (1989); Geomorfológico (1992) o Neotectónico (1994) editados por el IGME. Todo ello, sin contar con el tratamiento que se les da a los materiales cuaternarios en la 1ª y 2ª Serie del Plan MAGNA 1:50.000 en las que, salvo muy pocas honrosas excepciones, las dataciones y el término geocronología están completamente ausentes. En el mejor de los casos se aporta una cronología relativa clasificando los materiales como Pleistoceno inferior, medio, superior y Holoceno basados en un gran esfuerzo de análisis geomorfológicos apoyados en datos faunísticos, líticos y edáficos que se observa en algunas cartografías a partir de la década de 1980. Como no podría ser de otra manera, no puedo evitar nombrar a los doctores José Luis Goy Goy (UCM, USAL), Alfredo Pérez-González (IGME, UCM, CENIEH), Caridad Zazo Cardeña (UCM, CSIC), Mateo Gutiérrez Elorza (UNIZAR) y Ángel Martín-Serrano (IGME) que son los que lideraron el análisis y representación cartográfica de los depósitos y formas cuaternarias en el Plan MAGNA. Sé que hay muchas otras personas que hicieron muy valiosos méritos en la cartografía de los depósitos cuaternarios en nuestro territorio, que me perdonen, pero no llegan al volumen de trabajo de los que he mencionado y la lista sería algo larga para este breve artículo introductorio. En cualquier caso, a pesar del esfuerzo de todas estas personas y los que les siguieron, muchísimos MAGNAS todavía contienen amplísimas manchas grises con etiquetas tan generalistas como "Cuaternario indiferenciado"; "Terrazas fluviales cuaternarias"; "Glacis poligénicos", "Rañas" o "Plio-Cuaternario". Ni que decir tiene que los términos Gelasiense, Calabriense o Chibanniense también están ausentes de la cartografía geológica oficial de nuestro país, aunque este gran fallo se puede perdonar, ya que la definición de tales pisos cuaternarios y sus correspondientes GSSP han sido definidos muy recientemente, a partir del año 2010 (Gibbard y Head, 2010; Suganuma et al., 2020). Si la estratigrafía del Cuaternario se encuentra menospreciada, no digamos más aún de la más reciente de este Periodo: El Holoceno. Los términos de Groenlandiense, Northgrippiense y Meghalayense (Walker et al., 2018) que definen los diferentes pisos del Holoceno tampoco aparecen, ni siguiera en las cartografías más recientes.

La ausencia del término geocronología o el uso de dataciones numéricas referidas al Cuaternario se repite en grandes obras emblemáticas, como son la monografía de *"Geología de España"* editada por IGME-SGE (1994) y la obra *"Geology of Spain"* editada por la SGL (Gutiérrez-Elorza et al., 2002). Si bien, en esta última obra aparecen ya edades numéricas referidas a sistemas glaciares, terrazas marinas y, fundamentalmente, a yacimientos fósiles con humanos. Todo ello sirva para poner de relieve la nula actualización de la estratigrafía del Cuaternario en las cartografías geológicas oficiales y obras de referencia en uso a día de hoy. Recuerdo que en el año 2004 o 2005 se hizo una exposición celebrando la finalización y completitud de la 2ª Serie del Plan MAGNA. Si bien es cierto que se dispone de la práctica totalidad de los mapas 1:50.000 (aunque faltan nueve por publicar), también es cierto que muchos son anteriores al año 1975, con una cartografía totalmente obsoleta del Cuaternario y también de periodos anteriores como el Plioceno y Mioceno. Algunos mapas del Levante y SE Peninsular son incluso anteriores al descubrimiento de la Crisis de Salinidad Messiniense (Hsü et al., 1973). Dejando claro que la estratigrafía del Cuaternario se encuentra maltratada e incompleta en las cartografías oficiales, hay que decir bien alto que necesitaría de una importante y sustancial actualización para gran parte del territorio peninsular e insular. Un ejemplo sería la 3ª Serie MAGNA realizada para la Región de Murcia, donde aparece una cartografía 1:50.000 de la Geología del Cuaternario, Geomorfología y Procesos Activos muy actualizada (Fig.1). El Mapa Geológico de España 3ª serie constituye un nuevo producto cartográfico que supone una actualización y mejora de la cartografía geológica de la serie MAGNA y se amplía con nuevas cartografías dirigidas a ser base infraestructural para la ordenación del territorio, como son la cartografía geomorfológica



Figura 1. Ejemplos de cartografía geológica y geomorfológica de los últimos mapas editado en formato 3ª Serie Magna del IGME. Izquierda (a): Mapa Geológico mostrando diferentes formaciones cuaternarias asociadas a la confluencia de los valles del Tajo y Jarama (Madrid) donde la morfología de los depósitos Cuaternarios cartografiados (en diversas tonalidades de gris y con diferentes tramas en rojo) tiene valor diagnóstico puesto que su geometría y localización ayudan a identificar las terrazas, la llanura de inundación, los fondos de valles, conos de deyección, glacis, etc. Algo que no ocurre con las formaciones del sustrato Mioceno (colores rojos y anaranjados). Mapa Geológico 1:50.000, Hoja de Aranjuez 605 (Mediavilla y Rubio, 2010). Derecha (b): Mapa Geomorfológico mostrando diferentes formaciones de abanicos aluviales y de centro de cuenca cuaternarios en la Depresión del Guadalentín (Murcia) donde los distintos tonos de verde identifican el sistema morfogenético aluvial, gradándose de más oscuros (más antiguos) a mas claros (más modernos). El sistema morfogenético lacustre (depresiones semiendorreicas y lagunas de fallas) se representa en distintos tonos de azul y el sustrato metamórfico bético en gris claro. Mapa Geomorfológico 1:50.000, Hoja de Puerto Lumbreras 975 (Silva y Bardají, 2012). Las imágenes extraídas del Portal de Cartografía de libre acceso del Instituto Geológico y Minero de España (IGME-CSIC): http://info.igme.es/cartografiadigital/geologica/

Figure 1. Examples of geological and geomorphological maps published in the format of the 3rd Magna Series (IGME). Left (a): Geological map showing the different Quaternary formations associated with the confluence of the Tagus and Jarama valleys (Madrid). There the morphology of the mapped Quaternary deposits (in different grey tones and with different red patterns) has a diagnostic value since their geometry and location help to identify the terrace sequence, flood plains, valley bottoms, alluvial fans, glacis, etc. This is not the case with the formations of the Miocene substratum in red and orange colours. Geological Map 1:50.000, Aranjuez, Sheet 605 (Mediavilla and Rubio, 2010). Right (b): Geomorphological map showing different Quaternary alluvial-fan and basin-centre formations in the Guadalentín Depression (Murcia), where the different shades of green identify the alluvial morphogenetic system, grading from darker (older) to lighter tones (more modern). The lacustrine morphogenetic system (semiendorheic depressions and fault sag-ponds) is represented in different blue tonalities and the Betic metamorphic substratum in light grey. Geomorphological map 1:50.000, Puerto-Lumbreras Sheet, 975 (Silva and Bardají, 2012). Images extracted from the free-access Cartography web-site of the Geological and Mining Institute of Spain (IGME-CSIC): http://info.igme.es/cartografiadigital/geologica/

y de procesos activos (Fig. 1). Este tipo de mapas ampliamente basados en la cartografía geológica del Cuaternario, suponen inventarios cartográficos básicos para la realización de mapas de susceptibilidad y peligrosidad, indispensables para la incorporación de los riesgos geológicos y efectos del cambio climático en la planificación territorial del siglo XXI. Esta requerirá de nuevas pautas, nuevas estrategias, nuevas necesidades e incluso de importantes modificaciones en el ordenamiento jurídico medio-ambiental actual ante el tan anunciado "Cambio Climático" (Olcina, 2022) Una reciente revisión sobre la importancia de la cartografía de los materiales cuaternarios en los mapas geológicos puede consultarse en Salazar (2017) y Silva *et al.* (2021).

Esperando que esta reivindicación no caiga en el olvido, pasaremos ahora a una controversia bastante peliaguda y todavía candente en la enseñanza en escuelas, institutos y universidades, pero también entre los docentes, investigadores y profesionales que nos dedicamos al estudio del Cuaternario: el concepto de *"datación absoluta"*.

#### El concepto de Datación Absoluta

Actualmente, representa un concepto antiguo, ya casi arcaico. Sin embargo, sigue existiendo en los libros de enseñanza secundaria y universitaria, así como en los escritos, apuntes y artículos científicos de muchos geólogos profesionales. El término absoluto en cuanto a datación se refiere indica una fecha precisa, que se opone a una datación relativa referida a un periodo, época, piso o estadio "sensu lato" (s.l.) de la escala de tiempos geológicos, o que a lo sumo nos ofrece un abanico de edades entre una más antigua y una más moderna (un más/menos: ±). Si nos referimos a una escala geológica global, el ± tiene su importancia relativa en función del periodo geológico al que nos estemos refiriendo. Las dataciones más actuales sobre la edad más antigua de los materiales terrestres determinada mediante el análisis de zircones son de 4.404 ± 1% Ma., correspondiente a un zircón detrítico encerrado en un conglomerado de arenisca metamorfizada en la Formación "Narryer Gneiss Terrane" de las montañas de Jack Hills en Australia Occidental (Cavosie et al., 2004). Aunque determinaciones más recientes sugieren una edad más algo más antigua para la Tierra de 4.470 Ma con similar indeterminación cronológica (Rudge et al., 2010). Sea como fuera, esa incertidumbre de  $\pm$  1% quiere decir que la indeterminación cronológica es de  $\pm$  44 Ma. Esto es una incertidumbre total de 88 Ma, que para los 4.404 o 4.470 Ma que tiene la Tierra es muy aceptable. Si nos vamos a tiempos más recientes, como por ejemplo el Neógeno, esta incertidumbre sería algo completamente inadmisible, por supuesto. Si nos vamos al Mesozoico, los ± correspondientes a los GSSP de los distintos pisos en que se subdividen los periodos Jurásico o Cretácico raramente sobrepasan los  $\pm$  5 Ma, siendo muy comunes los de alrededor de  $\pm$  0,5 a  $\pm$  1,0 Ma. Claro que, si nos movemos al Cuaternario, una indeterminación de  $\pm$  1 Ma nos situaría tanto en el Plioceno como casi en el futuro, dependiendo del piso en que nos encontremos.

Así las cosas, el tamaño sí que importa en la geocronología del Cuaternario y necesitamos que las indeterminaciones sean cada vez de menor rango a medida que nos acercamos al presente. Las dataciones C<sup>14</sup> son, con mucho, las más fiables, pero por lo general tienen un "estándar" de indeterminación de  $\pm$  30 años al uso en los laboratorios comerciales más conocidos. Esto parece aceptable, pero si lo aplicara a mí mismo que nací en 1962, los ± 30 años implicarían que podría haber nacido en 1932 antes de la Segunda Guerra Mundial, o en 1992 después de la caída del Muro de Berlín y la descomposición de la URSS. Los ± 30 años aplicados a la Edad del Bronce o al Mundo Romano parecen aceptables, pero para épocas más modernas resultan cada vez más inaceptables. Lo mismo pasa con los diferentes métodos de datación, todos tienen su particular ±, cada vez más amplio a la vez que nos alejamos en el tiempo. Una datación de 100.000 ± 30 años es muy aceptable, a la vez que improbable de obtener con casi cualquier método de datación. Pero lo más normal es obtener dataciones de 100 ± 30 ka, es decir que multiplicamos por mil y tenemos una indeterminación de treinta mil años, por otro lado, comunes en dataciones Th/U y OSL para fechas alrededor del Último Interglaciar. Esta datación nos diría que nos estamos moviendo entre 130 y 70 ka, es decir, nos situaría seguramente en el estadio isotópico MIS 5, dentro del Último Interglaciar, pero también podríamos estar a finales del MIS 6 o muy al principio del MIS 4.

Con todo esto quiero decir que las indeterminaciones son importantes (a veces de miles de años) y que por mucho método de datación que utilicemos, las fechas absolutas *"sensu stricto" (s.s.)* no existen y, por lo tanto, las dataciones absolutas tampoco. Por otro lado, existen algunos trabajos (no muchos) que hacen un examen o crítica metodológica a diferentes métodos de datación o de diferentes análisis del mismo método. En ellos se observa que cuantas más muestras se analizan de un mismo sondeo, nivel estratigráfico, niveles contiguos, trinchera de falla, afloramiento o elemento geomorfológico, se obtienen fechas más variopintas y dispares. Al final, los investigadores discriminan las fechas en función de la lógica estratigráfica o geomorfológica del problema que están estudiando. En otras muchas ocasiones, que desconocemos, las fechas inoportunas no llegan a publicarse y quedan en el particular limbo de las bases de datos de los laboratorios de datación.

El problema de las fechas es que muchos investigadores concentrados en la resolución de un problema muy concreto subestiman la lógica estratigráfica o geomorfológica necesaria para resolverlo. Esto es muy común en los trabajos de paleosismología exclusivamente basados en la realización de trincheras de falla, donde la interpretación del log de una de las paredes de las trincheras se convierte en un *"Sancta Sanctōrum"* y manda sobre cualquier otro dato geológico o geomorfológico que pueda existir fuera de ellas.

Hay que ser conscientes de que muchos de los métodos de datación que se utilizan en la actualidad, como el C<sup>14</sup>, Th/U, OSL, ESR, Radioisótopos (por ejemplo), ofrecen fechas numéricas basadas en diferentes tipos de procesos geoquímicos y/o físicos. Dichas fechas y sus indeterminaciones se obtienen tras unos cálculos matemáticos en los que se realizan sucesivas correcciones y se someten a procesos estadísticos iterativos. La importante obra sobre la datación carbono catorce de Taylor y Bar-Josef (2014) *"Radiocarbon Dating"* define las edades radiométricas como resultado de una "convención matemática" con base química y/o física. Así, los resultados obtenidos por diferentes métodos de datación están lejos de ser considerados *"edades absolutas"*, siendo mucho más apropiado el término *"edad numérica"*.

El problema de lo absoluto arraiga con fuerza cuando a partir de esas edades numéricas se empiezan a calcular tasas de sedimentación, tasas de erosión, tasas de elevación tectónica, tasas de desplazamiento de fallas, etc. Esta reciente "numerización" de los procesos geológicos se asume como una cuantificación cierta de los mismos, resultando muy atractiva para investigadores y publicaciones, pero en la mayor parte de los casos de escasa aplicación real. A todo ello se ha llegado como consecuencia de la monitorización de los procesos geológicos que existe en la actualidad mediante dispositivos o métodos geomáticos GPS o GNNS. Estos pueden medir la pérdida de suelo, tasas de erosión, desplazamientos tectónicos y un largo etcétera de procesos geológicos con resoluciones de pocos cm o mm/año. De esta forma, sin darnos apenas cuenta, se ha consumado numéricamente uno de los principios básicos de la Geología: "El Presente es la Clave del Pasado". Esto es, la materialización matemática del principio geológico formulado por James Hutton en 1795 y desarrollado más detalladamente por Charles Lyell en 1830, el "Uniformitarismo" o "Gadualismo" (Pedrinaci, 1992). La uniformidad de las leyes físicas, químicas, tasas y ritmos que rigen los procesos geológicos hoy son los mismos que los del ayer y los del mañana, y nos hemos empeñado en numerizarlos. Todos sabemos que esto no es cierto y que el nuevo "Catastrofismo Actualista" o Neocatastrofismo (Hsü, 1983) nos indica que los cambios más importantes ocurren a pulsos, durante eventos muy energéticos de baja o muy baja frecuencia, a veces eventos singulares únicos. Nos empeñamos en calcular las tasas de deslizamiento de las fallas en mm/año, cuando todos sabemos que el desplazamiento se produce durante terremotos individuales, terremoto a terremoto. Y el sumatorio a lo largo del tiempo de los desplazamientos finitos que tienen lugar durante cada sismo, lo extrapolamos a tasas de deslizamiento de falla o incluso a tasas de desplazamiento de las placas tectónicas en los mencionados mm/año. Así es; una falla puede estar inmóvil durante cientos o miles de años y deslizarse un metro y medio durante un terremoto individual que apenas dura 30-50 segundos. Con la erosión pasa lo mismo; los picos de erosión y sedimentación tienen lugar durante grandes tormentas e inundaciones. Todo ello aplicable a la práctica totalidad de procesos geológicos externos e internos, incluyendo los volcanes que pueden aparecer y apagarse en pocas semanas, meses o años. Estos pequeños periodos de tiempo son prácticamente despreciables para los millones o cientos de miles de años que normalmente considera la escala de tiempos geológica, y pueden considerarse ciertamente puntuales.

Después de toda esta retahíla de frases en contra de lo absoluto, hay que decir, para ser "honestos", que los métodos de datación actuales no nos permiten de momento ser absolutistas y seguimos siendo relativistas. Eso sí, relativistas con un apoyo numérico muy importante que, cuando investigamos el Pleistoceno (*s.l.*), nos permite posicionarnos en periodos temporales asimilables a lo abar-

cado por un "estadio isotópico marino" (MIS). Cuando hablamos del Holoceno las fechas C<sup>14</sup> nos ofrecen un mayor detalle de pocos cientos o, incluso, pocas decenas de años. Esta recientemente adquirida resolución numérica en las fechas nos permite acotar en el tiempo procesos y formas con un detalle sin precedentes en la historia de la Geología. No obstante, para ser realistas, tendríamos que abandonar el término de datación absoluta y sustituirlo gentilmente por los conceptos de "datación isotópica", "datación radiométrica" o, para no ser pretenciosos, "datación numérica".

#### Simbología de fechas y uso de las abreviaturas

Con ánimo didáctico para los no especialistas, advertir una serie de formalismos en el uso de las siglas que acompañan a las fechas resultantes de nuestras dataciones:

- a) El uso de la sigla Ma para designar "Millones de años" es una reciente convención internacional a utilizar en los trabajos de geología, paleontología y en general de geociencias, recomendada por la IUPAC (Unión Internacional de Química Pura y Aplicada) en el año 2011. Proviene del latín "Mega annum". Esta se propone como grafía estándar internacional para sustituir otras abreviaturas como Myr, My u otras abreviaturas utilizadas en otros idiomas. En España, la RAE recomienda el uso de m.a., aunque la abreviatura Ma es la sigla más utilizada en los trabajos científicos por la comunidad internacional en los últimos años. De la misma manera se recomienda el uso de la sigla ka (en minúscula) para la designación de miles de años en detrimento de otras abreviaturas como ky, kyr, Ka, etc.
- b) El uso de la sigla años BP (Before the Present) solamente puede aplicarse a fechas C<sup>14</sup>. En el año 1954, el Servicio de Metrología del U.S. National Bureau of Standards seleccionó el "1 de enero de 1950" como fecha origen de la escala temporal de dataciones por radiocarbono, coincidiendo con la profusión de ensayos nucleares en suelo americano. Por tanto, las siglas BP no pueden utilizarse con otros métodos como el Th/U, OSL, ESR, etc. Además, se desaconseja el uso de la traducción al castellano años AP (Antes del Presente).
- c) Las fechas resultantes de análisis Th/U, OSL, ESR, etc. son edades numéricas que representan "años de antigüedad" o "años transcurridos" desde que comenzó un proceso geoquímico determinado (desintegración radiactiva, exposición a la luz, racemización de aminoácidos, etc.). Por tanto, no hacen referencia al año 1950 sino al momento en que se realiza el análisis geoquímico, químico-físico o bioquímico relacionado con la datación de un material determinado. Aunque esto no tiene demasiada incidencia para fechas muy antiguas, en la actualidad ya existe una diferencia de unos + 70 años entre edades BP C<sup>14</sup> y las proporcionadas por estos otros métodos. Por tanto, este hecho tiene especial incidencia para dataciones dentro del Holoceno, especialmente las más recientes.
- d) La sigla años "b2k" fue propuesta en el año 2005 por el Centro para el Hielo y el Clima del Instituto Niels Böhr de la Universidad de Copenhague (Dinamarca) como "años antes del 2000 d. C.". Se basa en la escala de tiempo de "Groenlandia Ice Core Chronology" 2005 (GICC05) propuesta por Svenson et al. (2008). Abarca los últimos 60 ka y ha sido calibrada en el sondeo NorthGRIP mediante la combinación de diferentes métodos de datación (C<sup>14</sup>, Ar/Ar) y perfiles isotópicos δO<sup>18</sup>, Be<sup>10</sup> y Cl<sup>36</sup>, entre otros.
- e) En Arqueología y Geoarqueología, todavía es muy común el uso de las siglas para años antes (a.C.) y después (d.C.) de Cristo (BC y AC/AD en inglés) aunque la comunidad internacional recomienda el uso de las siglas de años BCE (*Before the Common Era*) o años CE (*Common Era*) que son numéricamente equivalentes a los años BC y AC o AD (*Annus Domini*) respectivamente. Las siglas BCE y CE se utilizan ampliamente desde finales del pasado siglo dada su neutralidad religiosa. En España, la RAE recomienda el uso de las abreviaturas a.e.c. y e.c. (en minúscula) para

referirse a "antes de la era común" y "era común", aunque su uso no es muy aconsejable en la literatura científica geológica.

# **El Volumen Especial**

El presente número especial se centra en la mayoría de los métodos de datación que nos pueden ofrecer fechas numéricas y sus correspondientes errores para los materiales Cuaternarios. Los diferentes artículos recogen las técnicas más novedosas o punteras, aunque las más comúnmente usadas en el estudio del Cuaternario, como el **Paleomagnetismo**, **Potasio-Argón** (K/Ar) o **Carbono 14** (C<sup>14</sup>) no se han incluido. Esto ha sido debido a que los especialistas con los que se había contactado para la redacción de estos artículos desgraciadamente no pudieron concretar su participación por diferentes motivos. En cualquier caso, son de los métodos más antigua y comúnmente usados en el estudio del Cuaternario, y de sobra conocidos por la mayoría de cuaternaristas, existiendo diferentes obras de referencia para los mismos, aunque no sea en castellano.

La presente obra recoge casi una veintena de métodos que, de una u otra forma, nos aportan fechas y edades numéricas con un importante bagaje geocronológico y apoyo isotópico, geoquímico, biogeoquímico o arqueológico. Partimos de las dataciones epigráficas, cerámicas o numismáticas que nos ofrece la *arqueología* (01. *Campos et al.*) para adentrarnos en los métodos arqueomagnéticos (02. *Carrancho et al.*), *dendrocronológicos* (03. *Génova-Fuster y Díez-Herrero*), *liquenométricos* (04. *Pérez-López*) y de estudio de *sedimentos varvados* (05. *Corella y Martín-Puerta*) que nos permiten fechar materiales, formas, procesos y eventos energéticos históricos, holocenos o de edad post-glaciar. La contribución de (06.) *Cearreta et al.*, nos explica de qué manera el análisis de radionucleidos de vida corta como el Plomo (<sup>210</sup>Pb), Cesio (<sup>137</sup>Cs) o Plutonio (<sup>239,240</sup>Pu) ayuda en la datación de procesos geológicos muy recientes, especialmente aquellos relacionados con procesos de contaminación y/o del estudio del todavía *"nonato"* Antropoceno.

Los dos siguientes artículos nos ofrecen cómo se pueden combinar fechas procedentes de diferentes métodos de datación (C<sup>14</sup>; Th/U, TL, OSL, etc.) para el establecimiento de *"modelos cronológicos robustos"* que profundicen en las tasas de sedimentación de zonas lagunares y sus implicaciones paleoclimáticas (07. *Moreno et al.*), o para el establecimiento de cronologías fiables mediante la generación de *"cronofunciones"* (08. *Silva y Roquero*) que relacionen fechas y alturas relativas de terrazas fluviales u otros elementos geomorfológicos, ofreciéndonos marcos geocronológicos regionales *"low-cost"*.

**Bardají y Lario** (09. y 10.) ahondan en los principios de la *"estratigrafía isotópica marina"* (Marine *Isotopic Stages*), mostrándonos las bases y actualizaciones más recientes de tales escalas isotópicas, con especial referencia al último ciclo glaciar (MIS 4 - MIS 1): estadiales e interestadiales de Groenlandia; Eventos Dansgaard-Oeschger y Eventos Heinrich.

Los siguientes artículos se basan en el uso de los estudios micropaleontológicos como herramienta de datación, tanto en estudios de sondeos marinos (11. *Alonso-García et al.*), como en registros continentales lacustres o de rellenos kársticos fundamentalmente (12. *Cuenca-Bescós*). Tanto el estudio de microforaminíferos como de micromamíferos no nos aportan una cronología *"sensu stricto"* por sí mismos, pero su combinación con dataciones o curvas isotópicas relacionadas permiten el establecimiento de marcos cronológicos robustos para sondeos marinos, continentales y secuencias kársticas. Los primeros son muy importantes para el último ciclo interglaciar-glaciar-interglaciar, y las segundas, relevantes en el establecimiento de cronologías alrededor del tránsito Pleistoceno inferior-medio y más antiguas.

El siguiente artículo aborda la *datación isotópica Th/U* (13. *Múñoz-García y Martín-Chivelet*) todo un "tótem" de la geocronología del Cuaternario que se ha aplicado a sistemas kársticos (espeleotemas), terrazas marinas (gasterópodos), corales, calcretas y demás materiales geológicos con un contenido importante y de precipitación primaria de CO<sub>3</sub>Ca. A continuación, se aborda la técnica de datación por *"racemización de aminoácidos"* (14. *Torres et al.*), que analiza la degradación de aminoácidos en elementos de origen biológico muy diversos, como foraminíferos, moluscos, crustáceos, y diferentes tipos de fósiles de mamíferos (huesos y dientes), lo que permite establecer cronologías en secuencias difícilmente datables por otros métodos. Es una técnica no muy utilizada, pero ampliamente aplicada en España debido al trabajo del *Laboratorio de Estratigrafía Biomolecular* de la Universidad Politécnica de Madrid (UPM).

La siguiente dupla de artículos se ocupa del análisis de dos de las técnicas de datación más modernamente introducidas en España, y de amplio uso en la actualidad, como son la *"Termoluminiscencia y la Termoluminiscencia Ópticamente Estimulada"*, TL y OSL en sus siglas convencionales (15. *Medialdea-Utande y García-Silva*) y la *"Resonancia Paramagnética Electrónica"*, ESR (16. *Duval*). La versatilidad de estas técnicas de datación al no requerir materiales específicos, sino más bien ampliamente distribuidos sobre la corteza terrestre, como son granos de cuarzo y feldespato, es la que ha hecho que estas sean las herramientas geocronológicas que han multiplicado exponencialmente el número de datación del *Centro Nacional para el Estudio de la Evolución Humana* (CENIEH) al que pertenecen los primeros firmantes de ambos artículos. Un último artículo (17. *Alcalá Reygosa et al.*) nos ilustra en las más modernas aplicaciones de la *"datación por cosmogénicos terrestres de materiales y formas volcánicas recientes"*, comentándonos algunos ejemplos en volcanes monogenéticos holocenos de México. Desafortunadamente, a última hora se nos ha caído del volumen un artículo más amplio dedicado a la técnica de "datación por isótopos cosmogénicos radiactivos", que permite la datación de materiales sedimentarios, pero también de formas erosivas, especialmente en ambientes glaciares.

Todos los artículos poseen un apartado metodológico en el que se exponen los principios físicos, químicos, fisicoquímicos o biológicos del método de datación en cuestión, pero también se exponen los métodos y el material de muestreo en campo, así como los materiales geológicos más recomendables para su datación y las limitaciones de estos. Otro apartado genérico que poseen todos los artículos es el de **rango temporal de las dataciones**. Los límites temporales de datación de cada método, es decir el rango cronológico de aplicación se expone claramente y se indican qué resultados más antiguos se han obtenido en nuestro territorio. De la misma forma, este apartado resume las incertidumbres asociadas a cada método y fuentes de estas, así como los límites máximos de edad que se havan obtenido dentro del Periodo Cuaternario de forma global. En los métodos que lo han reguerido, también se indican los límites mínimos de aplicación de los mismos. En definitiva, es un volumen dirigido no a especialistas sino a aquellas personas que quieran o necesiten hacer dataciones en sus investigaciones y poder saber qué métodos son los más adecuados, así como qué materiales, rutinas y aparatos de muestreo necesitarán para su consecución. Todos los artículos presentan dos o tres ejemplos de aplicación de los métodos en nuestro territorio sobre distintos materiales o ambientes geológicos como, por ejemplo, cuevas, marismas, terrazas fluviales, dunas, superficies glaciadas, materiales volcánicos recientes y un largo etc. En el apartado de resumen y conclusiones, se destacan los aspectos más notables o novedosos del método de datación, su ámbito de aplicación y problemáticas a resolver con temáticas tan diversas como la paleohidrología, evolución humana, paleoclimatología, paleosismología, prehistoria y, en general, la mayor parte de disciplinas involucradas en la investigación de riesgos geológicos y cambio climático.

Asimismo, los diferentes artículos ofrecen una **bibliografía muy actualizada** y diferentes ejemplos de aplicación de los distintos métodos de datación en nuestro territorio. Hemos querido que todo

el volumen discurra en castellano, ya que a pesar de que existen muchos libros, monografías y artículos en inglés sobre estos distintos métodos, la literatura en castellano es realmente escasa. En resumen, puede decirse que hemos tratado de elaborar una guía metodológica en castellano para el uso de diferentes métodos de datación en materiales y formas cuaternarias, así como su viabilidad, eficacia y rentabilidad relativa para el estudio de diferentes materiales, procesos y ambientes sedimentarios durante el Cuaternario, poniendo diferentes ejemplos para ello.

Todos los trabajos han sido revisados por pares, incluyendo un importante elenco de investigadores que han actuado como revisores. Desafortunadamente, esta ha sido una labor, en ocasiones, muy ardua ya que ha habido personas a las que se les ha solicitado la revisión y la han denegado. Otros, desgraciadamente, ni han respondido a las repetidas solicitudes realizadas. Olvidándonos de estos personajes, quiero mostrar mi gratitud al estupendo plantel de revisores que ha colaborado con la edición de este volumen especial que, por orden alfabético son: Montserrat Alonso-García (USAL); Paula Álvarez Iglesias (UVIGO); Arantza Aramburu Artano (UPV-EHU); Martin Arriolabengoa (UPV-EHU); Rafael Baena Escudero (US); Juan Ballesteros (MNCN-CSIC); Teresa Bardají (UAH); Miquel Bartolomé Úcar (IPE-CSIC); Elisabet Beamud (CCIT-UB); Alfonso Benito (CENIEH); José Ignacio Canudo (UNIZAR); Jaime Cuevas (UA); Javier Elez (USAL); José Juan Fernández Caro (Dip. Sevilla); Julio Garrote (UCM); Penélope González-Sampériz (IPE-CSIC); Armand Hernández Hernández (UDC); Policarp Hortolà (URV); Mª Jesús Irabien (UPV-EHU); Eneko Iriarte (UBU); Montserrat Jiménez (UNIOVI); Mª Pilar Mata (IGME-CSIC); Ana Moreno Caballud (IPE-CSIC); Belén Oliva Urcia (UNIZAR); Marta Pérez-Fidalgo (USAL); Raúl Pérez-López (IGME-CSIC); Javier Pérez-Tarruella (USAL); Mª Ángeles Perucha (IGME-CSIC); Natalia Prado (UANDES, Colombia); José Carlos Robredo (UPM); Juan Rofes (UPh; Filipinas); Elvira Roquero (UPM); Isabel Sánchez Ramos (UCO); Miren del Val Blanco (CENIEH); Cari Zazo (MNCN-CSIC).

No podría acabar estos agradecimientos sin reconocer la gran disposición de todos los autores y sin mencionar a **Begoña Bautista** (Editorial Manager de la Revista) y **Lourdes Lalana** (Editorial Cometa Gráfica) por la estupenda labor de edición que han realizado.

#### Bibliografía relevante citada

- Cavosie, A.J., Wilde, S.A., Liu, D., Weiblen, P.W., Valley, J.W. (2004). Internal zoning and U-Th-Pb chemistry of Jack Hills detrital zircons: a mineral record of early Archean to Mesoproterozoic (4348-1576 Ma) magma-tism. *Precambrian Research*, 135, 251–279. https://doi.org/10.1016/j.precamres.2004.09.0
- Gibbard, P.L., Head, M.J. (2010). The newly-ratified definition of the Quaternary System/Period and redefinition of the Pleistocene Series/Epoch, and comparison of proposals advanced prior to formal ratification. **Episodes,** 33, 152 - 158. https://stratigraphy.org/gssps/files/quaternary-pleistocene.pdf
- Gutiérrez-Elorza, M., García-Ruíz J.M., Goy, J.L., Gracia Prieto, J.F., Gutiérrez-Santolalla, F., Martí, C., Martín-Serrano, A., Pérez-González, A., Zazo, C., Aguirre, E. (2020). The Quaternary. In: Geology of Spain (Gibbons, W. y Moreno, T., Eds). The Geological Society (GSL), London, UK. 336-366.
- Hsü, K.J. (1983). Actualistic catastrophism. Sedimentology, 30, 3-9.
- Hsü, K.J. (1990). Actualistic catastrophism and global change. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoeclogy, 89 (3), 309-313. https://doi.org/10.1016/0031-0182(90)90072-F
- Hsü, K.J., Cita, M.B., Ryan, W.B.F. (1973). The origin of the Mediterranean environment. *Initial Report of the Deep Sea Drilling Project*, vol. 13, US Government Print. Office, Washington, pp. 1203–1235.
- Pedrinaci, E. (1992). Catastrofismo Versus Actualismo: Implicaciones Didácticas. *Enseñanza de las Ciencias*, 10 (2), 216-222.
- Olcina, J. (2022). Cambio climático y ordenación del territorio: nuevas pautas para nuevas necesidades. *Foro de la Economía del Agua (Blog)* https://forodelaeconomiadelagua.org/cambio-climatico-y-ordenacion-del-territorio-nuevas-pautas-para-nuevas-necesidades/ Consultado 02/11/2022.
- Rubio, F.J., Medialdea, R. (2010). Cartografía Geológica 1:50.000 de la Hoja de Aranjuez (nº 605). Instituto Geológico y Minero de España (IGME), Madrid.

Rudge, J.F., Kleine, T., Bourdon, B. (2010). Broad bounds on Earth accretion and core formation constrained by geochemical models. *Nature Geoscience*, 3, 439-443. https://doi.org/10.1038/ngeo872

Salazar, A. (2017). El Cuaternario en los mapas geológicos. *Enseñanza de las Ciencias de la Tierra,* 25 (1), 5-9. Suganuma, Y., Okada, M., Head, M.J., Kameo, K. *et al.* (2020). Formal ratification of the Global Boundary

- Stratotype Section and Point (GSSP) for the Chibanian Stage and Middle Pleistocene Subseries of the Quaternary System: he Chiba Section, Japan. Episodes, 1-31. https://doi.org/10.18814/epiiugs/2020/020080
- Silva, P.G., Bardají, T., Goy, J.L., Zazo, C. (2012). Cartografía Geomorfológica 1:50.000 de la Hoja de Puerto Lumbreras (nº 975). Instituto Geológico y Minero de España (IGME), Madrid.
- Silva, P.G., Bardají, T., Baena-Preysler, Giner-Robles, J.L., Van der Made, J., Zazo, C., Rosas, A., Lario, J. (2021). Tabla cronoestratigráfica del Cuaternario de la península ibérica (v 3.0): Nuevos datos estratigráficos, paleontológicos y arqueológicos. *Cuaternario y Geomorfología*, 35 (3-4), 121 – 146. https://doi. org/10.17735/cyg.v35i3-4.89346
- Svensson, A., Andersen, K. K., Bigler, M., Clausen, H. B., et al. (2008). A 60 000 year Greenland stratigraphic ice core chronology. *Climate of the Past*, 4, 47–57. www.clim-past.net/4/47/2008/
- Taylor, R.E. y Bar-Yosef. (2014). Radiocarbon Dating: An Archaeological Perspective. Routledge Press, New York, USA. 404 pp. https://doi.org/10.4324/9781315421216
- Walker, M., Head, M.J., Berkelhammer, M. Björck, S. *et al.* (2018): Formal ratification of the subdivision of the Holocene Series/ Epoch (Quaternary System/Period): two new Global Boundary Stratotype Sections and Points (GSSPs) and three new stages/ subseries. Episodes 41 (4), 213-223. https://doi.org/10.18814/ epiiugs/2018/018016



Figura 2. Portada del Volumen Especial sobre Métodos de datación en el Cuaternario. Revista Cuaternario y Geomorfología, 36 (3-4), diseñada por Pablo G. Silva, 2022.

Figure 2. Cover of the Special Volume on Quaternary Dating Methods. Revista Cuaternario y Geomorfología, 36 (3-4), designed by Pablo G. Silva, 2022.



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

# Datación en arqueología a través de la cultura material: cerámicas, epígrafes y monedas

Dating in archeology through material culture: potteries, epigraphs and coins

Campos, J.M.<sup>(1)</sup>; González, J.<sup>(2)</sup>; Arévalo, A.<sup>(3)</sup>; Bermejo, J.<sup>(1)</sup>

 (1) Departamento de Historia, Geografía y Antropología, Área de Arqueología. Centro Investigación Patrimonio Histórico, Cultural y Natural, Universidad de Huelva. Avda. Tres de Marzo s/n. 21007, Huelva. campos@uhu.es, javier.bermejo@dhis1.uhu.es
 (2) Catedrático Emérito de Filología Latina. Universidad de Sevilla, c/ Palos de la Frontera, s/n. 41004, Sevilla julgonzalez@us.es
 (3) Departamento de Historia, Geografía y Filosofía, Área de Arqueología. Universidad de Cádiz. Avda. Doctor Gómez Ulla s/n. 11003 Cádiz, alicia.arevalo@uca.es

#### Resumen

El estudio de determinados artefactos, especialmente la cerámica, la moneda y las inscripciones, permite establecer dataciones relativas o absolutas por sí mismos. Las cerámicas pueden aportar dataciones con márgenes de una o dos décadas, caso de determinados sellos de alfareros o talleres de producción, e incluso absolutas gracias a la aparición de *tituli picti*. Por su parte, la epigrafía a través del estudio de las inscripciones posibilita en numerosos casos una datación absoluta, gracias a la información que recogen por escrito. Muestra de ello podrían ser las dataciones consulares o titulaciones imperiales que permiten conocer con total exactitud la fecha a la que hace mención el episodio o acontecimiento que recogen. La moneda es un documento continuo en el tiempo puesto que las series se suceden unas a otras, en algunos casos durante doscientos o trescientos años, o durante la vida de una ciudad como es el caso de Roma. Aunque en la moneda antigua no consta expresamente la fecha de acuñación, existen distintos procedimientos para su datación, debido a la variedad de emisiones existentes y a la información contenida en ellas. Es por tanto que, en el marco de las investigaciones arqueológicas, la información que aportan estos materiales en determinados contextos, ya sea gracias a la conjunción de los tres, ya sea por alguno de ellos, supone a día de hoy la principal fuente para el establecimiento de cronologías o dataciones en el campo de la Arqueología.

Palabras clave: Cerámica, Epigrafía, Numismática, datación arqueológica.

#### Abstract

The study of certain artifacts, pottery, coins and inscriptions, allows relative or absolute data to be established by themselves. Potteries can provide data with time frames of one or two decades, in the case of certain

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



stamps of potteries or production workshops, and including absolutes due to the appearance of tituli picti. For its part, epigraphy, through the study of inscriptions, makes possible in many cases an absolute dating, thanks to the information collected in writing. Proof of this could be the consular dates or imperial titles that allow knowing with total accuracy the date to which the episode or event they collect mentions. The coin is a continuous document in time since the series succeed one another, in some cases for two or three hundred years, or during the life of a city as is the case of Rome. Although the date of minting is not expressly stated in the ancient coin, there are different procedures for its dating, due to the variety of existing issues and the information contained in them. It is therefore that, within the framework of archaeological research, the information provided by these materials in certain contexts, either thanks to the conjunction of the three, or by one of them, is today the main source for the establishment of chronologies or dates in the Archaeology.

Key words: Potteries, Epigraphy, Numismatics, archaeological dating.

#### 1. Introducción

Con independencia de las dataciones que los elementos muebles arqueológicos nos puedan proporcionar aplicando sobre ellos métodos de datación fisicoquímicos o de otro tipo, existen artefactos que por su propia naturaleza pueden aportar dataciones muy precisas que en algunos casos pueden considerarse totalmente absolutas. En estos casos se encuentran la cerámica, la epigrafía y la numismática.

#### 2. La Cerámica

Aunque el origen de la cerámica puede retrotraerse, según los últimos hallazgos acaecidos en China, hasta hace 20000 años, lo cierto es que será en el Neolítico cuando asistimos a una generalización del uso de la misma cuando es preciso disponer de recipientes que permitiesen almacenar el excedente de los productos procedentes de la agricultura. Desde entonces, su expansión hacia Occidente la convierten en el artefacto de mayor presencia en el registro arqueológico de todas las culturas. De ahí la consideración de fósil director por excelencia. El estudio de la cerámica ha evolucionado de forma considerable con el paso del tiempo. A la fase inicial de carácter crono-tipológica le ha sucedido una visión más contextual que nos acerca a una aproximación a la historia total del artefacto que le dota de una

información fundamental para el estudio de las culturas que lo generaron. Sin embargo, y como a continuación mostraremos, las posibilidades de datación de la cerámica siguen siendo uno de sus valores fundamentales, ya que no sólo puede aportarnos cronologías relativas, sino que, a medida que los estudios avanzan, la precisión cronológica puede ser de carácter absoluto.

#### 2.1. La cerámica como indicador cronológico

Como va hemos adelantado, con independencia de la información que la cerámica nos proporciona para la definición y evolución de grupos culturales específicos, uno de sus principales valores reside en la posibilidad de datar las unidades estratigráficas de un yacimiento, permitiendo por tanto obtener cronologías no solo relativas, sino en algunos casos también absolutas, por lo que se erigen como una fuente fundamental para la interpretación cronocultural de un yacimiento. La precisión cronológica dependerá del periodo histórico de que se trate. De este modo, no será hasta la protohistoria cuando contemos con tipos cerámicos que nos pueden otorgar una cronología más cerrada que en el mejor de los casos se pueden encuadrar, según los tipos, en horquillas cronológicas de entre 20-50 años. Una excepción son las cerámicas griegas que, aunque por lo general también se enmarcan en las horquillas antes indicadas, que pueden ser algo más precisas en determinados tipos como las copas comasta o las copas de ojos, cuando se trata de cerámicas pintadas firmadas por sus autores la horquilla puede reducirse. La lista de pintores que firman estas cerámicas es muy amplia y en ocasiones su producción se extiende durante varias décadas, citemos como ejemplos a Clitias (580-550) o Exequias (550-525). Si bien en otras, como por ejemplo Sófilos (580-570 a. C.), o los pintores de Neso (615-605) y de la Gorgona (580-570), puede afinarse en una década (Rodríguez y Mannack, 2019).

Pero será en época romana cuando dispongamos de producciones cerámicas que nos pueden otorgar una cronología muy precisa. De manera general las producciones más difundidas de este periodo cultural, producciones finas de mesa —caso de campanienses, sigillatas o paredes finas— así como de transporte —ánforas—, ofrecen una amplia cronología entre las formas que engrosan sus repertorios. Sin embargo, se dan particularidades en sus producciones, casos especiales, en los que se puede obtener una cronología absoluta, con una precisión en su datación de un año concreto, como se comprueba en determinados tipos anfóricos.



Figura 1. Grafito procedente de Valkenburg (Holanda) con datación consular del 23 de junio del año 158
d.C. (*Bureau Archeologie en Monumenten* – Nimega).
Adaptado de Moros y Berni (2012), (fig. 13 pág. 44).

Figure 1. Graphite from Valkenburg (Holland) with consular dating of June 23, 158 AD. (Bureau Archeologie en Monumenten – Nimega). Adapted from Moros y Berni (2012), (fig. 13 pág. 44). Estas últimas, aunque por su tipología presentan márgenes cronológicos que en algunos casos puede aproximarse en 50 años, caso de las Dressel 11 béticas (García et al., 2016) o Dressel 20 tarraconenses (Berni, 2016) y por tanto nos proporciona una datación relativa, en muchos casos presenta una particularidad que permite obtener cronologías absolutas incluso de un año determinado. Nos referimos a los tituli picti, inscripciones pintadas que encontramos en la superficie de las ánforas y que contienen datos relativos al peso vacío del ánfora y al peso neto del aceite, en el caso de las Dressel 20, así como una serie de informaciones comprimidas que mencionan con frecuencia el nombre de ciudades, el nombre de los centros productores y del comerciante y, lo que más interesa a nuestros propósitos, la datación consular (Fig. 1). Como más adelante se verá en el apartado de la epigrafía, gracias a los Fasti consulares conocemos el listado y el año exacto de los cónsules ordinarios. Cuando ocasionalmente aparece la titulatura consular en el tituli picti es posible conocer el año en el cual el ánfora fue fabricada y comercializada, lo que permite establecer la cronología exacta de un determinado nivel arqueológico, de ahí la importancia de estas marcas inscritas sobre las ánforas. Cuando el Tituli picti consular se asocia a marcas de alfarero, muy frecuentes en las ánforas, nos aporta, además, una cronología aproximada de la producción de ese taller, lo que permite afinar más la cronología de la producción de un alfar concreto.

El segundo grupo cerámico al que nos referiremos es el de la *terra sigillata*. Se trata de la cerámica fina de mesa por excelencia en el mundo romano. Los estudios sobre este tipo cerámico son los que más desarrollo han tenido desde los comienzos de la ceramología y es el grupo al que más atención se ha prestado desde la primera mitad del s. XX, con obras ya clásicas como los estudios de Dragendorff u Oswald, habiendo avanzado notablemente en las últimas décadas con una amplísima y variada producción científica al respecto. Aunque el periodo de fabricación de la *sigi*- *llata*, si incluimos todos los grupos que la integran, se extiende desde mediados del s. I a. C. hasta el VII, existen formas cuyo periodo de fabricación se puede acotar en un par de décadas. En muchas ocasiones estas cerámicas disponen, en el interior de la pieza, del sello del alfar donde fueron fabricadas, circunstancia que, en ocasiones, ayuda a precisar, todavía más, la cronología de fabricación (Fig. 2). Ejemplo de todo ello, de entre todas las producciones de barniz rojo, podrían traerse a colación algunas cerámicas procedentes de talleres del área sudgálica de La Graufesenque, con sellos de alfareros como Marinus que permiten dataciones de entre el 50-70 d.C. (Genin et al., 2007, 218). Este panorama descrito para las cerámicas romanas se torna más incierto cuando nos adentramos en cronologías bajomedievales y postmedievales donde aumenta la imprecisión por factores como la multiplicidad de centros productivos y la falta de investigación sistemática que aborde el estudio de las producciones y su cronología.

#### 2.2. Ejemplos concretos

Ya se ha señalado para el caso de las ánforas la presencia de tituli picti que recogen el año consular, aportando por tanto una cronología extremadamente precisa. Los ejemplos más antiguos datan de época republicana, siendo los más destacados los procedentes del Castro Pretorio en Roma, que apenas llegan a la veintena y algunos ejemplares procedentes de la Galia. Por lo que respecta a la Península Ibérica, se han documentado ejemplares procedentes de Torre Tarvenera, Vallromanes, del 119 a. C.; Burriac, Cabrera de Mar, del 90 a. C.; Azaila, Teruel, del 91 a. C.; Valencia, del 112 y Cartagena, del 119-117 a. C. (Pérez Ballester, 1995). De época imperial se conocen ejemplares localizados, sobre todo, en el Monte Testaccio procedentes mayoritariamente de la Bética, algunos de ellos de reciente estudio como el ejemplar de Sel, (Salobreña, Granada) fechado en 218 d.C. (Martínez et al., 2017).



Figura 2. Base de *terra sigillata* hispánica del *Tritium Magallum* con sello de alfarero OF·NAS·DE procedente del yacimiento de *Arucci* (Aroche, Huelva), datación de la segunda mitad del s. I d.C.

Figure 2. Hispanic terra sigillata bowl of Tritium Magallum with stamp-seal OF•NAS•DE, from the Arucci site (Aroche, Huelva), dating from the second half 1st. c. AD.

Por su parte, en lo tocante a la cerámica fina vuelve sin duda a ser la denominada sigillata o producciones de barniz rojo, el mejor ejemplo para acotar cronologías lo más precisas posibles. A este respecto se podrían mencionar algunos ejemplos de producciones itálicas, caso de la forma Consp. 1.1, fechada entre el 20-10 a.C, o las formas 12, 14.1, 15.1 con una producción desde los años centrales del principado de Augusto hasta el fin del mismo (Ettlinger, 1990). De la misma forma algunos ejemplos concretos de las producciones sudgálicas procedentes de los talleres de Montans o el ya citado de la Graufesengue, ofrecen dataciones muy precisas. De entre ellas podemos citar las formas decoradas tipo 29, con una producción fechada entre el 60-90 d.C., la forma 37 60/100 d.C.; o las producciones tipo marmorata datadas entre las décadas del 40/70 d.C. Para el caso de producciones hispanas, las dataciones de los sellos de alfareros procedentes del área del *Tritium Magallum* ofrecen una cronología de entre el 75/100 d.C, esto es, unos 25 años, caso de los talleres de *Brittus* [BRITTO] (Mayet, 1984, 122-123 nº, 73-74; Mezquiriz, 1985, 120 nº 40), *Fulvius Paternus* [EXOF·PAT] (Mayet, 1984, 138 nº 228-230; Mezquiriz, 1985, 127 nº 123) o *Valerius* [OF·VALE] (Mayet 1984, 181 nº 669; Mezquiriz, 1985, 140 nº 306).

# 3. La Epigrafía

La epigrafía es la disciplina científica encargada del estudio de las inscripciones generadas por las distintas culturas, en distintos soportes y formatos, tanto duros como blandos. Desde el primer momento en que las distintas sociedades sintieron la necesidad de poner por escrito su actividad diaria, ya fuera administrativa, jurídica o religiosa, esto es, dejaron de ser ágrafas, produciéndose uno de los fenómenos históricos más significativos. De todas las sociedades de la antigüedad, será sin duda la romana la encargada de difundir esa cultura epigráfica y desarrollarla hasta unos niveles anteriormente no alcanzados. El desarrollo y expansión del mundo urbano que supuso la civilización romana permitió dicho proceso, al ser, sin duda, el vehículo necesario para el desarrollo de la misma.

La epigrafía latina estudia las inscripciones del mundo romano escritas sobre cualquier tipo de soporte: piedra, bronce, madera, yeso, etc., y de contenido muy diverso: dedicaciones de obras públicas o privadas, estatuas y otros monumentos, textos y documentos jurídicos (*acta*), e, incluso, algunos anotados sobre objetos de la vida cotidiana (*instrumenta domestica*).

Los más antiguos testimonios epigráficos escritos en latín son sinistroversos: la *fibula* de oro de Preneste, con el nombre del artesano y del destinatario (CIL, I<sup>2</sup>, 3; ILS, 8561; ILLRP, 1), y el epígrafe de Duenos, sobre un triple vaso de terracota (CIL, I<sup>2</sup>, 4; ILS, 8745; ILLRP, 2), y la regla sagrada del cipo del Foro, bustrófedon (CIL, I<sup>2</sup>, 1; ILS, 4913; ILLRP, 3), se fechan en los siglos VII-VI a.C. El final de la epigrafía latina resulta un problema de difícil solución, que depende básicamente de nuestro punto de vista, así, por ejemplo, si es de la lengua, la epigrafía latina se continuará en Hispania, después de la caída del imperio romano, en el reino visigodo y en los textos cristianos, y en el mundo de la cultura durante siglos, sobre todo, en la realización de inscripciones; si es de la literatura, se suele fijar a la muerte de Boecio (524 d.C.); y, por último, si es del punto de vista histórico, entonces sería el fin del Imperio Romano de Occidente (476 d.C.).

# 3.1. Cultura epigráfica greco-romana

La gran cantidad de textos epigráficos nos lleva a considerar el uso de las inscripciones como una característica social del mundo clásico, que podría ser definido, en palabras de Louis Robert, como la *'civilización de la epigrafía'*.

Los epígrafes han servido no solo de información relevante sobre monumentos honorarios o funerarios, para mostrar la devotio con los dioses, para recordar acciones gloriosas al servicio de la comunidad, para ponderar los actos evergéticos de las elites, para mostrar leyes, senados consulta, tratados, etc., sino que, además, la palabra escrita, en un mundo en el que muy pocos sabían leer, adquiría en sí misma una intrínseca autoridad, a veces incluso con independencia del texto que portaba. Podríamos mencionar, como notas distintivas de tal autoridad, la damnatio memoriae, una especial condena al olvido, que implica el borrado del nombre del condenado de los textos epigráficos, y el temor supersticioso provocado por el daño sufrido por algunas inscripciones, de las que nos informan las fuentes literarias. Por ejemplo, se consideró un anuncio del fin de la República el daño causado por unos cuervos en los nombres de los cónsules Antonio y Dolabela en una inscripción del templo de los Dioscuros (Dio, 45.17,6); la muerte de Augusto fue anunciada por un rayo que hizo caer la C de *Caesar* de una estatua de Augusto (augurio de cien días de vida) (Suet., *Aug.*, 97; Dio, 56.26,4), y la de Domiciano por un temporal que hizo caer el *titulus* de una estatua triunfal (Suet., *Dom.*, 15).

#### 3.2. Datación de las inscripciones

Una datación global de las inscripciones resulta una tarea imposible, al no tener las funerarias, que constituyen la gran mayoría, referencias temporales que permitan una datación cierta y segura, que tan solo es posible con las honorarias, monumentales o jurídicas, en las que conste el año consular, la *tribunicia potestas* de los emperadores o referencias a personajes o hechos históricos.

#### a) Año consular.

Los romanos fechaban el año mediante los nombres en ablativo de los cónsules ordinarios, cuyas listas anuales conocemos a través de los *Fasti consulares*, circunstancia que nos permite establecer con seguridad el año en el que fue escrito el documento; así, por ejemplo, en una inscripción de *Oba* (Jimena de la Frontera, CA), podemos leer: *Sex(to) Quintilio Condiano Sex(to) Quintilio Maximo co(n) s(ulibus)* 'en el consulado de *Quintilio Condiano y Sexto Quintilio* Máximo', es decir, año 151 d.C. (Fig. 3).



Figura 3. Inscripción de *Oba* (Jimena de la frontera, CA), con la fecha consular: 7 de marzo del año 151 d.C. (Sexto Quintilio Condiano y Sexto Quintilio Máximo).

Figure 3. Inscription of Oba (Jimena de la Frontera, CA), with the consular date: March 7, 151 AD. (Sexto Quintilio Condiano and Sexto Quintilio Máximo).

#### b) Tribunicia potestas imperatorum.

El día de su proclamación por el Senado, el dies imperii, los emperadores recibían la tribunicia potestas, que figura siempre en las inscripciones acompañada de un número (TRIB. POT.), que, al renovarse todos los años, expresa la duración del reinado y es el elemento esencial para la datación de la inscripción (Fig. 4). La fecha de la renovación muestra gran vacilación hasta llegar a Trajano, que recupera el 10 de diciembre, día en el que eran elegidos los tribunos de la plebe durante la República. Hasta ese momento existía una gran disparidad; así, Augusto y Tiberio lo hacen el día 1 de julio, fecha en que recibieron la trib. pot. I; el dies imperii, los restantes miembros de la dinastía Julio-Claudia: 18 de marzo (Calígula); 25 de enero (Claudio); 13 de octubre (Nerón). Vespasiano y Tito vuelven al 1 de julio de Augusto, y Domiciano al 14 de septiembre, aniversario de su proclamación. Variaciones que hay que tener en cuenta al fechar una inscripción imperial. Por otra parte, la existencia del nombre de un emperador acompañado del título de *divus* o borrado es un término post quem (Fig. 5).



Figura 4. Campa Torres (Gijón, AS). Inscripción dedicada a Augusto entre el 1 julio del 10/30 junio del 11 d.C. (*trib. pot. XXII*[*I*]) con la *damnatio memoriae* de L. Calpurnio Pisón.

Figure 4. Campa Torres (Gijon, AS). Inscription dedicated to Augustus between July 1, 10/June 30, 11 AD. (trib. pot. XXII[I]) with the damnatio memoriae of L. Calpurnio Pison.

#### c) Personajes o hechos históricos conocidos.

Las fuentes literarias a veces nos ofrecen información sobre personajes o acontecimientos históricos, que nos permiten fechar con seguridad inscripciones en las que éstos aparecen. Livio (37.46; 57) nos informa de que Emilio Paulo fue procónsul de la Ulterior el período 191/189 a.C., al final del cual obtendría una gran victoria sobre los lusitanos. Esta información nos permite fechar el conocido bronce de *Lascuta* el 21 de enero del año 189 a.C.



Figura 5. Arco de Tito en el foro Romano, fecha post quem: 81 d.C., año de su muerte (divo Tito).
Figure 5. Arch of Titus in the Roman forum, post quem date: 81 AD, year of his death (divo Tito).

# d) Otros criterios de datación.

Los restantes criterios tan solo ofrecen posibles dataciones con una amplitud temporal mucho mayor, normalmente siglos, o, incluso, fechas *post/ante quem*. Este planteamiento implica la renuncia a cronologías generales, limitándose la investigación a la datación de materiales a través de los datos ofrecidos por el propio texto (internos) o de la estructura del monumento o su contexto arqueológico (externos). Entre los primeros, conviene mencionar los caracteres paleográficos, defendidos por Hübner (1869) a finales del siglo XIX, cuyos criterios han sido seguidos por la mayoría de los estudiosos, aunque en los últimos años han surgido voces discrepantes, especialmente porque no se pueden comparar los caracteres paleográficos de inscripciones procedentes de diversos lugares (Degrassi, 1962, I, 657).

Los nombres y los títulos son también criterios válidos, así, por ejemplo, el uso del *praenomen* es signo de antigüedad, y suele estar ausente de las inscripciones a partir de finales del siglo I; por el contrario, el *cognomen* aparece en las inscripciones repúblicanas solo de forma esporádica, generalizándose a partir de Augusto. A partir del Marco Aurelio se generalizan los títulos v(ir) c(larissimus) para designar a los miembros del ordo senatorius, y v(ir) e(gregius) del ecuestre. Algunos gentilicios imperiales, como *Flavii, Ulpii, Aelii,* probablemente corresponden a libertos o descendientes de libertos imperiales y ofrecen una fecha *post quem*.

El empleo de ciertas fórmulas funerarias y el modo de abreviarlas ha sido considerado como criterio, al menos local, de datación. Así, por ejemplo: Dis Manibus es anterior a la forma abreviada D.M., normal en época Flavia y siglo II; el nombre del difunto en nominativo es anterior al dativo, que se generaliza en la segunda mitad del siglo I d. C., etc. En los segundos sirven de criterios el material de la pieza, especialmente los mármoles, y la estructura arquitectónica del monumento y su decoración. Especial relieve adquieren los materiales resultantes de excavaciones: niveles estratigráficos y el contacto con material datable, y también el estudio de materiales in situ, por ejemplo, la técnica edilicia de las tumbas, de los bolli doliari, etc.

# 4. La Numismática

La moneda es una forma de dinero que tiende a ser una pieza de metal con diseños estampados normalmente en sus caras, que avalan su valor, emitida y garantizada por un poder público (un país, un rey, una ciudad, un estado), y que está destinada a ser un valor de cambio.

Además de su uso como dinero, la moneda también sirvió para transmitir mensajes de propaganda política. Puesto que era un objeto cotidiano que circulaba por muchas manos era un medio idóneo para difundir acontecimientos históricos destacados o retratos de los gobernantes. Se usó también como adorno personal (colgante, joya), como ficha de juego (jetón) o como amuleto (especialmente si tenía la representación de un dios).

San Isidoro de Sevilla (ss. VI- VII) en sus *Etimologías* XVI, 7 nos dice "Hay tres cosas esenciales en la moneda: materia, ley y forma; faltando una de ellas, no puede hablarse, propiamente, de moneda". Según esta definición, aunque no se puede considerar ya válida para las piezas actuales, la moneda está formada por tres elementos constantes: la materia (el metal con que el que está hecho, que por su calidad y proporción otorga el valor intrínseco de la pieza), el peso (que da lugar a una escala ponderal y a un sistema monetario) y la figura o diseño acuñado en sus caras.

La disciplina que se ocupa del estudio de las monedas es la Numismática, término que proviene del griego nomisma, que a su vez procede de la palabra nomos que significa "costumbre", "norma". La Numismática empezó a crear su propio método y a fraguar su campo de acción y estudio cuando ni siquiera los grandes hallazgos de las ciudades vesubianas habían invitado a plantear las bases de la futura Arqueología, una vez nacida, ésta se adelantaría rápidamente dejando a la Numismática durante un largo tiempo sumida en las redes de la Anticuaria. Tras varios avances notables en el XIX, ha sido el siglo XX, y en España bien entrada la segunda mitad del mismo, cuando la Numismática, salvo casos puntuales, ha logrado superar viejas trabas lanzándose a una renovación metodológica absolutamente necesaria con vistas a superar la mera clasificación y descripción de las monedas, yendo más allá de los aspectos externos y analizando la moneda como objeto arqueológico y como un instrumento más para la elaboración de la Historia.

En esencia, el estudio numismático incluye diferentes tipos de análisis:

- Análisis formal: describir detalladamente las leyendas (inscripciones) y los tipos (figuras, símbolos, escenas).
- Análisis metrológico: registrar sus medidas (pesos y diámetros).
- Análisis metalográfico: analizar la composición metálica y de las aleaciones.

Además, la moneda, como objeto material que es, jugará un determinado papel en el proceso

de estudio de cualquier yacimiento arqueológico de la misma forma que puede representarlo una cerámica o cualquier otro elemento en él encontrado, por lo que debe ser estudiada como objeto arqueológico que es.

Uno de los principales problemas que presenta la datación de las monedas emitidas en la Antigüedad es que no hacen constar la fecha de acuñación, pues tan sólo en cuatro ejemplares de la amonedación romana se hace mención específica a una referencia cronológica. Se tratan de un áureo y un sestercio del emperador Adriano del 121 d.C. en cuyos reversos figura la leyenda ANN DCCCLXXIIII NAT VRB P CIR CON; un antoniniano de Pacaciano del 248-249 d.C. que porta en el reverso la levenda ROMAE AETER AN MILL ET PRIMO, en referencia al año 1001 de Roma; y por último, un as de Filipo padre del 248 d.C. en cuyo reverso consta la leyenda MILIARIVM SAECVLVM, conmemorando el milenio de la fundación de Roma.

No se puede responder en términos categóricos, la forma o el procedimiento para la datación de monedas antiguas, al no existir una mención expresa de la fecha de emisión. En ocasiones, puede determinarse su cronología a partir de la autoridad emisora, a veces con gran precisión, o cuando en la moneda aparecen datos relativos a acontecimientos históricos precisos y bien conocidos, lo que sucede, como veremos, en la amonedación romana. Otras veces la datación puede establecerse de forma más o menos precisa a partir de ciertos aspectos tipológicos, epigráficos, metrológicos o metalográficos. Gracias a la combinación de todos los métodos apuntados junto a datos históricos y los aportados por monedas de excavación se pueden dar cronologías oscilantes, como mucho, en medio siglo, como sucede con las diferentes series monetales ibéricas. En este sentido, cuando existen dudas acerca de la cronología de una serie o emisión monetal es la fecha del nivel o unidad estratigráfica donde la moneda se encontró quien avala el dato ante quem, perfilando así el momento de acuñación de la pieza.

# 4.1. Cronologías de las monedas romanas

Existe una clara diferencia entre la datación de la serie romana republicana e imperial, ya que la serie republicana es mucho más difícil de fechar, mientras que todas las monedas del Imperio romano son más fácilmente fechables. Bajo la República sólo a partir de mediados del siglo II a.C. se consignan los nombres de los magistrados monetarios -Tresviri Monetales-, responsables de la fabricación de moneda, cuyas familias conocemos gracias a los estudios prosopográficos actualizados hoy día, permitiendo encuadrar la figura y la actividad del monetario, ello permite datar con bastante precisión el eiemplar normalmente entre 50/60 años. Más sencillo de datar son las acuñaciones de la tardía República en la que los imperatores acuñan moneda a su nombre o el de sus legados, bien conocidos por las fuentes literarias, pudiendo ser datadas con precisión anual. Se trata de acuñaciones hechas en las zonas donde luchaban las legiones romanas, por los generales a los que el Senado había concedido un imperium militar o mando de las tropas. Un ejemplo de este tipo de emisiones son las realizadas por los hijos de Pompeyo durante la segunda guerra civil (49-45 a.C.) que se harán acuñar en Hispania, sobre todo por medio de sus lugartenientes M. Poblicio, que firma como legatus propraetor, M. Minacio Sabino, proguaestor (Fig. 6), y Epio, *legatus*, todas ellas perfectamente datadas entre el 46-45 a.C.



Figura 6.- Denario romano-republicano de M. Minacio Sabino (http://www.acsearch.info/record. html?id=184578).

Figure 6.- Roman-republican denarius of M. Minacio Sabino http://www.acsearch.info/record. html?id=184578). Bajo el Imperio, por lo general, toda la moneda lleva en el anverso el retrato del emperador reinante o de la emperatriz, acompañado de su correspondiente onomástica en la leyenda, con lo que, al menos, se pueden fechar por reinados. Algunas veces figura el retrato de otros miembros de la familia imperial, pero siempre son emitidas para la autoridad del emperador que concede el derecho de efigie a los mismos, por lo que, de nuevo, pueden ser datadas por reinados. Las leyendas que acompañan a la efigie imperial, en muchos casos, van acompañadas además del nombre de los títulos imperiales para los que hoy conocemos exactamente la fecha de concesión.

Los títulos más importantes, desde el punto de vista cronológico son la Potestad Tribunicia (abreviado como TRP o TR POT seguidos de un numeral), de renovación anual, con lo que las monedas que la constatan pueden fecharse por años; el Consulado (abreviado COS), aunque no ofrece siempre una datación precisa, va que no se refiere al único año del consulado, sino también a todos los años sucesivos, hasta la concesión de un nuevo consulado; y las aclamaciones imperiales (IMP), otorgadas por el Senado al Emperador en ocasión de cada triunfo (Fig. 7). Además de la mención de estos cargos, la datación puede ser todavía precisada a través de especiales apelativos o títulos honoríficos, tales como pater patriae, pontifex maximvs, etc.



Figura 7. A) Denario de Domiciano con leyenda IMP.
CAES. DOMIT. AVG. GERM. P.M. TR.P. XIIII, en anverso;
B) reverso del mismo denario con leyenda IMP. XXII
COS. XVII. CENS. P.P.P., que permite fecharla en el 95 d.C. (Museo Minero de Riotinto 039).

Figure 7. A) Denarius of Domitian with legend IMP. CAES. DOMIT. AVG. GERM. P.M. TR.P. XIIII, on obverse; B) reverse of the same denarius with legend IMP. XXII COS. XVII. CENS. P.P.P., which allows dating it to 95 A.D. (Museo Minero de Riotinto 039).

# 4.2. La moneda fuente de datos cronológicos para la arqueología

Tradicionalmente la presencia de monedas en el proceso de una excavación arqueológica reviste un especial significado cuando con ellas se pueden perfilar cronologías dudosas. En principio, todo estrato que contenga una moneda se debe datar con posterioridad a la fecha de acuñación de la moneda. Los ejemplos son múltiples y nos limitaremos a señalar alguno de los más significativos o mejor conocidos. No son raros casos como el de la moneda de Adriano que se encontró en la cama del mosaico italicense de Neptuno con lo que su colocación se fijaba en un momento posterior al gobierno de dicho emperador, aprovechando así la moneda como dato post quem (Blanco y Luzón, 1974, 12).

Es cierto que en la fase de una excavación arqueológica se valora atentamente la dimensión temporal y para precisarla cualquier dato ante o post quem resulta de gran utilidad. Sin embargo, un estrato arqueológico no está necesariamente datado, como se podría creer, con el hallazgo de una o varias monedas, otros elementos - cerámica, inscripciones, etc.nos puede proporcionar datos para creer que el estrato es más reciente que la moneda más moderna encontrada en él. En este sentido hay que tener en cuenta la perduración de las monedas en uso, muy espectacular es el caso de la ciudad de Clunia (Peñalba de Castro, Burgos), donde en época de Tiberio siguen circulando monedas celtibéricas de mediado del siglo II a.C. (Gurt, 1985).

En este sentido debemos notar que, por diversas circunstancias, hay monedas que permanecen más largo tiempo en circulación y esas son precisamente las más susceptibles de perderse, mientras que otras tienen una corta vida circulando y, lógicamente, tienen menos ocasión de perderse (Burnett, 1991, 49). Es por ello necesario diferenciar entre la cronología de emisión de una moneda y la cronología de circulación monetaria. Los estudios de hallazgos monetales en contexto arqueológico ponen de manifiesto que una proporción de monedas estuvieron en uso en fechas que sobrepasan los períodos de estudio en los que habitualmente se agrupan (Abascal, 1984, 143-158). En la actualidad se disponen de suficientes evidencias para afirmar que la moneda en contexto arqueológico proporciona mayor información sobre la fecha de pérdida que sobre la fecha de acuñación, y proporcionan una cronología más real sobre las monedas utilizadas en un determinado momento en un lugar concreto. Es por ello que las pervivencias de monedas antiguas en circulación obligan a replantearse el uso de las monedas como índice cronológico de los contextos arqueológicos.

# 5. Resumen y conclusiones

A lo largo de la Historia, los distintos grupos humanos que se han sucedido han originado su propia cultura material, artefactos que a modo de ítems permiten identificar en primera instancia las características de dicho grupo. así como trascender a través de los mismos a otro tipo de inferencias sociales, económicas, religiosas, etc. Este ejercicio de análisis de cultura material ha llevado, desde la propia conformación de la disciplina arqueológica, a una sistematización o periodización de la misma. con la intención de establecer secuencias cronoculturales a través de cuadros cronotipológicos artefactuales. De entre todos los artefactos producidos por las distintas culturas, se han recogido tres de especial importancia y significación a la hora de poder establecer dataciones o secuencias cronológicas lo más precisas posibles; la cerámica, la moneda y las inscripciones.

Cada una de las líneas de estudio dedicadas a estos elementos de la cultura material, arqueología de la producción, numismática y epigrafía, han venido poniendo de relieve a lo largo de más de cien años de tradición investigadora la significación e importancia que dichos elementos jugaron en las sociedades que las produjeron, al ser elementos de vital importancia a la hora de establecer secuencias temporales o dataciones, a veces hasta absolutas.

Por cuanto respecta a la cerámica y la información aportada, ha quedado de manifiesto a través de los ejemplos expuestos lo esencial de su estudio en la argueología de cara a poder fechar o datar determinadas secuencias ocupacionales, estratos o, en definitiva, procesos históricos de ocupación, colmatación, abandono, etc. La precisión alcanzada, gracias a los profundos estudios desarrollados desde el s. XIX y ampliamente asentados desde la segunda mitad del XX hasta nuestros días, permite dataciones con márgenes de una o dos décadas, caso de determinados sellos de alfareros o talleres de producción en numerosos casos, cuando no con datos absolutos gracias a la aparición de tituli picti. Sigue siendo, sin duda, este artefacto el mejor fósil guía para establecer secuencias, ya sean sincrónicas o diacrónicas, en vacimientos arqueológicos. Además de ello, las nuevas técnicas procedentes de las Ciencias Experimentales a través de métodos fisicoquímicos, tales como la difracción de RX, análisis de isótopos o caracterización mineralógica, entre otros, han posibilitado unas fronteras del conocimiento para la línea de investigación de la arqueología de la producción cada vez más potentes y precisas en el establecimiento de cuadros cronotipológicos.

Por su parte, la epigrafía a través del estudio de las inscripciones posibilita en numerosos casos una datación absoluta. A este respecto el elenco de inscripciones honoríficas, públicas o incluso religiosas que se conservan para el periodo clásico, permiten identificar fechas concretas gracias a la información que recogen por escrito. Muestra de ello podrían ser las dataciones consulares o titulaciones imperiales que permiten conocer con total exactitud la fecha a la que hace mención el episodio o acontecimiento que recogen.

Finalmente, la numismática, a través del estudio del numerario, plantea interesantes debates relativos al establecimiento de cronologías, ya que habría que distinguir entre la cronología de emisión o acuñación y la de circulación, con periodos bastante amplios de amortización del numerario. En cualquier caso, independientemente de esa consideración, por lo que respecta a su empleo como elemento de datación, está demostrado que el estudio de las monedas permite establecer cronologías, siendo en algunos casos muy precisas según el contexto del hallazgo y en consonancia con el resto de la cultura material.

En síntesis, con los ejemplos desgranados en esta aportación se ha querido poner de relieve como el estudio de determinados artefactos permite el establecimiento de dataciones relativas o absolutas por sí mismos; el establecimiento de cronologías que superan en precisión, en numerosos casos, las ofrecidas por métodos de datación fisicoquímicos aplicados a otros tipos de ecofactos - carbones, fauna, huesos, etc.- o incluso a alguno de estos artefactos, caso de la termoluminiscencia o paleomagnetismo a la cerámica. Es por tanto que, en el marco de las investigaciones arqueológicas, la información que aportan estos materiales en determinados contextos, ya sea gracias a la conjunción de los tres, ya sea por alguno de ellos, supone a día de hoy la principal fuente para el establecimiento de cronologías o dataciones en el campo de la Arqueología.

# Bibliografía

- Abascal, J. M. (1984). Hallazgos arqueológicos y circulación monetaria. Disfunciones metodológicas en el estudio de la Hispania romana. *Actas del IX Congreso Nacional de Numismática*. Elche. 143-158.
- Blanco, A. y Luzón, J. Mª. (1974). *El mosaico de Neptuno en Itálica*. Patronato del Conjunto arqueológico de Itálica, Sevilla, 60 pp.
- Berni, P. (2016). Dressel 20 (Área costera noreste tarraconense), *Amphorae ex Hispania. Paisajes de producción y de Consumo* (http://amphorae.icac.cat/amphora/dressel-20-tarraconensis-northern-coastal-area) [Consultada 16 de febrero 2022]
- Burnett, A. (1991). *Interpreting the past. Coins*. British Museum Press, Londres (UK), 64 pp.
- Calabi Limentani, I. (1973). *Epigrafía Latina*, Ed. Cisalpino, Milán - Bolonia (Italía). 543 pp.

- Degrassi (1962). *Scritti vari di antichità*, I, Ed. A cura del Comitato d'Onore, Roma (Italia). 1143 pp.
- Ettlinger, E. (1990). *Conspectus formarum térrea sigillatae italico modo confectae*, Ed. R. Habelt, Bonn, 213 pp.
- García, E., Martín-Arroyo, D., Lagóstena, L. (2016). Dressel 11 (Costa Bética), Amphorae ex Hispania. Paisajes de producción y de consumo (http://amphorae.icac.cat/amphora/dressel-11-baetica-coast) [Consultada 16 de febrero 2022]
- Genin, M. (2007). La Graufesenque (Millau, Aveyron) Vol. II. Sigillées lisses et autres productions, Bordeaux, Aquitania, Ed. De la Féderation Aquitania, 589 pp.
- Gurt, J. (1985). Clunia III. Hallazgos monetarios. La romanización de la Meseta Norte a través de la circulación monetaria en la ciudad de Clunia. EAE 145, Madrid, 373 pp.
- Hübner, Aem. (1869). Exempla scripturae epigraphicae Latinae a Caesaris dictatoris morte ad aetatem Iustiniani, Berlín, Ed. De Gruyter, 542 pp.
- Martínez, F.; Márquez, M. y Sarompas, C. E. (2017). *Tituli picti* en ánforas olearias béticas alusivos a la *statio sel* y a la *statio sex*, hallados en el Monte Testaccio de Roma, y su contexto

geo-histórico. CPAG 27, 373-397 https://doi. org/10.30827/cpag.v27i0.8190

- Mayet, F. (1984). *Les ceramiques sigilles hispaniques*, Paris, Publications du Centre Pierre Paris XII; Collection de la Maison des Pays Iberiques 21, 356 pp.
- Mezquiriz, M. A. (1961). *Terra Sigillata Hispánica*, Valencia, The William L. Bryant Foundation, 666 pp.
- Moros, J., Berni, P. (2012). "Novedades sobre epigrafía anfórica bética para la zona productora de Adelfa (Carmona, Sevilla)», Ex Officina Hispana, Boletín de la Sociedad de Estudios de la Cerámica Antigua en Hispania (SECAH), nº 3, 34-45.
- Pérez Ballester, J. (1995). Las ánforas Dressel 1 con datación consular. Una pieza de Cartagena. Saguntum: Papeles del Laboratorio de Arqueología de Valencia, 29, 175-186
- Rodríguez, D. y Mannack (2019). *La cerámica Ática y su historiografía. Classica Instrvmenta*. Monografías de Historia de Arte e Arqueología. Universidade de Coimbra, 199 pp. https://doi. org/10.14195/978-989-26-1534-9

*Recibido el 28 de febrero de 2022 Aceptado el 26 de agosto de 2022* 



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

# La datación arqueomagnética. Fundamentos, éxitos y limitaciones

Archaeomagnetic dating: Fundamentals, achievements and limitations

Carrancho, Á. (1); Gómez-Paccard, M. (2); Pavón-Carrasco, F.J. (2,3)

 (1) Área de Prehistoria, Departamento de Historia, Geografía y Comunicación, Universidad de Burgos, Edificio I+D+I, Plaza Misael Bañuelos s/n 09001, Burgos, Spain. E-mail: acarrancho@ubu.es
 (2) Instituto de Geociencias IGEO (CSIC-UCM), c/del Doctor Severo Ochoa, 7, Edificio Entrepabellones 7 y 8, 28040 Madrid, España.
 (3) Departamento de Física de la Tierra y Astrofísica, Facultad de CC. Físicas, Plaza de Ciencias, 1, 28040 Madrid, España.

#### Resumen

El arqueomagnetismo es una técnica de datación que permite datar el último calentamiento de ciertos materiales arqueológicos y geológicos quemados. El estudio de la termorremanencia registrada en materiales como hornos, hogares o rocas volcánicas, permite reconstruir las variaciones en la dirección y/o intensidad del campo magnético terrestre a lo largo del tiempo mediante el desarrollo de curvas regionales y modelos paleomagnéticos. Estas curvas y modelos son potentes herramientas de datación y la mayoría, incluidas las existentes para la península ibérica, abarcan los últimos 3-4 milenios. Actualmente es posible datar el último uso (calentamiento) y potencial abandono de una estructura de combustión arqueológica de edad menor a 4 mil años con una incertidumbre temporal que puede variar, según factores, entre los ± 50 años y unos pocos siglos. Se presenta una síntesis de los fundamentos de la técnica, los materiales de interés y cómo abordar su muestreo. Se discute el rango cronológico de aplicación del método y qué factores condicionan su precisión temporal. Finalmente, se presenta un caso de datación de una estructura de combustión prehistórica peninsular donde se describen los pasos seguidos para obtener su datación arqueomagnética. La mejora y ampliación temporal de la técnica depende notablemente de la colaboración interdisciplinar entre geofísicos y arqueólogos.

Palabras clave: Campo magnético terrestre, variación secular, termorremanencia, estructura de combustión, óxidos de hierro.

#### Abstract

Archaeomagnetism is a dating technique that allows dating the last heating of certain burnt archaeological and geological materials. The study of the thermoremanence recorded in some materials such as furnaces,

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



hearths and volcanic rocks, allows us to reconstruct the variations in direction and/or intensity of the Earth's magnetic field over time through the development of regional curves and geomagnetic field models. These curves and models are powerful dating tools and most of them, including those developed for the Iberian Peninsula, span the last 3-4 millennia. Currently, it is possible to date the last use (heating) and potential abandonment of an archaeological combustion structure from the last 4,000 years with a temporal uncertainty that can vary, depending on factors, between ± 50 years and a few centuries. Here we report a synthesis of the technique's fundamentals, the materials of interest and how to approach their sampling. The chronological range of application of the method and the factors determining its temporal precision are also discussed. Finally, a dating case of a peninsular prehistoric combustion structure is shown describing the steps followed to obtain an archaeomagnetic dating. The improvement and chronological extension of the technique notably depends on the interdisciplinary collaboration between geophysicists and archaeologists.

Keywords: Earth's magnetic field, secular variation, thermoremanence, combustion structure, iron oxides.

#### 1. Introducción

El arqueomagnetismo es una disciplina geofísica que estudia el registro de las variaciones en dirección e intensidad que experimenta el campo magnético terrestre (CMT) en materiales arqueológicos o geológicos calentados a alta temperatura. El CMT en cualquier punto de la superficie de la Tierra es un vector con dirección e intensidad y viene descrito mediante tres parámetros: la declinación (D) y la inclinación (I) que definen la dirección, y la intensidad o módulo del vector (F). La declinación magnética (D) es el azimut (ángulo medido desde el norte) de la proyección a la horizontal del campo (la aguja de una brújula convencional), tomando valores positivos hacia el Este. Es decir, se mide en sentido horario desde 0º a 360º. La inclinación magnética (I) es el ángulo que forma el CMT con el plano horizontal. El extremo que señala al norte se inclina hacia abajo en el hemisferio norte y hacia arriba en el hemisferio sur. La intensidad (F) del CMT se mide en Teslas en el Sistema Internacional y también varía con valores que van desde los 70 µT en los polos magnéticos a unos 20 - 30 µT en el ecuador magnético (Villalaín, 2016). Tanto la dirección como la intensidad del CMT varían espacial y temporalmente a diferentes escalas. Atendiendo a los cambios de largo período del CMT, existen tres fenómenos fundamentales: las inversiones de polaridad, las excursiones geomagnéticas y la variación secular. El que aquí nos interesa particularmente es la "variación paleosecular" (VPS), que consiste en pequeños cambios en dirección e intensidad a lo largo de los siglos pasados. Para latitudes medias como la península ibérica, el rango de dispersión direccional de la VPS oscila entre ± 20º en declinación y entre 40º y 70º en inclinación (Gómez-Paccard *et al.* 2006). Estos cambios suceden constantemente y, a diferencia de las inversiones de polaridad que son un evento global, la VPS es un fenómeno regional. Es decir, son cambios reproducibles en áreas no mayores a unos 900-1000 km de radio (Lanos 2004).

Desde que existen registros históricos tomados de diferentes lugares del planeta para los últimos siglos, se ha podido constatar que el CMT no es estático y varía tanto espacial como temporalmente (ej.: Jackson et al. 2000). Sin embargo, para reconstruir las variaciones del CMT a cronologías más antiguas (más allá de las observaciones directas que abarcan los últimos 3-4 siglos), es necesario analizar registros arqueológicos o geológicos que hayan sufrido procesos de calentamiento a alta temperatura (preferiblemente > 500 - 600 °C). Como se explica más adelante, el calentamiento a alta temperatura permite el registro de un tipo de magnetización muy estable y duradera conocida como magnetización remanente térmica o termorremanencia (TRM, de sus siglas en inglés). Esta constituye un registro paralelo y proporcional al CMT existente en el momento del enfriamiento del material.

El arqueomagnetismo es una disciplina con una larga tradición en ciertas zonas de Europa. El esfuerzo pionero de E. Thellier desde los años 40 del S. XX en Francia, o posteriormente, el trabajo de M. Kovacheva en Bulgaria (por mencionar algunos), sentó las bases del desarrollo de la técnica arqueomagnética a escala europea a finales del S.XX. Los estudios que promovieron el desarrollo de la técnica arqueomagnética en la península ibérica de forma sistemática comenzaron en el año 2002 en el marco del proyecto europeo AARCH (Archaeomagnetic Applications for the Rescue of Cultural Heritage), coordinado a nivel nacional por la Dra. María Luisa Osete (UCM, Madrid). Gracias al estudio de múltiples estructuras de combustión arqueológicas bien guemadas, in situ e independientemente bien datadas por otros métodos (ej.: <sup>14</sup>C o TL), se fue desarrollando una curva de variación paleosecular (CVPS) de la península ibérica que actualmente abarca los últimos 3 milenios (Gómez Paccard et al. 2006; Molina-Cardín et al. 2018). La progresiva compilación de nuevos datos arqueomagnéticos permite mejorar y extender temporalmente las CVPS que ya se utilizan para datar. El trabajo futuro pasa por obtener nuevos y más antiguos datos arqueomagnéticos, tanto de dirección como de intensidad, que permitan implementar estos registros geomagnéticos y, en lo posible, extenderlos hacia atrás en el tiempo.

En este capítulo explicaremos los fundamentos básicos de la técnica, qué materiales son de interés para abordar estos estudios y qué técnicas de muestreo se usan generalmente. Se discutirá el rango cronológico de aplicación del método, así como los factores que determinan su incertidumbre temporal. Finalmente, se presenta un caso práctico de datación sobre una estructura de combustión arqueológica donde se describe de forma didáctica los pasos seguidos para obtener la datación arqueomagnética.

#### 2. Metodología

# 2.1. Principios del método

Para estudiar el CMT más allá del periodo cubierto por las observaciones directas (últimos 3-4 siglos), es necesario recurrir a la capacidad de ciertas rocas y materiales arqueológicos de adquirir una magnetización remanente en respuesta a la acción de un campo magnético externo. En efecto, muchas rocas y materiales arqueológicos contienen minerales ferromagnéticos de tamaño micrométrico (principalmente óxidos de hierro como la magnetita), que son capaces de actuar como "brújulas fósiles" cuando son sometidos a procesos de calentamiento intenso en el pasado. Cuando dichos materiales se calientan por encima de una cierta temperatura conocida como temperatura de Curie (Tc), estos minerales ferromagnéticos se comportan como paramagnéticos (no preservan magnetismo remanente). Sin embargo, cuando el material se enfría por debajo de una cierta temperatura llamada temperatura de bloqueo o Tb (Tb < Tc), y en presencia de un campo magnético externo muy pequeño como el de la Tierra, la magnetización permanece "bloqueada" y se conserva de forma estable en esa posición aunque cambie o desaparezca el campo magnético exterior. La señal magnética adquirida, llamada magnetización termorremanente (en adelante, TRM), es además proporcional al campo magnético exterior presente en el momento de enfriamiento de los minerales magnéticos. Es importante señalar que la TRM así adquirida puede ser destruida si se vuelve a calentar el material por encima de su temperatura de bloqueo (Tb). El efecto del aumento de la temperatura por encima de Tb es, por tanto, el de destruir el orden previo de los momentos magnéticos atómicos. Pero cuando se produce un nuevo enfriamiento, el material vuelve a magnetizarse según las propiedades del campo magnético externo de ese momento. Por ello, la TRM de los materiales arqueológicos calentados refleja las características del CMT durante el último proceso de calentamiento y subsiguiente enfriamiento (ej.: última utilización de un horno); es decir, durante su potencial abandono arqueológico. Los minerales ferromagnéticos más comunes en materiales arqueológicos, son los óxidos de hierro como la magnetita, la maghemita, la hematites o hidróxidos de hierro como la goetita, a veces presentes con sustituciones parciales del hierro por parte de otros cationes como el titanio, el aluminio, o el silicio. El estudio de la TRM grabada en materiales arqueológicos (o en rocas volcánicas datadas) constituye, por tanto, el método más eficaz para analizar la variación secular del CMT en el pasado (Tauxe 2010). Alternativamente, tal y como se explica en la sección 3, disponer de una CVPS patrón o de referencia permite datar el último calentamiento o uso de cualquier estructura de combustión arqueológica comprendida en el intervalo temporal que abarque esa curva.

#### 2.2. Materiales de interés

El gran potencial del arqueomagnetismo en el ámbito de la arqueología radica en el hecho de que los óxidos de hierro anteriormente mencionados se encuentran presentes en muchos materiales arcillosos que han sido sometidos a procesos de calentamiento intenso en el pasado como, por ejemplo, hornos, hogares,



Figura 1. Ejemplos de materiales arqueológicos estudiados mediante la técnica arqueomagnética. a) Hogar y suelo quemado de la cabaña 1 del yacimiento del Hierro I del Cerro de San Vicente (Salamanca). La fecha roja indica el hogar; b) Hogar del s.XIV d.C., Michoacán (México); c) Secuencia de fumiers neolíticos (Abrigo de El Estillín, Burgos). Los agujeros indican las perforaciones para extraer las muestras con un tubo cilíndrico adaptado para la orientación magnética; d) Horno del s.IX d.C, (Raqqada, Marruecos).

Figure 1. Representative archaeological materials studied with archaeomagnetism. a) Hearth and burnt floor from house 1 at "Cerro de San Vicente" Iron Age I site (Salamanca). Red arrow indicates the hearth; b) Hearth from XIV AD century, Michoacán (Mexico); c) Sequence of neolithic fumiers (El Estillín rock-shelter, Spain). The holes indicate the perforations to extract the samples with a cylindrical tube adapted for magnetic orientation. d) IX century AD kiln from Raqqada (Morocco).
ladrillos, sedimentos guemados o cerámicas. En la Figura 1(a-d) se pueden ver varios ejemplos de materiales arqueológicos que contienen minerales ferromagnéticos, que han sido calentados a alta temperatura y que, por tanto, son capaces de adquirir una TRM. A partir del estudio de la TRM registrada en el horno arqueológico de la Figura 1d, por ejemplo, se han obtenido las características del CMT del s. IX d.C (fecha de la última utilización de esta estructura) en Raggada, Marruecos (Gómez-Paccard et al. 2012). Los materiales ígneos (ej.: lavas volcánicas), también son adecuados para obtener datos arqueomagnéticos pero, desafortunadamente, su presencia en la península ibérica es más escasa.

En los últimos años se están realizando esfuerzos para mejorar y extender en el tiempo las CVPS estudiando materiales arqueológicos quemados cada vez más antiguos. Éste es el caso de los "fumiers", sedimentos antrópicos quemados en cuevas de edad holocena (Brochier 1983). Estas secuencias estratigráficas contienen múltiples eventos de combustión producidos por la quema periódica de materia orgánica (excrementos y restos vegetales) generado por ganado doméstico estabulado en cuevas y abrigos rocosos (Angelucci et al. 2009). Son contextos con una amplia distribución geográfica por la Europa mediterránea, disponen de un buen control cronológico independiente (principalmente <sup>14</sup>C) y una preservación generalmente buena, lo que les convierte en materiales de interés arqueomagnético (Fig. 1c). Carrancho et al. (2013) presentaron una primera curva de variación secular direccional para el Neolítico estudiando episodios quemados de fumiers de varias cuevas peninsulares. Sin bien es cierto que aún hay vacíos de datos y tramos temporales por cubrir, el estudio de fumiers abre la posibilidad de extender temporalmente la técnica de datación arqueomagnética hasta el Neolítico. Igualmente, se está trabajando también en obtener datos de arqueointensidad absoluta del CMT para cronologías de la prehistoria reciente, con el fin de obtener información de todos los parámetros magnéticos.

# 2.3. El muestreo

El primer paso para realizar un estudio arqueomagnético de una estructura arqueológica es la recogida y orientación de muestras. Lógicamente, para poder estudiar la dirección del CMT del pasado debemos estudiar estructuras in situ que no se hayan movido desde el momento de adquisición de la TRM, portadora de la información que gueremos obtener. En este tipo de estudios es particularmente importante determinar la dirección magnética con la mayor precisión posible. Para ello es fundamental tanto tomar un número representativo de muestras bien repartidas por toda la estructura (unas 10-15 muestras suelen ser suficientes) así como orientar las muestras en el sistema geográfico con el menor error posible. La orientación de las muestras debe realizarse siempre antes de extraer la muestra del sitio. Los procedimientos de muestreo son variados y dependen de la naturaleza y grado de cohesión del material elegido. En materiales duros (como algunas rocas o ladrillos) se suelen emplear perforadoras eléctricas o de gasolina acopladas a brocas diamantadas. Sin embargo, en la mavoría de los materiales argueomagnéticos es necesario recurrir a la recogida de bloques de mano. En la Figura 2(a-b) se pueden ver varios muestreos arqueomagnéticos en los que se ha utilizado escayola para obtener muestras de mano. La escayola evita la rotura del material y permite construir una superficie horizontal que puede orientarse con gran precisión utilizando una brújula solar y/o magnética (Figura 2b). Una vez orientada, la superficie de escayola y el material quemado que se encuentra justo debajo -que es lo que nos interesa ya que es el portador de la señal magnética que queremos estudiar— deben ser extraídos con especial cuidado para evitar perder la orientación de las muestras. En el laboratorio se procede posteriormente a la consolidación y preparación de especímenes (cilíndricos o cúbicos) del tamaño adecuado, generalmente ~10 cm<sup>3</sup>, para poder ser medidos en los magnetómetros de los laboratorios de paleomagnetismo (Figuras 2c-d).



Figura 2. De la excavación al laboratorio. (a-b) Detalles del proceso de muestreo: para poder orientar las muestras en el sistema de referencia geográfico, con ayuda de escayola se marca en cada muestra la dirección del norte magnético y/o la dirección del sol. La escayola evita la rotura del material y permite generar un plano horizontal. (c-d) Dos tipos de magnetómetro habitualmente utilizados en los laboratorios de paleomagnetismo para medir la termorremanencia (Laboratorio de paleomagnetismo CCITUB-CSIC, Geociencias Barcelona: Geo3Bcn CSIC).

Figure 2. From the excavation to the laboratory. (a-b) Details of the sampling process: in order to orient the samples in the geographic reference system, with the aid of plaster, the direction of magnetic north and/or sun's direction is marked on each sample. The plaster prevents the material from breaking and allows a horizontal plane to be generated. (c-d) Two types of magnetometer commonly used in paleomagnetism laboratories to measure the thermal remanence (CCITUB-CSIC Paleomagnetism Laboratory, Geociencies Barcelona: Geo3Bcn CSIC).

A partir del estudio de la TRM "grabada" en los especímenes obtenidos y mediante un tratamiento estadístico de los resultados, se obtiene una dirección e intensidad medias (ambas con un error asociado) que permiten determinar el CMT existente en el pasado en la ubicación geográfica de la estructura estudiada. Es importante señalar que, aunque la intensidad del CMT del pasado puede también ser estimada a partir del estudio de objetos desplazados o *ex situ* (como cerámicas o ladrillos), los experimentos de paleointensidad son mucho más largos y delicados que los experimentos arqueomagnéticos en los que sólo se estudia la dirección del campo. Por paleointensidad nos referimos a determinar el valor (módulo) del CMT en el momento del último calentamiento y enfriamiento del material. Este concepto es distinto a la "intensidad" que exhibe una muestra desmagnetizada en el laboratorio. Es decir, cómo de magnética es. Una explicación detallada de la metodología utilizada en estudios arqueomagnéticos se puede encontrar en Tauxe *et al.* (2010).

# 2.4. El proceso de datación arqueomagnética

El proceso de datación arqueomagnética se basa en la comparación estadística de la información proporcionada por el estudio paleomagnético llevado a cabo en una estructura arqueológica de edad desconocida con la dada por una CVPS. Estas curvas describen, en función del tiempo, las variaciones sufridas por los tres elementos geomagnéticos (declinación, inclinación e intensidad) para una localización geográfica determinada. Las CVPS juegan un papel importante en la datación y deben ser consideradas como un registro fiable de la variación pasada del CMT. Sin embargo, las CVPS están en continua actualización, ya que nuevos estudios arqueomagnéticos van proporcionando nuevos datos que pueden extender atrás en el tiempo las CVPS ya existentes o bien definirlas mejor en ciertos períodos temporales. Para que un dato arqueomagnético sea usado en la construcción de una CVPS es condición necesaria que esté datado por técnicas independientes al método argueomagnético y además que cumpla unos ciertos criterios de calidad que dependen del protocolo de la medida paleomagnética en laboratorio y de las incertidumbres de los elementos obtenidos (bien sea el error direccional  $\alpha_{q_5}$  o el error de intensidad  $\sigma_{r}$ ).

Las CVPS generadas con datos arqueomagnéticos localizados en un área circular de radio inferior a los 1000 km, como es el caso de la península ibérica, son denominadas CVPS locales y solo pueden ser usadas para datar estructuras arqueológicas localizadas en dicha área. Para construir estas curvas locales, existen diferentes técnicas matemáticas, entre ellas cabe destacar el método bayesiano introducido por Lanos (2004) o el método bootstrap de Thébault y Gallet (2010). Finalmente, la CVPS generada debe ser referida a una localidad geográfica determinada, normalmente el centro del área circular elegida. Para más información sobre las CVPS locales y su construcción, ver Pavón-Carrasco *et al.* (2015).

Además de las CVPS locales, también se pueden obtener curvas de referencia para la datación arqueomagnética a través de reconstrucciones paleomagnéticas regionales o globales. Estas reconstrucciones usan todos los datos arqueomagnéticos disponibles en una cierta región de tamaño continental o a escala global permitiendo conocer las características del CMT en un cierto intervalo temporal. Con estos modelos regionales o globales, podemos sintetizar CVPS en cualquier localización dentro de su región de validez. Esto supone una ventaja respecto a las curvas locales, pues se puede sintetizar las CVPS de referencia en las mismas coordenadas geográficas de la estructura arqueológica que se pretende datar. Una vez elegida la CVPS de referencia para datar la estructura arqueológica, podemos proceder con la datación. Para ello, se compara estadísticamente la dirección e intensidad geomagnética aportada por el estudio paleomagnético llevado a cabo en dicha estructura con la dada por la curva de referencia. Existen diferentes técnicas para llevar a cabo una datación arqueomagnética, desde representaciones visuales hasta las técnicas más sofisticadas basadas en métodos estadísticos. Este último caso es el que se está usando actualmente para la datación arqueomagnética, generando intervalos de edad estadísticamente significativos para fechar la estructura arqueológica. En la sección 4 (Fig. 5), se presenta un ejemplo específico de datación arqueomagnética de una estructura de la península ibérica.

### 3. Rango temporal de aplicación del método

El rango temporal de aplicación de esta técnica depende del intervalo temporal cubierto por la CVPS usada como referencia. La pri-

mera CVPS para Iberia que cubre los últimos 3000 años fue propuesta por Gómez-Paccard et al. (2006). Desde entonces, el aumento del número de datos arqueomagnéticos en la península ibérica ha permitido una actualización de la curva (Molina-Cardín et al. 2018; Osete et al. 2020) para los últimos tres milenios. La CVPS de Iberia está referida a las coordenadas de Madrid (40.4ºN, 3.7ºW). En la Figura 3 (panel izquierdo) se muestra la CVPS de los elementos geomagnéticos para la península ibérica para los últimos 3000 años (Molina-Cardín et al. 2018). Como se ha mencionado anteriormente, también podemos usar una CVPS de referencia sintetizada a partir de reconstrucciones paleomagnéticas regionales o globales. En este caso, cabe destacar el modelo geomagnético regional para Europa que abarca los últimos 4000 años (Pavón-Carrasco et al. 2021). En la Figura 3 (panel derecho) muestra la CVPS sintetizada a partir del modelo regional europeo SCHA.DIF.4k en las coordenadas de Madrid.

Además del rango temporal de aplicación, que hemos visto oscila entre los últimos tres y cuatro milenios en la península ibérica, también se debe analizar qué precisión se puede alcanzar con esta técnica en el rango temporal definido. Esta precisión depende de muchos factores, entre los que cabe destacar los siguientes (para más información sobre el proceso de datación arqueomagnética, ver Pavón-Carrasco *et al.* 2011):

- a) Incertidumbre en la medida del dato arqueomagnético de la estructura a datar: a mayor  $\alpha_{_{95}}$  (incertidumbre direccional) o  $\sigma_{_{F}}$  (error de la arqueointensidad), mayor será la incertidumbre del intervalo de edad estimado en la datación.
- b) Incertidumbre de la CVPS de referencia. Los errores asociados a las curvas de referencia también influyen en la datación final. Curvas muy precisas darán lugar a dataciones más precisas.
- c) Variabilidad del CMT. La propia variación del CMT es un punto clave en la datación.

Variaciones rápidas del campo en uno de sus parámetros (declinación, inclinación o intensidad) proporcionarán intervalos de edad más precisos. Por el contrario, periodos temporales donde no haya variaciones de los elementos geomagnéticos darán lugar a intervalos temporales amplios de datación. Esto ocurre, por ejemplo, con el elemento declinación durante el periodo romano en Iberia (s. III a.C - s. VI d.C), donde la declinación geomagnética prácticamente fue constante (ver Figura 3). Del mismo modo, debido a que esta variabilidad hace que los parámetros geomagnéticos se repitan en el tiempo, los intervalos de edad obtenidos no son únicos. En este caso, es importante contar con asesoramiento arqueológico para conocer el contexto arqueológico de la estructura y poder descartar intervalos de edad incoherentes.

d) Uso de la dirección arqueomagnética o del vector geomagnético completo: Si solo se dispone de medidas de dirección arqueomagnética (declinación e inclinación), sólo se podrán combinar las funciones de densidad de probabilidad de esos dos elementos, pudiendo aparecer más de un intervalo de datación posible. Esto podría ser mejorado si el estudio paleomagnético también aporta información de la intensidad arqueomagnética. Al combinar las funciones de densidad de probabilidad de los 3 elementos, el número de intervalos de edad propuestos en la datación se reduce notablemente, llegando incluso a obtenerse un único intervalo temporal.

En resumen, la evolución real del CMT en el pasado y cómo ésta es reconstruida con mayor o menor precisión a partir de datos arqueomagnéticos, juega un papel importante en el proceso de datación arqueomagnética. Actualmente, gracias al modelo regional europeo más reciente (SCHA.DIF.4k) se ha podido estimar un umbral mínimo para las incertidumbres en la datación de estructuras arqueológicas en la península ibérica. Estos



Figura 3. Curvas de variación paleosecular (línea negra con su banda de error al 95% de probabilidad) de los elementos geomagnéticos en las coordenadas de Madrid (a,d: declinación; b,e: inclinación; c,f: intensidad). En el panel izquierdo se representan las curvas locales de los últimos 3000 años dadas en Molina-Cardín et al. (2018), mientras que en el panel derecho se muestran las curvas sintetizadas en Madrid a partir del modelo regional SCHA.DIF.4k (Pavón-Carrasco et al. 2021) que abarca los últimos 4000 años. Gráficos adaptados y traducidos de los trabajos citados.

Figure 3. Paleosecular variation curves (black line with its 95% probability error band) of the geomagnetic elements in Madrid coordinates (a,d: declination; b,e: inclination; c,f: intensity). The left panel represents the local curves of the last 3000 years given in Molina-Cardín et al. (2018), while the right panel shows the curves synthesized in Madrid from the regional model SCHA.DIF.4k (Pavón-Carrasco et al. 2021) that covers the last 4000 years. Graphs adapted and translated from the cited papers.



Figura 4. Umbral de la incertidumbre estimada para la datación arqueomagnética en la península ibérica a partir del modelo regional europeo SCHA.DIF.4k. En a) se usan solo los elementos direccionales (declinación e inclinación), mientras que en b) se usa el vector completo (añadiendo la intensidad). Para cada gráfico, el umbral de incertidumbre se ha estimado para diferentes valores de los errores asociados a la dirección  $\alpha_{\alpha_{c}}$  (en a) y a la intensidad ( $\sigma_{c}$  en b).

Figure 4. Estimated uncertainty threshold for archaeomagnetic dating in the Iberian Peninsula from the European regional model SCHA.DIF.4k. In a) only the directional elements (declination and inclination) are used, while in b) the full vector (adding intensity) is used. For each graph, the uncertainty threshold has been estimated for different values of the errors associated with direction ( $\alpha_{q_5}$  en a) and intensity ( $\sigma_r$  in b). umbrales temporales se muestran en la Figura 4, donde un estudio (Pavón-Carrasco *et al.*, 2021) llevado a cabo con CVPS sintéticas generadas por el modelo SCHA.DIF.4k muestra los umbrales de incertidumbre en la datación para diferentes errores en la medida del dato paleomagnético de la estructura a datar. En la Figura 4a se muestra la datación cuando solo son considerados los elementos direccionales (declinación e inclinación) para diferentes valores de  $\alpha_{95}$  (desde 0º hasta 4º). En la Figura 4b, se muestra el mismo estudio pero usando el vector geomagnético completo (es decir, dirección más intensidad) para errores de intensidad  $\sigma_{\rm F}$  entre 0 y 4 µT.

Como se observa en la Figura 4, a día de hoy la técnica de datación arqueomagnética permite datar estructuras arqueológicas en la península ibérica (para el caso de un dato paleomagnético con errores típicos de  $\alpha_{95} = 2^{\circ}$ y  $\sigma_{_F} = 2 \ \mu$ T) con incertidumbres temporales, promediadas en los últimos 4000 años, de unos 100 años si se usan solo los elementos direccionales. Este valor se reduce a 75 años al añadir también el elemento intensidad. Además, es importante señalar que esta incertidumbre media se reduce a unos 50 años si consideramos los últimos 1500 años, debido a la buena definición de la PSVC para dicho rango temporal.

## 4. Ejemplo en nuestro territorio

Un ejemplo de datación arqueomagnética se muestra en la Figura 5. En ella se data un hogar del yacimiento del Hierro I del "Cerro de San Vicente" (Salamanca), cuya edad concreta era desconocida (Fig. 1a). La datación se ha llevado a cabo usando la CVPS de referencia sintetizada a partir del modelo regional SCHA. DIF.4k en las mismas coordenadas del yacimiento arqueológico. El análisis de 4 bloques orientados de un hogar (32 especímenes) permitió obtener una dirección media (Dec. = 15.1º; Inc. = 52.5º; k = 477.1;  $\alpha_{95} = 5.6°$ ). Los análisis de intensidad se realizaron comparando varias técnicas distintas y se obtuvo un valor medio de 74.7 ± 4.3 µT (García-Redondo *et al.* 2021). Para llevar a cabo la datación, se ha usado la herramienta de datación *archaeo\_dating* (Pavón-Carrasco *et al.* 2011), que permite datar la estructura a través del análisis de funciones de densidad de probabilidad (ver Figura 5). Para cada elemento geomagnético (declinación, inclinación e intensidad), la herramienta de datación estima su función de densidad de probabilidad, que combinadas entre ellas permite dar un rango de edad para la estructura. En el caso concreto del hogar de este yacimiento, la edad más probable de los intervalos obtenidos se determinó entre el 654 - 575 a.C. (95% probabilidad), como se muestra en la Figura 5.

### 5. Otras aplicaciones de interés geocronológico

Más recientemente, una aplicación del método que también tiene que ver con la cronología, es el estudio de ocupaciones neandertales en vacimientos de Paleolítico Medio (ca. 250 - 40 ka BP). Estos contextos suelen contener densas acumulaciones de materiales líticos, faunísticos o paleobotánicos asociados a hogares (fuego). Es lo que en la literatura arqueológica técnicamente se conoce como "palimpsestos". Se trata de superficies tan densamente estratificadas que es muy difícil determinar si corresponden a una o varias ocupaciones y, sobre todo, estimar si son temporalmente distintas (diacrónicas) o no. Este es el caso, por ejemplo, de yacimientos como el Abric Romaní (Capellades, Barcelona) o El Salt (Alcoy, Alicante). Considerando cada hogar como un evento aislado y puntual en el tiempo, la aplicación del método aquí se basa en determinar si la dirección argueomagnética media registrada por varios hogares aflorando en la misma paleosuperficie es distinta para determinar su diacronía o no contemporaneidad (Carrancho et al. 2016; Herrejón-Lagunilla 2020). En realidad, aquí no se utiliza el arqueomagnetismo como método de datación (s.s.), ya que esto sólo es posible en áreas geográficas donde existan previamente curvas de variación secular que alcancen cronologías que se pretenden estu-



Figura 5. Datación arqueomagnética de un hogar del yacimiento del Cerro de San Vicente (Salamanca, España) ilustrado en la Fig. 1a. En la parte superior se muestran las curvas de referencia para la declinación, inclinación e intensidad (curvas rojas) con su error al 95% (bandas rojas) que son sintetizadas a partir del modelo SCHA.DIF.4k (Pavón-Carrasco et al. 2021). Además, se muestra el dato arqueomagnético que se va a datar (línea azul) con su error (bandas verdes). En los paneles centrales se muestran las funciones de densidad de probabilidad para cada elemento geomagnético (D, I e F). En la parte inferior un mapa con la localización del sitio arqueológico y la datación final obtenida por combinación de las tres funciones de densidad de los tres elementos geomagnéticos considerados. En rojo se indica el intervalo cronológico más coherente con el contexto arqueológico (654 - 575 BC), al 95% de probabilidad.

Figure 5. Archaeomagnetic dating of a hearth from El Cerro de San Vicente site (Salamanca, Spain) illustrated in Fig. 1a. In the upper part, the reference curves for declination, inclination and intensity (red curves) with their 95% error (red bands) are shown, which are synthesized from the SCHA.DIF.4k model (Pavón-Carrasco et al. 2021). In addition, the archaeomagnetic data to be dated (blue line) with its error (green bands) is shown. The central panels show the probability density functions for each geomagnetic element (D, I and F). In the lower part, a map with the location of the archaeological site and the final dating obtained by combining the three probability density functions of the three geomagnetic elements considered. In red is indicated the most plausible chronological interval with the archaeological context (654 - 575 BC), at 95% probability.

diar. Como hemos comentado, la mayoría de registros arqueomagnéticos apenas abarcan los 3-4 últimos milenios. El mérito de esta aplicación está en poder aislar o individualizar eventos de ocupación de hace 50 o 60.000 años y determinar si son temporalmente diacrónicos, lo que para los prehistoriadores es algo muy informativo.

### 6. Resumen y conclusiones

Este trabajo sintetiza los fundamentos básicos, potencial y limitaciones del arqueomagnetismo como método de datación. La técnica se fundamenta en dos principios básicos. Primero, el campo magnético terrestre experimenta ligeros cambios en dirección e intensidad a lo largo del tiempo a escala regional en un fenómeno conocido como "variación secular". Segundo, la capacidad que tienen los minerales ferromagnéticos (ej.: óxidos de hierro) de registrar dichos cambios al enfriarse desde alta temperatura (> 500 - 600 <sup>o</sup>C) mediante la adquisición de una termorremanencia. El estudio de la termorremanencia registrada por materiales arqueológicos o geológicos quemados de los últimos milenios dentro de una misma región, como la península ibérica, permite reconstruir las variaciones del campo magnético terrestre en dicha región a lo largo del tiempo mediante la construcción de curvas y modelos geomagnéticos. Estas curvas y modelos constituyen una potente herramienta de datación. Actualmente es posible datar el último uso (calentamiento) y potencial abandono de una estructura de combustión arqueológica para los últimos 4 mil años con una incertidumbre temporal variable, según diversos factores, pero que puede llegar a los ± 50 años en el mejor de los casos. La colaboración entre geofísicos y arqueólogos es imprescindible para implementar la precisión de la técnica y extender su rango de aplicación temporal.

## Agradecimientos

Agradecemos especialmente a los editores de este volumen especial por contar con nuestra participación para esta contribución. Los autores agradecen el apoyo financiero de los proyectos PID2019-105796GB-I00 y PID2020-113316GB-100 de la Agencia Estatal de Investigación (AEI/10.13039/501100011033) y de la red de investigación del CSIC ArchaeologyHub CSIC.

## Bibliografía

- Angelucci, D. E., Boschian, G., Fontanals, M., Pedrotti, A., Vergès, J. Mª. (2009). Shepherds and karst: the use of caves and rock-shelters in the Mediterranean region during the Neolithic. *World Archaeology* 41 (2), 191-214. https:// doi.org/10.1080/00438240902843659
- Brochier, J.E. (1983). Combustion et parcage des herbivores domestiques. Le point de vue du

sédimentologue. *Bulletin de la Société Préhistorique Française* 80 (5),143-145.

- Carrancho, Á., Villalaín, J.J., Pavon-Carrasco, F.J., Osete, M.L., Straus, L.G., Verges, J.M., Carretero, J.M., Angelucci, D.E., Gonzalez Morales, M.R., Arsuaga, J.L., Bermúdez de Castro, J.M., Carbonell, E. (2013). First directional European palaeosecular variation curve for the Neolithic based on archaeomagnetic data. *Earth Planetary Science Letters* 380, 124-137. http:// dx.doi.org/10.1016/j.epsl.2013.08.031
- Carrancho, Á. Villalaín, J.J., Vallverdú, J., Carbonell, E. (2016). Is it possible to identify temporal differences among combustion features in Middle Palaeolithic palimpsests? The archaeomagnetic evidence: a case study from level O at the Abric Romaní rockshelter (Capellades, Spain). *Quaternay International*, 417, 39–50. http:// dx.doi.org/10.1016/j.quaint.2015.12.083
- García-Redondo, N., Calvo-Rathert, M., Carrancho, Á., Goguitchaichvili, A., Iriarte, E., Blanco-González, A., Dekkers, M. J., Morales-Contreras, J., Alario-García, C. and Macarro-Alcalde, C. (2021). Further Evidence of High Intensity During the Levantine Iron Age Anomaly in Southwestern Europe: Full Vector Archeomagnetic Dating of an Early Iron Age Dwelling From Western Spain. Journal of Geophysical Research: Solid Earth, 126(9), e2021JB022614. https://doi.org/10.1029/2021JB022614
- Gómez-Paccard, M., Chauvin, A., Lanos, P., McIntosh, G., Osete, M.L., Catanzariti, G., Ruiz-Martínez, V.C., Núñez, J.I. (2006). First archaeomagnetic secular variation curve for the Iberian Peninsula: comparison with other data from Western Europe and with global geomagnetic field models. Geochemistry Geophysics Geosystems 7, Q12001. https:// doi.org/10.1029/2006GC001476
- Gómez-Paccard, M., McIntosh, G., Chauvin, A., Beamud, E., Pavón-Carrasco, F.J. y Thiriot, J. (2012). Archaeomagnetic and rock magnetic study of six kilns from North Africa (Tunisia and Morocco). *Geophysical Journal International*, 189, 169-186. https://doi.org/10.1111/j.1365-246X.2011.05335.x
- Herrejón-Lagunilla, Á. (2020). Estudios arqueomagnéticos en materiales quemados prehistóricos de la península ibérica. Aplicaciones geocronológicas y geoarqueológicas. Tesis Doctoral, Dpto. Física, Universidad de Burgos. 344 pp.
- Jackson, A., Jonkers, A.R.T. and Walker, M.R. (2000). Four centuries of geomagnetic secular variation from historical records. *Philosophical*

Transactions of the Royal Society of London A, 358, 957-990. https://doi.org/10.1098/ rsta.2000.0569

- Lanos, P. (2004). Bayesian inference of calibration curves, application to archaeomagnetism. In: Buck, C.E., Millard, A.R. (Eds.), Tools for Constructing Chronologies, Crossing Disciplinary Boundaries, Lecture Notes in Statistics 177. Springer-Verlag, London, pp. 43-82. https:// doi.org/10.1007/978-1-4471-0231-1\_3
- Molina-Cardín, A., Campuzano, S. A., Osete, M. L., Rivero-Montero, M., Pavón-Carrasco, F. J., Palencia-Ortas, A., et al. (2018). Updated Iberian archeomagnetic catalogue: New full vector paleosecular variation curve for the last three millennia. *Geochemistry, Geophy*sics, Geosystems, 19, 3637–3656. https://doi. org/10.1029/2018GC007781
- Osete, M. L., Molina-Cardín, A., Campuzano, S. A., Aguilella-Arzo, G., Barrachina-Ibañez, A., Falomir-Granell, F., *et al.* (2020). Two archaeomagnetic intensity maxima and rapid directional variation rates during the Early Iron Age observed at Iberian coordinates. Implications on the evolution of the Levantine Iron Age Anomaly. *Earth and Planetary Science Letters*, 533, 116047. https://doi.org/10.1016/j. epsl.2019.116047
- Pavón-Carrasco, F. J., Rodríguez-González, J., Osete, M. L., and Torta, J. M. (2011). A MATLAB tool for archaeomagnetic dating. *Journal of Archaeological Science*, 38, 408–19. https://doi. org/10.1016/j.jas.2010.09.021

- Pavón-Carrasco, F.J., Osete, M.L., Campuzano, S., McIntosh, G., Martín-Hernández, F. (2015).
  Recent developments in Archeomagnetism: the story of the Earth's past magnetic field.
  In: "New Developments in Paleomagnetism Research" (L. V. Eppelbaum, Ed.). Nova Science Publishers. New York (USA). 99-158. ISBN: 978-1-63483-129-1.
- Pavón-Carrasco, F. J., Campuzano, S. A., Rivero-Montero, M., Molina-Cardín, A., Gómez-Paccard, M., & Osete, M. L. (2021). SCHA. DIF.4k: 4,000 years of paleomagnetic reconstruction for Europe and its application for dating. Journal of Geophysical Research: Solid Earth, 126, e2020JB021237. https://doi. org/10.1029/2020JB021237
- Tauxe, L. (2010). Essentials of Rock and Paleomagnetism. University of California Press (1<sup>st</sup> Edit.), 512 pp. ISBN: 9780520260313
- Thébault, E., Gallet, Y. (2010). A bootstrap algorithm for deriving the archeomagnetic field intensity variation curve in the Middle East over the past 4 millennia BC. *Geophysical research letters*, *37*(22). https://doi. org/10.1029/2010GL044788
- Villalaín, J.J. (2016). La historia del campo magnético terrestre registrada en las rocas. Fundamentos del Paleomagnetismo. *AEPECT, Enseñanzas de las Ciencias de la Tierra* 24 (3), 261-274.

Recibido el 5 de abril de 2022 Aceptado el 15 de septiembre de 2022



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

# Dendrocronología: datación de materiales, formas y eventos a través de los anillos de los árboles

Dendrochronology: dating materials, landforms and events by means of tree rings

Génova, M.<sup>(1)</sup>; Díez Herrero, A.<sup>(2)</sup>

(1) Departamento de Sistemas y Recursos Naturales, Escuela Técnica Superior de Ingeniería de Montes, Forestal y Medio Natural (ETSIMFMN), Universidad Politécnica de Madrid (UPM). José Antonio Novais 10, 28040, Madrid, España. mar.genova@upm.es

(2) Departamento de Riesgos Geológicos y Cambio Climático, Instituto Geológico y Minero de España (IGME), Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC). Ríos Rosas 23, 28003, Madrid, España. andres.diez@igme.es

#### Resumen

La dendrocronología es el estudio de los anillos de crecimiento en la madera de troncos, ramas y raíces, que permite la datación del periodo de vida del árbol o arbusto, y de los fenómenos naturales o antrópicos que afectaron al mismo durante su ciclo vital. Con ello se pueden datar y caracterizar procesos geodinámicos (internos y externos), formas del relieve y depósitos-formaciones superficiales del Cuaternario con los que se asocian los materiales leñosos. Incluso se han utilizado para el análisis y prevención de peligros naturales como movimientos de ladera, aludes de nieve, inundaciones, terremotos o erupciones volcánicas. Los estudios dendrocronológicos aplicados al Cuaternario se concentran sobre todo en Norteamérica y Europa; y dentro de nuestro país en el centro peninsular (Sistema Central y cuencas del Duero y Tajo) y en el Pirineo. La presencia de árboles y arbustos en ambientes de casi cualquier latitud y continente, la elevada resolución temporal de la técnica (precisión anual e incluso estacional), y su amplio rango de aplicación (desde unos pocos años a varios milenios), hacen de la dendrocronología una técnica de datación muy versátil y útil para los estudiosos del Cuaternario, tanto por sí sola como complementada con otras, como la datación radiocarbónica.

Palabras clave: datación dendrocronológica; anillos de crecimiento; madera; dendrogeomorfología; radiocarbono.

### Abstract

Dendrochronology is the study of the age of trees which, through the analysis of the tree rings in the wood of trunks, branches and roots, allows the dating of the life span of the tree or shrub, and of the natural or

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



anthropic phenomena that affected it during its life cycle. This makes it possible to date and characterise geodynamic processes (internal and external), landforms and surface deposits-formations of the Quaternary with those associated with the woody materials. They have even been used for the analysis and prevention of natural hazards such as slope movements, snow avalanches, floods, earthquakes or volcanic eruptions. Dendrochronological studies applied to the Quaternary are mainly concentrated in North America and Europe, and in Spain in the centre of the Iberian Peninsula (Central System and the Duero and Tagus basins) and the Pyrenees. The presence of trees and shrubs in environments of almost any latitude and continent, the high temporal resolution of the technique (annual and even seasonal precision), and its wide range of application (from a few years to several millennia), make dendrochronology a very versatile and useful dating technique for Quaternary scholars, both on its own and complemented with others (radiocarbon dating).

Key words: dendrochronological dating; tree-ring; wood; dendrogeomorphology; radiocarbon.

### 1. Introducción

El término dendrocronología, desde el punto de vista etimológico, procede de la agregación de tres morfemas de origen griego: dendro- ( $\delta \epsilon v \delta \rho o v$ , *dendron*, árbol); -crono-( $\chi \rho \delta v o \varsigma$ , *crónos*, tiempo); -logía ( $\lambda \delta \gamma o \varsigma$ , *logos*, estudio). Por lo tanto, el significado literal de dendrocronología sería el estudio de la edad o tiempo de los árboles, tradicionalmente interpretado como el conocimiento de la edad de las leñosas utilizando los anillos de crecimiento de formación anual.

Aunque existen precedentes en la Edad Antigua y Edad Media de estudios de la edad de los árboles y del significado de los anillos de crecimiento, parece haber un acuerdo en reconocer a Leonardo Da Vinci como el primer autor que relacionó los anillos de los árboles, su crecimiento anual y su grosor con la variabilidad de los parámetros ambientales. Otro salto temporal en los estudios dendrocronológicos nos traslada a principios del siglo XX, cuando se establecieron las bases científicas y los principios metodológicos de esta disciplina. Sin embargo, sus leyes y principios, a pesar de tener su origen en teorías del siglo XVIII, no se enuncian explícitamente hasta el último tercio del siglo XX: uniformitarismo, factores limitantes, amplitud ecológica, agregado de factores, selección del emplazamiento, replicación y datación cruzada.

En paralelo al desarrollo histórico de la dendrocronología como disciplina científica, pero con cierto desfase y retraso, se fueron desarrollando sus subdisciplinas o aplicaciones a otras ciencias y técnicas, como la climatología (dendroclimatología), geomorfología (dendrogeomorfología), arqueología (dendroarqueología), etc. En el caso particular de las aplicaciones relacionadas con el Cuaternario y la datación de procesos, materiales y formas, los estudios más antiguos datan de finales del siglo XIX, con un florecimiento a partir de mediados del siglo XX.

# 2. Metodología

Los principios biológicos en los que se basa la dendrocronología parten del engrosamiento periódico y concéntrico de troncos y ramas que se manifiesta en gran parte de los árboles, y en otras leñosas, que habitan mayoritariamente en áreas de clima estacional. Los tejidos producidos durante el engrosamiento se acumulan y, de esta manera, se conserva un registro temporal y de carácter variable expresado en una sucesión de anillos de crecimiento, que varía en función de los diferentes factores que afectan al crecimiento en grosor y de los distintos acontecimientos que han ido sucediendo en la historia vital de cada ejemplar. Este registro (junto a otras marcas o señales que quedan incluidas en la madera) constituye una valiosísima fuente de información para diversos estudios científicos. El objetivo general de los estudios dendrocronológicos es, básicamente, asegurar la datación de una secuencia de valores procedente de la medición de determinadas características de los anillos de crecimiento, para obtener una cronología con resolución, como mínimo, de carácter anual.

# 2.1. Los anillos de crecimiento

En las plantas leñosas (todas las gimnospermas y, dentro de las angiospermas, muchas dicotiledóneas) que forman madera en sus troncos, ramas y sistema radical, el crecimiento en grosor se debe a la actividad de un tejido especializado (meristemático), vivo, a diferencia de la mayor parte de las células que forman el leño, que están muertas cuando realizan su función. Este tejido, denominado cambium vascular, se sitúa entre la corteza y la madera y se encarga de constituir nuevas células en cada periodo vegetativo, las cuales realizan las funciones de transporte y sostén, ambas imprescindibles en el metabolismo v crecimiento de los vegetales. Las células que conducen la savia elaborada (floemáticas), formadas en dirección centrífuga, duran poco tiempo y se reabsorben o desprenden, componiendo la corteza junto a otros tejidos. Sin embargo, las células que se encargan tanto de la conducción de la savia bruta como del sostén, denominadas células xilemáticas, se van acumulando con el tiempo en dirección centrípeta, constituyendo el tejido vegetal denominado xilema secundario o, coloquialmente, leño o madera. Esta acumulación de células xilemáticas se organiza en forma de anillos más o menos identificables, según las características de cada especie.

Si la actividad del cambium es continua a lo largo del año (lo cual sólo sucede en ambientes climáticamente muy estables, como en determinadas áreas ecuatoriales), la madera constituida no presenta, en general, límites que permitan definir anillos. Si, por el contrario, el ambiente climático es estacional (con determinadas épocas secas y otras lluviosas, o frías y cálidas, como ocurre en la península Ibérica), la actividad del cambium se restringe a la época favorable para el crecimiento (periodo vegetativo) y el resto del año permanece en estado de reposo o latencia. Estos ritmos de crecimiento se repiten año tras año de forma periódica y la madera presenta, habitualmente, anillos más o menos visibles que se corresponden con las diferentes variaciones estructurales que se producen durante las etapas de crecimiento. Nuevos anillos se van superponiendo sobre los ya existentes y, desde las áreas más internas del tronco, y por tanto más antiguas o constituidas hace más tiempo, hasta las más recientes, se pueden determinar cambios en el grosor u otras características de los anillos.

## 2.2. Material y métodos de muestreo

El análisis de los anillos de crecimiento se realiza sobre muestras procedentes de madera de muy distintos orígenes, desde árboles vivos o sus restos (tocones, material fósil o subfósil procedente de turberas, glaciares u otro tipo de yacimientos que hayan permitido la conservación de sus características estructurales), a vigas u otros elementos procedentes de la construcción de edificios históricos o yacimientos arqueológicos e, incluso, otros elementos elaborados con madera como muebles, instrumentos musicales, pinturas sobre paneles, retablos o esculturas, etc. En los restos más o menos fosilizados, maderas ya antiguas utilizadas en construcciones o en ebanistería o en determinados estudios que así lo requieran, la obtención de muestras se realiza mediante sierra para extraer una rodaja completa o, en su caso, cuñas incompletas; eso sí, preferiblemente en dirección transversal al plano de disposición de los anillos. Si los elementos son valiosos (paneles de pintura, instrumentos musicales, muebles antiguos, etc.), entonces se obtienen imágenes digitalizadas sobre las que se efectúan las mediciones.

En la extracción de muestras de árboles vivos, habitualmente se utiliza un tipo de sonda especialmente diseñada para este objetivo, que se denomina barrena de Pressler (Fig. 1 A y B). Este instrumento, de uso frecuente en estudios e investigaciones de carácter forestal, permite extraer una pequeña muestra cilíndrica en dirección transversal y radial al tronco, que recoge una pequeña porción de cada uno de los anillos anuales formados, con un mínimo daño para los ejemplares muestreados, pues afecta casi exclusivamente al cambium vascular en una pequeñísima superficie.

### 2.3. Técnicas de análisis e interpretación

El objetivo principal que persiguen las técnicas dendrocronológicas es la datación precisa de secuencias de crecimiento, asegurando que cada secuencia comience y finalice en una fecha determinada y, por tanto, que cada valor se corresponda con el año en que fue formado el anillo. Para asegurar la correspondencia entre cada valor de la secuencia cronológica y el año en que fue constituido el anillo de crecimiento resulta necesario analizar previamente la sincronía entre distintas secuencias (replicación). La sincronización utiliza diferentes técnicas visuales, gráficas y estadísticas de comparación por solapamiento entre numerosas series de crecimiento, para identificar y corregir posibles irregularidades, tales como heridas o anillos múltiples, discontinuos o ausentes (Schweingruber, 2012).

La elaboración de cronologías con resolución anual se realiza a partir de datos que pueden obtenerse en la medición de diferentes características de los anillos de crecimiento. El grosor, anchura o incremento anual es la variable que más frecuentemente se utiliza, mientras que otras como las variaciones de densidad, el diámetro u otras características de los elementos conductores, o los porcentajes de isótopos, requieren una tecnología avanzada y cara. La medición de las características variables de los anillos se realiza y analiza de forma muy precisa, mediante equipos y programas informáticos específicos. Estos mismos programas permiten analizar los patrones y tendencias del crecimiento de las secuencias temporales y, en su caso, las anomalías o perturbaciones que las modifican (Figs. 1 C y D). Las oscilaciones de las características de los anillos a lo largo del tiempo constituyen en la actualidad una de las principales fuentes de información indirecta de los eventos de carácter biótico, abiótico o antrópico y como indica Dean (1997), sus principales aplicaciones se centran en la datación de eventos pasados y la reconstrucción de las condiciones ambientales a lo largo del tiempo.

# 2.4. Datación dendrocronológica y datación radiocarbónica

La datación por métodos dendrocronológicos ha obtenido resultados realmente espectaculares, aunque quizás el más trascendente desde un punto de vista técnico ha sido la calibración de la datación mediante radiocarbono o carbono 14 (<sup>14</sup>C), que se puede emplear para datar los últimos 40.000 años. Aunque se desarrollaron de forma independiente, ambos métodos comenzaron a entrelazarse en la década de 1950, cuando se proporcionaron muestras de madera datadas por dendrocronología para probar los métodos emergentes de <sup>14</sup>C. Así, comparando las dataciones estimadas por radiocarbono y las más precisas dendrocronológicas, se han podido modelizar las oscilaciones de la concentración de este isótopo en la atmósfera, que no es estable a lo largo del tiempo como se pensaba, sino que varía --entre otros muchos factores- a causa de la frecuencia e intensidad de las erupciones volcánicas, las oscilaciones de la actividad solar, las fluctuaciones en el momento geomagnético de la tierra, o las explosiones nucleares a cielo abierto y fugas radiactivas, en estos últimos casos como consecuencia de la actividad antrópica. De manera que actualmente son los anillos de los árboles fechados absolutamente la clave para la calibración de la datación radiocarbónica (Pearson et al., 2021).

Los resultados de la datación por carbono se presentan como grupos de edad calculados



Figura 1. Etapas y tareas del estudio dendrocronológico: A) muestreo con barrena Pressler; B) extracción del testigo de madera con la barrena Pressler; C) conteo y medición de los anillos bajo lupa binocular y mesa de medición; D) secuencia de anchuras de los anillos, donde se aprecia un brusco aumento en el anillo correspondiente al año 1962. Fuente: Díez-Herrero (2021), modificado.



por el método de intersección o el método de probabilidad, y deben incluir los resultados no calibrados, la curva de calibración utilizada, el método de calibración empleado y todas las correcciones hechas a los resultados originales antes de la calibración. El nivel de confianza correspondiente a los rangos de calibración también debe incluirse. A su vez, la datación radiocarbónica de muestras de madera de edad desconocida, y/o el uso de referencias históricas, ha servido para situar dichas muestras en un rango temporal aproximado. Dicha edad aproximada puede precisarse a través de la comparación de las secuencias obtenidas con cronologías de anillos de crecimiento ya establecidas (cronologías maestras) y así se datan materiales antiguos que, a su vez, se utilizan para alargar las cronologías promedio (locales o regionales) hacia el pasado.

### 2.5. Aplicación a las dataciones de procesos y formas del Cuaternario: dendrogeomorfología

La dendrogeomorfología, como su propio nombre indica, es una rama científica que estudia las relaciones entre la dendrología (conocimiento de los árboles) y la geomorfología (análisis de la génesis y distribución espacial de las formas del relieve terrestre). Puede considerarse que es una subdisciplina de la Dendrocronología, pues frecuentemente centra sus objetivos en la datación de las formas y procesos a través de los anillos de los árboles; o bien una especialidad dentro de la dendroecología, pues estudia la relación de la variabilidad de dichos anillos con los factores ambientales.

Aunque existen numerosos trabajos dendrogeomorfológicos en la década de 1960, incluso publicaciones pioneras con anterioridad, no es hasta inicios de la década de 1970 cuando el geógrafo finlandés Jouko Alestalo (1971) acuña el término y establece sus principales aplicaciones. Los aspectos geomorfológicos que pueden ser analizados mediante fuentes de información y métodos dendrogeomorfológicos son casi tan diversos como ámbitos de estudio tiene la propia geomorfología, aunque podrían agruparse en tres grandes objetivos:

- Estudio de procesos geomorfológicos, tanto en lo referente a su área de actuación (extensión afectada o zona fuera de su ámbito de actividad), modalidad de actuación y de las acciones (erosión, transporte, sedimentación), magnitud o intensidad (profundidad, velocidad, energía, densidad...), como a su dimensión temporal (frecuencia y estacionalidad). En cualquier caso, el estudio de procesos geomorfológicos por medio de los árboles está basado en análisis de las perturbaciones que causan dichos procesos en el crecimiento y en la forma de los árboles, en especial de aquellas modificaciones que quedan registradas en los anillos, y que permiten la datación de los ritmos de los procesos con precisión anual o incluso estacional.
- Datación de formaciones superficiales y depósitos cuaternarios (aluviales, glaciares, lacustres, eólicos, coluviales...) que pueden contener los restos leñosos

datables por dendrocronología, estar depositados sobre ellos, o estar cubiertos por ellos; proporcionando edades exactas, mínimas o máximas de formación del depósito.

 Génesis y datación de formas del relieve, tanto erosivas (superficies erosivas y niveles de incisión) como deposicionales: terrazas fluviales, llanuras aluviales, morrenas glaciares, turberas y rellenos lacustres, dunas y mantos eólicos....

Además, la dendrogeomorfología se ha aplicado a prácticamente todos los procesos geomorfológicos: fluviales (arroyada, torrenciales o fluviales s.s.), gravitacionales (caídas de roca, deslizamientos, flujos, reptación y subsidencia), glaciares (glaciares rocosos, glaciares, neveros...), periglaciares (permafrost, ciclos hielo-deshielo, aludes de nieve), eólicos, lacustres, litorales y costeros, kársticos... Incluso se incluyen también dentro de los estudios dendrogeomorfológicos los procesos no estrictamente geomorfológicos (ligados por ejemplo a la geodinámica interna), pero con repercusión en la superficie terrestre, y que tienen su reflejo en la secuencia de anillos de los árboles, como: impactos meteoríticos, vulcanismo (efusivo, explosivo, lahares...), sismicidad y tsunamis, etc. También procesos geológicos inducidos por el hombre o impactos ambientales, como subsidencia por sobreexplotación de acuíferos o de vacimientos minerales (sales) en profundidad.

Muchos de los procesos geomorfológicos presentan eventos de elevada intensidad y baja frecuencia (avenidas, aludes, movimientos de ladera, erosión de suelos, etc.) que tienen asociada alta peligrosidad natural, por lo que las técnicas dendrogeomorfológicas son susceptibles de ser utilizadas como fuentes de información de eventos pasados, su frecuencia y magnitud (intensidad y extensión), para integrarla en los análisis de riesgos naturales. La dendrogeomorfología puede servir de complemento a las fuentes de información clásicas (históricas, hidrológicas, meteorológicas, geológicas...), incluso sustituyéndolas donde son escasas y no representativas. Además, permiten ver la respuesta de los procesos y eventos a lo largo de periodos temporales, en ocasiones, de varios siglos, y por consiguiente extraer conclusiones sobre la incidencia de los cambios climáticos en la frecuencia de fenómenos peligrosos, y sobre el carácter estacionario o no de las series temporales de datos obtenidos con mediciones instrumentales. Más información acerca de los aspectos generales de la dendrogeomorfología y sus aplicaciones para el estudio de procesos geomorfológicos y los peligros naturales asociados, puede encontrarse en: Ballesteros et al. (2010); Stoffel et al. (2010) y Díez-Herrero (2021).

### 3. Rango temporal de aplicación del método

El rango temporal de la datación mediante métodos dendrocronológicos queda establecido por la longitud y la posibilidad de sincronización de las secuencias de crecimiento elaboradas a partir de muestras de madera de diferentes elementos. Las limitaciones en cuanto a la extensión de las secuencias de crecimiento dependen, en primer lugar, de la longevidad de las especies y de los individuos. Los árboles vivos con cronologías más largas (cerca de 5000 años) son de la especie Pinus longaeva D.K.Bailey y proceden de Norteamérica. Asimismo, también depende de la edad de las maderas procedentes de diversidad de fuentes (edificios y otros elementos de origen antrópico, restos fósiles...) que, habitualmente, cuentan con una datación radiocarbónica que le aproxima a su rango temporal, y/o con secuencias que se contrastan hasta la sincronización con las de cronología conocida.

La cronología de anillos de crecimiento continua más larga que se conoce cubre los últimos 12.460 años y está elaborada en Centroeuropa a partir de la sincronización en cadena de numerosísimas secuencias de crecimiento de robles y pinos, procedentes de maderas subfósiles, de excavaciones arqueológicas, de edificios históricos y de árboles vivos (Friedrich *et al.*, 2004). Por su parte, con los árboles vivos más longevos se ha elaborado una cronología de cerca de 9000 años, en este caso utilizando también secuencias de crecimiento procedentes de restos fósiles (Salzer *et al.*, 2019).

# 4. Ejemplos de aplicación práctica en nuestro territorio

Desde hace más de 25 años, varios científicos están llevando a cabo investigaciones sobre la aplicación de técnicas dendrocronológicas al estudio de los procesos geomorfológicos y la datación de materiales del Cuaternario en la península Ibérica (España y Andorra), Baleares y Canarias. Los ámbitos naturales estudiados abarcan una amplia gama de procesos, donde destacan los movimientos de ladera (caídas de rocas, corrientes de derrubios, deslizamientos...), la erosión hídrica de suelos (laminar y en cárcavas y barrancos), los aludes de nieve, y las avenidas torrenciales e inundaciones.

Las áreas de estudio están concentradas en dos sistemas montañosos y sus inmediaciones (Fig. 2): los Pirineos catalán, andorrano y aragonés (Ripollès, Berguedà, Pallars Sobirà, Pallars Jussà, Alta Ribagorca, Cuenca del Valira, Ribagorza, Sobrarbe, Alto Gállego, Jacetania y Andorra); el Sistema Central español y cuencas del Duero y Tajo (Segovia, senda Schmid, Monterrubio, Navaluenga, Venero Claro, Galayos-Guisando, Arenas de San Pedro, San Martín de la Vega, Rivas Vaciamadrid, Arganda y comarca de Pedraza); y en la isla de La Palma (Parque Nacional de la Caldera de Taburiente). También se han datado mediante dendrocronología infinidad de materiales leñosos, tanto naturales en depósitos cuaternarios en campo (Sierras de Gredos y Guadarrama), como formando parte de construcciones que han sido afectadas por procesos activos, como inundaciones y terremotos.

A continuación, se exponen algunos ejemplos de las aplicaciones de la datación dendrocro-



Figura 2: Mapas de situación de las localidades donde se han elaborado o se están realizando en la actualidad estudios de datación dendrocronológica aplicados al Cuaternario en la península Ibérica, para diferentes tipos de eventos (inundaciones, aludes de nieve, movimientos del terreno y terremotos), procesos (erosión de suelos) y depósitos (fluviales y lacustres).

Figure 2: Location maps of the localities where dendrochronological dating studies applied to the Quaternary in the Iberian Peninsula have been carried out or are currently being carried out, for different types of events (floods, snow avalanches, mass movements and earthquakes), processes (soil erosion) and deposits (fluvial and lacustrine).

nológica durante el Cuaternario con estas técnicas (datación de depósitos sedimentarios, inundaciones y efectos de fuegos y terremotos) con distintos elementos de madera (restos fósiles, procedentes de la restauración de edificios históricos y árboles vivos) en zonas de estudio españolas y con muy diferentes rangos temporales.

### 4.1. Datación dendrocronológica de macrorrestos fósiles en depósitos cuaternarios y evolución geomorfológica en Campisábalos (Guadalajara)

Se han estudiado con metodología dendrocronológica troncos y tocones fósiles de *Pinus* cf. *sylvestris* enterrados en el sedimento a diferentes profundidades, o superficiales, procedentes de dos yacimientos situados en valles muy próximos (Valdojos y Sandria), en el término municipal de Campisábalos (Guadalajara), con el objetivo de precisar su edad apoyándose en previas dataciones radiocarbónicas. En total se examinaron 34 muestras de troncos, ramas y tocones y en 24 de ellas se analizó su edad radiocarbónica (Génova et al. 2016, Postigo-Mijarra et al. 2017, García-Antón et al. 2021). Se midió la anchura de los anillos en diferentes radios de cada muestra y se sincronizaron las secuencias temporales obtenidas para promediarlas en una secuencia representativa de cada resto fósil. En cada una de las muestras datadas por radiocarbono, se aplicó la fecha calibrada obtenida al dato final de la secuencia de crecimiento individual, fechando sucesivamente los valores restantes. Posteriormente, se estudiaron las correlaciones entre las edades radiocarbónicas más próximas, para ajustar las dataciones según las cronologías seleccionadas como referencia para cada período y obtener la edad dendrocronológica. Después, se analizaron las cronologías individuales de anillos que no habían sido datadas por radiocarbono, estudiando el posible rango de fechas de cada una, considerando la proximidad en profundidad de los restos a los que ya estaban datados y, cuando fue posible, se elaboraron cronologías compuestas.

Las cronologías del vacimiento de Valdojos son más antiguas (en su mayoría desde 8156 hasta 5371 años cal BP) y son complementarias a las de Sandria (desde 4443 hasta 292 años cal BP), abarcando en conjunto, aunque de forma discontinua, una secuencia temporal de anillos de crecimiento que cubre gran parte del Holoceno, casi 8000 años (Fig. 3). Los crecimientos medios en Valdojos muestran que los pinos (en general de elevada edad) se desarrollaron en un ambiente extremo, en condiciones ecológicas desfavorables, mientras que en Sandria los pinos (más jóvenes) presentaban crecimientos más elevados. En el caso del valle de Sandria el trabajo se complementó, además, con un detallado estudio geomorfológico (incluyendo análisis estratigráfico y tomografía eléctrica) que permitió establecer diferentes fases de la evolución del valle y su relación con los fósiles en los últimos 5000 años (Postigo-Mijarra *et al.* 2017). En este valle irregularmente inundado a lo largo del tiempo, un nivel freático no muy elevado pudo haber promovido muy probablemente el crecimiento de los pinos (García-Antón *et al.* 2021).

### 4.2. Datación de eventos geológicos extremos en los materiales de construcción de edificios históricos en Segovia

La datación de eventos catastróficos a partir de las maderas instaladas posteriormente en las reconstrucciones o reparaciones de los edificios constituye un enfoque muy original, que proporciona interesantes datos acerca del tipo y efectos de los desastres sucedidos. Para la datación dendrocronológica de estas maderas es posible analizar secciones transversales, dado que muchas veces se trabaja con materiales desechados en las restauraciones recientes de los edificios. A la hora de datar cada elemento se debe tener en cuenta su uso constructivo y función estructural, que pueden afectar o no a la presencia de corteza y a la ausencia de los anillos más externos y, asimismo, a su estado de conservación, pues las



Figura 3: A) Una de las muestras fósiles analizadas donde se señalan los radios medidos y B) cronologías compuestas de anchura de anillo en macrorrestos fósiles procedentes de los yacimientos de Valdojos y Sandria. Fuente: García-Antón *et al.* (2021), modificado.

Figure 3: A) One of the fossil samples analysed showing the measured radii and B) composite ring-width chronologies in macrofossils from the Valdojos and Sandria sites. Source: García-Antón et al. (2021), modified.

porciones más externas se pueden encontrar más o menos afectadas por diferentes grados de pudrición. En la datación de las secuencias de anchuras de anillos de crecimiento obtenidas se suelen utilizar como referencias las dataciones radiocarbónicas de algunas muestras representativas y también, si es posible, cronologías regionales elaboradas a partir de árboles vivos. Diferentes eventos se han estudiado así, tras la elaboración de cronologías en elementos constructivos de la Real Casa de Moneda y la Catedral en Segovia.

En 2009, durante las labores de investigación arqueológica para la rehabilitación como museo de la Real Casa de Moneda, se descubrió el entarimado y los soportes de un antiguo canal realizado en madera siguiendo las indicaciones de Juan de Herrera (entre 1583-1585) y que fueron datados con técnicas dendrocronológicas. Tanto la datación radiocarbónica calibrada de la parte más antigua de una de las piezas (entre 1463 y 1643), como el conjunto de las dataciones dendrocronológicas (1552-1716), coinciden con la información histórica, "e indican que estas piezas se instalaron en su mayoría durante el siglo XVII" o por "e indican que las piezas más recientes se instalaron a principios del siglo XVIII." Además, se ha comprobado una cierta correlación entre diferentes dataciones indicadoras de la fecha de la corta de los árboles, no estrictamente coincidentes, y las fechas en las que hay constancia de reparaciones en el canal. Estas fechas también se correlacionan con los años documentados por los graves desperfectos originados por inundaciones en el edificio (Fig. 4), antes de la construcción de otra estructura de mampostería y sillería diseñada por Francisco Sabatini (ca. 1770-1771), en vista de que el canal de madera precisaba de continuas y costosas reparaciones (Izaga y Soler, 2012). Todo ello ha permitido detectar y corroborar las fechas de al menos 2 catastróficos eventos de inundación (1695 y 1733) que afectaron al edificio (Génova et al., 2011 y 2018).

Por otra parte, las obras de rehabilitación y reforma de la cubierta de la catedral de Segovia, realizadas en el año 2014, tuvieron como

consecuencia la sustitución de diversas piezas de madera por encontrarse en mal estado de conservación. Además, se aplomaron las cerchas que estaban inclinadas y se eliminaron los jabalcones que las soportaban. Todas las maderas de la antigua cubierta de la catedral analizadas mostraron ser sincrónicas, de manera que se pudo establecer una secuencia común de anchura de anillos de crecimiento. La datación radiocarbónica calibrada de las partes más antiguas de algunas piezas oscila entre 1440 y 1620 y la cronología más probable de la secuencia dendrocronológica común, al contrastarla con la cronología regional de referencia, se determinó en 1496-1651 (Génova et al., 2018). En 1614, no sólo el campanario, sino también las armaduras originales de las naves, fueron pasto de las llamas provocadas por un rayo, de manera que se ha comprobado que no fue hasta mediado el siglo XVII que se abordó la construcción de una nueva cubierta. Pasaron varias décadas entre el incendio de 1614 y la instalación de esta nueva y definitiva cubierta. La documentación histórica no ha aportado datos precisos, pero indica que hasta 1686 no se completó la construcción de la nueva cúpula (Cortón, 1997) y también destaca las penurias económicas existentes en la ciudad de Segovia en la primera mitad del siglo XVII, que retrasaron la finalización de la construcción de la Catedral. Por otra parte, las dataciones dendrocronológicas y radiocarbónicas de los jabalcones que sustentaban las inclinadas cerchas (de cuya instalación no se conoce documentación histórica y que son todos coetáneos) no son demasiado precisas en este caso, pero sí que determinan que éstos fueron instalados entre el último cuarto del siglo XIX y el primero del XX (Génova et al., 2018), en fechas muy alejadas de la finalización de la construcción de la Catedral. Todo apunta a que la instalación de los jabalcones se produjo como consecuencia de los efectos en la cubierta que produjo el terremoto de 1755 (Rodríguez-Pascua et al., 2015) y que el daño no fue conocido hasta mucho más tarde, o que la inclinación de las cerchas fue progresiva a lo largo del tiempo, hasta que se decidió buscar una solución.



Figura 4: Relaciones cronológicas entre las maderas datadas y las fechas de corta estimadas, los trabajos de reparación en la Casa de la Moneda de Segovia y las inundaciones históricas entre 1583 y 1771. Fuente: Génova *et al.* (2011), traducido.

Figure 4: Chronological relationships between the dated timbers and the estimated felling dates, the repair works at the Segovia Mint and the historical floods between 1583 and 1771. Source: Genova et al. (2011) translated.

4.3. Datación dendrocronológica de la frecuencia de procesos geomorfológicos: avenidas torrenciales en el Parque Nacional de la Caldera de Taburiente (La Palma, Islas Canarias)

La Caldera de Taburiente ocupa 4690 ha del sector centro-septentrional de la isla de la Palma (Islas Canarias), y fue declarada Parque Nacional en el año 1954. Se trata de una llanura aluvial formada por grandes barras de bloques y gravas entre las que discurren uno o varios hilos de corriente, con una terraza baja separada por un escarpe de banco de orilla de unos 2,3 m de altura media. Las barras estabilizadas y las terrazas presentan vegetación arbórea de pino canario (Pinus canariensis Chr. Sm. ex DC.) y sauce canario (Salix canariensis C. Sm. ex Link). En esta zona convergen buena parte de los senderos más transitados y se encuentra la única zona de acampada autorizada, estimándose una población expuesta anual media en tránsito por el sistema de barrancos en unas 67.000 personas (A. Palomares, com. pers.). Aquí son frecuentes e intensas las avenidas súbitas, las cuales han producido incluso víctimas mortales entre practicantes de senderismo (3 fallecidos en noviembre de 2001); varias intervenciones de protección civil al quedar grupos numerosos de visitantes incomunicados por la inundación (la última el 22 de octubre de 2011); e importantes pérdidas económicas al interferir las avenidas con los proyectos de repoblación de las riberas con especies autóctonas y endemismos (superiores a los 700.000 euros en los últimos años), e infraestructuras (puentes, conducciones de agua, sistemas hidroeléctricos) y las sendas más transitadas. Ante la imposibilidad de realizar análisis de peligrosidad con métodos hidrológico-hidráulicos convencionales, por no existir estaciones de aforo representativas ni datos pluviométricos con series largas y discriminación espacial y temporal adecuada, se recurrió a los métodos dendrogeomorfológicos para elaborar un registro de eventos de avenidas.

En total se muestrearon 73 ejemplares de *Pinus canariensis* mediante barrena de Pressler (tanto en la propia llanura aluvial del río Taburiente como en sus tributarios, Fig. 5 A) y, además, se obtuvieron varias cuñas y secciones discoidales en ejemplares muertos. Al menos se extrajeron, en los árboles afectados (con heridas producidas por la carga sólida transportada durante las riadas y/o con otros daños como desenraizamiento, pérdida de la guía principal, etc.), dos muestras completas por árbol (desde la corteza hasta la médula). Otras muestras se extrajeron cerca de las heridas, de manera que el contraste entre las diversas secuencias de crecimiento permitiera identificar el año en que se produjo el daño. También se extrajeron muestras de 16 árboles no dañados para elaborar una cronología de referencia (Génova et al., 2015). A partir del análisis de las secuencias de crecimiento en grosor de los árboles afectados (agrupados en 2 cohortes distintas según su edad media) y, muy concretamente, del porcentaje de árboles con liberaciones, se pudo reconstruir el registro reciente (últimos 50 años) de los eventos de avenidas torrenciales sucedidos, siendo especialmente relevantes los de 1962 y 1997 (Fig. 5 B), pues se repiten sistemáticamente en muchos de los ejemplares muestreados. Las liberaciones son el resultado de una gran cantidad de formación de tejido de reacción, detectado sobre todo en árboles viejos después del daño. De este modo, la información aportada por los datos dendrogeomorfológicos supone una importante mejora para el desarrollo de los análisis de peligrosidad por inundaciones en la zona, aportando información acerca de su frecuencia y de los períodos de recurrencia.



Figura 5: A) Zona de estudio detallada, en la confluencia de los barrancos de Cantos de Turugumay y Verduras de Alfonso que forman el río Taburiente. B) Datación de heridas y otros daños producidos en los pinos canarios e intervalos de tiempo entre los años con mayor número de evidencias. La Cohorte 1 agrupa los árboles más longevos y la Cohorte 2 los más jóvenes. Fuente: Génova *et al.* (2015), modificado.

Figure 5: A) Detailed study area, within the confluence of the Cantos de Turugumay and Verduras de Alfonso gorges forming the Taburiente River. B) Dating of wounds and other damages to Canary pine and time intervals between the years with the highest number of evidences. Cohort 1 groups the longest-lived trees and Cohort 2 the youngest. Source: Génova et al. (2015), modified.

### 5. Conclusiones

La datación dendrocrológica se ha mostrado como una técnica muy versátil y útil para los estudios del Cuaternario, especialmente si se combina con otras, como la datación radiocarbónica y la documentación histórica. En España, el estudio de los anillos de los árboles para datar y caracterizar procesos geodinámicos y otros fenómenos como inundaciones, incendios o terremotos, tiene hoy en día un amplio abanico espacial y temporal. La datación dendrocronológica se ha extendido desde los inicios del Holoceno, analizando materiales fósiles y subfósiles, hasta la actualidad, analizando muestras de árboles vivos, y también en épocas históricas, estudiando por ejemplo maderas procedentes de la restauración de edificios. Así pues, las oscilaciones de las características de los anillos de crecimiento de las leñosas a lo largo del tiempo constituyen en la actualidad una de las principales fuentes de información indirecta de eventos de carácter abiótico, biótico o antrópico y permiten la reconstrucción de las condiciones ambientales a lo largo del tiempo.

### Agradecimientos

Los autores desean agradecer la aportación de información y los estudios realizados por infinidad de autores sobre la dendrocronología y sus aplicaciones al estudio de los procesos, materiales y formas del Cuaternario en España, y especialmente a los coautores de los trabajos citados. Estos trabajos han sido financiados por multitud de proyectos de investigación, entre los que quisiéramos destacar: GeoRiada, Dendro-Avenidas, IDEA-GesPPNN, MAS Dendro-Avenidas, MARCoNI, CHARMA, DIPAVE, DRAINAGE y proyectos autonómicos de Castilla-La Mancha. Finalmente deseamos agradecer a los editores invitados de este número especial de Cuaternario y Geomorfología, Pablo G. Silva y Joaquín Rodríguez Vidal, la invitación a participar con esta aportación.

### Bibliografía

- Alestalo, J. (1971). Dendrochronological interpretation of geomorphic processes. *Fennia*, 105, 1–140.
- Ballesteros, J. A., Bodoque, J. M., Díez-Herrero, A., Génova, M., Gutiérrez, E., Moya, J., Muntán, E., Oller, P., Rubiales, J.M., Ruiz-Villanueva, V., Saz, M.A. (2010). Dendrogeomorfología. Los árboles, fuente de conocimiento de los procesos y desastres naturales. *Cuadernos de Arboricultura*, 5, 119 pp.
- Cortón, M. T. (1997). *La Construcción de La Catedral de Segovia (1525-1607)*. Caja de Ahorros y Monte de Piedad de Segovia, Segovia, 296 pp.
- Dean, J. S. (1997). Dendrochronology. En: Chronometric dating in archaeology. Advances in archaeological and museum science. vol. 2. (R. E. Taylor; M. J. Aitken, ed.). Springer, Boston, 396 pp. https://doi. org/10.1007/978-1-4757-9694-0\_2
- Díez-Herrero, A. (2021). La dendrogeomorfología como fuente de datos de la frecuencia y magnitud de caudales históricos. En: Paleocrecidas y avenidas históricas y su aplicación a la seguridad hidrológica de las presas (A. Jiménez, ed.). Monografías CEDEX, Cap. III, Centro de Estudios y Experimentación de Obras Públicas Madrid, 61-92.
- Friedrich, M., Remmele, S., Kromer, B., Hofmann, J., Spurk, M., Kaiser, K. F., Orcel, C., Küppers, M. (2004). The 12,460-year Hohenheim oak and pine tree-ring chronology from central Europe—A unique annual record for radiocarbon calibration and paleoenvironment reconstructions. *Radiocarbon*, 46 (3), 1111-1122. https://doi.org/10.1017/ S003382220003304X
- García-Antón, M., Génova, M., Postigo-Mijarra, J. M., García-Álvarez, S., Morla, C., García-Amorena, I. (2021). Holocene woodland history of the Sierra de Ayllón (central Spain). *Veg Hist Archaeobot.*, 30(3), 331-346. https://doi.org/10.1007/s00334-020-00787-x
- Génova, M., Ballesteros-Cánovas, J. A., Díez-Herrero, A., Martínez-Callejo, B. (2011). Historical floods and dendrochronological dating of a wooden deck in the Old Mint of Segovia, Spain. *Geoarchaeology*, 26(5), 786-808. https://doi.org/10.1002/ gea.20369
- Génova, M., Gómez-Manzaneque, F., Martínez-García, F., Postigo-Mijarra, J.M. (2016). Early Holocene vegetation in the Ayllón Massif (Central System Range, Spain) based on macroremains: a paleoecological approach. *Palaeogeogr. Palaeoclimato. Palaeoecol.*, 441, 811-822. https://doi.org/10.1016/j. palaeo.2015.10.027
- Génova, M., Máyer, P., Ballesteros-Cánovas, J., Rubiales, J. M., Saz, M. A., Díez-Herrero, A. (2015). Multidisciplinary study of flash floods in the Caldera de Taburiente National Park (Canary Islands, Spain). *Catena*, 131, 22-34. https://doi.org/10.1016/j.catena.2015.03.007
- Génova, M., Díez-Herrero, A., Moreno-Asenjo, M. A., Rodríguez-Pascua, M. A. (2018). Natural disasters

written in historical woods: Floods, a thunderbolt fire and an earthquake. *J Cult Herit.*, 32, 98-107. https://doi.org/10.1016/j.culher.2017.12.011

- Izaga, J. M., Soler, J. M. (2012). Ingenios de laminar y acuñar. Recuperación de las estructuras hidráulicas. En: *Real Casa de Moneda de Segovia. Un paseo por la Historia del Real Ingenio* (A. Martín; C. Caballero; S. Fernández, coord.). Empresa Municipal de Turismo, Segovia, 51-59 y 106-114.
- Pearson, C. L., Leavitt, S. W., Kromer, B., Solanki, S. K., Usoskin, I. (2021). Dendrochronology and Radiocarbon Dating. *Radiocarbon*, 1-20. https://doi. org/10.1016/j.dendro.2009.03.001
- Postigo-Mijarra, J.M., Génova, M., Gómez-Manzaneque, F., Martínez-García, F., Morla, C., Vegas, J., Perucha. M.A. (2017). Occurrence of continuous Holocene pinewoods (*Pinus sylvestris* L.) in the Eastern Central System (Spain) inferred from macroremains. New data from the Sandria site. *Rev. Palaeobot. Palynol.*, 246, 70-84. https://doi.org/10.1016/j. revpalbo.2017.06.009

- Rodríguez-Pascua, M. A., Perucha, M. A., Silva, P. G., Giner Robles, J. L. Pérez-López, R., Díez-Herrero, A. (2015). Efectos arqueosismológicos del terremoto de Lisboa (1755) en el patrimonio histórico de la ciudad de Segovia (España). Actas XIV Reunión Nacional de Cuaternario, Granada (España), 4 pp.
- Salzer, M. W., Pearson, C. L., Baisan, C. H. (2019). Dating the Methuselah Walk bristlecone pine floating chronologies. *Tree-Ring Research*, 75(1), 61-66. https://doi.org/10.3959/1536-1098-75.1.61
- Schweingruber, F. H. (2012). *Tree rings: basics and applications of dendrochronology*. Springer Science & Business Media, Dordrecht (Holland), 275 pp.
- Stoffel, M., Bollschweiler, M., Butler, D. R., Luckman, B. H. (eds.) (2010). *Tree rings and natural hazards: a state-of-art*, Vol. 41, Springer Science & Business Media, Dordrecht (Holland), 506 pp. https://doi. org/10.1007/978-90-481-8736-2

Recibido el 1 de marzo de 2022 Aceptado el 31 de agosto de 2022



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

# Datación por liquenometría aplicada en geomorfología, clima y arqueología

Lichenometry applied in geomorphology, climate and archaeology

Pérez-López, R.<sup>(1)</sup>

(1) Departamento de Riesgos Geológicos y Cambio Climático. Centro Nacional Instituto Geológico y Minero de España IGME - CSIC, C/La Calera nº 1, Tres Cantos, Madrid 28760. España. Email: r.perez@igme.es

### Resumen

La liquenometría es un método de datación calibrada de superficies rocosas expuestas, de rango temporal Holoceno, pero recomendado durante los últimos 2000 años. Esta técnica de datación consiste en calibrar la curva de crecimiento anual de un liquen, para poder medir su edad de exposición sobre cualquier superficie a partir del diámetro máximo. Mediante la liquenometría podemos fechar eventos geomorfológicos como deslizamientos, escarpes de planos de falla, exposición súbita de superficies por denudación, basculamiento, retroceso glaciar, cambios del nivel de base y fenómenos erosivos, así como eventos climáticos y aplicarse en dataciones en arqueología. El principal problema de esta técnica es la ausencia de un método estandarizado, la fuerte dependencia de las tasas de crecimiento anuales de los líquenes de la especie elegida y de las condiciones ambientales. Por este motivo, los errores de medida pueden sobrepasar el 50% del resultado obtenido. Por el contrario, es una técnica económica y fácil de usar que no depende de una tecnología compleja y costosa. Es recomendable usarla como técnica complementaria y orientativa, o bien si no es posible, utilizar otra técnica más precisa. Los resultados obtenidos deben de ser usados con extrema precaución.

Palabras clave: liquenometría, datación, geomorfología, curva crecimiento, calibración, límites.

### Abstract

Lichenometry consists of a calibrated technique for dating exposed rock surfaces from the Holocene. Nevertheless, it is recommended to apply only in exposed rock surfaces during the last 2,000 years. This technique measures the maximum diameter of a lichen species and calibrates the annual growth rate from lichens measured on well-known dated rock surfaces. Commonly, this technique is used for dating geomorphic events such as landslides, rockfalls, fault scarps, recently exposed rock surfaces, glacier retreats, and variations of the water channels, climatic events, and archaeology. The main concern by applying lichenometry is the lack of a standard methodology, the strong dependency of the value of the growth rate with the lichen species, and the

https://doi.org/10.17735/cyg.v36i3-4.93868

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



environmental conditions. Accordingly, the errors could be greater than 50% of the result. On the contrary, lichenometry is a cheap and easy technique to apply, with no implication of complex and expensive laboratory technology. We recommend the application of lichenometry as a secondary or complementary technique unless there is no other technique to be applied.

Key words: lichenometry, dating, geomorphology, growth rate, calibration, limits.

### 1. Introducción

La liquenometría es una técnica de datación calibrada que permite fechar superficies rocosas expuestas a la intemperie, mediante el cálculo de la tasa de crecimiento anual de los líquenes que crecen sobre ellas. Esta técnica de datación se aplica en eventos geomorfológicos que conlleven la formación de una superficie de exposición, como por ejemplo las caídas de rocas, deslizamientos, escarpes de falla, exposición de superficies por denudación, basculamiento, retroceso glaciar, cambios del nivel de base y fenómenos erosivos, entre otros. La liguenometría se clasifica dentro de los métodos de geocronología como una técnica de datación guímica-orgánica, puesto que mide y calcula la tasa de crecimiento de un ser vivo sobre una roca.

Los trabajos pioneros establecieron las bases metodológicas actuales para la obtención de las curvas de crecimiento de diferentes especies de líquenes, a partir del cálculo de la edad de exposición de los depósitos morrénicos en zonas con clima frío (e.g. Fink, 1917; Benedict, 1967; Proctor, 1977). El bajo coste en su aplicación, la sencillez de cálculo y la nula complejidad tecnológica que acompaña dicha técnica, hizo que se extendiera rápidamente su uso de forma generalizada. Sin embargo, se asignaron edades de forma poco contrastada al no correlacionar los resultados obtenidos con otras técnicas de datación como el C<sup>14</sup>.

En España los trabajos pioneros en la aplicación de la liquenometría en estudios climáticos son los de Chueca (1991) y Chueca y Julián (1992), respectivamente. Sancho y Valladares (1993) aplicaron la liquenometría en morrenas en la Isla Livingston (Antártida). La liguenometría en el estudio de los efectos geológicos de los terremotos fue aplicada por Pérez-López et al. (2010; 2012), en el terremoto histórico de Lisboa de 1755 (Pérez-López et al., 2019a). Hay que destacar los trabajos de Silva et al. (2016; 2017) sobre la datación mediante liquenometría del movimiento de la falla de Sencelles en Mallorca. A nivel internacional destacar el trabajo de Bull (1996) sobre terremotos en la Falla de San Andrés. Otros trabajos aplican la liguenometría en el estudio de paleoinundaciones en conjunción con la dendrogeomorfología (Díez-Herrero et al., 2021). En cuanto a trabajos internacionales en inundaciones destacamos el de Gob et al., (2007). Trabajos pioneros en la aplicación de la liquenometría en arqueología son los de Bettinger y Oglesby (1985).

Los líquenes aparecen en cualquier litología: silíceas, carbonatadas, ígneas, volcánicas, metamórficas, etc., y crecen bajo cualquier tipo de clima incluyendo los más extremófilos como los antárticos. De todas las especies de líquenes, el Rhizocarpon geográficum (L) es la especie más utilizada. En primer lugar, es un liquen que aparece por todo el mundo, asociado a rocas siliciclásticas, de crecimiento muy lento (0,3-0,01 mm/año, e.g. Carrara y Andrews, 1973; Gob et al., 2003; Jomelli et al., 2007). Además, esta especie presenta una geometría discoidal con poca excentricidad, un crecimiento continuo y suele aparecer como individuos aislados (talos). En rocas de afinidad básica, McCarthy y Smith (1996) obtienen tasas de crecimiento en las especies Xanthorias sp. y Aspicilias sp. entre 0,5 y 0,9 mm/año. Pérez-López et al., (2010; 2019a) también obtiene tasas de crecimiento para Aspicila radiosa entre 0,2 y 0,3 mm/año en rocas detríticas carbonatadas. Es muy importante una correcta identificación del evento geomorfológico a datar, puesto que una interpretación equivocada o la falta de estudio de las superficies erosivas y/o rejuvenecidas de forma natural o artificial darán valores erróneos en la datación por liquenometría.

### 2. Metodología

La liquenometría consiste principalmente en obtener la tasa de crecimiento anual de una especie de liquen, calcular su curva de crecimiento mediante calibración en superficies de edad conocida (GR), y aplicarla a los líquenes que encontremos en la superficie rocosa que queremos datar (Noller y Locke, 2000). Para ello, introducimos el término liquen reloj como la especie de liquen utilizada para realizar la calibración y por tanto, para la datación. En primer lugar, se identifica el liquen reloj y se mide el diámetro máximo (Figura 1.A), luego se obtiene la curva GR midiendo



Figura 1. A. Aspicilia calcárea sobre una roca carbonatada. B. Medida con calibre digital de la especie Buellia tesserata. C. Curva de crecimiento GR de Aspicilia radiosa proyectando los valores de los diámetros máximos con la edad.

Figure 1. A. "Aspicilia calcárea" on a limestone. B. "Buellia tesserata" tallus. C. GR curve for "Aspicilia radiosa". en superficies de edad conocida (Figura 1.B), y se obtiene la curva de calibración (Figura 1.C). Esta curva nos permitirá datar la fecha desde que el liquen reloj colonizó y comenzó a crecer en esa superficie. En general, la tasa de crecimiento se mide en mm/año y el diámetro se mide con un calibre digital. En la curva GR, se representa y ajusta el diámetro máximo del talo con la edad calibrada. El problema sobre la aplicación de una metodología laxa y la obtención de datos espurios ha sido ampliamente expuesto por Osborn *et al.* (2015) y Rosenwinkel *et al.* (2015).

### 2.1. Hipótesis de partida

Las hipótesis de partida en liquenometría son:

- (a) Para la elección del liquen reloj, se utilizan preferentemente líquenes de geometría discoidal. Esto es debido a que son líquenes planos incrustados en la superficie de la roca y de difícil eliminación, con un crecimiento lento que permite establecer si son o no de primera generación.
- (b) Se asume que los talos presentan un crecimiento constante en el tiempo. Sin embargo, es posible hacer ajustes en la calibración de tipo exponencial o potencial. Para grandes periodos de tiempo se ajustan curvas lineales (Benedict, 2008). Armstrog (2005) muestra un crecimiento de tipo parabólico para la especie de *Rhizocarpon geographicum*, que comienza con una fase de aceleración exponencial inicial, y acaba decreciendo en los talos más grandes.
- (c) Es necesario llevar a cabo un estudio combinado de los líquenes, las especies que aparecen junto a la especie reloj, así como la frecuencia de los diámetros en relación a los periodos secos y húmedos. Esto puede ayudar a estimar el periodo de colonización del liquen (ecesis), así como si son de primera o segunda generación por rejuvenecimiento de la superficie rocosa.

- (d) Esta técnica permite estimar una edad calibrada y/o relativa, en función de la calidad de la calibración de la curva de crecimiento.
- (e) Esta técnica solo data eventos geomorfológicos y/o climáticos en superficies rocosas expuestas, o bien se aplica para datar estructuras y construcciones históricas en arqueología.

### 2.2. Especies de líquenes reloj

De las cerca de 15.000 especies de líquenes que se han estimado en la Tierra, destacamos el Rhizocarpon geographicum (L.) como la especie más utilizada por su distribución global en todo el planeta, su presencia en ambientes fríos y extremos, y su lenta tasa de crecimiento (Bradwell y Armstrong, 2007, Figura 2). Sin embargo, varias subespecies de rhizocarpon presentan distintas tasas de crecimiento y comparten ecosistema (Mathews y Trenbirth, 2011). El liguen más común utilizado para datar sobre rocas carbonatadas es el Aspicilia calcarea (Hoffm.) y Aspicilia radiosa (Hoffm.) (Figura 2, Pérez-López et al., 2010; Silva et al., 2017). Es una especie común en la zona mediterránea. También es muy común el uso del Lecanora muralis (Schreb.), el cual aparece sobre construcciones de cemento y piedra natural (Figura 2). Otras especies que se han



Figura 2. Diferentes especies de líquenes reloj más populares en liquenometría. Los nombres de cada especie vienen sobre cada fotografía.

Figure 2. Photography of the most used lichen species in lichenometry. utilizado son (Figura 2): *Caloplaca aurantia* (A. Massal), *Arctoparmelia centrifuga* (L.), *Lecanora rupícula* (L.), *Verrucaria nigrescens* (Pers.) y *Xanthoria parietina* (L.).

### 2.3. Medida del diámetro máximo del liquen reloj

Innes (1986) ya introdujo el problema en la medida del talo del liquen y existen dudas sobre cuál es la mejor estrategia de medida (Jomelli et al., 2007; Osborn et al., 2015). Según estos autores, el diámetro máximo es la medida con menor error frente al uso de la media de los cinco talos mayores. Hoy por hoy, la medida del diámetro máximo permite afirmar que esa superficie no ha estado cubierta durante un mínimo de 5 años (Benedict, 1990) hasta que comenzó el crecimiento de ese talo. El diámetro máximo se mide sobre talos completos o en individuos con más de tres cuartas partes de circunferencia. En talos elípticos se mide el diámetro máximo y en talos irregulares podemos circunscribir el círculo máximo (Figura 3).

# 2.4. Calibración y curva de crecimiento anual (GR)

La curva de crecimiento anual se obtiene mediante el ajuste del diámetro máximo del talo en relación a la fecha de la superficie rocosa. El ajuste se hace mediante modelos lineales, exponenciales o parabólicos, en función del mejor coeficiente de correlación. De la curva GR es posible estimar la tasa de crecimiento anual y se expresa en mm/año. Se aplican cuatro técnicas:

(1) Uso de cementerios para medir diámetro máximo del talo (D<sub>max</sub>) sobre superficies bien datadas. La edad calibrada abarca un rango temporal entre los 500 y 700 años BP en función de la edad de la tumba más antigua. Como regla general, se miden los diámetros de los talos sobre tumbas con fecha y se distingue si son superficies horizontales o verticales. En el caso de superficies verticales se indica además



Figura 3. Diferentes geometrías de los talos de los líquenes reloj y medida del diámetro máximo. Figure 3. Geometry of the thallus and máximum lichen diameter.

la orientación de la superficie (norte, sur, este, oeste). Además, solo se debe aplicar una curva de crecimiento por cada litología donde aparece el liquen. Evitar medir líquenes sobre lápidas de rocas exóticas (rocas de procedencia externa al entorno cercano como mármoles italianos o granitos de otros países). Condicionantes a tener en cuenta para obtener una calibración en cementerios: (1a) evitar sepulturas que muestren arreglos recientes o enterramientos múltiples. (1b) presencia de árboles y setos cubriendo las sepulturas que proporcionen nutrientes adicionales a los líguenes. (1c) en España el uso de cementerios solo es aplicable desde el año 1800, puesto que en 1804 se generaliza la construcción de cementerios a extramuros de las ciudades. (1d) Es conveniente que el ajuste de la curva se use un mínimo número de puntos de 10.

(2) Medición de un mismo liquen cada año (Figura 4). Se ha medido entre 2011 y 2021 la especie de *Lecanora muralis* sobre cemento y *Ochrolechia parella* sobre granitos. La tasa de crecimiento anual de *Lecanora m.* de 1.97 mm/año (Figura 5.A), mientras que para *Ochrolechia p.* es de 1.25 mm/año (Figura 5.B). Observando los datos de precipitación (mm) y de tem-



Figura 4. Detalle del crecimiento del talo de *Lecanora muralis* (2011 y 2020), y de *Ochrolechia parella* (2015 y 2020).

Figure 4. Different photographs of thallus of "Lecanora muralis" (2011-2020), and "Ochrolechia parella" (2015 - 2020).

peratura (°C), se observa una tendencia neutra entre los años de medida (Figura 5.C). Además, la relación entre las horas de insolación diarias anuales y de la humedad relativa media (Figura 5.D), muestra una oscilación armónica bianual cuya media sería también un valor bastante constante.

(3) Calibración de la curva de crecimiento mediante datos obtenidos en restos arqueológicos y en estructuras arquitectónicas. En este caso, se miden los D<sub>max</sub> del liquen reloj en puentes, iglesias, castillos, restos de fortificaciones, etc. Hay que tener mucho cuidado con las diferentes fases de reconstrucción y mantenimiento de dichas estructuras para poder reconocer las partes originales y las reconstruidas. Mediante la calibración arqueológica es posible aplicar la liquenometría para intervalos temporales entre 500 y 4.000 años BP. Sin embargo, raramente se puede aplicar en estructuras más allá de 2000 años BP, debido al deterioro de las mismas. Asumiendo una tasa global de erosión de 0,001 mm/año en granitos, 0,01 - 0,001 mm/año en carbonatos, 0,01 mm/año en pizarras y 0,1 y 10 mm/año en rocas detríticas (Sunamura, 1983), es poco probable que sobrevivan líquenes sobre superficies en edificios más de 2000 años.

(4) Correlación entre las edades obtenidas de los diámetros de los líquenes sobre superficies que pueden datarse con otros métodos con edades numéricas: C<sup>14</sup>, cosmogénicos, etc., o bien mediante dendrocronología. En este caso sería posible alcanzar los 10.000 años (Briner at al., 2009). El error de la curva de calibración sería el error de la técnica numérica utilizada.



Figura 5. A. Curva de calibración GR para *Lecanora muralis* (2011-2022), con una tasa de crecimiento lineal de 1,97 mm/año. **B.** Curva de calibración GR de *Ochrolechia parella* (2015-2022), con un valor de 1,25 mm/año. **C.** Curva de precipitación media anual (mm) y de temperatura media anual (°C). D. Valores de insolación media anual (horas) y humedad relativa (%).



# 2.5. Periodo de colonización liquen (ecesis)

Se desconoce el periodo de colonización de los líquenes más allá de algunos casos particulares (Kristinsson y Heiðmarsson, 2009), donde los primeros líquenes que se encontraron en la isla volcánica de Sursey (Islandia) aparecieron a los 3 años de la erupción. Según Fink (1917), los líguenes crustosos colonizan las superficies en periodos comprendidos entre 4 y 8 años en ambientes polares. Luckman (1986) aumenta este valor de colonización a 10 años para esos mismos ecosistemas, mientras que Pérez-López et al., (2019a) lo reduce a 4 años en la zona de Albacete para líquenes calcícolas en clima mediterráneo. Benedict (1990) lo sitúa en un mínimo de 5 años para líquenes calcícolas en climas continentales y mediterráneos.

### 2.6. Errores y limitaciones en la liquenometría

Como error directo sería una colocación errónea del calibre sobre el talo. Si usamos un calibre digital la resolución del calibre suele ser ± 0.01 mm, pero este error es inferior al error de apreciación del ojo humano y que suele ser de 1 mm. Para obtener el error de medida es posible medir varias veces talos de diferentes tamaños y estimar la desviación estándar de la población. Pérez-López et al. (2019a) determinó un error de medida de 1.6 mm, que para la tasa anual de crecimiento del liquen reloj supuso un error de ± 8 años. Por otro lado, para calcular el error en el ajuste exponencial y lineal, este autor obtuvo un error de 33 años utilizando la distribución  $\sigma$ y  $2\sigma$ . Para minimizar el error en liguenometría se recomienda: (1) No aplicar la liquenometría en intervalos temporales superiores al intervalo de la curva de calibración. (2) Medir el liguen mayor en la zona, el cual mostrará el rango máximo de edad que podremos obtener. (3) No obtener la curva GR a partir de un solo dato. (4) No dividir individualmente el diámetro de un liguen con una edad. (5) No mezclar en una misma curva líquenes de diferentes especies o bien la misma especie sobre

diferentes litologías. (6) No usar una curva GR en líquenes medidos sobre superficies verticales y aplicar los datos de crecimiento anual sobre líquenes en superficies horizontales y viceversa.

# 2.7. Tasas de crecimiento anual de líquenes reloj más comunes

La Tabla 1 muestra las tasas de crecimiento anual de las especies de líguenes reloj más utilizadas en liguenometría. Aspicilia radiosa v Aspicilia calcicola muestran tasas anuales entre 0,21 y 0,57 mm/año en climas mediterráneos, Verrucaria nigrescens con tasas de 0,38 mm/año en clima continental. Rhizocarpon geographicum, presenta un amplio intervalo de tasas de crecimiento, entre 0,02 y 0,75 mm/año, dependiendo de la zona climática donde aparecen. Esta especie de liquen consta de más de doscientas especies y subespecies (Roca-Valiente et al., 2016), con lo que constituye un grupo polifilético. Los valores de crecimiento son más bajos en condiciones extremas de clima (Tabla 1). También se muestran valores para Lecanora muralis, con valores entre 0,57 y 1,97 mm/año. Los valores de la Tabla 1 deben de ser tomados como valores orientativos y en ningún caso como valores absolutos aplicables en otras zonas donde aparezcan las mismas especies. Si representamos las tasas de crecimiento por especie, se puede observar que algunas especies presentan una mayor dispersión de valores con relación al clima (Figura 6), lo que sugiere que es necesario siempre obtener la curva de GR y tasa de crecimiento anual en cada zona.

### 3. Intervalo temporal de aplicación de la liquenometría

Un estudio de toda la bibliografía aquí citada y la experiencia del autor muestra que la liquenometría se aplica en el rango temporal máximo del Holoceno (11.700 años, Figura 7). Sin embargo, el uso de la liquenometría para valores de más de 5000 años conlleva un error de medida superior al 50%, y por ello no



Figura 6. Tasas de crecimiento anual de las especies de líquenes reloj (Tabla 1). Los valores con círculo indican el clima. La superficie azul rojiza indica la zona de error de la medida. Para una mayor explicación consulte el texto.

Figure 6. Annual growth rates of different lichens from Table 1. Circles indicates the climate description. Blue-red area sows the error. See text for further explanation.

se recomienda su uso más allá de 5000 años BP. Un límite de aplicación aceptable en climas cálidos/húmedos serían los 2000 años BP (Figura 7). En este caso, el error dependerá de la sistemática de aplicación y de la calidad de medida. El intervalo con error igual o inferior al 10% oscila entre 150-500 años, intervalo recomendable para el estudio de efectos geológicos de sismicidad histórica y de eventos climáticos recientes.

### 4. Ejemplos de aplicación de la liquenometría en la península ibérica

### 4.1. Liquenometría aplicada en terremotos históricos: Terremoto de Lisboa 1755

Pérez-López *et al.*, (2019a) aplicó la liquenometría en el desprendimiento rocoso (2300 m<sup>3</sup>) del Tolmo de Minateda (Albacete, Figura 8.A, B), atribuido por fuentes documentales al terremoto de Lisboa de 1755. Pérez-López *et al.* (2010) calibró la tasa de crecimiento anual para *Aspicilia radiosa* en 0,25 mm/año (Tabla 1, Figura 8.C, D). Obtuvieron una fecha de 1733 ± 33 CE, lo que se ajusta con la fecha del terremoto de Lisboa, 1755 CE.

especie	localización	zona	intervalo (a)	GR (mm/a)	ajuste	roca	Dmax (cm)	calibración	elevación msnm	temp. anual ⁰C	precip. anual mm	clima	Köppen- Geiger	referencia
A. contorta	Lanzarote , I. Canarias	Europa	1000	0.270	linear	VOL	50	tumb+arqueo		19.5	115	oceanico	BWh	este trabajo
A. radiosa (Hoffm.)	Mallorca Baleares	Europa	160	0.210	linear	CAL		tumbas		18	402	mediterraneo	BSk	Silva et al., 2016; 2017
A. radiosa (Hoffm.)	Mallorca Baleares	Europa	160	0.400	linear	CAL		tumbas		18	402	mediterraneo	Csa-Bsk	Silva et al., 2016; 2017
A. radiosa (Hoffm.)	Albacete, SE-Spain	Europa	800	0.240	linear	CAL	19.5	tombs+edif.	500	19	244.7	med	Csa-Bsk	Pérez-López et al. 2010
A. calcarea	Pirineos, España	Europa	200	0.450	linear	CAL	35	tumb+arqueo		4.2	1525	periglacial	Dfb	Pérez-López, 2019a
A. calcarea	Baleares-Mallorca	Europa	160	0.570	linear	CAL		tumb+arqueo		18	402	mediterraneo	Csa-Bsk	Silva et al., 2016; 2017
B. tesserata	Avila - España	Europa	600	0.150	linear	SIL	17	tumb+arqueo		12.1	575	continental	Csa	este trabajo
Caloplaca cinericola	Signy I. W.Antartica	Antar	2	0.180	linear	SIL		sustrato		3.5	838.2	glacial	EF	Hooker, 1980
Lecanora muralis	C. Villalba	Europa	10	1.970	linear	cem	10	medida	875	13	689	calido-templado	Csa-Bsk	este trabajo
Lecanora muralis	Tien Shan (China)	Asia	220	0.570	linear	?		?		15.4	871	glacial		S. y S., 1989
Ochrolechia parela	C. Villalba	Europa	10	1.250	linear	SIL	6	medida	875	13	689	calido-templado	Csa-Bsk	este trabajo
Rhizocarpon geogr.	SW Colorado USA	Am (N)	100	0.300	?	SIL		tumbas	3500			glacial		Carrara y Andrews, 1973
Rhizocarpon geogr.	Groenlandia	Art	5	0.200	?	?		?				glacial	ET	Hansen, 2008
Rhizocarpon geogr.	Polonia	Europa	?	0.440	linear	?		?				continental		Jonasson et al., 1991
Rhizocarpon geogr.	Range Colorado, USA	Am (N)	?	0.033	?	?		?				glacial		Mahaney, 1987
Rhizocarpon geogr.	Valais, Suiza	Europa	?	0.500	no-lin.	?	350	?				glacial		Proctor, 1983
Rhizocarpon geogr.	⊤ien Shan (China)	Asia	220	0.207	linear	?		tumbas				glacial		S.y S., 1989
Rhizocarpon geogr.	Signy I. W.Antartica	Antar	5	0.020	linear	SIL		foto		3.5	838.2	glacial		Hooker, 1980
Rhizocarpon geogr.	Corcega	Europa	200	0.250	linear	SIL		tumb+arqueo	1850			med		Gob et al., 2003
Rhizocarpon geogr.	Baffin, I.	Antar	10000	0.027	linear	?	280	?				glacial		Briner et al., 2009
Rhizocarpon geogr.	Gales, UK	Europa	75	0.670	linear	SIL		tumbas	535	9	1200-1802	humedo		Foulds et al. 2014
Rhizocarpon geogr.	Venero Claro Avila	Europa	60	0.200	no-lin.	SIL	11.7	tumbas		12.1	575	montaña	Csa	Diez-Herrero et al., 2021
Rhizocarpon geogr.	Venero Claro Avila	Europa	85	0.450	linear	SIL	11.7	tumbas		12.1	575	montaña	Csa	Díez-Herrero et al., 2021
Rhizocarpon geogr.	Venero Claro Avila	Europa	120	0.750	no-lin.	SIL	11.7	tumbas		12.1	575	montaña	Csa	Diez-Herrero et al., 2021
Verrucaria nigres.	Cantabrico, Spain	Europa	200	0.380	linear	CAL		tumbas	0	13.7	1107	costero	Cfb	Perez-Lopez et al., 2019b

Tabla 1. Valores de crecimiento anual de diferentes especies de liquen reloj, junto con la localización, continente, intervalo de años, tasa anual GR (mm/años), ajuste de la curva GR, dataciones, tipo de roca, diámetro máximo D<sub>max</sub> (cm), calibración: tumb: tumbas, arqueo, arqueología, elevación sobre el nivel del mar (msnm), temperatura anual, precipitación anual, clima, clasificación de clima de Köopen y referencias de donde se obtuvo el dato. A. Aspicilia, B. Buellia, S y S Serebryanny and Solomina, VOL volcánica, SIL silícea, CAL caliza, cem. cemento

Table 1. Annual growth rates of different lichen species used in lichenometry, location, continent, time interval, annual growth rate (mm/yr.), dating, rock type, maximum diameter Dmax (cm), calibration, tumb: tombs, arqueo: archaeology, meters above sea level (msnm), annual temperature, annual precipitation, climate, Köopen classification and references. A. Aspicilia, B. Buellia, S y S Serebryanny and Solomina, VOL volcanic, SIL siliceous, CAL limestone, cem. concrete.



Figura 7. Intervalo temporal de aplicación de la liquenometría, error y principales periodos culturales. *Figure 7. Temporal interval of lichenometry application, error and main Spanish cultural periods.* 

### 4.2. Liquenometría aplicada en inundaciones: VENERO CLARO

Díez-Herrero *et al.* (2021) estudiaron los depósitos torrenciales de la cuenca de Venero Claro (Ávila, España, Figura 9.A, B), y la posibilidad de medir paleoavenidas en la misma zona. Para ello calibraron la curva GR de *Rhizocarpon geographicum* con un valor lineal de crecimiento anual de 0,45 mm/año (Tabla 1, Figura 9.B, C). Además, correlacionan la curva de frecuencia de *Rhizocarpon g.* con la curva de lluvias en la zona, mostrando un desfase de 4 años, lo que equivaldría al error en los últimos 200 años.

### 4.3. Liquenometría aplicada en arqueología: TOROS DE GUISANDO

La aplicación de la liquenometría en arqueología presenta ventajas pero también inconvenientes. Como ventaja, es posible de correlacionar con periodos históricos bien conocidos y cruzar con fechas obtenidas por otras técnicas de datación en arqueología. Por el contrario, es difícil aplicarla en periodos de tiempo superiores a 500-800 años de antigüedad. En este trabajo hemos aplicado la



Figura 8. A. Desprendimiento rocoso del Tolmo de Minateda (Albacete). **B.** Detalle del deslizamiento afectando tumbas antropomórficas de edad visigoda en el Tolmo. **C.** Detalle de *Aspicilia calcarea*. **D.** detalle de *Aspicilia radiosa*.

Figure 8. A. Rockfall Tolmo de Minateda (Spain). B. Rockfalls affecting Visigothic tombs. C. "Apicilia calcarea". D. "Aspicilia radiosa".



Figura 9. A. Campo de bolos de Venero Claro (Ávila, España). **B.** Detalle de toma de datos de campo. **C.** Mayor diámetro medido sobre *Rhizocarpon geographicum*. **D.** Curva GR de crecimiento de *Rhizocarpon geographicum* (modificada de Díez-Herrero *et al.,* 2021).

Figure 9. A. Boulder fan of Venero Claro (Spain). B. Taking data on fieldwork. C. Maximum measured diameter of "Rhizocarpon geographicum". D. Growth curve of "Rhizocarpon geographicum" (modified from Díez-Herrero et al., 2021).

liquenometría para estimar la edad de exposición de los Toros de Guisando (Ávila, Figura 10.A), calibrando Buellia tesserata. Los Toros de Guisando consisten en la escultura zoomorfa de 4 verracos alineados, de 2,5 m de longitud y tallados en granito, con una edad entre la segunda edad de Hierro y la época prerromana (Álvarez-Sanchis, 1994). Se obtuvo una tasa de crecimiento de 0,15 mm/año (Figura 10.B). El diámetro máximo encontrado fue de 169 mm, lo que indica una edad de 563 años (1446 CE), medidos en el año 2009 (Figura 10.C). Una inscripción en el muro cercano (Figura 10.D) indica que está fechada en el año 1468 CE. El resultado sugiere que las esculturas permanecieron a la intemperie desde el siglo XV.

### 4.4. Liquenometría aplicada en climatología: LIA EN CANTABRIA

Perez-López *et al.*, (2019b) trabajaron sobre la aplicación de la liquenometría en la datación de bloques carbonatados que aparecen a lo largo de las playas entre Santander y Bilbao, en el litoral cantábrico. La presencia de ventifactos en la superficie de estos megabloques, indica variaciones en los procesos erosivos físico-químicos. Sobre los ventifactos se pueden observar líquenes de la especie *Verrucaria nigrescens* (ver Figura 2). Esta colonización aparece asociada al cambio en el mecanismo de erosión y que puede asignarse al final del LIA en dicha costa (1855 ± 6 CE). Calibraron una curva GR con una tasa de crecimiento anual de 0,44 - 0,5 mm/año (Tabla 1).



Figura 10. A Esculturas de los Toros de Guisando (Ávila, España). B. Toma de datos de líquenes *Buellia tesserata*. C. Detalle del liquen de mayor diámetro. D. Inscripción en el muro sobre la coronación de Isabel de Castilla, 1468.

Figure 10. A. Bull sculpture of Toros de Guisando (Spain). B. Measuring "Buellia tesserata". C. Maximum thallus measured on the stone Bulls. D. Stone inscription of the Crown ceremony of the queen Isabel of Castilians, 1468.

### 5. Resumen y Conclusiones

La liquenometría es una técnica calibrada para fechar superficies rocosas, relativamente sencilla de aplicar pero sistemáticamente compleja. Esto es debido a que sin una metodología sistemática y con la elevada probabilidad de introducir datos espurios, es fácil obtener edades incorrectas. Se diferencia de las demás técnicas de datación porque se fundamenta en el crecimiento de un ser vivo con crecimiento constante en el tiempo. Es una técnica de datación biológica similar a la dendrocronología. El intervalo temporal que comprende esta técnica es el Holoceno, siendo recomendable aplicarla como máximo en el periodo de los últimos 1000 años. Esta técnica se aplica con relativo éxito para intervalos temporales de los últimos 300 años con errores en la medida < 10%. Entre 300 v 800 años el error es ≥ 10%, siendo > 50% entre 1000 y 5000 años.

El ámbito de aplicación son los eventos geomorfológicos como deslizamientos, caídas de rocas, escarpes de falla, cambios de nivel de base de caudales de agua, erupciones volcánicas, etc. También se aplica en arqueología y eventos climáticos con reflejos geomorfológicos.

Es necesario obtener la calibración y la curva GR en superficies expuestas en cementerios sobre mismas litologías y misma orientación de superficie para asegurar la misma insolación. Se recomienda calibrar en rocas cercanas al evento geomorfológico a datar (dentro de unos 50 km de diámetro), para asegurar que el clima local afecta por igual a los líquenes. Sería conveniente intentar cruzar con otros métodos de datación, realizar el cálculo de errores, y ser los primeros críticos con los resultados preliminares obtenidos. Por último, no extrapolar las dataciones con líquenes más allá de la edad obtenida del máximo liquen observado en la zona.

### Agradecimientos

Este trabajo está dedicado a Caridad Zazo que me animó hace mucho tiempo a adentrarme en la liquenometría para aplicarla en la Geología de Terremotos. Este trabajo ha sido financiado parcialmente por el proyecto FA-MRAD, PID2020-113407RB-I00, del Plan Nacional del Ministerio de Ciencia e Innovación. Este trabajo es una contribución del grupo QTECT de AEQUA. Gracias al Dr. Juan Antonio Ballesteros (CSIC) y al Profesor Julio Garrote (UCM) por sus excelentes comentarios y acertadas revisiones.

### Bibliografía

- Álvarez-Sanchís J.R. (1994). Zoomorphic Iron Age Sculpture in Western Iberia: Symbols of Social and Cultural Identity? *Proceedings of the Prehistoric Society*, 60, 403-416. https://doi. org/10.1017/S0079497X00003492
- Armstrong, R.A. (2005). Radial growth of Rhizocarpon Section Rhizocarpon lichen thalli over six years at Snoqualmie Pass in the Cascade Range, Washington State. *Arctic, Antarctic, and Alpine Research* 37(4), 411-415. https://doi. org/10.1657/1523-0430(2005)037[0411:RGO RSR]2.0.CO;2

- Benedict, J.B. (1967). Recent Glacial History of an Alpine Area in the Colorado Front Range, U.S.A. I.: Establishing a Lichen Growth Curve. *Journal of Glaciology* 6(48), 817-832. https:// doi.org/10.3189/S0022143000020128
- Benedict, J.B. (1990). Lichen Mortality Due to Late-Lying Snow: Results of a Transplant Study. Arctic and Alpine Research, 22(1), 81-89. https://doi.org/10.2307/1551722
- Benedict, J.B. (2008). Experiments on Lichen Growth, III. The Shape of the Age-Size Curve. Arctic, Antarctic and Alpine Research, 40 (1), 15-26 https://doi.org/10.1657/1523-0430(06-030)[BENEDICT]2.0.CO;2
- Bettinger, R. L., Oglesby, R. (1985). Lichen Dating of Alpine Villages in the White Mountains, California. *Journal of California and Great Basin Anthropology* 7(2), 202-24. http://www.jstor. org/stable/27825237.
- Bradwell, T., Armstrong, R.A. (2007). Growth rates of Rhizocarpon geographicum lichens: a review with new data from Iceland. *Journal of Quaternary Science* 22(4), 311-320. https:// doi.org/10.1002/jqs.1058
- Briner, J.P., Davis, P.T., Miller, G.H. (2009). Latest Pleistocene and Holocene glaciation of Baffin Island, Arctic Canada: key patterns and chronologies. *Quaternary Science Reviews*, 28(21-22), 2075-2087. https://doi.org/10.1016/j. quascirev.2008.09.017
- Bull, W.B. (1996). Dating San Andreas Fault earthquakes with lichenometry. *Geology* 24, 111-114. https://doi.org/10.1130/0091-7613 (1996)024<0111:DSAFEW>2.3.CO;2
- Carrara, P E., Andrews, J. T. (1973). Problems and application of lichenometry to geomorphic studies, San Juan Mountains, Colorado. *Arctic and Alpine Research*, 5, 373-384. https://doi. org/10.2307/1550129
- Chueca, J. (1991). Pautas de flujo en un glaciar rocoso activo (Skjoldalur, Islandia): aplicación de técnicas liquenométricas. *Cuadernos I. Geográfica*, 17(1-2), 47-67.
- Chueca, J., Julián, A. (1992). Establecimiento de una curva de crecimiento para el subgénero *Rhizocarpon* en el valle de Benasque (Pirineo Central Aragonés): aspectos metodológicos y resultados. En: *Estudios de Geomorfología en España*. López Bermúdez, F.; Conesa García, C. & Romero Díaz, M.C. (eds.). Murcia: SEG., 729-739.
- Díez-Herrero, A., Ballesteros-Cánovas, J.A., Génova,
   M., Pérez-López, R., Garrote Revilla, J. (2021).
   Cambios ambientales detectados por dendrogeomorfología y liquenometría para el análisis

de avenidas torrenciales en sistemas fluviales. *Cuadernos de Geografía*, 107, 93-121. https:// doi.org/10.7203/CGUV.107.21259

- Fink, B. (1917). The Rate of Growth and Ecesis in Lichens. *Mycologia*, 9(3), 138-158. https:// doi.org/10.1080/00275514.1917.12018912
- Foulds, S.A., Griffiths, H.M., Macklin, M.G., Brewer, P.A. (2014). Geomorphological records of extreme floods and their relationship to decadal-scale climate change. *Geomorphology*, 216, 193-207. https://doi.org/10.1016/j. geomorph.2014.04.003
- Gob, F., Petit, F., Bravard, J.-P., Ozer, A., Gob, A. (2003). Lichenometric application to historical and subrecent dynamics and sediment transport of a Corsican stream (Figarella River-France). *Quaternary Science Reviews*, 22(20), 2111-2124. https://doi.org/10.1016/S0277-3791(03)00142-2
- Hansen, E.S. (2008). The application of lichenometry in dating of glacier deposits. *Geografisk Tidsskrift-Danish Journal of Geography*, 108 (1), 143-151. https://doi.org/10.1080/00167 223.2008.10649580
- Hooker, T.N. (1980). Factors affecting the growth of Antarctic crustose lichens. *British Antarctic Survey Bulletin*, 50, 1-19.
- Innes, J.L. (1986). Dating Exposed Rock Surfaces in the Arctic by Lichenometry. The Problem of Thallus Circularity and Its Effect on Measurement Errors. *Artic* 39(3), 253-259. https://doi. org/10.14430/arctic2082
- Jomelli, V., Grancher, D., Naveau, P., Cooley D., Brunstein, D. (2007). Assessment study of lichenometric methods for dating surfaces. *Geomorphology*, 86: 131-143. https://doi. org/10.1016/j.geomorph.2006.08.010
- Jonasson C., Kot, M., Kotarba, A. (1991). Lichenometrical studies and dating of debris flow deposits in the High Tara Mountains, Poland. *Geografiska Annaler*, 73 A(3-4), 141-146. https://doi.org/10.2307/521019
- Kristinsson, H., Heiðmarsson, S. (2009). Colonization of lichens on Surtsey 1970-2006, Surtsey Res., 12, 81-104.
- Luckman, B.H. (1986). Reconstruction of little ice age events in the Canadian Rocky Mountains. *Géographie physique et Quaternaire*, 40(1), 17-28. https://doi.org/10.7202/032619ar
- Mahaney, W.C. (1987). Tentative Growth Curve for Rhizocarpon geographicum s. I. in Stroud Basin, Wind River Range, Western Wyoming. *Northwest Science*, 61(1), 13-19. https://rex. libraries.wsu.edu/view/delivery/ 01ALLIAN-CE\_WSU/12332826500001842
- McCarthy D.P., Smith D.J. (1995). Growth Curves for Calcium-tolerant Lichens in the Canadian Rocky Mountains. *Artic and Alpine Research* 27(3), 290-297. https://doi.org/10.2307/1551960
- Matthews, J.A., Trenbirth, H.E. (2011). Growth rate of a very large crustose lichen (Rhizocarpon subgenus) and its implications for lichenometry. *Geografiska Annaler*, Series A, Physical Geography, 93(1), 27-39. https://doi. org/10.1111/j.1468-0459.2011.00004.x
- Noller, J., Locke, W.W. (2000). Liquenometry. En: *Quaternary Geochronology*, editores: Jay Stratton Noller, Janet M. Sowers, William R. Lettis, The American Geophysical Union, 261 - 272. https://doi.org/10.1029/RF004
- Osborn, G., McCarthy, D., LaBrie, A., Burke, R. (2015). Lichenometric dating: science or pseudo-science? *Quaternary Research*, 83, 1-12. https://doi.org/10.1016/j.yqres.2014.09.006
- Pérez-López, R., Rodríguez-Pascua, M.A., Silva, P.G., GinerRobles, J.L., Bischoff, J.L., y Owen, L.A. (2010). Calibración de la curva de crecimiento para *Aspicilia radiosa* aplicada en dataciones liquenométricas. Abstract XI Reunión Nacional de Geomorfología, Solsona (España), 503-507.
- Pérez-López, R., Martín-González, F., Martínez-Díaz J.J., Rodríguez-Pascua, M.A. (2012). Datación mediante liquenometría de los desprendimientos rocosos asociados a la sismicidad histórica en Lorca. *Boletín Geológico y Minero*, 123, 473- 485.
- Pérez-López, R., Giner-Robles, J.L., Rodríguez-Pascua, M.A., Silva, P.G., Roquero, E., Bardají, T., Elez, J., Huerta, P. 2019a. Lichenometric dating of coseismic rockfall related to the Great Lisbon Earthquake in 1755 affecting the archaeological site of "Tolmo de Minateda" (Spain). *Zeitschrift für Geomorphologie*, 62 (2), 271-293. https://doi.org/10.1127/zfg\_ suppl/2019/0504
- Pérez López, R., Ortega-Becerril, J.A., Elorza, J. 2019b. Erosional transition of shoreline blocks by lichen colonization in Cantabria associated to the end of the LIA. Abstract 20<sup>th</sup> Congress of the International Union for Quaternary Research (INQUA). Inqua online programme. Dublin (Irlanda). https://app. oxfordabstracts.com/events/574/programapp/submission/91843

- Proctor, M. C. F. (1977). The growth curve of the crustose lichen *Buellia canescens* (Dicks.) de Not. New Phytologist, 79, 659-663. https://doi.org/10.1111/j.1469-8137.1977.tb02250.x
- Proctor M.C.F. (1983). Sizes and growth-rates of thalli of the lichen Rhizocarpon geographicum on the moraines of the Glacier de Valsorey, Valais, Switzerland. *The Lichenologist*, 15, 249-261. https://doi.org/10.1017/ S0024282983000389
- Roca-Valiente, B., Hawksworth, D., Pérez-Ortega, S., Sancho, L., Crespo, A. (2016). Type studies in the Rhizocarpon geographicum group (Rhizocarpaceae, lichenized Ascomycota). *The Lichenologist*, 48(2), 97-110. https://doi. org/10.1017/S002428291500050X
- Sancho, L.G., Valladares, F. (1993). Lichen colonization of recent moraines on Livingston Island (South Shetland I., Antarctica). *Polar Biology*, 13, 227-233. https://doi.org/10.1007/ BF00238757
- Serebryanny, L.R., Solomina, O.N. (1989). Glacial changes in the Tien Shan Mountains as revealed by bioindicators: Time-Series Analysis and Interpretation. Snow Cover and Glacier Variation. Proceedings of the Baltimore Symposium, Maryland, USA, IAHS Publ. no. 183, 81.
- Silva, P.G., Roquero, E., Bardají, T., Pérez-López, R., Rodríguez-Pascua, M.A., Giner-Robles, J.L., Perucha, M.A. (2016). Geochronology of the Sencelles fault scarp and its relationships with the AD 1851 Mallorca Earthquake (Baleares Islands, Spain). *Geo-Temas*, 16 (1), 653 -656.
- Silva, P.G., Roquero, E., Bardají, T., Pérez-López, R., Rodríguez-Pascua, M.A., Giner-Robles, J.L., Perucha, M.A. (2017). Lichenometric analysis of rocky fault scarps: The example of the Sencelles Fault (Balearic Islands, Spain). En: 8<sup>th</sup> International INQUA Meeting on Paleoseismology, Active Tectonics and Archeoseismology (PATA), 13 - 16 New Zealand, 354-357.
- Sunamura, T. (1983). Processes of sea cliff and platform erosion. En: *Handbook of Coastal Processes and Erosion*, Komar, P.D. (ed.), Boca Ratón, USA, CRC Press., 233-265.

Recibido el 18 de marzo de 2022 Aceptado el 29 de agosto de 2022



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

# Métodos de datación en sedimentos cuaternarios con laminación anual: Ejemplos de la Península Ibérica

Dating techniques in Quaternary annually-laminated sediments. Examples from the Iberian Peninsula

Corella, J.P.<sup>(1)</sup>; Martín-Puertas, C.<sup>(2)</sup>

 (1) Departamento de Medioambiente, CIEMAT. Av. Complutense 40, 28040 Madrid, España. JuanPablo.Corella@ ciemat.es
 (2) Department of Geography, Royal Holloway University of London, Egham, Surrey, TW20 0EX, UK. Celia.MartinPuertas@rhul.ac.uk

#### Resumen

Las secuencias sedimentarias con laminación anual (varvas) producen modelos cronológicos independientes de alta resolución (e.g. anual o incluso estacional), basados en el contaje de láminas, con una incertidumbre de edad menor al 5%. Durante las últimas décadas se han datado más de doscientas secuencias varvadas en diferentes sistemas marinos y lacustres, ubicadas fundamentalmente en el hemisferio norte. La mayor parte de las secuencias varvadas cubren los últimos siglos o milenios, siendo mucho más escasos los registros que abarcan cronologías anteriores al Holoceno. Hasta la fecha, se han identificado cinco registros varvados cuaternarios en la Península Ibérica (restringidos al Holoceno tardío), ubicados en sistemas kársticos de zonas mediterráneas. Cuando la laminación no es continua desde el techo del registro, el conteo de varvas debe validarse con otras técnicas de datación independiente y compararse con eventos históricos (cronomarcadores) para asignar una edad calendario a la secuencia varvada y alcanzar modelos precisos y fiables de profundidad-edad, sirviendo de base para llevar a cabo reconstrucciones paleoambientales de alta resolución temporal.

Palabras clave: varvas, sedimentos laminados, Península Ibérica, lagos, cronología.

#### Abstract

Annually-laminated (varved) sediments provide independent, high-resolution time scales based on annuallayer counts with age uncertainties lower than 5%. More than two hundred varved chronologies have been published during the last decades in both marine and lacustrine environments, mainly located in the Northern Hemisphere. Most of the varved chronologies cover the last centuries or millennia, and only a few of them

https://doi.org/10.17735/cyg.v36i3-4.94057

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



go back beyond the Holocene period. In the Iberian Peninsula, five Quaternary varved sequences have been identified, restricted to the Late Holocene. They are located in karstic systems from mediterranean regions and present biogenic varves. Floating varve chronologies (i.e., the laminations are not preserved from the top of the record) must be validated either by using independent dating techniques or known historical events as isochrones to link the varve chronology to the calendar time scale. Once calibrated, varve chronologies allow precise and reliable age-depth models, serving to develop detailed reconstructions of past environmental changes at high temporal resolution.

Key words: varves, laminated sediments, Iberian Peninsula, lakes, chronology.

#### 1. Introducción

Los sedimentos laminados, ampliamente conocidos como "varvas", corresponden a registros sedimentarios en ambientes lacustres y marinos con un ciclo de deposición anual (Zolitschka 2007). La formación y composición de varvas está controlada por diversos factores v procesos climatológicos, hidrológicos, limnológicos y biológicos. El desarrollo de varvas suele ocurrir en medios anóxicos que impiden la bioturbación de los sedimentos que podría alterar, o incluso hacer desaparecer, la laminación original. Los registros varvados están formados por un conjunto de láminas depositadas durante las diferentes estaciones del año, por lo que una marcada estacionalidad suele favorecer la formación de este tipo de depósitos. Las laminaciones con carácter anual se pueden agrupar en tres tipos diferentes dependiendo de su composición (Fig. 1): i) Varvas biogénicas, cuya formación está controlada fundamentalmente por procesos biogeoquímicos que ocurren en lagos eutróficos y suelen estar caracterizadas por la presencia de láminas de diatomeas, materia orgánica y/o carbonatos autigénicos; ii) Varvas clásticas, compuestas fundamentalmente por láminas detríticas de diferentes tamaños de grano que responden a diferentes tipos de aportes; iii) Varvas evaporíticas, controladas por diferentes procesos físico-químicos que modulan la precipitación de minerales evaporíticos tales como carbonatos y sulfatos.

En el caso de las cuencas lacustres, la formación de los diferentes tipos de varvas suele estar relacionadas con la región climática donde se encuentra el lago (Fig. 1). Las varvas biogénicas suelen formarse en regiones templadas y relativamente húmedas (latitudes medias) respondiendo a una estacionalidad marcada por un incremento de la precipitación en invierno, que produce una lámina detrítica, y condiciones más cálidas en verano que favorecen la acumulación de materia orgánica y la formación de láminas de calcita autigénica en respuesta a una mayor productividad en el lago y un aumento de la temperatura. Las varvas clásticas son típicas en climas fríos (latitudes altas o montañosas) donde la laminación anual responde a los ciclos anuales de fenología de la cobertera de hielo en la superficie del sistema acuático. Las varvas evaporíticas son típicas en zonas áridas y semiáridas (latitudes bajas). La laminación suele estar constituida de una lámina detrítica transportada principalmente por acción eólica y una lámina de minerales evaporíticos correspondiente a la estación más cálida cuando la evaporación es el proceso dominante en el lago (Sturm and Lotter, 1995; Zolitschka et al., 2015).

El primer tipo de varvas que se describieron corresponden a las varvas clásticas definidas en sedimentos glaciolacustres en Suecia por el geólogo Gerald De Geer (de Geer 1912). De hecho, la etimología del término varva proviene de la palabra sueca "varv" ("lámina" en castellano). De Geer fue el primero en sugerir el carácter estacional de la deposición de estas varvas, con deposición de láminas limosas durante la época de deshielo, y decantación de láminas de sedimento arcilloso durante la estación fría, cuando el sistema lacustre estaría cubierto por hielo. Este autor fue el



Fig. 1. Modelo deposicional de tres tipos de varvas, su composición general, procesos ambientales y clima. Modificado de Sturm and Lotter (1995).

Fig. 1. Depositional model of three varve types, composition, environmental processes and climate. Modified from Sturm and Lotter (1995).

pionero en el empleo del contaje de varvas como una herramienta cronológica, que utilizó para evaluar la dinámica de retroceso de hielo en Escandinavia. Durante las siguientes décadas, otros sedimentólogos utilizaron esta técnica de datación para obtener cronologías de alta resolución durante el Cuaternario, no siempre de manera satisfactoria. Un ejemplo reseñable data de los años 20, cuando se atribuyó un carácter anual a la deposición rítmica de sedimentos laminados en el Lago Lemán (Suiza). Con el advenimiento de las dataciones radiométricas cuatro décadas más tarde se demostró que esas láminas no respondían a un patrón de deposición estacional. Este ejemplo pone de manifiesto la necesidad de establecer un procedimiento sistemático para obtener cronologías robustas empleando sedimentos laminados. Con este objetivo, se estableció el grupo internacional de trabajo sobre varvas (PAGES Varve Working Group) en el año 2009 con el fin de reunir a la comunidad científica trabajando en sedimentos laminados para promover nuevos desarrollos metodológicos de esta importante herramienta de datación y reconstrucción paleoambiental. En el presente trabajo se resumen las principales metodologías y procedimientos para obtener modelos de edad-profundidad en sedimentos varvados, discutiendo los rangos de edad y errores asociados. Por último, profundizaremos en las secuencias varvadas disponibles en la Península Ibérica analizadas hasta el momento actual.

### 2. Metodología

La datación de sedimentos laminados se basa en un principio simple de conteo del número de láminas y su posterior contraste con otras técnicas de datación independiente para validar el carácter anual de la laminación y vincular el número de varva a una determinada edad. Para obtener cronologías de alta resolución de sedimentos laminados es fundamental, en un primer lugar, entender y comprobar el carácter estacional de la laminación. Para ello, se deben establecer modelos deposicionales conceptuales que permitan entender la naturaleza de las láminas y la ritmicidad de sus ciclos de deposición anual. Si las varvas se conservan en la actualidad, lo mejor es realizar un monitoreo del lago e instalar trampas de sedimento que corroboren la estacionalidad de cada sub-lámina. Posteriormente se debe seleccionar la metodología y procedimiento para realizar tanto el conteo de varvas como el cálculo del error asociado. Varias metodologías han sido propuestas por la comunidad científica durante las últimas décadas (Lotter and Lemcke 1999; Zolitschka 2007; Ojala *et al.* 2012; Schimmelmann *et al.* 2016) en base al tipo de varvas, su composición, espesor o estado de preservación.

El trabajo pionero de de Geer fue realizado mediante observaciones directas en afloramientos (paleolagos). Sin embargo, en la mayor parte de las ocasiones, estudiamos secuencias cuaternarias localizadas en el subsuelo. Para obtener el material para datar se suelen emplear técnicas de perforación para obtener testigos sedimentarios. Estos testigos se abren longitudinalmente para su posterior análisis sedimentológico. Las varvas de mayor espesor (de escala centimétrica) pueden ser contadas directamente sobre el sedimento fresco. Por el contrario. láminas de menor espesor (escala milimétrica) requieren de observaciones en lámina delgada empleando diferentes tipos de técnicas de microscopía óptica y electrónica. Las láminas delgadas sobre sedimentos no consolidados se obtienen a partir de un procedimiento de consolidación con resina y su posterior pulido. Una vez obtenidas las láminas delgadas se procedería al análisis y caracterización de las diferentes láminas y sub-láminas mediante estudio de microfacies y su posterior conteo empleando el microscopio óptico con diferentes aumentos en función del espesor de las láminas. Para reducir el error humano en el conteo se deben realizar varios conteos, idealmente, por diferentes investigadores. Cada investigador debe contar el número de varvas en cada lámina delgada y hacer un segundo contaje basado en la medida del espesor de cada varva. Las láminas delgadas a lo largo del registro deben estar solapadas, al menos, dos centímetros y se marcan los puntos de correlación entre una lámina delgada y la siguiente

para no perder información cronológica. Por último, se comparan los distintos contajes para calcular el error de contaje y se elige un contaje medio que establecerá el modelo de edad-profundidad.

La reciente implementación de programas informáticos de análisis de imagen, así como la obtención de fotografías de alta resolución de los sondeos estudiados y técnicas de tomografía axial computarizada aplicada a dichos sondeos ha permitido desarrollar una tercera metodología basada en un conteo de varvas automatizado o semiautomatizado empleando técnicas de análisis de imagen en las secuencias laminadas digitalizadas (Francus et al., 2002; Weber et al., 2010, Ebert and Trauth, 2015). Análisis geoquímicos de alta resolución (fundamentalmente la microfluorescencia de rayos X) pueden también resultar muy útil como información adicional para caracterizar las varvas y determinar su edad (Marshall et al., 2012). Esta técnica permite caracterizar la diferente composición elemental de las diferentes láminas que no puedan ser apreciadas mediante técnicas de visu v/o de microscopía porque presentan márgenes difusos v/o graduales, o coloraciones v texturas similares. Sin embargo, es recomendable validar estos métodos de contaie con la observación de los sedimentos en el microscopio, va que los métodos digitales podrían inducir una sistemática sobre o subestimación del número de varvas (Ojala et al., 2012).

## 2.1. Tipos de cronología de varvas y determinación de errores asociados al método de datación

La cronología de registros varvados puede ser de dos tipos en función del intervalo de edad y la continuidad del modelo de profundidadedad que registre la secuencia sedimentaria. De esta manera, una cronología "absoluta" incluiría una deposición de varvas continua hasta el periodo actual. Por el contrario, una cronología "flotante" presentaría intervalos sin varvas, donde no se conservarían los ciclos anuales de deposición de las láminas debido a cambios en la dinámica sedimentaria y/o limnológica. En este tipo de cronologías se utilizan crono-marcadores relacionados con diferentes eventos históricos v/o ambientales (e.g. terremotos, inundaciones, actividad volcánica que hayan quedado registrados en las secuencias sedimentarias) para anclar la cronología a una escala de tiempo de años de calendario. La comparativa de otros métodos de datación independientes como pueden ser dataciones radiométricas de carbono 14, cesio 137 y/o plomo 210, cambios en la vegetación, tefrocronología o paleomagnetismo permiten validar los modelos cronológicos establecidos mediante el conteo de varvas que permitiría determinar la exactitud y precisión de la cronología de las secuencias datadas en sedimentos laminados. Tradicionalmente, el método más usado es elegir un evento u horizonte cronológico para anclar la cronología varvada asumiendo el rango de incertidumbre de edad asociado al evento / horizonte en concreto como error absoluto asociado a la cronología final (Brauer et al., 2000; Ojala et al., 2012). Normalmente el error asociado al contaje de varvas es mucho menor que la incertidumbre de edad asociada a la datación. Para disminuir esta incertidumbre absoluta, recientemente se aplican métodos estadísticos como modelos bayesianos, los cuales combinan toda posible información cronológica asociada a un registro (e.g. contaje de varvas, horizontes de tefra, dataciones de carbono 14, información sedimentológica) para obtener una mejor aproximación del posible error cronológico (Ramsey et al. 1995; Martin-Puertas et al., 2021). Por último, la determinación y cuantificación de los errores asociados a la cronología de varvas en si para obtener modelos de profundidad-edad robustos se fundamentan en la obtención de conteos replicados en varios sondeos, llevados a cabo, idealmente, por diferentes investigadores (Ojala et al. 2012; Żarczyński et al., 2018). El más utilizado es la desviación típica entre los diferentes contajes. Sin embargo, muchas veces, esto no es posible debido a la ausencia de material y/o especialistas en sedimentología de secuencias varvadas.

## 3. Distribución espacial de secuencias varvadas y rango temporal de aplicación del método

Las secuencias varvadas pueden encontrarse en diferentes ambientes deposicionales. fundamentalmente en sistemas marinos, estuarios y lagos. Las últimas revisiones de registros varvados a escala global muestra una distribución irregular (Ojala et al. 2012, Schimmelmann et al. 2016, Valero-Garcés y Corella, 2018, Ramisch et al. 2020). En la actualidad hay más de 200 sistemas varvados con modelos cronológicos robustos de conteo de varvas. Estos trabajos muestran una distribución espacial muy heterogénea con 52 secuencias varvadas en sistemas marinos (Schimmelmann et al. 2016) distribuidas fundamentalmente en el hemisferio norte, mientras que las secuencias varvadas lacustres, se localizan sobre todo en Europa y Norteamérica. Esto no necesariamente significa que no hay varvas en el hemisferio sur, sino que han sido menos estudiadas. Algunos ejemplos de registro varvados en el hemisferio sur pueden ser encontrados en Wolff et al. (2011), Bendle et al (2019) y Sear et al (2020) entre otros.

La mayor parte de las secuencias se restringen a la última fase del Holoceno (últimos 2000 años), con numerosos registros con una extensión temporal inferior a los 100 años, debido a que muchos sistemas varvados actuales son de neoformación debido a la eutrofización antrópica durante las últimas décadas. Solamente algunos registros contienen varvas formadas antes del Holoceno ("i. e." últimos 11 700 años), como es el caso de los registros varvados centroeuropeos de los lagos Holzmaar (Zolitschka et al., 2015) y Meerfelder Maar (Brauer et al., 1998; Martin-Puertas et al., 2012; Lane et al., 2015) que cubren hasta el Último Máximo Glacial, o el excepcional registro de Lago Grande di Monticchio en Italia que tiene un registro de varvas continuo de los últimos 132 000 años (Brauer et al., 2007; Martin-Puertas et al., 2016; Martin-Puertas et al., 2019). Sin embargo, la secuencia varvada de mayor relevancia geocronológica es, posiblemente, la secuencia analizada en el lago Suigetsu, en Japón. Las varvas en este registro de más de 70 000 años corresponden a los tipos clástico y biogénico. Esta secuencia ha sido analizada por numerosos investigadores de diferentes nacionalidades durante las últimas tres décadas debido, entre otros aspectos, a su gran potencial para proporcionar un modelo de calibración de cronología de radiocarbono terrestre durante el periodo 11 200 - 52 800 años (anterior al límite que proporciona la dendrocronología) (Ramsey et al. 2012). Una de las mayores implicaciones que ha conllevado el desarrollo de esta cronología de alta resolución es, entre otras, el poder alcanzar una curva de calibración robusta de radiocarbono durante los últimos 50 000 años, suponiendo un gran avance para toda la comunidad científica trabajando en el Cuarternario.

## 4. Ejemplos en la Península Ibérica

En la Península Ibérica se han identificado, hasta el momento, cinco registros varvados:

Laguna de Zoñar, lago de Montcortès, laguna de Banyoles, lago de Arreo y lago La Cruz (Valero-Garcés y Corella). Todos ellos están emplazados en diferentes sistemas lacustres de zonas mediterráneas (Fig. 2, Tabla 1), con un clima caracterizado por una marcada estacionalidad que favorece la formación de láminas con un ciclo anual. Todos estos registros se encuentran en cubetas profundas y de pequeñas dimensiones en sistemas kársticos, que favorecen la generación de ambientes anóxicos en el fondo de los lagos, impidiendo la bioturbación y favoreciendo la preservación de sedimentos laminados. Los registros varvados de todos estos sistemas corresponden a varvas biogénicas de tipo calcáreo, caracterizadas por la precipitación de láminas de calcita por la actividad biológica en relación a grandes floraciones algales durante la estación cálida, y la deposición de materia orgánica durante el resto del ciclo anual (Romero-Viana et al. 2008, 2011, Martín-Puertas et al. 2009, Corella et al. 2012, Trapote et al. 2018b, Vegas-Vilarrúbia et al. 2020). Aunque la tipología de las varvas y su contexto geo-



Fig. 2. Mapa de la Península Ibérica mostrando la ubicación de los diferentes sistemas lacustres cuaternarios con laminación anual datada mediante conteo de varvas.

Fig. 2. Map of the Iberian Peninsula showing the location of the different quaternary lacustrine settings with annual lamination dated using varve counting.

Lago	Coordenadas/ Profundidad	Tipo de cronología	Intervalo temporal	Error asociado	Referencias
Banyoles	42 º 01′ N, 2º 04′E (46 m)	Absoluta	Finales siglo XIX- actualidad	No	Morellón et al., 2015
Arreo	42 º 46' N, 2º59'O (24 m)	Flotante	1952-1998 AD	No	Corella et al., 2011
La Cruz	39° 59'N; 1° 52'O (21 m)	Absoluta	1573-2010 AD	No	Romero- Viana et al., 2008; 2011
Zoñar	37 º 29′ N, 4º 41′O (14,5 m)	Flotante	650 a.c - 350 d.c	No	Martín- Puertas et al., 2009
Montcortès	42 º 19' N, 0º59'E (31 m)	Absoluta	763 a.c-2014 AD	Si (0-3%)	Corella et al., 2012; 2014; 2016; Rull et al., 2021

Tabla 1. Detalles de las cronologías de varvas en los diferentes sistemas lacustres varvados de la Península Ibérica.Table 1. Details of the varve chronologies from the different lacustrine varved settings in the Iberian Peninsula.

morfológico y limnológico es relativamente similar, los modelos cronológicos presentan diferentes rangos temporales.

### 4.1. La laguna de Zoñar

La laguna de Zoñar está situado en la provincial de Córdoba y es el lago más profundo (15 m) y de mayores dimensiones de la cuenca del Guadalquivir. La secuencia lacustre de este lago tiene 6 metros de longitud y cubre los últimos 4000 años. El último metro del registro muestra un depósito de paleosuelo datado en 2620 años antes de la actualidad. Encima del paleosuelo hay un deposito varvado de aproximadamente un metro de espesor que cubre el periodo Ibero-romano entre el 650 AC y el 350 AD (Martín-Puertas et al. 2008). Las varvas de Zoñar son de tipo biogénicas y están compuestas por tres laminas que representan diferentes estaciones en el ciclo anual del lago. Una lámina de calcita autigénica que precipita en primavera/principio del verano cuando el lago se estratifica, una lámina orgánica que representa la productividad del lago durante la estación más cálida y la lámina de micrita detrítica depositada durante el otoño e invierno coincidiendo con los meses más lluviosos (Martin-Puertas et al.,

2009) (Fig. 3). Este periodo varvado se ha interpretado como un periodo húmedo con un nivel del lago superior al actual que dio lugar a un régimen meromíctico, es decir, con una capa anóxica permanente en el fondo que permitió la conservación de las varvas. La cronología del registro de Zoñar está basada en nueve dataciones de carbono 14 y el contaje de varvas a lo largo del intervalo laminado que ha permitido hacer reconstrucciones paleoambientales con un alto control cronológico (Martin-Puertas *et al.*, 2009; 2010; 2011).

# 4.2. El lago de Montcortès

El lago de Montcortès, situado en el Prepirineo central en la provincia de Lleida, es un lago kárstico de 30 metros de profundidad con formación de varvas biogénicas en la actualidad registrando una secuencia varvada de 2800 años, la más extensa de la Península lbérica. La formación de varvas biogénicas ha sido ampliamente estudiada y monitorizada durante la última década para comprender los modelos deposicionales y mecanismos que intervienen en la formación de las diferentes láminas (Corella *et al.* 2012, 2014; Trapote *et al.* 2018b, Vegas-Vilarrúbia *et al.* 2020). De esta manera, se conoce que las



Fig. 3. Ejemplo de varvas biogénicas en la laguna de Zoñar. A) Foto del sondeo mostrando la secuencia finamente laminada; B) Fotografía de microscopía óptica mostrando las láminas correspondientes a un ciclo de deposición anual; C-E) Imagen de microscopía electrónica (SEM) de las diferentes sub-láminas que forman la varva. C) Micrita detrítica con un ostrácodo en el medio. D) Diatomeas en una matriz de calcita y materia orgánica. E) Cristales de calcita endogénica.

Fig. 3. Example of biogenic varves in Zoñar Lake;
A) Core photo showing finely-laminated sediments;
B) Optical microscope image showing the different layers within the annual cycle; C-E) SEM images of the different varve sub-layers. C) Micrite and an ostracod.
D) Diatoms contained in a matrix composed of organic matter and authigenic calcite. D) Endogenic calcite crystals.

láminas de calcita precipitan actualmente a final de verano y principios de otoño, mientras que la lámina orgánica se deposita a lo largo de todo el ciclo anual (Fig. 4). Este registro presenta una cronología absoluta desde la actualidad hasta el año 763 AC con un error medio de entre el 0 y el 3 % dependiendo de la calidad de preservación de las varvas a diferentes profundidades. Esta cronología en base al conteo de varvas es coherente con otros modelos de datación independientes en base a dataciones de carbono 14 y plomo 2010 (Corella et al. 2012; 2014; 2016; Rull et al. 2021a), proporcionando una mayor robustez al modelo de profundidad-edad analizado en este registro. La cronología varvada del lago de Montcortès es la más larga de todo el Mediterráneo occidental, y ha permitido realizar múltiples investigaciones paleoambientales reconstruyendo cambios de alta resolución en la dinámica de la vegetación

en la zona (Montoya *et al.* 2018, Trapote *et al.* 2018a, Rull *et al.* 2021a, b), reconstruir la evolución de la anoxia en el lago (Vegas-Vilarrúbia *et al.* 2018) y la precipitación regional a nivel estacional (Vegas-Vilarrúbia *et al.* 2022) o entender los cambios en la estacionalidad de los eventos hidrológicos extremos durante los últimos 2800 años (Corella *et al.* 2016) o los mecanismos que controlan la erosión estacional de suelos en cuencas mediterráneas durante el último milenio (Corella *et al.* 2019).

## 4.3. Otros ejemplos

El lago de Banyoles (Girona) es el mayor lago kárstico en la Península Ibérica. Una de sus cubetas presenta condiciones meromícticas (condiciones anóxicas permanente en el fondo del lago) permitiendo el desarrollo y preservación de varvas biogénicas en sus primeros 85 centímetros de su secuencia sedimentaria, constituyendo un registro varvado desde finales del siglo XIX (Morellón et al. 2015). El desarrollo de varvas biogénicas se debe, en gran medida a procesos de eutrofización debido a actividades agrícolas y ganaderas en la cuenca del lago. El desarrollo de un modelo cronológico de varvas para este intervalo todavía no se encuentra finalizado y, por tanto, está pendiente de validación y posterior publicación.

El lago de Arreo, localizado en el noroeste de la Cuenca del Ebro, es el lago natural más profundo del País Vasco, con 24 metros de profundidad, y una morfología en forma de embudo que favorece el desarrollo de condiciones anóxicas. Las varvas se desarrollan en los primeros 52 cm de profundidad. El modelo de varvas en Arreo, establecido en el año 2011, es de tipo flotante para el intervalo 1952-1998 AD (Corella *et al.* 2011). Sin embargo, estudios posteriores en este registro han revelado intervalos varvados discontinuos desarrollados durante los últimos 1400 años (Corella *et al.* 2013; 2021).

El lago La Cruz, situado en la Cordillera Ibérica, está emplazado en una dolina conocida



Fig. 4. Ejemplo de varvas biogénicas en el lago de Montcortès; A) Lámina escaneada mostrando la secuencia finamente laminada; B) Fotografía de microscopía óptica mostrando las láminas correspondientes a un ciclo de deposición anual; C) Cristales de calcita endogénica obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido.

Fig. 4. Example of biogenic varves in Lake Montcortès; A) scanned thin section showing the finely laminated sequence; B) Optical microscope image showing the different layers within the annual cycle; C) Endogenic calcite crystals acquired using SEM.

localmente como "torca". Este registro presenta una cronología absoluta desde el año 1579 AD hasta el presente (Romero-Viana *et al.*, 2011). Además, la calidad excepcional de las varvas biogénicas durante el siglo XX ha permitido usar el espesor de la laminación como un indicador climático basado en una relación directa entre el espesor de las láminas de calcita y datos instrumentales de precipitación de invierno (Romero-Viana *et al.*, 2008), lo que ha permitido reconstruir dicho parámetro durante los últimos cuatro siglos (Romero-Viana *et al.*, 2011).

## 5. Nuevas metodologías a explorar en la datación de sedimentos varvados de la Península Ibérica

Las cronologías de varvas de la laguna de Zoñar (flotante) y del lago de Montcortès (absoluta) han sido validadas y ancladas a la edad calendario utilizando otros métodos independientes de datación radiométrica (carbono 14, cesio 137, plomo 210). Recientes avances en la investigación de criptotefras en sedimentos varvados de Europa muestran que este tipo de registros son de gran valor para la tefrocronología y la tefroestratigrafía en Europa (Wulf et al., 2004; Lane et al., 2013; 2015; Wulf et al., 2015; Martin-Puertas et al., 2021; Walsh et al., 2021). La identificación de horizontes de tefra en varvas, no solo beneficia a las cronologías anuales disminuyendo el error asociado al contaje, sino que permite distinguir erupciones volcánicas consecutivas que, en otro tipo de registros como turberas o sedimentos lacustres masivos, se considerarían una misma erupción (Walsh et al., 2021). La identificación de horizontes de tefra en varvas también permite sincronizar registros a escala regional e incluso hemisférica (Lane et al., 2013; Wulf et al., 2015).

Casi todos los horizontes de tefra de edad cuaternaria que se han encontrado en la zona atlántica y en Europa provienen de Islandia e Italia, sin embargo las nuevas metodologías empleadas están haciendo posible identificar y clasificar criptotefras con un número reducido de cristales volcánicos y va son varios registros en Irlanda, el Reino Unido y Polonia donde se han encontrado cenizas volcánicas procedentes de las Azores (Plunkett and Pilcher, 2018; Wastegård et al., 2020; Kinder et al., 2020; Walsh et al., 2021). El régimen de vientos que transporta estas cenizas volcánicas desde las Azores hasta el noroeste y noreste de Europa transcurre por la Península Ibérica, lo cual sugiere que sería posible encontrar niveles de tefra en las varvas ibéricas. Avances en esta línea serían importantes para sincronizar cambios ambientales y climáticos en la Península Ibérica con el resto de Europa.

### 6. Resumen y Conclusiones

La cronología obtenida en sedimentos con laminación anual proporciona mayor resolución cronológica (junto con la dendrocronología y los sondeos de hielo) proporcionando un marco cronológico excelente para llevar a cabo investigaciones donde evaluar cambios ambientales del pasado a escala anual, e incluso estacional. Sin embargo, la obtención de modelos cronológicos robustos requiere la aplicación de una metodología sistemática y minuciosa de especialistas experimentados en sedimentología experimentados. Desafortunadamente, los registros sedimentarios varvados son todavía escasos a nivel global, y muestran una distribución muy heterogénea, estando ubicados fundamentalmente en Europa y Norteamérica. En la Península Ibérica solamente han sido datadas dos secuencias varvadas (el lago de Montcortès y la laguna de Zoñar) cuyo registro abarque periodos anteriores a la Edad Moderna (i.e. anterior a 1500 AD). Sin embargo, la marcada estacionalidad del clima mediterráneo y la presencia de lagos profundos con condiciones anóxicas en el fondo, sugieren que es posible encontrar y datar nuevos registros sedimentarios con una laminación anual que permitan entender mejor los cambios ambientales del pasado y evaluar la interacciones entre el ser humano y el medioambiente durante los últimos siglos y/o milenios.

# Bibliografía

- Bendle, J.M., Palmer, A.P., Thorndycraft, V.R., Mathews, I.P. (2019). Phased Patagonian Ice Sheet response to Southern Hemisphere atmospheric and oceanic warming between 18 and 17 ka. *Scientific Reports* 9, 4133. https:// doi.org/10.1038/s41598-019-39750-w
- Brauer, A., Allen, J.R., Mingram, J., Dulski, P., Wulf, S., Huntley, B., (2007). Evidence for last interglacial chronology and environmental change from Southern Europe. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 104, 450-455. https://doi.org/10.1073/pnas.0603321104
- Brauer, A., Endres, C., Zolitschka, B., Negendank, J.F., (2000). AMS radiocarbon and varve chronology from the annually laminated sediment record of Lake Meerfelder Maar, Germany. *Radiocarbon* 42, 355-368. https://doi. org/10.1017/S0033822200030307
- Corella, J., B. Valero-Garcés, S. Vicente-Serrano, A. Brauer, G. Benito (2016). On the frequency,

seasonality and atmospheric drivers of Late Holocene heavy rainfall in Western Mediterranean. *Scientific Reports.*, 6, 1-11. https:// doi.org/10.1038/srep38206

- Corella, J. P., A. Amrani, J. Sigró, M. Morellón, E. Rico, B. Valero-Garcés (2011). Recent evolution of Lake Arreo, northern Spain: influences of land use change and climate. *Journal* of Paleolimnology, 46, 469-485. https://doi. org/10.1007/s10933-010-9492-7
- Corella, J. P., G. Benito, A. Monteoliva, J. Sigro, M. Calle, B. L. Valero-Garcés, V. Stefanova, E. Rico, A.-C. Favre, B. Wilhelm (2021). A 1400-years flood frequency reconstruction for the Basque country (N Spain): Integrating geological, historical and instrumental datasets. Quaternary Science Reviews, 262, 106963. https:// doi.org/10.1016/j.quascirev.2021.106963
- Corella, J. P., G. Benito, X. Rodriguez-Lloveras, A. Brauer, B. L. Valero-Garcés (2014). Annuallyresolved lake record of extreme hydro-meteorological events since AD 1347 in NE Iberian Peninsula. *Quaternary Science Reviews*, 93, 77-90. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2014.03.020
- Corella, J. P., G. Benito, B. Wilhelm, E. Montoya, V. Rull, T. Vegas-Vilarrúbia, B. L. Valero-Garcés (2019). A millennium-long perspective of flood-related seasonal sediment yield in Mediterranean watersheds. *Global and Planetary Change*, 177, 127-140. https://doi. org/10.1016/j.gloplacha.2019.03.016
- Corella, J. P., A. Brauer, C. Mangili, V. Rull, T. Vegas-Vilarrúbia, M. Morellón, B. L. Valero-Garcés (2012). The 1.5-ka varved record of Lake Montcortès (southern Pyrenees, NE Spain). *Quaternary Research*, 78, 323-332. https:// doi.org/10.1016/j.yqres.2012.06.002
- Corella, J. P., V. Stefanova, A. El Anjoumi, E. Rico, S. Giralt, A. Moreno, A. Plata-Montero, B. L. Valero-Garcés (2013). A 2500-year multi-proxy reconstruction of climate change and human activities in northern Spain: The Lake Arreo record. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 386, 555-568. https://doi. org/10.1016/j.palaeo.2013.06.022
- de Geer, G. (1912). Greochronologie der letzten 12000 Jahre. *Geologische Rundschau*, 3, 457-471. https://doi.org/10.1007/BF01802565
- Ebert, T., Trauth, M.H. (2015). Semi-automated detection of annual laminae (varves) in lake sediments using a fuzzy logic algorithm. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 435, 272-282. https://doi. org/10.1016/j.palaeo.2015.05.024

- Francus, P., Keimig, F., Besonen, M. (2002). An algorithm to aid varve counting and measurement from thin-sections *Journal of Paleolimnology*, 28, 283-286. https://doi. org/10.1023/A:1021624415920
- Lane, C.S., Brauer, A., Martín-Puertas, C., Blockley, S.P., Smith, V.C., Tomlinson, E.L., (2015). The Late Quaternary tephrostratigraphy of annually laminated sediments from Meerfelder Maar, Germany. *Quaternary Science Reviews* 122, 192-206. https://doi.org/10.1016/j. quascirev.2015.05.025
- Lane, C.S, A. Brauer, Simon P.E. Blockley, P. Dulski (2013). Volcanic ash reveals time-transgressive abrupt climate change during the Younger Dryas. *Geology* 2013; 41 (12): 1251-1254. https://doi.org/10.1130/G34867.1
- Kienel, U., Bowen, S.W., Byrne, R., Park, J., Böhnel, H., Dulski, P., Luhr, J.F., Siebert, L., Haug, G.H., Negendank, J.F. (2009). First lacustrine varve chronologies from Mexico: impact of droughts, ENSO and human activity since AD 1840 as recorded in maar sediments from Valle de Santiago. *Journal of Paleolimnology* 42, 587-609. https://doi.org/10.1007/s10933-009-9307-x
- Kinder, M., Wulf, S., Appelt, O., Hardiman, M., Z arczyn ´ski, M., Tylmann, W. (2020). Late- Holocene ultra-distal cryptotephra discoveries in varved sediments of Lake Z abiń skie, NE Poland. Journal of Volcanology and Geothermal Research 402, 106988. https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2020.106988
- Lotter, A. F. y G. Lemcke (1999). Methods for preparing and counting biochemical varves. *Boreas*, 28, 243-252. https://doi. org/10.1111/j.1502-3885.1999.tb00218.x
- Marshall, M., Schlolaut, G., Nakagawa, T., Lamb, H., Brauer, A., Staff, R., Ramsey, C.B., Tarasov, P., Gotanda, K., Haraguchi, T. (2012). A novel approach to varve counting using µXRF and Xradiography in combination with thin-section microscopy, applied to the Late Glacial chronology from Lake Suigetsu, Japan. *Quaternary Geochronology* 13, 70-80. https://doi. org/10.1016/j.quageo.2012.06.002
- Martín-Puertas, C., B. L. Valero-Garcés, P. Mata,
  P. González-Sampériz, R. Bao, A. Moreno,
  V. Stefanova (2008). Arid and Humid Phases in Southern Spain during the last 4000
  Years: The Zoñar Lake Record, Córdoba.
  The Holocene, 18, 907-921. https://doi.
  org/10.1177/0959683608093533
- Martín-Puertas, C., B. Valero-Garcés, A. Brauer, M. P. Mata, A. Delgado-Huertas, P. Dulski

(2009). The Iberian-Roman Humid Period (2600-1600 cal yr BP) in the Zoñar Lake varve record (Andalucía, southern Spain). *Quaternary Research*, 71, 108-120. https://doi.org/10.1016/j.yqres.2008.10.004

- Martín-Puertas, C., Martínez-Ruiz, F., Jimenez Espejo, F.J., Nieto-Moreno, V., Rodrigo, M., Mata, M.P., Valero-Garcés, B.L., (2010). Late Holocene climate variability in the southwestern Mediterranean region: an integrated marine and terrestrial geochemical approach. *Climate of the Past* 6, 807-816. https://doi. org/10.5194/cp-6-807-2010
- Martín-Puertas, C., Valero-Garcés, B.L., Mata, M.P., Moreno, A., Giralt, S., Martínez-Ruiz, F., Jiménez-Espejo, F., (2011). Geochemical processes in a Mediterranean Lake: a high-resolution study of the last 4,000 years in Zoñar Lake, southern Spain. *Journal of Paleolimnology* 46, 405-421. https://doi.org/10.1007/ s10933-009-9373-0
- Martin-Puertas, C., Matthes, K., Brauer, A., Muscheler, R., Hansen, F., Petrick, C., Aldahan, A., Possnert, G., van Geel, B., (2012). Regional atmospheric circulation shifts induced by a grand solar minimum. *Nature Geosciences* 5, 397-401. https://doi.org/10.1038/nge01460
- Martin-Puertas, C., Brauer, A., Wulf, S., Ott, F., Lauterbach, S., Dulski, P., (2014). Annual proxy data from Lago Grande di Monticchio (southern Italy) between 76 and 112 ka: new chronological constraints and insights on abrupt climatic oscillations. *Climate of the Past* 10, 2099-2114. https://doi.org/10.5194/ cp-10-2099-2014
- Martin-Puertas, C., Lauterbach, S., Allen, J.R., Perez, M., Blockley, S., Wulf, S., Huntley, B., Brauer, A., (2019). Initial Mediterranean response to major climate reorganization during the last interglacial-glacial transition. *Quaternary Science Reviews* 215, 232-241. https:// doi.org/10.1016/j.quascirev.2019.05.019
- Martin-Puertas, C., Walsh, A.A., Blockley, S.P., Harding, P., Biddulph, G.E., Palmer, A., Ramisch, A., Brauer, A., (2021). The first Holocene varve chronology for the UK: Based on the integration of varve counting, radiocarbon dating and tephrostratigraphy from Diss Mere (UK). *Quaternary Geochronology* 61, 101134. https:// doi.org/10.1016/j.quageo.2020.101134
- Montoya, E., V. Rull, T. Vegas-Vilarrúbia, J. P. Corella, S. Giralt, B. Valero-Garcés (2018). Grazing activities in the southern central Pyrenees during the last millennium as deduced from the non-pollen palynomorphs (NPP) record

of Lake Montcortès. *Review of Palaeobotany and Palynology,* 254, 8-19. https://doi. org/10.1016/j.revpalbo.2018.04.005

- Morellón, M., F. S. Anselmetti, B. L. Valero Garcés, F. Barreiro-Lostres, D. Ariztegui, S. Giralt Romeu, A. Sáez, M. P. Mata (2015). Local formation of varved sediments in a karstic collapse depression of Lake Banyoles (NE Spain). *Geogaceta, 2015, vol. 57, p. 119-122*. http:// hdl.handle.net/10261/122594
- Ojala, A. E. K., P. Francus, B. Zolitschka, M. Besonen, S. F. Lamoureux (2012). Characteristics of sedimentary varve chronologies - A review. *Quaternary Science Reviews*, 43, 45-60. https:// doi.org/10.1016/j.quascirev.2012.04.006
- Plunkett, G., Pilcher, J.R. (2018). Defining the potential source region of volcanic ash in northwest Europe during the Mid- to Late Holocene. *Earth-Science Reviews* 179, 20-37. https://doi. org/10.1016/j.earscirev.2018.02.006
- Ramisch, A., A. Brauser, M. Dorn, C. Blanchet, B. Brademann, M. Köppl, J. Mingram, I. Neugebauer, N. Nowaczyk, F. Ott (2020). VARDA (VARved sediments DAtabase)-providing and connecting proxy data from annually laminated lake sediments. *Earth System Science Data*, 12, 2311-2332. https://doi.org/10.5194/essd-12-2311-2020
- Ramsey, C.B. (1995). Radiocarbon calibration and analysis of stratigraphy: the OxCal program. *Radiocarbon* 37, 425-430. https://doi. org/10.1017/S0033822200030903
- Ramsey, B., C., R. A. Staff, C. L. Bryant, F. Brock, H. Kitagawa, J. Van Der Plicht, G. Schlolaut, M. H. Marshall, A. Brauer, H. F. Lamb (2012). A complete terrestrial radiocarbon record for 11.2 to 52.8 kyr BP. *Science*, 338, 370-374. https:// doi.org/10.1126/science.1226660
- Romero-Viana, L., R. Julià, A. Camacho, E. Vicente, M. Miracle (2008). Climate signal in varve thickness: Lake La Cruz (Spain), a case study. *Journal of Paleolimnology,* 40, 703-714. https:// doi.org/10.1007/s10933-008-9194-6
- Romero-Viana, L., R. Julià, M. Schimmel, A. Camacho, E. Vicente, M. Miracle (2011). Reconstruction of annual winter rainfall since A.D.1579 in central-eastern Spain based on calcite laminated sediment from Lake La Cruz. *Climatic Change*, 1-19. https://doi. org/10.1007/s10584-010-9966-7
- Rull, V., T. Vegas-Vilarrúbia, J. P. Corella, M. C. Trapote, E. Montoya, B. Valero-Garcés (2021a).
   A unique Pyrenean varved record provides a detailed reconstruction of Mediterranean vegetation and land-use dynamics over the last

three millennia. *Quaternary Science Reviews*, 268, 107128. https://doi.org/10.1016/j.quas-cirev.2021.107128

- Rull, V., T. Vegas-Vilarrúbia, J. P. Corella, B. Valero-Garcés (2021b). Bronze Age to Medieval vegetation dynamics and landscape anthropization in the southern-central Pyrenees. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology,* 571,110392.https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2021. 110392
- Schimmelmann, A., C. B. Lange, J. Schieber, P. Francus, A. E. Ojala, B. Zolitschka (2016). Varves in marine sediments: A review. *Earth-Science Reviews*. https://doi.org/10.1016/j. earscirev.2016.04.009
- Sear, D.A., Allen, M.S., Hassall, J.D., Maloney, A.E., Langdon, P.G., Morrison, A.E., Henderson, A.C.G., Mackay, H., Croudace, I.W., Clarke, C., Sachs, J.P., Macdonald, G., Chiverrell, R.C., Leng, M.J., Cisneros-Dozal, L.M., Fonville, T., Pearson, E., (2020). Human settlement of East Polynesia earlier, incremental, and coincident with prolonged South Pacific drought. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 117, 8813-8819. https://doi.org/10.1073/pnas. 1920975117
- Sturm, M., Lotter, A., (1995). Lake sediments as environmental archives. EAWAG News E 38, 6-9.
- Trapote, M. C., V. Rull, S. Giralt, J. P. Corella, E. Montoya, T. Vegas-Vilarrúbia (2018a). High-resolution (sub-decadal) pollen analysis of varved sediments from Lake Montcortès (southern Pyrenean flank): A fine-tuned record of landscape dynamics and human impact during the last 500 years. *Review of Palaeobotany and Palynology*, 259, 207-222. https://doi. org/10.1016/j.revpalbo.2018.10.002
- Trapote, M. C., T. Vegas-Vilarrúbia, P. López, E. Puche, J. Gomà, T. Buchaca, N. Cañellas-Boltà, E. Safont, J. P. Corella, V. Rull (2018b). Modern sedimentary analogues and integrated monitoring to understand varve formation in the Mediterranean Lake Montcortès (Central Pyrenees, Spain). *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 496, 292-304. https:// doi.org/10.1016/j.palaeo.2018.01.046
- Valero-Garcés, B. L., Corella, J. P. (2018). Varve chronology. The Encyclopedia of Archaeological Sciences, 1-4. https://doi.org/10.1002/ 9781119188230.saseas0592
- Vegas-Vilarrúbia, T., J. P. Corella, N. Pérez-Zanón,T. Buchaca, M. C. Trapote, P. López, J. Sigró,V. Rull (2018). Historical shifts in oxygenationregime as recorded in the laminated sedi-

ments of lake Montcortès (Central Pyrenees) support hypoxia as a continental-scale phenomenon. *Science of the total environment*, 612, 1577-1592. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.08.148

- Vegas-Vilarrúbia, T., J. P. Corella, J. Sigró, V. Rull, I. Dorado-Liñan, B. Valero-Garcés, E. Gutiérrez-Merino (2022). Regional precipitation trends since 1500 CE, reconstructed from calcite sublayers of a varved Mediterranean lake record (Central Pyrenees). Science of The Total Environment, 153773. https://doi.org/10.1016/j. scitotenv.2022.153773
- Vegas-Vilarrúbia, T., V. Rull, M. d. C. Trapote, M. Cao, A. Rosell-Melé, T. Buchaca, J. Gomà, P. López, J. Sigró, E. Safont (2020). Modern analogue approach applied to high-resolution varved sediments—A synthesis for Lake Montcortès (Central Pyrenees). Quaternary, 3, 1. https://doi.org/10.3390/quat3010001
- Walsh, A.A., Blockley, S.P.E., Milner, A.M., Matthews, I.P., Martin-Puertas, C., (2021).
  Complexities in European Holocene cryptotephra dispersal revealed in the annually laminated lake record of Diss Mere, East Anglia. Quaternary Geochronology 66, 101213. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2021.101213
- Wastegård, S., Johansson, H., Pacheco, J.M., (2020) New major element analyses of proximal tephras from the Azores and suggested correlations with cryptotephras in North-West Europe. *Journal of Quaternary Science*, 35, 114-121. https://doi.org/10.1002/jqs.3155
- Weber, M., Reichelt, L., Kuhn, G., Pfeiffer, M., Korff, B., Thurow, J., Ricken, W., (2010). BMPix and PEAK tools: New methods for

automated laminae recognition and counting-Application to glacial varves from Antarctic marine sediment. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems* 11. Q0AA05, https:// doi.org/10.1029/2009GC002611

- Wolff, C., Haug, G.H., Timmermann, A., Damsté, J.S.S., Brauer, A., Sigman, D.M., Cane, M.A., Verschuren, D. (2011). Reduced interannual rainfall variability in East Africa during the last ice age. Science 333, 743-747. https://doi. org/10.1126/science.1203724
- Wulf, S., Kraml, M., Brauer, A., Keller, J., Negendank, J.F.W. (2004). Tephrochronology of the 100ka lacustrine sediment record of Lago Grande di Monticchio (southern Italy). *Quaternary International*. 122, 7-30. https://doi. org/10.1016/j.quaint.2004.01.028
- Żarczyński, M., Tylmann, W., Goslar, T. (2018). Multiple varve chronologies for the last 2000 years from the sediments of Lake Żabińskie (northeastern Poland)-Comparison of strategies for varve counting and uncertainty estimations. *Quaternary Geochronology* 47, 107-119. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2018.06.001
- Zolitschka, B. (2007). Varved lake sediments. Encyclopedia of Quaternary Science. Elsevier, Amsterdam, 3105, 3114. https://doi. org/10.1016/B0-44-452747-8/00065-X
- Zolitschka, B., Francus, P., Ojala, A.E., Schimmelmann, A., (2015). Varves in lake sediments-a review. *Quaternary Science Reviews* 117, 1-41. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2015. 03.019

*Recibido el 31 de marzo de 2022 Aceptado el 30 de agosto de 2022* 



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

## Datación de sedimentos recientes utilizando radionucleidos de vida corta

Recent sediments dating using short-lived radionuclides

Cearreta, A.<sup>(1)</sup>; Gómez-Arozamena, J.E.<sup>(2)</sup>; Irabien, M.J.<sup>(1)</sup>; Ruiz-Fernández, A.C.<sup>(3)</sup>; Sanchez-Cabeza, J.A.<sup>(3)</sup>; Ortiz, J.<sup>(4)</sup>; Sáez-Muñoz, M.<sup>(4)</sup>

(1) Departamento de Geología, Facultad de Ciencia y Tecnología, Universidad del País Vasco UPV/EHU. Apartado 644, 48080 Bilbao, España. alejandro.cearreta@ehu.eus
 (2) Departamento de Ciencias Médicas y Quirúrgicas, Facultad de Medicina, Universidad de Cantabria, Avenida Herrera Oria s/n, 39011 Santander, España.
 (3) Instituto de Ciencias del Mar y Limnología, Unidad Académica Mazatlán, Universidad Nacional Autónoma de México, Calz. J. Montes Camarena s/n, Col. Playa Sur, 82040 Mazatlán, Sinaloa, México.
 (4) Laboratorio de Radiactividad Ambiental, Universitat Politècnica de València, Camino de Vera s/n, 46022 Valencia, España.

#### Resumen

Se presentan las características principales del método de datación de sedimentos recientes mediante el radioisótopo natural <sup>210</sup>Pb y su validación utilizando radionucleidos artificiales tales como <sup>137</sup>Cs y <sup>239,240</sup>Pu. Se hace una revisión de los principios generales de esta metodología, se aportan recomendaciones prácticas para la recogida de testigos sedimentarios en el campo y su posterior procesamiento en el laboratorio, se describen diferentes técnicas analíticas utilizadas en la determinación de sus concentraciones y se explican brevemente varios modelos para la interpretación de los perfiles obtenidos. Por último, se incluyen ejemplos prácticos de su aplicación en secuencias sedimentarias procedentes de distintos ambientes marinos (estuario, bahía y plataforma continental) en el norte de la Península Ibérica.

Palabras clave: <sup>210</sup>Pb; <sup>137</sup>Cs; <sup>239,240</sup>Pu; Antropoceno.

#### Abstract

The main characteristics of the dating method of recent sediments using the natural radioisotope <sup>210</sup>Pb and its validation with artificial radionuclides such as <sup>137</sup>Cs and <sup>239,240</sup>Pu are presented. A review of the general principles of this methodology is made, practical recommendations for the collection of sedimentary cores in the field and their subsequent processing in the laboratory are provided, several analytical techniques used to measure their concentrations are described and several models for the interpretation of the profiles are

https://doi.org/10.17735/cyg.v36i3-4.93504

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



briefly explained. Finally, practical examples of its application in sedimentary sequences from different marine environments (estuary, bay and continental shelf) in the northern Iberian Peninsula are also included.

Key words: <sup>210</sup>Pb; <sup>137</sup>Cs; <sup>239,240</sup>Pu; Anthropocene.

#### 1. Introducción

El desarrollo de una cronología con la mayor resolución temporal posible es de crucial importancia para interpretar los archivos geológicos. El método más utilizado para datar sedimentos recientes se basa en el análisis de las concentraciones del radioisótopo <sup>210</sup>Pb, es un radionucleido natural con un periodo de semidesintegración de 22,23±0,12 años (Bé et al., 2008). Debido a su presencia en distintos compartimentos ambientales (atmósfera, hidrosfera y litosfera), los deseguilibrios de este radioisótopo juegan un papel importante en la datación de los procesos naturales y los impactos ambientales antropogénicos que han quedado registrados en los archivos sedimentarios limnológicos y oceanográficos durante el último siglo. Goldberg (1963) desarrolló los principios iniciales de este método de datación para establecer las tasas de acumulación en testigos de hielo, y esta técnica fue adaptada posteriormente por Krishnaswamy et al. (1971) y Koide et al. (1972) aplicándola a sedimentos lacustres y marinos respectivamente. Desde entonces se han desarrollado diferentes modelos de datación con el fin de interpretar adecuadamente la distribución temporal de este radionucleido en los archivos sedimentarios.

Adicionalmente, y con el fin de validar la geocronología derivada del <sup>210</sup>Pb, se han utilizado técnicas basadas en la presencia de radionucleidos de origen antropogénico, como el <sup>137</sup>Cs y el <sup>239,240</sup>Pu (Appleby *et al.*, 1991; Oldfield *et al.*, 1995; Corcho-Alvarado *et al.*, 2014). Estos radionucleidos artificiales se liberaron globalmente al medio ambiente como consecuencia de más de 500 pruebas atmosféricas con armas termonucleares desde 1952 hasta 1980 (UNSCEAR, 2000). Estos radioisótopos se pueden usar como marcadores globales cronoestratigráficos en secuencias sedimentarias asumiendo: a) que su pico de actividad se corresponde con el máximo de depósito atmosférico ocurrido en 1963 o 1964 CE, en los hemisferios norte y sur respectivamente; y b) que la primera detección en los sedimentos, en ausencia de procesos de removilización postdeposicional, indica el inicio de su depósito significativo a partir de 1952 CE provocado por las pruebas termonucleares (UNSCEAR, 2000).

La posible ausencia de un trazador radiactivo secundario que permita validar las edades y las tasas de acumulación derivadas del <sup>210</sup>Pb complica la interpretación cronológica. En este caso, la información geoquímica contenida en los sedimentos puede también proporcionar un marco temporal adicional. Por ejemplo, indicadores tales como los isótopos estables de Pb (Gehrels et al., 2005), los plásticos (Zalasiewicz et al., 2016), las partículas carbonáceas esféricas (Rose, 2015), los isótopos de mercurio (Bonsignore et al., 2020) o los bifenilos policlorados (Gałuszka et al., 2020), han sido utilizados como marcadores quimio-estratigráficos regionales v/o globales para los sedimentos acumulados durante las últimas décadas.

Las subdivisiones del tiempo geológico en épocas dentro del periodo Cuaternario se han establecido tradicionalmente mediante evidencias de variaciones climáticas. Sin embargo, la época denominada Antropoceno es una propuesta que hace referencia al intervalo de tiempo reciente caracterizado por un cambio rápido y profundo en la geología superficial de la Tierra y provocado por el impacto global de las actividades de origen antropogénico, cuyo punto de inflexión se sitúa a mediados del siglo XX, coincidiendo con la denominada Gran Aceleración (Syvitski *et*  al., 2020). Debido a que la señal antropogénica más generalizada y globalmente sincrónica que conocemos actualmente es consecuencia de las pruebas militares con armas nucleares en la atmósfera, el comienzo del Antropoceno podría definirse coincidiendo con la detonación de la primera bomba atómica (denominada Trinity) en Alamogordo, Nuevo México (USA), el 16 de julio de 1945 (UNSCEAR, 2000; Zalasiewicz et al., 2015). Los radioisótopos liberados en la atmósfera entre los años 1945 y 1951 fueron generados por bombas de fisión, incluyendo las utilizadas en Hiroshima y Nagasaki, y se depositaron sobre la superficie terrestre sólo a escala local. En cambio, las pruebas con armas termonucleares provocaron señales radiactivas en el registro quimio-estratigráfico global que muestran un aumento en 1952 CE, un pico entre 1963 y 1964 CE y una disminución desde entonces debido al tratado de prohibición parcial de estas pruebas que permitió su continuación bajo tierra. Entre los isótopos radiactivos inexistentes o extremadamente raros en la naturaleza (como el 239Pu, el 137Cs, el 241Am y el <sup>90</sup>Sr), el primero de ellos es el más adecuado como marcador primario del Antropoceno debido a su dilatada persistencia temporal e inmovilidad en los sedimentos y el hielo (Waters et al., 2015; Zalasiewicz et al., 2017). En consecuencia, los depósitos del Antropoceno serían aquellos que incluyan la señal de los radionucleidos artificiales primarios distribuidos globalmente, si bien pueden caracterizarse asimismo utilizando una amplia gama de otros criterios estratigráficos.

# 2. Metodología

# 2.1. Principios generales

El <sup>210</sup>Pb es un radioisótopo natural perteneciente a la serie de desintegración radiactiva del <sup>238</sup>U. Dentro de ésta se encuentra el gas noble radón (<sup>222</sup>Rn) que se forma en los suelos y rocas de la corteza terrestre por desintegración del <sup>226</sup>Ra y que, debido a su carácter de gas noble, puede exhalar a la atmósfera. El radón atmosférico se desintegra en sus descendientes, entre los que se encuentra el <sup>210</sup>Pb. Éste, con un tiempo de residencia en la atmósfera de varios días, debido a su elevada reactividad se asocia con los aerosoles (0,05-2 micras) y se deposita continuamente sobre la superficie terrestre por vía húmeda o seca. Es importante destacar que su flujo varía geográficamente y de forma estacional en función de las condiciones meteorológicas locales (Preiss *et al.*, 1996).

En el medio acuático, el <sup>210</sup>Pb se asocia principalmente a la materia fina en suspensión de la columna de agua que lo arrastra hacia el sedimento del fondo. En las zonas someras, el flujo principal de <sup>210</sup>Pb a los sedimentos procede de la atmósfera, aunque los ríos y la escorrentía son fuentes adicionales de <sup>210</sup>Pb. En zonas más profundas, una fracción del <sup>210</sup>Pb, que se incrementa cuanto mayor sea la profundidad, procede del <sup>226</sup>Ra disuelto en el agua. A escala local, y considerando períodos de tiempo de varios años, los flujos de <sup>210</sup>Pb son prácticamente constantes y están normalmente correlacionados con la precipitación (García-Orellana y Sanchez-Cabeza, 2012). El sedimento contiene una mezcla del <sup>210</sup>Pb producido continuamente in situ por la desintegración del <sup>226</sup>Ra presente (denominado <sup>210</sup>Pb soportado) junto con el <sup>210</sup>Pb atmosférico procedente de la columna de agua (denominado <sup>210</sup>Pb en exceso o <sup>210</sup>Pb,) cuya concentración disminuye con el tiempo, de acuerdo a su período de semidesintegración. La diferencia entre el <sup>210</sup>Pb total y el <sup>210</sup>Pb soportado, es decir el <sup>210</sup>Pb,, es el parámetro fundamental para realizar la datación de los testigos sedimentarios (García-Orellana y Sanchez-Cabeza, 2012).

Si el transporte de <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> a través de la columna de agua al sedimento es cuantitativo, y en ausencia de procesos de mezcla o de migración postdeposicional que lo redistribuyan verticalmente (por ejemplo, por bioturbación), debido a su desintegración radiactiva, las actividades del <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> muestran un perfil descendente, idealmente de tipo exponencial, a lo largo del testigo de sedimento hasta su total anulación en unos 110-150 años. Conocidas las actividades de <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> en el testigo, es posible datar las diferentes capas de sedimento y estimar las tasas de sedimentación aplicando modelos matemáticos. Ya que la concentración de <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> en un sedimento superficial es el cociente entre el flujo del radionucleido y la tasa de acumulación másica (Krishnaswamy *et al.*, 1971), los modelos de datación contemplan diversas hipótesis sobre estas variables (Sanchez-Cabeza y Ruiz-Fernández, 2012a).

# 2.2. Muestreo de campo y laboratorio

Un aspecto fundamental para una adecuada determinación cronológica es la obtención de un testigo de sedimento inalterado que permita obtener muestras que preserven su información geológica lo mejor posible. En este sentido, el depósito no debe haber sido afectado por procesos de mezcla (asociados a bioturbación o dragados, por ejemplo) que tienen como principal consecuencia una homogenización de las capas sedimentarias, con la consecuente pérdida de la información estratigráfica contenida en ellas. Por ello, antes del muestreo es recomendable recabar información histórica y ambiental de la zona de estudio con el fin de identificar el lugar más adecuado para obtener un registro sedimentario inalterado.

Debido a que el <sup>210</sup>Pb es útil para datar materiales de unos 110 años, es importante elegir puntos de muestreo cuya tasa de sedimentación oscile entre 0,3 y 1 cm año<sup>-1</sup> (110 años estarían representados por 33 y 110 cm, respectivamente), de modo que cada sección de 1 cm de espesor contiene la información correspondiente a un intervalo entre 1 y 3 años. Unas tasas de sedimentación más pequeñas reducirían la longitud del testigo datable (por ejemplo, una tasa de sedimentación de 0,1 cm año<sup>-1</sup> sólo permitiría encontrar <sup>210</sup>Pb,, en los primeros 10 cm) y velocidades de sedimentación mayores exigirían testigos largos y difíciles de extraer en el campo (Ruiz-Fernández y Díaz Asencio, 2012).

Con independencia del instrumento que se utilice para la recolección del testigo sedi-

mentario (por ejemplo, un tubo de muestreo introducido manualmente en zonas intermareales, o un muestreador de pistón o de gravedad operados desde una embarcación), es importante utilizar tubos de material plástico (polimetacrilato o PVC) para evitar la posibilidad de contaminación de los sedimentos con metales traza. Si además el tubo es transparente, es posible observar la disposición de las capas sedimentarias, lo que permite verificar que la muestra recolectada sea adecuada para el estudio (por ejemplo, que la superficie no esté inclinada o los sedimentos no presenten fragmentaciones u oquedades que sugieran perturbaciones), así como realizar una descripción inicial del testigo en el campo (Fig. 1). Adicionalmente, es recomendable utilizar tubos con el mayor diámetro interno posible para evitar la distorsión del registro sedimentario por deformación y/o compresión, y para obtener una cantidad de sedimento suficiente que permita llevar a cabo otros posibles análisis. Igualmente, es fundamental recuperar siempre la capa superficial del testigo (la interfase agua-sedimento) ya que contiene el material más reciente y de mayor actividad de <sup>210</sup>Pb<sub>av</sub>, y permite conocer la actividad del <sup>210</sup>Pb en la fecha del muestreo, que constituye el origen temporal de la datación. Asimismo, es importante mantener el testigo sedimentario en posición vertical con el fin de evitar una posible mezcla de los sedimentos menos consolidados. Por último, es recomendable mantener el testigo refrigerado hasta el momento de procesarlo (Ruiz-Fernández y Díaz Asencio, 2012).

Antes del corte y muestreo del testigo, es conveniente realizar algún tipo de análisis no destructivo como radiografías de rayos X, fluorescencia de rayos X, tomografías computarizadas o susceptibilidad magnética para identificar posibles cambios en la composición de los sedimentos con la profundidad, observar la presencia de laminaciones o la ausencia de estratificación, identificar bioturbaciones o aportar evidencias de mezcla sedimentaria (Arias-Ortiz *et al.*, 2018). Esta información adicional del testigo no estaría disponible si se muestreara directamente en el campo.



Figura 1. Extracción en el campo del testigo submareal Abra1 (Ría de Bilbao) mediante un muestreador hammer corer operado por buzos en el año 2015 (izquierda) y fotografía del testigo cortado longitudinalmente en el laboratorio con indicación de la profundidad y edad radiométrica de los sedimentos obtenidos (derecha).

Figure 1. Extraction in the field of the subtidal core Abra1 (Bilbao estuary) using a hammer corer sampler operated by divers in 2015 (left) and photograph of the core cut longitudinally in the laboratory with indication of the depth and radiometric age of the sediments obtained (right).

Una vez en el laboratorio, y tras abrir el testigo que ha sido transportado cuidadosamente, es importante realizar fotografías y una descripción visual del registro sedimentario (por ejemplo, la presencia de restos biológicos, cambios de color y textura, o materiales de origen antropogénico) que serán útiles para interpretar tanto los perfiles de <sup>210</sup>Pb como de otros parámetros que se puedan analizar (metales traza, microfósiles, compuestos orgánicos, etc). Antes de cortar las muestras del testigo, se debe recoger cuidadosamente el agua sobrenadante (interfase agua-sedimento) utilizando una jeringa de plástico o un tubo fino flexible. Este material debe ser agregado a la primera muestra (superficie) cortada del testigo ya que puede contener una fracción significativa del inventario total de <sup>210</sup>Pb (Arias-Ortiz et al., 2018).

El corte de las muestras debe realizarse con instrumentación que minimice su posible contaminación: no metálica, si se van a realizar análisis posteriores de metales traza, o metálica para ulteriores estudios de contaminantes orgánicos. El espesor recomendable de cada muestra será igual o menor a 1 cm de modo que, como hemos mencionado anteriormente, cada una de ellas represente de 1 a 3 años de sedimentación. Aunque no se pretenda inicialmente analizar todas las muestras, es aconsejable mantener esta resolución, pues los resultados pueden indicar la conveniencia de realizar análisis con mavor detalle en determinadas secciones del testigo. Por otra parte, el desplazamiento vertical del tubo durante el muestreo en el campo y la extrusión del sedimento en el laboratorio pueden provocar que las muestras

profundas tengan contacto con restos de sedimento superficial adherido en las paredes del tubo. Debido a que las concentraciones de <sup>210</sup>Pb en las secciones superficiales del testigo son mayores que en los sedimentos profundos, existe un riesgo de contaminación que debe ser evitado mediante la eliminación del contorno más externo de cada muestra (Ruiz-Fernández y Díaz Asencio, 2012). De manera similar, el material orgánico de tamaño grande, como raíces, hojas y conchas, debe excluirse de las muestras antes del análisis de <sup>210</sup>Pb ya que puede contribuir a la dilución de su actividad.

Una vez seccionado el testigo, cada muestra debe pesarse con precisión antes y después de su secado, incluido el material que se hava decidido eliminar, para determinar los valores de la profundidad másica (g cm<sup>-2</sup>) y de la densidad in situ (g cm<sup>-3</sup>) que serán necesarios para la datación. En el caso de utilizar una estufa para su secado, es conveniente mantener la temperatura de la muestra por debajo de los 45° C con el fin de reducir la pérdida de mercurio y otros compuestos orgánicos de posible interés para estudios complementarios. Finalmente, las muestras de sedimento seco se pulverizan con un mortero de ágata y se conservan en ambiente fresco y seco hasta su análisis (Ruiz-Fernández y Díaz Asencio, 2012; Swarzenski, 2014).

# 2.3. Análisis del <sup>210</sup>Pb

El <sup>210</sup>Pb se desintegra en <sup>210</sup>Bi (periodo de semidesintegración: 5,01±0,005 días) mediante la emisión de partículas beta y acompañado por la emisión de rayos gamma. Asimismo, la desintegración beta del <sup>210</sup>Bi resulta en la producción de <sup>210</sup>Po (periodo de semidesintegración: 138,38±0,002 días), que a su vez se transforma, mediante la emisión de partículas alfa, en el isótopo estable <sup>206</sup>Pb. Así, la actividad de <sup>210</sup>Pb total en los sedimentos se determina indirectamente a través del análisis de la actividad de su descendiente <sup>210</sup>Po (por espectrometría de partículas alfa) bajo la premisa de su equilibrio secular con el <sup>210</sup>Pb; o bien, directamente, a través de la detección de fotones gamma por espectrometría de rayos gamma. No obstante, es necesario destacar que para la datación con <sup>210</sup>Pb es imprescindible conocer las actividades del <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> para lo cual se deben determinar las actividades del <sup>210</sup>Pb soportado, mediante espectrometría de rayos gamma, a través del análisis de <sup>226</sup>Ra. Los equipos portátiles que permitirían realizar estas detecciones directamente en el campo no tienen la sensibilidad suficiente. Por ello, estos análisis se llevan a cabo tanto en laboratorios comerciales como en centros de investigación.

El análisis de <sup>210</sup>Po por espectrometría alfa requiere una separación radioquímica previa a la medición, por lo que es una metodología relativamente laboriosa. Sin embargo, este análisis es ventajoso porque necesita cantidades pequeñas de muestra (usualmente <0,5 g), unos pocos días de contaje en el detector y tiene un límite de detección muy bajo (<1 Bq kg<sup>-1</sup>). Por otra parte, presenta dos importantes limitaciones: la necesidad de tiempo de espera para la realización de los análisis de la muestra superficial y la incertidumbre relacionada con el desconocimiento del <sup>210</sup>Pb soportado. La primera limitación se debe a la posibilidad de que la condición de equilibrio entre <sup>210</sup>Po y <sup>210</sup>Pb pudiera no cumplirse para sedimentos recientemente depositados en aquellos lugares con elevada tasa de acumulación, por lo que antes de analizarlos se requiere un tiempo de espera que podría ser de hasta 2 años en el improbable caso de que la materia en suspensión muestre una actividad inicial nula de <sup>210</sup>Po. Sin embargo, considerando que en medios sedimentarios con una tasa de acumulación moderada (por ejemplo, <0,5 cm año<sup>-1</sup>), la mayor parte de los sedimentos en el primer centímetro de profundidad habrían estado enterrados más de 2 años y el tiempo de espera podría reducirse considerablemente. Una práctica útil para mitigar el impacto del tiempo de espera es iniciar el análisis de los testigos con las muestras por debajo de la superficie y analizar la muestra superficial al menos 6 meses más tarde. La segunda limitación se debe a que el análisis de <sup>210</sup>Po sólo permite determinar la actividad total de <sup>210</sup>Pb, así que la contribución del <sup>210</sup>Pb soportado se estima a partir del valor promedio de la región asintótica del perfil de <sup>210</sup>Po, bajo la suposición de que este valor es constante a lo largo de todo el testigo sedimentario, condición que podría no ser cierta. Por ejemplo, una sección aparentemente asintótica podría ser el resultado de la presencia de una capa de sedimentos mezclados con valores homogéneos de <sup>210</sup>Pb, causando un error en la cronología.

Las medidas de <sup>210</sup>Pb por espectrometría de rayos gamma son más complejas y requieren cuidadosas y exhaustivas calibraciones para que los resultados sean fiables (Díaz-Asencio et al., 2020). Esto se debe a que el fotón gamma emitido por el <sup>210</sup>Pb es de baja energía, su probabilidad de emisión es de sólo 4,25% y puede ser fácilmente absorbido por la propia muestra que lo contiene (autoabsorción). Dado que en la región de baja energía del espectro gamma la radiación de fondo es alta, las actividades a medir deben ser relativamente elevadas para tener medidas significativas. La autoabsorción depende de la composición y densidad de las muestras y, por tanto, son necesarios cuidados especiales para la preparación de las muestras y los materiales utilizados con el fin de calibrar el sistema, así como ciertos factores de corrección. Todo lo anterior en su conjunto tiene como resultado que tanto los límites de detección (2-10 Bg kg<sup>-1</sup>; Swarzenski, 2014) como las incertidumbres de medida del <sup>210</sup>Pb por espectrometría de rayos gamma sean generalmente más altas que las obtenidas a través del análisis de <sup>210</sup>Po. No obstante, tiene la ventaja de ser una técnica no destructiva, que requiere una preparación mínima de las muestras y que, además, permite la determinación simultánea de <sup>226</sup>Ra, para estimar la actividad del <sup>210</sup>Pb soportado, así como de otros radioisótopos de interés como el <sup>137</sup>Cs y el <sup>241</sup>Am originados en los ensayos nucleares atmosféricos y que se pueden utilizar para validar el modelo de edad.

#### 2.4. Parámetros de interés

Existen una serie de parámetros cuya determinación puede mejorar la interpretación del perfil de <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub>. Por ejemplo, para compensar la posible compactación de los sedimentos debido al enterramiento deposicional, una de las variables fundamentales que se utiliza es la profundidad másica (kg m<sup>-2</sup>). Ésta se calcula midiendo la densidad de cada capa del testigo sedimentario mediante la determinación del peso seco y el volumen de cada muestra (producto de su espesor por la superficie) (Ruiz-Fernández y Mulsow, 2012).

Por otra parte, la concentración del <sup>210</sup>Pb es usualmente baja en muestras arenosas  $\tilde{y}$ aumenta claramente con el incremento del contenido en materiales finos. Los efectos del tamaño de grano en la adsorción de radionucleidos muestran que la fracción más fina contiene concentraciones hasta 5 veces más altas que la fracción más gruesa de los sedimentos (He y Walling, 1996). En el caso de que un perfil de <sup>210</sup>Pb muestre tendencias atípicas que puedan estar relacionadas con variaciones en la textura del sedimento, es posible corregir las concentraciones de este radioisótopo utilizando un factor normalizador que represente adecuadamente los cambios en la distribución vertical del tamaño de grano. Esta normalización se realiza correlacionando la concentración del radionucleido con otro componente del sedimento. Por eiemplo, el aluminio se utiliza comúnmente como normalizador ya que se trata de un elemento mayoritario y representativo de la fracción litogénica de los sedimentos (específicamente de la fracción arcilla) que se comporta habitualmente de forma conservativa y no está afectado significativamente por los procesos diagenéticos o los cambios en las condiciones redox que puedan tener lugar en los sedimentos (Ruiz-Fernández y Mulsow, 2012).

La mezcla de sedimentos es también perjudicial para la datación y puede estar provocada por perturbaciones físicas derivadas de corrientes u oleaje, por perturbaciones antrópicas provocadas por la pesca de arrastre y el fondeo, o por la bioturbación de la meio y macrofauna. La presencia de laminaciones finas en el sedimento es un indicador evidente de la ausencia de bioturbación, pero la falta de laminación simplemente puede reflejar la deposición de sedimentos muy homogéneos. El grado de bioturbación en un testigo se puede evaluar mediante el examen de imágenes de rayos X o tomografías computarizadas del sondeo, que permiten ver la actividad de la infauna o revelar la presencia de laminaciones (Swarzenski, 2014; Li et al., 2021) que deben ser consideradas con precaución pues su formación puede también deberse a la deposición preferencial en función del tamaño de grano en sedimentos mezclados.

Por último, y debido a que los modelos de datación requieren que el <sup>210</sup>Pb no se redistribuya en la columna sedimentaria tras su depósito, es necesario tener en cuenta la posible alteración diagenética de los perfiles de <sup>210</sup>Pb. El <sup>210</sup>Pb se puede considerar inmóvil en los sedimentos dominados por partículas de grano fino y, por tanto, la movilidad postdeposicional no es un problema (Andersen, 2017). Sin embargo, ya que la reconstrucción temporal derivada del <sup>210</sup>Pb siempre debe ser contrastada con algún otro método alternativo que permita confirmar la datación obtenida, en caso de que un perfil de <sup>210</sup>Pb pueda estar afectado por diagénesis, debe tenerse en cuenta que el <sup>137</sup>Cs no será una buena opción para esa validación de la cronología ya que es más móvil y soluble que el <sup>210</sup>Pb, especialmente si los sedimentos tienen un elevado contenido en materia orgánica (Ruiz-Fernández y Sanchez-Cabeza, 2012).

# 2.5. Modelos de interpretación

Debido a los múltiples factores que actúan en la formación y posterior evolución de un sedimento, no existe un modelo de datación que sea aplicable en todos los casos. Las hipótesis de partida de los modelos con <sup>210</sup>Pb son las siguientes: 1) el sedimento es un sistema cerrado y, por tanto, el <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> se encuentra integrado en la matriz sedimentaria; 2) el transporte de <sup>210</sup>Pb a través de la columna de agua al sedimento es cuantitativa; y 3) no existe migración postdeposicional de <sup>210</sup>Pb ni se ve afectado por procesos de mezcla de sedimentos. Aunque algunas de estas condiciones no se cumplan en todos los casos y los perfiles observados no sean casi nunca perfectamente exponenciales, se han desarrollado distintos modelos de datación por <sup>210</sup>Pb diferenciando dos posibles situaciones: velocidad de sedimentación constante o velocidad variable (Andersen, 2017).

Los modelos conceptuales utilizados se basan en la relación que existe entre la concentración inicial de <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> en el sedimento, su flujo a la superficie del sedimento y la tasa de acumulación másica (MAR, por sus siglas en inglés). Mediante la formulación de distintas hipótesis para estas tres variables, se han propuesto tres modelos clásicos de datación por <sup>210</sup>Pb: (1) modelo de concentración inicial constante (Constant Initial Concentration, CIC); (2) modelo de flujo constante (Constant Rate of Supply, CRS); y (3) modelo de flujo y sedimentación constantes (Constant Flux Constant Sedimentation, CFCS) (Arias-Ortiz *et al.*, 2018; Li *et al.*, 2021).

La elección del modelo de datación a utilizar para la interpretación del perfil de <sup>210</sup>Pb<sub>ev</sub> obtenido es fundamental. La pregunta básica que debe abordarse al estimar cronologías basadas en <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> es si su flujo a los sedimentos o su concentración en los sedimentos pueden considerarse constantes. Si tanto la velocidad de sedimentación como el flujo de <sup>210</sup>Pb, al lugar de estudio han sido constantes, cualquiera de estos modelos producirá resultados similares. Sin embargo, muchos sondeos muestran perfiles irregulares de <sup>210</sup>Pb que sugieren que o la velocidad de sedimentación, o el flujo de <sup>210</sup>Pb, o ambos han variado a lo largo del tiempo. En estos casos, los modelos darán resultados diferentes y será necesario elegir qué modelo o combinación de modelos se debe utilizar. Cuando sea posible, la elección del modelo debería basarse en un conocimiento previo sobre los posibles procesos sedimentarios que hayan operado en el sistema que se está estudiando (Sanchez-Cabeza y Ruiz-Fernández, 2012b).

Si suponemos que la concentración inicial de <sup>210</sup>Pb, en los sedimentos del testigo ha sido relativamente constante a lo largo del tiempo, independientemente de los posibles cambios en la velocidad de sedimentación que havan podido tener lugar, el modelo CIC puede ser la opción a aplicar. Este modelo es adecuado en testigos donde aparezcan representadas secciones con distintos eventos sedimentarios, o si se han producido cambios hidrológicos significativos o hay hiatos en el registro sedimentario causados por eventos erosivos. El modelo CIC asume que la actividad inicial del <sup>210</sup>Pb<sub>av</sub> en la interfase agua-sedimento es constante en el tiempo independientemente de la velocidad de sedimentación, de modo que el flujo de <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> varía simultáneamente con la MAR. Este modelo permite una estimación de la edad a cualquier profundidad a la que se haya medido <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> si se conoce su actividad inicial. Sin embargo, el modelo CIC requiere una disminución monótona en la actividad del <sup>210</sup>Pb<sub>ev</sub> hacia el fondo del testigo para evitar inversiones en la edad de los sedimentos. Este modelo presenta ciertos problemas que lo hacen poco recomendable en la mayor parte de los casos. Por ejemplo, la hipótesis CIC implica que los flujos y las tasas de acumulación másica sean proporcionales. De este modo, si la tasa de acumulación se duplica, también debe duplicarse el flujo de <sup>210</sup>Pb<sub>a</sub>, al sedimento. Además, la hipótesis de sistema cerrado supone necesariamente que las capas más profundas deben ser más antiguas. Por ese motivo, el perfil de <sup>210</sup>Pb, debe disminuir monótonamente. Sin embargo, éste no es el caso en la mayoría de los perfiles, lo que conlleva que las secciones más profundas que presenten concentraciones más altas de <sup>210</sup>Pb, de lo esperado serían más jóvenes que las superiores, y esto representa una contradicción para los testigos de sedimentos no perturbados. Por tanto, excepto en unos pocos casos especiales, la hipótesis del modelo CIC es demasiado restrictiva (Sanchez-Cabeza y Ruiz-Fernández, 2012a, 2012b; Arias-Ortiz et al., 2018).

El modelo CRS es el más utilizado para datar sedimentos recientes y se suele utilizar en la mayoría de los sistemas sedimentarios donde el suministro de sedimentos pueda variar en respuesta a cambios climáticos o antropogénicos (Sanchez-Cabeza y Ruiz-Fernández, 2012a, 2012b; Arias-Ortiz et al., 2018). En este modelo, la hipótesis fundamental es que el flujo de 210 Pb a la superficie del sedimento es constante a lo largo del tiempo. Esto permite el cálculo de edades incluso en sondeos que no muestren una concentración decreciente monótona de <sup>210</sup>Pb, con la profundidad, ya que las elevadas tasas de sedimentación dan como resultado concentraciones bajas de <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> y viceversa. En una determinada sección del testigo, la concentración inicial y la tasa de acumulación másica pueden cambiar con el tiempo, pero deben ser inversamente proporcionales entre sí. De este modo, en cualquier zona de estudio, un mayor aporte de sedimento (por eiemplo, debido a inundaciones) no debe ir necesariamente acompañado de mayores flujos de <sup>210</sup>Pb, por lo que la concentración de <sup>210</sup>Pb, observada sería menor por efecto de la dilución. La actividad acumulada por unidad de área debajo de esa determinada sección en el momento de su formación, es decir, cuando representaba la superficie del testigo, también sería constante. En este caso, la datación se basa en la comparación entre los inventarios de  $^{210}\text{Pb}_{ex}$  por debajo de una determinada profundidad (integración de la actividad específica de <sup>210</sup>Pb<sub>av</sub> en función de la masa acumulada) y el inventario total de <sup>210</sup>Pb<sub>av</sub> en el testigo sedimentario. La determinación precisa de los inventarios de <sup>210</sup>Pb es de importancia crítica y necesaria para la aplicación de este modelo. El uso adecuado del modelo CRS requiere que el inventario se calcule sobre la base de las mediciones de la actividad del <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> y de la densidad aparente seca de las capas individuales en el testigo, ya que la densidad casi siempre aumenta con la profundidad debido a la compactación del sedimento. Un problema común para la datación con <sup>210</sup>Pb, es la selección de la profundidad de equilibrio, es decir, aquella profundidad donde el <sup>210</sup>Pb<sub>er</sub> se extingue. Por un

lado, debido a que la incertidumbre asociada a las mediciones de actividades bajas es elevada y ésta se propaga en los cálculos de la datación. Por otro lado, debido a que el cálculo de las edades con el modelo CRS está basado en una función logarítmica y, conforme el valor de <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> se aproxima a cero, la función de edad tiende a infinito, lo que resulta en un incremento artificial de las edades. La magnitud de este sesgo está influenciada por el límite de detección de la técnica (MacKenzie et al., 2011), por lo que es importante medir <sup>210</sup>Pb con el mejor límite de detección y la menor incertidumbre posibles. Ante el inevitable sesgo sistemático hacia edades más antiguas de este modelo y sus grandes incertidumbres, una aproximación conservadora es evitar extender las cronologías a periodos mayores de 100 años.

Por último, el modelo CFCS asume tanto un flujo constante de <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> a la superficie del sedimento como una tasa de acumulación másica constante. Cuando se cumplen estos supuestos, la actividad específica del <sup>210</sup>Pb en la superficie es constante y disminuye exponencialmente en profundidad con la masa acumulada. Este modelo puede ser utilizado cuando el perfil del logaritmo neperiano de las concentraciones respecto a la profundidad se ajusta bien a una recta. Si la disminución de la actividad específica del <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> en este perfil muestra uno o más segmentos lineales (con pendientes significativamente diferentes), se puede derivar una MAR media para cada segmento. De esta manera, el modelo es capaz de hacer frente a las variaciones temporales de las tasas de acumulación másica. Las ecuaciones permiten obtener tasas medias de acumulación (másica o lineal) que, si se cumplen las hipótesis del modelo, es posible utilizar para estimar edades. El uso adecuado de este modelo exige el cálculo de la profundidad másica acumulada en el testigo y la relación existente entre la concentración de <sup>210</sup>Pb<sub>av</sub> y este parámetro, en lugar de la profundidad lineal (Sanchez-Cabeza y Ruiz-Fernández, 2012a, 2012b; Arias-Ortiz et al., 2018).

La elección y el uso de un modelo en particular dependen del ambiente deposicional estudiado y de la capacidad para demostrar el cumplimiento de sus respectivas hipótesis. Los modelos CIC y CFCS se han utilizado típicamente en registros sedimentarios marinos, y el modelo CRS es el más frecuente en sedimentos lacustres y se está aplicando también en ambientes estuarinos y ecosistemas costeros (Andersen, 2017; Arias-Ortiz *et al.*, 2018).

# 2.6. Otros radionucleidos para la validación

Los perfiles reales de <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> obtenidos en los testigos presentan generalmente características que los diferencian de un perfil ideal debido a distintos procesos sedimentarios como, por ejemplo, la bioturbación, los eventos catastróficos, la erosión o la heterogeneidad de los materiales. Aunque los modelos interpretativos permiten la utilización de este radionucleido para las dataciones de materiales recientes, es necesario obtener otros indicadores geocronológicos independientes que puedan validar las edades obtenidas.

Normalmente, los trazadores radiactivos más utilizados con este objetivo son el <sup>137</sup>Cs y el <sup>239,240</sup>Pu, que se pueden usar como marcadores estratigráficos utilizando las fechas de referencia de 1952 CE para su primera aparición en el registro sedimentario y 1963 CE para su pico de precipitación atmosférica. Además, el <sup>137</sup>Cs puede mostrar un pico de actividad elevada adicional en los testigos sedimentarios del centro y norte de Europa en 1986 CE, correspondiente a las emisiones causadas por el accidente nuclear de Chernobyl. Si bien el <sup>137</sup>Cs puede ser relativamente móvil en los sedimentos, el plutonio se puede considerar inmóvil, aunque su análisis es más costoso en tiempo y recursos. El 137Cs en el sedimento se determina directamente por espectrometría gamma, pero actualmente su identificación en los testigos de sedimento se ha hecho más difícil debido a que el 74% de la actividad global inicial del <sup>137</sup>Cs ha decaído después de casi 6 décadas (300 kg generados; periodo de semidesintegración: 30,17±0,03 años) y a la consiguiente inexactitud instrumental (Hancock *et al.*, 2014). Además, debido a que las detonaciones nucleares fueron más numerosas y de mayor magnitud en el hemisferio norte, y particularmente en latitudes medias, los niveles de <sup>137</sup>Cs en algunas regiones (como la zona ecuatorial o el hemisferio sur) son difíciles de detectar.

Los máximos de actividad de <sup>239,240</sup>Pu coinciden bien con las determinadas por <sup>137</sup>Cs en sedimentos recientes y los del 239,240 Pu funcionan de manera similar al <sup>137</sup>Cs para corroborar las edades y las tasas de sedimentación (Sáez-Muñoz et al., 2020; Sanchez-Cabeza et al., 2021). Sin embargo, el plutonio, aunque también depende de la distribución de la precipitación atmosférica radiactiva derivada de las pruebas nucleares, ofrece varias ventajas sobre el <sup>137</sup>Cs ya que es relativamente inmóvil en ambientes de agua dulce y salada, y su perdurabilidad en los sedimentos es mucho más larga debido a su mayor periodo de semidesintegración. Los radioisótopos de plutonio (2.900 kg generados; periodo de semidesintegración del <sup>239</sup>Pu: 24.110 años y del <sup>240</sup>Pu: 6.563 años) serán aún detectables en los sedimentos durante los próximos 100.000 años (Hancock et al., 2014). Los radioisótopos de plutonio se determinan tras su extracción radioquímica de las muestras, que habitualmente consiste en su trituración e incineración a 550° C durante 48 h, su digestión ácida en vaso abierto, por microondas de alta presión o por fusión, y el uso de resinas cromatográficas de extracción selectiva para su separación y purificación. Posteriormente este plutonio se fija por electrodeposición sobre discos de acero inoxidable y se mide mediante espectrometría alfa de alta resolución (Corcho-Alvarado et al., 2014), o bien se determina en una solución purificada mediante espectrometría de masas como ICP-MS (Levy et al., 2011), ICP-MS-MC (Sanchez-Cabeza et al., 2021) o incluso utilizando aceleradores AMS (Chamizo et al., 2010).

#### 3. Rango temporal de aplicación del método

En general, se asume que el <sup>210</sup>Pb puede ser detectado en los sedimentos hasta 5 veces su período de semidesintegración (vida media: 22,23±0,12 años) por lo que puede proporcionar edades y tasas de acumulación, potencialmente con una resolución anual, para los últimos 110 años aproximadamente (García-Orellana y Sanchez-Cabeza, 2012). Otros autores (por ejemplo, Andersen, 2017) consideran que, en circunstancias ideales, esta metodología es capaz de datar con precisión las secuencias sedimentarias hasta 6 ó 7 veces su período de semidesintegración, es decir, entre 130 v 150 años. Esta edad representaría el "horizonte de datación" a partir del cual la incertidumbre en la medición sería demasiado grande para estimar una cronología fiable. Este rango de edades es especialmente adecuado para el estudio y definición del Antropoceno, ya que comprende el intervalo temporal en el que los impactos antropogénicos sobre el medio ambiente global se han ido haciendo rápidamente más significativos.

### 4. Ejemplos en nuestro territorio

Existen numerosos ejemplos en la costa vasca que aplican las técnicas de reconstrucción histórica de los medios sedimentarios recientes utilizando <sup>210</sup>Pb y otros radionucleidos de vida corta. Uno de ellos se realizó en la ría del Urola (Geoparque de la Costa Vasca, Gipuzkoa), un pequeño estuario (5,7 km de longitud) bajo condiciones semidiurnas y mesomareales. Las principales intervenciones humanas, concentradas en su zona inferior, son la presencia de un astillero y un puerto deportivo y la existencia de actividades de dragado, junto con industrias de galvanizado y fundición. Cearreta et al. (2021) estudiaron la evolución ambiental de este estuario a lo largo del tiempo, y con el fin de reconstruir sus impactos recientes recogieron manualmente 2 testigos (Z1: 47 cm y Z2: 47 cm) de sus zonas intermareales media e inferior en 2018 y 2015 respectivamente. La datación de esos registros sedimentarios se basó en la distribución vertical de las concentraciones de <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> y se utilizó <sup>137</sup>Cs para su validación. Las determinaciones de estos radionucleidos se llevaron a cabo mediante espectrometría gamma, empleando un detector de germanio de alta pureza (HPGe) y fondo bajo. La disminución exponencial del <sup>210</sup>Pb<sub>av</sub>, que desapareció a 30 cm de profundidad en el testigo Z1, reflejó un flujo de <sup>210</sup>Pb y una tasa de sedimentación constantes, por lo que se aplicó el modelo CFCS a este registro. Z1 mostró una tasa media de acumulación sedimentaria de 0,22±0,02 cm año-1 y permitió ubicar temporalmente las dos unidades identificadas en base a las concentraciones de metales y microfósiles (unidad inferior depositada entre principios del siglo XX y 1954 CE, y unidad superior acumulada durante las siguientes seis décadas). Esta cronología derivada del <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> fue concordante con el pico del radiotrazador independiente <sup>137</sup>Cs, cuya máxima actividad se detectó a 13 cm (Fig. 2). Por el contrario, en el testigo Z2 las concentraciones de  $^{210}Pb_{ex}$  presentaron un perfil irregular que no se ajustaba a una curva exponencial ideal. La concentración de <sup>210</sup>Pb<sub>ay</sub> se extinguió a 38 cm de profundidad, y su cronología y las tasas de acumulación se establecieron aplicando el modelo CRS que asume un flujo constante de <sup>210</sup>Pb y una tasa de sedimentación variable con el tiempo. Aunque su actividad mostró una tendencia decreciente en los 15 cm superiores del testigo y por debajo de los 35 cm de profundidad, no se observó una disminución general en el segmento 35-15 cm de profundidad, lo que sugirió la posibilidad de una deposición repentina de materiales. Debido a que la ubicación del testigo se encuentra a menos de 200 m aguas arriba del astillero Balenciaga, los autores concluyeron que se trataba de sedimentos recientes dragados del fondo, removilizados pero no extraídos durante las operaciones para mantener un canal de navegación adecuado a la salida de los barcos. Este proceso postdeposicional podría explicar asimismo la distribución vertical del <sup>137</sup>Cs en ese registro, que no mostró un máximo claro (Fig. 2). La unidad basal se dató desde finales del siglo XIX hasta 1965



Figura 2. Distribución de <sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> (Bq kg<sup>-1</sup>) mostrando un perfil decreciente a lo largo de la secuencia sedimentaria y de <sup>137</sup>Cs (Bq kg<sup>-1</sup>) con su pico de precipitación atmosférica (1963 CE) en función de la profundidad (cm) en los testigos Z1 y Z2 (Estuario del Urola, Geoparque de la Costa Vasca) (modificada de Cearreta *et al.*, 2021).

Figure 2. Distribution of <sup>210</sup>Pb<sub>ys</sub> (Bq kg<sup>-1</sup>) showing a decreasing profile along the sedimentary sequence and <sup>137</sup>Cs (Bq kg<sup>-1</sup>) with its atmospheric precipitation peak (1963 CE) as a function of depth (cm) in cores Z1 and Z2 (Urola estuary, Basque Coast Geopark) (modified from Cearreta et al., 2021). CE, mientras que la edad calculada para la unidad intermedia fue 1965-1980 CE. Por último, la unidad superior se habría depositado entre los años 1980-2015 CE. Las tasas de sedimentación mostraron una tendencia creciente en el tiempo, con 0,4-0,6 cm año<sup>-1</sup> durante la década de 1960 y alcanzaron un valor máximo de 0,8 cm año<sup>-1</sup> a mediados de la década de 1980.

Otro caso de estudio se llevó a cabo en la ría de Bilbao, una de las zonas más contaminadas de la costa cantábrica debido al vertido directo de efluentes urbanos, mineros e industriales durante los últimos 170 años. Irabien et al. (2019) examinaron el registro sedimentario reciente de la bahía interior del Abra (<30 m de profundidad) en la que desemboca el estuario, utilizando un enfoque multidisciplinar que incluyó indicadores geoquímicos (Pb, Zn y Cd), micropaleontológicos (foraminíferos) y radioisotópicos (<sup>210</sup>Pb, <sup>137</sup>Cs) con el fin de analizar su estado ambiental y destacar las posibles consecuencias de eventos meteorológicos extremos sobre las áreas costeras históricamente industrializadas. En 2015 se recolectaron seis testigos (entre 50 y 69 cm de longitud) utilizando un muestreador hammer corer operado por buzos (Fig. 1). Todos los testigos se describieron, fotografiaron y radiografiaron antes de ser cortados en secciones de 1 cm. Las actividades de <sup>210</sup>Pb. <sup>226</sup>Ra y <sup>137</sup>Cs en los testigos Abra1 y Abra4 se analizaron mediante espectrometría gamma, utilizando un detector HPGe de fondo bajo. Las muestras de sedimento se homogeneizaron, tamizaron (<0,5 mm), empaguetaron herméticamente y se almacenaron durante al menos 30 días para garantizar el equilibrio secular entre el <sup>226</sup>Ra, el <sup>222</sup>Rn y los radionucleidos de vida corta descendientes de este último. Por su parte, en los testigos Abra2, Abra3, Abra5 y Abra6, la actividad del <sup>210</sup>Pb se determinó a través de su descendiente radiactivo <sup>210</sup>Po por espectrometría alfa (Ortec-Ametek Alpha Ensemble), y el <sup>226</sup>Ra y el <sup>137</sup>Cs se midieron por espectrometría gamma de fondo bajo y alta resolución (Ortec-Ametek HPGe well detector). Aunque todos los testigos mostraron una disminución de la actividad radiactiva del <sup>210</sup>Pb con la profundidad, ninguno de los perfiles fue claramente exponencial, lo que indicó que las tasas de acumulación no eran constantes. Por tanto, los modelos de edad, las tasas de acumulación de sedimento (SAR) y las tasas de acumulación másica (MAR) se estimaron, en la mayoría de los testigos, aplicando el modelo CRS que asume un flujo constante de <sup>210</sup>Pb pero tasas de sedimentación variables. En los casos en que no fue posible usar el modelo CRS, se utilizó el modelo CFCS que supone una sedimentación constante. El modelo CRS requiere el conocimiento del inventario total de <sup>210</sup>Pb<sub>ev</sub> en el testigo, pero, a excepción de Abra2, no se alcanzó el equilibrio entre el <sup>210</sup>Pb-<sup>226</sup>Ra en la base de los testigos, lo que indicó que los inventarios del  $^{\rm 210} \rm P\bar{b}_{ex}$  estaban incompletos. Los perfiles de <sup>210</sup>Pb mostraron una tendencia general decreciente con la profundidad, pero en los tramos intermedios (unidad DI2), las actividades de <sup>210</sup>Pb<sub>a</sub> fueron pequeñas o nulas (Fig. 3). Aunque esto podría sugerir que DI2 se depositó hace más de 100 años, la presencia de mayores actividades de <sup>210</sup>Pb,, en la unidad infrayacente DI1 junto con la presencia de <sup>137</sup>Cs en ambas unidades (DI1 y DI2) indicaron que su deposición había tenido lugar después de 1952 CE. La hipótesis para esta pequeña o nula actividad de <sup>210</sup>Pb<sub>av</sub> en ese intervalo es que fue causada por un evento sedimentario que transportó materiales antiguos (con <sup>210</sup>Pb-<sup>226</sup>Ra en equilibrio) provocando un aumento dramático en las tasas de acumulación másica, además de cambios en la textura y la composición de los materiales sedimentados. El testigo Abra1 mostró este intervalo en equilibrio con un mayor espesor (42-26 cm de profundidad) y para estimar su inventario completo se utilizó el método de la tasa de acumulación de referencia (Sanchez-Cabeza y Ruiz-Fernández, 2012b). La fecha obtenida para esta unidad intermedia fue compatible con las inundaciones catastróficas de Bilbao en 1983, durante las cuales se transportaron al Abra interior cantidades muy importantes de sedimentos de grano grueso y de naturaleza más limpia que los materiales finos contaminados infra y suprayacentes.



Figura 3. Distribución en profundidad del contenido en arena (%), abundancia de foraminíferos (15 g de sedimento seco), Pb, Zn y Cd (mg kg<sup>-1</sup>), <sup>210</sup>Pb (Bq kg<sup>-1</sup>) y tasas de acumulación másica (MAR, kg m<sup>2</sup> año<sup>-1</sup>) en los testigos submareales Abra1, Abra2 y Abra3 (Ría de Bilbao) mostrando la anomalía en todos los parámetros representada por el tramo intermedio DI2 (adaptada de Irabien *et al.*, 2019).

Figure 3. Distribution with depth of sand content (%), foraminiferal abundance (15 g of dry sediment), Pb, Zn and Cd (mg  $kg^{-1}$ ), <sup>210</sup>Pb (Bq  $kg^{-1}$ ) and mass accumulation rates (MAR,  $kg m^2 a \tilde{n} o^{-1}$ ) in cores Abra1, Abra2 and Abra3 (Bilbao estuary) showing the anomaly in all the parameters represented by the intermediate unit DI2 (adapted from Irabien et al., 2019).

Por último, Irabien et al. (2020) exploraron el impacto antrópico sobre los sedimentos de la plataforma continental advacente al País Vasco que recibe el vertido de los materiales en suspensión provenientes de doce sistemas fluviales (alrededor de 1,57×10<sup>6</sup> t año<sup>-1</sup>). El testigo KS-04 (44 cm de longitud) se perforó a 135 m de profundidad en un extenso depósito sedimentario de grano fino (680 km<sup>2</sup>), denominado Basque Mud Patch y situado frente a la ciudad de Donostia-San Sebastián. Para ello, se utilizó un muestreador Kullenbeg operado desde el buque R/V Côtes de la Manche y el testigo se cortó a intervalos de 1 cm de espesor. La radiografía de rayos X reveló una laminación horizontal sin alteraciones que sugirió una bioturbación de baja intensidad. Se midieron las actividades de los radionucleidos naturales (<sup>210</sup>Pb y <sup>226</sup>Ra) y artificiales (137Cs, 239,240Pu y 238Pu) y se determinaron además las concentraciones de la actividad de otros radionucleidos naturales como <sup>232</sup>Th, <sup>212</sup>Pb y <sup>228</sup>Ac (que se generan en la cadena de desintegración del <sup>235</sup>U), y el <sup>40</sup>K. Se analizaron mediante espectrometría gamma, utilizando un detector HPGe de alta pureza y fondo bajo. Las muestras de sedimento se homogeneizaron, se empaquetaron herméticamente y se almacenaron durante al menos 25 días para garantizar el equilibrio secular entre el 226Ra, el 222Rn y los radionucleidos de vida corta descendientes de este último. Por su parte, las medidas de <sup>239,240</sup>Pu y <sup>238</sup>Pu se realizaron mediante espectrometría alfa tras un proceso de separación cromatográfica (Sáez-Muñoz et al., 2020). La actividad del <sup>210</sup>Pb, mostró una disminución claramente exponencial con la profundidad, por lo que se utilizó el modelo CFCS que asume las hipótesis de flujo constante de <sup>210</sup>Pb y tasa de acumulación másica constante. Ésta se determinó a partir de la pendiente de la regresión lineal entre el ln<sup>210</sup>Pb<sub>ex</sub> y la profundidad másica. Las concentraciones de <sup>232</sup>Th, <sup>212</sup>Pb, <sup>228</sup>Ac y <sup>40</sup>K mostraron perfiles casi homogéneos, lo que sugirió la ausencia de cambios significativos en la composición del testigo. La disminución exponencial con la profundidad observada para el <sup>210</sup>Pb<sub>av</sub> permitió derivar una tasa de sedimentación media de 1,0±0,1 mm año<sup>-1</sup>.

El <sup>137</sup>Cs y el <sup>239,240</sup>Pu aparecieron por primera vez a 6 cm de profundidad, un poco más profundo (1 cm) de lo esperado según las edades derivadas del <sup>210</sup>Pb, y arrojaron una tasa de sedimentación comparable, pero algo mayor (~1,3 mm año<sup>-1</sup>). Esta penetración anómala de los radiotrazadores a profundidades algo mayores de lo esperado confirmó que la acumulación sedimentaria podría estar asimismo influida por la bioturbación. El marco cronológico construido sobre la base de la tasa de sedimentación derivada del <sup>210</sup>Pb indicó que este registro sedimentario comenzó a depositarse antes de 1880 CE. Este trabajo confirmó que la influencia de las actividades antrópicas desarrolladas en la costa vasca desde finales del siglo XIX se extiende asimismo al medio marino, donde los depósitos fangosos actúan como una trampa sedimentaria para los contaminantes.

#### 5. Resumen y Conclusiones

Durante las últimas décadas se ha producido un avance sin precedentes en el estudio de los procesos de transformación ambiental y, asimismo, en la diferenciación entre los cambios de origen natural y aquellos provocados por el ser humano. Este intervalo corresponde precisamente al momento de mayor crecimiento industrial y demográfico experimentado por la humanidad y ha conducido, desde la década de 1950, a la diferenciación de una posible época geológica denominada Antropoceno. La determinación radiométrica del <sup>210</sup>Pb es el método más empleado para la datación de los sedimentos recientes depositados durante los últimos 110 años y su cronología se ha visto apoyada por la utilización adicional de radionucleidos de origen artificial (137Cs y <sup>239,240</sup>Pu). Este trabajo geocronológico debe ser realizado en colaboración con un equipo multidisciplinar que aporte información v conocimiento adicionales necesarios para la interpretación de los depósitos sedimentarios como archivos ambientales a lo largo del tiempo. Los medios sedimentarios integran en un registro complejo los diferentes procesos naturales y los impactos antrópicos recibidos. Por tanto, una reconstrucción multidisciplinar exhaustiva de estos ambientes deposicionales sería muy poco eficaz sin un conocimiento preciso de su evolución temporal, idealmente con una resolución anual.

## Agradecimientos

Este artículo se ha inspirado en el manual de referencia publicado por Sanchez-Cabeza, J.A., Díaz-Asencio, M., Ruiz-Fernández, A.C., eds. (2012). Radiocronología de sedimentos costeros utilizando <sup>210</sup>Pb: Modelos, Validación y Aplicaciones. Organismo Internacional de Energía Atómica, Viena, 105 pp., donde se profundizan diferentes aspectos tratados aquí. Trabajo financiado por los proyectos RTI2018-095678-B-C21, MCIU/AEI/FEDER, UE (MINECO) e IT976-16 (EJ/GV). Dos revisoras/ es anónimas/os mejoraron el manuscrito original con sus comentarios y sugerencias. Contribución nº 56 de la Unidad de Investigación Geo-Q Zentroa (Laboratorio Joaquín Gómez de Llarena).

# Bibliografía

- Andersen, T.J. (2017). Some practical considerations regarding the application of <sup>210</sup>Pb and <sup>137</sup>Cs dating to estuarine sediments. En: *Applications of Paleoenvironmental Techniques in Estuarine Studies* (K. Weckström, K.M. Saunders, P.A. Gell, C.G. Skilbeck, eds.). Developments in Paleoenvironmental Research, 20. Springer, 121-140. https://doi.org/10.1007/978-94-024-0990-1\_6
- Appleby, P.G., Richardson, N., Nolan, P.J. (1991). <sup>241</sup>Am dating of lake sediments. *Hydrobiology*, 214, 35-42. https://doi.org/10.1007/ BF00050929
- Arias-Ortiz, A., Masqué, P., Garcia-Orellana, J., Serrano, O., Mazarrasa, I., Marbà,N., Lovelock, C.E., Lavery, P., Duarte, C.M. (2018). Reviews and syntheses: <sup>210</sup>Pb-derived sediment and carbon accumulation rates in vegetated coastal ecosystems setting the record straight. *Biogeosciences*, 15, 6791-6818. https://doi.org/10.5194/bg-15-6791-2018
- Bé, M.M., Chisté, V., Dulieu, C., Browne, E., Chechev, V., Kuzmenko, N., Kondev, F., Luca, A.,

Galán, M., Pearce, A., Huang, X. (2008). *Table of Radionuclides*. Bureau International des Poids et Mesures, Sèvres, France.

- Bonsignore, M., Salvagio Manta, D., Barsanti, M., Conte, F., Delbono, I., Horvat, M., Quinci, E.M., Schirone, A., Shlyapnikov, Y., Sprovieri, M. (2020). Mercury isotope signatures in sediments and marine organisms as tracers of historical industrial pollution. *Chemosphere*, 258, 127435. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.127435
- Cearreta, A., Irabien, M.J., Gómez Arozamena, J.E., El bani Altuna, N., Goffard, A., García-Artola, A. (2021). Environmental evolution of the Basque Coast Geopark estuaries (southern Bay of Biscay) during the last 10,000 years. *Journal* of Marine Systems, 219, 103557. https://doi. org/10.1016/j.jmarsys.2021.103557
- Chamizo, E., Jiménez-Ramos, M.C., Enamorado, S.M., García-León, M., García-Tenorio, R., Mas, J.L., Masqué, P., Merino, J., Sanchez-Cabeza, J.A. (2010). Characterisation of the plutonium isotopic composition of a sediment core from Palomares, Spain, by low-energy AMS and alpha-spectrometry. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 268, 1273-1276. https://doi.org/10.1016/j. nimb.2009.10.151
- Corcho-Alvarado, J.A., Diaz-Asencio, M., Froidevaux, P., Bochud, F., Alonso-Hernández, C.M., Sanchez-Cabeza, J.A. (2014). Dating young Holocene coastal sediments in tropical regions: Use of fallout <sup>239,240</sup>Pu as alternative chronostratigraphic marker. *Quaternary Geochronology*, 22, 1-10. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2014.02.001
- Díaz-Asencio, M., Sanchez-Cabeza, J.A., Ruiz-Fernández, A.C., Corcho-Alvarado, J.A., Pérez-Bernal, L.H. (2020). Calibration and use of well-type germanium detectors for low-level gamma-ray spectrometry of sediments using a semi-empirical method. *Journal of Environmental Radioactivity*, 225, 106385. https:// doi.org/10.1016/j.jenvrad.2020.106385
- Gałuszka, A., Migaszewski, Z.M., Rose, N.L. (2020). A consideration of polychlorinated biphenyls as a chemostratigraphic marker of the Anthropocene. *The Anthropocene Review*, 7, 138-158. https://doi.org/10.1177/2053019620916488
- García-Orellana, J., Sanchez-Cabeza, J.A. (2012). El <sup>210</sup>Pb como trazador de procesos ambientales. En: *Radiocronología de sedimentos costeros utilizando* <sup>210</sup>Pb: *Modelos, Validación y Aplicaciones* (J.A. Sanchez-Cabeza, M.

Díaz-Asencio, A.C. Ruiz-Fernández, eds.). Organismo Internacional de Energía Atómica, Viena, 4-9.

- Gehrels, W.R., Kirby, J.R., Prokoph, A., Newnham, R.M., Achterberg, E. P., Evans, H., Black, S., Scott, D.B. (2005). Onset of recent rapid sea-level rise in the western Atlantic Ocean. *Quaternary Science Reviews*, 24, 2083-2100. https:// doi.org/10.1016/j.quascirev.2004.11.016
- Goldberg, E.D. (1963). Geochronology with <sup>210</sup>Pb. En: *Radioactive Dating. Proceedings of a Symposium* (International Atomic Energy Agency, ed.). Viena, 121-131.
- Hancock, G.J., Tims, S.G., Fifield, L.K., Webster,
  I.T. (2014). The release and persistence of radioactive anthropogenic nuclides. En: A Stratigraphical Basis for the Anthropocene (C.N. Waters; J. Zalasiewicz; M. Williams; M.A. Ellis; A. Snelling, eds.). Geological Society of London-Special Publications, 395, 265-281. https://doi.org/10.1144/SP395.15
- He, Q., Walling, D.E. (1996). Interpreting particle size effects in the adsortion of <sup>137</sup>Cs and unsupported <sup>210</sup>Pb by mineral soils and sediments. *Journal of Environmental Radioactivity*, 30, 117-137. https://doi.org/10.1016/0265-931X(96)89275-7
- Irabien, M.J., Cearreta, A., Gómez-Arozamena, J., Gardoki, J., Fernández Martín-Consuegra, A. (2020). Recent coastal anthropogenic impact recorded in the Basque mud patch (southern Bay of Biscay shelf). *Quaternary International*, 566-567, 357-367. https://doi.org/10.1016/j. quaint.2020.03.042
- Irabien, M.J., Cearreta, A., Gómez-Arozamena, J., Serrano, H., Sanchez-Cabeza, J.A., Ruiz-Fernández, A.C. (2019). Geological record of extreme floods and anthropogenic impacts on an industrialised bay: The inner Abra of Bilbao (northern Spain). Science of the Total Environment, 696, 133946. https://doi.org/10.1016/j. scitotenv.2019.133946
- Koide, M., Soutar, A., Goldberg, E.D. (1972). Marine geochronology with 210Pb, *Earth and Planetary Science Letters*, 14, 442-446. https:// doi.org/10.1016/0012-821X(72)90146-X
- Krishnaswamy, S., Lal, D., Martin, J.M., Meybeck, M. (1971). Geochronology of lake sediments. *Earth and Planetary Science Letters*, 11, 407-414. https://doi.org/10.1016/0012-821X(71)90202-0
- Levy, I., Povinec, P., Aoyama, M., Hirose, K., Sanchez-Cabeza, J.A., Comanducci, J.F., Gastaud, J., Eriksson, M., Hamajima, Y., Kim, C.S., Komura, K., Osvath, I., Roos, P., Yim, S.A. (2011).

Marine anthropogenic radiotracers in the Southern Hemisphere: New sampling and analytical strategies. *Progress in Oceanogra-phy*, 89, 120-133. https://doi.org/10.1016/j. pocean.2010.12.012

- Li, W., Li, X., Mei, X., Zhang, F., Xu, J., Liuf, C., Wei, C., Liub, Q. (2021). A review of current and emerging approaches for Quaternary marine sediment dating. *Science of the Total Environment*, 780, 146522. https://doi.org/10.1016/j. scitotenv.2021.146522
- MacKenzie, A.B., Hardie, S.M.L., Farmer, J.G., Eades, L.J., Pulford, I.D. (2011). Analytical and sampling constraints in <sup>210</sup>Pb dating. *Science of the Total Environment*, 409, 1298-1304. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2010.11.040
- Oldfield, F., Richardson, N., Appleby, P.G. (1995). Radiometric dating (<sup>210</sup>Pb, <sup>137</sup>Cs, <sup>241</sup>Am) of recent ombrotrophic peat accumulation and evidence for changes in mass balance. *The Holocene*, 5, 141-148. https://doi. org/10.1177/095968369500500202
- Preiss, N., Mélières, M.A., Pourchet, M. (1996). A compilation of data on lead 210 concentration in surface air and fluxes at the air-surface and water-sediment interfaces. *Journal of Geophysical Research*, 101, 28847-28862. https://doi. org/10.1029/96JD01836
- Rose, N.L. (2015). Spheroidal carbonaceous fly ash particles provide a globally synchronous stratigraphic marker for the Anthropocene. *Environmental Science and Technology*, 49, 4155-4162. https://doi.org/10.1021/acs. est.5b00543
- Ruiz-Fernández, A.C., Díaz Asencio, M. (2012). Muestreo de cores sedimentarios. En: Radiocronología de sedimentos costeros utilizando <sup>210</sup>Pb: Modelos, Validación y Aplicaciones (J.A. Sanchez-Cabeza, M. Díaz-Asencio, A.C. Ruiz-Fernández, eds.). Organismo Internacional de Energía Atómica, Viena, 10-20.
- Ruiz-Fernández, A.C., Mulsow, S. (2012). Análisis complementarios para interpretar perfiles de <sup>210</sup>Pb. En: *Radiocronología de sedimentos costeros utilizando* <sup>210</sup>Pb: *Modelos, Validación y Aplicaciones* (J.A. Sanchez-Cabeza, M. Díaz-Asencio, A.C. Ruiz-Fernández, eds.). Organismo Internacional de Energía Atómica, Viena, 29-38.
- Ruiz-Fernández, A.C., Sanchez-Cabeza, J.A. (2012). Diagénesis y <sup>210</sup>Pb. En: *Radiocronología de sedimentos costeros utilizando <sup>210</sup>Pb: Modelos, Validación y Aplicaciones* (J.A. Sanchez-Cabeza, M. Díaz-Asencio, A.C. Ruiz-Fernández,

eds.). Organismo Internacional de Energía Atómica, Viena, 39-46.

- Sáez-Muñoz, M., Ortiz, J., Martorell, S., Gómez-Arozamena, J., Cearreta, A. (2020). Sequential determination of uranium and plutonium in soil and sediment samples by borate salts fusion. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 323, 1167-1177. https://doi. org/10.1007/s10967-020-07028-5
- Sanchez-Cabeza, J.A., Rico-Esenaro, S.D., Corcho-Alvarado, J.A., Röllin, S., Carricart-Ganivet, J.P., Montagna, P., Ruiz-Fernández, A.C., Cearreta, A. (2021). Plutonium in coral archives: A good primary marker for an Anthropocene type section. *Science of the Total Environment*, 771, 145077. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.145077
- Sanchez-Cabeza, J.A., Ruiz-Fernández, A.C. (2012a). Modelos de fechado por <sup>210</sup>Pb. En: *Radiocronología de sedimentos costeros utilizando <sup>210</sup>Pb: Modelos, Validación y Aplicaciones* (J.A. Sanchez-Cabeza, M. Díaz-Asencio, A.C. Ruiz-Fernández, eds.). Organismo Internacional de Energía Atómica, Viena, 47-61.
- Sanchez-Cabeza, J.A., Ruiz-Fernández, A.C. (2012b). <sup>210</sup>Pb sediment radiochronology: An integrated formulation and classification of dating models. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 82, 183-200. https://doi.org/10.1016/j. gca.2010.12.024
- Swarzenski, P.W. (2014). <sup>210</sup>Pb dating. En: *Encyclopedia of Scientific Dating Methods* (W.J. Rink, J.W. Thompson, eds.). Springer, Dordrecht, 1-11. https://doi.org/10.1007/978-94-007-6304-3\_236
- Syvitski, J., Waters, C.N., Day, J., Milliman, J.D., Summerhayes, C., Steffen, W., Zalasiewicz, J., Cearreta, A., Gałuszka, A., Hajdas, I., Head, M.J., Leinfelder, R., McNeill, J.R., Poirier, C., Rose, N.L., Shotyk, W., Wagreich, M., Williams, M. (2020). Extraordinary human energy consumption and resultant geological impacts beginning around 1950 CE initiated the proposed Anthropocene Epoch. *Communications Earth & Environment*, 1, 32. https://doi. org/10.1038/s43247-020-00029-y

- UNSCEAR (2000). Sources and Effects of Ionizing Radiation. Volume 1, UNSCEAR Report to the General Assembly, New York.
- Waters, C.N., Syvitski, J.P.M., Gałuszka, A., Hancock, G.J., Zalasiewicz, J., Cearreta, A., Grinevald, J., Jeandel, C., McNeill, J.R., Summerhayes, C., Barnosky, A. (2015). Can nuclear weapons fallout mark the beginning of the Anthropocene Epoch? *Bulletin of the Atomic Scientists*, 71, 46-57. https://doi. org/10.1177/0096340215581357
- Zalasiewicz, J., Waters, C.N., Williams, M., Barnosky, A.D., Cearreta, A., Crutzen, P., Ellis, E., Ellis, M., Fairchild, I.J., Grinevald, J., Haff, P.K., Hajdas, I., Leinfelder, R., McNeill, J., Odada, E.O., Poirier, C., Richter, D., Steffen, W., Summerhayes, C., Syvitski, J.P.M., Vidas, D., Wagreich, M., Wing, S.L., Wolfe, A.P., Zhisheng, A. (2015). When did the Anthropocene begin? A mid-twentieth century boundary level is stratigraphically optimal. *Quaternary International*, 383, 196-203. https://doi.org/10.1016/j. quaint.2014.11.045
- Zalasiewicz, J., Waters, C.N., Ivar do Sul, J.A., Corcoran, P.L., Barnosky, A.D., Cearreta, A., Edgeworth, M., Gałuszka, A., Jeandel, C., Leinfelder, R., McNeill, J.R., Steffen, W., Summerhayes, C., Wagreich, M., Williams, M., Wolfe, A.P., Yonan, Y. (2016). The geological cycle of plastics and their use as a stratigraphic indicator of the Anthropocene. *Anthropocene*, 13, 4-17. https://doi.org/10.1016/j.ancene.2016.01.002
- Zalasiewicz, J., Waters, C.N., Summerhayes, C.P., Wolfe, A.P., Barnosky, A.D., Cearreta, A., Crutzen, P., Ellis, E., Fairchild, I.J., Gałuszka, A., Haff, P., Hajdas, I., Head, M.J., Ivar do Sul, J.A., Jeandel, C., Leinfelder, R., McNeill, J.R., Neal, C., Odada, E., Oreskes, N., Steffen, W., Syvitski, J., Vidas, D., Wagreich, M., Williams, M. (2017). The Working Group on the Anthropocene: Summary of evidence and interim recommendations. *Anthropocene*, 19, 55-60. https://doi. org/10.1016/j.ancene.2017.09.001

Recibido el 16 de febrero de 2022 Aceptado el 29 de agosto de 2022



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

# Cronología "extrema": Generación de modelos cronológicos robustos a partir de diferentes métodos de datación; ejemplos en la Península Ibérica

"Extreme chronologies": Robust chronological models combining different dating methods; examples from the Iberian Peninsula

Moreno, A.<sup>(1)</sup>; Gil-Romera, G.<sup>(2)</sup>; Bartolomé, M.<sup>(1)</sup>; Valero-Garcés, B.<sup>(1)</sup>; González-Sampériz, P.<sup>(1)</sup>

(1) Departamento de Procesos Geoambientales y Cambio Global, Instituto Pirenaico de Ecología-CSIC, Zaragoza, Spain. amoreno@ipe.csic.es; pgonzal@ipe.csic.es

(2) Ecology Research Group, Department of Biology, Philipps University of Marburg, Marburg, Germany.

#### Resumen

En este trabajo se presenta el reto que muchas veces supone conseguir un buen modelo de edad independiente en una secuencia paleoambiental. Esta aproximación pasa por la necesidad de combinar diferentes metodologías de datación, con la complejidad que esto implica. Se han seleccionado dos ejemplos de dos archivos paleoambientales muy distintos, y con cronologías muy diferentes. El registro de El Cañizar de Villarquemado, un paleolago en la provincia de Teruel, que alberga en sus sedimentos los últimos 135.000 años de historia y constituye la secuencia continental más larga y continua estudiada en la mitad septentrional de Iberia. Para poder establecer un modelo de edad robusto e independiente fue necesario combinar dataciones de radiocarbono AMS, U-Th, OSL, IRSL, paleomagnetismo y criptotefro-cronología, aunque no todas las técnicas resultaron exitosas. El segundo ejemplo se centra en el reto de datar el hielo presente en el icónico glaciar de Monte Perdido, situado en el Pirineo Central, Huesca. Este registro se consiguió datar mediante radiocarbono en diferentes tipos de muestras y aplicando las técnicas de Pb<sup>210</sup> y Cs<sup>137</sup> para el periodo más reciente. En ambos ejemplos, las combinaciones de métodos y tipo de muestras datadas permitieron obtener cronologías robustas gracias a una importante inversión de tiempo y financiación, siendo el resultado de la colaboración de varios equipos de investigación. En este trabajo se esbozan las dificultades encontradas en la elaboración de ambas cronologías y se presenta el resultado final, fruto de una modelización que combina las diferentes aproximaciones para obtener los modelos de edad definitivos.

Palabras clave: datación combinando métodos; glaciar; paleolago; C<sup>14</sup>; OSL; Pb<sup>210</sup>.

https://doi.org/10.17735/cyg.v36i3-4.93928

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



#### Abstract

This work presents the challenge that often involves obtaining a good independent age model in a paleoenvironmental sequence by combining different methodologies and dating systems, with the complexity that this implies. Specifically, two examples have been selected from two very different paleoenvironmental archives, and very different chronologies, both obtained in the northeast of the Iberian Peninsula. The record of El Cañizar de Villarquemado, a paleolake in Teruel province which covers the last 135,000 years of history, that is, the longest continuous continental sequence studied to date in the northern half of Iberia. In order to establish a robust and independent age model it was necessary to combine radiocarbon, U-Th, OSL, IRSL, paleomagnetism and cryptotephro-chronology methods, although not all techniques were successful. The second example focuses on the challenge of dating the ice present in the iconic Monte Perdido glacier, located in the Central Pyrenees, Huesca. Its chronology was achieved by radiocarbon dating in different types of samples and applying the <sup>210</sup>Pb and <sup>137</sup>Cs techniques for the most recent period. In both examples, the combination of methods and type of dated samples allowed obtaining robust chronologies after a significant effort of time and funding, as well as the collaboration of various research teams and laboratories. In this work, the difficulties existing for using different dating methods in the elaboration of a chronology are outlined and the final results, using different types of chronological modeling combining the different approaches to obtain the definitive age models are also presented.

**Key words:** multi-method chronologies, glacier, paleolake, <sup>14</sup>C, OSL, <sup>210</sup>Pb.

#### 1. Introducción

La reconstrucción de los climas y cambios ambientales del pasado requiere de un marco temporal lo más preciso posible, que sitúe los eventos de cambio identificados en una cronología numérica. Ese marco permitirá, por un lado, comparar registros de diferentes áreas y analizar su sincronía o asincronía, y por otro, establecer cronologías robustas, lo que resulta fundamental para determinar la duración de cada cambio y la rapidez de las transiciones. Todo ello es un requisito primordial para describir la variabilidad natural a diferentes escalas temporales durante el Cuaternario, desde un marco estacional o anual (Baldini et al., 2021; Tylmann y Zolitschka, 2020), hasta la escala orbital (Lian y Roberts, 2006). Son muchos y variados los métodos de datación -según el periodo temporal y el tipo de archivo geológico- que nos permiten abordar la elaboración de ese marco cronológico imprescindible (Brauer et al., 2014). De entre ellos, las dataciones radiocarbónicas son las más extendidas y se han convertido en el método por excelencia, tanto para sedimentos lacustres como marinos (Hajdas, 2008), además de para yacimientos arqueológicos (ej., proyecto IDEArg http://www.ideargueologia.org/index. php?ln=es del CCHS del CSIC), y depósitos de casi cualquier tipo, siempre que sean susceptibles de contener restos de materia orgánica (ej., cuevas de hielo, Leunda et al., 2019). Pero las dataciones de C14 sólo son válidas para el Holoceno y última fase del Pleistoceno superior, dado su límite temporal (en torno a 50.000 años máximo: ver artículo monográfico en este mismo volumen), por lo que para situar las reconstrucciones paleoambientales en un marco temporal amplio, se hace necesaria la combinación de varios tipos de datos, maximizando las oportunidades de conseguir un buen modelo de edad. Ante la falta de restos orgánicos o frente a un umbral cronológico más amplio que el abarcado por el radiocarbono, nos encontramos con diferentes opciones que deben ser valoradas en cada caso (de nuevo, nos remitimos a los diferentes artículos que componen este volumen), según el material susceptible de análisis, potencial periodo temporal previsto, posibilidades de financiación, etc. Y por supuesto, al reto de combinar varias de las técnicas de datación posibles, teniendo en cuenta las limitaciones y ventajas de cada una de ellas.
Así, un aspecto fundamental es considerar la incertidumbre asociada a cada método y poder introducirla cuando establecemos el modelo de edad de la secuencia. En este sentido. la inferencia bayesiana (Bayes y Price, 1763) ha supuesto un gran avance, puesto que permite plantear probabilidades subjetivas, es decir, basadas en conocimiento adicional que se va adquiriendo sobre un determinado experimento. En el caso concreto de la producción de modelos de edad-profundidad del registro sedimentario, nos permite incorporar el potencial conocimiento previo sobre una secuencia (ej., sobre las tasas de sedimentación de distintas facies) a la incertidumbre del modelo de edad. Esto facilita obtener marcos cronológicos realistas (Blaauw, 2010; Blaauw et al., 2021) que, en muchos casos, evitan la interpolación lineal directa entre muestras datadas (que por lo general, erróneamente, asumen tasas de acumulación constantes). Además, los modelos estadísticos bayesianos permiten combinar fuentes cronológicas, tanto absolutas como relativas, provenientes de diferentes contextos sedimentarios (Buck y Juárez, 2020).

En este trabajo, presentamos dos estudios que ejemplifican las situaciones anteriormente comentadas. El primero de ellos, El Cañizar de Villarguemado, es un paleolago situado en la población de Villarguemado (Teruel), que registra en sus sedimentos los últimos 135.000 años de historia paleoambiental. En este caso, la cronología se abordó mediante dataciones de radiocarbono AMS, U-Th, OSL-IRSL, paleomagnetismo y criptotefro-cronología, aunque no todas las técnicas resultaron exitosas. El segundo ejemplo resulta de los intentos de datación del hielo presente actualmente en el glaciar de Monte Perdido, situado en el Pirineo Central (Huesca). Este caso cubre los últimos 2000 años, y su cronología se obtuvo datando mediante radiocarbono distintos materiales (macro y micro-restos orgánicos, polen, polvo) y aplicando las técnicas de Pb<sup>210</sup> y Cs<sup>137</sup>. Para la producción de un modelo de edad robusto, en cada caso se han empleado técnicas de modelización diferentes, pero ambas disponibles en paquetes de R

(R Development Core Team, 2020) y aplicadas en un entorno Rstudio (R Studio CoreTeam, 2019). Conocer estos ejemplos puede ayudar a otros estudios en los que una única técnica de datación, y/o método de modelización, no sea suficiente para conseguir un buen marco cronológico.

# 2. Metodología

En este apartado resumimos por qué se decidió utilizar cada uno de los diferentes métodos de datación en los dos casos de estudio, los problemas inherentes a cada uno de ellos, así como los resultados obtenidos, si los hubo, incluyendo una breve descripción sobre los posibles motivos relacionados con los fracasos o fallos. Se introduce cómo fue el muestreo en campo para obtener cada uno de los dos registros.

# 2.1. El Cañizar de Villarquemado

En septiembre del año 2005 se realizó la campaña de recuperación consiguiendo 74 m de sondeo que conforman el registro sedimentario de la laguna de El Cañizar de Villarquemado. Se eligió un punto en la zona más deprimida de la cuenca lacustre, desecada desde el s.XVIII. Para obtener el registro se utilizó un equipo de perforación de geotecnia mediante percusión, ya que esperábamos obtener una secuencia larga, expectativa basada en estudios geofísicos previos que hablaban de hasta 75 m de secuencia Cuaternaria (Rubio y Simón, 2006). Todas las secciones del material obtenido en cada maniobra fueron convenientemente conservadas en papel de aluminio y tubos de PVC, y transportadas al laboratorio de sondeos del Instituto Pirenaico de Ecología (IPE-CSIC: http://www.ipe.csic. es), donde fueron analizadas y siguen conservadas en una cámara refrigerada a 4°C.

La primera aproximación, tras abrir y describir los sondeos siguiendo la metodología habitual del grupo (para más información: Aranbarri *et al.*, 2014; González-Sampériz *et*  al., 2020, 2013; Valero-Garcés et al., 2019), fue realizar varias dataciones radiocarbónicas. No obstante, dada la longitud del registro sedimentario, en campo durante la extracción del sondeo se fueron seleccionando intervalos potencialmente arenosos en diferentes secciones y profundidades, para dejarlos sin abrir y poder datarlos por IRSL-OSL (ver artículo de este mismo volumen en relación a las dataciones por luminiscencia óptica estimulada-OSL). Del mismo modo, al describir los sondeos se aislaron los restos de gasterópodos que iban apareciendo, con el objetivo de intentar datarlos mediante la técnica del U-Th (igualmente, ver artículo de este mismo volumen para más información sobre esta técnica).

Con los primeros resultados obtenidos a partir de estas tres aproximaciones, y con una idea preliminar de la cronología que finalmente iba a abarcar la secuencia, se decidió intentar localizar la excursión de Blake (datada en el N de España entre hace 112 y 116.5 ka: Osete et al., 2012), realizando algunas pruebas con paleomagnetismo, considerando sólo la inclinación y no la declinación, puesto que el sondeo no estaba orientado en el momento de la extracción. Del mismo modo, el interés de un equipo internacional especialista en análisis de tefras por obtener información de secuencias ibéricas, propició el intento de identificación de, primero tefras y luego criptotefras, tanto en el registro de Villarquemado como en varias secuencias lacustres más (ej., Enol, Estanya, Zoñar, Sanabria). Por último, la búsqueda de una mayor precisión cronológica nos llevó a invertir esfuerzos también en obtener dataciones de OSL mediante la técnica de datación de granos de cuarzo individuales (single grain del término en inglés, y como nos referiremos a ello de ahora en adelante).

Concretamente, se realizaron un total de 49 dataciones diferentes: 23 de AMS C<sup>14</sup>, 6 de ISRL, 6 de U-Th, 3 de criptotefras, 10 de OSL y 1 de paleomagnetismo, a lo largo la secuencia y de casi 10 años de trabajo (Tabla 1). Varias de estas aproximaciones, sin embargo, no dieron resultados y/o fueron aberrantes, por lo que no pudieron utilizarse finalmente en la elaboración del definitivo modelo de edad (para más detalles, tanto de las técnicas utilizadas como del procedimiento y metodología utilizado con cada una de ellas, ver Valero-Garcés et al., 2019). En suma, no hubo resultados válidos ni a partir de los intentos con U/Th (bajo contenido en uranio y alta contaminación detrítica, tanto en los gasterópodos como en los niveles de travertino o de carbonatos clásticos seleccionados), ni se pudo localizar la excursión de Blake (a pesar de analizarse un total de 33 muestras en el intervalo sedimentario en el que inicialmente se pensaba podría estar el intervalo cronológico necesario), ni se detectaron ninguna tefra, ni criptotefra. En este sentido, las pruebas realizadas en diferentes secuencias lacustres distribuidas en localizaciones dispares de Iberia (N, S, NW y NE), confirmaron la imposibilidad de utilizar la identificación de tefras como sistema de datación en nuestras latitudes.

Del mismo modo, tanto una muestra de las analizadas por la tradicional IRSL, como una de las de OSL siguiendo la técnica de single grain (que aportan una mayor robustez estadística a sus fechas), resultaron nulas, además de un total de 7 muestras de radiocarbono AMS, ya que dieron dataciones estratigráficamente inconsistentes y debieron desecharse. Respecto a estas últimas, cabe mencionar que las 23 muestras analizadas para datar se realizaron sobre sedimento total, ya que no se encontraron restos orgánicos de origen terrestre a lo largo de todo el registro sedimentario, a pesar de las detalladas descripciones micro- y macroscópicas llevadas a cabo. Por ello, siempre que fue posible, se seleccionaron intervalos con alto contenido de carbono orgánico total, con el objetivo de asegurar la obtención de fechas y unos márgenes de error no demasiado elevados.

Finalmente, el modelo de edad-profundidad pudo llevarse a cabo utilizando un total de 33 muestras válidas, obtenidas a partir de 3 técnicas de datación diferentes, que resultaron las más adecuadas para la cronología y tipo de sedimento existente en la secuencia

N <sup>*</sup> dataciones	Referencia Lab.	Sigla	Prof (m)	Método	Material	Edad BP	Error	Edad cal BP
1	Beta-332033	VIL05-1A, 11cm	0,11	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	430	30	470
2	Beta-332034	VIL05-1A, 132 cm	1,32	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	7460	40	8275
3	Pez-16073	VIL05-1A, 220 em	2,2	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	11950	70	13890
4	Beta-319644	VIL05-1B-1T-2, 2-3om	0,62	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	2020	30	1970
5	Paz-18451	VIL05-18-1T-2 36-37	0,965	AM8 C <sup>14</sup>	Sedimento total	3750	40	4111
6	Paz-16073	WL05-10-17-3, 6-7	1,35	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	11950	70	13909
7	Paz-18509	VIL05-1B-1T-3 39-40	1,735	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	7460	50	8279
8	Paz-18453	VIL05-1B-1T-4 41-42	2,83	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	9820	50	11232
9	Paz-15943	VIL05-18-1T-5, 55	3,07	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	11620	60	13461
10	Paz-23687	VIL05-10-17-6, 15	3,25	AMS C14	Sedimento Iotal	5750	60	6560
11	Poz-23669	WL05-1B-17-7, 25	3,7	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento Iotal	6290	40	7210
12	Paz-18510	WL05-1B-17-7 55-56.5	4,17	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento Istal	8200	50	9162
13	Poz-18511	VIL05-1B-1T-8 32-35	4,514	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	15390	100	18540
14	Paz-15944	VIL05-18-1T-10, 15	5,495	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	18280	110	21830
15		VIL05-113-17-11, 28	5.9	Cripto-terras	<5 fragmentos/gr	SIN	RESUL7	ADOS
16	Poz-18454	WL05-1B-17-12 16-17	6,38	AMS C <sup>™</sup>	Sedimento Istal	22900	280	27633
17	Poz-15945	VIL05-1B-1T-14, 5	7,347	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	21020	140	25077
18	Paz-15946	VIL05-18-1T-16, 5	8,61	AM8 C <sup>14</sup>	Sedimento total	22780	160	27511
19	Paz-10455	VIL05-10-17-18 13-14	9,89	AMS C14	Sedimento Istal	27000	450	31352
20	Poz-23714	VIL05-1B-1T-20, 57	11,39	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	25520	380	30325
21		WL05-1B-17-22, 42	12,3	Cripto-tefras	<5 fragmentos/gr	SIN	RESULT	ADOS
22	Poz-15948	VIL05-1B-1T-24, 12	13,22	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	27900	300	32100
23	Poz-17394	VIL 05-18-1T-28, 7	14,879	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	33300	800	38009
24	MAD-5172SDA	VIL 05-1B-1T-34	18,328	IRSL.	Sedimento alliciclástico	40421	3468	
25	Paz-17287	VIL05-1B-1T- 35, 44	19,122	AMS C <sup>14</sup>	Sedimento total	36800	800	41687
26	Poz-17249	WL05-1B-17-39, 55	21,77	AMS C <sup>11</sup>	Sedimento total	22920	360	27824
27	MAD-X	WL05-18-17-40, 51-59	22,35	IRSL	Sedimento silisiciástico	SIN	RESULT	ADOS
28		VIL05-10-17-3-40	22,00	Cripto-tefras	Sedimento areno-arcilloso	SIN	RESUL7	ADOS
29	V-49	VIL05-1B-1T-49	27	OSL	Grance individuales de cuarzo	49000	8000	
30	V-58	VIL05-1B-1T-58	31,6	OSL	Granos individuales de cuarzo	71700	9500	
31	WL-1	WL05-1B-17-61, 40-60	33	UTh	Carbonatos ciásticos	79800	2300	
32	V-67	VIL05-10-1T-67	36,55	OSL	Granos individuales de cuarzo	73300	5400	
33	V-83	WL05-1B-17-83	43,8	OSL.	Grenos individueles de cuerzo	SN	RESULT	ADOS
34	MAD-51738DA	VIL05-1B-1T-82	48,89	IRSL	Sedimento siliciclástico	72457	5152	
35	V-99	VIL05-1B-1T-89	61,5	OSL	Granos individuales de cuarzo	84700	11500	
36	MAD-S196SDA	VIL05-18-1T-103	53,591	IRSL.	Sedimento siliciclástico	83551	6815	
37		WL05-18-17-102-109	47-55,5	Palamagnatismo	Sed/mento istal	SIN RESULTADOS		
38	V-110	VIL05-1B-1T-110	56,8	08L	Granos individuales de cuarzo	104500	14100	
39	VIL-6	WL05-1B-17-112, 10-12	67,7	UTh	Travertino	85100	900	
40	V-117	VIL05-18-1T-117	59,0	OSL	Granos individuales de cuarzo	126500	16500	
41	VIL-5	WL05-10-17-118, 40	60,35	LPTh	Travertino	17800	1200	
42	VIL-2	WL05-1B-17-119, 42-49	60,82	U/Th	Gestierópodox	31800	900	
43	V-127	VIL05-1B-1T-127	63,9	OSL	Granos individuales de cuarzo	128000	9500	
44	V-136	VIL05-1B-1T-135	67,5	OSL	Granos individuales de cuarzo	134200	13200	
45	WL-3	WL05-18-17-142, 0-10	69,89	UTh	Gaeterópodos	614300	10500	
45	WL-4	WL05-18-17-144, 0-5	70,8	UPTh DOI:	Gesteropodos	840500	18200	
47	MAD-52008DA	VIL05-1B-1T-145	71,118	IRSL.	Sedimento siliciclástico	115890	8996	
48	V-148	VIL05-18-1T-148	72,7	OSL	Granos individuales de cuarzo	137100	11400	
49	MAD-52035DA	VIL05-1B-1T-149	73,4	IRSI.	Sedimento siliciciástico	120608	\$209	

Tabla 1. Relación de las 49 muestras objeto de datación, con diferentes metodologías, llevadas a cabo para obtener un modelo de edad-profundidad en la secuencia paleolacustre de 74 m de longitud de El Cañizar de Villarquemado (Teruel). En cursiva, todas las muestras que finalmente no han podido ser utilizadas en el modelo de edad definitivo, bien por falta de resultados, bien por incoherencia estratigráfica.

Table 1. List of the 49 samples subject to dating, with different methodologies, carried out to obtain an agedepth model in the 74 m-long paleolacustrine sequence of El Cañizar de Villarquemado (Teruel). In italics, all the samples that could not finally be used in the definitive age model, either due to lack of results, or due to stratigraphic inconsistency. de El Cañizar de Villarquemado. Estas dataciones, no obstante, presentan márgenes de error y requerimientos de calibración muy diferentes, que implicaron el uso de la modelización bayesiana para la asignación de una edad de calendario para cada centímetro de la secuencia (ver apartado 3 de este artículo y Figura 1).

## 2.2. El Glaciar de Monte Perdido

El glaciar de Monte Perdido es actualmente uno de los glaciares mejor monitorizados del mundo, mostrando claramente que se encuentra en un claro retroceso, con tasas de pérdida de espesor de 1 m por año desde 1981 (López-Moreno *et al.*, 2019, 2016). Por otro lado, este glaciar, localizado en el Parque Nacional de Ordesa y Monte Perdido, se encuentra en uno de los pocos lugares del Pirineo con información sobre las fluctuaciones glaciales del Holoceno. Se sabe, por ejemplo, que el glaciar avanzó durante el periodo Neoglacial, gracias a que la morrena más externa está datada en 6900 ± 800 Cl<sup>36</sup> años antes del presente (García-Ruiz et al., 2020). Están también bien identificadas, geomorfológicamente, las dos morrenas de la Pequeña Edad del Hielo (PEH) (García-Ruiz et al., 2014) pero, sin embargo, se desconoce la respuesta del glaciar a periodos cálidos anteriores como el Periodo Romano (500 BCE- 400 años CE) o la Anomalía Climática Medieval (MCA. 900 - 1300 años CE). Responder a la pregunta de qué extensión tenía el glaciar en esos periodos, e incluso determinar si había llegado a desaparecer completamente alguna vez, fue el principal objetivo del estudio y tenía que ser resuelto con la datación del hielo presente hoy en el glaciar (Moreno et al., 2021).



Figura 1. Modelo de edad del Cañizar de Villarquemado. En vertical se representa la profundidad y en horizontal la edad calibrada (Before Present). Se han representado las unidades temporales del último ciclo interglacial-glacial (LIG) con un histograma que refleja la diferente tasa de sedimentación media a lo largo de la 74 m de secuencia. Además, se representa la distribución del error tanto de las dataciones OSL como de radiocarbono. Modificada de Valero-Garcés *et al.*, (2019).

Figure 1. Depth-age model for Cañizar de Villarquemado. Depth is the vertical axis and age (calibrated years Before Present) is the horizontal. The last interglacial-glacial cycle units appear on the left coupled to the average sedimentation rate for each unit. The error distribution for the OSL and <sup>14</sup>C ages are also represented in different colours. Modified from Valero-Garcés et al., (2019).



Figura 2. Izquierda: Esquema simplificado con la posición de las 100 muestras recogidas a lo largo de la pendiente del glaciar de Monte Perdido (la línea roja I-II indica la zona del perfil estudiada, con las muestras identificadas de MP-0 a MP-100). De acuerdo al buzamiento de las capas (la inclinación es aproximada), el material más antiguo se encontraría en la base de la secuencia. En la pequeña ampliación del dibujo se representa cómo fue la obtención de muestras, midiendo espesores de 1 m de altura. Derecha: Modelo de edad del hielo del glaciar de Monte Perdido basado en la interpolación lineal de los datos de C<sup>14</sup> (Tabla 2), obtenido usando el software Clam (Blaauw, 2010; Blaauw *et al.*, 2019). El eje vertical indica el número de muestras tomadas en el glaciar, desde la muestra MP-0 hasta MP-100. Las fechas se muestran como distribuciones de la probabilidad de la edad en años calendario (en azul) mientras que la línea negra es el modelo edad-profundidad resultante (con el sombreado gris como el intervalo del 95% de confianza. En gris, se muestra un intervalo donde la acumulación de hielo fue especialmente baja, predominando los procesos de fusión. Modificada de Moreno *et al.*, (2021).

Figure 2. (Left) Simplified scheme with the position of the 100 samples collected along the slope of Monte Perdido glacier (red line I-II marks the studied profile; identification of the samples is MP-0 to MP-100). According to the ice bedding (tilt is approximate) the oldest material should be found at the bottom of the lower glacier. Note the inset with a detailed view of the sampling procedure measuring a height difference of 1 m to obtain every sample. (Right) Age model for the Monte Perdido ice sequence based on linear interpolation of <sup>14</sup>C data (Table 2), obtained using the Clam software (Blaauw, 2010; Blaauw et al., 2019). Vertical axis indicates the number of samples from MP-0 to MP-100 in coherence with left figure. The dates appear as the calendar-age probability distributions in blue, while the black line is the resulting depth-age model and the gray envelope shows the 95 % confidence interval. An interval interpreted as a period with low ice accumulation is indicated by a gray band. Modified from Moreno et al., (2021).

El método de datación más utilizado para fechar el hielo es el contaje de sus láminas anuales (Festi et al., 2017). En el caso del glaciar de Monte Perdido, y de muchos otros en zonas templadas y tropicales, donde la acumulación de hielo es mínima o el hielo está muy deformado, hay que obtener las dataciones a partir de otros métodos, en general más complejos y con mayor incertidumbre. En el caso del glaciar de Monte Perdido, en primer lugar, se muestreó el hielo actual mediante la obtención de pequeños cilindros de hielo (100 muestras de 6 cm de diámetro y 25 cm de longitud) a lo largo de un transecto altitudinal, donde se observa la estratigrafía primaria marcada por capas ricas en detritos

(Figura 2). El transecto está localizado en la zona de ablación actual, que ha sido erosionada hasta tener una pendiente de 20º.

Posteriormente se decidió datar el techo de la secuencia, es decir, las muestras de hielo más recientes, por la técnica del Cs<sup>137</sup> de cara a determinar si correspondía o no con la época actual. El enriquecimiento en la atmósfera (y posteriormente en muchos registros paleoambientales) en el isótopo Cs<sup>137</sup>, se asocia a las pruebas nucleares que tuvieron lugar en los años 50 y 60 del siglo pasado, así como a los accidentes de Chernobyl (en 1986) y de Fukushima (en 2011). En el glaciar de Monte Perdido, se analizaron cinco muestras a techo de la secuencia por espectrometría- $\gamma$  con resultado negativo, es decir, ninguna muestra mostró concentraciones de Cs<sup>137</sup> para indicar que la muestra era actual o reciente.

Para confirmar estos resultados tan sorprendentes, se muestrearon un total de 10 cilindros de hielo para el análisis de Pb<sup>210</sup> como método independiente, lo que permitiría datar aproximadamente los últimos 100-200 años del hielo del glaciar (Eichler et al., 2000; Herren et al., 2013). La determinación de la actividad del Pb<sup>210</sup> se llevó a cabo mediante la medida del nucleido "hijo", Po<sup>210</sup>, por espectrometría- $\alpha$  siguiendo la metodología descrita en (Sanchez-Cabeza et al., 1998). De nuevo, los resultados de esta técnica, al no encontrar Pb en exceso, permitieron afirmar que los últimos 100-200 años de nuestra historia no estaban registrados en el hielo actual de Monte Perdido, asumiendo así que la fusión actual había hecho desaparecer el hielo de parte de la PEH.

Una vez se supo que se contaba con un hielo mucho más antiguo de lo que se esperaba inicialmente, se procedió a datar los escasos restos orgánicos que habían quedado atrapados en las capas de hielo mediante radiocarbono. Así, en la secuencia de Monte Perdido se obtuvieron 16 dataciones por C<sup>14</sup> AMS, combinando las que utilizaron (i) materia orgánica sin determinar (9 muestras), (ii) polen concentrado (3 muestras), (iii) sedimento acumulado en filtros (2 muestras) y (iv) carbono orgánico insoluble (WIOC, water-insoluble organic carbon) (2 muestras) (Tabla 2). A continuación, se explica el método y el resultado obtenido de los cuatro tipos de muestras datados por radiocarbono:

(i) Materia orgánica sin determinar. Mediante una lupa binocular se extrajeron las partículas orgánicas que, debido a su pequeño tamaño, no pudieron ser identificadas. De estas 9 muestras, salvo una de ellas en la que se identificaron pequeños trozos de plástico como contaminación en el muestreo, el resto se incorporaron al modelo de edad.

- (ii) Polen. Los concentrados de polen se prepararon en tres muestras para completar y replicar los resultados anteriores. La preparación siguió el método estándar, incluyendo un tratamiento químico y una separación mineral por líquido denso (Moore et al., 1991). Los posibles efectos de percolación del polen en este tipo de registros no se conocen bien, pero algunos autores cuestionan el uso del polen para datar sondeos de hielo (Ewing et al., 2014), mientras que otros lo dan como método válido (Festi et al., 2017). En nuestro caso, las tres muestras ofrecieron dataciones muy antiguas, incoherentes con las anteriores, y fueron descartadas aduciendo a posibles efectos de re-deposición de material polínico más antiguo.
- (iii) Sedimento acumulado en filtros. En dos de las capas más ricas en detritos, se filtró el material usando una línea de filtración conectada a una bomba de vacío y usando filtros de fibra de cuarzo. Se obtuvo mucho sedimento, pero sin poder controlar su tipo ni su origen. Los resultados de ambas muestras fueron inválidos, probablemente como consecuencia de la mezcla de materiales de distinta edad.
- (iv) WIOC. Debido a que los fragmentos orgánicos (plantas, madera, insectos) son muy difíciles de encontrar en los glaciares de montaña. se ha desarrollado recientemente un nuevo método de datación que se basa en extraer cantidades ínfimas del carbono orgánico insoluble en agua de los aerosoles carbonáceos que se encuentran en la matriz del hielo (Uglietti et al., 2016). Se enviaron dos muestras al Laboratorio del Instituto Paul Scherrer de Suiza, donde eliminaron la parte externa de los cilindros de hielo para descontaminar y usaron el procedimiento allí desarrollado para su datación (Jenk et al., 2009). En ambos casos, se obtuvieron resultados con un error muy alto debido a la escasa materia orgánica encontrada. Aun así. una de las dos muestras pudo utilizarse para el modelo de edad (Tabla 2).

Tabla 2: Dataciones de radiocarbono de las muestras del glaciar de Monte Perdido indicando su origen, la edad de radiocarbono (edad C<sup>14</sup>) y la edad calibrada usando INTCAL13 y presentada en años calendario (CE Common Era en inglés). Las muestras en cursiva no se incluyeron en el modelo de edad (en la columna "comentarios" se explica la razón).

Table 2: Radiocarbon dating of Monte Perdido glacier samples indicating their origin, the radiocarbon age (<sup>14</sup>C age BP) and the calibrated date using INTCAL13 curve and presented in calendar years Common Era (CE). Samples in italics were not included in the depth-age model (see column "comments" and text for explanation).

ORIGEN	ETIQUETA MUESTRA	CÓDIGO <u>LABORATORIO</u>	EDAD C <sup>14</sup> BP	EDAD CALIBRADA (CE)	COMENTARIOS	
Materia orgánica sin determinar	MP-1	D-AMS 025291	2000±64	8±66	Utilizada en el modelo de edad	
	MP-42	D-AMS 025294	1554±27	462±32	Utilizada en el modelo de edad	
	MP-48	D-AMS 025295	73±33	1897±20	Descartada por contaminación con plástico	
	MP-67	D-AMS 025296	876±29	1185±31	Utilizada en el modelo de edad	
	MP-68	D-AMS 026592	1128±22	942±24	Utilizada en el modelo de edad	
	MP-69	D-AMS 026593	1230±23	730±14	Utilizada en el modelo de edad	
	MP-70	D-AMS 025297	1308±28	680±16	Utilizada en el modelo de edad	
	MP-73	D-AMS 025298	1011±25	1012±16	Utilizada en el modelo de edad	
	MP-100	D-AMS 025299	923±39	1074±31	Utilizada en el modelo de edad	
erial ado	MP-67filtro	D-AMS 029894	485±40	1429±15	Descartadas por mezcla con	
Mat	MP-81filtro	D-AMS 033972	1758±25	287±68	fracción detrítica	
WIOC	MP10m	MP10m	812±755	854±721	Descartada por el alto error	
	MP59m	MP59m	926±268	1046±242	Utilizada en el modelo de edad	
Concentrados de polen	MP-30polen	D-AMS 031464	3906±42	-2384±1332	Descartadas por los altos errores y problemas técnicos de	
	MP-70polen	D-AMS 031465	1787±37	237±255		
	MP-100polen	D-AMS 031466	1854±30	158±807	percolacion	

## 3. Producir un marco cronológico robusto: modelización bayesiana y tradicional

No existe una receta única para la producción de un modelo de edad; existen diferentes factores que nos ayudan a elegir qué método es el mejor para cada conjunto de dataciones y el tipo de registro en cuestión. Algo que, sin embargo, sí que debería ser universal es la aceptación de que un modelo es una representación de la realidad, y no la realidad en sí misma y que, por tanto, es muy necesario incluir en todos los modelos su incertidumbre. Este último aspecto se tiende a obviar en las reconstrucciones paleoambientales en las que, demasiado a menudo, se olvida que un modelo, como tal, ha de llevar una incertidumbre asociada puesto que nunca se puede tomar como una entidad real (Buck y Juárez, 2020). Una consecuencia frecuente de esto es la producción de correlaciones numéricas entre series de indicadores ambientales (proxies) provenientes de diferentes registros, y con diferentes modelos de edad, que acaban en conclusiones necesariamente espurias.

En cada uno de los casos que aquí se presentan se han empleado aproximaciones metodológicas diferentes que dan lugar al mejor modelo de edad-profundidad posible, optimizando la relación entre el número de dataciones absolutas, las características de sedimentación del registro y el conocimiento experto sobre las secuencias en cada caso.

## 3.1. El modelo de edad de Villarquemado

El modelo de edad-profundidad en la secuencia de El Cañizar de Villarguemado pudo llevarse a cabo utilizando finalmente un total de 33 muestras válidas, obtenidas a partir de 3 técnicas de datación diferentes (Figura 1). Producir un modelo de edad coherente y robusto, en este caso, implicó retos en dos frentes esencialmente: 1) un número de dataciones absolutas relativamente pequeño frente a la longitud del sondeo, y 2) la muy variable distribución del error de cada una de estas dataciones, y sus diferentes requerimientos de calibración a edades de calendario (sólo las dataciones de radiocarbono lo requieren), para producir un perfil de incertidumbre consistente con las dataciones. Por ello se eligió usar la inferencia bayesiana, a través del paquete de R rbacon v1.2 (Blaauw et al., 2021), actualmente en su versión 2.5.7, porque permitía la flexibilidad necesaria para producir un modelo de edad en el que se acomodara un número relativamente pequeño de dataciones, con errores relativamente grandes (Blaauw y Christen, 2011). Como se

mencionaba anteriormente, la inferencia bavesiana implica una aproximación numérica muy diferente a la probabilidad tradicional: en la primera, se observa la realidad, se estima la probabilidad del suceso analizado, y se actualiza esa probabilidad con nueva información que se pueda adquirir si el experimento se va repitiendo, o con información de la que se disponga "a priori". Esto es precisamente lo que hace el proceso iterativo de cadenas de Markov que reproduce la modelización bayesiana (de sus siglas en inglés MCMC -Markov Chains Monte Carlo), a través de un proceso semi-aleatorio ajustado a una regresión gamma (Blaauw y Christen 2011). En este flujo de trabajo existe un número de decisiones a tomar sobre la frecuencia en la que se quiere renovar el proceso MCMC, o lo que es lo mismo, en cuántas secciones se presume que pueden cambiar los parámetros de modelización. Estos parámetros condicionan el proceso iterativo bayesiano, de manera que los valores "a priori" se convierten en muy relevantes.

En el modelo de edad de la secuencia de Villarquemado se tenía poca información a priori sobre las tasas de sedimentación de la secuencia, así que una innovación metodológica que consideramos útil para otros grupos de investigación fue realizar un análisis de sensibilidad sobre dos de los parámetros del modelo referentes a la acumulación del depósito (acc.shape, que se refiere a la forma de la distribución gamma que rige la acumulación, y acc. Mean, que determina el valor medio de la función). Este análisis de sensibilidad implicó combinar un rango de valores para esos parámetros, generando varios modelos diferentes, para cada combinación posible. Determinar qué conjunto de valores era el óptimo, implicó extraer una datación en cada combinación, y evaluar la capacidad predictiva de cada modelo sobre esa datación. Esta aproximación de validación cruzada (también llamada "leave-one-out"), se encuentra detallada en el material suplementario de Valero-Garcés et al. (2019) y en este repositorio Zenodo (10.5281/zenodo.6371364). Con todo ello, finalmente, el modelo de edad obtenido en el registro de El Cañizar de Villarquemado recoge, de la manera más parsimoniosa posible considerando el error de las dataciones, los últimos 135.000 años de variabilidad ambiental.

## *3.2. El modelo de edad del Monte Perdido*

Para inferir la cronología del glaciar de Monte Perdido se utilizaron finalmente 9 dataciones de radiocarbono. En este caso, el mayor reto era combinar dataciones a lo largo de una secuencia de hielo, cuya dinámica de acumulación puede no ser comparable a la de un sedimento lacustre, por ejemplo, puesto que puede presentar hiatos debido a fases ablación. De hecho, como se observa en la Figura 2, la estratigrafía del hielo glaciar ya apuntaba unas tasas de acumulación de hielo muy diferentes a lo largo de la secuencia estudiada, marcándose claramente una zona (aproximadamente hacia el metro 70), donde las capas ricas en sedimentos detríticos, polvo y materia orgánica se amalgaman, apareciendo así una zona más oscura en el perfil del hielo. Este hecho nos indica que, muy probablemente, en ese periodo de tiempo que posteriormente se observa con las dataciones que corresponde con la Anomalía Climática Medieval, predominaba la ablación frente a la acumulación de hielo. De ahí que en unos pocos metros (a 65-75 m desde la base) tengamos dataciones que abarcan un gran periodo de tiempo ("zona de condensación", en la Figura 2).

En este caso, se eligió emplear un ajuste estadístico tradicional a través de una regresión lineal, empleando el paquete de R Clam v2.2 (Blaauw, 2010; Blaauw *et al.*, 2021). Como se ha indicado anteriormente, se sospechaba que había alteraciones en la continuidad de la sedimentación, con posibles periodos de tiempo en los que la acumulación de sedimento, o su preservación, se habrían alterado por procesos ajenos a la toma de muestras. Se eligió, por tanto, realizar una regresión lineal que permitiera el ajuste de las dataciones a un modelo lineal, preservando, por una parte, la incertidumbre de cada datación, y por otra, evitando simular cambios en la tasa de sedimentación que podían no ser reales. Los parámetros y el conjunto de dataciones para poder reproducir el modelo de edad del hielo de Monte Perdido, se pueden encontrar en este repositorio de Zenodo (10.5281/zenodo.3886911).

## 4. Resultados y Discusión. Ejemplos de modelos de edad combinados en nuestro territorio

## 4.1. El Cañizar de Villarquemado

El robusto modelo de edad conseguido para el registro de El Cañizar de Villarquemado, ha permitido enmarcar cronológicamente, y con la mayor precisión posible permitida por el modelo, una historia paleoambiental y una dinámica y composición de la vegetación únicas en el sur de Europa. Nos enfrentamos a una secuencia palinológica compleja, que se desmarcaba de todo lo conocido hasta el momento para el Mediterráneo occidental, por lo que sin el apoyo cronológico independiente que ha ofrecido el modelo de edad multimétodo construido, no hubiera sido posible llevar a cabo una interpretación correcta de los resultados. Así, podemos afirmar, por ejemplo, que el predominio de comunidades resilientes de Juniperus en el paisaje vegetal del interior de Iberia perduró desde finales del MIS 6 (135-130 ka BP) y durante todo el MIS 5 (130-71 ka BP), desapareciendo, sólo, con la llegada del MIS 4 (71-57 ka BP) (Figura 3). A priori, un paisaje inesperado que, hasta el momento, no se ha registrado en ningún otro punto de la cuenca Mediterránea con esta cronología. Sí existen situaciones comparables durante periodos glaciales del Pleistoceno medio (en la secuencia de Lago Grande di Monticchio, Italia, por ejemplo; Allen y Huntley, 2009), pero en ningún caso durante el Pleistoceno superior, ni siendo el principal elemento forestal durante el Eemiense, v el de las otras dos fases de expansión de leñosas ocurridas durante el MIS 5 (en el MIS 5c y 5a,



Figura 3. Diagrama palinológico de la secuencia de El Cañizar de Villarquemado con una selección de taxones o grupos de taxones, representados en edad ka BP (para conocer composición de las curvas de Leñosas, Caducifolios, plantas Mediterráneas, Estépicas y Acuáticas, ver González-Sampériz *et al.*, 2020, incluido todo el material suplementario al artículo). En el gráfico también se indican los 4 episodios de esterilidad o baja preservación polínica con sendas bandas blancas que interrumpen las curvas de los espectros palinológicos, así como, a la derecha, los límites de los estadios isotópicos marinos (MIS 6 a 1) y sub-períodos paleoclimáticos. Modificada de González-Sampériz *et al.*, (2020).

Figure 3. Palynological diagram of the sequence of El Cañizar de Villarquemado with a selection of taxa or groups of taxa, represented in age ka BP (for the composition of the curves of Woody, Deciduous, Mediterranean, Steppe and Aquatic plants, see González-Sampériz et al., 2020, including all supplementary material to the article). The graph also shows the 4 episodes of sterility or low pollen preservation with white bands that interrupt the curves of the palynological spectra, as well as, on the right, the limits of the marine isotopic stages (MIS 6 to 1) and sub -paleoclimatic periods. Modified from González-Sampériz et al., (2020).

además de en el 5e: González-Sampériz *et al.,* 2020).

Este dominio de *Juniperus*, acompañado de *Artemisia* siguiendo la misma variabilidad, es comparable con las comunidades vegetales existentes hoy en día en las tierras altas del interior de Iberia entre 900-1200 m s.n.m. (Sainz Ollero y van Staalduinen, 2012), como resultado de una continentalidad climática muy acusada. Los extremos de temperaturas máximas y mínimas resultantes de la amplitud de las curvas de insolación de verano e invierno durante ese periodo, propiciarían estas formaciones vegetales, sometidas, además, a una evapotranspiración muy intensa que implicaría un déficit hídrico estival sufi-

cientemente considerable como para impedir la tradicional expansión de caducifolios registrada en las secuencias Mediterráneas de referencia durante los episodios forestales del MIS 5 (i.e., Magri, 1999; Tzedakis *et al.*, 2006; Allen y Huntley, 2009; Sadori *et al.*, 2016). En Villarquemado, sin embargo, sólo se registran tímidos porcentajes de caducifolios en comparación a las coníferas, pero cronológicamente, no hay duda, se trata del interglacial.

Del mismo modo, haber conseguido un modelo de edad robusto y con esta precisión cronológica, nos ha permitido precisar que las condiciones más secas de todo el registro, identificadas por las facies sedimentarias y espectros palinológicos, ocurrieron durante la segunda parte de MIS 4, mientras que la primera fue relativamente húmeda, con persistencia de caducifolios tolerantes al frío, y durante todo el MIS 3 (57-29 ka BP), cuando los abanicos aluviales progradaron con facies finales distales sobre las facies lacustres y dominaba la vegetación estépica.

Como corolario, se observa que, a pesar de la incertidumbre asociada a la distribución del error de las dataciones, la inferencia bayesiana y, especialmente, nuestro análisis de sensibilidad permite asignar una edad para cada cm de la secuencia de manera robusta. Esta aproximación numérica permite tener un nivel de confianza alto en los cambios que se observan en la tasa de sedimentación a lo largo de la secuencia, independientemente de la incertidumbre del modelo. El Cañizar de Villarquemado se convierte, gracias a este desarrollo metodológico, en el registro paleolacustre mejor datado hasta el momento en lberia para el Pleistoceno superior.

# 4.2. El Glaciar de Monte Perdido

El modelo de edad del glaciar de Monte Perdido representa la primera cronología de un glaciar en la península Ibérica. Gracias a un esfuerzo importante llevado a cabo en el proyecto EXPLORA Paleo ICE, y a combinar técnicas de datación, se pudieron extraer conclusiones muy novedosas sobre la evolución de este glaciar (Figura 4).

Así, el primer resultado relevante es que la edad más antigua localizada en la base de la secuencia corresponde con el Periodo Romano. Este dato indica que, al menos desde la época Romana, un glaciar coronaba las cimas del actual Parque Nacional de Ordesa y Monte Perdido. Es esperable que ese glaciar tuviera una extensión menor que en el periodo frío del Neoglacial, hace aproximadamente 6000 años, cuando su tamaño viene indicado por la posición de la morrena más exterior (Figura 4A). El siguiente dato de interés, es que el glaciar no desapareció durante la Anomalía Climática Medieval, puesto que encontramos hielo datado de ese periodo, y anteriores. Sin embargo, sí que podemos afirmar que el glaciar estaría muy reducido (Figura 4B), debido a la concentración de capas oscuras ricas en materia orgánica y detritos que, en muy poco espesor, albergan varios siglos de la Edad Media. Gracias a las morrenas de la PEH sabemos que el glaciar volvió a avanzar durante ese periodo (Figura 4C), pero no encontramos en la actualidad hielo de esa época (Figura 4D). Es por tanto relevante señalar que hoy en día no están preservados los últimos 500-600 años de historia en el hielo del glaciar de Monte Perdido. Eso implica que el hielo de la PEH, y el que se haya acumulado desde entonces, se ha fundido y desaparecido completamente.

Este hecho muestra, de manera fehaciente, que la fusión de estas últimas décadas está ocurriendo a pasos agigantados, y que la situación del glaciar de Monte Perdido hoy en día, no es, en ningún modo, semejante a la de otros periodos cálidos anteriores, como la Anomalía Climática Medieval (cuando el glaciar se redujo, pero no desapareció). Estudios paleoambientales como éste, con un fuerte apoyo de los datos en un modelo de edad robusto e independiente, ayudan a establecer un marco temporal al calentamiento actual y contextualizar, en este caso en los últimos 2000 años, la evolución de un glaciar hoy en vías de desaparición.

# 5. Conclusiones

Enfrentarse al reto de obtener una buena cronología en un estudio paleoambiental Cuaternario se convierte muchas veces en un largo y complejo proceso que precisa de tiempo, financiación, colaboración y aproximaciones multi-método ingeniosas. "Cronología extrema: generación de modelos cronológicos robustos cuando todo está en contra", es una muestra de parte de ello, basada en los ejemplos de la Laguna del Cañizar de Villarquemado (135.000 años de variada e inesperada historia de la vegetación en el interior del NE peninsular), y el glaciar de Monte Perdido (icónico y complejo depósito de hielo del Piri-



Figura 4. Transectos esquemáticos (de sur a norte) del circo de Marboré, mostrando de modo tentativo la reconstrucción del glaciar de Monte Perdido en cuatro etapas de su evolución. A) periodo Neoglacial (aproximadamente, hace 6000-5000 años, donde se indica la morrena (García-Ruiz *et al.*, 2020). Esta figura representa el máximo avance glaciar durante el periodo Neoglacial. (B) Anomalía Climática Medieval (ACM, 900 -1300 años CE), un periodo en el que el glaciar retrocedió y la ablación causó la concentración de restos orgánicos formando capas oscuras en el hielo glacial. (C) Pequeña Edad del Hielo (PEH, 1300 - 1850 años CE) cuando el glaciar alcanzaba la posición de las morrenas de la PEH, representando así su máximo avance durante ese periodo frío. (D) Situación actual, caracterizada por la división en dos cuerpos del glaciar de Monte Perdido, la fusión total del hielo de la PEH y las pendientes pronunciadas causadas por la fusión. Modificada de Moreno *et al.*, (2021). *Figure 4. Schematic geomorphic transects (south to north) taken from the Marboré Cirque, showing the tentative* 

Figure 4. Schematic geomorphic transects (south to north) taken from the Marbore Cirque, showing the tentative reconstruction of Monte Perdido glacier during four main stages. A) Neoglacial Period (ca. 5000 - 6000 cal yr BP) where the Neoglacial moraine is indicated (García-Ruiz et al., 2020). This figure represents the state of maximum glacier advance during the Neoglacial period. (B) Medieval Climate Anomaly (900-1300 CE), a period when the glacier retreated and ablation caused a concentration of debris and organic remains form dark layers in the glacier ice. (C) Little Ice Age (1300-1850 CE), with the MPG reaching the LIA moraines position, thus represented at its maximum advance during that period. (D) Present-day situation characterized by the MPG divided into two ice bodies, no ice remaining from the LIA, and very steep slopes. Modified from Moreno et al., (2021).

neo central sometido a avances, retrocesos e importantes pérdidas por deshielo a lo largo de su historia).

Partiendo de la incontestable necesidad (y obligación) de acotar cronológicamente estos y todos los registros paleoclimáticos de forma robusta, contando con evidencias independientes y no por comparación o "tuning" (en inglés), este trabajo muestra lo importante que resulta poder combinar distintas técnicas de datación y diferentes tipos de muestras si es necesario, y posible, y el modo más adecuado de hacerlo. Esto es, el cómo, el por qué, y el para qué, incluyendo los fracasos o resultados no válidos. Sólo consiguiendo un buen modelo de edad-profundidad podemos conocer con seguridad y precisión la rapidez de las transiciones climáticas del pasado, calibrar la respuesta de diferentes ecosistemas ante un cambio ambiental o establecer la sincronía-asincronía con la que ocurren ciertos cambios en zonas alejadas del planeta, pero quizá interconectadas. Sumar a la complejidad de la investigación paleoclimática y/o paleoambiental, hipótesis fundamentadas en cronologías pobres, no ayuda al avance del conocimiento, y no es algo que nos podamos permitir. Al contrario. Así, un conocimiento experto, conseguido a partir de equipos multidisciplinares y aproximaciones metodológicas variadas, que incluyen diferentes sistemas de dataciones, márgenes de error variados y sistemas de calibración distintos, es difícil pero posible, incorporando una inferencia bayesiana, por ejemplo. Sirvan este trabajo, y los dos casos expuestos en él, como ejemplo y objetivo mismo, de cualquier estudio en registros Cuaternarios.

## Agradecimientos

Se agradece la financiación a la Agencia Española de Investigación (AEI) y al Fondo Europeo para el Desarrollo Regional (FEDER) mediante los proyectos PYCACHU (PID2019-106050RB-100), DINAMO3 (CGL2015-69160-R), DINAMO2 (CGL2012-33063), DINAMO (CGL2009-07992) y PaleoICE EXPLORA (CGL2015-72167-EXP), así como a todas las personas que ayudaron en el trabajo de campo y en el posterior análisis e interpretación de los datos obtenidos en ambas secuencias paleoambientales. Esta es una contribución del Grupo del Gobierno de Aragón "Geomorfología y Cambio Global" (ref E02-20R).

## Bibliografía

- Allen, J.R.M., Huntley, B., (2009). Last Interglacial palaeovegetation, palaeoenvironments and chronology: a new record from Lago Grande di Monticchio, southern Italy. *Quaternary Science Reviews* 28, 1521-1538. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2009.02.013
- Aranbarri, J., González-Sampériz, P., Valero-Garcés, B., Moreno, A., Gil-Romera, G., Sevilla-Callejo, M., García-Prieto, E., Di Rita, F., Mata, M.P., Morellón, M., Magri, D., Rodríguez-Lázaro, J., Carrión, J.S., (2014). Rapid climatic changes and resilient vegetation during the Lateglacial and Holocene in a continental region of southwestern Europe. *Global and Planetary Change* 114, 50-65. https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2014.01.003

- Baldini, J.U.L., Lechleitner, F.A., Breitenbach, S.F.M., van Hunen, J., Baldini, L.M., Wynn, P.M., Jamieson, R.A., Ridley, H.E., Baker, A.J., Walczak, I.W., Fohlmeister, J., (2021). Detecting and quantifying palaeoseasonality in stalagmites using geochemical and modelling approaches. *Quaternary Science Reviews* 254, 106784. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2020.106784
- Bayes, T., Price, I, (1763). LII. An essay towards solving a problem in the doctrine of chances. By the late Rev. Mr. Bayes, F. R. S. communicated by Mr. Price, in a letter to John Canton, A. M. F. R. S. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London* 53, 370-418. https://doi.org/10.1098/rstl.1763.0053
- Blaauw, M., (2010). Methods and code for 'classical' age-modelling of radiocarbon sequences. Quaternary Geochronology 5, 512-518. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2010.01.002
- Blaauw, M., Christen, J. Andres, López, M.A.A., Vázquez, J.E., González, Ó.M., Belding, T., Theiler, J., Gough, B., Karney, C., (2021). rbacon: Age-Depth Modelling using Bayesian Statistics. https://cran.r-project.org/web/packages/rbacon/rbacon.pdf
- Blaauw, M., Christen, J.A., (2011). Flexible Paleoclimate Age-Depth Models Using an Autoregressive Gamma Process. *Bayesian Analysis* 6, 457-474. https://doi.org/10.1214/ ba/1339616472
- Blaauw, M., Christen, J.A., Vázquez, J.E., Goring, S., 2021. clam: Classical Age-Depth Modelling of Cores from Deposits. CRAN (2019). URL https://CRAN.R-project.org/package=clam
- Brauer, A., Hajdas, I., Blockley, S.P.E., Bronk Ramsey, C., Christl, M., Ivy-Ochs, S., Moseley, G.E., Nowaczyk, N.N., Rasmussen, S.O., Roberts, H.M., Spötl, C., Staff, R.A., Svensson, A., (2014). The importance of independent chronology in integrating records of past climate change for the 60-8 ka INTIMATE time interval. *Quaternary Science Reviews*, 106, 47-66. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2014.07.006
- Buck, C.E., Juárez, M.A., (2020). Modelización bayesiana de radiocarbono para principiantes, in: Métodos cronométricos en arqueología, prehistoria y paleontología, 2020, ISBN 978-84-17946-34-0, págs. 297-314. https:// eprints.whiterose.ac.uk/174268/
- Eichler, A., Schwikowski, M., Gäggeler, H.W., Furrer, V., Synal, H.-A., Beer, J., Saurer, M., Funk, M., (2000). Glaciochemical dating of an ice core from upper Grenzgletscher (4200 m a.s.l.).

*Journal of Glaciology* 46, 507-515. https://doi. org/10.3189/172756500781833098

- Ewing, M.E., Reese, C.A., Nolan, M.A., (2014). The potential effects of percolating snowmelt on palynological records from firn and glacier ice. *Journal of Glaciology* 60, 661-669. https://doi. org/10.3189/2014JoG13J158
- Festi, D., Carturan, L., Kofler, W., dalla Fontana, G., de Blasi, F., Cazorzi, F., Bucher, E., Mair, V., Gabrielli, P., Oeggl, K., (2017). Linking pollen deposition and snow accumulation on the Alto dell'Ortles glacier (South Tyrol, Italy) for sub-seasonal dating of a firn temperate core. *The Cryosphere* 11, 937-948. https://doi. org/10.5194/tc-11-937-2017
- García-Ruiz, J.M., Palacios, D., Andrés, N. de, Valero-Garcés, B.L., López-Moreno, J.I., Sanjuán, Y., (2014). Holocene and 'Little Ice Age' glacial activity in the Marboré Cirque, Monte Perdido Massif, Central Spanish Pyrenees. *The Holocene* 24, 1439-1452. https://doi. org/10.1177/0959683614544053
- García-Ruiz, J.M., Palacios, D., Andrés, N., López-Moreno, J.I., (2020). Neoglaciation in the Spanish Pyrenees: a multiproxy challenge. *Med. Geosc. Rev.* 2, 21-36. https://doi.org/10.1007/ s42990-020-00022-9
- González-Sampériz, P., Gil-Romera, G., García-Prieto, E., Aranbarri, J., Moreno, A., Morellón, M., Sevilla-Callejo, M., Leunda, M., Santos, L., Franco-Múgica, F., Andrade, A., Carrión, J.S., Valero-Garcés, B.L., (2020). Strong continentality and effective moisture drove unforeseen vegetation dynamics since the last interglacial at inland Mediterranean areas: The Villarquemado sequence in NE Iberia. *Quaternary Science Reviews* 242, 106425. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2020.106425
- González-Sampériz, P., Leroy, S.A.G., Carrión, J.S., Fernández, S., García-Antón, M., Gil-García, M.J., Uzquiano, P., Valero-Garcés, B., Figueiral, I., (2010). Steppes, savannahs, forests and phytodiversity reservoirs during the Pleistocene in the Iberian Peninsula. *Review of Palaeobotany and Palynology*, Iberian Floras through Time: Land of Diversity and Survival 162, 427-457. https://doi.org/10.1016/j.revpalbo.2010.03.009
- Hajdas, I., (2008). Radiocarbon dating and its applications in Quaternary studies. E&G Quaternary Sci. J. 57, 2-24. https://doi.org/10.3285/ eg.57.1-2.1
- Herren, P.-A., Eichler, A., Machguth, H., Papina, T., Tobler, L., Zapf, A., Schwikowski, M., (2013). The onset of Neoglaciation 6000 years ago

in western Mongolia revealed by an ice core from the Tsambagarav mountain range. *Quaternary Science Reviews* 69, 59-68. https:// doi.org/10.1016/j.quascirev.2013.02.025

- Jenk, T.M., Szidat, S., Bolius, D., Sigl, M., Gäggeler, H.W., Wacker, L., Ruff, M., Barbante, C., Boutron, C.F., Schwikowski, M., (2009). A novel radiocarbon dating technique applied to an ice core from the Alps indicating late Pleistocene ages. *Journal of Geophysical Research: Atmospheres* 114. https://doi. org/10.1029/2009JD011860
- Leunda, M., González-Sampériz, P., Gil-Romera, G., Bartolomé, M., Belmonte-Ribas, Á., Gómez-García, D., Kaltenrieder, P., Rubiales, J.M., Schwörer, C., Tinner, W., Morales-Molino, C., Sancho, C., (2019). Ice cave reveals environmental forcing of long-term Pyrenean tree line dynamics. *Journal of Ecology* 107, 814-828. https://doi.org/10.1111/1365-2745.13077
- Lian, O.B., Roberts, R.G., (2006). Dating the Quaternary: progress in luminescence dating of sediments. *Quaternary Science Reviews*, Dating the Quaternary: progress in luminescence dating of sediments 25, 2449-2468. https:// doi.org/10.1016/j.quascirev.2005.11.013
- López-Moreno, J.I., Alonso-González, E., Monserrat, O., Del Río, L.M., Otero, J., Lapazaran, J., Luzi, G., Dematteis, N., Serreta, A., Rico, I., Serrano-Cañadas, E., Bartolomé, M., Moreno, A., Buisan, S., Revuelto, J., (2019). Ground-based remote-sensing techniques for diagnosis of the current state and recent evolution of the Monte Perdido Glacier, Spanish Pyrenees. J. *Glaciol.* 65, 85-100. https://doi.org/10.1017/ jog.2018.96
- López-Moreno, J.I., Revuelto, J., Rico, I., Chueca-Cía, J., Julián, A., Serreta, A., Serrano, E., Vicente-Serrano, S.M., Azorin-Molina, C., Alonso-González, E., García-Ruiz, J.M., (2016). Thinning of the Monte Perdido Glacier in the Spanish Pyrenees since 1981. *The Cryosphere* 10, 681-694. https://doi.org/10.5194/tc-10-681-2016
- Magri, D., (1999). Late Quaternary vegetation history at Lagaccione near Lago di Bolsena (central Italy). *Review of Palaeobotany and Palynology* 106, 171-208. https://doi. org/10.1016/S0034-6667(99)00006-8
- Moore, P.D., Webb, J.A., Collinson, M.E., (1991). Pollen Analysis, Second. ed. Blackwell Scientific Publications.
- Moreno, A., Bartolomé, M., López-Moreno, J.I., Pey, J., Corella, J.P., García-Orellana, J., Sancho, C., Leunda, M., Gil-Romera, G., González-

Sampériz, P., Pérez-Mejías, C., Navarro, F., Otero-García, J., Lapazaran, J., Alonso-González, E., Cid, C., López-Martínez, J., Oliva-Urcia, B., Faria, S.H., Sierra, M.J., Millán, R., Querol, X., Alastuey, A., García-Ruíz, J.M., (2021). The case of a southern European glacier which survived Roman and medieval warm periods but is disappearing under recent warming. *The Cryosphere* 15, 1157-1172. https://doi. org/10.5194/tc-15-1157-2021

- Osete, M.-L., Martín-Chivelet, J., Rossi, C., Edwards, R.L., Egli, R., Muñoz-García, M.B., Wang, X., Pavón-Carrasco, F.J., Heller, F., (2012). The Blake geomagnetic excursion recorded in a radiometrically dated speleothem. *Earth and Planetary Science Letters* 353-354, 173-181. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2012.07.041
- R Development Core Team, (2020). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria.
- R Studio CoreTeam, (2019). RStudio: Integrated Development for R. URL http://www.rstudio. com/
- Rubio, J. C. y Simón, J. L. (2007). Tectonic subsidence v. erosional lowering in a controversial intramontane depression: the Jiloca basin (Iberian Chain, Spain), *Geological Magazine*, 144, 127-141, https://doi.org/10.1017/ S0016756806002949
- Sadori, L., Koutsodendris, A., Masi, A., Bertini, A., Combourieu-Nebout, N., Francke, A., Kouli, K., Joannin, S., Mercuri, A.M., Peyron, O., Torri, P., Wagner, B., Zanchetta, G., Sinopoli, G., Donders, T.H., (2016). Pollen-based paleoenvironmental and paleoclimatic change at Lake Ohrid (SE Europe) during the past 500 ka. *Biogeosciences* 13, 1423-1437. https://doi. org/10.5194/bg-13-1423-2016
- Sainz Ollero, H., Van Staalduinen, M., (2012). Iberian steppes. In: Werger, M.J.A., van Staaldui-

nen, M.A. (Eds.), Eurasian Steppes. Ecological Problems and Livelihoods in a Changing World. Springer, Dordrecht, Netherland, pp. 273-288. https://doi.org/10.1007/978-94-007-3886-7 9

- Sanchez-Cabeza, J.A., Masqué, P., Ani-Ragolta, I., (1998). 210Pb and210Po analysis in sediments and soils by microwave acid digestion. J Radioanal Nucl Chem 227, 19-22. https://doi. org/10.1007/BF02386425
- Tzedakis, P.C., Hooghiemstra, H., Palike, H., (2006). The last 1.35 million years at Tenaghi Philippon: revised chronostratigraphy and longterm vegetation trends. *Quaternary Science Reviews* 25 (23-24), 3416-3430. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2006.09.002
- Tylmann, W., Zolitschka, B., (2020). Annually Laminated Lake Sediments—Recent Progress. *Quaternary* 3, 5. https://doi.org/10.3390/ quat3010005
- Uglietti, C., Zapf, A., Jenk, T.M., Sigl, M., Szidat, S., Salazar, G., Schwikowski, M., (2016). Radiocarbon dating of glacier ice: overview, optimisation, validation and potential. *The Cryosphere* 10, 3091-3105. https://doi.org/10.5194/tc-10-3091-2016
- Valero-Garcés, B.L., González-Sampériz, P., Gil-Romera, G., Benito, B.M., Moreno, A., Oliva-Urcia, B., Aranbarri, J., García-Prieto, E., Frugone, M., Morellón, M., Arnold, L.J., Demuro, M., Hardiman, M., Blockley, S.P.E., Lane, C.S., (2019). A multi-dating approach to age-modelling long continental records: The 135 ka El Cañizar de Villarquemado sequence (NE Spain). *Quaternary Geochronology* 54, 101006. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2019.101006

*Recibido el 23 de marzo de 2022 Aceptado el 5 de septiembre de 2022* 



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

# Cronofunciones: modelización estadística de conjuntos de dataciones numéricas para el estudio del Cuaternario: Ejemplos para la Península Ibérica

Chronofunctions: statistical modelling of numerical date-sets in Quaternary Research: Examples for the Iberian Peninsula

Silva, P.G.<sup>(1)</sup>; Roquero, E.<sup>(2)</sup>

(1) Dpto. Geología, Universidad de Salamanca, Escuela Politécnica Superior. Ávila Spain. pgsilva@usal.es (2) Dpto. Edafología. E.T.S.I.A. Universidad Politécnica de Madrid. Madrid, Spain. elvira.roquero@upm.es

#### Resumen

El presente trabajo analiza el uso de funciones matemáticas geocronológicas para el establecimiento de marcos cronológicos teóricos en el análisis de diferentes procesos acaecidos durante el periodo Cuaternario. El progresivo aumento de dataciones absolutas obtenidas mediante diferentes métodos (C<sup>14</sup>, TL, OSL, ESR, TH/U, Cosmogénicos, etc.) de yacimientos arqueológicos, sedimentos y formas del relieve (p.ej.: terrazas fluviales) hace posible el desarrollo de funciones geocronológicas cada vez más precisas. Entre las más utilizadas se encuentran las funciones de distribución de probabilidades de fechas C<sup>14</sup> (SPD y SPDR), funciones de frecuencias acumuladas y funciones de regresión (lineales, potenciales, logarítmicas y polinómicas). En este trabajo nos centramos en las dos últimas indicando su creciente utilidad para la determinación de periodos de sedimentación, erosión, formación de suelos y su comparación con curvas paleoclimáticas derivadas de análisis isotópicos (p.ej. O<sup>18</sup>), así como la utilización de regresiones logarítmicas y polinómicas de diferente orden para el establecimiento de marcos cronológicos en la evolución de valles fluviales en función de la altura relativa de sus sistemas de terrazas.

**Palabras clave:** Dataciones, Funciones de Frecuencia acumulada, Funciones de Probabilidad, Regresiones estadísticas, Terrazas fluviales, sedimentos, suelos, Cuaternario.

#### Abstract

The present work analyses the use of mathematical functions for the establishment of theoretical chronological frameworks for the analysis of different processes during the Quaternary period. The progressive increase of dating by different methods (<sup>14</sup>C, TL, OSL, ESR, TH/U, Cosmogenic, etc.) of archaeological sites, sediments, and landforms (e.g., fluvial terraces) makes possible the development of more and more precise

https://doi.org/10.17735/cyg.v36i3-4.93733

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



geochronological functions. Among the most used are <sup>14</sup>C date probability distribution functions (SPD and SPDR), cumulative frequency functions and regression functions (linear, power, logarithmic and polynomial). In this work we focus on the last two, indicating their increasing usefulness for the determination of sedimentation periods, erosion, soil formation and their comparison with paleoclimatic curves derived from isotopic analysis (e.g., <sup>18</sup>O), as well as the use of logarithmic and polynomial regressions of different orders for the establishment of chronological frameworks for the evolution of fluvial valleys according to the relative height of their terrace systems.

**Key words:** Dating, Cumulative Frequency Functions, Probability Functions, Statistical Regressions, Fluvial terraces, Sediment, Soils, Quaternary.

## 1. Introducción

El aumento del número de dataciones absolutas (C<sup>14</sup>, Th/U, TL, OSL, IRSL, ESR, etc.) durante las dos primeras décadas del siglo XXI, en sedimentos y suelos cuaternarios, así como en vacimientos arqueológicos de diferente edad, ha permitido la implementación de funciones matemáticas para caracterizar una gran variedad de procesos a lo largo del tiempo. Estas funciones geocronológicas, en diferentes versiones estadísticas, establecen ecuaciones de media móvil, curvas de frecuencia acumulada y regresiones lineales, potenciales, logarítmicas o polinómicas (las más complejas) que permiten establecer marcos geocronológicos de referencia a nivel regional. Las ecuaciones de media móvil (más simples) o curva de frecuencia acumulada (más complejas), permiten establecer curvas de máximos y mínimos comparables con curvas de estadios isotópicos marinos (MIS u OIS), admitiendo inferencias de tipo paleoclimático en, por ejemplo, la formación de calcretas (Candy y Black, 2009), y la alternancia de fases de sedimentación, erosión y formación de suelos (Silva et al., 2020; Rodríguez-Lloveras et al., 2020). En grado más complejo, las ecuaciones polinómicas de 2º y 3er orden permiten establecer curvas sinusoidales para calcular la edad teórica de los niveles de terrazas fluviales en función de sus alturas relativas respecto a los thalwegs (Silva et al., 2017). Por un lado, las ecuaciones de regresión lineales, potenciales o logarítmicas más simples, permiten establecer tendencias (trends) en las tasas de elevación, erosión, encajamiento fluvial (Cunha et al.,

2008) o formación de suelos (Roquero et al., 2015), entre otras. Estas últimas, han permitido la correlación de las edades de las terrazas con determinados índices de evolución edáfica, técnica esta ensavada desde la década de 1980-1990 en el SW de EEUU (i.e. Harden, 1982; Harden y Taylor, 1983; McFadden y Weldon, 1987) y en la zona Mediterránea (i.e. Alonso et al., 1994; Roquero et al., 1997), encontrándose una revisión y aplicación de los mismos en Sauer (2010) y Roguero et al., (2015). Por otro lado, el cálculo de tasas de sedimentación ha sido aplicado muy intensamente en el análisis y datación de sondeos de zonas lacustres en Pirineos, Cantábrica y Sistema Central, fundamentalmente durante la deglaciación y el Holoceno (i.e. Moreno et al., 2011; 2014; Larasoaña et al., 2010; Valero-Garcés et al., 2019), pero también se ha aplicado en sistemas lagunares litorales (i.e. Mediato et al., 2020; Torres et al., 2021). Si bien es cierto, que este tipo de trabajos son aplicados a un solo sondeo o conjunto de sondeos en lagos post-glaciares o litorales de una misma zona, también lo es que pretenden alcanzar conclusiones de carácter regional (p.ej. Turú et al., 2021). En ocasiones este tipo de análisis combinan dataciones de distintos métodos (OSL, C<sup>14</sup>, Th/U) para establecer modelos robustos de edad para el cálculo de tasas de sedimentación (Valero-Garcés et al., 2019), pero no establecen funciones geocronológicas al respecto y queda, por tanto, fuera de los objetivos de este artículo.

Mención aparte, lo constituyen las denominadas "Summed Calibrated Date Range Distributions" (SCDRD) o "Summed Probability Distributions" (SPD) de fechas C<sup>14</sup> ampliamente utilizadas en argueología (Williams, 2012; Crema et al. 2017). Estas distribuciones, se derivan de las curvas de calibración de C14 mediante el programa IntCal03, InCal04 o sucesivas versiones más modernas (Reimer et al., 2013), así como otros programas de calibración de las universidades de Oxford (OxCal), Colonia (CalPal) o Sheffield (Bcal) fundamentados en la estadística Bayesiana (i.e. Weninger et al., 2006; Ramsey, 2017). Una de las versiones más reciente es el paquete de software "Rcarbon" (Crema y Bevan, 2020) que permite el análisis de grandes colecciones de fechas C14 calibradas, con especial énfasis en este enfoque de "fecha como dato" (date as data). Ofrece funciones básicas de calibración, así como un conjunto de tests estadísticos para analizar las fechas calibradas agregadas (e.g. Funciones de Densidad de Kernel), utilizando el método comúnmente conocido como distribuciones de probabilidad sumadas de las fechas de radiocarbono (SPD). En general, estas funciones estadísticas utilizan la gran cantidad de dataciones C14 provenientes de yacimientos arqueológicos de una región o continente, para establecer curvas de probabilidad en forma de distribuciones de frecuencia que ilustren la dinámica de las poblaciones paleolíticas, neolíticas u otros periodos de la Prehistoria. En la Península Ibérica se han llevado a cabo diferentes estudios regionales, destacando por su entidad los realizados por Balsera et al. (2015), Drake et al. (2017) y Blanco-González et al. (2018), sobre la dinámica de las poblaciones neolíticas. El último de los trabajos citados ha sido incluso utilizado para definir la base del último piso del Holoceno (Meghalayense) con referencia a la cuenca del Mediterráneo occidental (Walker et al., 2018).

En cualquiera de los casos comentados, la ventaja de este tipo de cronofunciones es el uso de dataciones publicadas en distintas revistas científicas y enfocadas a diferentes temáticas (paleoclima, paleosismicidad, paleohidrología, datación de yacimientos arqueológicos) para establecer marcos geocronológicos regionales de diferentes procesos. Por tanto, carecen de "sesao" o "bias" específicos y pueden considerarse como construcciones matemáticas objetivas. Una vez debidamente clasificadas y agrupadas temporalmente, el conjunto de dataciones disponibles para la zona a estudiar permiten obtener funciones geocronológicas o curvas de probabilidad que reflejan los procesos a analizar con el detalle temporal que permitan las dataciones disponibles. El único pero que se puede hacer a este tipo de análisis matemáticos es que se puedan mezclar fechas procedentes de diferentes métodos de datación. Este problema puede ser parcialmente soslavado incorporando al análisis los niveles de incertidumbre asociados ( $\pm 2\sigma$ ), aunque estos suelen ser muy diferentes entre los diferentes métodos de datación (Silva et al., 2020). No obstante, lo deseable es utilizar fechas del mismo método, como hacen las funciones SCDRD o SPD con fechas C14 (Williams, 2012; Crema et al., 2017) o los análisis de distribución de frecuencias acumuladas con fechas Th/U para la geocronología de formación de calcretas en el SE peninsular realizado por Candy y Black (2009). El problema de las fechas C<sup>14</sup> es su pequeño rango de aplicación (últimos 50 ka para las dataciones AMS), lo que deja fuera de su alcance al 98% del periodo Cuaternario. En el caso de las series del Uranio (Th/U), la espectrometría α alcanza un rango máximo de edad de los 400-500 ka dependiendo del material a datar, aunque su fiabilidad óptima se encuentra por debajo de los 300 ka (Schwarcz, 1989; Simpson y Grün, 1998). La utilización de espectrometría de ionización térmica (TIMS) puede llegar a edades de entre 600 - 800 ka en los casos más favorables (Cheng et al., 2013). No obstante, muchas veces su aplicación a sistemas no completamente cerrados como pueden ser los espeleotemas en algún caso, así como gasterópodos, moluscos u otra biota fósil contenida en terrazas marinas no ofrece la fiabilidad o el detalle suficiente como para poder diferenciar entre subestadios isotópicos (Muhs et al., 2015) y muchas veces es la geomorfología y estratigrafía de detalle de los afloramientos las que permiten discernir los diferentes episodios (e.g. Hillaire Marcel et *al.*, 1996; Zazo *et al.*, 2002). En la actualidad los métodos más aplicables y versátiles para el estudio del Pleistoceno (s.l.) son los basados en la Luminiscencia, ya sea Termoluminiscencia simple (TL), la ópticamente estimulada (OSL), infrarroja, (IRSL) o la resonancia electro-espín (ESR) con la que se puede alcanzar hasta casi los 2 Ma (Duval *et al.*, 2020).

## 2. Metodología

Este apartado lo hemos subdividido siguiendo los tres grandes grupos de procedimientos matemáticos y estadísticos que se utilizan para el desarrollo de los distintos tipos de cronofunciones: (a) Curvas de frecuencia acumulada; (b) Ecuaciones de regresión lineales, logarítmicas, polinómicas etc. y (c) Funciones probabilísticas SCDRD o SPD para fechas C<sup>14</sup>. En todos los casos el rango temporal de aplicación de estas cronofunciones dependerá de la extensión temporal, cantidad y calidad de las colecciones de dataciones que se utilicen para su desarrollo. No obstante, en todos ellos las cronofunciones propuestas se podrán extrapolar hacia tiempos más antiguos en los que no se tengan dataciones y su fiabilidad dependerá de los coeficientes de correlación (R<sup>2</sup>) de las funciones obtenidas. Como ya se ha indicado los casos más favorables serán aquellos en que se utilicen dataciones procedentes de un único método (OSL, Th/U, C<sup>14</sup>, etc.), aunque en la mayoría de los casos estas no suelen ser suficientes.

# 2.1. Curvas de Frecuencia acumulada

Cualquier análisis que genere una distribución de frecuencias a partir de datos geocronológicos debe tener en cuenta no sólo las edades en sí, sino las incertidumbres asociadas a cada estimación de edad, es decir los  $\pm$  asociados (Candy y Black, 2009). En la mayoría de los métodos de datación las estimaciones de edad suelen representar los valores medios o centroides de una distribución de datos brutos, mientras que el tamaño de la incertidumbre ( $\pm$ ) refleja la forma y el rango de la distribución en ese conjunto de datos. Esto es particularmente cierto cuando se mezclan fechas procedentes de distintos métodos de datación (Silva et al., 2020) o incluso cuando se mezclan fechas procedentes de un mismo método de datación, pero con distinta tecnología y diferente grado de precisión analítica, como por ejemplo Espectrometría de Masas Alfa o Espectrometría de Masas Ionizadas Térmicamente (TIMS) en series U/ Th (Candy y Black, 2009). La espectrometría Alfa genera incertidumbres mayores (ca. 20 - 30%) que la TIMS para conjuntos de muestras del mismo rango de edad. El factor edad también interviene en los análisis de distribución de frecuencias ya que, por lo general, cuanto más joven es la muestra menor es el grado de incertidumbre, desde unos cientos de años para muestras holocenas hasta decenas de miles de años para muestras pleistocenas y esto es aplicable a la mayor parte de los métodos de datación. Las incertidumbres asociadas reflejarán el grado de dispersión en el conjunto de datos, que puede visualizarse mediante un simple análisis isocronológico de regresión lineal. Así pues, los conjuntos de datos que cuentan con coeficientes de correlación (R<sup>2</sup>) próximos a uno tendrán menores incertidumbres que aquellos otros con mayor grado de dispersión (R<sup>2</sup> << 0.8). Por lo general es recomendable utilizar conjuntos de datos con el mismo rango de incertidumbre, sigma 2 a ser posible.

Para tener en cuenta las incertidumbres asociadas al conjunto de dataciones a analizar es necesario ponderar tanto las edades como las incertidumbres dentro de la distribución de frecuencias (Candy y Black, 2009). Para ello, se ha de dividir el período de tiempo cubierto por el conjunto de datos en intervalos temporales homogéneos (bins) acordes al detalle que se busque, por ejemplo 5.000 años (5 ka) para el conjunto de datos pleistocenos (Candy y Black, 2009; Roquero et al., 2019) o 500 años (0,5 ka) para el conjunto de datos Holocenos, (Silva et al., 2020; 2021). La aparición de edades e incertidumbres en un intervalo dado (bin) queda ponderado por una puntación (score) para cada edad y su incertidumbre asociada a un valor máximo de 3 puntos (Fig. 1). Como la edad en sí es el resultado más probable de la distribución dentro de una serie de conjuntos de datos, se pondera con la puntuación más alta (score = 3), mientras que el rango de las incertidumbres, al ser una edad potencial menos probable pero aún significativa, se pondera con una puntuación más baja (score = 1). Por lo tanto, cualquier intervalo temporal que contenga una estimación de edad dentro de su rango recibe un score de 3, mientras que cualquier intervalo que se superponga a la incertidumbre asociada (±) a una sola estimación de edad recibe una puntuación de 1. Por consiguiente, un intervalo (bin) que contenga una edad (3) a la que se le superponga una incertidumbre (1) recibiría un score de 4 (3+1). Como ilustra la Figura 1, un intervalo que contenga dos edades y se le superponga una incertidumbre recibirá un score de 7 (3+3+1) que es la metodología utilizada en las curvas de frecuencia acumulada utilizadas por Candy y Black (2009), Roquero et al. (2019) y Silva et al. (2020) para series de datos pleistocenas. Cuando los conjuntos de datos son más numerosos y robustos se puede modificar el método considerando bins temporales más

pequeños (500 años) y ponderando los scores a una relación igualitaria entre valor máximo, valor medio y valor mínimo a un 1+1+1 (=3). De esta manera un bin que contenga estos tres valores (incertidumbre muy baja  $\leq \pm 0.05$ ) obtendrá una puntuación de 3, mientras que si solo contiene edad máxima + media o media + mínima se le da un valor de 2 (Silva *et al.*, 2020; 2021). El resto de los intervalos solapados por una incertidumbre solo tendrán un valor de 1.

## 2.2. Curvas de Regresión (lineales, potenciales, logarítmicas, polinómicas)

Estas son comúnmente utilizadas en multitud de estudios morfométricos para el análisis de perfiles longitudinales de ríos, factores de erosividad, índices indicadores de actividad neotectónica, ecuaciones de difusión de fallas y por supuesto, en el establecimiento de tasas de erosión, sedimentación, elevación tectónica y fault slip. Aunque el uso de este tipo de cronofunciones se utiliza desde los años ochenta para el análisis temporal de cronosecuencias edáficas en terrazas fluvia-



Figura 1: Método utilizado por Candy y Black (2009) para la construcción de curvas de frecuencia acumulada para la formación de calcretas en el SE de España. El valor de la datación otorga la máxima puntuación (score = 3), mientras que el de la incertidumbre (±) otorga la puntuación mínima (score = 1) a aquellos intervalos temporales (bins) a los que se superponga.

Figure 1: Method used by Candy and Black (2009) for the construction of cumulative frequency curves for calcrete formation in SE Spain. The mean ages of dating give the maximum score (= 3), while the uncertainty values (±) give the minimum score (= 1) to those time bins (temporal intervals) to which it extends or overlaps.



Fig. 2. Extrapolación lineal de las edades de las terrazas fluviales del Duero en función de su altura (rombos) basándose en dataciones OSL (círculos) en la zona portuguesa aguas abajo de Los Arribes. El cuadrado identificado como ADR corresponde a la supuesta superficie de pre-encajamiento. Nótese como desde esta superficie a +262m sobre el cauce, los valores de encajamiento aumentan artificialmente desde 0,15 hasta los 1,4 m/ka correspondientes a la terraza de +13m. Modificado, adaptado y traducido de Cunha *et al.* (2019).

Fig. 2. Linear extrapolation of the ages of the Douro River terraces as a function of their relative height above the thalweg (diamonds) based on OSL dating (circles) in the Portuguese area downstream of Los Arribes. The square identified as ADR corresponds to the presumed pre-incision surface. Note how from this surface at +262m above the thalweg the incision values increase artificially from 0.15 to 1.4 m/ka corresponding to the +13m terrace. Modified, adapted and translated from Cunha et al. (2019).

les, marinas, abanicos aluviales, morrenas, etc. (e.g. Sauer 2010), sólo recientemente se han empezado a utilizar para establecer correlaciones entre la edad y la altura relativa de niveles fluviales o litorales e inferir tasas de encajamiento fluvial, rebote isostático, etc. (e.g. Cunha *et al.*, 2008). Por lo general, las aproximaciones matemáticas más simples (lineales o logarítmicas) dan una información local a nivel de valle o sector de un valle particular pero que difícilmente puede extrapolarse al conjunto de una cuenca fluvial o regional. Este sería el caso de las aproximaciones lineales realizadas para los tramos bajos del Tajo y del Duero en Portugal (i.e. Cunha *et al.*, 2008; 2019) o para los ensayos realizados para algunos tramos medios de los ríos Tajo o Henares por Roquero *et al.* (2015) y Silva *et al.* (2017).

Las aproximaciones lineales y logarítmicas asumen tasas de encajamiento fluvial o elevación prácticamente constantes que son irreales y difíciles de encajar en el complejo ritmo de ascensos y descensos del nivel del mar (nivel de base fluvial) durante el Cuaternario (Fig. 2). No obstante, algunos autores continúan realizando este tipo de extrapolaciones lineales irreales para otros tipos de procesos como son las tasas de deslizamiento de una falla (fault-slip) o tasas de elevación tectónica o isostática (tectonic or isostatic uplift). Estas aproximaciones matemáticas constituyen artefactos geológicamente inconsistentes, pero al mismo tiempo ofrecen valores medios de cierta aplicación conceptual a los procesos naturales que son no-continuos o intermitentes, como pueden ser terremotos, subidas y bajadas del nivel del mar etc. El clásico trabajo de Lajoie (1986) sobre "coastal tectonics" ya puso en evidencia que, aun asumiendo tasas de elevación lineales para un litoral, las velocidades de los procesos que se estudian resultan ser variables. Todo ello tiene que ver con el denominado efecto "Pull of the Present" (Gardner et al., 1987) que indica que cuanto más jóvenes son los intervalos temporales analizados, a partir de la datación de elementos geomorfológicos, mayores son las tasas que se obtienen. Estos autores indican que las conclusiones basadas en esas comparaciones respecto a los cambios en las tasas a través del tiempo geológico pueden resultar engañosas y que, una variación de 10<sup>4</sup> a 10<sup>5</sup> años en el intervalo temporal medido puede llegar a representar un cambio de orden de magnitud en la tasa del proceso medida y por tanto afectar sustancialmente a las conclusiones de estos estudios (Gardner et al., 1987). Este problema quedaría claramente ilustrado en el cálculo de las tasas de encajamiento fluvial deducidas para el río Duero en la zona portuguesa (e.g. Cunha et al., 2019) donde se presentan tasas de encajamiento fluvial muy variables y que aumentan ficticiamente hacia el presente de 0,15 m/ka a 1,40 m/ka (Fig. 2).

Por el contrario, las regresiones potenciales, exponenciales y polinómicas nos ofrecen valores de encajamiento fluvial, erosión, etc., variables con el tiempo y más creíbles. No obstante, las funciones exponenciales no suelen dar buenos resultados ya que supondrían aumentos o disminuciones de tasas exponencialmente aceleradas o deceleradas con el tiempo y, por consiguiente, totalmente irreales (Silva *et al.*, 2017). Dentro de este conjunto de regresiones, las polinómicas son las que en principio ofrecen mejores resultados y coeficientes de correlación ( $R^2 > 0.85$ ), aumentando estos con el orden de la ecuación. Los resultados obtenidos indican que, para el conjunto y resolución de dataciones que se tienen hasta la fecha, las aproximaciones con polinómicas de 3<sup>er</sup> orden son satisfactorias para los valles de las dos mesetas (Roquero et al., 2015; Silva et al., 2017; Fig. 3). Una primera aproximación para otros valles fluviales atlánticos de Inglaterra, Francia y Portugal, ensayada preliminarmente por Silva et al. (2015), ofrece también correlaciones (R<sup>2</sup>) superiores a 0,9 para ellos con polinómicas de 3<sup>er</sup> orden. En este caso los ríos ingleses y franceses presentan una curva de regresión muy similar y distinta a las de España y Portugal. Esto es lógico ya que la incisión en las cuencas francesas e inglesas (e.g. Támesis, Sena, etc.) se ha regulado por un mismo sistema fluvial durante el Cuaternario, el antiguo Rhin que durante épocas glaciares desembocaba más allá del Canal de la Mancha (The English Channel) y solo se desconecta en épocas de nivel de mar alto con nivel de base común para ambos (Gupta et al., 2007).

Con los conjuntos de datos que actualmente existen, polinómicas de mayor orden (4, 5, etc.) introducen mayor número de máximos y mínimos en las curvas de correlación, pero no mejoran los resultados obtenidos. Con el tiempo, cuando se tenga un mayor número de dataciones referente a las bases y los techos de los diferentes niveles fluviales, se podrán ensayar aproximaciones de orden 20 y superior. Como se ilustra en la figura 3, estas aproximaciones reflejarían tanto las subidas y bajadas del nivel de base (similares a las de las curvas isotópicas ∂O<sup>18</sup>/∂O<sup>16</sup>) como la tendencia general de elevación/incisión de las zonas continentales (Silva et al., 2017). No obstante, nos tememos que puede acabar ocurriendo lo que a la "ecuación del Geoide" que responde a la aproximación de orden 33 a la "fórmula del potencial gravitatorio terrestre de Stokes", pero donde su difícil manejo matemático hace que se continúe utilizando las aproximaciones de 2º Orden como Sistema Geodésico de Referencia (SGR) o World Geodetic Systems (WGS) como sistema de referencia planimétrico.



Fig. 3. Comportamiento teórico de incisión-agradación para la formación de terrazas en condiciones de equilibrio dinámico resultante del ajuste de la curva clásica de etapas isotópicas marinas a la función polinómica de 3<sup>er</sup> orden (línea a trazos negra) obtenida por Silva *et al.* (2017) para la España Central. Se destacan los principales eventos en el desarrollo de las terrazas (puntos). Modificado y traducido de Silva *et al.* (2017).

Fig. 3. Theoretical incision-aggradation behaviour for terrace formation on dynamic equilibrium conditions resultant from the adjustment of the classical Marine isotopic stages curve to the 3<sup>rd</sup> order polynomial function (dotted black line) obtained by Silva et al. (2017) for Central Spain highlighting main events on terrace development (spots). Modified and translated from Silva et al. (2017).

## 2.3. Distribuciones de Probabilidad de fechas C<sup>14</sup> calibradas (SPD y SCDRD)

Como se ha comentado, este tipo de aproximaciones permite el análisis de grandes colecciones de fechas C<sup>14</sup> calibradas, mediante diferentes paquetes de software específicos (IntCal, Oxcal Rcarbon, etc.) que sólo se aplican a fechas de radiocarbono. La metodología para este tipo de funciones es mucho más elaborada que las de distribución de frecuencias del apartado 2.1, pero poseen cierta similitud. Dado que en este volumen especial existe un artículo específico para el método de datación C<sup>14</sup>, aquí sólo mencionaremos las características más relevantes.

Esta metodología suele seguir los siguientes pasos (e.g. Crema y Bevan, 2020): **(1)** Recolección de fechas a nivel local, regional o continental (dependiendo del estudio a realizar); **(2)** Calibración homogénea de las dataciones



Fig. 4. Cambios en la densidad de población inferidos por el SPD entre 18.000 y 7500 cal BP para la península ibérica en relación con el marco paleoclimático de la transición Último Glacial-Interglacial. a) Indicadores climáticos: variación de <sup>18</sup>O en el sondeo de hielo NGRIP en relación con la cronología del estratotipo de Groenlandia77 (línea Verde); Temperatura de la superficie del mar basado en el sondeo marino del mar de Alborán MD95-2043 (línea azul). b) Distribución de probabilidad sumada (SPD) de las fechas de radiocarbono calibradas como proxy de la evolución de población (línea negra). Las regiones sombreadas en gris denotan las desviaciones positivas y negativas del modelo nulo de crecimiento demográfico exponencial, respectivamente. Las zonas marcadas en rojo claro y azul claro identifican los picos de máximos y mínimos demográficos (Modificada de Fernández-López de Pablo, 2017).

Fig. 4. Population density changes inferred by SPD between 18,000 and 7500 cal BP for the Iberian Peninsula in relation to the palaeoclimatic framework of the Last Glacial-Interglacial transition. a) Climate indicators:
 <sup>18</sup>O variation in the NGRIP ice sounding in relation to the Greenland stratotype chronology77 (Green line); Sea surface temperature based on the Alboran Sea marine sounding MD95-2043 (blue line). b) Summed probability distribution (SPD) of radiocarbon dates calibrated as a proxy for population evolution (black line). The light red and light blue shaded regions denote the positive and negative deviations from the exponential population growth null model, respectively. The light red and light blue bars identify the peaks of maximum and minimum demographic stages (Modified from Fernández-López de Pablo, 2017).

mediante un mismo software específico (Int-Cal, Oxcal, Rcarbon, etc.); (3) Cálculo de las probabilidades individuales de las fechas obtenidas para, por ejemplo extraer o analizar las fechas que tengan una probabilidad (e.g.)  $\geq 0.5$  para el periodo de tiempo a analizar; (4) Binning o agrupación de las fechas en periodos temporales específicos (bins) mayores o menores dependiendo del conjunto de datos o de la resolución que deseemos obtener; (5) Normalización de los datos obtenidos a valores comprendidos entre 0 (mínimos) y 1 (máximos) para la obtención de curvas equilibradas; (6) Obtención de las Distribuciones de probabilidad y chequeo estadístico de las mismas (Funciones de Kernel, etc.) para el refinamiento de las aproximaciones estadísticas; y, (7) Salidas Gráficas finales (Fig. 4). Este es, de forma sencilla, el proceso que siguen los paquetes estadísticos disponibles en el mercado (la mayoría gratuitos). No obstante, hay algunos autores (Weninger et al., 2008) que indican que la normalización de datos (paso 5) puede producir picos artificiales en las funciones resultantes que tienden a coincidir con las partes más pronunciadas de las curvas de calibración. Debido a esto, en la mayor parte de los trabajos se muestran distribuciones normalizadas y no normalizadas (Crema y Bevan, 2020). Al igual que con cronofunciones anteriores las salidas gráficas de las distribuciones SPD o SCDR pueden compararse con registros paleoclimáticos y polínicos y considerarse como proxis de diferentes tipos de procesos demográficos, arqueológicos o naturales (Fig. 4).

# 3. Rango temporal de aplicación del método

Las cronofunciones, sean del tipo que sean, tendrán un rango temporal de aplicación dependiente del método o conjunto de métodos de datación utilizados para construir las aproximaciones matemáticas. Por otro lado, se pueden construir curvas con las incertidumbres de las fechas analizadas (Silva *et al.*, 2017), y son útiles para extrapolar edades por encima de los límites de edad o no accesibles a los métodos de datación utilizados (Cunha *et al.*, 2019), e incluso en cuencas fluviales donde se cuente con muy pocas o ninguna fecha disponible (Martín-Martín *et al.*, 2020). En definitiva, son funciones útiles para definir marcos cronológicos teóricos que serán tanto mejores, cuanto mayor y más detallado sea el conjunto de fechas utilizadas.

# 4. Ejemplos para la Península Ibérica

La Península Ibérica ha sido solar de ensayo de todo tipo de cronofunciones anteriormente mencionadas, pero en este apartado tan solo nos centraremos en las funciones de distribución de frecuencias para el establecimiento de proxis paleoclimáticos comparables con las curvas isotópicas, así como en las regresiones potenciales o polinómicas ensayadas en las cuencas fluviales del Tajo y Duero para el establecimiento de la cronología de las secuencias de terrazas fluviales de la zona central de la península.

4.1. Aplicación de Curvas de distribución de frecuencias al estudio de periodos de sedimentación, erosión y desarrollo edáfico en el SE de España.

Estos trabajos son muy recientes y recogen todo el conjunto de dataciones existentes en sedimentos, calcretas y suelos calcáreos en el entorno de las Béticas orientales (Silva et al., 2020; 2021) utilizando el precedente metodológico aplicado por Candy y Black (2009) al estudio de calcretas en las cuencas de Sorbas v Tabernas (Almería). Los trabajos se centran en todo el periodo cuaternario, completando un total de 93 dataciones para el entorno de las provincias de Alicante, Murcia y Almería, con 37 dataciones correspondientes a suelos v 56 a sedimentos. Las fechas e incertidumbres utilizadas provienen de diferentes trabajos de carácter paleosísmico o paleoclimático, que integran el conjunto publicado de dataciones TL, OSL, IRSL y C<sup>14</sup> (Tabla 2 en Silva et al., 2020). Por el contrario, el conjunto de fechas holocenas son prácticamente todas procedentes de dataciones C<sup>14</sup> completan-



Fig. 5. Curva de distribución de frecuencias normalizadas para los scores acumulados de sedimentos (línea continua azul) y suelos calcáreos (línea punteada roja) para los últimos c. 700 ka obtenidos por Silva *et al.* (2020). El gráfico superior representa la curva OIS global convencional en función de los valores de  $\delta^{18}$ O de los registros oceánicos. Modificada de Silva *et al.* (2020).

Fig. 5. Normalized frequency distribution curve for sediment (blue solid line) and soil calcrete (red dotted line) scores for the last c. 700 ka calculated by Silva et al. (2020). The upper graph represents the conventional global OIS curve in function of the  $\delta^{18}$ O values from oceanic records. Modified from Silva et al. (2020).

do 75 datos, 60 de ellos correspondientes a sedimentos y 15 a suelos y calcretas (Tabla 3 en Silva *et al.*, 2020; 2021). El análisis de todo el conjunto de datos cuaternarios permite diferenciar las fases de sedimentación y las de formación de suelos, que claramente se identifican con periodos más fríos - húmedos y más cálidos respectivamente. Esto es, con estadios isotópicos pares la sedimentación e impares la formación edáfica (Fig. 5).

Los resultados obtenidos indican que en el SE de España la génesis de los suelos tiene lugar durante las últimas fases de los periodos interglaciares cálidos (MIS impares) y la sedimentación con el final de las glaciaciones (MIS pares). Esto último, fundamentalmente durante las llamadas "terminaciones" (deglaciaciones). Estos datos permiten extrapolar hacia el pasado la alternancia de episodios de desarrollo edáfico y sedimentación aun no poseyendo datos de edades numéricas o paleomagnéticas en secuencias de paleosuelos bien establecidas. Este es el caso del estudio de la secuencia de ocho paleosuelos afectados y desplazados por la falla de Palomares en el límite de las provincias de Murcia y Almería (La Escarihuela) publicado por Roquero et al. (2019). Como se observa en la zona más antigua de la figura 5, estas secuencias de paleosuelos pueden utilizarse como "proxies paleoclimáticos" y encajarlos con las curvas isotópicas del <sup>18</sup>O, para así construir marcos cronológicos teóricos en los que poder situar eventos de deformación, paleosismos, tasas de actividad de fallas, tasas de erosión y sedimentación, paleoinundaciones, etc. Estas prácticas de extrapolación, aunque no realmente muy ortodoxas, son de especial utilidad para aquellas zonas donde no se disponga de dataciones, bien porque no existan o bien por que se escapan a los métodos de datación más convencionales. Este es el caso de dataciones Th/U en calcretas donde, por encima de los 450 ka, nos es imposible avanzar (Candy y Black, 2009). De acuerdo con estos autores, en el SE semiárido de la península los episodios más importantes de generación de calcretas son los estadios isotópicos MIS 9, 7, 5 y 1, siendo el caso del Interestadial MIS3 una anomalía (Silva et al., 2021). Además, el trabajo de Roguero et al. (2019) detecta que hay importantes procesos de recarbonatación de antiguos suelos rojos durante estadios cálidos anteriores MIS11 y 13 (Fig. 5) y que los suelos rojos mediterráneos eran típicos en el SE de España con anterioridad al MIS 13 (C. 500 ka), produciéndose a partir de esta fecha una aridificación progresiva que favorece el desarrollo de calcretas y continúa hasta la actualidad (Fig. 5). Por el contrario, el conjunto de datos es más numeroso para las épocas más recientes, permitiendo análisis más robustos y detallados para el Holoceno con segmentos temporales (bins) de 500 años. Como se observa en la curva de frecuencias de la figura 5 en el Pleistoceno Superior y Holoceno se producen los mayores picos tanto de suelos como de sedimentación ya que hay más datos. Nótese que es una función normalizada, por tanto, los picos de máximos y mínimos no son artefactos matemáticos. Ello permite identificar con claridad los límites de los pisos recientemente establecidos dentro del Holoceno (Groenlandiense, Norgripiense v Magalayense) que puede consultarse en (Silva et al., 2020; 2021).

## 4.2. Obtención de Curvas de regresión potenciales, logarítmicas y polinómicas para el establecimiento de marcos cronológicos en secuencias de terrazas fluviales

Hasta mediados de la década de 1990 las dataciones numéricas y paleomagnéticas de las secuencias de terrazas fluviales eran prácticamente inexistentes o anecdóticas en España. Basta con citar dos casos: (a) En 1994 se publica la primera secuencia paleomagnética en el valle del Guadalquivir (Baena y Diaz del Olmo, 1994), y en 1995 en el nivel de +60 m del Valle del Tajo identificando la inversión Matuyama-Brunhes (límite Pleistoceno inferior medio; Pinilla *et al.*, 1995); (b) En 1998 se publican las primeras dataciones numéricas mediante Th/U de niveles de terrazas tobáceas en la cuenca alta del río Henares (Benito-Calvo et al., 1998). La publicación masiva de fechas numéricas no se produce hasta la década del 2000, y principalmente a partir del año 2010, cuando los métodos de datación TL, OSL y anecdóticamente ESR comienzan a aplicarse a las secuencias de terrazas de los valles del Jarama, Manzanares, Tajo y Arlanzón (ver Silva et al., 2017). Con anterioridad, la cronología de los sistemas de terrazas era totalmente relativa, basándose en el contenido faunístico y lítico en las mismas, así como en cronosecuencias edáficas representativas (p. ej. Roquero et al., 1997). Son precisamente este tipo de secuencias de suelos las que ofrecen los primeros valores numéricos en forma de índices de evolución edáfica, que pueden correlacionarse con la cronología de las terrazas surgiendo así las primeras funciones de regresión geocronológicas, basadas fundamentalmente en las desarrolladas en EEUU durante la década de 1980 (Harden, 1982; McFadden, y Weldon, 1987). Estas se hacen en dos pasos, primero comparando los valores de los índices edáficos con las alturas relativas de las terrazas, y segundo, comparando estas últimas con los primeros conjuntos de datos cronológicos numéricos publicados estadísticamente representativos. Estas correlaciones se ensayan para diferentes valles de las cuencas del Tajo y Duero en España central (Fig. 6), mostrando que las relaciones Altura/Suelo pueden ajustarse razonablemente a ecuaciones lineales con índices de correlación razonablemente buenos ( $R^2 \ge$ 0.8), mientras que las relaciones Edad (ka)/ Suelo poseen muy buen ajuste ( $R^2 \approx 0.9$ ) a regresiones logarítmicas para datos regionales (Roquero et al., 2015).

Con colecciones de dataciones más amplias, Silva *et al.* (2017) presentan un estudio regional de relaciones Altura relativa/Edad para las terrazas fluviales de las cuencas del Duero y del Tajo, recogiendo también datos de sus cursos fluviales en el tramo bajo en Portugal (p.ej. Cunha *et al.*, 2008). En ese estudio, se consideran conjuntos de dataciones numéricas y paleomagnéticas publicadas hasta principios del año 2016. La inclusión de datos paleomagnéticos se debe al hecho de que para esas fechas las dataciones numéricas para edades superiores al millón de años eran muy escasas, de manera que se complementaron con este medio de datación indirecto. El estudio obtuvo una buena correlación para el conjunto de datos de España central con ecuaciones polinómicas de 2º Orden para ambos conjuntos de datos (Fig. 7) y una Polinómica de 3<sup>er</sup> orden para el total de datos numéricos (Fig. 7). Ambas regresiones ofrecían muy buen ajuste ( $R^2 \ge 0.98$ ) hasta los 1.8 - 2.0 Ma (Olduvai), ya que no se tenían edades superiores. No obstante, la polinómica de 2º orden para los datos paleomagnéticos ofrecía un buen ajuste hasta los 2,3 Ma, casi el comienzo del piso Gelasiense (Fig. 7).

En el presente trabajo se han introducido las edades obtenidas por cosmogénicos (10Be-<sup>26</sup>Al) para los niveles fluviales encajados en la Raña a +190 y +220 m publicadas por Karampaglidis et al. (2020) obteniéndose una polinómica de 4° Orden que presenta un ajuste (R<sup>2</sup>) de 0,99 para todo el periodo Cuaternario, mejorándose los resultados de la polinómica de 3<sup>er</sup> orden publicada por Silva *et al.* (2017). También se han incluido las curvas polinómicas para las incertidumbres (±) asociadas con buenos ajustes por encima de 0,94 (Fig. 7). Estas curvas de error se han construido con las edades máxima v mínima resultantes de las incertidumbres publicadas para cada fecha utilizada (barras de error en Fig. 7). Como puede observarse las barras de error de los datos paleomagnéticos ocupan toda la extensión del subchron que identifican (Olduvai, Jaramillo, etc.) lo que afecta al ajuste de las regresiones resultantes, indicando errores progresivamente mayores para fechas progresivamente más antiguas. En un trabajo reciente Benito-Calvo et al. (2022) presenta regresiones exponenciales para la cuenca alta del Ebro abordando el problema de las incertidumbres mediante el uso del intervalo de confianza del 95% de las mismas. (Silva et al., 2017, pág. 198). El problema de estas regresiones es que su extrapolación temporal para edades superiores al subchron Jaramillo (c. 1,1 M.a.) pueden llegar a predecir edades



Fig. 6. A) Relaciones de mayor ajuste Altura / Suelo (regresiones lineales) para el índice arcilla/limo (índice de envejecimiento del suelo), aplicadas a valles fluviales individuales y a sectores regionales de las cuencas fluviales del Tajo y del Duero. B)
Relaciones de mayor ajuste Edad / Suelo (regresiones logarítmicas) para el índice arcilla/limo (índice de envejecimiento del suelo), aplicadas a los datos
regionales de las cuencas fluviales del Tajo y del Duero (líneas discontinuas) y al conjunto de datos globales del centro de España (línea sólida). Para todos los
casos, las funciones de regresión ilustran la tendencia en el desarrollo del suelo con el tiempo para España Central a partir de los datos texturales de los

horizontes Bt (modificado de Roquero *et al.*, 2015).

Fig. 6. A) Best-fit Height / Soil relationships (linear regressions) for the clay/silt ratio index (soil ageing index)., applied to individual river valleys and regional Tagus and Duero fluvial basin sectors. B) Best-fit Age / Soil relationships (logarithmic regressions) for the clay/silt ratio (soil ageing index) applied to regional data from Tagus and Duero fluvial basins (dashed lines) and overall data set for Central Spain (solid line). For all cases regression functions illustrate the trend of soil development with time for Central Spain based on textural data from Bt horizons (modified from Roquero et al., 2015).

pre (potenciales) o post-Gelasiensies (exponenciales) poco creíbles para niveles por encima de los c. +120 m (Fig. 8). En el caso de las potenciales las edades pronosticadas



Fig. 7. Ecuaciones de regresión edad-altura de mayor ajuste que ilustran las relaciones entre las funciones polinómicas de 2º orden para las edades paleomagnéticas, la función polinómica de 3<sup>er</sup> orden para las edades numéricas y la función polinómica de 4º orden actualizada en este trabajo para el conjunto completo de datos (incluyendo las edades de Karampaglidis *et al.* (2020) para los niveles superiores de las terrazas de la cuenca de Madrid). Esta última ecuación representa la función de transferencia altura-edad resultante actualizada a partir de Silva *et al.* (2017). También se incluyen las funciones polinómicas de 3<sup>er</sup> orden correspondientes a las incertidumbres (±).

Fig. 7. Best-fit regression equations illustrating the relationships between 2<sup>nd</sup> order polynomial functions for paleomagnetic ages, the 3<sup>rd</sup> order polynomial function for the numerical ages and the 4<sup>th</sup> order polynomial function updated in this work for the complete dataset (including the Karampaglidis et al. (2020) ages for the upper terrace levels in the Madrid basin). This last represents the resultant height-age transference function updated from Silva et al. (2017). The 3<sup>rd</sup> order polynomial functions corresponding to the uncertainties (±) are also included.

difícilmente llegarían a superar los 1,4 - 1,6 M.a., quedando el conjunto de terrazas de los valles situadas por debajo del Subchron Olduvai, mientras que en las exponenciales ocurre a la inversa (Fig. 8). En cualquiera de los casos este tipo de extrapolaciones van en contra de las edades paleomagnéticas obtenidas para niveles superiores a los 1,1 M.a. en la península (i.e. Silva et al., 2017) o con las recientes fechas por cosmogénicos obtenidas para los niveles más altos de la Cuenca del Tajo (> +150 m) encajados en la Raña que los situan entre los 2.1 - 2.4 M.a. (Karampaglidis et al., 2020) por encima del Subchron de Olduvai (Fig. 7). No obstante, funciones potenciales v exponenciales pueden ofrecer buenos resultados para valles individuales o segmentos particulares de los mismos, especialmente para niveles de terraza inferiores a los +120 m o con rangos de edad inferiores a los 1,1 M.a. (Silva *et al.*, 2017).

No obstante, Benito-Calvo et al. (2022) a pesar de ajustar la Cuenca del Ebro a una regresión exponencial para niveles inferiores a los +140 m, proponen un modelo de curva sigmoidal (teórica) de morfología muy similar a las regresiones polinómicas propuestas por Silva et al. (2017) que abarcaría todo el Cuaternario. Este tipo de regresiones corresponden a funciones matemáticas de tipo sigmoide o logísticas que son casos de particulares de la "Función de Gompertz" muy utilizadas para describir el crecimiento de una variable a lo largo de una serie temporal acotada (poblaciones, tumores, epidemias etc.). Son casos especiales de funciones exponenciales que comienzan y terminan en trayectorias asintóticas de las series temporales, que indican un crecimiento muy decelerado o nulo de la variable (Fig. 8). En nuestro caso la variable a considerar sería la incisión fluvial y las travectorias asintóticas indicarán no incisión. La rama asintótica inicial nos indicaría el estadio previo a la incisión de la red de drenaje v la rama final tan solo nos indica un estadio teórico de equilibrio actual (Benito-Calvo et al., 2022), pero que se reactivará con la futura bajada del nivel del mar en el próximo ciclo glacial, es decir cuando añadamos más tiempo a la trayectoria final de la asíntota del presente, y las llanuras aluviales actuales se conviertan en una nueva terraza. Los mecanismos detrás de la altimetría actual de las antiguas llanuras aluviales de los ríos están en relación con los efectos de retroalimentación de los movimientos eustáticos (oceánicos) e isostáticas (continentales) relacionados con la generación de valles fluviales durante el Cuaternario: bajadas y subidas del nivel del mar vs elevación isostática por descarga erosiva (Silva *et al.*, 2017).

La polinómica de 4º orden propuesta en el presente trabajo (Fig. 7) resuelve los problemas que presentan las curvas exponenciales o potenciales con un ajuste de ( $R^2$ ) de 0,996. Esta curva indica que el comienzo (edad media) de la disección de las antiguas cuencas neógenas (Tajo y Duero) se produce a partir de 2,4 ± 0,26 Ma. No obstante, la incisión fluvial efectiva, es decir la captura atlántica de



Fig. 8. Comparativa teórica de la geometría de la regresiones exponenciales, potenciales, polinómicas y sigmoides (funciones logísticas) para las relaciones edad(t)/altura(h) de las terrazas fluviales en la Península Ibérica. Nótese la convergencia de las curvas de regresión para edades jóvenes y su divergencia para edades más antiguas (condicionada por la falta de datos en este rango de edades). La zona de convergencia entre las dos áreas del gráfico corresponde a edades situadas entre 1.0 y 1.2 M.a. y alturas de relativas de +100-120 m. En el caso de intercambiar las variables (t y h) en los ejes x/y las morfologías de las curvas de regresión serían correlativamente inversas.

Fig. 8. Theoretical comparison of the geometry of exponential, potential, polynomial and sigmoid regressions (logistic functions) for the age(t)/height(h) relationships of fluvial terraces in the Iberian Peninsula. Note the convergence of the regression curves for young ages and their divergence for older ages (conditioned by the lack of data in this age range). The convergence zone between these two areas of the graph corresponds to ages between 1.0 and 1.2 M.y.a. and relative heights of +100-120 m. In the case of interchanging the variables (t, h) on the x/y axes, the morphologies of the regression curves would be correlatively inverse.

las mismas, no se produce hasta el subchron normal de Olduvai (1,8 - 2,0 Ma) al final del Gelasiense cuando se forman las primeras terrazas fluviales s.s. a +150-155 m en el Tajo y a +144 m en el Duero (Fig. 3). La polinómica de la figura 7 ilustra claramente como la pendiente de la curva es muy suave para tiempos anteriores a Olduvai (bajas tasas de encajamiento) aumentando a partir del final de este subchron (encajamiento acelerado), que parece decelerarse para los últimos 250 ka.

## 5. Resumen y Conclusiones

El uso de cronofunciones, aunque no muy extendido hasta la fecha, se revela como una potente herramienta matemática para el establecimiento de marcos cronológicos en el análisis de distintos tipos de procesos geológicos (erosión, sedimentación, formación de suelos, incisión fluvial, etc.) íntimamente relacionados con la evolución del relieve a lo largo del tiempo. Con toda certeza, sustituyen a los antiguos marcos cronológicos relativos basados en fauna fósil, industria lítica y/o cronosecuencias edáficas entre otras, aunque las últimas continúan ofreciendo información numérica relevante de aplicación paleoclimática. La posibilidad de utilizar dataciones en suelos y sedimentos para calcular curvas de frecuencias acumuladas y compararlas con curvas isotópicas de carácter paleoclimático (<sup>18</sup>O; paleotemperaturas, nivel del mar, etc.), ofrecerá mejores resultados que conforme aumente el número de dataciones publicadas. No cabe duda de que las funciones de frecuencia acumulada serán sustituidas, en un futuro, por las distribuciones de probabilidad acumuladas (SCDRD o SPD) de fechas C14 para análisis similares correspondientes a los últimos 50.000 años (límite de datación del método) ya que presentan mejor precisión y un mejor tratamiento de las incertidumbres. No obstante, las funciones de frecuencias acumuladas seguirán siendo de aplicación, al permitir añadir más datos (TL, OSL, ESR, Cosmogénicos, etc.) a las fechas de C<sup>14</sup>, así como explorar y extrapolar los datos a periodos más antiguos dentro del Pleistoceno. Como se ha

puesto de manifiesto, estos métodos pueden tener importancia para establecer marcos teóricos en paleosismología, paleohidrología y actividad sedimentaria, entre otros, para fechas superiores a los 350-400 ka (p.ej. Roquero *et al.*, 2019; Silva *et al.*, 2021) de las cuales las dataciones publicadas son más escasas.

Por otro lado, las cronofunciones basadas en análisis de regresión muestran una muy buena utilidad para el establecimiento de marcos cronológicos teóricos para las secuencias de terrazas fluviales, suelos asociados y, en definitiva, para el análisis de la evolución de los valles fluviales durante el Cuaternario. Para abarcar todo este periodo es necesario combinar dataciones numéricas de distintas metodologías (Th/U, Tl, OSL, ESR, etc.) con dataciones paleomagnéticas y otras más recientes de carácter cosmogénico que alcanzan y superan los 2,5 M.a. (Karampaglidis et al., 2020). Las regresiones potenciales, exponenciales y lineales (en menor medida), muestran utilidad para el análisis de valles fluviales individuales, o segmentos de estos, con niveles de terrazas situados por debajo de los c. +120 m sobre el thalweg. Por encima de estas cotas relativas es necesario la aplicación de funciones polinómicas de distinto orden para el conjunto total de datos, siendo las de mejor ajuste razonable las polinómicas de 3<sup>er</sup> Orden (Silva et al., 2017; Martín Martín et al. 2020). En el presente trabajo se han introducido las fechas Be<sup>10</sup> - Al<sup>26</sup> para las terrazas por encima de los + 190 - 220 m obtenidas por Karampaglidis et al. (2020), una polinómica de 4º orden con un índice de correlación (R<sup>2</sup>) de hasta 0,996 (Fig. 7). Se han ensayado polinómicas de 5º y 6º orden, pero con el conjunto de datos publicados hasta la fecha no ofrecen ajustes más significativos que las de 3<sup>er</sup> y 4º orden.

Para comprobar el grado de ajuste que presentan las cronofunciones propuestas se han comparado las edades ESR (Ti-Center) propuestas por Parés *et al.* (2021) para las terrazas altas del Ebro (+85 a +144 m) en la zona de Miranda con las teóricas obtenidas por la nueva polinómica de 4º orden (PO4). La comparaTabla 1. Comparativa entre edades e incertidumbres ESR (Ti-Center) obtenidas por Parés *et al.* (2021) en el valle del Ebro y las edades teóricas que proceden de la aplicación de la función polinómica de 4º orden obtenida en este trabajo (modificada de Silva *et al.*, 2017). (\*) La edad MIR1601 corresponde a una determinación ESR (Al-center) a la que Parés *et al.* (2021) atribuyen una mayor fiabilidad que a la muestra MIR1602 (Ti-Center) ambas correspondientes a la terraza T1.

Table 1. Comparison between ESR ages and uncertainties (Ti-Center) obtained by Parés et al. (2021) in the Ebro valley and the theoretical ages that come from the application of the 4th order polynomial function obtained in this work (PO4, modified from Silva et al., 2017). (\*) The age of the sample MIR1601 corresponds to an ESR (Alcenter) determination which Parés et al. (2021) considers to be more reliable than sample MIR1602 (Ti-Center), both corresponding to the T1 terrace.

Muestra	Altura terraza	Edad (ka)	Edad PO4 (ka)	Diferencia	Diferencia Errores
2021	+m	ESR (Ti-Center)	Polinómica 4º Orden	PO4-ESR (ka)	PO4-ESR
MIR1601*	T1 (+144m)	1.686,0 ± 227	1.784,6 ± 309	+98,9	± 82
MIR1602	T1 (+142m)	1.531,0 ± 155	1.776,3 ± 189	+248, 2	± 34
MIR1603	T2 (+90m)	1.263,0 ± 123	1.258,8 ± 178	- 4,2	± 55
MIR1604	T2 (+88m)	1.207,0 ± 106	1.227,5 ± 161	+20,6	± 55
MIR1605	T3 (+85m)	1.120,0 ± 163	1.180,2 ±137	+59,7	± 26

tiva ofrece edades teóricas muy similares con diferencias respecto a las ESR de entre -4,19 y +98,59 ka (Tabla 1), con incertidumbres también muy similares a la publicadas por Parés *et al.* (2021). Solo la muestra MIR1602 correspondiente a la T1 presenta una diferencia de edad importante (±248 ka) aunque considerando las incertidumbres asociadas llegan prácticamente a solaparse en torno a la edad de 1,6 M.a (Tabla 1). Estos resultados son relevantes ya que se aplican las funciones obtenidas para cuencas atlánticas (Tajo y Duero) a una cuenca mediterránea (Ebro) alcanzando edades muy próximas a las de métodos absolutos más sofisticados, laboriosos y costosos.

El futuro aumento del número de dataciones en sistemas de terrazas fluviales permitirá realizar sin duda, funciones matemáticas de mayor precisión, incluyendo quizá las de distribución de probabilidades. Estas funciones geocronológicas también podrán ser aplicables a otros elementos geomorfológicos cuya edad sea dependiente de la altitud (relativa o absoluta) como pueden ser por ejemplo las terrazas marinas o las morrenas glaciares. Quizá el único inconveniente que se pueda poner a estas metodologías es que utilizan edades procedentes de distintos métodos de datación, pero esto también podrá solucionarse a largo plazo con el aumento de fechas publicadas. En este sentido, las familias de fechas de radiocarbono (C<sup>14</sup>), luminiscencia (TL, OSL, IRSL, ESR) y cosmogénicos (Berilio, Aluminio, Neón) presentan individualmente muy buenas perspectivas.

## Agradecimientos

Esta publicación es parte de los proyectos I+D+i PID2021-123510OB-I00 (QTECTIBERIA) y CGL2015-67169-P (QTECSPAIN) financiados por el Ministerio de Ciencia e Innovación de España MCIN/AEI/10.13039/501100011033/. Los autores agradecen los comentarios y sugerencias realizadas por Rafael Baena (US) y Alfonso Benito (CENIEH) que han ayudado a mejorar el trabajo. Es una contribución del Grupo de trabajo GQM-AEQUA.

## Bibliografía

- Alonso, P., Sierra, C., Ortega, E., Dorronsoro, C. (1994). Soil development indices of soils developed on fluvial terraces (Peñaranda de Bracamonte, Salamanca, Spain). *Catena*, 23, 295-308. https://doi.org/10.1016/0341-8162(94)90074-4
- Baena, R.; Díaz del Olmo, F. (1994). Cuaternario aluvial de la Depresión del Guadalquivir: episodios geomorfológicos y cronología paleo-

magnética. Geogaceta 15:109-111. https:// hdl.handle.net/11441/52486

- Balsera, V., Díaz-del-Río, P., Gilman, A., Uriarte, A., Vicent, J. M. (2015). Approaching the demography of late prehistoric Iberia through summed calibrated date probability distributions (7000-2000 cal BC). *Quaternary International*, 386, 208-211. https://doi.org/10.1016/j. quaint.2015.06.022
- Blanco-González, A., Lillios, K. T., López-Sáez, J.A., Drake, B. L. (2018). Cultural, Demographic and Environmental Dynamics of the Copper and Early Bronze Age in Iberia (3300-1500 BC): Towards an Interregional Comparison at the Time of the 4.2 ky BP Event. *Journal of World Prehistory*, 31, 1-79. https://doi.org/10.1007/ s10963-018-9113-3
- Benito-Calvo, A., Pérez-González, A., Santonja, M., 1998. Terrazas rocosas aluviales y travertínicas del valle alto del río Henares (Guadalajara, España). *Geogaceta* 24, 55-58.
- Benito-Calvo, A., Moreno, D., Fujioka, T., López, G.I., Martín-González, F., Martínez-Fernández, A., Hernando-Alonso, I., Karampaglidis, T., Bermúdez de Castro, J.M., Gutiérrez, F. (2022). Towards the steady state? A long-term river incision deceleration pattern during pleistocene entrenchment (Upper Ebro River, Northern Spain), *Global and Planetary Change*, 2022, 103813. https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2022.103813
- Candy, I., Black, S. (2009). The timing of Quaternary calcrete development in semi-arid southeast Spain: Investigating the role of climate on calcrete genesis. *Sedimentary Geol.*, 218, 6-15. https://doi.org/10.1016/j.sedgeo.2009.03.005
- Crema, E.R., Bevan, A. Shennan, S. (2017). Spatio-temporal approaches to archaeological radiocarbon dates. *Journal of Archaeological Science*, 87, 1 - 9. https://doi.org/10.1016/j. jas.2017.09.007
- Crema, E.R., Bevan, A. (2020) Inference from Large Sets of Radiocarbon Dates: Software and Methods Radiocarbon. https://doi. org/10.1017/RDC.2020.95
- Cunha, P.P., Martins, A., Huot, S., Murray, A.S., Raposo, L. (2008). Dating the Tejo River lower terraces in the Ródão area (Portugal) to assess the role of tectonics and uplift. Geomorphology, 102, 43-54. https://doi.org/10.1016/j. quascirev.2016.11.001
- Cunha, P.P., Martins, A.A., Gomes, A., Stokes, M., Cabral, J., Lopes, F.C., Pereira, D., De Vicente, G., Buylaert, J.P., Murray, A.S. (2019).

Mechanisms and age estimates of continental-scale endorheic to exorheic drainage transition: Douro River, Western Iberia. *Glob. Planet. Change* 181, 102985. https://doi. org/10.1016/j.gloplacha.2019.102985

- Cheng, H., Edwards, R.L., Shen, C.C., Polyak, V.J., Asmerom, Y., Woodhead, J., Hellstrom, J., Wang, Y., Kong, X., Spötl, C., Wang, X., Alexander, E.C. Jr. (2013). Improvements in 230Th dating, 230Th and 234U half-life values, and U-Th isotopic measurements by multi-collector inductively coupled plasma mass spectrometry. Earth and Planetary Science Letters, 371-372, 82-91. https://doi.org/10.1016/j. epsl.2013.04.006
- Drake, B. L., Blanco-González, A., Lillios, K. T. (2017). Regional dynamics in the Neolithic transition in Iberia: Results from summed calibrated date analysis. *Journal of Archaeological Method and Theory*, 24(3), 796-812. https://doi.org/10.1007/s10816-016-9286-y
- Duval, M., Arnold, L.J., Rixhon, G. (2020). Electron spin resonance (ESR) dating in Quaternary studies: Evolution, recent advances and applications. *Quaternary International*, 2020, 556, 1-10. https://doi.org/10.1016/j. quaint.2020.07.044
- Gardner, T.W., Jorgensen, D.W., Shuman, C. and Lemieux, C.R. (1987). Geomorphic and tectonic process rates: effects of measured time interval. Geology, 15: 259-261. https://doi. org/10.1130/0091-7613(1987)15<259:GATPR E>2.0.CO;2
- Gupta, S., Collier, J. S., Palmer-Felgate, A., Potter, G. (2007). Catastrophic flooding origin of shelf valley systems in the English Channel. Nature. 448 (7151), 342-345. https://doi. org/10.1038/nature06018
- Harden, J. (1982). A quantitative index of soil development from field description: examples from a chronosequence in Central California. *Geoderma*, 28, 1-28. https://doi. org/10.1016/0016-7061(82)90037-4
- Harden, J. W., Taylor, E. M., 1983. A quantitative comparison of soil development in four climatic regimes. *Quaternary Research*, 20, 342-359. https://doi.org/10.1016/0033-5894(83)90017-0
- Hillaire-Marcel, C., Garíepy, C., Ghaleop, B., Goy, J.-L., Zazo, C., Barcelo, J.C., 1996. U-series measurements in Tyrrhenian deposits from Mallorca-further evidence for two last interglacial high sea levels in the Balearic Islands. Quaternary Science Reviews.,15, 53-62. https:// doi.org/10.1016/0277-3791(95)00079-8

- Karampaglidis, T., Benito-Calvo, A., Rodés, A., Braucher, R., Pérez-González, A., Parés, J.M., Stuart, F., Di Nicola, L., Bourles, D. (2020). Pliocene endorheic-exhoreic drainage transition of the Cenozoic Madrid Basin (Central Spain). Global and Planetary Change, 194, 103295. https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2020.103295
- Lajoie, K.R. (1986). Coastal tectonics. En: Wallace, R.E. (Ed.), Active Tectonics. Studies in Geophysics. National Academic Press, Washington, DC, pp. 136-147.
- Larasoaña, J.C., Ortuño, M., Birks, H.H., Valero-Garcés, B., Parés; J.M., Copons, R., Camarero, L., Bordonau, J. (2010). Palaeoenvironmental and palaeoseismic implications of a 3700-year sedimentary record from proglacial Lake Barrancs (Maladeta Massif, Central Pyrenees, Spain). Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, 294. 83-93. https://doi. org/10.1016/j.palaeo.2009.04.003
- McFadden, L. D., Weldon, R. J. (1987). Rates and processes of soil development on Quaternary terraces in Cajon Pass, southern California. *Geological Society of America Bulletin*, 98, 280-293. https://doi.org/10.1130/0016-7606(1987)98<280:RAPOSD>2.0.CO;2
- Martín-Martín, I., Silva, P.G., Martínez-Graña, A., Elez, J. (2020). Geomorphological and geochronological analysis applied to the Quaternary landscape evolution of the Yeltes River (Salamanca, Spain). *Sustainability*, 12(19). 7869; https://doi.org/10.3390/ su12197869
- Mediato, J.F. Santisteban, J.I., del Moral, B., Mediavilla, R., Dabrio, C.J. (2020). Aridity events during the last 4000 years in Western Mediterranean marshes (Almenara and Benicasim marshes, E Spain). *Quaternary International*, 566-567. 303-314. https://doi.org/10.1016/j. quaint.2020.04.021
- Moreno, A., López-Merino, L., Leira, M., Marco-Barba, J., González Sampériz, P., Valero Garcés, B., López-Sáez, J.A., Santos, L., Mata, P., Ito, E. (2011). Revealing the last 13,500 years of environmental history from the multiproxy record of a mountain lake (Lago Enol, northern Iberian Peninsula). *Journal of Palaeolimnology*, 46, 327-349. https://doi.org/10.1007/ s10933-009-9387-7
- Moreno, A., Svensson, A., Brooks, S.K., Connor, S., Engels, S., Fletcher, W., Genty, D., Heiri, O., Labuhn, I., Persoiu, A., Peyron, O., Sadori, L., Valero-Garcés, B.L., Wulf, S., Zanchetta, G., 2014. A compilation of Western European terrestrial

records 60-8 ka BP: towards an understanding of latitudinal climatic gradients. *Quaternay Science Reviews*, 106, 167-185. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2014.06.030

- Muhs, D.R., Simmons, K.R., Meco, J., Porat, N. (2015). Uranium-series ages of fossil corals from Mallorca, Spain: The "Neotyrrhenian" high stand of the Mediterranean Sea revisited. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, 438, 408-424. https://doi. org/10.1016/j.palaeo.2015.06.043
- Parés, J.M., Duval, M., Soria-Jáuregui, A., González-Amuchástegui, M.J. (2021). First Chronological Constraints for the High Terraces of the Upper Ebro Catchment. *Quaternary*, 4, 25. https://doi.org/10.3390/quat4030025
- Pinilla, L., Pérez-González, A., Sopeña, A., Parés, A. (1995). Fenómenos de hundimientos sinsedimentarios en los depósitos cuaternarios del río Tajo en la Cuenca de Madrid (Almoguera-Fuentidueña de Tajo). Monografías C. CC. Medioambientales, 3. CSIC, Madrid, 125-140.
- Ramsey, C.B. (2017). Methods for summarizing Radiocarbon datasets. *Radiocarbon*, 59 (6), 1809 - 1833. https://doi.org/10.1017/ RDC.2017.108
- Reimer, P. J., Bard, E., Bayliss, A., Beck, J. W., Blackwell, P. G., et al. (2013). Intcal13 and Marine13 radiocarbon age calibration curves, 0-50,000 years cal BP. Radiocarbon, 55(4), 1869-1887. https://doi.org/10.2458/azu\_js\_ rc.55.16947
- Rodríguez-Lloveras, X., Machado, M.J., Sánchez-Moya, Y., Celleb, M., Medialdea, A., Sopeña, A., Benito, G. (2020). Impacts of sediment connectivity on Holocene alluvial records across a Mediterranean basin (Guadalentín River, SE-Spain). *Catena*, 187, 104321. https:// doi.org/10.1016/j.catena.2019.104321
- Roquero, E., Goy, J.L., Zazo, C. (1997). Nuevos índices cronológicos de evolución de suelos en terrazas fluviales. *Estudios Geológicos*, 53, 3-15. https://doi.org/10.3989/egeol.97531-2242
- Roquero, E., Silva, P.G., Zazo, C., Goy, J.L., Massana, J. (2015). Soil evolution indices in fluvial terrace chronosequences of Central Spain (Tagus and Duero fluvial basins). *Quaternary International*, 376, 101-113. https://doi. org/10.1016/j.quaint.2014.11.036
- Roquero, E., Silva, P.G., Rodríguez-Pascua, M.A., Bardají, T., Elez, J., Carrasco, P., Giner-Robles, J.L. (2019). Geomorphology and pedology of faulted fan surfaces and paleosols in the Palomares Fault Zone (Betic Cordillera, SE Spain): paleoclimatic and paleoseismic implications.

Geomorphology, 342, 196 - 209. https://doi. org/10.1016/j.geomorph.2019.06.003

- Sauer, D. (2010). Approaches to quantify progressive soil development with time in Mediterranean climate—I. Use of field criteria. *J. Plant Nutr. Soil Sci.*, 173, 822-842. https://doi. org/10.1002/jpln.201000136
- Schwarcz, H.P. (1989). Uranium series dating of Quaternary deposits. *Quaternary International* 1, 7-17. https://doi.org/10.1016/1040-6182(89)90005-0
- Silva, P.G., Roquero, E., López-Recio, M., Huerta, P., Martínez-Graña, A. (2015). Valley incision trends and subsequent chronosequences of fluvial terraces for Atlantic large rivers in the Iberian Peninsula and Northern Europe. Progress in Quaternary archive studies in the Iberian Peninsula, 91-92.
- Silva, P.G., Roquero, E., López-Recio, M., Huerta, P., Martínez-Graña, A. (2017). Chronology of fluvial terrace sequences for large Atlantic rivers in the Iberian Peninsula (Upper Tagus and Duero basins, Central Spain). *Quaternary Science Reviews*, 166, 188-203. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2016.05.027
- Silva, P.G., Roquero, E., Bardají, T., Medialdea, A. (2020). Pleistocene to Holocene phases of sedimentation and soil formation in the semiarid SE Spain (Eastern Betic Cordillera). *Cuaternario y Geomorfología*, 34 (1-2), 41-61. https://doi.org/10.17735/cyg.v34i1-2.78815
- Silva, P.G., Roquero, E., Elez, J., Bardají, T., Medialdea, A. (2021). Phases of sedimentation and soil formation in SE Spain during the Holocene (Eastern Betic Cordillera). *Geotemas*, 18, 1027 - 1030.
- Simpson, J.J. y Grün, R. (1998). Non-destructive gamma spectrometric U-series dating. Quaternary Science Reviews 17: 1009-1022. https:// doi.org/10.1016/S0277-3791(97)00088-7
- Torres, T., Ortiz, J.E., Sánchez-Palencia, Y., Ros, M., Navarro, F., López-Cillad, I., Galáne, L., A., Ramallo, S., Rodríguez-Estrella, T., Blázquez, A. (2021). The Pleistocene and Holocene records of the Mazarrón Basin (SE Spain). Quaternary International, https://doi.org/10.1016/j. quaint.2020.03.019

- Turú, V., Carrasco, R.M., López-Saéz, J.A., Pontevedra-Pombal, X., Pedraza, J. Luelmo-Lautenschlaeger, R., Pérez-Díaz, S. *et al.* (2021).
  Palaeoenvironmental changes in the Iberian central system during the Late-glacial and Holocene as inferred from geochemical data: A case study of the Navamuño depression in western Spain. *Catena*, 207. 105689. https://doi.org/10.1016/j.catena.2021.105689
- Valero-Garcés, B.L., González-Sampériz, P., Gil-Romera, G., Benito, B.M., Moreno, A., Oliva-Urcia, B., Aranbarri, J., García-Prieto, E., Frugone, M., Morellón, M., Arnold, L.J., Demuro, M., Hardiman, M., Blockley, S.P.E., Lane, C.S., (2019). A multi-dating approach to age-modelling long continental records: The 135 ka El Cañizar de Villarquemado sequence (NE Spain). Quaternary Geochronology 54, 101006. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2019.101006
- Walker, M., Head, M.J., Berkelhammer, M. Björck, S. *et al.* (2018): Formal ratification of the subdivision of the Holocene Series/ Epoch (Quaternary System/Period): two new Global Boundary Stratotype Sections and Points (GSSPs) and three new stages/ subseries. *Episodes*, 41 (4), 213-223. https://doi. org/10.18814/epiiugs/2018/018016
- Williams, A.N. (2012). The use of summed radiocarbon probability distributions in archaeology: a review of methods. *Journal of Archaeological Science*, 39, 578-589. https:// doi.org/10.1016/j.jas.2011.07.014
- Weninger, B., Jöris, O., Danzeglocke, U. (2008). CalPal-2007: Radiocarbon Calibration & Palaeoclimate Research Package, University of Cologne, Germany. http://www.calpal.de
- Zazo, C., Goy, J.L., Hillaire-Marcel, C., Gillot, P.Y., Soler, V., Gonzlalez, J.A., Dabrio, C.J., Ghaleb, B., 2002. Raised marine sequences of Lanzarote and Fuerteventura revisited - a reappraisal of relative sea-level changes and vertical movements in the eastern Canary Islands during the Quaternary. *Quaternary Science Reviews*, 21. 2019-2046. https://doi.org/10.1016/ S0277-3791(02)00009-4

Recibido el 7 de marzo de 2022 Aceptado el 31 de agosto de 2022


# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

### Estadios Isotópicos Marinos. Estratigrafía de los isótopos del oxígeno

Marine Isotope Stages: Oxygen Isotope Stratigraphy

Bardají, T.<sup>(1)</sup>, Lario J.<sup>(2)</sup>

 Depto. Geología, Geografía y Medio Ambiente, Universidad de Alcalá, 28871-Alcalá de Henares (Madrid). teresa.bardaji@uah.es
 Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Educación a Distancia (UNED), 28232- Las Rozas (Madrid).

#### Resumen

La estratigrafía de los isótopos del oxígeno no es un método de datación por sí mismo, sino que es necesaria la comparación de nuestros registros con secuencias isotópicas "globales" para su correlación. La proporción de los isótopos del oxígeno (O<sup>16</sup>, O<sup>18</sup>) en compuestos moleculares que contienen este elemento (p.ej. H<sub>2</sub>O, CaCO<sub>3</sub>) varía en función de la temperatura. La relación O<sup>18</sup>/O<sup>16</sup> ( $\partial$ O<sup>18</sup>) nos ayuda no solo a determinar las temperaturas en el pasado geológico de la Tierra, sino también a identificar los cambios en el volumen de hielo en casquetes polares, promovidos por las variaciones en los parámetros orbitales (precesión, oblicuidad, excentricidad). La sucesión de épocas glaciares e interglaciares a lo largo del Cuaternario ha quedado registrada en sondeos oceánicos profundos (CaCO<sub>3</sub> de los caparazones de organismos bentónicos y planctónicos) definiéndose estadios isotópicos mediante números pares (glaciares) e impares (interglaciares). La escala isotópica ha adquirido un valor cronoestratigráfico al construirse modelos de edad a partir de dataciones isotópicas (C<sup>14</sup>, series de Uranio, para los estadios isotópicos más recientes), la escala paleomagnética, y, sobre todo, mediante su ajuste astronómico. La correlación de nuestros registros con las secuencias isotópicas así establecidas nos permite establecer su cronología e interpretar la respuesta paleoclimática en nuestras latitudes ante las variaciones paleoclimáticas globales.

Palabras clave: Períodos glaciares-interglaciares; Pleistoceno; cronología; paleoclima.

#### Abstract

Oxygen isotopic stratigraphy cannot be considered as a dating method by itself, requiring the comparison of our records with "global" isotopic sequences. The proportion of oxygen isotopes ( $O^{16}$ ,  $O^{18}$ ) in molecular compounds containing them (e.g. H<sub>2</sub>O, CaCO<sub>3</sub>) changes with temperature. The relation  $O^{18}/O^{16}$  ( $\partial O^{18}$ ) can thus be used as a thermometer to infer past temperatures, and also to identify the changes in the ice-sheets

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



configuration promoted by changes in orbital parameters (obliquity, precession, tilt). Alternation from glacial to interglacial climates along the Quaternary is recorded in oceanic deep cores (CaCO<sub>3</sub> from planktonic/ benthonic organisms) allowing the definition of isotope stages by odd numbers (interglacials) and pair numbers (glacials). Isotopic scale acquires a chronostratigraphic value when age models are constructed based in isotopic dating (<sup>14</sup>C, U-series), paleomagnetism and mainly by astronomical tunning. The correlation between our records and these isotopic sequences allows to give them a chorological framework and interpreting the response in our latitude to global paleoclimatic variations.

Key words: Glacial-interglacial stages; Pleistocene; chronology; paleoclimate.

### 1. Introducción

Los isótopos del oxígeno no constituyen una herramienta cronológica por sí mismos, sino que nos ayudan en la reconstrucción paleoclimática y paleoambiental de la Tierra. Los cambios climáticos experimentados a lo largo del Cuaternario se registran mediante variaciones en la composición isotópica del oxígeno, y esas variaciones nos sirven para establecer referencias temporales que sí pueden tener una gran utilidad cronológica. Los primeros indicios de la existencia de períodos glaciares en el pasado geológico más reciente de la Tierra provienen de las observaciones de campo realizadas por Louis Agassiz en los Alpes a inicios del s.XIX. A mediados de dicho siglo J. A. Adhémar en 1842 y J. Croll en 1867 enuncian las primeras teorías astronómicas que, con algunos errores el primero, con poco éxito el segundo y ambos injustamente olvidados, intentaron explicar los cambios observados por Agassiz (Imbrie e Imbrie, 1979). Ya en el s.XX, el matemático serbio Milutin Milankovitch, estableció un modelo matemático siguiendo la teoría de Croll, que explicaba estos cambios climáticos en función de variaciones en la insolación recibida como consecuencia de cambios en los parámetros orbitales (precesión, oblicuidad, inclinación) (Milankovitch, 1920). Épocas de baja insolación a 65ºN impedirían la fusión completa de hielo/nieve en verano, favoreciendo el crecimiento y desarrollo del casquete polar en el hemisferio norte, y viceversa.

El hecho de que la concentración de los isótopos estables del oxígeno (O<sup>16</sup> y O<sup>18</sup>) que pre-

senta el agua sea función de la temperatura (Fig. 1), hizo pensar que la composición isotópica del caparazón  $(CaCO_3)$  de los organismos que crecen en equilibrio con el agua que les rodea podía ser utilizada como un termómetro para determinar paleotemperaturas en el registro geológico (Urey *et al.*, 1951; Epstein *et al.*, 1951, 1953).

Al analizar la composición isotópica ( $\partial O^{18}$ ) de foraminíferos tanto planctónicos como bentónicos procedentes de sondeos oceánicos profundos (Emiliani, 1955; Shackleton, 1967; Shackleton y Opdyke, 1973) se pudieron identificar una sucesión de estadios fríos y cálidos (períodos glaciares e interglaciares) que ocurrían de manera sincrónica en todos los océanos y que eran lo que conocemos en la actualidad como estadios isotópicos marinos. Hays et al. (1976) confirmaron que las variaciones en la órbita terrestre han sido la causa fundamental de la sucesión de glaciaciones en los últimos 500.000 años, tal y como había predicho Milankovitch en 1920. Este trabajo no solo confirmó esta teoría, sino que estableció una primera cronología de los estadios isotópicos de los últimos 450 ka<sup>1</sup> y sentó las bases para establecer una cronoestratigrafía isotópica que se extendiese atrás en el tiempo geológico y permitiese plantear la evolución a largo plazo del clima en la Tierra, a través de su ajuste astronómico (astronomical tunning).

Se utiliza la abreviatura ka como sinónimo de kilo año, en español, o kilo annum. Según la terminología internacional (Gradstein et al., 2012), ka significa "hace 10<sup>3</sup> años" y kyr "10<sup>3</sup> años de duración"



Figura 1. Fraccionamiento isotópico. Flujo del O<sup>16</sup> en el ciclo del agua y variación en la relación <sup>18</sup>O/<sup>16</sup>O del agua del mar en función del clima.

Figure 1. Isotopic fractionation. O<sup>16</sup> flux in the water cycle and variations of <sup>18</sup>O/<sup>16</sup>O in sea water as a function of climate.

#### 2. Metodología

#### 2.1. Los isótopos del oxígeno como indicadores paleoclimáticos y paleoambientales

El oxígeno tiene tres isótopos estables ( $O^{16}$ ,  $O^{17}$  y  $O^{18}$ ), de los cuales el más ligero ( $O^{16}$ ) es el más abundante en la naturaleza (99,76%) seguido por el  $O^{18}$  (0,2%), con una relación  $O^{18}/O^{16}$  de aproximadamente 1/400 (Ruddiman, 2014).

Los isótopos del oxígeno presentan importantes diferencias en su comportamiento termodinámico, lo que se conoce como fraccionamiento isotópico, que hace que la relación O<sup>18</sup>/O<sup>16</sup> del agua varíe con la temperatura, ya que el isótopo más ligero (O<sup>16</sup>) se moviliza preferentemente dado su menor peso molecular (Fig. 1). Los bajos valores absolutos que presenta la relación  $O^{18}/O^{16}$  hace necesario que se exprese en ‰ (partes por mil) normalizada respecto a un estándar internacional (Tabla 1) y utilizando la notación  $\partial$ :

$$\delta O^{18} (\%_0) = \frac{(O^{18}/O^{16})_{\rm m} - (O^{18}/O^{16})_{\rm st}}{(O^{18}/O^{16})_{\rm st}} \ge 1.000$$

En esta ecuación (Epstein *et al.*, 1951; 1953) *m* se refiere a los valores obtenidos en la muestra a analizar (carbonato cálcico) y *st* al estándar internacional utilizado (Tabla 1).

Durante épocas glaciares el agua enriquecida en O<sup>16</sup> precipita y se acumula en forma de hielo, haciendo que el agua del mar quede enriquecida en O<sup>18</sup> (mayor  $\partial$ O<sup>18</sup>). En épocas interglaciares, con la fusión del hielo glaciar, el O<sup>16</sup> retorna a los océanos, disminuyendo así la relación O<sup>18</sup>/O<sup>16</sup> (menor  $\partial$ O<sup>18</sup>), (Grossman, 2012; Halverson, 2015).

Para el cálculo de la temperatura (T) Epstein et al. (1951; 1953) propusieron la siguiente ecuación a partir del  $\partial O^{18}$  en moluscos, basada a su vez en la propuesta por McCrea (1950) para carbonatos inorgánicos:

$$\Gamma({}^{0}C) = 16.5 - 4.3 \left( \delta 0^{18}_{CaCO_{2}} - \delta 0^{18}_{W} \right) + 0.14 \left( \delta 0^{18}_{CaCO_{2}} - \delta 0^{18}_{W} \right)^{2}$$

En el caso de los foraminíferos, existen ecuaciones calibradas para algunas especies concretas, una ecuación general para foraminíferos bentónicos (Shackleton, 1974) y una ecuación general para foraminíferos planctónicos (Bemis *et al.*, 1998):

$$T(^{\circ}C) = 16.5 (\pm 0.2) - 4.8 (\pm 0.16) \cdot (\delta O^{18}_{CaCO_3} - \delta O^{18}_{W})$$

Estándar	Material	δ <b>Ο<sup>18</sup> (‰)</b>			
PDB o VPDB <sup>*</sup>	Calcita (Belemnite Peedee Fm.)	0 (por definición)			
SMOW o VSMOW <sup>**</sup>	Standard Mean Ocean Water	0 (por definición)			
* Viena PDB, nuevo estándar de calibración ( $\delta O^{18} = -2.20\%$ con relación a PDB)					

## \*\* Viena SMOW nuevo estándar de calibración ( $\delta O^{18}$ equivalente al de SMOW)

 Tabla 1: Estándares utilizados en la calibración de los análisis isotópicos del oxígeno (modificado de Grossman, 2012).

 Table 1: Standards used for the calibration of oxygen isotopic analyses (modified after Grossman, 2012).

donde  $\delta O^{18}_{CaCO_3}$  es el de la muestra, calculado con el estándar VPDB, y  $\delta O^{18}_W$  representa la composición isotópica del agua en la que creció dicho organismo, calculada a partir del estándar VPDB ( $\delta O^{18}_{VPDB} = \delta O^{18}_{SMOW} - 0,20$ ).

### 2.2. Metodología de muestreo

El hecho de que sean isótopos estables hace que la relación  $O^{18}/O^{16}$  del CaCO<sub>3</sub> (ya sea orgánico o inorgánico, calcita o aragonito) no varíe una vez que ha precipitado, a no ser que haya sufrido diagénesis o una alteración por meteorización tras su exposición sub-aérea, lo cual se desestima en sondeos oceánicos profundos.

No obstante, existen una serie de factores ambientales que pueden influir directamente en el  $\partial O^{18}$  como son la latitud (a menor latitud mayor  $\partial O^{18}$  como consecuencia de una mayor evaporación), la salinidad (mayor salinidad mayor  $\partial O^{18}$ ) o la localización geográfica (mayor o menor influencia de aguas continentales). Además, determinados factores mineralógicos o fisiológicos (Cabero, 2009) pueden también influir en la relación  $O^{18}/O^{16}$ al incorporarse preferentemente un isótopo u otro ( $\partial O^{18}$  de la calcita es ~0,8‰ menor que la del aragonito, y también es mayor en moluscos que en foraminíferos).

Por esta razón, el muestreo para establecer las curvas en las que se basa la estratigrafía isotópica del oxígeno debe hacerse sobre una misma especie y con ejemplares de tamaño similar (misma fase del ciclo vital). En el caso de foraminíferos planctónicos cada especie vive a una profundidad determinada, lo que hace variar su ∂O<sup>18</sup> y otras especies no presentan una distribución global. Entre las especies planctónicas más utilizadas están Globigerina bulloides, Globigerinoides sacculifera o G. ruber (Emiliani, 1955; Hays et al., 1976; Imbrie et al., 1984; Shackleton y Hall, 1989; Shackleton, 1990); y entre las bentónicas Cibicidoides sp. y Uvigerina sp. (Pisias et al., 1984; Shackleton y Hall, 1989; Shackleton et al., 1990; Shackleton et al., 1995; Lisiecki

y Raymo, 2005). En el caso de foraminíferos planctónicos suele ser necesaria la selección (*picking*) de entre 20 y 30 ejemplares por muestra, mientras que en los bentónicos, más pesados, 5 ejemplares suelen ser suficientes. La preparación de muestras requiere una limpieza previa con disolución de agua oxigenada ( $H_2O_2$ ) para eliminar la materia orgánica, y una limpieza de ultrasonidos en metanol para eliminar las partículas finas.

En caso de utilizar los isótopos estables del oxígeno para la reconstrucción paleoambiental p.ej. en medios litorales, se debe seleccionar siempre una misma especie de moluscos, a ser posible en la misma fase de crecimiento (especímenes juveniles o seniles) y que no haya sufrido una alteración meteórica postdeposicional. Con el fin de estimar si la muestra conserva su mineralogía original (calcita o aragonito según la especie) es aconsejable analizar su composición mineralógica mediante difracción de Rayos-X (Cabero, 2009), previamente a determinar la relación O<sup>18</sup>/O<sup>16</sup> mediante un espectrómetro de masas específico (IRMS, Isotope Ratio Mass Spectrometry; Martín-Chivelet y Muñoz-García, 2015).

## 3. Resultados

### 3.1. Estadios isotópicos marinos (Marine Isotope Stages, MIS)

La estratigrafía isotópica marina se basa en el registro del  $\partial O^{18}$  de foraminíferos planctónicos y bentónicos en sondeos oceánicos profundos (Emiliani, 1955; Shackleton, 1969; Hays *et al.*, 1976; Imbrie *et al.*, 1984; Lisiecki y Raymo, 2005, etc.). Los bentónicos parecen reflejar mejor los valores y tendencias del océano en su conjunto, mientras que los planctónicos pueden ser más sensibles a variaciones locales de temperatura o salinidad.

Emiliani (1955) fue el primero en identificar estadios isotópicos (*core stages*) a partir de las variaciones de la composición isotópica del oxígeno en organismos planctónicos procedentes de sondeos oceánicos profundos, utilizando la terminología propuesta por Arrhenius (1952): números pares para estadios glaciares e impares para interglaciares. El término con el que se ha denominado estos estadios ha ido evolucionando hacia una mayor especificidad, desde los core stages de Emiliani (1955), estadios de O<sup>18</sup> (O<sup>18</sup> stages; Shackleton, 1969; Shackleton y Opdyke, 1973), estadios isotópicos del oxígeno (Oxygen Isotopic Stages - OIS; Prell et al., 1986) y finalmente estadios marinos de  $\partial O^{18}$  (Marine  $\partial O^{18}$ Stages; Imbrie et al., 1992). Aunque se han utilizado indistintamente tanto OIS (Oxygen Isotopic Stages) como MIS (Marine Isotopic Stages), en la actualidad se prefiere este último término va que se trata de estadios isotópicos definidos e identificados a partir de datos procedentes de sondeos oceánicos (Railsback et al., 2015).

En cuanto a los subestadios, el uso de letras minúsculas se lo debemos a Shackleton (1969) que lo aplicó específicamente al estadio isotópico 5 (5a, 5b, 5c etc.). Otros autores (Imbrie *et al.*, 1984; Pisias *et al.*, 1984; Prell *et al.*, 1986; Martinson *et al.*, 1987; Bassinot *et al.*, 1994) viendo la dificultad de fijar límites precisos entre subestadios en estadios isotópicos más antiguos, propusieron aplicar un estilo numérico decimal (5.1, 5.2) para identificar eventos, que eran intervalos mucho más rápidos y que no requerían límites precisos. En las últimas décadas se han utilizado diferentes estilos, tanto para eventos como para subestadios: numérico decimal (MIS 5.1, MIS 5.3) o alfabético (MIS 5a, MIS 5c), doble decimal (MIS 5.5.1, MIS 5.5.2) o mezclas de números y letras (MIS 5e.1, MIS 5e.2). La propuesta de Railsback *et al.* (2015) intenta solucionar esta desordenada situación aplicando el sistema de Emiliani (1955) y Shackleton (1969), que utiliza letras minúsculas para susbestadios (Fig. 2), siempre que estos sean identificables en el LRO4-*stack* de Lisiecki y Raymo (2005), elaborado a partir de 57 sondeos oceánicos globalmente distribuidos y que abarca los últimos 5 Ma.

### 3.2. Cronología de los estadios isotópicos marinos (Marine Isotope Stages, MIS)

El hecho de que el clima de la Tierra responda a variaciones en la geometría de la órbita terrestre y que esta respuesta climática se registre mediante el  $\partial O^{18}$  en los sedimentos oceánicos profundos, hace que la unión clima/órbita constituya una oportunidad única para establecer una escala cronológica.

El ajuste astronómico (*astronomical tunning*) se basa en la coincidencia de las variaciones de  $\partial O^{18}$  registradas en sondeos oceánicos con las periodicidades de los parámetros orbitales (excentricidad, c. 100ka; oblicuidad, c. 41 ka; precesión, 23 ka), que actualmente se establecen con las curvas LA2010 (Laskar



Figura 2. Propuesta para la denominación de los subestadios isotópicos marinos del último millón de años, definidos en base al *stack* LR04 (Lisiecki y Raymo, 2005). Las barras verdes horizontales indican la duración de cada subestadio. Estadios isotópicos anteriores al MIS 28, así como MIS 4, MIS 2 y MIS 1, son muy cortos y con composición isotópica muy homogénea, lo que hace más difícil e innecesaria su subdivisión (modificado de Railsback *et al.*, 2015).

Figure 2. Proposed scheme of marine isotope substages for the last 1.0 My, defined relative to the LRO4 stack (Lisiecki and Raymo, 2005). Horizontal green bars indicate the length of each substage. Roman numerals indicate terminations (transitions from glacial to interglacial stages). MIS4, MIS 2 and MIS1, as well as Isotope stages older than MIS 28 are not long enough and their homogeneous isotopic composition make difficult and innecesary their subdivision in substages (modified after Railsback et al., 2015).



Figura 3. Registro del ∂O<sup>18</sup> para los últimos 6 Ma (modificado de Shackleton, 1995). Curva compuesta a partir de los datos de SPECMAP (0-0,6 Ma; Imbrie *et al.*, 1984); ODP-677 (0,6 - 2 Ma; Shackleton *et al.*, 1990); ODP-846 (2 - 6 Ma; Shackleton *et al.*, 1995).

Figure 3. ∂0<sup>18</sup> record of the last 6 My (modified after Shackleton, 1995). Composite curve after data from SPECMAP (0-0,6 Ma; Imbrie et al., 1984); ODP-677 (0,6 - 2 Ma; Shackleton et al., 1990); ODP-846 (2 - 6 Ma; Shackleton et al., 1995).



Figura 4. ∂O<sup>18</sup> del LRO4 *Benthic stack* para los últimos 3,6 Ma (modificado de Lisiecki y Raymo, 2005). TPM: Transición del Pleistoceno medio; líneas verticales en rojo: límite entre épocas cronoestratigráficas; línea discontinua en azul: ∂O<sup>18</sup> actual (3,25 ‰).

Figure 4.  $\partial O^{18}$  of LR04 Benthic stack for the last 3.6 Myr (modified after Lisiecki and Raymo, 2005). MPT: Mid Pleistocene Transition; vertical red lines: boundaries between chronostratigraphic epochs; dashed blue line: present day  $\partial O^{18}$  (3,25 ‰).

*et al.*, 2011). Como puntos de control cronológico para estos ajustes, se utilizan dataciones con isótopos radiogénicos (series de U; <sup>14</sup>C), datos bioestratigráficos o inversiones paleomagnéticas, asumiendo tasas de sedimentación constantes entre los puntos establecidos (Shackleton y Opdyke, 1973; Hays *et al.*, 1976; Martinson *et al.*, 1987; Pisias *et al.*, 1984; Shackleton, 1995; Lisiecki y Raymo, 2005).

El proyecto SPECMAP (acrónimo de Mapping Spectral Variability in Global Climate Project) promovió y generalizó el análisis isotópico conjunto de varios sondeos a través de lo que se denominaron stacks, que son registros promedio del ∂O<sup>18</sup> de una serie de sondeos oceánicos profundos. El SPECMAP desarrolló uno de los stacks más ampliamente utilizados (Imbrie et al., 1984), a partir de datos de cinco sondeos oceánicos profundos, de diferente longitud y cronología, calibrados astronómicamente que cubrían los últimos 780 ka. A partir de este stack, se han elaborado otros muchos, con diferente amplitud y extensión temporal (Pisias et al., 1984; Prell et al., 1986; Williams et al., 1988; Raymo et al., 1990; Bassinot et al., 1994; Shackleton, 1995; Lisiecki y Raymo, 2005; Ahn et al., 2017).

Una de las secuencias isotópicas más utilizadas es la secuencia compuesta (no *stacked*) publicada por Shackleton (1995) que cubre los últimos 6 Ma (Fig. 3). En la actualidad se utiliza preferentemente el *stack* LRO4<sup>2</sup> (Lisiecki y Raymo, 2005) que compila el registro isotópico bentónico de 57 sondeos oceánicos profundos globalmente distribuidos de los últimos 5 Ma (Fig. 4). El ajuste astronómico de toda la secuencia ha permitido establecer la edad de los MIS y sus límites (Tabla 2), así como de las Terminaciones I a VII y refinar las de las inversiones paleomagnéticas de los últimos 5 Ma.

## 4. Ejemplo de aplicación: La turbera de Padul (Camuera *et al.,* 2018; 2019)

Dada su situación entre Europa y África, el Atlántico y el Mediterráneo, los registros de la Península Ibérica tienen un gran potencial para la reconstrucción paleoclimática de la región Nord-atlántica en su conjunto.

Para ilustrar este potencial hemos seleccionado la turbera de Padul (Sierra Nevada, Cordillera Bética), uno de los registros continentales más completos y continuos de Europa meridional y del Mediterráneo. La comparación del registro polínico con la escala cronoestratigráfica de los isótopos del oxígeno permite extender la cronología más allá de las dataciones obtenidas.

La turbera de Padul presenta uno de los registros sedimentarios continentales más largos y continuos de Europa, con más de 100 m de espesor y hasta 0,9 Ma. Desde los primeros trabajos de Menéndez-Amor y Florschültz (1962; 1964) hasta los más recientes de Camuera et al., (2018; 2019; 2021) se han realizado diferentes sondeos con diferente rango de profundidad y edad. Uno de los más recientes (Padul-15-05, Camuera et al., 2018; 2019) ha aportado un registro sedimentario y palinológico continuo para los últimos 200 ka, cuyo modelo cronológico se ha podido establecer a partir 61 dataciones C<sup>14</sup> AMS-standard (últimos 50 ka) y 4 por racemización de Aminoácidos (hasta 118 ka). La comparación de la secuencia estudiada con la escala isotópica y su ajuste astronómico ha permitido extender la cronología atrás en el tiempo y reconstruir los cambios en la vegetación y ambientales experimentados a lo largo de los dos últimos ciclos glaciares (~200 ka; MIS 7 a MIS 1).

En general se observa una correlación bastante buena entre períodos cálidos/húmedos y fríos/áridos entre el registro en Groenlandia, la temperatura superficial del agua del mar (SST) en Alborán y la vegetación en Padul (Fig. 5). Los estadios y subestadios cálidos (MIS 5e, MIS 5a, MIS 1), los eventos fríos rápidos (p.ej.

Datos disponibles en las páginas personales de Maureen Raymo (https://moraymo.us) y Lorraine Lisiecki (http://www.lorraine-lisiecki.com)

Límite MIS	Edad (ka)	Límite MIS	Edad (ka)	Límite MIS	Edad (ka)
1/2 <b>(T.I)</b>	14	32/33	1104	68/69	1849
2/3	29	33/34	1114	69/70	1859.5
3/4	57	34/35	1141	70/71	1875
4/5	71	35/36	1190	71/72	1898
5.1*	82	36/37	1215	72/73	1915
5.2*	87	37/38	1244	73/74	1941
5.3*	96	38/39	1264	74/75	1965
5.4*	109	39/40	1286	75/76	1990
5.5*	123	40/41	1304	76/77	2017
5/6 <b>(T.II)</b>	130	41/42	1320	77/78	2043
6/7	191	42/43	1344	78/79	2088
7/8 <b>(T.III)</b>	243	43/44	1362	79/80	2103
8/9	300	44/45	1383	80/81	2125
9/10 (T.IV)	337	45/46	1405	81/82	2146
10/11	374	46/47	1424	82/83	2168
11/12 <b>(T.V)</b>	424	47/48	1452	83/84	2192
12/13	478	48/49	1469	84/85	2207.5
13/14 (T.VI)	533	49/50	1492	85/86	2236
14/15	563	50/51	1510	86/87	2250
15/16 (T.VII)	621	51/52	1530	87/88	2273
16/17	676	52/53	1547.5	88/89	2291
17/18	712	53/54	1570	89/90	2309
18/19	761	54/55	1585	90/91	2333
19/20	790	55/56	1608	91/92	2350
20/21	814	56/57	1628.5	92/93	2373
21/22	866	57/58	1642.5	93/94	2387
22/23	900	58/59	1670	94/95	2407
23/24	917	59/60	1697.5	95/96	2427
24/25	936	60/61	1715	96/97	2452
25/26	959	61/62	1743	97/98	2477
26/27	970	62/63	1758	98/99	2494
27/28	982	63/64	1782	99/100	2510
28/29	1014	64/65	1802.5	100/101	2540
29/30	1031	65/66	1816	101/102	2554
30/31	1062	66/67	1826	102/103	2575
31/32	1081	67/68	1832.5	103/104	2595

\* nomenclatura numérica decimal referida a eventos (picos) no a subestadios

Tabla 2: Edad de los límites entre estadios isotópicos del Cuaternario, según el stack LR04 (Lisiecki y Raymo, 2005; datos disponibles en http://www.lorraine-lisiecki.com); T.I a T.VII: Terminaciones.

 

 Table 2: Ages of the boundaries between isotope stages of the Quaternary (LR04 stack; Lisiecki and Raymo, 2005; data available at http://www.lorraine-lisiecki.com); T.I a T.VII: Terminations).



Figura 5. Registro polínico de los últimos 200 ka en la turbera de Padul y su comparación con el ∂O<sup>18</sup> del NGRIP y la temperatura superficial del agua del mar (TSM en Alborán); PA/PNA: Polen arbóreo / Polen no Arbóreo (modificado de Camuera *et al.,* 2019).

MIS 5d; MIS 5b), las oscilaciones ligadas a una variabilidad milenial registradas a lo largo del MIS 6 y MIS 2 (ciclos D-O y eventos Heinrich), todo ello queda reflejado en el mar de Alborán y en Padul. También se observa una relación entre el nivel del agua del lago y el clima, mostrando por lo general mayor profundidad durante episodios más fríos que durante episodios más cálidos, lo que los autores interpretan como el resultado del balance positivo en la relación precipitación/evaporación consecuencia de una menor insolación (menor evaporación).

#### 5. Conclusiones

La estratigrafía de los isótopos del oxígeno no puede considerarse un método de datación por sí mismo, sino un método de datación relativa por correlación de registros largos con la escala cronoestratigráfica global de los isótopos del oxígeno. La asimilación de nuestros registros con esta escala permite homogeneizar cronologías a escala global, y, sobre todo, interpretar las variaciones en las respuestas de los diferentes medios sedimentarios, y diferentes latitudes, ante los cambios

Figure 5. Pollen record for the last 200 ky from Padul and its comparison with NGRIP ∂O<sup>18</sup> record and SST of Alborán Sea; PA/PNA: Arboreal vs Non-Arboreal Pollen (modified after Camuera et al., 2019).

climáticos experimentados a lo largo del Cuaternario.

Un análisis independiente o aislado (o varios) de la composición isotópica de una muestra determinada, no tiene ningún valor cronológico ni puede ser correlacionado con las escalas globales, a no ser que exista alguna datación isotópica (C<sup>14</sup>, series de U) o paleomagnética que así lo permita. Estas muestras aisladas, sí pueden aplicarse para el análisis paleoambiental y su evolución, requiriendo por tanto alguna datación adicional para situarlas dentro de la escala cronológica isotópica.

### Agradecimientos

Este trabajo forma parte de las actividades del Grupo de Investigación en "Paleoambientes del Cuaternario y sus implicaciones climáticas" de la UAH. Agradecemos la labor realizada por J. Pérez Tarruella y C. Zazo Cardeña en la revisión de este trabajo aportando sugerencias que claramente lo han mejorado.

## Bibliografía

- Ahn, S., Khider, D., Lisiecki, L.E., Lawrence, C.E. (2017). A probabilistic Pliocene-Pleistocene stack of benthic d<sup>18</sup>O using a profile hidden Markov model. Dynamics and Statistics of the Climate System 2(1), 1-16. https://doi. org/10.1093/climsys/dzx002
- Arrhenius, G. (1952). Sediment Cores from East Pacific. Reports of the Swedish Deep-Sea Expedition (1947-1948) 5(1), 227pp.
- Bassinot, F.C., Labeyrie, L.D., Vincent, E., Quidelleur, X., Shackleton, N.J., Lancelot, Y. (1994).
  The astronomical theory of climate and the Brunhes-Matuyama reversal. Earth and Planetary Science Letters 126, 91-108. https://doi. org/10.1016/0012-821X(94)90244-5
- Bemis, B. E., Spero, H. J., Bijma, J., & Lea, D. W. (1998). Reevaluation of the oxygen isotopic composition of planktonic foraminifera: Experimental results and revised paleotemperature equations. Paleoceanography, 13, 150-160. https://doi.org/10.1029/98PA00070

- Cabero, A. (2009). Registro costero de los cambios eustáticos y climáticos durante los interglaciares recientes cuaternarios: Sur y Sureste peninsular, islas Baleares, Canarias y Cabo Verde. Tesis Doctoral, Universidad de Salamanca.
- Camuera, J., Jiménez-Moreno, G., Ramos-Román, M.J., García-Alix, A., Toney, J.L., Anderson, R.S., Jiménez-Espejo, F., Kaufman, D., Bright, J., Webster, C., Yanes, Y., Carrión, J.S., Ohkouchi, N., Suga, H., Yamame, M., Yokoyama, Y., Martínez-Ruiz, F. (2018). Orbital-scale environment and climatic changes recorded in a new ~ 200,000-year-long multiproxy sedimentary record from Padul, southern Iberian Peninsula. Quaternary Science Reviews 198, 91-114. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2018.08.014
- Camuera, J., Jiménez-Moreno, G., Ramos-Román, M.J., García Alix, A., Toney, J.L., Scott Anderson, R., Jiménez-Espejo, F., Bright, J., Webster, C., Yanes, Y., Carrión, J.S. (2019). Vegetation and climate changes during the last two glacial-interglacial cycles in the western Mediterranean: A new long pollen record from Padul (southern Iberian Peninsula). Quaternary Science Reviews 205, 86-105. https:// doi.org/10.1016/j.quascirev.2018.12.013
- Camuera, J., Jiménez-Moreno, G., Ramos-Román, M.J., García-Alix, A., Jiménez-Espejo, F., Toney, J.L., Scott Anderson, R. (2021). Chronological control and centennial-scale climatic subdivisions of the Last Glacial Termination in the western Mediterranean region. Quaternary Science Reviews 255, 106814. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2021.106814
- Emiliani, C. (1955). Pleistocene temperatures. Journal of Geology 63(6), 538-578. https:// doi.org/10.1086/626295
- Epstein, S., Buchsbaum, R., Lowenstam, H.A., Urey, H.C. (1951). Carbonate-water isotopic temperature scale. Geological Society of America Bulletin 62, 417-425. https:// doi.org/10.1130/0016-7606(1951)62[417: CITS]2.0.CO;2
- Epstein, S., Buchsbaum, R., Lowenstam, H.A., Urey, H.C. (1953). Revised carbonate-water isotopic temperature scale. Geological Society of America Bulletin 64, 1315-1325. https://doi. org/10.1130/0016-7606(1953)64[1315:RCITS ]2.0.CO;2
- Gradstein, F.M., Ogg, J.G., Schmitz, M.D., Ogg, G.M. (Eds.) (2012). The Geologic Time Scale, 2012. Elsevier, 1144pp.
- Grossman, E.L. (2012). Oxygen Isotope Stratigraphy. En: Grandstein, F.M., Ogg, J.G., Schmitz,

M.D., Ogg, G.M. (Eds). The Geologic Time Scale. Elsevier, cap. 10, 181-206. https://doi. org/10.1016/B978-0-444-59425-9.00010-X

- Halverson, G.P. (2015). Marine Isotope Stratigraphy. En W.J. Rink & J.W. Thompson (Eds). Encyclopedia of Scientific Dating Methods Springer, Dordrecht, 517-528. https://doi. org/10.1007/978-94-007-6326-5\_130-1
- Hays, J.D., Imbrie, J., Shackleton, N.J. (1976). Variations in the Earth's orbit: Pacemaker of the Ice Ages. Science 194, 1121-1132. https://doi. org/10.1126/science.194.4270.1121
- Imbrie. J. e Imbrie, K.P. (1979). Ice Ages: solving the mystery. Harvard University Press. Enslow Publishers 224 pp. https://doi.org/10.1007/978-1-349-04699-7
- Imbrie, J., Hays, J.D., Martinson, D.G., McIntyre, A., Mix, A.C., Morley, J.J., Pisias, N.G., Prell, W.L., Shackleton, N.J. (1984). Th orbital theory of Pleistocene climate: support from a revised chronology of the marine ∂O18 record. En: Milankovitch and Climate (Berger *et al.*, eds). D. Reidel Publishing Company. Part 1, 269-305.
- Imbrie, J., Boyle, E.A., Clemens, S.C., Duffy, A., Howard, W.R., Kukla, G., Kutzbach, J., Martinson, D.G., McIntyre, A., Mix, A.C., Molfino, B., Morley, J.J., Petersen, L.C., Pisias, N.G., Prell, W.L., Raymo, M.E., Shackleton, N.J., Toggweiler, J.R. (1992). On the structure and origin of major glaciation cycles, 1. Linear responses to Milankovitch forcing. Paleoceanography 7(6), 701-738. https://doi.org/10.1029/92PA02253
- Laskar, J.; Fienga, A.; Gastineau, M.; Manche, H. (2011). La2010: a new orbital solution for the long-term motion of the Earth. Astronomy & Astrophysics, 532, A89-. https://doi. org/10.1051/0004-6361/201116836
- Lisiecki, L. y Raymo, M. (2005). A Pliocene Pleistocene stack of 57 globally distributed benthic d180 records. Paleoceanography 20, 17pp. https://doi.org/10.1029/2004PA001071
- Martín-Chivelet, J. y Muñoz-García, M.B. (2015). Estratigrafía de isótopos de oxígeno y la reconstrucción de cambios climáticos del pasado. Enseñanza de las Ciencias de la Tierra 23(2), 160-170.
- Martinson, D.G., Pisias, N.G., Hays, J.D., Imbrie, J., Moore, T.C., Shackleton, N.J. (1987). Age Dating and the Orbital Theory of the Ice Ages: Development of a High-Resolution 0 to 300.000-year Chronostratigraphy. Quaternary Research 27, 1-29. https://doi. org/10.1016/0033-5894(87)90046-9

- McCrea, J.M. (1950). On the isotope chemistry of carbonates and a paleotemperature scale. Journal of Chemical Physics 18, 849-857. https://doi.org/10.1016/0033-5894(87)90046-9
- Menéndez-Amor, J., Florschütz, F. (1962). Un aspect de la végétation en Espagne méridionale durant la dernière glaciation et L'Holocène. Geol. Mijnbouw 41, 131-134.
- Menéndez-Amor, J., Florschütz, F. (1964). Results of the preliminary palynological investigation of samples from a 50 m boring in southern Spain. Bol. Real Sociedad Española Historia Natural 62, 251-255.
- Milankovitch, M. (1920). Théorie Mathématique des Phénomènes Thermiques Produits par la Radiation Solaire. Académie Yougoslave des Sciences et des Arts de Zagreb, Gauthier Villars, Paris, France.
- Pisias, N.G., Martinson, D.G., Moore, T.C., Shackleton, N.J., Prell, W., Hays, J., Boden, G. (1984). High resolution stratigraphic correlation of benthic oxygen isotopic records spanning the last 300,000 years. Marine Geology 56, 119-136. https://doi.org/10.1016/0025-3227(84)90009-4
- Prell, W.L., Imbrie, J., Martinson, D.G., Morley, J.J., Pisias, N.G., Shackleton, N.J., Streeter, H.F. (1986). Graphic Correlation of oxygen isotope stratigraphy. Application to the Late Quaternary. Paleoceanography 1(2), 137-162. https://doi.org/10.1029/PA001i002p00137
- Railsback, L.B., Gibbard, P.L., Head, M.J., Voarintsoa, N.R.G., Toucanne, S. (2015). An optimized scheme of lettered marine isotope substages for the last 1.0 million years, and the climatostratigraphic nature of isotope stages and substages. Quaternary Science Reviews 111, 94-106. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2015.01.012
- Raymo, M. E., Ruddiman, W. F., Shackleton N. J., Oppo D. W. (1990). Evolution of Atlantic- Pacific d13C gradients over the last 2.5 m.y. Earth and Planetary Science Letters 97, 353 - 368. https://doi.org/10.1016/0012-821X(90)90051-X
- Ruddiman, W.F. (2014). Earth's Climate: Past and Future.W.H. Freeman and Co., New York (3ª Edición), 445pp.
- Shackleton, N.J. (1967). Oxygen Isotope Analyses and Pleistocene Temperatures Reassessed. Nature 215, 15-17. https://doi. org/10.1038/215015a0
- Shackleton, N.J. (1974). Attainment of isotopic equilibrium between ocean water and the

benthonic foraminifera genus Uvigerina: isotopic changes in the ocean during the last glacial. Colloques Internationaux du C.N.R.S. 219, 203-209.

- Shackleton, N.J. (1969). The Last Interglacial in the marine and terrestrial records. Proceedings of the Royal Society, London B. 174, 135-154. https://doi.org/10.1098/rspb.1969.0085
- Shackleton, N.J. (1995). New data on the evolution of Pliocene Climatic Variability. En: Paleoclimate and Evolution, with emphasis on Human Origins (E.S. Vrba, G.H. Denton, T.C. Partridge & Ll. H. Burckle, eds). Yale University Press, cap. 17, 242-248.
- Shackleton, N.J. y Opdyke, N.D. (1973). Oxygen isotope and paleomagnetic stratigraphy of equatorial Pacific core V28-238: oxygen isotope temperatures and ice volumes on a 10<sup>5</sup> and 10<sup>6</sup> year scale. Quaternary Research 3, 39-55. https://doi.org/10.1016/0033-5894(73)90052-5
- Shackleton, N.J., Berger, A., Peltier, W.R. (1990). An alternative astronomical calibration of the Lower Pleistocene timescale based on ODP Site 677. Transactions of the Royal Society of Edimburg: Earth Sciences 81, 251-261. https:// doi.org/10.1017/S0263593300020782
- Shackleton, N.J., Hall, M.A., Pate, D. (1995). Pliocene stable isotope stratigraphy of Site 846.

En: Pisias, Mayer, Janecek, Palmer-Julson, vam Adel (Eds.) Proceedings of the Ocean Drilling Program, Scientific Results, vol. 138, cap. 15, 337-355. https://doi.org/10.2973/odp.proc. sr.138.117.1995

- Shackleton, N.J. y Hall, M.A. (1989). Stable isotope history of the Pliocene at ODP Site 677. En: Becker, Sakai *et al.* (Eds.). Proceedings of the Ocean Drilling Program, Scientific Results, vol. 111, cap. 25, 295-316. https://doi. org/10.2973/odp.proc.sr.111.150.1989
- Urey, H.C., Lowenstam, H.A., Epstein, S., McKinney, C.R. (1951). Measurements of Paleotemperatures of the Upper Cretaceous of England, Denmark, and the Southeastern United States. Bulletin of the Geological Society of America 62, 399-416. https://doi. org/10.1130/0016-7606(1951)62[399:MOPAT O]2.0.CO;2
- Williams, D.F., Thunell, R.C., Tappa, E., Rio, D., Raffi, J. (1988). Chronology of the pleistocene oxygen isotope record: 0-1.88 m.y. B.P. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology 64 (3-4) 221-240. https://doi. org/10.1016/0031-0182(88)90008-9

*Recibido el 9 de abril de 2022 Aceptado el 5 de septiembre de 2022* 



## Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

## Estratigrafía isotópica del último ciclo glaciar (MIS 4 - MIS 1): estadiales/ interestadiales de Groenlandia; Eventos Dansgaard-Oeschger y Eventos Heinrich

Isotope Stratigraphy of the last glacial cycle (MIS 4 - MIS 1): Greenland stadials / interstadials; Dansgaard-Oeschger and Heinrich Events

Bardají, T.<sup>(1)</sup>, Lario J.<sup>(2)</sup>

 Depto. Geología, Geografía y Medio Ambiente, Universidad de Alcalá, 28871-Alcalá de Henares (Madrid). teresa.bardaji@uah.es
 Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Educación a Distancia (UNED), 28232- Las Rozas (Madrid).

#### Resumen

Los sondeos de hielo en los casquetes polares (Groenlandia y Antártida) han permitido profundizar en el conocimiento de los cambios climáticos registrados en los sondeos oceánicos profundos y el registro de los isótopos del oxígeno. La gran variedad de datos obtenidos, tanto a partir del análisis del hielo, como del aire atrapado en sus burbujas, hacen de los sondeos de hielo uno de los registros paleoclimáticos de mayor calidad. La variación de la relación isotópica del oxígeno ( $\partial O^{18}$ ), del deuterio ( $\partial D$ ) y de otros elementos traza, unido a la gran precisión cronológica asociada al contaje de capas anuales y otros métodos de datación, han permitido establecer una escala cronológica de detalle para los MIS 4 a MIS 1, pobremente representados en los sondeos oceánicos. Los sondeos de hielo realizados en Groenlandia muestran una gran variabilidad climática a lo largo de este período de tiempo, identificándose eventos de calentamiento muy rápidos (eventos Dansgaard - Oeschger; *Greenland interstadials*) seguidos por enfriamientos más lentos (*Greenland stadials*), alguno de los cuales especialmente fríos (eventos Heinrich). La comparación de estos eventos con los registros coetáneos en latitudes medias permite interpretar la respuesta de diferentes medios sedimentarios ante dicha variabilidad climática. Como ejemplo se han seleccionado dos de dichos registros: un espeleotema de una cavidad kárstica y una secuencia sedimentaria poligénica.

Palabras clave: cronología; paleoclima; sondeos de hielo; registro isotópico.

#### Abstract

Ice cores at the polar ice sheets (Greenland and Antarctica) have expanded the understanding of climate changes recorded by the marine stratigraphic scale of oxygen isotopes. The wide variety of data obtained,

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



both from the analysis of ice and from the air trapped in bubbles, make the ice cores one of the palaeoclimatic records of highest quality. The variation in the isotope ratios of oxygen ( $\partial O^{18}$ ), deuterium ( $\partial D$ ) and other trace elements, together with the high chronological precision reached by annual layer counting and other dating methods, allow to establish a detailed chronological scale for MIS 4 to MIS 1, poorly represented in deep ocean cores. The Greenland ice-cores show a large climatic variability along this period, with very rapid warming events (Dansgaard - Oeschger events; Greenland interstadials) followed by slower cooling events (Greenland stadials), some of which particularly cold (Heinrich events). Comparison of these events with contemporary records in middle latitudes allows us to interpret the response of different sedimentary environments to such climatic variability. Two examples of these records have been selected: a speleothem from a karstic cave and a polygenic sedimentary sequence.

Key words: chronology; paleoclimate; ice-cores; isotopic record.

### 1. Introducción

A lo largo de la segunda mitad del s.XX, y sobre todo a partir de los años 70, los sondeos oceánicos profundos y su registro isotópico supusieron un gran avance de la paleoclimatología global. Las series temporales obtenidas cubrían varios ciclos climáticos, lo que permitió confirmar la teoría astronómica de Milankovitch (Bardají y Lario, este volumen), ya apuntada previamente por J.A. Adhemar, en 1842, y sobre todo por J. Croll en 1867, ambos injustamente olvidados (Imbrie e Imbrie, 1979). No obstante, la resolución de estos registros no era suficiente para identificar subestadios y oscilaciones climáticas ocurridas a lo largo del último ciclo glaciar, entendiendo como tal el intervalo de tiempo entre las Terminaciones I y II (Hughes et al., 2013). Los sondeos de hielo, con una resolución cronológica mucho mayor (Dansgaard et al., 1969; Johnsen et al., 1972; GRIP Members, 1993; Jouzel et al., 1993, etc.) vinieron a solucionar esta carencia.

Los primeros intentos de perforar el hielo en Groenlandia datan de 1935 pero no fue hasta los años 50 cuando se realizaron los primeros sondeos que, aunque alcanzaron hasta 100 m de profundidad, no tenían buena calidad del hielo (Jouzel, 2013). Hasta los años 60-70 no se realizaron sondeos relativamente largos y continuos (Dansgaard *et al.*, 1969; Johnsen *et al.*, 1972). Los diferentes sondeos (Fig. 1) llevados a cabo tanto en Groenlandia (*Greenland Ice Sheet Project, GISP y GISP-2; Greenland Ice Core Project, GRIP; North Greenland Ice Core Project, NGRIP; North Greenland Eemian ice drilling, NEEM*) como en la Antártida (Vostok, EPICA Dome A, B y C) han permitido reconstruir la evolución climática de casi el último millón de años.

Los sondeos más profundos abarcan el último ciclo glaciar (~200 kyr<sup>1</sup>) en Groenlandia (GRIP Members, 1993; Dansgaard *et al.*, 1993; Johnsen *et al.*, 2001; NGRIP Members, 2004; Rasmussen *et al.*, 2014; Capron *et al.*, 2021), y hasta ocho ciclos glaciares (~800 kyr) en la Antártida (Petit *et al.*, 1990; 1999; Jouzel *et al.*, 1993; EPICA community members, 2004; Capron *et al.*, 2021), donde además se han obtenido datos puntuales de la composición del aire atrapado en las burbujas del hielo, de hace entre 1 y 2,7 Ma (Higgings *et al.*, 2015; Yan *et al.*, 2019).

Los sondeos de hielo constituyen uno de los mejores registros paleoclimáticos que existen, ya que aportan información variada, precisa y continua. La acumulación año tras año de sucesivas capas de nieve puede alcanzar espesores variables en función de la tasa de acumulación (0,5 m/año en Groenlandia

Según la terminología internacional (Gradstein *et al.*, 2012), ka (kilo año o *kilo annum*) significa "hace 10<sup>3</sup> años" y kyr (*kilo years*) "10<sup>3</sup> años de duración".



Figura 1. Localización de los sondeos de hielo llevados a cabo en Groenlandia y la Antártida (mod. de Jouzel y Masson-Delmotte, 2010).

Figure 1. Greenland and Antarctic deep drilling sites (mod. after Jouzel y Masson-Delmotte, 2010).

frente a 5 cm/año en la Antártida; Ruddiman, 2014). Cuando la nieve cae y empieza a acumularse en superficie, el aire se mueve libremente a través de múltiples poros interconectados entre sí. Según se van acumulando nuevas capas de nieve, las que se encuentran a mayor profundidad se van comprimiendo, el flujo del aire se ve limitado hasta que estos poros acaban por desconectarse entre sí, de manera que el aire queda atrapado en burbujas, constituyendo un registro permanente de la composición atmosférica pasada (Ruddiman, 2014).

Los sondeos de hielo nos dan, por tanto, dos tipos de registros independientes y muy valiosos desde el punto de vista paleoclimático. Por un lado, la composición isotópica del hielo ( $\partial O^{18}$  y  $\partial D$ ; temperatura) y, por otro lado, la composición del aire encerrado en las burbujas atrapadas en ese hielo (CO<sub>2</sub>; CH<sub>4</sub>; D; aerosoles, etc.).

#### 2. Metodología

El estudio de los sondeos de hielo tiene una doble vertiente metodológica, por un lado, la variación en la composición isotópica como indicadora de cambios paleoclimáticos (Bardají y Lario, este volumen), y, por otro lado, la cronología de dichas variaciones. Ambos aspectos son los que van a permitir establecer una escala cronológica de este período de tiempo (MIS 4 - MIS 1), aplicables a nuestras secuencias y registros sedimentarios.

#### 2.1. Registro isotópico

El oxígeno tiene tres isótopos estables (O<sup>16</sup>, O<sup>17</sup> y O<sup>18</sup>), de los cuales el más ligero (O<sup>16</sup>) es el más abundante en la naturaleza (99,76%) seguido por el O<sup>18</sup> (0,2%), con una relación O<sup>18</sup>/O<sup>16</sup> de aproximadamente 1/400 (Ruddiman, 2014). El hidrógeno por su parte tiene dos isótopos estables, el H<sup>1</sup>, hidrógeno s.s., y el H<sup>2</sup>, conocido como deuterio (D), y al igual que ocurre con el oxígeno, el más ligero es el más abundante (99,98%).

Los isótopos del oxígeno y del hidrógeno, presentan importantes diferencias en su comportamiento termodinámico (fraccionamiento isotópico) que hace que la relación  $O^{18}/O^{16} - H^2/H^1$  del agua varíe con la temperatura, ya que los isótopos más ligeros ( $O^{16}$  y  $H^1$ ) se movilizan preferentemente frente a los pesados (Fig. 2). Las composiciones isotópicas más habituales del agua son  $H_2O^{16}$  (997.680ppm), HDO<sup>16</sup> (320ppm) y  $H_2O^{18}$  (2.000ppm), (Dansgaard, 1964).

La relación isotópica se expresa en ‰ (partes por mil) normalizada respecto a un estándar internacional (VSMOW, *Vienna Standard Mean Ocean Water*) y utilizando la notación ð:

$$\delta (\%_0) = \frac{\alpha_m - \alpha_{VSMOW}}{\alpha_{VSMOW}} x \ 1.000$$

En donde  $\alpha$  representa la relación isotópica (O<sup>18</sup>/O<sup>16</sup> o D/H) de la muestra (m) o del standard (VSMOW).

El exceso de deuterio (*d*) se expresa como:

$$d = \delta D - 8\delta O^{18}$$

En la actualidad este exceso tiene un valor de 10 por lo que cualquier variación del  $\partial D$  y por lo tanto de su exceso (*d*) está relacionado con variaciones en la temperatura superficial y la humedad relativa en el área fuente del agua evaporada, de diferente escala temporal (Jouzel *et al.*, 2005).

La combinación de ambos ( $\partial O^{18} \gamma \partial D$ , d) permiten asociar directamente los cambios climáticos ocurridos *in situ* (Groenlandia) con los ocurridos en el área fuente (Atlántico Nor-



Figura 2. Fraccionamiento isotópico. Flujo del O<sup>16</sup> e H, en el ciclo del agua; variación de ∂O<sup>18</sup> y ∂D en función del clima, (H: H<sup>1</sup>; D: H<sup>2</sup>, deuterio).

Figure 2. Isotopic fractionation.  ${}^{16}O$  and  ${}^{1}H$  flux in the water cycle and variations of  ${}^{18}O/{}^{16}O$  and  ${}^{2}H/{}^{1}H$  as a function of climate ( ${}^{2}H$ : deuterium).

te) así como mejorar las estimaciones de los cambios de temperatura registrados (Jouzel *et al.,* 2005).

### 2.2. Cronología

La cronología en los sondeos de hielo se ha establecido a partir de cuatro procedimientos:

- Contaje de capas de acumulación anual, que combina la estratigrafía visual (visual stratigraphy) con resolución de 0,1mm (Svensson et al., 2005), con el análisis de diferentes elementos traza (Ca<sup>+2</sup>, Na<sup>+</sup>, NH<sup>+</sup><sub>4</sub>, SO<sup>-2</sup><sub>2</sub>, NO<sup>-3</sup><sub>3</sub>) y medidas de conductividad eléctrica (ECM), (Alley et al., 1997; Rasmussen et al., 2006; Andersen et al., 2007; Svensson et al., 2011). El margen de error de este método es del 1% (Schwander, 2006).
- 2) Modelización glacial. A partir de una cierta profundidad, la laminación anual ya no es tan evidente, por lo que hay que recurrir a modelos que combinan espesor, acumulación y flujo glaciar (Petit et al., 1999). Esto incluye la elaboración de perfiles de flujo, que están condicionados por parámetros locales tales como espesor del hielo, flujo o fusión basal, y que deben ser por tanto comparados con las tasas de acumulación conocidas. El cálculo de la edad del hielo a una profundidad dada se basa en la variación del espesor en función de dicha profundidad. El margen de error depende de la exactitud en la estimación de las tasas de acumulación (aprox. 20%; Schwander, 2006) así como de alteraciones locales del flujo.
- 3 Ajuste astronómico (*orbital tunning*) a partir del registro de diferentes indicadores contenidos en las burbujas de aire atrapadas en el hielo, tales como contenido en CH<sub>4</sub> (Ruddiman y Raymo, 2003);  $\partial O^{18}$  atmosférico (Jouzel *et al.*, 1996; Shackleton, 2000); relación N<sub>2</sub>/O<sub>2</sub>, (Kawamura *et al.*, 2007).

 Correlación con otras series temporales bien datadas (registros marinos, p.ej) o con marcadores precisos tales como capas de cenizas volcánicas, que ayudan a calcular las tasas de acumulación y facilitan la elaboración de los modelos de flujo.

#### 3. Resultados

#### 3.1. Eventos Dansgaard-Oeschger

A lo largo del último ciclo glaciar, entre las Terminaciones I y II, el clima de toda la región noratlántica registró una serie de cambios climáticos abruptos, conocidos como eventos Dansgaard-Oeschger, caracterizados por un calentamiento muy rápido (décadas) seguido de un enfriamiento más lento (Dansgaard et al., 1982; 1984), que ocurrieron con una periodicidad de 1500 años. Estos cambios abruptos se registran en todos los sondeos de Groenlandia (GRIP; Dansgaard et al., 1993; GRIP Members, 1993); GISP2 (Groots et al., 1993), NGRIP (NGRIP Members, 2004) y NEEM (Neem Community, 2013), pero no son tan evidentes ni tan abruptos en la Antártida (Fig. 3).

#### 3.2. Greenland Stadials - Interstadials

Los datos obtenidos a partir de los sondeos en hielo en Groenlandia (GRIP; Johnsen et al., 1992; Dansgaard et al., 1993; GISP2, Groots et al., 1993; NGRIP, NGRIP Members, 2004; Wolf et al., 2010) permitieron establecer una cronología inicial para los últimos 60 ka (Greenland Ice Core Chronology 2005 - GICC05; Rasmussen et al., 2006; Andersen et al., 2006; 2007; Svensson et al., 2006) que más tarde se extendió a todo el registro (Rasmussen et al., 2014). Estos últimos autores, proponen una definición formal y un ordenamiento numérico de la secuencia de períodos más fríos (GS - Greenland Stadial) y más cálidos (GI - Greenland Interstadials; equivalentes a los eventos Dansgaard-Oeschger) que facilita la correlación entre los diferentes registros climáticos dentro de este período de tiempo (Fig. 3; Tabla 1). Esta escala cronoestratigráfica cubre las deficiencias que presenta la estratigrafía isotópica marina para los MIS 4 a MIS 1, diferenciándose subestadiales mediante letras minúsculas y números (p.ej. GI-1b, GI1c1, o GS-2.1b).

#### 3.3. Eventos Heinrich

En paralelo a estos ciclos, tuvieron lugar una serie de fases especialmente frías durante las



Figura 3. ∂O<sup>18</sup> de los sondeos de hielo en Groenlandia (NGRIP; NGRIP members, 2004) y en la Antártida (Vostok; Petit *et al.*, 1999); GS/GI, Greenland Stadials e Interstadials (Rasmussen *et al*, 2014); barras verticales verdes, Heinrich stadials, en verde claro los del MIS 5, (Heinrich, 1988; Chapman y Shackleton, 1999). Cronología de los límites de los MIS según Lisiecki y Raymo (2005) excepto la base del MIS 1, cuya cronología se ha asimilado a la del Holoceno (Walker *et al.*, 2008).



Evento	Edad (a B2K)	Evento	Edad (a B2K)	Evento	Edad (a B2K)	Evento	Edad (a B2K)
Final 8.2ka	8140	GI-5.2	32500	GI-14d	54020	GI-21.1a	78080
Vulcanismo intra 8.2 ka	8236	GS-6	33360	GI-14e	54220	GI-21.1b	78740
Evento 8.2 ka	8300	GI-6	33740	GS-15.1	54900	GI-21.1c	79240
Final 9.3ka	9240	GS-7	34740	GI-15.1	55000	GI-21.1d	79700
Evento 9.3ka	9350	GI-7a	34880	GS-15.2	55400	GI-21.1e	84760
Final 11.4ka	11400	GI-7b	35020	GI-15.2	55800	GS-21.2	84960
Evento 11.4ka	11520	GI-7c	35480	GS-16.1	56500	GI-21.2	85060
Inicio Holoceno	11703	GS-8	36580	GI-16.1a	57920	GS-22	87600
GS-1	12896	GI-8a	36860	GI-16.1b	57960	GI-22a	87820
GI-1a	13099	GI-8b	37120	GI-16.1c	58040	GI-22b	88000
GI-1b	13311	GI-8c	38220	GS-16.2	58160	GI-22c	88800
GI-1c1	13600	GS-9	39900	GI-16.2	58280	GI-22d	88920
GI-1c2	13660	GI-9	40160	GS-17.1	58560	GI-22e	89800
GI-1c3	13954	GS-10	40800	GI-17.1a	58780	GI-22f	89840
GI-1d	14075	GI-10	41460	GI-17.1b	58840	GI-22g	90040
GI-1e	14692	GS-11	42240	GI-17.1c	59080	GS-23.1	90140
GS-2.1a	17480	GI-11	43340	GS-17.2	59300	GI-23.1	104040
GS-2.1b	20900	GS-12	44280	GI-17.2	59440	GS-23.2	104380
GS-2.1c	22900	GI-12a	44560	GS-18	63840	GI-23.2	104520
GI-2.1	23020	GI-12b	44680	GI-18	64100	GS-24.1	105440
GS-2.2	23220	GI-12c	46860	GS-19.1	69400	GI-24.1a	106220
GI-2.2	23340	GS-13	48340	GI-19.1	69620	GI-24.1b	106320
GS-3	27540	GI-13a	49060	GS-19.2	70380	GI-24.1c	106750
GI-3	27780	GI-13b	49120	GI-19.2	72340	GS-24.2	106900
GS-4	28600	GI-13c	49280	GS-20	74100	GI-24.2	108280
GI-4	28900	GS-14	49600	GI-20a	74320	GS-25	110640
GS-5.1	30600	GI-14a	51500	GI-20b	74440	GI-25a	110940
GI-5.1	30840	GI-14b	51660	GI-20c	76440	GI-25b	111440
GS-5.2	32040	GI-14c	53960	GS-21.1	77760	GI-25c	115370

Tabla 1. Edad de inicio de GS (Greenland Stadials, en gris) y GI (*Greenland Interstadials*, en blanco) según la escala estratigráfica propuesta por Rasmussen *et al.*, (2014) dentro del Proyecto INTIMATE (Datos disponibles en https://www. iceandclimate.nbi.ku.dk/data). Para el Holoceno se indica además el final de los eventos climáticos más significativos.

Table 1. Age of the beginning of GS (Greenland Stadials, in grey) and GI (Greenland Interstadials, in white) after chronological scale proposed by Rasmussen et al. 2014 within the INTIMATE Project (data available at https://www. iceandclimate.nbi.ku.dk/data). The end of relevant climate events of the Holocene have also been included.

cuales se produjeron descargas masivas de *icebergs,* registradas en sondeos oceánicos profundos como capas con un elevado contenido de material detrítico arrastrado por

dichos *icebergs* (*ice rafted debris* - IRD), denominadas *Heinrich layers* (capas Heinrich) o *Heinrich Events* (eventos Heinrich) (Heinrich, 1988; Bond *et al.*, 1992).

En lo que se refiere a los eventos Heinrich, se han identificado seis entre los MIS 2 y MIS 4 (Tabla 2), otros tres (HE7 a 10) mucho más ligeros en el MIS 5, y un último (HE11), ligeramente más intenso que estos últimos, en el tránsito MIS 6-MIS 5 (Heinrich, 1988; Chapman y Shackleton, 1999). Los seis más recientes coinciden con alguno de los Greenland Stadials más largos (Fig. 3), pero nunca abarcando todo el período, por lo que no se consideran sinónimos. El termino Heinrich Event debería utilizarse únicamente cuando se encuentra una capa con IRD (Heinrich layer) en un registro sedimentario determinado, lo que dada su naturaleza implica que pueden ser ligeramente diacrónicos en función de dónde se encuentren. El término Heinrich Stadial, como término cronoestratigráfico, define el máximo intervalo de tiempo durante el cual se han identificado IRD en diferentes sondeos oceánicos del Atlántico Norte (Tabla 2), (Sánchez-Goñi y Harrison, 2010).

Heinrich Stadial		Sánchez-Go	Relación	
		Edad (ka)	ad (ka) Duración (kyr)	
HS1	techo base	15,6 18,0	2,4	GS2.1
HS2	techo base	24,3 26,5	2,2	GS-3
HS3	techo base	31,3 32,7	1,4	GS5.2
HS4	techo base	38,3 40,2	1,9	GS9
HS5	techo base	47,0 50,0	3,0	GS13-14
HS6	techo base	60,1 63,2	3,1	GS18

\* Según la Greenland Ice Core Chronology 2005 (GICC05)

\*\* Según Rasmussen et al., 2014

Tabla 2. Edad y duración de los *Heinrich Stadials 1 a 6. Table 2. Age and length of Heinrich Stadials 1 to 6.* 

### 4. Ejemplos de aplicación

La elevada variabilidad climática ocurrida en el Atlántico Norte a lo largo del último ciclo glaciar y que ha quedado registrada en los sondeos de hielo de Groenlandia, se refleja en latitudes medias mediante cambios ambientales, que han dejado su huella en diferentes ambientes sedimentarios continentales.

El primer ejemplo de aplicación seleccionado es la Cueva de Ejulve (Teruel; Pérez Mejías

*et al.*, 2019). Los espeleotemas kársticos se construyen a partir del agua subterránea derivada de la precipitación atmosférica. Cualquier cambio en la composición isotópica del agua de lluvia, está relacionado con los cambios en las áreas fuentes de la evaporación. El segundo ejemplo seleccionado es la isla de Formentera (Bardají *et al.*, 2022), donde la variabilidad climática registrada en toda la región noratlántica queda reflejada aquí mediante cambios en el medio sedimentario, en la vegetación y en la dirección e intensidad de los vientos predominantes.

### 4.1. Cueva de Ejulve (Teruel), noreste de la Península Ibérica (Pérez-Mejías et al., 2019)

El oxígeno que contiene el carbonato de los espeleotemas procede del agua de lluvia, por lo que las variaciones de su composición isotópica son un reflejo de las variaciones isotópicas de dicha agua de lluvia. En épocas interglaciares, con una mayor evaporación del isótopo ligero (O<sup>16</sup>) el agua de lluvia (y por lo tanto el CaCO<sub>3</sub> de los espeleotemas) estará enriquecida en dicho isótopo y tendrá, por tanto, un ∂O<sup>18</sup> más bajo que durante épocas glaciares. El principal problema de los espeleotemas es que suelen presentar registros cortos y discontinuos, aunque a su favor cuentan con la calidad de las dataciones isotópicas (14C, series de U) realizadas sobre los carbonatos que permiten establecer un modelo de edad bastante fiable.

Pérez-Mejías *et al.* (2019) presentan el registro continuo de la estalagmita ANDRÓMEDA (Cueva de Ejulve, Teruel) desde el final del MIS 5 hasta el final del MIS3 (Fig. 4). Este registro incluye la variabilidad de la composición isotópica del oxígeno ( $\partial O^{18}$ ) y del carbono ( $\partial C^{13}$ ) comparándolos con otros registros (Fig. 5) lo que les permite relacionar tendencias y analizar respuestas.

Las principales conclusiones de este trabajo a partir de los registros del  $\partial O^{18}$  y  $\partial C^{13}$  apuntan a un diferente grado de influencia en cuanto



Figura 4. Modelo de edad y tasas de crecimiento de la estalagmita ANDRÓMEDA para los últimos 120.000 años. A la derecha, situación de las muestras de U-Th y edades resultantes; en verde las muestras utilizadas para construir el modelo de edad/profundidad; en rojo las muestras que fueron descartadas. Edad en *kilo annum before present* (antes el presente), (mod. de Pérez-Mejías *et al.*, 2019).

Figure 4. Age model and growth rate for the last 120.000 years of ANDROMEDA stalagmite. On the right, location of U-Th samples and resulting ages; in green, samples used to construct the depth-age model; in red, samples dismissed; age in kilo annum before present (ka BP), (mod. after Pérez-Mejías et al., 2019).

a los factores que condicionan las variaciones climáticas en esta parte de la Península Ibérica a lo largo del período de tiempo analizado. Se identifican dos fases con diferentes condiciones climáticas:

 
 — 1ª Fase (119-80 Ka; MIS 5). Los cambios observados a lo largo esta primera fase parecen están dirigidos por la precesión. Una mayor insolación estival en el hemisferio norte implica una mayor tasa de
 evaporación y, por tanto, un mayor grado de humedad en los vientos del oeste (*westerlies*) que afectan a la Península Ibérica. Este aumento en la precipitación estacional podría explicar la congruencia observada entre el registro de  $\partial O^{18}$  de ANDRÓMEDA y la precesión (Fig. 5). La tendencia general dominada por la precesión es interrumpida de manera abrupta por eventos fríos y secos (C23, C24 en Fig. 5) registrados también en el sondeo NGRIP,





Figure 5. Interpretation of the isotope variability of the ANDROMEDA record. From top to bottom: a) SST (Sea Surface Temperature) on the Iberian Margin (blue) (Martrat et al., 2007); b) dO<sup>18</sup> of the composite of Chinese caves (red) (Cheng et al., 2016); c) dO<sup>18</sup> of ANDROMEDA (pink) and polynomial fit (black); d) precessional cycle of boreal summer (orange) (Laskar et al., 2004); e) dC<sup>13</sup> of ANDROMEDA (green); f) relative sea-level (brown) (Grant et al., 2014) and g) dO<sup>18</sup> of NGRIP (NGRIP members, 2004) with some GI (Greenland Interstadials) after Rasmussen et al. (2014). Vertical yellow bars: high values of both dO<sup>18</sup> and dC<sup>13</sup> reflecting cold-dry periods; HS-6 is marked by a blue bar (Mod. after Pérez-Mejías et al., 2019). en la temperatura superficial del mar en Alborán y que también se reflejan en el registro de de ANDRÓMEDA.

2ª Fase (80-40Ka; MIS 4-MIS 3). Esta fase se caracteriza la falta de concordancia entre el ∂O<sup>18</sup> y la precesión. Al inicio de esta fase se registra una abrupta disminución de la cobertura vegetal y un clima árido/ frío marcado por uno de los valores más bajos de registrados en ANDRÓMEDA (Fig. 5), y que se correlaciona con el HS6. A partir de ahí, el tanto el dO18 como el dC13 registran la variabilidad ligada a las oscilaciones Dansgaard-Oeschger y a los eventos Heinrich. El crecimiento registrado por ANDRÓMEDA durante lo estadios Heinrich es interpretado por los autores como el resultado del desplazamiento hacia el sur del Frente Polar y, como consecuencia, de los westerlies, que cargados de humedad traen una mayor precipitación a la Península Ibérica, y en particular a la Cueva de Ejulve.

### 4.2. Isla de Formentera, Archipiélago Balear (Bardají et al., 2022).

En este caso se realiza un estudio multidisciplinar (geomorfología, geología, sedimentología, geoquímica, suelos, susceptibilidad magnética, fitolitos) apoyado por dataciones OSL-TL (Fig. 6), a lo largo de una secuencia sedimentaria que aflora al sur de la isla v que cubre el último ciclo glaciar (Terminación I a Terminación II). Esta secuencia sedimentaria incluye unidades de carácter continental (dunas, abanicos aluviales, paleosuelos) y otras de carácter marino-litoral (playas) aflorando a lo largo del acantilado entre Es Copinyar y Caló des Mort (Fig. 7). La comparación de los resultados obtenidos con los registros del Atlántico Norte, permiten reconstruir la evolución ambiental en este sector del Mediterráneo occidental dentro del marco de la variabilidad climática registrada a lo largo de este período de tiempo en el Atlántico Norte.

Los periodos más fríos y áridos en Formentera, con vientos predominantes del Norte, se relacionan con momentos de debilitamiento de la *Atlantic Meridional Overturning Current* (AMOC) que refuerza la actividad de los vientos fríos del oeste (*westerlies*) en Europa (MIS 4-inicio MIS 3).

Por el contrario, los períodos más cálidos y húmedos se relacionan con épocas de reforzamiento de la AMOC y menor grado de influencia de los *westerlies* en Europa, favoreciendo la actividad de vientos del S-SW en estas islas (primera mitad MIS3).

A lo largo de la segunda mitad del MIS3, la elevada variabilidad climática registrada en el Atlántico Norte se manifiesta aquí mediante alternancia de períodos de sedimentación aluvial-coluvial y períodos de no deposición y desarrollo de paleosuelos.

Tras un largo período de no deposición (finales MIS 3-principio MIS 2) se registra un breve período húmedo y cálido coincidente con el GS-2.1b (mediados del HS1) que parece atestiguar la inestabilidad climática registrada en ese momento tanto en el Atlántico Norte como en la Península Ibérica.

## 5. Conclusiones

El registro de los isótopos del oxígeno obtenido en los sondeos de hielo, tanto en Groenlandia como en la Antártida, presentan una elevada resolución que permite identificar y analizar la variabilidad climática ocurrida lo largo del último ciclo glaciar. A pesar de que la estratigrafía isotópica no puede considerarse un método de datación por sí mismo, sí constituye un excelente método de datación relativa. La correlación de nuestros registros con esta escala permite homogeneizar cronologías a escala global, y, sobre todo, interpretar la respuesta de diferentes medios sedimentarios y diferentes latitudes, ante los cambios climáticos experimentados a lo largo este último ciclo glaciar.

Un análisis independiente o aislado (o varios) de la composición isotópica de una muestra determinada, no tiene ningún va-



Figura 6. Columna estratigráfica sintética de la secuencia sedimentaria aflorante en Es Copinyar (Formentera). A la izquierda los resultados de la susceptibilidad magnética. TU: unidades continentales; MU: unidades marinas (mod. de Bardají *et al.*, 2022).



lor cronológico ni puede ser correlacionado con los registros obtenidos en sondeos de hielo de Groenlandia o la Antártida. Un registro más o menos continuo, apoyado por dataciones (C<sup>14</sup>, Th-U, TL-OSL) sí puede ser correlacionado con dichos sondeos, permitiendo el análisis de la evolución climática y ambiental en diferentes latitudes a lo largo de este período caracterizado por su extremada variabilidad.

#### Agradecimientos

Este trabajo se encuadra en el marco de actividades del Grupo de Investigación "Paleoambientes del Cuaternario y sus implicaciones climáticas" de la UAH. Agradecemos la labor realizada por los revisores Monserrat Jiménez Sánchez, Eneko Iriarte y un tercer revisor anónimo, cuyas sugerencias y aportaciones han mejorado claramente este trabajo.



Figura 7. Secuencia sedimentaria en Es Copinyar - Caló des Mort (Formentera Island). A) Sección sintética con localización de las unidades continentales (TU) y marinas (MU); círculos naranjas: muestras de luminiscencia (TL-OSL); círculos verdes: muestras de susceptibilidad magnética; B) Panorámica de la secuencia en Caló des Mort (mod. de Bardají *et al.*, 2022).

Figure 7. Sedimentary sequence along Es Copinyar - Caló des Mort sequence (Formentera Island). A) Synthetic section with location of Terrestrial (TU) and Marine Units (MU); orange circles: luminescence samples (TL-OSL); green circles: magnetic susceptibility samples; B) Panoramic view at Caló des Mort (mod. after Bardají et al., 2022).

#### Bibliografía

- Alley, R. B., Shuman, C. A., Meese, D. A., Gow, A. J., Taylor, K. C., Cuffey, K. M., Fitzpatrick, J. J., Grootes, P. M., Zielinski, G. A., Ram, M., Spinelli, G., and Elder, B. (1997). Visual stratigraphic dating of the GISP2 ice core: basic, reproducibility and application. Journal of Geophysical Research 102, 26367-26381. https://doi. org/10.1029/96JC03837
- Andersen, K.K., Svensson, A., Johnsen, S.J., Rasmussen, S.O., Bigler, M., Röthlisberger, R., Ruth, U., Siggaard-Andersen, M.L., Steffensen, J.P., Dahl-Jensen, D., Vinther, B.M., Clausen, H.B. (2006). The Greenland Ice Core Chronology 2005, 15-42 ka. Part 1: constructing the

time scale. Quaternary Science Reviews 25 (2006) 3246-3257. https://doi.org/10.1016/j. quascirev.2006.08.002

- Andersen, K.K., Bigler, M., Clausen, H.B., Dahl-Jensen, D., Johnsen, S.J., Rasmussen, S.O., Seierstad, I., Steffensen, J.P., Svensson, A., Vinther, B.M., Davies, S.M., Muscheler, R., Parrenin, F., Röthlisberger, R. (2007). A 60 000 year Greenland stratigraphic ice core chronology. Climate of the Past Discussions 3, 1235-1260. https://doi.org/10.5194/cp-4-47-2008
- Bardají, T., Roquero, E., Cabero, A., Zazo, C., Goy, J.L., Dabrio, C.J., Machado, M.J., Lario, J., Silva, P.G., Martínez-Graña, A.M. (2022). Abrupt environmental changes during the last glacial cycle in Western Mediterranean (Formente-

ra Island, Balearic archipelago). Quaternary International (available online). https://doi. org/10.1016/j.quaint.2022.01.002

- Bardají, T. y Lario, J. (este volumen). Estadios Isotópicos Marinos. Estratigrafía de los Isótopos del Oxígeno. Cuaternario y Geomorfología.
- Bond, G., Heinrich, H., Broecker, W., Labeyrie, L., McManus, J., Andrews, J., Huon, S., Jantschik, R., Clasen, S., Simet, C., Tedesco, K., Klas, M., Bonani, G., Ivy, S. (1992). Evidence for massive discharges of icebergs into the North Atlantic Ocean during the last glacial period. Nature 360, 245-249. https://doi. org/10.1038/360245a0
- Capron, E., Rasmussen, S.O., Popp, T. J., Erhardt, T., Fischer, H., Landais, A., Pedro, J.B., Vettoretti, G., Grindsted, A., Gknis, V., Vaughn, B., Svensson, A., Vinther, B.M., White, J.W.C. (2021). The anatomy of past abrupt warmings recorded in Greenland ice. Nature Comm. 12:2106. https://doi.org/10.1038/s41467-021-22241-w
- Champan, M.R. y Shackleton, N.J. (1999). Global ice-volume fluctuations, North Atlantic icerafting events, and deep-ocean circulation changes between 130 and 70 ka. Geology 27(9) 795-798. https://doi.org/10.1130/0091-613(1999)027<0795:GIVFNA>2.3.CO;2
- Cheng, H., Lawrence Edwards, R., Shen, C.-C., Polyak, V.J., Asmerom, Y., Woodhead, J., Hellstrom, J., Wang, Y., Kong, X., Spötl, C., Wang, X., Calvin Alexander, E. (2013). Improvements in half-life values, and U-Th isotopic measurements by multi-collector inductively coupled plasma mass spectrometry. Earth Planetary Science Letters 371-372, 82-91. https://doi. org/10.1016/j.epsl.2013.04.006
- Dansgaard, W. (1964). Stable isotopes in precipitation. Tellus XVI 4, 436-468. https://doi. org/10.1111/j.2153-3490.1964.tb00181.x
- Dansgaard, W., Johnsen, S. J., Moller, J., Langway, C. C. J. (1969). One thousand centuries of climatic record from Camp Century on the Greenland ice sheet. Science 166, 377-381. https:// doi.org/10.1126/science.166.3903.377
- Dansgaard, W., Clausen, H. B., Gundestrup, N., Hammer, C. U., Johnsen, S. J., Krinstindottir, P., Reeh, N. (1982). A new Greenland deep ice core. Science 218, 1273-1277. https://doi. org/10.1126/science.218.4579.1273
- Dansgaard, W., Johnsen, S., Clausen, H.B., Dahl-Jensen, D., Gundestrup, N., Hammer, C.U., Oeschger, H. (1984) North Atlantic climatic oscillations revealed by deep Greenland ice cores. En: Hansen y Takahashi T (Eds.)

Climate processes and climate sensitivity. AGU, Washington, D.C., 288-298. https://doi. org/10.1029/GM029p0288

- Dansgaard, W., Johnes, S.J., Clause, H.B., Dahl-Jensen D., Gundestrup, N.S., Hammer, C.U., Hvidberg, C.S., Setffensen, J.P. Sveinbjörnsdottir, A.E., Jouzel, J., Bond, G. (1993). Evidence for general instability of past climate from a 250 kyr ice-core record. Nature 364, 218-220. https://doi.org/10.1038/364218a0
- EPICA community members (2004). Eight glacial cycles from an Antarctic ice core. Nature 429, 623-628. https://doi.org/10.1038/nature02599
- GRIP Members (1993). Climate instability during the last interglacial period recorded in the GRIP ice core. Nature 364, 203-207. https:// doi.org/10.1038/364203a0
- Grant, K.M., Rohling, E.J., Ramsey, C.B., Cheng, H., Edwards, R.L., Florindo, F., Heslop, D., Marra, F., Roberts, A.P., Tamisiea, M.E., Williams, F. (2014). Sea-level variability over five glacial cycles. Nat. Commun. 5, 5076. https://doi. org/10.1038/ncomms6076.
- Groots, P.M., Stuiver, M., White, J.W.C., Johnsen, S., Jouzel, J. (1993). Comparison of oxygen isotope records from the GISP2 and GRIP Greenland ice cores. Nature 366, 552-554. https://doi.org/10.1038/366552a0
- Heinrich, H. (1988). Origin and Consequences of Cyclic Ice Rafting in the Northeast Atlantic Ocean during the Past 130,000 Years. Quaternary Research 29, 142-152. https://doi. org/10.1016/0033-5894(88)90057-9
- Higgings, J.A., Kurbatov, A.V., Spaulding, N.E., Brook, E., Introne, D.S., Chimiak, L.M., Yan, Y., Mayewski, P.A., Bender, M.L. (2015). Atmospheric composition 1 million year ago from blue ice in the Allan Hills, Antarcttica. PNAS 112 (22), 6887-6891. https://doi. org/10.1073/pnas.1420232112
- Imbrie, J. e Imbrie, K.P. (1979). Ice Ages. Solving the Mistery. Harvard University Press., 224pp. https://doi.org/10.1007/978-1-349-04699-7
- Johnsen, S. J., Dansgaard, W., Clausen, H. B., and Langway, C. C. (1972). Oxygen isotope profiles through the Antarctic and Greenland ice sheets. Nature 235, 429-434. https://doi. org/10.1038/235429a0
- Johnsen, S.J., Clausen, H.B., Dansgaard, W., Gundestrup, N.S., Hansson, M., Jonsson, P., Steffensen, J.P., Sveinbjörnsdottir A.E. (1992).
  A 'deep' ice core from East Greenland. MoG Geoscience 29, 1-22.

- Johnsen, S., Dahl-Jensen, D., Gundestrup, N., Steffensen, J.P., Clausen, H.B., Miller, H., Masson-Delmotte, V., Sveinbjörnsdottir, A.E., White, J. (2001). Oxygen isotope and palaeotemperature records from six Greenland ice-core stations: Camp Century, Dye-3, GRIP, GISP2, Renland and NorthGRIP. Invited Contribution. Journal of Quaternary Science 16(4), 299-307. https://doi.org/10.1002/jqs.622
- Jouzel, J. y Masson-Delmotte, V. (2010). Deep ice cores: the need for going back in time. Quaternary Science Reviews 29, 3683-3689. https:// doi.org/10.1016/j.quascirev.2010.10.002
- Jouzel, J., Barkov, N.I., Barnola, J.M., Bender, M., Chappelaz, J., Genthon, C., Kotlyakov, V.M., Lipenkov, V., Lorius, C., Petit, J.R., Raynaud, D., Raisbeck, G., Ritz, C., Sowers, T., Stievenard, M., Yiou, F., Yiou, P. (1993). Extending the Vostok ice-core record of paleoclimate to the penultimate glacial period. Nature 364, 407-412. https://doi.org/10.1038/364407a0
- Jouzel, J., Waelbroeck, C., Malaize, B., Bender, M., Petit, J. R., Barkov, N. I., Barnola, J. M., King, T., Kotlyakov, V. M., Lipenkov, V., Lorius, C., Raynaud, D., Ritz, C., and Sowers, T. (1996). Climatic interpretation of the recently extended Vostok ice records. Climate Dynamics, 12, 513-521. https://doi.org/10.1007/BF00207935
- Jouzel, J., Masson-Delmotte, V., Stévenard, M., Landais, A., Vimeux, F., Johnsen, S.F., Seveinbjörnsdottir, A.E., White, J.W.C. (2005). Rapid deuterium-excess changes in Greenland ice cores: a link between the ocean and the atmosphere. C. R. Geoscience 337, 957-969. https://doi.org/10.1016/j.crte.2005.05.011
- Jouzel, J. (2013). A brief history of ice core science over the last 50yr. Clim. Past Discuss 9, 3711-3767. https://doi.org/10.5194/cpd-9-3711-2013
- Kawamura, K., Parrenin, F., Lisiecki, L., Uemura, R., Vimeux, F., Severinghaus, J. P., Hutterli, M. A., Nakazawa, T., Aoki, S., Jouzel, J., Raymo, M. E., Matsumoto, K., Nakata, H., Motoyama, H., Fujita, S., Goto-Azuma, K., Fujii, Y., Watanabe, O. (2007). Northern Hemisphere forcing of climatic cycles in Antarctica over the past 360 000 years. Nature 448, 912-916. https://doi. org/10.1038/nature06015
- Laskar, J., Robutel, P., Joutel, F., Gastineau, M., Correia, A.C.M., Levrard, B. (2004). A long-term numerical solution for the insolation quantities of the Earth. Astronomy & Astrophysics 428, 261-285. https://doi.org/10.1051/0004-6361:20041335

- Lisiecki, L. y Raymo, M. (2005). A Pliocene Pleistocene stack of 57 globally distributed benthic ∂180 records. Paleoceanography 20, 17pp. https://doi.org/10.1029/2004PA001071
- Martrat, B., Grimalt, J.O., Shackleton, N., de Abreu, L., Hutterli, M.A., Stocker, T.F. (2007). Four climate cycles of recurring deep and surface water estabilizations on the Iberian Margin. Science 317, 502-507. https://doi. org/10.1126/science.1139994
- NEEM Community Members (2013). Eemian interglacial reconstructed from a Greenland folded ice core. Nature 493, 489-494. https://doi. org/10.1038/nature11789
- NGRIP Members (2004). High-resolution record of Northern Hemisphere climate extending into the last interglacial period. Nature 431, 147-151. https://doi.org/10.1038/nature02805
- Pérez-Mejías, C., Moreno A., Sancho, C., Martín-García, R., Spötl, C., Cacho, I., Cheng, H., Edwards, LR.L. (2019). Orbital-to-millennial scale climate variability during Marine Isotope Stages 5 to 3 in northeast Iberia. Quaternary Science Reviews 224, https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2019.105946
- Petit, J.R., Mounier, L., Jouzel, J., Korotkevitch, Y.S., Kotlyakov, V.I., Lorius, C. (1990). Palaeoclimatological and chronological implications of the Vostok core dust record. Nature 343, 56-58. https://www.nature.com/articles/343056a0; https://doi.org/10.1038/343056a0
- Petit, J.R., Jouzel, J., Raynaud, D., Barkov, N.I., Barnola, J.M., Basile, I., Benders, M., Chapellaz, J., Davis, M., Delaygue, G., Delmotte, M., Kotlyakov, V.M., Legrand, M., Lipenkov, V.Y., Lorius, C., Pépin, L., Ritz, C., Slatzman, E., Stievenard, M. (1999). Climate and atmospheric history of the past 420,000 years from the Vostok ice core, Antarctica. Nature 399, 429-436. https://doi.org/10.1038/20859
- Rasmussen, S. O., Andersen, K. K., Svensson, A. M., Steffensen, J. P., Vinther, B. M., Clausen, H. B., Siggaard-Andersen, M.-L., Johnsen, S. J., Larsen, L. B., Dahl-Jensen, D., Bigler, M., Rothlisberger, R., Fischer, H., Goto-Azuma, K., Hansson, M. E., Ruth, U. (2006). A new Greenland ice core chronology for the last glacial termination, Journal of Geophysical Research, 111, D06102, https://doi.org/10.1029/2005JD006079
- Rasmussen, S.O., Bigler, M., Blockley, S.P., Blunier, T., Buchardt, S.L., Clausen, H.B., Cvijanovic, I., Dahl-Jensen, D., Johnsen, S.J., Fischer, H., Gkinis, V., Guillevic, M., Hoek, W.Z., Lowe, J.J., Pedro, J.B., Popp, T., Seierstad, I.K., Steffensen,

J.P., Svensson, A.M., Vallelonga, P., Vinther, b.m., Walker, M.J.C., Wheatley, J.J., Winstrup, M. (2014). A stratigraphic framework for abrupt climatic changes during the Last Glacial period based on three synchronized Greenland ice-core records: refining and extending the INTIMATE event stratigraphy. Quaternary Science Reviews 106, 14-28. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2014.09.007

- Ruddiman, W.F. (2014). Earth's Climate: Past and Future.W.H. Freeman and Co., New York (3ª Edición), 445pp.
- Ruddiman, W.F. y Raymo, M.E. (2003). A methanebased time scale for Vostok ice. Quaternary Science Reviews 22, 141-155. https://doi. org/10.1016/S0277-3791(02)00082-3
- Sánchez-Goñi, M.F. y Harrison, S. (2010). Millennial-scale climate variability and vegetation changes during the Last Glacial: Concepts and terminology. Quaternary Science Reviews 29, 2823-2827. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2009.11.014
- Shackleton, N.J. (2000). The 100,000-year ice-age cycle identified and found to lag temperature, carbon dioxide, and orbital eccentricity. Science 289, 1897-1902 https://doi.org/10.1126/ science.289.5486.1897
- Svensson, A., S. W. Nielsen, S. Kipfstuhl, S. J. Johnsen, J. P. Steffensen, M. Bigler, U. Ruth, and R. Röthlisberger (2005). Visual stratigraphy of the North Greenland Ice Core Project (North-GRIP) ice core during the last glacial period. Journal of Geophysical Research 110, D02108. https://doi.org/10.1029/2004JD005134
- Svensson, A., Andersen, K.K., Bigler, B., Clausen, H.B., Dahl-Jensen, D., Davies, S.M., Johnsen, S.J., Muscheler, R., Rasmussen, S.O., Röthlisberger, R., Steffensen, J.P., Vinther, B.M. (2006). The Greenland Ice Core Chronology 2005, 15-42 ka. Part 2: comparison to other

records. Quaternary Science Reviews 25, 3258-3267. https://doi.org/10.1016/j.quasci-rev.2006.08.003

- Svensson, A., Bigler, M., Kettner, E., Dahl.Jensen, D., Johnsen, S., Kipfstuhl, S., Nielsen, M., Steffensen, J.P. (2011). Annual layering in the NGRIP ice core during the Eemian. Climate of the Past 7, 1427-1437. https://doi. org/10.5194/cp-7-1427-2011
- Schwander, J. (2006). Dating ice cores. PAGES News 14, 21-22. https://doi.org/10.22498/ pages.14.1.21
- Walker, M., Johnsen, S., Rasmussen, S.O., Steffensen, J.P., Popp, T., Gibbard, P., Hoek, W., Lowe, J., Andrews, J., Biörk, S., Cwynar, L., Hughen, K., Kershaw, P., Kromer, B., Litt, T., Lowe, D.J., Nakagawa, T., Newman, R., Schwander, J. (2008). The Global Stratotype Section and Point (GSSP) for the base of the Holocene Series/Epoch (Quaternary System/Period) in the NGRIP ice core. Episodes 31(2), 264-267. https://doi.org/10.18814/epiiugs/2008/v31i2/016
- Wolf, E.W., Chappellaz, J., Blunier, T., Rasmussen, S.O., Svenson, A. (2010). Millennial-scale variability during the last glacial: The ice core record. Quaternary Science Reviews 29, 2828-2838. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2009.10.013
- Yan, Y., Bender, M.L., Brook, E.J., Clifford, H.M., Kemeny, P.C., Kurbatov, A.V., Mackay, S., Mayewski, P.A., Ng, J., Severinghaus, J.P., Higgings, J.A. (2019). Two-million-year-old snapshots of atmospheric gases from Antarctic ice. Nature 574, 663-665. https://doi.org/10.1038/ s41586-019-1692-3

Recibido el 9 de abril de 2022 Aceptado el 19 de septiembre de 2022



## Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

## La micropaleontología como herramienta de datación e identificación de eventos climáticos en registros sedimentarios marinos

Micropaleontology as a tool to date and identify climate events in marine sedimentary records

Alonso-Garcia, M.<sup>(1)</sup>; Tarruella, J.P.<sup>(1)</sup>; Bejard, T.M.<sup>(1)</sup>, Azibeiro, L.A.<sup>(1)</sup>; Sierro, F.J.<sup>(1)</sup>

(1) Departamento de Geología, Facultad de Ciencias, Universidad de Salamanca. Pza. de los caídos, s/n, 37008, Salamanca, España. E-mail autor principal. montseag@usal.es

#### Resumen

Los microfósiles son una herramienta excepcional para hacer reconstrucciones climáticas y oceanográficas en sedimentos marinos debido a su alta abundancia, y a que muchos grupos permiten hacer estudios geoquímicos, especialmente los que presentan conchas de carbonato cálcico. En particular, las asociaciones de foraminíferos planctónicos han sido ampliamente utilizadas en ese sentido, ya que en el océano actual la distribución de las diferentes especies está íntimamente ligada a las condiciones climáticas y oceanográficas. La rápida respuesta de este grupo de microorganismos a los cambios climáticos nos permite utilizarlos para identificar eventos climáticos en un registro sedimentario y asociar esos eventos a sus equivalentes en registros de referencia bien datados. Esta práctica se conoce como eventoestratigrafía y nos permite obtener dataciones precisas y que pueden llegar a tener una resolución muy alta, por ejemplo, cuando se compara con los registros de los testigos de hielo de Groenlandia. Además, los análisis geoquímicos realizados en conchas de foraminíferos, como los isótopos de oxígeno ( $\delta^{18}$ O), también nos sirven para realizar eventoestratigrafía a diferentes escalas temporales. En este artículo, mostramos varios ejemplos de cómo se ha reconstruido el marco cronológico en secuencias sedimentarias marinas cercanas a la península ibérica a partir de abundancias relativas de foraminíferos planctónicos, paleotemperatura, o  $\delta^{18}$ O comparando los eventos climáticos del testigo de sedimento marino con los de un registro de referencia.

**Palabras clave:** eventoestratigrafía; foraminíferos planctónicos; testigos de hielo; temperatura;  $\delta^{18}$ O.

#### Abstract

Microfossils are an outstanding tool for climate and oceanographic reconstructions in marine sediment cores because of their high abundance in the sediments and because their tests allow us to perform geochemical

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



studies, particularly those which are made of calcium carbonate. Given that planktonic foraminifer species' distribution in the modern ocean is intimately related to climate and oceanographic conditions, planktonic foraminifer assemblages have been widely used to reconstruct paleoclimate and paleoceanographic variability. The rapid response of this group of organisms to climate change brings the possibility of identifying climatic events in a sedimentary record and link them to the equivalent event in a reference record with good chronology. This technique is called event-stratigraphy and allows for precise and high-resolution dating of sedimentary records. This is the case, for instance, of event-stratigraphy using the ice-core records of Greenland as the reference record. Additionally, the geochemical analysis that we can perform in the foraminifer tests, such as the oxygen isotopes ( $\delta^{18}$ O), can also be used for event-stratigraphy at different time scales. In this article, we show how the chronological framework of marine sedimentary records, located nearby the lberian Peninsula, can be reconstructed comparing the climatic events recorded by the relative abundance of planktonic foraminifers, paleotemperature or  $\delta^{18}$ O with a reference record.

**Key words:** event-stratigraphy; planktonic foraminifers; ice-core records; temperature;  $\delta^{18}$ O.

#### 1. Introducción

Desde la década de los '60, la extracción de testigos de sedimento marino, mediante campañas en buques oceanográficos, ha revolucionado el conocimiento sobre los cambios en el clima y la oceanografía de la Tierra en el pasado. Los diversos programas de extracción de testigos como por ejemplo IODP (International Ocean Discovery Program y sus predecesores) o IMAGES nos han proporcionado kilómetros de secuencias sedimentarias de todo el planeta que nos han permitido reconstruir los cambios climáticos con más o menos detalle dependiendo de la tasa de sedimentación de cada punto. Una vez extraídos los testigos, se suelen dividir longitudinalmente en dos partes, de manera que una mitad se usa para análisis no destructivos y se archiva, y la otra se muestrea (es decir, se divide en pequeñas porciones de 1-2 cm de espesor, generalmente) para realizar estudios de los componentes del sedimento. Estos estudios incluyen, principalmente, análisis micropaleontológicos, sedimentológicos y geoquímicos.

La datación de registros sedimentarios marinos nos permite establecer un marco cronológico para poder describir los eventos climáticos y oceanográficos, y compararlos con los mismos eventos en el continente. Para poder establecer la edad de los sedimentos se pueden utilizar métodos radiométricos que permiten conocer la edad absoluta (como por ejemplo los análisis de isótopos radiogénicos como el <sup>14</sup>C, o las relaciones  $^{234}U/^{230}Th$ o <sup>40</sup>K/<sup>40</sup>Ar) o métodos eventoestratigráficos que permiten elaborar una cronología relativa. Estos últimos se basan en la identificación de determinados eventos en secuencias sedimentarias que han sido previamente identificados y datados en un registro de referencia global, regional o local. Este tipo de eventos pueden ser biostratigráficos (principalmente eventos de aparición y desaparición de especies), inversiones en la polaridad del campo magnético de la Tierra, cambios climáticos a escala global o regional, cambios en la química del océano, etc. Cada método tiene sus ventajas e inconvenientes y, en la medida de lo posible, es recomendable usar varios métodos para tener la certeza de que el modelo de edad de nuestro registro sedimentario marino es lo más preciso posible. En este artículo, nos vamos a enfocar en la eventoestratigrafía, es decir, en la comparación de datos de indicadores climáticos con registros previamente calibrados. La eventoestratigrafía asume que los eventos que se asocian a la misma edad fueron sincrónicos, y sólo puede usarse en registros con una tasa de sedimentación relativamente alta que permita reconocer bien todos los eventos climáticos que necesitamos sincronizar. Este método implica comparar registros muy diversos, ya que los cambios climáticos afectan a diferentes componentes del registro sedimentario, como propiedades físicas del sedimento (susceptibilidad magnética, radiación gamma natural, etc), registros de determinados componentes (e.g. detritos transportados por hielo), abundancias relativas de determinados organismos planctónicos (e.g. foraminíferos), o registros biogeoquímicos (e.g. isótopos de oxígeno o  $\delta^{18}$ O en foraminíferos, paleotermometría de alquenonas).

Uno de los registros de referencia más utilizado en sedimentos marinos son las curvas de isótopos de oxígeno de foraminíferos bentónicos. Desde que se demostró la relación entre los ciclos climáticos glacial-interglacial y los registros de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos (Emiliani, 1955), se han ido generando nuevos registros isotópicos que intentan obtener las variaciones climáticas globales para todo el Cenozoico. Las variaciones de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos bentónicos reflejan principalmente cambios en el volumen de hielo (Shackleton, 1967), lo que convierte a estos registros en un marco cronológico independiente de las condiciones superficiales locales. La primera curva de referencia global, SPECMAP (Imbrie et al., 1984), reflejaba los cambios del volumen de hielo para los últimos 800 mil años, aunque su datación era menos precisa que las actuales. Los registros más utilizados actualmente como curvas globales de variaciones del volumen de hielo son el resultado de la alineación de multitud de registros de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos bentónicos, para evitar efectos locales, y cubren el intervalo temporal de los últimos 5 millones de años (Lisiecki y Raymo, 2005; Ahn et al., 2017). El marco cronológico de estos registros de referencia (llamados stack) se realiza mediante modelos que asocian las variaciones en los parámetros orbitales con las variaciones globales del volumen de hielo, y se apoyan en las dataciones de eventos paleomagnéticos. La comparación de registros de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos bentónicos con estas curvas globales se utiliza mucho para establecer modelos de edad a nivel de ciclos glaciales-interglaciales o incluso para datar subestadios (Fig. 1). Sin embargo, si buscamos una resolución más alta, es más apropiado comparar un registro de temperatura superficial del océano con registros que muestren variabilidad climática de alta reso-



Figura 1. Registro de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos bentónicos para los últimos 1,5 millones de años (basado en el *Prob-stack* de Ahn *et al.*, 2017). Este registro muestra los cambios en el volumen de hielo global y se utiliza para identificar los periodos glaciales e interglaciales. Se han enumerado los estadios y subestadios isotópicos marinos siguiendo la nomenclatura de Railsback *et al.* (2015).





Figura 2. Registros de  $\delta^{18}$ O (‰) y concentración de Ca<sup>2+</sup>(ppb) del sondeo de hielo de Groenlandia NGRIP2 (basados en Rasmussen *et al.*, 2014). En estos registros se pueden observar los estadios isotópicos marinos (MIS), los periodos estadiales (bandas azules) e interestadiales, los eventos de Heinrich (HE) y el Younger Dryas (YD). La concentración de Ca<sup>2+</sup> puede interpretarse como la cantidad de polvo atmosférico que se deposita, mientras que el  $\delta^{18}$ O puede utilizarse como indicador de temperatura atmosférica en el momento de la precipitación de nieve. Puede apreciarse cómo los cambios en los isótopos y la concentración de calcio son simultáneos. Los periodos fríos corresponden con mayor aridez y, por tanto, más polvo en suspensión, que queda reflejado en los aumentos en la concentración de Ca<sup>2+</sup> en el hielo.

Figure 2.  $\delta^{18}O$  (‰) and Ca<sup>2+</sup> concentration (ppb) records from the Greenland ice-core NGRIP2 (based on Rasmussen et al., 2014). Marine isotope stages (MIS), stadial (blue bands) and interstadial periods, Heinrich events (HE) and the Younger Dryas (YD) interval can be observed in the NGRIP2 records. The Ca<sup>2+</sup> concentration is interpreted as atmospheric dust input to Greenland, while the  $\delta^{18}O$  reflects the atmospheric temperature of snow precipitation. It can be observed that both records, the  $\delta^{18}O$  and the Ca<sup>2+</sup> concentration, change simultaneously. Cold periods correspond to higher aridity and, therefore, more atmospheric dust, which is reflected by increases in the Ca<sup>2+</sup> concentration in the ice.

lución como los registros de hielo de Groenlandia (e.g. Rasmussen *et al.*, 2014), el registro sintético de Groenlandia (Barker *et al.*, 2011), u otro registro de cambios climáticos de alta resolución de un testigo de la misma región.

La única masa de hielo estable del hemisferio norte está en Groenlandia. En las últimas décadas, se han llevado a cabo varios proyectos de perforación del casquete de hielo de Groenlandia con el fin de obtener registros climáticos continuos lo más antiguos posible. El registro de hielo más largo que se ha obtenido en esta región es el NGRIP2, que llega hasta 123 mil años (Rasmussen *et al.*, 2014; Fig. 2). Estos registros presentan alta resolución y una datación muy precisa, puesto que el hielo en Groenlandia presenta un bandeado anual que nos permite ir contando las bandas y saber la edad exacta de cada una. Este bandeado se produce debido a las condiciones atmosféricas de Groenlandia. Durante el invierno, suceden más tormentas y se deposita más polvo atmosférico, dando lugar a capas más oscuras, mientras que en verano la nieve que se deposita apenas contiene polvo atmosférico y las capas son más transparentes. Los testigos de hielo nos permiten realizar análisis isotópicos de oxígeno e hidrógeno, obtener la concentración de diversos elementos asociados al polvo atmosférico, v también nos dan información sobre cómo era la atmósfera al analizar el aire fósil contenido en las burbujas del hielo. Los isótopos de oxígeno nos dan información sobre la tem-

peratura del aire en el momento en que se produjo la precipitación de nieve (Dansgaard, 1964; Johnsen et al., 2001). Cuanto más bajo es el valor de este parámetro, más fría era la temperatura atmosférica (Fig. 2). La misma relación se puede observar en los isótopos de hidrógeno (δD). En cuanto al polvo atmosférico, se suelen utilizar como indicadores la concentración de elementos como aluminio. calcio, sodio o magnesio. Altas concentraciones de estos elementos nos indican mayor cantidad de polvo en suspensión, que fue depositado junto a las precipitaciones de nieve en Groenlandia (Fig. 2). En los últimos años, se ha empezado a utilizar la concentración de calcio ([Ca<sup>2+</sup>]) como referencia, ya que presenta variaciones simultáneas a los isótopos con la ventaja de que las variaciones en el calcio son más abruptas y la relación señal-ruido de las mediciones es mucho mejor. Así, utilizando el conjunto de indicadores se puede deter-

Aguas frías polares

minar de forma más precisa el inicio y final de los eventos registrados en el hielo.

El objetivo de este artículo es mostrar cómo se pueden establecer marcos cronológicos en sedimentos marinos a partir de estudios micropaleontológicos y/o geoquímicos usando microfósiles, mediante la alineación de registros marinos, de los cuales no conocemos la edad, con un registro de referencia. La eventoestratigrafía nos permite, en algunos casos, llegar a obtener modelos de edad con una precisión de escala milenaria o incluso submilenaria que de otro modo sería imposible o muy costoso. En cualquier caso, la combinación de varios métodos es siempre aconsejable para dar mayor robustez al modelo de edad. En las siguientes secciones se expone la metodología empleada mostrando varios ejemplos de los márgenes continentales de la península ibérica y del Atlántico norte.



Aguas subpolares/transicionales

Figura 3. Fotografías de foraminíferos planctónicos del testigo IODP U1314. Las imágenes muestran las principales especies en el Atlántico norte en latitudes medias-altas. La barra blanca representa 100 μm en todas las fotografías. Fotografías procedentes de la tesis doctoral de MAG (Alonso-Garcia, 2011).

Figure 3. Photographs of planktonic foraminifers from IODP Site U1314. The pictures show the most important species in the mid- to high-latitudes of the North Atlantic. The white bar represents 100 μm in all the photographs. Pictures from MAG PhD thesis (Alonso-Garcia, 2011).

## 2. Metodología

La metodología propuesta en este artículo se basa en la identificación de eventos climáticos de enfriamiento/calentamiento en registros micropaleontológicos y su alineación con los mismos eventos datados previamente en curvas de referencia, por lo que se les asigna la misma edad. Para la identificación de eventos en los registros micropaleontológicos, podemos usar abundancias relativas de ciertas especies clave, o bien reconstrucciones de temperatura superficial del océano basadas en microfósiles o datos biogeoquímicos. Los foraminíferos planctónicos son una de las herramientas más utilizadas para la eventoestratigrafía. En las latitudes medias del Atlántico norte hay varias especies que reflejan nítidamente la alternancia entre condiciones frías (Neogloboguadrina pachyderma, Fig. 3) y templado-cálidas (Globigerina bulloides, Globorotalia inflata, Neogloboquadrina incompta, Fig. 3), de manera que las propias abundancias relativas de estas especies nos ayudan a distinguir las variaciones climáticas (e.g. de Abreu et al., 2003; Salgueiro et al., 2010; Alonso-García et al., 2011a). Otra manera de identificar los eventos climáticos en el registro marino es calcular la paleotemperatura del agua superficial utilizando las asociaciones de foraminíferos planctónicos y lo que se conoce como funciones de transferencia. Estas funciones comparan las asociaciones fósiles con las actuales, y calculan la temperatura del pasado basándose en los datos actuales (e.g. Kucera et al., 2005). Otras técnicas muy usadas para reconstruir la temperatura superficial del agua utilizan indicadores biogeoquímicos que están íntimamente ligados a la temperatura del agua, como la concentración de magnesio respecto a calcio (e.g. Salgueiro et al., 2020) en las conchas de foraminíferos planctónicos, o la concentración de alguenonas en el sedimento, una sustancia producida por algunas algas cocolitoforales (e.g. Martrat et al., 2007; Rodrigues et al., 2017).

La eventoestratigrafía es una técnica visual, que está basada principalmente en la obser-

vación de los registros, aunque para realizar la asociación de eventos suele utilizarse software específico como Analyseries (Paillard et al., 1996), QAnalyseries (Kotov y Palike, 2018) o Match (Lisiecki y Lisiecki, 2002). Este tipo de software permite ver la correspondencia entre los dos registros a medida que se van introduciendo puntos de control o de unión entre ambos, y calcula la tasa de sedimentación entre dos puntos de control. Lo recomendable es utilizar el punto medio de un evento de calentamiento (o de enfriamiento) como punto de control (Austin y Hibbert, 2012). En la figura 4 se muestra cómo se establecen esos puntos de control a los cuales se les asigna la edad del registro de referencia. Una vez establecidos todos los puntos de control se pueden evaluar los cambios en la tasa de sedimentación, y si existen dataciones realizadas con otros métodos es conveniente verificar su coherencia.

### 2.1. Alineación de registros micropaleontológicos con testigos de hielo de Groenlandia

Los registros de  $\delta^{18}$ O y los indicadores de polvo atmosférico de los testigos de hielo muestran una alternancia entre periodos cálidos y fríos que se denominan estadiales (fríos) e interestadiales (cálidos) y se identifican mediante una numeración. Actualmente, esta numeración consta de 26 ciclos estadialinterestadial para el Pleistoceno Superior, además de decenas de subdivisiones (Fig. 2). Algunos de los estadiales están asociados a lo que se conoce como eventos Heinrich (HE), que son intervalos de tiempo en los cuales se produjeron grandes descargas de icebergs al Atlántico norte. Al comparar los eventos climáticos registrados en el hielo de Groenlandia con indicadores climáticos de sedimentos marinos de alta resolución, se puede encontrar una buena correspondencia entre ambos tipos de registros. En particular, se ha observado que las variaciones en la temperatura superficial del agua de los testigos de sedimento del Atlántico norte y del Mediterráneo muestran una gran simlitud con las oscilaciones en el hielo de Groenlandia, especialmente los que se encuentran cerca de la península ibérica (e.g. de Abreu *et al.*, 2003; Martrat *et al.*, 2004). Este hecho fue destacado por primera vez en el trabajo de Shackleton *et al.* (2000), donde mostraban que la costa atlántica de la península ibérica era una región clave para los estudios climáticos, puesto que los indicadores planctónicos presentan buena correspondencia con los registros climáticos del hemisferio norte y los bentónicos con los del hemisferio sur. Esto es debido a que los indicadores planctónicos reflejan los cambios climáticos asociados a las variaciones de altas latitudes del hemisferio norte, mientras que los indicadores bentónicos reflejan los cambios globales de volumen de hielo y circulación termohalina. Si asumimos que los eventos de enfriamiento (y/o de calentamiento) fue-



Figura 4. Correspondencia entre los eventos climáticos del testigo de hielo NGRIP y los del sondeo marino PRGL1 (modificado de Sierro *et al.*, 2009). Puede observarse cómo cada evento de calentamiento/enfriamiento del registro de referencia tiene su correspondiente evento en la secuencia marina, tanto en el registro de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos planctónicos como en la abundancia relativa de especies templado-cálidas.

Figure 4. Correspondence between the climatic events recorded in the NGRIP ice-core record and the marine sequence of PRGL1 (modified from Sierro et al., 2009). It can be observed that each warming/cooling event recorded in the reference record presents a corresponding event in the marine sequence at both, the planktonic foraminifer  $\delta^{18}$ O record and the warm-temperate species relative abundance. ron sincrónicos en Groenlandia y en el margen ibérico, podemos trasladar directamente las edades del registro de Groenlandia a los registros marinos y así establecer un marco cronológico con una resolución submilenaria. Dado que el registro de hielo de Groenlandia es actualmente el mejor datado para los últimos 123 mil años, este tipo de datación es también de las más precisas, y en algunos casos se ha utilizado para calibrar los posibles ajustes en la edad de reservorio que hay que aplicar a métodos radiométricos como el <sup>14</sup>C (Skinner, 2008; Sierro *et al.*, 2009; Austin y Hibbert, 2012).

Para identificar las variaciones climáticas en nuestro registro sedimentario marino, podemos utilizar las abundancias relativas de los foraminíferos planctónicos, que muestran una clara correspondencia con los estadiales e in-



Figura 5. Comparación entre las dataciones de <sup>14</sup>C y la datación por eventoestratigrafía realizada para el sondeo PRGL-1 (modificado de Sierro *et al.*, 2009). La datación de eventoestratigrafía (puntos azul claro) está basada en la comparación del  $\delta^{18}$ O en foraminíferos planctónicos y la abundancia relativa de especies templado-cálidas de PRGL1 con el registro de  $\delta^{18}$ O del testigo de hielo de Groenlandia NGRIP (ver figura 4). Las dataciones de <sup>14</sup>C se han representado con corrección (puntos rojos) y sin ella (puntos azul oscuro).

Figure 5. Comparison between the <sup>14</sup>C dating and the event-stratigraphy chronology performed for the PRGL1 sedimentary record (modified from Sierro et al., 2009). The event-stratigraphy chronology (light blue dots) is based on the comparison of the planktonic foraminifer  $\delta^{18}$ O and the relative abundance of warmtemperate species of PRGL1, and the  $\delta^{18}$ O record of the ice-core NGRIP (see figure 3). The <sup>14</sup>C datings are represented in the graph as corrected (red dots) and uncorrected (dark blue dots). terestadiales de los testigos de hielo, puesto que reflejan alternancias entre asociaciones de aguas más frías y asociaciones de aguas templado-cálidas (e.g. Cayre et al., 1999; de Abreu et al., 2003; Perez-Folgado et al., 2003; Sierro et al., 2009; Eynaud et al., 2009). Los eventos Heinrich también son fácilmente trazables con los foraminíferos planctónicos debido a que fueron periodos muy fríos en los que predominó la especie N. pachyderma, típica de aguas polares. Además, en latitudes medias-altas, en los sedimentos marinos se depositaron detritos transportados por hielo, denominados IRD, del inglés ice-rafted debris (Bond y Lotti, 1995). De la misma manera, los registros de paleotemperatura o de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos planctónicos muestran claramente cada uno de los periodos estadiales e interestadiales que se han definido en los registros de hielo de Groenlandia (e.g. Martrat et al., 2004; Martrat et al., 2007; Cacho et al., 1999; Perez-Folgado et al., 2003; Salgueiro et al., 2010).

Una vez identificados los eventos climáticos. podemos trasladar la edad de esos eventos, previamente datados en el testigo de hielo, a los registros marinos. Por ejemplo, en Sierro et al. (2009) se muestra la reconstrucción del marco cronológico basado en la eventoestratigrafía para un testigo en el Golfo de León. En este trabajo, se realizó una comparación entre NGRIP y los registros del sondeo PRGL1 de abundancia de las especies de foraminíferos planctónicos templado-cálidas y el  $\delta^{18}$ O en foraminíferos planctónicos (Fig. 4). Además de obtenerse un modelo de edad de alta resolución mediante este método, se realizaron numerosos análisis de <sup>14</sup>C y se compararon los resultados de ambos modelos de edad (Fig. 5). El resultado de esta comparación muestra las posibles desviaciones de las edades de <sup>14</sup>C, realizadas con las calibraciones actuales, y aún más importante, podría servir para mejorar las correcciones de la edad de reservorio para esa región.

Otro ejemplo de este tipo de método de datación lo podemos observar en los registros del sondeo MD95-2040, extraído del margen


Figura 6. Cronología del sondeo MD95-2040. La temperatura de superficie (datos procedentes de Salgueiro *et al.*, 2010) y la abundancia de la especie polar *N.pachyderma* (s) (datos procedentes de de Abreu *et al.*, 2003) están sincronizadas con el δ<sup>18</sup>O y la concentración de Ca<sup>2+</sup> del sondeo de hielo NGRIP2 (datos procedentes de Rasmussen *et al.*, 2014). La temperatura marina de superficie está basada en las asociaciones de foraminíferos planctónicos. Esta sincronización permite apreciar los eventos Heinrich (HE), que se ven reflejados tanto por disminuciones bruscas de la temperatura marina de superficie, como por aumentos muy pronunciados de la abundancia de *N.pachyderma* (s).

Figure 6. Chronology of site MD95-2040. Sea surface temperature (data from Salgueiro et al., 2010) and relative abundance of the polar species N. pachyderma (s) (data from Abreu et al., 2003) are synchronized with the  $\delta$  <sup>18</sup>O and Ca<sup>2+</sup>concentration of the NGRIP2 ice-core (data from Rasmussen et al., 2014). The sea surface temperature is based on the planktonic foraminifer assemblages. This synchronization allows the identification of the Heinrich events (HE), which are clearly reflected in the abrupt sea surface temperature reductions and the rapid increases in N. pachyderma (s). ibérico (de Abreu et al., 2003). En este caso, se observa cómo los eventos Heinrich están claramente marcados por aumentos en la abundancia relativa de la especie N. pachyderma (Fig. 6). Además, la reconstrucción de temperatura superficial del agua refleja todos los eventos de enfriamiento ligados a los estadiales. En este caso, el modelo de edad publicado por de Abreu et al. (2003) se construyó combinando eventoestratigrafía y análisis de <sup>14</sup>C. Para la parte más moderna del registro del MD95-2040, la eventoestratigrafía se realizó principalmente comparando el registro de paleotemperatura con el registro de hielo de Groenlandia GISP2 (Dansgaard et al., 1993). En la figura 6, en vez de mostrar el registro del GISP2 hemos utilizado el NGRIP2 remuestreado con resolución de 20 años, que abarca un intervalo temporal mayor. Como puede observarse, la correspondencia con este registro es igualmente muy buena ya que el registro del GISP2 y el NGRIP2 son muy similares. Para la parte más antigua del sondeo, de Abreu et al. (2003) compararon el registro de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos planctónicos con la curva SPECMAP. el registro de referencia de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos más utilizado en esa época (ver sección 2.2). En este caso la combinación de varios métodos resultó en la reconstrucción de un marco cronológico muy preciso, de alta resolución y robusto, pues todos los métodos son coherentes.

# 2.2. Alineación con otras curvas de referencia

Del mismo modo que podemos usar los registros de hielo de Groenlandia como curva de referencia, también se puede realizar eventoestratigrafía con curvas isotópicas globales como LRO4 *stack* (Lisiecki and Raymo, 2005) o *Prob-stack* (Ahn *et al.*, 2017), curvas climáticas provenientes de espeleotemas bien datados mediante métodos radiométricos (Cheng *et al.*, 2016), curvas astronómicas, o incluso se pueden utilizar otros registros de paleotemperatura o de IRD con buena estratigrafía y sincronizarlos con el registro que queremos datar. En este caso, las variaciones climáticas que identificamos tienen menor resolución, pero, en cambio, nos permiten aplicar la técnica en intervalos temporales más antiguos.

Como ya se ha mencionado, la sincronización de curvas de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos bentónicos es una práctica muy utilizada para establecer el marco cronológico de un registro de sedimentos marinos (figura 6). Generalmente, se usa una curva que represente las variaciones globales del volumen de hielo, pero, en algunos casos, también se puede usar un registro de un testigo cercano con condiciones oceanográficas de fondo similares y previamente datado. Para este tipo de eventoestratigrafía es recomendable contar con puntos de control que provengan de otros métodos, como, por ejemplo, los eventos de inversión paleomagnética, datación de capas de cenizas volcánicas o eventos bioestratigráficos. Al contar con dos métodos de datación independientes, el modelo de edad es más robusto. La sincronización de curvas de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos bentónicos es válida para sedimentos de todo el Cenozoico para los cuales hay registros de referencia bien datados (e.g. Westerhold et al., 2020), aunque cuanto más antiguos son los sedimentos, mayor es la incertidumbre de la datación. Para los últimos 5 millones de años el más usado es el llamado LR04 stack (Lisiecki y Raymo, 2005) o la versión actualizada de éste, llamado Prob-stack (Ahn et al., 2017, Fig. 1), que utiliza 180 registros de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos bentónicos para crear el stack en lugar de los 57 que se utilizaron en el LRO4 *stack*. En este caso, es importante identificar los estadios isotópicos marinos y sus subestadios, así como algunos eventos de menor duración y amplitud, para trasladar la edad de cada punto de control de la curva de referencia al registro sedimentario (Fig. 7). Con este método no podemos obtener dataciones de alta resolución porque la resolución de la curva de referencia nos limita. Además, hay que tener en cuenta que el modelo de edad de la curva de referencia puede tener un error asociado que tenemos que trasladar a nuestro marco cronológico.



Figura 7. Correspondencia entre los estadios y subestadios isotópicos marinos observados en el registro de δ<sup>18</sup>O en foraminíferos bentónicos del sondeo U1314 del Atlántico norte (datos procedentes de Alonso-Garcia *et al.*, 2011;
 Hernandez-Almeida *et al.*, 2012) y el LR04 *stack* (Lisiecki y Raymo, 2005). Para reconstruir el marco cronoestratigráfico también se tuvieron en cuenta las inversiones del campo magnético registradas a través de los análisis de paleomagnetismo.

Figure 7. Correspondence between the marine isotopic stages and substages observed in the benthic foraminifer δ<sup>18</sup>O of site U1314 in the North Atlantic (data from Alonso-Garcia et al., 2011; Hernandez-Almeida et al., 2012) and the LR04 stack (Lisiecki y Raymo, 2005). The reconstruction of the chronostratigraphy is also based on the reversals of the magnetic field obtained through paleomagnetic analysis.



Figura 8. Comparación de los registros de temperatura superficial del océano del sondeo IODP U1314 (datos procedentes de Alonso-García *et al.*, 2011; Hernandez-Almeida *et al.*, 2012, línea lila) con las del IODP U1385 (datos procedentes de Rodrigues *et al.*, 2017, línea roja). La cronología de ambos registros fue realizada sincronizando sus registros de δ<sup>18</sup>O en foraminíferos bentónicos con LR04 *stack* (Lisiecki y Raymo, 2005).

Figure 8. Comparison of the sea surface temperature of site IODP U1314 (data from Alonso-García et al., 2011; Hernandez-Almeida et al., 2012, light purple line) with those of IODP U1385 (data from Rodrigues et al., 2017, red line). The chronology of both records was performed by synchronizing their benthic foraminifer  $\delta^{18}$ O records with the LRO4 stack Lisiecki y Raymo, 2005). En el caso de LRO4 *stack* el error es de aproximadamente 5.000 años (Lisiecki y Raymo, 2005) y en el *Prob-stack* varía entre 2.500 y 12.500 años (Ahn *et al.*, 2017).

La sincronización a través de curvas de isótopos nos permite obtener un marco cronológico que es independiente de los procesos de superficie y, por tanto, nos permite comparar dos registros de temperatura superficial sin haberlos sincronizado directamente. En la figura 8, se muestran dos reconstrucciones de temperatura superficial cuyos registros de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos bentónicos fueron sincronizados con LR04: el sondeo IODP U1314 (Alonso-García et al., 2011b; Hernandez-Almeida et al., 2012), situado en el Atlántico subpolar, y el sondeo IODP U1385, situado en el margen ibérico (Rodrigues et al., 2017; Hodell et al., 2015). En este caso, los datos muestran diferencias en las variaciones en la temperatura superficial debido a las migraciones del frente subpolar, que sólo podemos ver porque el modelo de



Figura 9. Registros de temperatura y  $\delta^{18}$ O en foraminíferos planctónicos de los sondeos ODP 977 y KC01B (datos procedentes de Azibeiro *et al.*, 2021). La cronología del sondeo KC01B se estableció mediante la sincronización de los registros de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos planctónicos de ambos sondeos.

Figure 9. Sea Surface temperature and planktonic foraminifer  $\delta^{18}$ O from sites ODP 977 and KC01B (data from Azibeiro et al., 2021). The chronology of site KC01B was established by synchronizing the planktonic foraminifer  $\delta^{18}$ O records of both sites. edad es independiente de las condiciones superficiales.

Otra posibilidad es que sincronicemos las condiciones superficiales de dos testigos cercanos mediante la alineación de sus registros de temperatura superficial o de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos planctónicos, asumiendo que las condiciones superficiales pudieron variar de manera sincrónica. Un ejemplo de este tipo de sincronización de registros lo podemos ver en el trabajo sobre el MIS 12 del sondeo ODP 977 (Azibeiro et al., 2021; Figura 9). En este caso, dos sondeos del Mediterráneo se sincronizaron utilizando los registros de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos planctónicos. Esta sincronización también nos permite ver cambios en otros indicadores, como las abundancias relativas de foraminíferos planctónicos o las temperaturas superficiales derivadas de las asociaciones de foraminíferos planctónicos que, en principio, son independientes del registro de  $\delta^{18}$ O.

#### 3. Rango temporal de aplicación del método

El rango de aplicación de este método depende de la extensión temporal del registro de referencia que vayamos a utilizar. En el caso de realizar eventoestratigrafía utilizando como referencia el NGRIP2, el método sólo es válido para los últimos 123.000 años. Existe la posibilidad de usar el registro sintético del clima de Groenlandia (Barker et al., 2011), que nos permitiría obtener un marco cronológico para sedimentos de hasta 800.000 años de antigüedad, aunque la incertidumbre en la edad de este registro sintético es considerablemente mayor que en NGRIP2, ya que no son datos reales sino una modelización. También se puede sincronizar con la reconstrucción climática de los espeleotemas de Asia (Cheng et al., 2016), que abarcan los últimos 640.000 años.

En el caso de sincronizar con LRO4 *stack* o con *Prob-stack* se pueden datar sedimentos de hasta 5 millones de años. Este es el método más utilizado para secuencias de edad

Plioceno-Pleistoceno. Para el último millón de años, hay varios registros del margen ibérico que se pueden usar como referencia para comparar temperaturas superficiales, por ejemplo, el IODP U1385 (Rodrigues *et al.*, 2017). Para el Atlántico norte, se pueden utilizar registros de eventos de temperaturas y descargas de icebergs previamente datados (Alonso-García *et al.*, 2011b; Hernandez-Almeida *et al.*, 2012; Hodell *et al.*, 2008; Barker *et al.*, 2019). Y para sedimentos más antiguos se puede utilizar el registro de  $\delta^{18}$ O CENOGRID (Westerhold *et al.*, 2020) o incluso las variaciones orbitales de precesión y excentricidad como referencia.

La datación de los sedimentos marinos puede incluso usarse como referencia para secuencias continentales o combinarse con estos, puesto que en ocasiones los registros de temperatura oceánica nos ayudan a entender cambios en la evolución de las especies en continente. Por ejemplo, gracias a la integración de registros marinos y continentales de Gran Bretaña se mejoró el conocimiento del paleolítico de esta región y se asoció la posible aparición de la industria lítica de tipo II con el intervalo MIS 15-MIS 13, que carece de periodos largos de glaciación severa (Candy and Alonso-Garcia, 2018). Esto último está basado en las reconstrucciones y cronologías provenientes de sedimentos marinos del Atlántico norte.

Además, este método es válido a escala global o regional dependiendo del registro que se use como referencia. Por ejemplo, en el caso de usar como referencia los testigos de hielo de Groenlandia, el método es válido a nivel del Hemisferio norte pero no en el Hemisferio sur, donde los cambios pueden ser opuestos. Sin embargo, si se utiliza como referencia una curva de isótopos de oxígeno como *Prob-stack* (Ahn *et al.*, 2017), que representa la evolución del volumen de hielo global, el método es válido para testigos de cualquier localización, dado que representa eventos globales.

## 4. Resumen y conclusiones

En este artículo mostramos cómo las reconstrucciones climáticas y oceanográficas obtenidas a partir de microfósiles pueden ser una excelente herramienta para establecer el marco cronológico de una secuencia sedimentaria marina. El método utilizado para reconstruir la edad de los sedimentos se basa en la eventoestratigrafía, es decir, en la alineación de registros sedimentarios con registros de referencia a través de la identificación de eventos climáticos de enfriamiento o calentamiento. La rápida respuesta de los foraminíferos planctónicos a los cambios climáticos los convierte en un indicador muy fiable para identificar eventos climáticos, bien sea usando las abundancias relativas de especies clave o las reconstrucciones de temperatura basadas en la asociación completa. Además, los foraminíferos presentan una concha de carbonato cálcico que nos permite realizar análisis geoquímicos para inferir variaciones en el volumen de hielo, temperatura o salinidad del agua.

Uno de los métodos más utilizados en eventoestratigrafía es la comparación de reconstrucciones de temperatura o de variaciones en las abundancias relativas de algunas especies con los registros de hielo de Groenlandia. Dado que la datación de los testigos de hielo de Groenlandia es muy precisa, la datación por eventoestratigrafía tomando ese registro como referencia es un método que ofrece resultados excepcionales. En este artículo se han mostrado dos ejemplos de datación por eventoestratigrafía, usando como referencia NGRIP2, uno para un sondeo del margen ibérico atlántico (MD95-2040, Fig. 6) y otro para un sondeo del Golfo de León (PRGL1, Fig. 4). Sin embargo, este registro de referencia sólo permite establecer marcos cronológicos de hasta 123.000 años. Para registros más antiguos se suele usar la comparación de registros de isótopos de oxígeno con una curva global como LR04 stack (Lisiecki y Raymo, 2005) o Prob-stack (Ahn et al., 2017). En este caso, es recomendable tener datos de paleomagnetismo u otro tipo de dataciones para que el modelo de edad sea más robusto. En este artículo, mostramos la alineación del registro de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos bentónicos de un testigo del Atlántico norte (IODP U1314) con LR04 *stack* (Fig. 7). La alineación de registros siguiendo este método nos permite comparar las reconstrucciones de las condiciones superficiales de varios sondeos como puede verse en la figura 8. Otra forma de establecer el marco cronológico es comparar los registros de superficie de dos sondeos cercanos, como es el caso de la alineación que se realizó entre los sondeos ODP 977 y KC01B (Fig. 9), en la cual se recurrió a la comparación de sus datos de  $\delta^{18}$ O en foraminíferos planctónicos.

Establecer el marco cronológico mediante eventoestratigrafía tiene la ventaja de ser un método relativamente asequible y sencillo. En particular, para registros más antiguos de lo que el método de <sup>14</sup>C nos permite datar, la eventoestratigrafía se convierte en el método principal, aunque siempre es aconsejable combinarlo con algún otro método (e.g. bioestratigrafía, paleomagnetismo, datación de capas de ceniza volcánica). La eventoestratigrafía también nos permite alinear los registros marinos con los continentales para poder comparar registros y obtener interpretaciones más completas.

## Agradecimientos

Los autores agradecen la financiación proporcionada por el Ministerio de Ciencia e Innovación a través de los proyectos RTI2018-PID2021-128322NB-I00. 099489-B-I00 У También agradecen la financiación concedida a través de los contratos de investigador en formación FPU2015/03283 (concedida a LAA), FPU19/01656 (concedida a JPT) y PRE2019-090187 (concedida a TMB). MAG agradece la financiación de la Fundação para a Ciência e a Tecnología de Portugal a través de los proyectos INDRA (EXPL/CTA-CLI/0612/2021) y WARMWORLDS (PTDC/ CTA-GEO/29897/2017) y también de la Universidad de Salamanca a través del proyecto TASMI (ref. 18K1R7-463AC01).

## Bibliografía

- Ahn, S., Khider, D., Lisiecki, L.E., Lawrence, C.E. (2017). A probabilistic Pliocene-Pleistocene stack of benthic δ18O using a profile hidden Markov model. Dynamics and Statistics of the Climate System 2 (1), dzx002. https://doi. org/10.1093/climsys/dzx002.
- Alonso García, M. (2011). Cambios climáticos a escala orbital y milenaria en el Atlántico norte entre 800.000 y 400.000 años [Tesis doctoral, Universidad de Salamanca]. Repositorio documental Gredos. http://hdl.handle. net/10366/83196. https://doi.org/10.14201/ gredos.83196.
- Alonso-Garcia, M., Sierro, F.J., Flores, J.A. (2011a).
  Arctic front shifts in the subpolar North Atlantic during the Mid-Pleistocene (800–400 ka) and their implications for ocean circulation. Palaeogeog. Palaeoclimatol. Palaeoecol. 311, 268-280. https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2011.09.004.
- Alonso-Garcia, M., Sierro, F.J., Kucera, M., Flores, J.A., Cacho, I., Andersen, N. (2011b). Ocean circulation, ice sheet growth and interhemispheric coupling of millennial climate variability during the mid-Pleistocene (ca 800–400 ka). Quaternary Science Reviews, 30, 3234-3247. https://doi.org/10.1016/j. quascirev.2011.08.005.
- Austin, W.E.N., Hibbert, F.D. (2012). Tracing time in the ocean: a brief review of chronological constraints (60–8 kyr) on North Atlantic marine event-based stratigraphies. Quaternary Science Reviews, 36, 28-37. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2012.01.015.
- Azibeiro, L.A., Sierro, F.J., Capotondi, L., Lirer, F., Andersen, N., González-Lanchas, A., Alonso-Garcia, M., Flores, J.-A., Cortina, A., Grimalt, J.O., Martrat, B., Cacho, I. (2021). Meltwater flux from northern ice-sheets to the mediterranean during MIS 12. Quaternary Science Reviews, 268, 107108. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2021.107108.
- Barker, S., Knorr, G., Edwards, R.L., Parrenin, F., Putnam, A.E., Skinner, L.C., Wolff, E., Ziegler, M. (2011). 800,000 Years of Abrupt Climate Variability. Science 334, 347-351. https://doi. org/10.1126/science.1203580.
- Barker, S., Knorr, G., Conn, S., Lordsmith, S., Newman, D., Thornalley, D. (2019). Early Interglacial Legacy of Deglacial Climate Instability. Paleoceanography and Paleo-

climatology 34, 1455-1475. https://doi. org/10.1029/2019PA003661.

- Bond, G.C., Lotti, R. (1995). Iceberg Discharges into the North Atlantic on Millennial Time Scales During the Last Glaciation. Science 267, 1005-1010. https://doi.org/10.1126/ science.267.5200.1005.
- Cacho, I., Grimalt, J.O., Pelejero, C., Canals, M., Sierro, F.J., Flores, J.A., Shackleton, N. (1999). Dansgaard-Oeschger and Heinrich Event Imprints in Alboran Sea Paleotemperatures. Paleoceanography 14, 698-705. https://doi. org/10.1029/1999PA900044.
- Candy, I., Alonso-Garcia, M. (2018). A 1 Ma sea surface temperature record from the North Atlantic and its implications for the early human occupation of Britain. Quaternary Research, 90, 406-417. https://doi.org/10.1017/ qua.2018.62.
- Cayre, O., Lancelot, Y., Vincent, E., Hall, M.A. (1999). Paleoceanographic reconstructions from planktonic foraminifera off the Iberian Margin: Temperature, salinity, and Heinrich events. Paleoceanography 14, 384-396. https://doi.org/10.1029/1998PA900027.
- Cheng, H., Edwards, R.L., Sinha, A., Spötl, C., Yi, L., Chen, S., Kelly, M., Kathayat, G., Wang, X., Li, X., Kong, X., Wang, Y., Ning, Y., Zhang, H. (2016). The Asian monsoon over the past 640,000 years and ice age terminations. Nature 534, 640-646. https://doi.org/10.1038/ nature18591.
- Dansgaard, W. (1964). Stable isotopes in precipitation. Tellus, 16(4), 436-468. https://doi. org/10.1111/j.2153-3490.1964.tb00181.x.
- Dansgaard, W., Johnsen, S.J., Clausen, H.B., Dahl-Jensen, D., Gundestrup, N.S., Hammer, C.U., Hvidberg, C.S., Steffensen, J.P., Sveinbjörnsdottir, A.E., Jouzel, J., Bond, G. (1993). Evidence for general instability of past climate from a 250-kyr ice-core record. Nature 364, 218-220. https://doi.org/10.1038/364218a0.
- de Abreu, L., Shackleton, N.J., Schönfeld, J., Hall, M., Chapman, M. (2003). Millennial-scale oceanic climate variability off the Western Iberian margin during the last two glacial periods. Marine Geology, 196, 1-20. https://doi. org/10.1016/S0025-3227(03)00046-X.
- Emiliani, C. (1955). Pleistocene Temperatures. The Journal of Geology 63, 538-578. https://doi. org/10.1086/626295.
- Eynaud, F., de Abreu, L., Voelker, A., Schönfeld, J., Salgueiro, E., Turon, J.-L., Penaud, A., Toucanne, S., Naughton, F., Sánchez Goñi, M.F., Malaizé, B., Cacho, I. (2009). Position of the Polar Front

along the western Iberian margin during key cold episodes of the last 45 ka. Geochemistry Geophysics Geosystems, 10, Q07U05. https://doi.org/10.1029/2009GC002398.

- Hernández-Almeida, I., Sierro, F.J., Cacho, I., Flores, J.A. (2012). Impact of suborbital climate changes in the North Atlantic on ice sheet dynamics at the Mid-Pleistocene Transition. Paleoceanography, 27, PA3214. https://doi. org/10.1029/2011PA002209.
- Hodell, D.A., Channell, J.E.T., Curtis, J.H., Romero, O.E., Röhl, U. (2008). Onset of "Hudson Strait" Heinrich events in the eastern North Atlantic at the end of the middle Pleistocene transition (~640 ka)? Paleoceanography 23, PA4218. https://doi.org/10.1029/2008PA001591.
- Hodell, D., Lourens, L., Crowhurst, S., Konijnendijk, T., Tjallingii, R., Jiménez-Espejo, F., Skinner, L., Tzedakis, P.C., Abrantes, F., Acton, G.D., Alvarez Zarikian, C.A., Bahr, A., Balestra, B., Barranco, E.L., Carrara, G., Ducassou, E., Flood, R.D., Flores, J.-A., Furota, S., Grimalt, J., Grunert, P., Hernández-Molina, J., Kim, J.K., Krissek, L.A., Kuroda, J., Li, B., Lofi, J., Margari, V., Martrat, B., Miller, M.D., Nanayama, F., Nishida, N., Richter, C., Rodrigues, T., Rodríguez-Tovar, F.J., Roque, A.C.F., Sanchez Goñi, M.F., Sierro Sánchez, F.J., Singh, A.D., Sloss, C.R., Stow, D.A.V., Takashimizu, Y., Tzanova, A., Voelker, A., Xuan, C., Williams, T. (2015). A reference time scale for Site U1385 (Shackleton Site) on the SW Iberian Margin. Global and Planetary Change 133, 49-64. https://doi. org/10.1016/j.gloplacha.2015.07.002.
- Imbrie, J., Hays, J.D., Martinson, D.G., McIntyre, A., Mix, A.C., Morley, J.J., Pisias, N.G., Prell, W.L., Shackleton, N.J. (1984). The orbital theory of Pleistocene climate: support from a revised chronology of the δ 180 record. En: A. Berger, J.I., H. Hays, G. Kukla, and B. Saltzman (Ed.), Milankovitch and Climate: Understanding the Response to Astronomical Forcing. D. Reidel Publishing, Dordrecht, pp. 269-305.
- Johnsen, S.J., Dahl-Jensen, D., Gundestrup, N., Steffensen, J.P., Clausen, H.B., Miller, H., Masson-Delmotte, V., Sveinbjörnsdottir, A.E. and White, J. (2001), Oxygen isotope and palaeotemperature records from six Greenland ice-core stations: Camp Century, Dye-3, GRIP, GISP2, Renland and NorthGRIP. Journal of Quaternary Science, 16: 299-307. https://doi. org/10.1002/jqs.622.
- Kotov S., Pälike H. (2018). QAnalySeries a crossplatform time series tuning and analysis tool. En: AGU Fall Meeting Abstracts Vol. 2018,

pp. PP53D-1230. https://doi.org/10.1002/ essoar.10500226.1.

- Kucera, M., Weinelt, M., Kiefer, T., Pflaumann, U., Hayes, A., Weinelt, M., Chen, M.-T., Mix, A.C., Barrows, T.T., Cortijo, E., Duprat, J., Juggins, S., Waelbroeck, C. (2005). Reconstruction of sea-surface temperatures from assemblages of planktonic foraminifera: multi-technique approach based on geographically constrained calibration data sets and its application to glacial Atlantic and Pacific Oceans. Quaternary Science Reviews, 24, 951-998. https:// doi.org/10.1016/j.quascirev.2004.07.014.
- Lisiecki, L. E., and P. A. Lisiecki (2002). Application of dynamic programming to the correlation of paleoclimate records. Paleoceanography, 17(D4), 1049. https://doi. org/10.1029/2001PA000733.
- Lisiecki, L.E., Raymo, M.E. (2005). A Pliocene-Pleistocene stack of globally distributed benthic δ180 records. Paleoceanography 20, PA1003. https://doi.org/10.1029/2004PA001071.
- Martrat, B., Grimalt, J.O., Lopez-Martinez, C., Cacho, I., Sierro, F.J., Flores, J.A., Zahn, R., Canals, M., Curtis, J.H., Hodell, D.A. (2004). Abrupt Temperature Changes in the Western Mediterranean over the Past 250,000 Years. Science 306, 1762-1765. https://doi.org/10.1126/science.1101706.
- Martrat, B., Grimalt, J.O., Shackleton, N.J., de Abreu, L., Hutterli, M.A., Stocker, T.F. (2007). Four Climate Cycles of Recurring Deep and Surface Water Destabilizations on the Iberian Margin. Science 317, 502-507. https://doi. org/10.1126/science.1139994.
- Paillard, D., Labeyrie, L., Yiou, P. (1996). Macintosh program performs time-series analysis. Eos 77, 379. https://doi.org/10.1029/96EO00259.
- Pérez-Folgado, M., Sierro, F.J., Flores, J.A., Cacho, I., Grimalt, J.O., Zahn, R., Shackleton, N. (2003). Western Mediterranean planktonic foraminifera events and millennial climatic variability during the last 70 kyr. Marine Micropaleontology, 48, 49-70. https://doi.org/10.1016/ S0377-8398(02)00160-3.
- Railsback, L.B., Gibbard, P.L., Head, M.J., Voarintsoa, N.R.G., Toucanne, S. (2015). An optimized scheme of lettered marine isotope substages for the last 1.0 million years, and the climatostratigraphic nature of isotope stages and substages. Quaternary Science Reviews, 111, 94-106. https://doi.org/10.1016/j. quascirev.2015.01.012.
- Rasmussen, S.O., Bigler, M., Blockley, S.P., Blunier, T., Buchardt, S.L., Clausen, H.B., Cvijanovic, I.,

Dahl-Jensen, D., Johnsen, S.J., Fischer, H., Gkinis, V., Guillevic, M., Hoek, W.Z., Lowe, J.J., Pedro, J.B., Popp, T., Seierstad, I.K., Steffensen, J.P., Svensson, A.M., Vallelonga, P., Vinther, B.M., Walker, M.J.C., Wheatley, J.J., Winstrup, M. (2014). A stratigraphic framework for abrupt climatic changes during the Last Glacial period based on three synchronized Greenland ice-core records: refining and extending the INTIMATE event stratigraphy. Quaternary Science Reviews, 106, 14-28. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2014.09.007.

- Rodrigues, T., Alonso-García, M., Hodell, D.A., Rufino, M., Naughton, F., Grimalt, J.O., Voelker, A.H.L., Abrantes, F. (2017). A 1-Ma record of sea surface temperature and extreme cooling events in the North Atlantic: A perspective from the Iberian Margin. Quaternary Science Reviews, 172, 118-130. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2017.07.004.
- Salgueiro, E., Voelker, A.H.L., de Abreu, L., Abrantes, F., Meggers, H., Wefer, G. (2010). Temperature and productivity changes off the western Iberian margin during the last 150 ky. Quaternary Science Reviews, 29, 680-695. https:// doi.org/10.1016/j.quascirev.2009.11.013.
- Salgueiro, E., Voelker, A.H.L., Martin, P.A., Rodrigues, T., Zúñiga, D., Froján, M., de la Granda, F., Villacieros-Robineau, N., Alonso-Pérez, F., Alberto, A., Rebotim, A., González-Álvarez, R., Castro, C.G., Abrantes, F. (2020). δ18O and Mg/Ca Thermometry in Planktonic Foraminifera: A Multiproxy Approach Toward Tracing Coastal Upwelling Dynamics. Paleoceanography and Paleoclimate ,35, e2019PA003726. https://doi.org/10.1029/2019PA003726.
- Shackleton, N. (1967). Oxygen Isotope Analyses and Pleistocene Temperatures Reassessed. Nature 215, 15-17. https://doi. org/10.1038/215015a0.
- Shackleton, N.J., Hall, M.A., Vincent, E. (2000). Phase Relationships Between Millennial-Scale Events 64,000-24,000 Years Ago. Paleoceanography 15, 565-569. https://doi. org/10.1029/2000PA000513.
- Sierro, F.J., Andersen, N., Bassetti, M.A., Berné, S., Canals, M., Curtis, J.H., Dennielou, B., Flores, J.A., Frigola, J., Gonzalez-Mora, B., Grimalt, J.O., Hodell, D.A., Jouet, G., Pérez-Folgado, M., Schneider, R. (2009). Phase relationship between sea level and abrupt climate change. Quaternary Science Reviews, 28, 2867-2881. https://doi.org/10.1016/j. quascirev.2009.07.019.

- Skinner, L.C. (2008). Revisiting the absolute calibration of the Greenland ice-core age-scales. Climate of the Past 4, 295-302. https://doi. org/10.5194/cp-4-295-2008.
- Westerhold, T., Marwan, N., Drury, A.J., Liebrand, D., Agnini, C., Anagnostou, E., Barnet, J.S.K., Bohaty, S.M., De Vleeschouwer, D., Florindo, F., Frederichs, T., Hodell, D.A., Holbourn, A.E., Kroon, D., Lauretano, V., Littler, K., Lourens,

L.J., Lyle, M., Pälike, H., Röhl, U., Tian, J., Wi-Ikens, R.H., Wilson, P.A., Zachos, J.C. (2020). An astronomically dated record of Earth's climate and its predictability over the last 66 million years. Science, 369, 1383-1387. https:// doi.org/10.1126/science.aba6853.

Recibido el 6 de abril de 2022 Aceptado el 11 de octubre de 2022



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

## Micromamíferos y datación relativa en medios continentales

Small mammals and relative dating in continental environments

Cuenca-Bescós, G. (1)

(1) Aragosaurus-IUCA-Dpto. Ciencias de la Tierra, Universidad de Zaragoza. Calle Pedro Cerbuna, 12, 50009, Zaragoza, España. cuencag@unizar.es

#### Resumen

En este volumen especial de Cuaternario y Geomorfología, "Métodos de datación en el Cuaternario" organizado por AEQUA, no podía faltar un capítulo dedicado a los micromamíferos. La microfauna, como se conoce popularmente la técnica de datación relativa con micro en medios continentales, o los micromamíferos, en general son las mejores herramientas de datación bioestratigráfica. Los pequeños mamíferos, especialmente los roedores, son muy numerosos en la actualidad y lo fueron durante el Cuaternario. Esta característica hace que produzcan una cantidad notable de microfósiles que nos sirven para hacer dataciones bioestratigráficas, es decir, dataciones relativas basada en la presencia-ausencia y asociaciones coetáneas de especies de micromamíferos. La datación bioestratigráfica de los sedimentos formados en medios continentales tiene especial importancia sobre todo en las cuevas por constituir la mayor parte de los yacimientos arqueológicos y paleontológicos de la Península Ibérica en los que se ha documentado de una manera extraordinaria la evolución humana, como por ejemplo los de Atapuerca, Gibraltar, El Mirón, Aroeira, entre otros.

Palabras clave: bioestratigrafía; roedores; micromamíferos; dentición; morfología; sistemática y evolución.

#### Abstract

In this special volume of Quaternary and Geomorphology, "Dating methods in the Quaternary" organized by AEQUA, a chapter dedicated to small mammals could not be missing. Microfauna, as the relative dating technique in continental environments is popularly known, or small mammals, are generally the best biostratigraphic dating tools. Small mammals, especially rodents, are very numerous today and were during the Quaternary. This characteristic makes them produce a significant number of microfossils that are useful for biostratigraphic dating, that is, relative dating based on the presence-absence and contemporary associations of small mammal species. The biostratigraphic dating of the sediments formed in continental environments is of special relevance, specifically in caves, since they constitute the majority of the archaeological and paleon-

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



tological sites of the Iberian Peninsula in which human evolution has been documented in an extraordinary way, such as those of Atapuerca, Gibraltar, El Mirón, Aroeira, among others.

Key words: biostratigraphy; rodents; small mammals; dentition; morphology; systematics and evolution.

#### 1. Introducción

Los micromamíferos son los mamíferos más pequeños de los ecosistemas terrestres. Son las especies con menos de cinco kilogramos de peso. Se agrupan en murciélagos, Orden Chiroptera; musarañas, topos, erizos, Orden Eulipotyphla (=Insectivora); mustélidos como el visón, Orden Carnivora; conejos y liebres, Orden Lagomorpha y hámsteres, topillos, ratones, ardillas, marmotas, ratas, Orden Rodentia. El pequeño tamaño de los huesos de los micromamíferos, generalmente sus únicos vestigios fósiles, implica la utilización de técnicas micropaleontológicas para su recuperación y estudio. Junto con otros grupos como los reptiles, anfibios, aves y peces, constituyen la microfauna fósil de los yacimientos arqueológicos y paleontológicos del Cuaternario. Los roedores son los mamíferos más utilizados por ser más numerosos y tener tasas de evolución y diversificación altas, especialmente los topillos y los ratones. Como dato, diremos que, durante el Cuaternario han aparecido las líneas evolutivas que han dado lugar a las cerca de 750 especies que viven en la actualidad. Estas características son una condición importante en la datación relativa con fósiles, y por ello son la principal herramienta en la bioestratigrafía en medios continentales.

Esto hace que la edad de los yacimientos cuaternarios se establezca mediante el análisis de las asociaciones de las especies de roedores fósiles encontradas en los estratos. Para ello se estudia la sucesión faunística, es decir los conjuntos de especies, en relación con las apariciones y desapariciones locales a lo largo de una secuencia estratigráfica, simplificando, el cambio de la asociación de especies de un estrato o grupo de estratos, en relación a los estratos anterior o inferior y siguiente o superior (Cuenca-Bescós, 2016a, b). Para saber la edad es necesario conocer la primera y última aparición local o global de una especie. La presencia/ausencia de las especies en las asociaciones nos permitirá establecer una edad relativa, además de saber, por el principio bioestratigráfico de la sucesión faunística, qué estrato (o yacimiento) es más antiguo y cuál es más moderno.

Como los roedores tienen además una distribución geográfica relativamente amplia, al menos si estudiamos el conjunto de yacimientos de Europa occidental, podremos hacer correlaciones bioestratigráficas con yacimientos situados en los países de esta región, España, Portugal, Francia, Italia principalmente. Podemos afirmar que la bioestratigrafía y la biocronología son las herramientas que coordinan paleontología y estratigrafía para establecer la edad relativa de los estratos y/o niveles paleontológicos y arqueológicos. Una opinión personal para distinguir bioestratigrafía de biocronología, a menudo utilizadas como sinónimos, es que la bioestratigrafía estudia el contenido fósil y su organización en la secuencia estratigráfica para que a continuación, la biocronología la divida en biozonas que permiten hacer dataciones relativas y correlaciones entre distintas secuencias (bio)estratigráficas. Si además conocemos la edad relativa por otros métodos, como la cronología isotópica, la magnetoestratigrafía o el registro arqueológico y de grandes vertebrados, podremos elaborar tablas que permiten conocer los eventos ocurridos en los ecosistemas continentales del Cuaternario de la Península Ibérica, donde se concentra el archivo más extraordinario de la historia de la humanidad en Europa, desde los restos humanos de hace cerca de un millón y medio de años de la Sima del Elefante hasta los más recientes de neandertales y humanos modernos del Sidrón, el Mirón, Cueva Negra, entre otros. Sirvan de ejemplo las publicaciones de Carbonell et al. (2008); Huguet el al. (2017); Bañuls-Cardona *et al.* (2017), Núñez-Lahuerta *et al.* (2021); Rofes *et al.* (2021) y literatura allí incluida.

En el Cuaternario la datación bioestratigráfica tiene la ventaja de contar con numerosos niveles fosilíferos que por su interés en evolución humana y antropología han sido datados por métodos radiométricos como la datación con Carbono 14, series de Uranio; Resonancia de Spin Electrónico; termoluminiscencia; cosmogénicos; o biológicos como la racemización de aminoácidos, entre otros. Los estudios geológicos, especialmente los estratigráficos y geomorfológicos son exhaustivos en este tipo de niveles con fósiles humanos, por la importante información que proporcionan al conocimiento de la biología de nuestros ancestros. Esto es una ventaja con respecto a edades anteriores puesto que podemos conocer al detalle la geología de una zona, así como en qué momento se producen la primera aparición y desaparición o extinción de las especies.

Por otra parte, el mejor registro paleontológico y arqueológico se encuentra en general en las cavidades kársticas y la geología de nuestra península tiene un extenso registro de cuevas, debido a los extensos afloramientos de calizas, dolomías y otras rocas karstificables. Por esto las cuevas constituyen los vacimientos arqueológicos y paleontológicos más importantes y numerosos en la Península Ibérica, como son los de las cuevas de Atapuerca, las cuevas de Gibraltar, las de la Cornisa Cantábrica, la Meseta, del karst de la Almonda, en Portugal, con el yacimiento de Aroeira, entre otros (Cuenca-Bescós et al., 2010; 2016a; 2016b; 2021; López-García et al., 2011; 2021; Sala et al., in press). Desafortunadamente, la mayoría de las síntesis sobre la cronología y bioestratigrafía en medios continentales en España están basadas casi exclusivamente en el registro de grandes vertebrados y/o restos arqueológicos y antropológicos careciendo de información sobre el registro paleontológico y arqueológico de los microvertebrados, mucho más precisos por ser más numerosos, evolucionar más rápido y encontrarse en áreas geográficas relativamente amplias (ver por ejemplo Silva *et al.*, 2021). Como en el resto de Europa los roedores son los grandes protagonistas de la bioestratigrafía y cronoestratigrafía en medios continentales, ver entre otros Maul y Markova (2007), Fejfar *et al.*, 2011, Erbajeva y Alexeeva (2013), Lebreton *et al.* (2021), entre otros. Es el objetivo de este trabajo presentar una síntesis sobre la bioestratigrafía en medios continentales de la Península Ibérica con microvertebrados; particularmente basada en el análisis de la evolución de las asociaciones de pequeños mamíferos roedores.

# 2. Metodología

La identificación de los taxones de los microvertebrados, especialmente los micromamíferos es la herramienta principal de la datación relativa en medios continentales. La técnica consiste en extraer y separar los restos fósiles de los sedimentos por lavado-tamizado y triado posterior. Una vez separados, se estudian los elementos de la anatomía del esqueleto que permiten las diagnosis sistemáticas y taxonómicas, para finalmente clasificar las especies. La taxonomía sigue las reglas de nomenclatura zoológica y paleontológica y requiere utilizar tecnologías innovadoras, así como bibliografía especializada (ver una síntesis en Cuenca-Bescós y Morcillo-Amo, 2022).

## 2.1. Técnicas de obtención de los micromamíferos fósiles

Los vestigios fósiles de los micromamíferos son, en general, diminutos huesos y dientes aislados. Lo que mejor se conserva del esqueleto de un mamífero es la dentición, debido a la dura capa de esmalte que protege el cemento y la dentina de los agentes tafonómicos causantes de la alteración y pérdida de los restos orgánicos. Incisivos, premolares y molares son los elementos diagnósticos por excelencia en taxonomía y sistemática y son los que permiten clasificar las especies de micromamíferos. Para determinar las especies es necesario trabajar con un número relativamente alto de especímenes y analizar así los límites de la variación morfológica y biométrica de cada especie. En la mayoría de los casos, mientras más especímenes de una especie tengamos, más estable será la clasificación.

## 2.1.1. Técnica de lavado-tamizado

Para obtener una buena cantidad de especímenes es preciso concentrar los sedimentos mediante técnicas de lavado y tamizado con agua, o de tamizado o cribado en seco cuando el agua escasea (Cifelli et al., 1996; Cuenca-Bescós y Morcillo-Amo, 2022). Generalmente es necesario extraer desde unos cuantos kilos a toneladas de sedimentos para tener una concentración de microfósiles lo suficientemente representativa de las asociaciones del pasado. Para estudiar el Cuaternario se constituyen proyectos multidisciplinares, geológicos, arqueológicos y paleontológicos donde el sedimento se extrae de los vacimientos durante las excavaciones. El sedimento se recoge en sacos, generalmente por los mismos excavadores, se etiqueta y guarda para procesarlo posteriormente en el laboratorio que puede ser al aire libre o cerrado. Dependiendo del volumen de material requerido, el procesado se hace durante las campañas de excavación, preparando los fósiles en el campo. o si la cantidad de material extraído es menor, en el laboratorio. Para el procesado del sedimento en campo se necesita una fuente de agua limpia, asequible, donde poder bombearla mediante motobombas de riego, como se puede ver en la Figura 1. Cuando la excavación dura varias semanas es necesario montar un laboratorio de campo donde se preparan adecuadamente los microfósiles para su conservación y posterior estudio.

Los sacos o bolsas, generalmente con más de 15 kilos de sedimentos, los denominamos muestras de microfauna. Deben de estar etiquetados con la fecha de excavación, el nombre del yacimiento, el nivel estratigráfico, la profundidad y el cuadro de excavación, si procede. Una vez concluida la recogida de sedimentos a lo largo de la columna estratigráfica, hay que extraer los microfósiles con técnicas similares a las que se usan para organismos microscópicos. Primero, el sedimento se seca completamente para poder disgregarlo en un recipiente repleto de agua. Luego se lava pasándolo por una pila de tamices superpuestos y ordenados de mayor, el superior, a menor, el inferior, tamaño de luz de malla, con ayuda de agua a presión. Lo habitual es usar el inferior con una luz de malla de medio milímetro, aunque esto puede variar según los fósiles que se busquen. Con ello se obtienen levigados o concentrados consistentes en restos fósiles y fragmentos de rocas insolubles. Los levigados tienen diferentes tamaños de grano, en función de la luz de malla del tamiz en el que se han recogido. Los fósiles concentrados mediante la técnica de lavado-tamizado están limpios de arcillas y limos con lo que pueden ya ser triados y seleccionados para el análisis taxonómico. La rigueza en fósiles de cada estrato o nivel con microfósiles es variable, podemos obtener del orden de uno a 200 microfósiles diagnósticos por cada 15 kilogramos de sedimento sin procesar.

# 2.1.2. El triado

Para separar los elementos anatómicos diagnósticos en los levigados obtenidos, utilizamos la técnica del triado que consiste en "escanear o barrer" la muestra en bandejas de triado. Recogemos una pequeña porción del concentrado, lo distribuimos uniformemente por la superficie de la bandeja con un espesor nunca superior al del tamaño de grano. Las mejores bandejas son las que están divididas en cm<sup>2</sup>, lo que permite un escaneo metódico del contenido de la bandeja. El "barrido" permite reconocer los fósiles que extraeremos con ayuda de pinzas de disección. Los levigados de los tamaños de grano grueso (mayores de 1cm) pueden hacerse a simple vista. Para los menores se requieren microscopios estereoscópicos o lupas binoculares. Gracias al triado recuperamos los huesos y dientes que pasaremos a la fase de análisis tafonómico y taxonómico.



Figura 1: Técnicas de laboratorio de campo para el lavado y tamizado de grandes cantidades de sedimentos, cerca de una tonelada diaria, para la extracción de microfauna. Caso de estudio: procesando los sedimentos de los yacimientos arqueológicos y paleontológicos de las cuevas de Atapuerca, Burgos, España. Estación AtaRio, Ibeas de Juarros, Burgos. **A**, descarga de los sacos de sedimentos procedentes de las excavaciones para su organización espacial en la carpa de secado de la estación AtaRio en Ibeas de Juarros, cada saco pesa entre 12 y 15 kilogramos; **B**, detalle de la bomba de riego con la que se extrae el agua y distribuidor horizontal soportado por andamios para llevarla a las mangueras que se encuentran encima de cada juego de tamices de lavado-tamizado; **C**, detalle del juego de tamices completo, con el grueso arriba, con luces de malla que pueden variar de 2 a 1 cm, donde se pueden recuperar algunos macrofósiles en este tamiz; **D**, detalle de uno de los tamices de lavado, con los tamices de gruesos removidos donde se puede ver el de 0,5mm de luz de malla con el concentrado de los sedimentos más finos; **E**, una vez lavados, los concentrados se pasan a los tamices de secado para su posterior triado y se lavan cuidadosamente los tamices, mallas y paredes para evitar contaminaciones; **F**, los concentrados durante el proceso de secado, se observan regularmente por si es necesario relavarlos o por si hay algún fósil que requiere un preparado preliminar antes de llevar los concentrados al laboratorio donde serán triados para extraer todos los microfósiles y algunos restos pequeños de macrofósiles.

Figure 1: Field laboratory techniques for washing and sieving large amounts of sediment, close to one ton per day, for the extraction of microfauna. Case study, processing sediments from the caves of Atapuerca, Burgos, Spain. AtaRio Station, Ibeas de Juarros, Burgos. **A**, discharge of the sacks of sediment from the excavations for their spatial organization in the drying tent of the AtaRio station in Ibeas de Juarros; each bag weighs between 12 and 15 kilograms; **B**, detail of the irrigation pump with which the water is extracted and the horizontal distributor supported by scaffolding to take it to the hoses that are located above each set of washing-sieving sieves; **C**, detail of the complete set of sieves, with the thickest above, with mesh sizes that can vary from 2 to 1 cm, where some macrofossils can be recovered in this sieve; **D**, detail of one of the washing sieves, with the coarse sieves removed where you can see the 0.5mm mesh size with the finer sediment concentrate; **E**, once washed, the concentrates are passed to the drying sieves for subsequent sorting and the sieves, meshes and walls are carefully washed to avoid contamination; **F**, the concentrates during the drying process, are regularly observed in case it is necessary to rewash them or if there are any fossils that require a preliminary preparation before taking the concentrates to the laboratory where they will be triaged to extract all the microfossils and some small remains of macrofossils.

#### 2.1.3. Reconocimiento tafonómico

Antes de pasar a la clasificación taxonómica es preciso hacer un reconocimiento tafonómico para analizar el estado de fragmentación y conservación de los restos. Esto permitirá saber si los restos son contemporáneos y coetáneos con la formación del estrato o nivel o son el resultado de la mezcla de distintos niveles (y por tanto edades). Una asociación fósil que represente los ecosistemas del pasado requiere que todos los restos hayan fosilizado en el mismo estrato simultáneamente en el mismo tiempo geológico. Tras esto, procederemos a la clasificación taxonómica de las especies.

## 2.2. Taxonomía y Sistemática

Los principios físicos y biológicos para identificar especies fósiles son el estudio de la morfología de los restos óseos, especialmente de la dentición, mediante técnicas microscópicas. Un diente microscópico tiene una morfología que es función de su historia filogenética y evolutiva, así como de la biología, que queda reflejada en las adaptaciones biomecánicas. Con una buena formación en anatomía ósea, del esqueleto completo y de la dentición; en el conocimiento sobre la biomecánica de la mandíbula, en los mecanismos de la implantación y el desgaste dental, un investigador será capaz de clasificar las especies.

# 2.2.1. La clasificación de las especies por la morfología y la sistemática

La evolución biológica en los mamíferos se refleja en la morfología de los molares, lo cual los convierte en la herramienta más precisa de datación relativa que se conoce en los medios continentales. En sistemática, cada especie tiene una historia evolutiva que generalmente condiciona su nicho ecológico actual. Por tanto, conocer a qué grupo sistemático pertenece una especie nos permitirá conocer datos importantes en bioestratigrafía como la velocidad de especiación; o en paleoecología, como el tipo de hábitat al que pertenece. Las adaptaciones a la dieta se reflejan en los dientes, por lo que podemos conocer el nicho ecológico. De manera muy general, decir que los micromamíferos se clasifican por el tipo de molares, en braquidontos, con la corona baja y con numerosos relieves típicos de animales granívoros y frugívoros; lofodontos e hipsodontos, con la corona alta y con crestas propias de animales folívoros; secodontos, corona con filos cortantes, típicos de animales predadores.

## 3. Rango temporal de aplicación del método bioestratigráfico

El método bioestratigráfico está basado en la distribución vertical de biozonas, unidades que contienen una asociación contemporánea de especies y cuyos límites son primeras y últimas apariciones y/o la presencia de una o varias especies en asociaciones coetáneas únicas. El que las especies (y las asociaciones) cambien de un estrato a otro y puedan servir para dividir el tiempo en biozonas está basado en cuatro principios básicos:

- Las especies evolucionan irreversiblemente. No puede aparecer en el registro geológico la misma especie dos veces. Una vez que se ha extinguido no vuelve a aparecer jamás.
- La sistemática y la taxonomía nos proporcionan reglas y herramientas que nos permiten clasificar las especies. El principio de clasificación está basado en las reglas de la sistemática biológica.
- 3) El sedimento y el fósil son coetáneos (en tiempo geológico): las especies son seres vivos que cuando mueren pueden fosilizar si las condiciones son adecuadas. Saber cómo y cuándo fosiliza el resto de un ser vivo al morir es el objetivo de la tafonomía. El principio consiste en que cuando un ser vivo muere y las condiciones son las adecuadas, fosiliza dentro del sedimento que luego se convertirá en un estrato.
- 4) Un fósil del que se desconoce su procedencia, carece de valor: hay que saber de dónde provienen los fósiles desde el momento mismo en que se excavan. No es un principio de la bioestratigrafía en sí, pero lo incluyo aquí porque sin una buena técnica y metodología de trabajo de campo la bioestratigrafía no funciona.

El rango temporal de edades de una biozona puede estar basado en la presencia de una especie, dentro de la asociación, que aparece por primera vez en la base de la biozona y desaparece en su límite superior. En micromamíferos la duración media de una especie es de un millón de años. Por lo tanto, el rango temporal de una biozona de este tipo es de un millón de años. Sin embargo, la mayoría son biozonas cuyo límite inferior es la primera aparición de una especie y el superior la aparición de otra especie distinta. A mayor rapidez de especiación, más preciso es el rango temporal (ver Figuras 2, 3 y Tabla 1). Hay, sin embargo, incertidumbres asociadas con la distribución espacial y temporal de una especie que puede encubrir apariciones y extinciones reales. La fuente de la incertidumbre está directamente relacionada con la irregularidad del registro estratigráfico en los medios continentales, donde los sedimentos se pueden depositar en pequeñas cuencas sin conexión entre sí, dificultando seguir niveles estratigráficos en áreas geográficas amplias. Sin embargo, pueden utilizarse cuando disponemos de largas secuencias estratigráficas locales, como la de la Gran Dolina en Atapuerca (ver en la lista de yacimientos con micromamíferos de la tabla de la figura 3), que permiten elaborar biozonaciones locales que sirvan para datar de manera relativa y construir correlaciones a mayor escala geográfica. Las bases para la datación en medios continenta-

Biozonas Península Ibérica			5		
<i>Iberomys cabrerae</i> 7-actual	Neomys foo	liens Talpa	r cf. europaea	Eliomys quercinus	Apodemus sylvaticus
Iberomys brecciensis 6	500μm Myotis sp.	Allocricetus co	orrezensis	Acanthion vinogradov	Apodemis sylvaticus
4-5					
Victoriamys chalinei 2-3	Dolinasorex gliphodon	Erinaceus europaeus	Allocricetus	s bursae Micromys mit Marmata sp.	Apodemus sylvaticus
Allophaiomys lavocati 1	Beremendia fissidens	Asoriculus gibberodon	Galemys ct	E. kormosi	rivas Apodemus sp.
Allophaiomys pliocaenicus 0	Castillomys crusafonti				

Figura 2: Biozonas en el Cuaternario Ibérico y morfología de los elementos diagnósticos de algunas de las especies de micromamíferos del Cuaternario de la Península Ibérica. La mayoría son molares aislados, sobre todo en el caso de los roedores (*Castillomys, Apodemus, Marmota, Castor*, puercoespines, lirones, hámsteres). Aunque también han podido clasificarse utilizando mandíbulas y maxilares, (pequeños predadores como *Beremendia, Asoriculus, Dolinasorex, Neomys*) así como el húmero, en el caso de los topos (*Talpa*). Figura modificada de Cuenca-Bescós *et al.*, 2010.

Figure 2: Biozones of the Quaternary from the Iberian Peninsula and morphology of the diagnostic elements of some of the species of small mammals of the Quaternary of the Iberian Peninsula. Most are isolated molars, especially in the case of rodents (Castillomys, Apodemus, Marmota, Beaver, porcupines, dormouse, hamsters). Although they have also been classified using mandibles and maxillae (small predators such as Beremendia, Asoriculus, Dolinasorex, Neomys) as well as the humerus in the case of moles (Talpa). Modified from Cuenca-Bescós et al., 2010.

Pleistoceno	Biozonas	Millones de años	Allophaiomys lavocati	Ungaromys	Victoriamys chalinei	Stenocranius gregaloides	Terricola arvalidens	Microtus seseae	Pliomys episcopalis	Mimomys savini	lberomys huescarensis	Microtus ratticepoides	Terricola atapuerquensis	lberomys brecciensis	Allocricetus correzensis	Microtus arvalis	Microtus agrestis	Pliomys lenki	Myodes	Microtus oeconomus	Terricola duodecimcostatus	Terricola pyrenaicus	Chionomys nivalis	lberomys cabrerae	Arvicola sapidus	Arvicola terrestris
s	7	<0,020														Х	Х			Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х
														Х		х	Х		х						aff.	
		0.25											Х	Х	Х	х	ja	Х							aff.	
dio	6	0.3-0.4											Х	х	х	х	ja	х	х						aff.	
шe	0	0.55													Х			Х								
													Х	Х	Х	х	ja	Х							aff.	
													Х	Х	Х											
	5	0.6							Х	Х	Х	Х														
	5	0.78					Х	X	Х	X	X															
ferior	4	0.85				Х	Х	Х	Х	Х	Х															
	э				Х	Х	Х	Х	Х	Х	Χ															
⊒.	5				X	Х	Х	X	Х	Х	Х															
	2	~0.9			Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х															
	1	~1.4-1.2	Х	X																						

Figura 3: Presencia-Ausencia de las especies de los roedores más representativos del Cuaternario de la Península Ibérica y Biozonación basada en la misma.

Figure 3: Presence-Absence of the most representative rodent species of the Quaternary of the Iberian Peninsula and Biozones based on it.

les han sido desarrolladas sobre todo por autores centroeuropeos como se puede ver en la recopilación de Fejfar *et al.*, 2011 o Maul y Markova 2007, entre otros.

#### 4. Ejemplos en nuestro territorio

El ejemplo de biozonaciones en el Cuaternario de la Península Ibérica de la figura 2 está basado en las especies de micromamíferos más característicos de cada una de las biozonas. En esta misma figura se pueden ver dibujos, así como fotografías, con los detalles de la anatomía dental, especialmente la superficie oclusal o de masticación de los molares, que permiten identificar y clasificar a los taxones con interés bioestratigráfico. Son una pequeña muestra de la enorme biodiversidad de micromamíferos del Cuaternario ibérico, donde casi 200 especies de micromamíferos han vivido a lo lardo del Cuaternario y una pequeña parte siguen viviendo en la actualidad en la Península Ibérica. Las edades de las biozonaciones del Cuaternario de la Península Ibérica con una selección de roedores pueden verse en la Tabla 1.

La Biozonación de las figuras 2 y 3 se ha realizado utilizando una base de datos creada a partir de las cerca de 800 asociaciones de micromamíferos fósiles estudiados por diferentes autores en la Península Ibérica (Cuenca-Bescós *et al.*, 2010, 2016a, Cuenca-Bescós y Morcillo Amo, 2022). En la tabla 1 se muestra una selección de los yacimientos con micromamíferos de España, la correlación con los pisos del centro y norte de Europa y las edades cronológicas establecidas a partir de la propuesta de la Comisión Internacional de Estratigrafía para el Cuaternario de la Comisión de Estratigrafía y Cronología (SACCOM) que puede encontrarse en su web (http://quaterTabla 1: Síntesis de los principales yacimientos con micromamíferos de España y correlación con la bioestratigrafía basada fundamentalmente en la secuencia estratigráfica de los yacimientos de Atapuerca (Atapuerca, Ata FU, es la sigla para las unidades faunísticas o biozonas) y con la cronología propuesta para el Cuaternario del norte y centro de Europa. La Table 1. Synthesis of the main sites with small mammals in Spain and correlation with the biostratigraphy based fundamentally on the stratigraphic sequence of the Atapuerca sites (Atapuerca, Ata FU, label for faunal units or biozones) and with the proposed chronology for the Quaternary of northern and central Europe. The formal division of the Quaternary is based in the IUGS international Commission on Stratigraphy.

Periodo	Época/Edad		Ma	Edades Mamíferos Europa	Pisos norte centro Europa	Yacimientos con micromamiferos de España	Ata FU		
	Holoc	eno	0.0117			El Mirón y otros Cantabria, Caldas da Rainha, Castro de Zambujal, Cova de Bolumini 21-12, Colomera Asup., Colomera EE1, Valdavara 1 level H, Cova de les Cendres Holoceno, Cueva de la BuenaPinta H, Cova Fosca N.A., Colomera CE12, 13, 14, Cova Fosca M	8&9		
	Pleistoceno Superior	Stage/Piso 4	0,012 -0,13 0,120	Toringiense	Saaliense	Portalon, Galeria de las Estatuas, El Mirón, Sidrón y otros Cantabria, Cobrante Tafesa Valle del Jarama, Preresa, Cova de les Cendres III-I, Colomera CE15, Gorham's Cave III, Cova Fosca E., Cova de Bolumini 28-32, Cova de les Cendres XIV-XVI-C, Gorham's Cave IV, Cova de les Malladetes, Gruta da Figueira Brava, Ibex Cave, Gabasa G, D, Aguilón, Cueva de la Carigüela, Abric Romani Nivel D, J, N, O, Cueva de la Buena Pinta, Navalmaillo, Cova del Gegant, Mula, Camino, El Higuerón, Cueva del Agua, Arganda	7		
uaternario	stoceno fedio	aniense	0,13-		Elsteriense Brunhes Faunas <i>Arvicola</i>	Sima de los Huesos, Sima del Elefante 18,19, Galeria GII, GIII, Gran Dolina 10, 11, Cueva del Agua, Cúllar de Baza, 1, Ambrona, Aridos 1, Cuarterones, Villacastín, Galería Pesada			
	Plei	Chibe	0,774	0	Cromeriense Brunhes temprano	Gran Dolina 8	5b		
U				riens	Faultas Millionitys	Gran Dolina 6, 7			
		riense	0,78-	Biha	Baveliense	Cullar de Baza C, Gran Dolina 3-5, Puerto Lobo 1, 4, Huéscar 1, Vallparadís, Cal Guardiola, Chaparral, Huétor Tajar, Tojaire	2-4 & 5a		
	Pleistoceno Inferior	Calat	1,80	Epivillafran- quiense?	Eburoniense Waaliense	Cueva Victoria 1a,1b,II, Fuente Nueva 3, Barranco León 3, 5, Orce 3, Cortes de Baza, 88, Sima del Elefante 7-14, Bagur 2, Loma Quemada 1, Muntanyeta dels Sants de la Pedra, Venta Micena, Orce 4, 5, 6, 7, Cañada de Murcia 1,2, Quibas, Almenara-Casablanca 3	1		
		Gelasiense	1,80- 2,59 2,588	Villaniense lafranquiense 1N17-/MN16	Gelasiense Tigliense Pretigliense	Incarcal, Alquería, Zújar 14, Galera 2, G, H, Tollo de Chiclana 10, 10B, Cortes de Baza 01, 41, 3, Orce 2, 7, D, C,Venta Micena, Barranco Conejos, Fonelas P-1, Almenara- Casablanca 1, Islas Medas, Cañada Real, Valdeganga 7(=VL III), 10 Allozaina? Galera 2, Fuente Nueva 1, Fuentecilla 2,5?, Cementerio de Orce B, Cortijo D. Alfonso, Cortijo D. Diego			
Neógeno	Plioceno	Piacenziense		j≥ ≥	Reuveriense	Tollo de Chiclana niveles inferiores a TC10&10B, Zújar, Cañada de Murcia 3			

nary.stratigraphy.org/charts/) así como del trabajo de Silva *et al.* (2021).

#### 5. Resumen y Conclusiones

Los aspectos más notables del método de datación bioestratigráfica en medios continentales con micromamíferos son: la gran riqueza de fósiles de microfauna en yacimientos en cuevas, que constituyen el registro paleontológico del Cuaternario más importante en la Península Ibérica; las altas tasas de evolución y especiación de los micromamíferos en general y particularmente de los roedores; la anatomía esquelética, que permite clasificar con técnicas propias de la taxonomía y de la sistemática, las especies coetáneas de un estrato.

En la Península Ibérica, el ámbito de aplicación de la datación bioestratigráfica en medios continentales es todo el Cuaternario en medios continentales, valga la redundancia, especialmente en registros sedimentarios en cuevas. Las problemáticas científicas a resolver son la ecología y las tasas de evolución basadas en especies extintas; la sistemática de algunas especies de insectívoros y roedores, la falta de mayores concentraciones de restos fósiles en medios sedimentario abiertos, como pueden ser depósitos fluviales y/o lacustres; la falta de conocimiento de la importancia de la microfauna en yacimientos del Holoceno, donde el lavado-tamizado de sedimentos para la recuperación de microfósiles es escaso a nulo; la necesaria innovación de las técnicas de lavado-tamizado y triado así como de la transversalidad con otras disciplinas como isótopos estables o el ADN antiguo. Las problemáticas técnicas son la falta de una política y gestión de la investigación básica en España, especialmente en Geología y Ciencias de la Tierra en general.

## Agradecimientos

A los equipos de excavaciones arqueológicas y paleontológicas que recuperan sedimentos para la microfauna, especialmente los de Valdavara, El Mirón, El Conde, Atapuerca, varios de Aragón, Guadalajara, Cataluña, Mallorca, Gibraltar, Portugal, etc. José Ignacio Canudo, Juan Rofes, Javier Elez Villar y Pablo G. Silva Barroso, han contribuido a la mejora del manuscrito original con sus sugerencias y correcciones. A los proyectos de investigación que han apoyado los trabajos de investigación conducentes a esta publicación, especialmente Aragosaurus: Recursos Geológicos y Paleoambientes, Grupo de referencia del Gobierno de Aragón (E18 20R) y Geología, geocronología y paleobiología de los yacimientos de la Sierra de Atapuerca VII (PGC2018-093925-B-C33; MCIU/AEI/FEDER, UE. Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades/AEI, Fondo Europeo de Desarrollo Regional).

## Bibliografía

- Bañuls-Cardona S Martín Rodríguez P López-García JM Morales JI Cuenca-Bescós G, Vergès JM. 2017. Human impact on small-mammal diversity during the middle- to late-Holocene in Iberia: The case of El Mirador cave (Sierra de Atapuerca, Burgos, Spain). The Holocene, 27, 8, 1067-1077. https://doi. org/10.1177/0959683616683257
- Carbonell E.; Bermúdez de Castro JM; Parés JM; Pérez-González A; Cuenca-Bescós G; Ollé A; Mosquera M; Huguet R; Made vdJ; Rosas A; Sala R; Vallverdú J; García N; Granger DE; Martinón-Torres M; Rodríguez XP; Stock GM; Vergès JM;

Allué E; Burjachs F; Cáceres I; Canals A; Benito A; Díez C; Lozano M; Mateos A; Navazo M; Rodríguez J; Rosell J; Arsuaga JL. (2008). The first hominin of Europe. Nature London 452 465-470. https://doi.org/10.1038/nature06815

- Cifelli, R. L., S. K. Madsen, and E. M. Larson. (1996). Screenwashing and Associated Techniques for the Recovery of Microvertebrate Fossils. In Techniques for Recovery and Preparation of Microvertebrate Fossils, edited by Richard L. Cifelli, 96-104 [1-24]. Oklahoma Geological Survey Spec. Norman: University of Oklahoma.
- Cuenca-Bescós, G., Sanz. M., Daura, J., Zilhão, J. (2021). The fossils of *Castor fiber* (Mammalia) in Aroeira and archaeological keys for their survival during the Quaternary in the Almonda, Tagus basin, Portugal. Quaternaire. https://doi. org/10.4000/quaternaire.14975
- Cuenca-Bescós, G., H.-A. Blain, J. Rofes, J. M.López-García, I. Lozano-Fernández, J. Galán, and C. Núñez-Lahuerta. (2016a). Updated AAtapuerca Biostratigraphy: Small-Mammal Distribution andits Implications for the Biochronology of the Quaternary in Spain. *Comptes Rendus Palevol*, 15 (6): 621-24. https://doi.org/10.1016/j.crpv.2015.09.006
- Cuenca-Bescós, G., J. M. López-García, and H.-A. Blain. (2016b). Les Petits Vertébrés et la Biochronologie, la Biostratigraphie et la Paléoécologie du Quaternaire. *Comptes Rendus Palevol*, 15 (6): 615-19. https://doi.org/10.1016/j. crpv.2016.03.004
- Cuenca-Bescós, G., J. Rofes, J. M. López-García, H.-A.
   Blain, R. J. de Marfá, M. A. Galindo-Pellicena, and
   M. L. Bennásar-Serra. (2010). Biochronology of
   Spanish Quaternary Small Vertebrate Faunas.
   *Quaternary International*, 212 (2): 109-119.
   https://doi.org/10.1016/j.quaint.2009.06.007
- Cuenca-Bescós, G., Morcillo-Amo, A. (2022). *Roedores, edades y paisajes en el Cuaternario de la Península Ibérica.* Ed. Prames, Zaragoza, 416 pp.
- Cuenca-Bescós. G. (2018). Quaternary Micro-Mammal Zones. En: The Encyclopedia of Archaeological Sciences (Sandra L. López Varela, Ed.). John Wiley & Sons. pp. 1-4. https://doi. org/10.1002/9781119188230.saseas0487
- Erbajeva, M., and N. Alexeeva. (2013). Late CenozoicMammal Faunas of the Baikalian Region Composition, Biochronology, Dispersal, and Correlation withCentral Asia. In: Fossil Mam-

mals of Asia. Neogene Biostratigraphy and Chronology (Wang, X., Flynn, L.J. and Fortelius, M., Eds.). Columbia University Press, New York, USA. pp.495-507. . https://doi.org/10.7312/columbia/9780231150125.003.0021

- Fejfar, O., W. D. Heinrich, and L. Kordos. (2011). "Microtoid Cricetids and the Early History of Arvicolids (Mammalia, Rodentia). *Palaeontologia Electronica*, 14 (3): 1-38.
- Huguet, R., Vallverdú, J., Rodríguez-Álvarez, X.P., Terradillos-Bernal, M., Bargalló, A., Lombera-Hermida, A., Menéndez, L., Modesto-Mata, M., Van der Made, J., Soto, M., Blain, H.-A., García, N., Cuenca-Bescós, G., Gómez-Merino, G., Pérez-Martínez, R., Expósito, I., Allué, E., Rofes, J., Burjachs, F., Canals, A., Bennàsar, M., Nuñez-Lahuerta, C., Bermúdez de Castro, J.M., Carbonell, E. (2017). Level TE9c of Sima del Elefante (Sierra de Atapuerca, Spain): A comprehensive approach. 2017 *Quaternary International*, 433, 278-295. https://doi.org/10.1016/j. quaint.2015.11.030
- Lebreton, L., Morin, E., Gravina, B., Crevecoeur, I. (2021). The Potential of Micromammals for the Stratigraphy and the Timing of Human Occupations at La Roche-à-Pierrot (Saint-Césaire, France). *Quaternary*, https://doi.org/10.3390/ quat4040033
- López-García JM, Berto C, Cuenca-Bescós G, Desclaux E. 2021. Rodents as indicators of climatic conditions in which hominins lived during the late Middle Pleistocene in southwestern Mediterranean. Journal of Human Evolution, 150, 102911. https://doi.org/10.1016/j.jhevol.2020.102911
- López-García JM; Cuenca-Bescós G; Finlayson C; Brown K; Giles Pacheco F. (2011). Palaeoenvironmental and palaeoclimatic proxies of the Gorham's cave small mammal sequence Gibraltar southern Iberia. *Quaternary International*, 243 137-142. Q1. IF (JCR): 1,768. https:// doi.org/10.1016/j.quaint.2010.12.032
- Maul, L., Markova, A. (2007). Similarity and Regional Differences in Quaternary Arvicolid Evolution in Central and Eastern Europe. *Quaternary International*, 160: 81-99. https://doi.org/10.1016/j.quaint.2006.09.010
- Núñez-Lahuerta C, Galán J, Cuenca-Bescós G, Huguet R. (2021). Birds from the Early Pleistocene layers of Sima del Elefante, Atapuerca, Burgos,

Spain: Palaeoecological implications in the oldest human bearing levels of the Iberian Peninsula. *Rivista Italiana di Paleontologia e Stratigrafia*, (RIPS), 127(2): 453-484. https://doi. org/10.13130/2039-4942/16027

- Rofes J, Ordiales A, Iriarte E, Cuenca-Bescós G, Galindo-Pellicena MA, Pérez-Romero A, Carretero MA, Arsuaga JA. 2021. Human activities, biostratigraphy and past environment revealed bysmall mammal associations at the Chalcolithic levels of El Portalón de Cueva Mayor (Atapuerca, Spain). *Quaternary*, 4(2), 16. https:// doi.org/10.3390/quat4020016
- Sala N., Pablos A., Rodríguez-Hidalgo A., Arriolabengoa M., Alcaraz-Castaño M., Cubas M., Posth C., Nägele K., Pantoja-Pérez A., Arlegi M., Rodríguez-Almagro M., Conde-Valverde M., Cuenca-Bescós G., Arribas A., Gómez-Olivencia A. (2021). Cueva de los Torrejones revisited. New insights on the paleoecology inland Iberia during the Late Pleistocene. Quaternary Science Reviews. 253 (1): 106765. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2020.106765
- Silva, P.G.; Bardají, T.; Baena-Preysler, J.; Giner-Robles, J.L.; Van der Made, J.; Zazo, C.; Rosas, A.; Lario, J. (2021). Tabla cronoestratigráfica del Cuaternario de la península ibérica (v 3.0): Nuevos datos estratigráficos, paleontológicos y arqueológicos. *Cuaternario y Geomorfología*, 35 (3-4), 121-145. https://doi.org/10.17735/cyg.v35i3-4.89346

#### Páginas webs - recursos on-line

- Subcomisión de la estratigrafía del Cuaternario (SQS): http://quaternary.stratigraphy.org/ charts/; http://quaternary.stratigraphy.org/
- Unión internacional de las ciencias geológicas (IUGS): https://www.iugs.org/
- Unión internacional de Investigación en el cuaternario (INQUA), y Comisión del INQUA en estratigrafía y cronología (SACCOM): https://inquasaccom.org/
- Revista Cuaternario y Geomorfología. AEQUA-SEG. https://recyt.fecyt.es/index.php/CUGEO/ index

Recibido el 17 de mayo de 2022 Aceptado el 14 de septiembre de 2022



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

## Datación de carbonatos por el método de U/Th: ejemplos en España

U-Th dating of carbonates: study cases from Spain

Muñoz-García, M.B.<sup>(1)</sup>; Martín-Chivelet, J.<sup>(1,2)</sup>

 (1) Departamento de Geodinámica, Estratigrafía y Paleontología, Facultad de Ciencias Geológicas, Universidad Complutense de Madrid. C/ José Antonio Novais 12, 28040, Madrid. mbmunoz@ucm.es
 (2) Instituto de Geociencias – IGEO (CSIC-UCM). Calle del Dr. Severo Ochoa 7, 28040, Madrid.

#### Resumen

El método de U/Th permite datar materiales diversos de hasta 600.000 años de antigüedad. En este trabajo se revisan sus fundamentos y las técnicas analíticas disponibles, centrándose en su aplicación más habitual, que es la datación de carbonatos. En concreto, se discuten su potencial y limitaciones en la datación de espeleotemas, travertinos, calcretas, cementos, corales y moluscos aprovechando los ejemplos publicados en España.

El cálculo de edades mediante U/Th se basa en la serie de desintegración del <sup>238</sup>U e involucra medidas de <sup>238</sup>U, <sup>234</sup>U y <sup>230</sup>Th. Su fundamento radica en el fraccionamiento entre los radionucleidos del uranio y del torio en los sistemas naturales. En el caso de la precipitación de carbonato puro, éste incorpora uranio en el momento de su formación, pero está libre de torio inicial de tal forma que, pasado un tiempo, todo el <sup>230</sup>Th medido en la muestra deriva de la desintegración del <sup>234</sup>U y esta relación permite calcular la edad de formación del mineral. Teóricamente, por tanto, el carbonato a datar: (1) debe incorporar cierta cantidad de uranio en el momento de su formación, (2) no debe incorporar cantidad significativa de torio y (3) debe comportarse como un sistema cerrado. De estas premisas, la segunda y la tercera no siempre se cumplen por lo que el método se ha adaptado a estos casos añadiendo cálculos y correcciones adicionales.

Dada la variedad de carbonatos susceptibles de ser datados, este método es de amplia aplicación en paleoclimatología, paleontología, arqueología, estratigrafía, geomorfología, tectónica y oceanografía, entre otras disciplinas.

**Palabras clave:** Cuaternario; series de uranio; datación radiométrica; <sup>230</sup>Th/<sup>234</sup>U; espeleotemas; corales; calcretas; moluscos.

#### Abstract

The U/Th method allows age-dating of various materials up to 600,000 years old. In this work, its fundamentals and the available analytical techniques are reviewed with the focus on its most common application,

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



which is the dating of carbonates. Its potential and limitations in dating speleothems, travertines, tuffs, calcretes, corals and molluscs are discussed reviewing for this purpose some published examples from Spain. The U/Th age calculation is based on the <sup>238</sup>U decay series and involves measurements of <sup>238</sup>U, <sup>234</sup>U, and <sup>230</sup>Th. Its foundation lies on the fractionation among uranium and thorium radionuclides in natural systems. In the case of precipitation of pure carbonates, an amount of uranium is incorporated at the time of formation while the mineral remains free of initial thorium in such a way that, after a period of time, all the <sup>230</sup>Th measured in the sample derives from the disintegration of <sup>234</sup>U and this relationship allows calculating the age of formation of the mineral. Therefore, ideally, the carbonate to be dated: (1) must incorporate a certain amount of uranium at the time of its formation, (2) must not incorporate a significant amount of thorium, and (3) must behave as a closed system. Of these premises, the second and third are not always fulfilled and the method has been adapted to those cases by adding further calculations and corrections.

Given the variety of carbonates that can be dated, this method is widely applied in paleoclimatology, paleontology, archaeology, stratigraphy, geomorphology, tectonics and oceanography, among other disciplines.

Key words: Quaternary; U-series; radiometric dating; <sup>230</sup>Th/<sup>234</sup>U; speleothems; corals; calcretes; molluscs.

## 1. Introducción

El método U/Th (conocido también como <sup>238</sup>U-<sup>234</sup>U-<sup>230</sup>Th, <sup>230</sup>Th/<sup>234</sup>U, <sup>230</sup>Th/U o Th/U) permite datar diferentes tipos de materiales con una antigüedad de hasta 600.000 años. Se trata de uno de los métodos más utilizados dentro de las dataciones por series de uranio y se basa en el análisis de las relaciones entre los radionucleidos <sup>238</sup>U, <sup>234</sup>U y <sup>230</sup>Th. En este artículo, nos centramos en su aplicación más habitual, que son los carbonatos formados en medios marinos y continentales, de origen tanto biogénico como abiogénico. Estos incluyen, entre otros, a espeleotemas, travertinos, tobas, calcretas, cementos, corales y moluscos; materiales cuya ubicación cronológica precisa es clave en distintos objetivos de índole paleoclimática, paleontológica, arqueológica, estratigráfica, geomorfológica, tectónica y oceanográfica.

El objetivo de este artículo no es una revisión exhaustiva de los fundamentos químicos del método ni de las técnicas disponibles para desarrollarlo, sino una introducción práctica para posibles usuarios, centrada en su aplicabilidad a diferentes tipos de carbonatos, discutiendo tanto su potencial como sus posibles limitaciones. Para ello, mostraremos algunos ejemplos españoles que puedan ser de especial utilidad.

## 2. Metodología

## 2.1. Principios del método

El método de datación U/Th se basa en la cadena de desintegración del <sup>238</sup>U (Fig. 1), e involucra a los radionucleidos <sup>234</sup>U y <sup>230</sup>Th. En un sistema cerrado, la actividad de todos los nucleidos hijos alcanza un estado de equilibrio radiactivo (el "equilibrio secular") con el nucleido padre después de un tiempo que depende de la vida media de los isótopos de la serie de desintegración. Sin embargo, algunos procesos naturales pueden romper ese estado de equilibrio, que es la clave de los métodos de datación basados en el deseguilibrio de las series de uranio, como es el caso que nos ocupa. Una vez se ha producido el desequilibrio, el sistema, si se cierra, tenderá de nuevo hacia el equilibrio secular. Calcular la distancia a ese equilibrio es lo que nos permite cuantificar el tiempo y obtener la edad del momento del fraccionamiento químico o físico (p. ej., Bourdon et *al.,* 2003a).

El desequilibrio en la cadena de desintegración viene dado por procesos naturales que inducen un fraccionamiento de dos tipos: elemental e isotópico.



Figura 1. Imagen que ilustra la cadena de desintegración del <sup>238</sup>U como una serie de piscinas conectadas. Hemos pretendido que el tamaño de cada piscina tuviera cierta relación con el periodo de semidesintegración de cada isótopo que está indicado bajo su símbolo. Cuando los isótopos de la cadena de desintegración alcanzan el equilibrio secular, el agua fluye entre todas las piscinas y todas están igualmente llenas, independientemente de su tamaño. La analogía con el método de datación de carbonatos por U/Th sería que cuando precipita un carbonato lo hace con las piscinas correspondientes a <sup>238</sup>U y <sup>234</sup>U llenas mientas que las piscinas de Th están vacías. Éstas se irán rellenando por desintegración de sus padres y esa relación entre isótopos padre e hijos nos permite calcular la edad de formación del carbonato.

Figure 1. Image illustrating the <sup>238</sup>U decay chain as a series of connected pools. We have intended that the size of each pool bears some relation to the half-life of each isotope, which is shown under its symbol. When the decay chain reaches the secular equilibrium, water flows between all the pools and they are all equally full, regardless of their size. The analogy with the U/Th carbonate dating method would be that when a carbonate precipitates it does so with the <sup>238</sup>U and <sup>234</sup>U pools full while the Th pools are empty. These will be filled by the disintegration of their parents and this relationship between parent and daughter isotopes allows us to calculate the age of formation of the carbonate.

El fraccionamiento elemental resulta del diferente comportamiento geoquímico del uranio y el torio. El uranio aparece como elemento traza en silicatos y óxidos. Durante la meteorización, este uranio se oxida y tiende a formar complejos solubles en agua con bicarbonatos, fosfatos y otros ligandos. Sin embargo, el torio es altamente insoluble durante la meteorización y no se moviliza. Permanece adsorbido sobre las superficies de las arcillas y las moléculas orgánicas (Dosetto *et al.*, 2008), y frecuentemente acaba coprecipitando como hidróxidos. Todo esto conlleva que tanto las aguas continentales (fluviales, subterráneas, etc.) como las marinas tengan uranio disuelto pero que esencialmente carezcan de torio. En consecuencia, los carbonatos que precipiten en esos medios acuosos incorporarán uranio, pero no torio, lo que generará un desequilibrio inicial muy significativo entre ambos elementos en esos minerales.

El fraccionamiento isotópico tiene que ver con los distintos nucleidos de uranio. El isótopo de uranio más abundante es el <sup>238</sup>U (99,2745%, Scholz y Hoffmann, 2008) mientras que la proporción de <sup>234</sup>U en la Tierra es muy inferior. Dado que el comportamiento de ambos isótopos en los medios acuosos es similar. la relación entre sus actividades [<sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U] debería ser 1 en todos los medios naturales que hubieran permanecido inalterados durante un periodo de tiempo suficientemente largo, es decir, ambos deberían estar en equilibrio secular. Sin embargo, esto no es así, tal y como se ilustra en la Figura 2 (Ivanovic y Harmon, 1992). La razón de esta falta de equilibrio viene dada por el fraccionamiento isotópico que se produce entre el <sup>238</sup>U y el <sup>234</sup>U asociado al efecto de "α-recoil". La emisión de partículas α (núcleos de <sup>4</sup>He) en el proceso de desintegración del <sup>238</sup>U libera energía cinética que induce cierta debilidad estructural en la red cristalina del mineral que lo contiene y favorece una mayor movilidad del isótopo hijo ligero <sup>234</sup>U frente al isótopo padre <sup>238</sup>U, más pesado. Esto hace que durante los procesos de meteorización se produzca un fraccionamiento a favor del isótopo más ligero (p.ej.: Gascoyne, 1992, DePaolo et al., 2006 o Dosseto et al., 2008) y, en consecuencia, que tanto las aguas marinas como la mayoría de las aguas continentales contengan relaciones de actividades [<sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U] mayores que 1.

La historia del método viene condicionada por este doble fraccionamiento que determina el deseguilibrio en la serie de desintegración del <sup>238</sup>U. La idea original de datar rocas midiendo la desintegración de uranio y la producción de helio (partículas  $\alpha$ ) fue propuesta de manera teórica por Rutherford en 1904. En 1926, Khlapin trató de usar el par <sup>238</sup>U-<sup>230</sup>Th (ver cadena de desintegración de la Figura 1) para datar calcita aplicando directamente la ley de desintegración radiactiva (230Th / 238U = 1 - e  $^{-\lambda 230t}$ ; siendo t = tiempo;  $\lambda$  = constante de desintegración: y e = constante 2,718; los valores isotópicos se expresan en actividades) sin obtener resultados satisfactorios. No fue hasta los años 60 y 70 cuando se comprendió la naturaleza del fraccionamiento isótopico existente en los medios naturales entre <sup>234</sup>U y <sup>238</sup>U (Fig. 2) y se comenzó a usar esta técnica de manera habitual, añadiendo varios miembros a la ecuación fundamental para corregir el efecto de ese deseguilibrio inicial. De esta manera se propuso la fórmula que se utiliza en la actualidad:

 $\begin{array}{c} ^{230}\text{Th} \ / \ ^{234}\text{U} = \left[ \left( 1 - \text{e}^{-\lambda 230\text{t}} \right) \ / \ \left( ^{234}\text{U} \ / \ ^{238}\text{U} \right) \right] + \lambda_{_{230}} \ / \\ \left( \lambda_{_{230}} - \lambda_{_{234}} \right) \cdot \left[ 1 - 1 \ / \ ^{(234}\text{U} \ / \ ^{238}\text{U} ) \right] \cdot \left( 1 - \text{e}^{-(\lambda 230 \cdot \lambda 234)\text{t}} \right) \end{array}$ 



Figura 2. Concentraciones medias de uranio total [U] y relaciones de actividades [<sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U] en distintos medios naturales (modificado de Ivanovic y Harmon, 1992). En teoría, la relación <sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U debería ser 1 en todos los medios naturales que hubieran permanecido inalterados durante un periodo de tiempo suficientemente largo como para alcanzar el equilibrio secular. Sin embargo, esto rara vez se cumple en la naturaleza.

Figure 2. Average total uranium concentrations [U] and activity ratios [<sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U] in different natural environments (modified from Ivanovic and Harmon, 1992). In theory, the <sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U ratio should be 1 in all natural media that had remained unchanged for a period of time long enough to reach the secular equilibrium. However, this value rarely holds in nature.



Figura 3. Dos de las soluciones gráficas más conocidas para la ecuación de datación por U/Th. La gráfica A) propuesta por Kaufman y Broecker (1965) relaciona las edades con las actividades de  $^{234}$ U/ $^{238}$ U y las de  $^{230}$ Th/ $^{234}$ U. La gráfica B) corresponde al "diagrama de Edwards" (Wendt *et al.*, 2021) y relaciona las actividades de los isótopos de uranio ( $\delta^{234}$ U<sub>medido</sub> = ([ $^{234}$ U/ $^{238}$ U]<sub>actividades</sub> -1) x 1000) con la relación  $^{230}$ Th/ $^{238}$ U. En ambas gráficas es muy visible la influencia del desequilibrio inicial entre los isótopos de uranio en la edad resultante, así como el aumento de las incertidumbres asociadas a los errores de medición en las muestras más antiguas. Ambas graficas traducidas y adaptadas para este trabajo de los trabajos referidos.

Figure 3. Two graphical solutions to the U/Th dating equation. Graph A) proposed by Kaufman and Broecker (1965) relates the ages with the activities of <sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U and those of <sup>230</sup>Th/<sup>234</sup>U. Graph B) corresponds to the "Edwards diagram" (Wendt et al., 2021) and relates the activities of the uranium isotopes (δ<sup>234</sup>U<sub>measured</sub> = ([<sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U]<sub>activities</sub> -1) x 1000) with the <sup>230</sup>Th/<sup>238</sup>U ratio. In both graphs, the influence of the initial disequilibrium between the uranium isotopes on the resulting age is clearly shown, as well as the increase in the uncertainties associated with the measurement errors in the oldest samples. Graphs translated and adapted for the present work from the referenced papers.

y cuya solución fue dibujada por primera vez por Kaufman y Broecker en 1965 (Fig. 3). Se puede comprobar que la línea que representa el equilibrio secular entre los isótopos de uranio (<sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U=1 en el eje de ordenadas) corresponde a una recta mientras que todas las demás relaciones entre estos dos isótopos de uranio se curvan en distinta medida. Esta curvatura se agudiza en los materiales más antiguos, lo que aumenta la incertidumbre asociada a la datación de esas muestras.

#### 2.2. Técnicas de análisis

Existen dos maneras básicas de medir las relaciones isotópicas necesarias para calcular las dataciones: espectrometría  $\alpha$  y espectrometría de masas. La primera se basa en la medida de la energía cinética de las partículas  $\alpha$  que se emiten en cada desintegración radiactiva. Esta energía es característica de cada isótopo y se obtiene así un contaje de la actividad (número de desintegraciones en un periodo de tiempo) de cada uno de ellos. El segundo tipo, la espectrometría de masas, mide el número de átomos de cada uno de los isótopos de la muestra separándolos en función de su masa. En este caso, la medida obtenida en el espectrómetro corresponde a concentraciones (ppb o ppt) y deben convertirse a actividades utilizando las constantes de desintegración adecuadas (Dutton *et al.*, 2017).

Históricamente se han aplicado diferentes tipos de espectrometría de masas a las dataciones de U/Th. La espectrometría de masas de ionización térmica (TIMS) se desarrolló especialmente en los años 80 (Edwards *et al.*, 1987; Li *et al.*, 1989) y ha sido reemplazada paulatinamente por la espectrometría de masas de multicolector con fuente de ionización de plasma generado por acoplamiento inductivo (MC-ICP-MS; Shen *et al.*, 2002; Cheng *et al.*, 2013), con mayor sensibilidad y resolución (Tabla 1).

Tanto la espectrometría  $\alpha$  como la de masas requieren una preparación guímica de la muestra. En ambos casos el objetivo final es separar muestras de uranio y torio prácticamente puros. Para ello se disuelve el carbonato, se eliminan las partículas detríticas y la materia orgánica, se concentran el uranio y el torio y se separan entre sí por medio de columnas de intercambio iónico (Rodríguez-Vidal et al., 2000; Alcaraz-Pelegrina y Martínez-Aguirre, 2007). Aunque el procedimiento es muy similar, existen varias diferencias que tienen que ver con el tamaño y la naturaleza de las muestras. El mayor tamaño de las muestras seleccionadas para espectrometría  $\alpha$  hace que todos los procesos de disolución, separación y filtrado en laboratorio sean más lentos. Por el contrario, las muestras preparadas para ICP-MS deben ser mucho más pequeñas y el procedimiento es generalmente más rápido, pero a cambio deben prepararse en sala blanca y con reactivos de alta pureza.

Por otra parte, también existe la posibilidad de datar carbonatos a partir de láminas delgadas o granos montados en cilindros de los que se obtienen micromuestras a través de ablación láser (LA-MC-ICP-MS; Eggins et al., 2003; 2005; Potter et al., 2005; Hoffmann et al., 2009). Con esta técnica se pueden obtener dataciones preliminares de manera muy rápida y barata (Tabla 1). Aunque la ablación láser aún no permite obtener dataciones tan fiables como las medidas por TIMS o ICP-MS, el tiempo de preparación de las muestras es mucho menor (Tabla 1) y se pueden obtener múltiples medidas en el espacio de pocos milímetros (Eggin et al., 2005). Estos perfiles permiten determinar qué zonas han sufrido alteraciones diagenéticas que afecten a los

Tabla 1. Comparativa de las principales características de las técnicas de medición más habituales utilizadas para obtener dataciones por el método U/Th. El tamaño de la muestra varía en función de la cantidad de uranio inicial de cada muestra. El porcentaje de incertidumbre está estimado para muestras sin contaminación detrítica u orgánica, con valores conocidos de <sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U inicial y que se hayan comportado como un sistema cerrado. La incertidumbre aumenta si la muestra no cumple alguna de estas condiciones. TIMS: espectrometría de masas de ionización térmica. ICP-MS: espectrometría de masas con fuente de ionización de plasma generado por acoplamiento inductivo. LA-MC-ICP-MS: ablación láser acoplada a espectrometría de masas de multicolector y fuente de ionización de plasma generado por acoplamiento inductivo.

Table 1. Comparison of main characteristics of the most common analytical techniques used for U/Th dating. The sample size varies depending on the initial amount of uranium in each sample. The uncertainty percentage is estimated for samples without detrital or organic contamination, with known values of initial <sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U and that have behaved as a closed system. The uncertainty increases if the sample does not meet any of these premises. TIMS: thermal ionization mass spectrometry. ICP-MS: inductively coupled plasma mass spectrometry. LA-MC-ICP-MS: laser ablation multi collector inductively coupled plasma mass spectrometry

Técnica Tamaño de muestra		Preparación de muestras	Tiempo de preparación de muestras	Tiempo de análisis	Incertidumbre	
Espectrometría α	3 - 10 g	Química. Digestión en laboratorio convencional	Varias semanas	1 semana	1σ –10%	
TIMS	0,1 - 2 g	Química. Digestión en sala blanca	1 semana	1 día	2 <del>0</del> - 5%	
ICP-MS	0,05 - 0,2 g	Química. Digestión en sala blanca	1 semana	2 - 3 horas	20 - 1%	
LA-MC-ICP-MS	<i>Spot</i> : 100 μm	Láminas delgadas o granos montados	Días	20-50 minutos	2σ - 1-5%	

isótopos de la serie de desintegración del <sup>238</sup>U (Grün *et al.*, 2006; Hoffmann *et al.*, 2009) de manera que se puedan seleccionar las muestras más adecuadas para realizar dataciones con mayor resolución por las técnicas más convencionales y laboriosas.

Todas las técnicas de análisis requieren medir al menos los isótopos <sup>238</sup>U, <sup>234</sup>U y<sup>230</sup>Th de la muestra a datar. Con frecuencia se mide también el isótopo 232Th, que es de origen cosmogénico y es el padre de otra serie de desintegración. Dada su larguísima vida media, permanece en el carbonato mucho tiempo sin desintegrarse y suele usarse como un isótopo de referencia que permite determinar la actividad inicial de torio de origen detrítico. Si la actividad de torio radiogénico<sup>230</sup>Th es mucho mayor que la de <sup>232</sup>Th cosmogénico se puede asumir que la contaminación por torio inicial es despreciable. Esta relación se suele situar en [<sup>230</sup>Th/<sup>232</sup>Th] > 20 para las medidas por espectrometría  $\alpha$  (Przybylowicz *et al.*, 1991)  $y [^{230}Th/^{232}Th] > 300 para ICP-MS (Richards y)$ Dorale, 2003). Sin embargo, cuando los carbonatos contienen una cantidad importante de torio inicial es necesario tenerla en cuenta para corregir la datación obtenida. Esto se puede hacer de dos maneras: 1) asumiendo un valor para esa relación <sup>230</sup>Th/<sup>232</sup>Th inicial (Przybylowicz et al., 1991; van Calsteren y Thomas, 2006; Hellstrom, 2006; Geyh, 2008; Martínez-Aguirre et al., 2019; Wortham et al., 2022) o 2) aplicando el método de la isócrona para cada muestra (van Calsteren y Thomas, 2006; Hellstrom, 2006; Grün et al., 2006; Alcaraz-Pelegrina y Martínez-Aguirre, 2007; Geyh, 2008; Martínez-Aguirre et al., 2019). El método de la isócrona que se utiliza para datar carbonatos impuros por U/Th fue propuesto por Bischoff y Fitzpatrick en 1991 y se basa en el análisis de varias muestras contemporáneas, que pueden ser seleccionadas en el campo (p.ej. Candy y Black, 2009) o generadas en el laboratorio a partir de una única muestra más grande (p.ej., Rodríguez-Vidal et al. 2000). Cada una de estas muestras contemporáneas contendrá cantidades diferentes de contaminación detrítica, cuantificable por las relaciones <sup>230</sup>Th/<sup>232</sup>Th respecto de <sup>234</sup>U/<sup>232</sup>Th u otras

similares. La recta de regresión obtenida a partir de todas las muestras corresponderá a una línea de mezcla entre los términos detrítico y autigénico y permitirá extrapolar la edad de la muestra autigénica pura, sin contaminación detrítica inicial (Geyh, 2008). Una buena revisión de la influencia de estas correcciones en el incremento de la incertidumbre asociada a la edad final se puede ver en Wortham *et al.* (2022).

## 2.3. Rango temporal y limitaciones del método

El rango temporal de aplicación del método de U-Th está íntimamente relacionado con la técnica de medición que se utilice. Las mediciones con espectrometría  $\alpha$  permiten alcanzar sólo 300.000 años BP. Para edades más antiguas, las incertidumbres asociadas a esta técnica de medición (Tabla 1 y Fig. 3) no permiten obtener edades fiables. La resolución de los distintos tipos de espectrometría de masas permite alcanzar los 600.000 años BP de manera habitual con distintos grados de incertidumbre (Tabla 1), dependiendo del tipo de espectrometría que se utilice. La incertidumbre se verá muy incrementada si las muestras contienen torio inicial o una relación <sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U inicial distinta de la esperada. Los últimos avances en espectrometría permiten datar muestras limpias y con bajas concentraciones de uranio (pocos cientos de ppb) de hasta 800.000 años de antigüedad (Cheng et al., 2013).

## 2.4. Materiales geológicos más habituales

Aunque en este trabajo el foco se pone en la datación de carbonatos, cabe reseñar que el método U/Th es potencialmente aplicable a otros muchos materiales (Ivanovic y Harmon, 1992; Blackwell y Schwarcz, 1995; Bourdon *et al.*, 2003b; van Calsteren y Thomas, 2006): fosfatos (Grün *et al.*, 2014; Pike *et al.*, 2002), sulfatos (Sancho *et al.*, 2004; Gázquez *et al.*, 2020, 2022) y rocas ígneas (Schwarcz *et al.*, 1982; Zellmer *et al.*, 2008), entre muchos otros. El estudio del equilibrio secular entre

estos isótopos se utiliza incluso para evaluar almacenes de residuos radiactivos (Gascoyne y Schwarcz, 1986; Papadopoulos *et al.*, 2013).

Respecto a los carbonatos, el método se ha aplicado a muchos tipos, tanto marinos como continentales e inorgánicos y orgánicos (espeleotemas, venas, travertinos, calcretas, nódulos, cementos, calizas, margas, corales, bivalvos, gasterópodos, huevos, foraminíferos...). Aunque el método es esencialmente el mismo en todos los casos, cada material presenta características diferentes que pueden requerir asunciones o correcciones propias y que dan como resultado que las dataciones sean más o menos fiables. Estas particularidades se discutirán en más detalle en el apartado 3.

## 2.5. Metodología de muestreo

En principio, el muestreo para dataciones por U/Th no supone ningún procedimiento especial. Sin embargo, el tamaño de las micromuestras que se utilizan en algunos materiales hace que sean indispensables algunas medidas básicas de limpieza en el laboratorio para evitar posible contaminación como, por ejemplo, el uso de campana de flujo laminar, guantes, mascarilla o la limpieza cuidadosa de las brocas (Fig. 4A-C). Algunos materiales especialmente sensibles, como los corales, se suelen muestrear con un protocolo que asegura la inalterabilidad de la muestra y que suele incluir un análisis de difracción de rayos X (Fig. 4B-F).

El tamaño de la muestra dependerá de la técnica analítica elegida, así como de la cantidad de isótopos padre ( $^{234}$ U y  $^{238}$ U) e isótopos hijo ( $^{230}$ Th) del carbonato. La cantidad de uranio tendrá que ver con el tipo de carbonato que se quiera datar y su contexto geológico mientras que la cantidad de torio radiogénico estará determinada por la antigüedad de la muestra. Por ejemplo, si queremos datar por espectrometría  $\alpha$  una calcreta holocena con material detrítico incorporado que previsiblemente contendrá una gran cantidad de <sup>232</sup>Th de origen detrítico junto con una pequeña cantidad de <sup>230</sup>Th de origen radiogénico, será necesario escoger una muestra grande (de varios gramos) para poder medir el pico de <sup>230</sup>Th. En cambio, la espectrometría de masas MC-ICP-MS permite datar una muestra de coral pleistoceno, con una alta concentración de uranio inicial (por ser un coral) y altas concentraciones de isótopo hijo (por ser de edad pleistocena), con muestras de sólo 30 o 50 mg (Isobar, 2022). Para datar espeleotemas o cementos, que previsiblemente contienen menos uranio inicial que los corales, las muestras deben ser algo más grandes, del orden de 100 a 500 mg, dependiendo de la edad de la muestra (Tabla 1). Es fundamental contactar con el laboratorio que realizará los análisis para que asesoren sobre el tamaño de la muestra necesaria. En muchos casos, sugerirán realizar un análisis previo para conocer la concentración de uranio y la cantidad de material detrítico.

# 2.6. Interpretación de los resultados

Como hemos visto, hay varios factores que influyen en la fiabilidad de las dataciones de U/Th y varios tipos de correcciones que pueden hacer variar sensiblemente el resultado final. Algunos autores como Dutton et al. (2017) sugieren diferenciar entre "datación" (el valor que se deriva directamente de las medidas de laboratorio) y "edad", que sería la datación interpretada teniendo en cuenta el contexto geológico (añadiendo una corrección para contaminación detrítica inicial, por ejemplo). De esta manera las tablas en las que se presentan los resultados deberían incluir siempre ambos valores junto con todos los datos necesarios para poder reproducir los pasos necesarios para pasar de uno a otro. Esto incluye información sobre la abundancia relativa de  $^{232}$ Th y la relación inicial de  $^{234}$ U/ $^{238}$ U.

Los resultados de las medidas de los distintos isótopos pueden presentarse como concentraciones (medidas por espectrometría de masas en ppb o ppt) o como actividades de los distintos isótopos, necesarias para calcular



Figura 4. A) Extracción de muestra para datación U/Th de un espeleotema con la ayuda de un torno de dentista y una broca de acero. La extracción debe hacerse sobre el espeleotema limpio y preferiblemente en una campana de flujo laminar para evitar contaminación. B-F) Diferentes imágenes del proceso empleado habitualmente para obtener muestras para datación por U/Th de un coral. Se suele usar un torno de dentista con una sierra circular para cortar y separar pequeños "chips" cuadrados que después se limpian con ultrasonidos. Se separa ~1 g para difracción de rayos X (DRX) y unos 50 mg para cada datación. La muestra de DRX se sumerge en etanol antes de triturarla en un mortero de ágata puesto que el machaqueo en seco puede favorecer la transformación de aragonito en calcita. Finalmente, se tamiza la muestra y se recoge la fracción menor de 250 μm para DRX. (Imágenes B-F cedidas por el Dr. Peter Chutcharavan).

Figure 4. A) Sampling for U/Th dating in a speleothem with the aid of a steel dental drill. The extraction must be done on a clean surface and in a laminar flow hood to avoid contamination. B-F) Different images of coral sampling for U/ Th dating. A dental drill with a circular saw blade is usually used to cut square "chips" of coral that are ultrasonically cleaned. ~1 gram is collected for X-ray diffraction (XRD) analysis and <50 mg for each U-series date. The chips of the XRD sample are immersed in ethanol before being crushed in agate mortar (dry-crushing can actually convert some of the aragonite crystals to calcite). The final sample for XRD is obtained through a 250-micron sieve. (Images B-F are courtesy of Dr. Peter Chutcharavan).

la edad. En este caso pueden aparecer como una relación directa entre las actividades de dos isótopos ([<sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U]<sub>actividades</sub>) o con la notación  $\delta$ , que permite aumentar la resolución eliminando a la vez los decimales ( $\delta^{234}U_{medido} =$ ([<sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U]<sub>actividades</sub> -1) x 1000)). Para poder comparar resultados de distintas fuentes (p. ej. Hibbert *et al.*, 2016; Chutcharavan *et al.*, 2018; Chutcharavan y Dutton, 2021; Pasquetti *et al.*, 2021) es necesario especificar junto a las tablas de resultados la ecuación con la que se han calculado las actividades de los distintos isótopos a partir de las concentraciones medidas, así como las constantes de desintegración utilizadas para calcularlas, dado que éstas han sido revisadas varias veces en las últimas décadas (p. ej. Cheng *et al.*, 2000, 2013).

Por último, todas las medidas deberían ir acompañadas de sus incertidumbres, tanto en las tablas como en las figuras, así como el nivel de confianza utilizado  $(2\sigma \ o \ 1\sigma)$ .

Fernández *et al.* (2021) han realizado dataciones por espectrometría  $\alpha$  y de masas (ICP-MS) y sus tablas de resultados constituyen un buen ejemplo de presentación de los datos necesarios para poder comparar ambas técnicas, así como para comprender la naturaleza y magnitud de las correcciones asociadas con la contaminación detrítica inicial que generan una diferencia importante entre datación y edad corregida.

# 3. Ejemplos españoles de aplicaciones de las dataciones de U/Th en carbonatos

A continuación, ilustraremos las principales aplicaciones del método de U/Th en carbonatos. Para ello nos apoyaremos en trabajos publicados en diferentes contextos geológicos en España. En algunos casos, la literatura es tan abundante que la selección de citas podrá parecer muy escasa. El criterio será mencionar los trabajos que aporten información más detallada sobre el método de datación. Además, discutiremos las posibles limitaciones del método en cada tipo de material y sus causas más habituales (Tabla 2).

## 3.1. Espeleotemas

Los espeleotemas engloban, con diferencia, el mayor número de dataciones mediante U/ Th obtenidas a escala global, y también en nuestro país. Se consideran como el material ideal para aplicar el método dado que en muchos casos se comportan como sistemas cerrados y presentan proporciones muy bajas de torio inicial (Tabla 2; p. ej., Richards y Dorale, 2003; Wendt et al., 2021). Presentan además estratigrafías internas de alta resolución, que permiten construir series temporales muy precisas (p. ej., Muñoz-García et al., 2016; Martín-Chivelet et al., 2017). Conviene señalar, sin embargo, que es frecuente que sufran transformaciones diagenéticas (disolución, precipitación de nuevo carbonato en los poros, recristalización, lavado diferencial del uranio o "leaching", etc.) que abren el sistema y tienen consecuencias directas en la relación <sup>234</sup>U/<sup>230</sup>Th (p. ej., Bajo et al., 2016; Martín-García et al., 2019). Así mismo, los espeleotemas pueden incorporar cantidades relevantes de torio inicial (reveladas en la analítica por la presencia de <sup>232</sup>Th), que implican la estimación del 230Th inicial y el consiguiente incremento en la incertidumbre (Tabla 2; p.ej., Hellstrom, 2006; Wendt et al. 2021).

En España se han realizado dataciones sobre espeleotemas con distintos objetivos, que revisamos brevemente según temáticas:

Paleoclimatología: Trabajos encaminados a obtener la base geocronológica de series paleoclimáticas de alta resolución en estalagmitas. Estas incluyen series de paleotemperaturas (p.ej., Martín-Chivelet et al., 2011), paleoprecipitaciones y paleohidrología (p.ej., Cruz et al., 2015; Moreno et al., 2017; Cisneros et al., 2021), patrones estacionales (Baldini et al., 2021), cambios en procesos atmosféricos, como los flujos de polvo sahariano sobre la península (Cruz et al., 2021) o incluso reconstrucción de paleoinundaciones (Gázquez et al., 2014; González-Lemos et al., 2015; Bartolomé et al. 2021a). Con frecuencia, cambios geoquímicos abruptos registrados en series espeleotémicas son el reflejo de eventos climáticos regionales o globales cuya cronología es fundamental documentar. Es el caso de los eventos 2.8 ka, 4.2 ka y 8.2 ka en el Holoceno (Domínguez-Villar et al., 2009; Cruz et al., 2015), el Dryas Reciente (Bartolomé et al. 2015a; Cheng et al., 2020) y los eventos asociados a las terminaciones glaciales (p.ej., Muñoz-García et al., 2007; Moreno et al., Tabla 2. Resumen de los principales parámetros que condicionan la aplicabilidad del método de U/Th en los materiales carbonáticos más habituales. El rango de variabilidad de los valores iniciales de U y <sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U se puede consultar la Figura 2.

Table 2. Main parameters that determine the applicability of the U/Th method to different carbonatic materials.The variability range for initial U and 234 U/238 U is shown in Figure 2.

Material	Uranio inicial	<sup>234</sup> U/ <sup>238</sup> U inicial	Torio inicial	Procesos habituales que pueden abrir el sistema	Otros comentarios
Espeleotemas	Suficiente o bajo	Variable	Muy bajo Corrección para relaciones iniciales [ <sup>230</sup> Th/ <sup>232</sup> Th] < 300		Puede haber diagénesis oculta
Calcretas	Suficiente	Variable	Alto		Se suele utilizar la técnica de la isócrona
Travertinos	Suficiente	Variable	Puede ser alto	Removilización de uranio y torio y recristalización de fábricas porosas	
Cementos	Puede ser muy bajo	Variable	Puede ser alto		Incertidumbres grandes
Corales	Alto	1,145 (valor del mar)	Despreciable para muestras antiguas Puede requerir correcciones en muestras muy recientes	Transformación de aragonito a calcita	Puede haber diagénesis oculta
Moluscos	Muy variable	Marinos: 1,145 (valor del mar) Continentales: Variable	Вајо	Absorción de uranio post-mortem	Imprescindible conocer el contexto geológico

2010; Pérez-Mejías *et al.*, 2017; Rossi *et al.*, 2018; Bernal-Wormull *et al.*, 2021).

Espeleogénesis: La datación de las formaciones de espeleotemas permite entender las fases de crecimiento más favorable y, con ello, contribuir a la reconstrucción de la evolución del sistema kárstico. Estos trabajos pueden ser de índole local (p. ej., Quinif y Marie, 1998; Bartolomé *et al.*, 2015b, 2021b; Rodríguez *et al.*, 2018; Pérez-Mejías *et al.*, 2019; Arriolabengoa *et al.*, 2020), o de integración regional (Stoll *et al.*, 2013; Ballesteros *et al.*, 2015).

Estratigrafía arqueológica: La datación de intercalaciones espeleotémicas (normalmente coladas) en las series estratigráficas de rellenos de cuevas permite establecer dataciones absolutas puntuales y con ello precisar las cronologías arqueológicas. Valga como ejemplo la secuencia pleistocena de la Sima de los Huesos en la Sierra de Atapuerca, cuya cronología se viene afinando desde los años 90, primero mediante espectrometría  $\alpha$  (Bischoff *et al.*, 1997), más tarde con espectrometría de masas TIMS (Bischoff *et al.*, 2003) y finalmente con MC-ICP-MS (Bischoff *et al.*, 2007; Arsuaga *et al.*, 2014). Recientemente también se ha datado el yacimiento neandertal más antiguo de Aragón combinando OSL y U/Th en una colada estalagmítica (Peña-Monné *et al.*, 2022).

Arte rupestre paleolítico: La datación de los espeleotemas sobre los cuales se realizó el arte rupestre, así como de aquellos que lo recubren, tiene potencial para constreñir de forma notable la cronología de unas manifestaciones artísticas (grabados y pinturas) cuya datación es, con frecuencia, inviable con otros métodos. Destacan los trabajos de Pike et al. (2012) y de Hoffmann et al. (2018) sobre arte rupestre en diversas cuevas españolas. Entre las implicaciones de estos trabajos está una reubicación cronológica de diversas manifestaciones de arte rupestre (con edades bastante más antiguas de las estimadas previamente) que ha suscitado fuerte controversia (e.g., Bednarik, 2012; Clottes, 2012; Sauvet et al., 2017; Slimak et al., 2018).

Campo magnético terrestre: Las series espeleotémicas pueden registrar los cambios en el campo magnético, las cuales son susceptibles de ser datadas radiométricamente en el mismo espeleotema. Sirva como ejemplo la identificación y caracterización cronológica del evento geomagnético Blake en un espeleotema de la Cueva del Cobre, en Palencia (Osete *et al.*, 2012).

Cambios del nivel del mar: En cuevas costeras, los espeleotemas freáticos que aparecen en forma de recrecimientos sobre espeleotemas "convencionales" de zona vadosa, son indicadores de la posición del nivel del mar local en el momento de su formación. En Mallorca, su datación radiométrica está permitiendo reconstruir la posición del nivel marino durante distintos periodos, tanto en el Holoceno (Tuccimei *et al.*, 2010), como del Pleistoceno superior (Vesica *et al.*, 2000; Tuccimei *et*  *al.*, 2006; Dorale *et al.*, 2010). La comparación entre distintas cuevas permite discernir el forzamiento glacioeustático y/o neotectónico de los mismos (p. ej., Fornós *et al.*, 2002).

# 3.2. Calcretas

Dada la enorme abundancia de calcretas en las zonas más áridas de nuestro territorio, la datación de calcretas por el método de U/Th se ha utilizado en España desde hace décadas (p.ej. Radtke *et al.*, 1988).

Las calcretas se forman en íntima relación con otros sedimentos por lo que suelen contener una cantidad importante de torio inicial de origen detrítico (Tabla 2). Para sortear este problema las calcretas suelen datarse por el método de la isócrona propuesto por Bischoff y Fitzpatrick en 1991 (ver apartado 2.2). Como este método se basa en el análisis de varias muestras contemporáneas, la selección de las muestras es muy importante para el resultado final y su incertidumbre. Para asegurarse de que todas las muestras son representativas de un único episodio de formación, algunos autores optan por muestrear nódulos pequeños en horizontes inmaduros que deberían haberse formado en intervalos de tiempo más cortos (Candy y Black, 2009) mientras que otros optan por utilizar un microtaladro para obtener varias muestras pequeñas en láminas de crecimiento bien definidas en horizontes más maduros y cementados (Candy y Black, 2009; Moreno et al., 2015). También es posible generar varias submuestras en el laboratorio a partir de una sola, disolviendo distintas cantidades de carbonato y detríticos en cada submuestra (Rodríguez-Vidal et al., 2000).

Una buena discusión sobre las fortalezas y debilidades de las cronologías obtenidas a partir de calcretas y los orígenes de sus incertidumbres se encuentra en el trabajo clásico de Candy y Black (2009). Los autores de este trabajo obtuvieron un registro de fases de formación de calcretas en la Cuenca de Sorbas (Almería) a partir de la revisión de un buen número de dataciones anteriores. En este registro compuesto se podía deducir que la formación de calcretas ocurrió principalmente durante los episodios cálidos (MIS 1 y 5) y que el crecimiento de calcretas se vio muy reducido durante los estadios fríos (MIS 2, 3 y 4). Este registro y la base de datos que lo acompaña se ha utilizado posteriormente para asignar una edad probable a otras calcretas del SE de España con el objetivo de caracterizar la actividad tectónica reciente de algunas estructuras (Falla de Palomares, Roquero *et al.*, 2019; Falla de Carrascoy, Martín-Banda *et al.*, 2021).

En la misma línea, Moreno *et al.* (2015) utilizaron una combinación de U/Th, termoluminiscencia, <sup>14</sup>C y <sup>10</sup>Be para datar varias calcretas afectadas por el movimiento de la Falla de Carboneras y calcular los eventos y tasas de deformación más recientes para esta falla.

La datación de carbonatos pedogénicos de tipo calcreta en la depresión de Guadix-Baza ha permitido calcular tasas de erosión y reconstruir la evolución del paisaje aunque la interpretación de los resultados y la representatividad de las muestras haya generado cierta discusión (Pérez-Peña *et al.*, 2009; Díaz-Hernández y Julià, 2012).

## 3.3. Travertinos

En este apartado incluimos dataciones de carbonatos formados a partir de surgencias de agua fría y caliente, incluyendo los carbonatos que tradicionalmente se han nombrado como tobas en la literatura española. Nos referiremos aquí a todos ellos con el término general de "travertino".

Las dataciones de U/Th de travertinos suelen dar buenos resultados (Soligo *et al.*, 2002). Sin embargo, es necesario tener cuidado con 1) la posible presencia de torio inicial relacionado con partículas detríticas, 2) la posible lixiviación de uranio o adición de torio posterior en las zonas con fábricas más porosas y 3) la recristalización (Tabla 2; Mallick y Frank, 2002). Estos autores publicaron un estudio muy detallado sobre cómo minimizar estos problemas para conseguir dataciones en este tipo de materiales, describiendo en detalle todo el proceso, desde la estrategia de muestreo y los métodos de preparación hasta la técnica de la isócrona y la interpretación de los resultados.

Los travertinos españoles se han datado por el método de U/Th desde hace décadas (Durán et al., 1988; Ordóñez et al., 1990). Se han utilizado abundantemente para reconstruir los episodios de crecimiento de los edificios travertínicos (Delgado Castilla, 2009; Sancho et al., 2010, 2015; Arenas et al., 2014) y caracterizar las condiciones climáticas de cada uno de ellos en distintos lugares de España (p. ej., Ordóñez et al., 2005; Domínguez-Villar et al., 2011). También se han utilizado para generar el marco cronoestratigráfico general de distintos sistemas fluviales (p. ej., Díaz-Hernández y Julià (2006) en la depresión de Guadix-Baza y Schulte et al. (2008) en las cuencas de Sorbas v Vera).

Las dataciones en travertinos afectados por fallas cuaternarias se han utilizado para obtener tasas de deformación y caracterizar la actividad paleosísmica en distintas zonas de España (Martínez-Díaz y Hernández-Enrile, 2001; Rodríguez-Pascua *et al.*, 2009; Moreno *et al.*, 2021).

Además, comenzaron a utilizarse muy tempranamente en relación con la Arqueología y la Evolución Humana. Juliá y Bischoff (1991), en uno de los trabajos pioneros en España, utilizaron el método de U/Th para datar el carbonato que englobaba la mandíbula de Banyolas, un hueso de homínido encontrado en una cantera de travertino en 1915. Grün *et al.* (2006) revisaron esta datación y discutieron las posibles causas de las incertidumbres basándose en los resultados de las técnicas de medición más modernas, incluyendo dataciones por ablación láser (LA-ICP-MS).

# 3.4. Cementos

Con una metodología similar a la aplicada a las calcretas y los travertinos, es posible datar cementos continentales y marinos (Henderson *et al.*, 2001; Robinson *et al.*, 2002) aunque el bajo contenido inicial de uranio y la gran contaminación detrítica pueden generar incertidumbres muy grandes en las edades finales o resultados imposibles (Tabla 2; Villa *et al.*, 2013). Estos autores analizaron ocho cementos (*coatings*) de brechas relacionadas con morfologías glaciares en Picos de Europa. Consiguieron dos dataciones. La más antigua les permitió asignar la primera cementación de la brecha al MIS 11, lo que corresponde a una edad mínima para las morfologías glaciares sobre las que se apoya y que podrían corresponder al MIS 12.

Fernández *et al.* (2021) estudiaron los episodios de inestabilidad de la Falla de León. Para ello dataron siete cementos de calcita que recubrían bloques de brechas formadas por avalanchas de roca relacionadas con movimientos tectónicos de esa falla. Demostraron que esta falla ha pasado por episodios de inestabilidad durante al menos los últimos 300 ka, con cementación episódica coincidiendo con los últimos 5 estadios interglaciales.

# 3.5. Corales

Los corales se utilizan principalmente como paleoindicadores de la posición del nivel del mar (corales de aguas someras) y también como archivos paleoclimáticos de alta resolución (tanto corales de aguas someras como profundas). En ambos cometidos es fundamental precisar su ubicación cronológica y, para ello, el U/Th ha sido el método más utilizado desde los tiempos pioneros en los que se utilizaba la espectrometría  $\alpha$  (p. ej., Barnes et al., 1956), a la actualidad, con dataciones mediante MC-ICP-MS y LA-MC-ICP-MS (p.ej., Thompson, 2022). Tal y como dicta el método, esa aplicabilidad viene condicionada por los dos aspectos clave habituales: que el carbonato, en este caso aragonito coralino, tenga una cantidad de <sup>230</sup>Th inicial despreciable, y que se comporte como un sistema cerrado (Hibbert et al., 2016; Pasquetti et al., 2021). Durante la formación del aragonito, el uranio y el torio no sufren fraccionamiento y se incorporan en proporciones similares a las del agua del mar, es decir, contiene normalmente una cantidad de torio muy pequeña (Tabla 2). Aun con cantidades de <sup>232</sup>Th superiores a 1000 picogramos/gramo, si el coral tiene más de unos pocos miles de años, la cantidad de <sup>230</sup>Th inicial puede considerarse despreciable comparada con la producida por la desintegración del <sup>234</sup>U. Para corales muy recientes, sin embargo, puede ser necesaria una corrección basada en una estimación máxima y mínima de la relación inicial de actividad <sup>230</sup>Th/<sup>232</sup>Th si la cantidad de torio inicial es elevada (Cobb et al., 2003) o la utilización de isócronas (p. ej., Shen et al., 2008). La incorporación de cantidades anómalas de torio puede estar relacionada con aportes de polvo eólico, intrusiones marinas, material detrítico, etc.

Más complejo es determinar si el carbonato se ha comportado como un sistema cerrado, va que, en muchos casos, no es así. La situación más sencilla viene dada por el carácter metaestable del aragonito, que en condiciones ambiente y en presencia de agua se transforma en calcita. Dado que la calcita es capaz de incorporar mucho menos uranio que el aragonito, la transformación produce una pérdida significativa de ese elemento y el consiguiente desequilibrio isotópico, lo que conduce a edades erróneas, más antiguas de las reales. Es fundamental, por tanto, analizar el grado de transformación diagenética de las muestras a datar mediante análisis petrográficos o mineralógicos. Algunos autores fijan que la cantidad de calcita no debería sobrepasar el 1% (Scholz y Hoffmann, 2008). También es recomendable comprobar que el contenido en uranio de la muestra no difiera significativamente del de corales actuales en la misma región.

Pero la transformación del aragonito original en calcita no es el único mecanismo que "abre" el sistema. Con frecuencia, muestras sin alteración aparente según los criterios expuestos, presentan una relación (<sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U) inicial que se aleja sorprendentemente de los valores del océano (Scholz y Hoffmann, 2008), lo que alerta de un comportamiento "abierto" sin cambios diagenéticos evidentes
(Edwards *et al.*, 2003; Pasquetti *et al.*, 2021). La datación de corales que se han comportado como sistemas abiertos supone un reto todavía no resuelto pese a que los avances han sido significativos (p.ej., Scholz y Hoffmann, 2008; Thompson, 2022) y no existe, por el momento, una técnica general de corrección (p.ej., Hibbert *et al.*, 2016; Obert *et al.*, 2016).

Existen buenos ejemplos de dataciones de U/Th de corales en España: Goy *et al.* (2006), caracterizaron mediante TIMS la edad de corales del penúltimo intervalo interglacial aflorantes en el sureste peninsular; Muhs *et al.* (2014) dataron mediante ICP-MS corales para caracterizar formaciones marinas del MIS 11 y del MIS 5e hoy aflorantes en las Islas Canarias; Muhs *et al.* (2015) dataron los corales del último intervalo interglacial en Mallorca; y Corbera *et al.* (2021) caracterizaron crono-lógicamente los *mounds* de corales de aguas profundas en el mar de Alborán, con edades obtenidas principalmente mediante ablación laser, que abarcan los últimos 400 ka.

# 3.6. Moluscos

La datación de conchas de moluscos presenta algunos problemas relacionados con el movimiento de los isótopos de uranio y torio después de la muerte del animal (open system U- series ages, Goy et al. 2006). Las concentraciones de uranio varían desde 0,1 ppm en las conchas actuales hasta > 4ppm en conchas fósiles (Tabla 2; Kaufman et al., 1971; Pasquetti et al., 2021). También es común que los valores de <sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U no coincidan con la relación esperada en carbonatos precipitados a partir de agua de mar (Hillaire-Marcel et al., 1986; Arslanov et al., 2002). Por estos motivos se sabe que las conchas absorben uranio post mortem (Arslanov et al., 2002; van Calsteren y Thomas, 2006) aunque el mecanismo concreto es aún poco conocido puesto que muchas de estas conchas que muestran signos de alteración de la cantidad de uranio conservan la mineralogía y textura originales.

Sin embargo, muy pronto comenzaron a utilizarse estas dataciones en las costas cementa-

das del SE español y Baleares con buenos resultados (Bernat *et al.*, 1978; Hillaire-Marcel *et al.*, 1986, 1996). Estos trabajos pioneros contienen explicaciones detalladas sobre la problemática de estas dataciones, la metodología de muestreo, el análisis y, sobre todo, sobre la interpretación de los resultados finales y su validez.

Se han utilizado las conchas de moluscos de manera habitual para estudiar los cambios en el nivel de mar y su relación con la tectónica y el clima en muchas zonas de España (p. ej., Zazo et al., 1999, 2002, 2003; Goy et al., 2006). Sin embargo, la datación de estos materiales no se puede considerar rutinaria (Pasquetti et al., 2021) y la interpretación de los resultados debe hacerse conociendo en profundidad el contexto geológico. Criterios como el tiempo transcurrido hasta la cementación del depósito (Hillaire-Marcel et al., 1996) y la contaminación del entorno (Gómez et al., 2021) son fundamentales para valorar el grado de alteración de las muestras y la posibilidad de corregir estadísticamente los resultados para obtener una edad adecuada. En este sentido, Gómez et al., (2021) realizaron dataciones de U/Th y 14C en conchas de bivalvos de la especie Glycymeris sp. en el estuario de los ríos Tinto y Odiel. Las edades obtenidas por U/Th eran sistemáticamente más recientes que las obtenidas por <sup>14</sup>C, probablemente por un continuo aporte de <sup>234</sup>U y <sup>238</sup>U post mortem. Sugieren que este proceso puede ser especialmente importante en entornos con altas contaminaciones de metales como en el caso que presentan.

# 4. Resumen y conclusiones

El método U/Th aplicado a carbonatos de diversa naturaleza permite obtener dataciones muy precisas para los últimos 600.000 años. Se viene utilizando desde hace décadas y ha evolucionado con el desarrollo de técnicas analíticas cada vez más precisas. En la actualidad, el procedimiento más extendido se basa en la espectrometría de masas con multicolector (MC-ICP-MS). La espectrometría  $\alpha$ , que fue la técnica pionera del método, tiene todavía una notable utilidad en aplicaciones específicas mientras que la espectrometría de masas con ablación láser representa una línea frontera de investigación geocronológica, con gran potencial de desarrollo.

Dado que los carbonatos se generan en diversos sistemas naturales (cuevas, lagos, mares, fracturas, brechas, suelos), ya sea por mediación biológica o precipitación inorgánica, su datación resulta de gran utilidad en campos diversos de paleoclimatología, arqueología, geomorfología, estratigrafía, oceanografía, paleontología, tectónica, etc. Conviene señalar que el amplio abanico de aplicabilidad en carbonatos condiciona que el método de datación U/Th diste bastante de estar estandarizado y se requieran procedimientos específicos para los distintos tipos de materiales, algunos de ellos todavía en fase de desarrollo. Esa especificidad viene determinada sobre todo por la composición isotópica inicial del carbonato (la presencia de mayor o menor cantidad de torio detrítico) y su posible comportamiento como un sistema isotópicamente abierto. La datación mediante U/Th precisa, por tanto, no solo de técnicas analíticas altamente resolutivas, sino también de un buen conocimiento del material a datar, en particular de su génesis y su evolución en el tiempo.

# Agradecimientos

Queremos dar las gracias a los investigadores y técnicos de los laboratorios en los que, a lo largo de dos décadas, hemos trabajado con el método U/Th aplicado a la datación de carbonatos. En particular, nuestro agradecimiento a Derek Ford, Henry Schwarcz, Allan Dickin, (McMaster University, Canadá), Mayte Crespo (Ciemat, España), Helena Hercman (Polska Akademia Nauk, Polonia), y Larry Edwards y su grupo de investigación de la Universidad de Minnesota (USA). Agradecemos los comentarios y sugerencias de Jaime Cuevas González, Pablo G. Silva y un revisor anónimo que han ayudado a mejorar el manuscrito. Contribución a los proyectos CGL2017-83287-R y PID2021-122854OB-100 y al grupo CLIMSED (UCM-910198).

# Bibliografía

- Alcaraz-Pelegrina, J.M., Martínez-Aguirre, A. (2007). U/Th dating of carbonate deposits from Constantina (Sevilla), Spain. Applied Radiation and Isotopes, 65(7), 798-804. https:// doi.org/10.1016/j.apradiso.2007.01.006
- Arenas, C., Vázquez-Urbez, M., Pardo, G., Sancho, C. (2014). Sedimentology and depositional architecture of tufas deposited in stepped fluvial systems of changing slope: Lessons from the Quaternary Añamaza valley (Iberian Range, Spain). Sedimentology, 61, 133-171. https://doi.org/10.1111/sed.12053
- Arriolabengoa, M., Intxaurbe, I., Medina-Alcaide, M.Á., Rivero, O., Rios-Garaizar, J., Líbano, I., Bilbao, P., Aranburu, A., Cheng, H., Edwards, R.L., Garate, D. (2020). From cave geomorphology to Palaeolithic human behaviour: speleogenesis, palaeoenvironmental changes and archaeological insight in the Atxurra-Armiña cave (northern Iberian Peninsula). Journal of Quaternary Science, 35(6) 841-853. https:// doi.org/10.1002/jqs.3225
- Arslanov, Kh.A., Tertychny, N.I., Kuznetsov, V.Yu., Chernov, S.B., Lokshin, N.V., Gerasimova, S.A., Maksikov, F.E., Dodonov, A.E. (2002). 230Th/U and 14C dating of mollusc shells from the coast of the Caspian, Barents, White and Black Seas. *Geochronometria*, 21, 49-56.
- Arsuaga, J. L., Martínez, I., Arnold, L. J., Aranburu,
  A., Gracia-Téllez, A., Sharp, W. D., Quam, R.
  M., Falguères, C., Pantoja-Pérez, A., Bischoff,
  J., Poza-Rey, E., Parés, J. M., Carretero, J. M.,
  Demuro, M., Lorenzo, C., Sala, N., MartinónTorres, M., García, N., Alcázar De Velasco, A.,
  ... Carbonell, E. (2014). Neandertal roots: Cranial and chronological evidence from Sima de
  los Huesos. *Science*, *344*(6190), 1358-1363.
  https://doi.org/10.1126/science.1253958
- Bajo, P., Hellstrom, J., Frisia, S., Drysdale, R., Black, J., Woodhead, J., Borsato, A., Zanchetta, G., Wallace, M. W., Regattieri, E., Haese, R. (2016). "Cryptic" diagenesis and its implications for speleothem geochronologies. *Quaternary Science Reviews*, 148, 17-28. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2016.06.020
- Baldini, J.U.L., Lechleitner, F.A., Breitenbach, S.F.M., Hunen, J., Baldini, L.M., Wynn, P.M., Jamieson, R.A., Ridley, H.E., Baker, A.J., Wal-

czak, I.W., Fohlmeister, J. (2021). Detecting and quantifying palaeoseasonality in stalagmites using geochemical and modelling approaches. *Quaternary Science Reviews*, 254, 106784. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2020.106784

- Ballesteros, D., Jiménez-Sánchez, M., Giralt, S., García-Sansegundo, J., Meléndez-Asensio, M. (2015). A multi-method approach for speleogenetic research on alpine karst caves. Torca La Texa shaft, Picos de Europa (Spain). *Geomorphology*, 247, 35-54. https://doi. org/10.1016/j.geomorph.2015.02.026
- Barnes, J. W., Lang, E. J., Potratz, H. A. (1956). Ratio of Ionium to Uranium in Coral Limestone. *Science*, *124*(3213), 175-176. https://doi. org/10.1126/science.124.3213.175.b
- Bartolomé, M., Moreno, A., Sancho, C., Stoll, H.M., Cacho, I., Spötl, C., Belmonte, A., Edwards, R.L., Cheng, H., Hellstrom, J.C. (2015a). Hydrological change in Southern Europe responding to increasing North Atlantic overturning during Greenland Stadial 1. PNAS, 112(21), 6568-6572. https://doi.org/10. 1073/ pnas.1503990112
- Bartolomé, M., Sancho, C., Moreno, A., Oliva-Urcia,
  B., Belmonte, Bastida, J., Cheng, H., Edwards,
  R. L. (2015b). Upper Pleistocene interstratal piping-cave speleogenesis: The Seso cave system (Central Pyrenees, northern Spain). *Geomorphology*, 228, 335-344. https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2014.09.007
- Bartolomé, M., Benito, G., Luetscher, M., Badules-Iglesias, J., Pérez-Villar, G., Edwards, R.L., Moreno, A. (2021a). The potential of Ojo de Valjunquera cave (NE of Iberia) sediments for paleoflood reconstructions. *Cuaternario y Geomorfología*, 35 (3-4), 11-28. https://doi. org/10.17735/cyg.v35i3-4.89413
- Bartolomé, M., Sancho, C., Benito, G., Medialdea, A., Calle, M., Moreno, A., Leunda, M., Luetscher, M., Muñoz, A., Bastida, J., Cheng, H., Edwards, R.L. (2021b). Effects of glaciation on karst hydrology and sedimentology during the Last Glacial Cycle: The case of Granito cave, Central Pyrenees (Spain). *Catena*, 206, 105252. https://doi.org/10.1016/j.catena.2021.105252
- Bednarik, R. G. (2012). U-Th analysis and rock art: a response to Pike *et al.* Rock Art Research, 29(2), 244-246.
- Bernal-Wormull, J.L., Moreno, A., Pérez-Mejías, C.,Bartolomé, M., Aranburu, A., Arriolabengoa,M., Iriarte, E., Cacho, I., Spötl, C., Edwards,R.L., Cheng, H. (2021). Immediate temperatu-

re response in northern Iberia to last deglacial changes in the North Atlantic. *Geology*, 49, 999-1003. https://doi.org/10.1130/G48660.1

- Bernat, M., Bousquet, J.-C., Dars, R. (1978). Io-U dating of the Ouljian stage from Torre Garcia (southern Spain). *Nature*, 275, 302-303. https://doi.org/10.1038/275302a0
- Bischoff, J.L., Fitzpatrick, J.A. (1991). U-series dating of impure carbonates: an isochron technique using total-sample dissolution. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 55(2), 543-554. https:// doi.org/10.1016/0016-7037(91)90011-S
- Bischoff, J. L., Fitzpatrick, J. A., León, L., Arsuaga, J. L., Falgueres, C., Bahain, J. J., Bullen, T., de Los, S., Chamber, H., Mayor, C. (1997). Geology and preliminary dating of the hominid-bearing sedimentary fill of the Sima de los Huesos Chamber, Cueva Mayor of the Sierra de Atapuerca, Burgos, Spain. *Journal of Human Evolution*, Vol. 33. https://doi.org/10.1006/ jhev.1997.0130
- Bischoff, J. L., Shamp, D. D., Aramburu, A., Arsuaga, J. L., Carbonell, E., Bermudez de Castro, J. M. (2003). The Sima de los Huesos hominids date to beyond U/Th equilibrium (>350 kyr) and perhaps to 400-500 kyr: New radiometric dates. *Journal of Archaeological Science*, *30*(3), 275-280. https://doi.org/10.1006/ jasc.2002.0834
- Bischoff, J. L., Williams, R. W., Rosenbauer, R. J., Aramburu, A., Arsuaga, J. L., García, N., Cuenca-Bescós, G. (2007). High-resolution U-series dates from the Sima de los Huesos hominids yields 600- 66+ ∞ kyrs: implications for the evolution of the early Neanderthal lineage. Journal of Archaeological Science, 34 (5), 763-770. https://doi.org/10.1016/j. jas.2006.08.003
- Blackwell, B., Schwarcz, H.P. (1995). The Uranium series disequilibrium dating methods. En: Rutter, N.W. y Catto, N.R. (eds.) Dating methods for Quaternary deposits. GEOtext, Geological Association of Canada, Newfoundland, Canada. 167-208.
- Bourdon, B., Turner, S., Henderson, G.M., Lundstrom, C.C. (2003a). Introduction to U-Series geochemistry. En: Applications of U-Series methodology (B. Bourdon, S. Turner, G.M. Henderson, C.C. Lundstrom, eds.). Reviews in Mineralogy and Geochemistry, 52(1). 1-21. https://doi.org/10.1515/9781501509308-006
- Bourdon, B., Turner, S., Henderson, G.M., Lundstrom, C.C. (eds.) (2003b). *Applications of U-Series methodology*. Reviews in Mineralogy and Geochemistry, 52(1).

- Candy, I., Black, S. (2009). The timing of Quaternary calcrete development in semi-arid southeast Spain: Investigating the role of climate on calcrete genesis. *Sedimentary Geology*, 218, 6-15. https://doi.org/10.1016/j. sedgeo.2009.03.005
- Cheng, H., Edwards, R.L., Hoff, J., Gallup, C.D., Richards, D.A., Asmerom, Y. (2000). The half-lives of uranium-234 and thorium-230. *Chemical Geology*, 169, 17-33. https://doi. org/10.1016/S0009-2541(99)00157-6
- Cheng, H., Edwards, R.L., Shen, C.C., Polyak, V.J., Asmerom, Y., Woodhead, J., Hellstrom, J., Wang, Y., Kong, X., Spötl, C., Wang, X., Alexander, E.C. Jr. (2013). Improvements in <sup>230</sup>Th dating, <sup>230</sup>Th and <sup>234</sup>U half-life values, and U-Th isotopic measurements by multi-collector inductively coupled plasma mass spectrometry. Earth and Planetary Science Letters, 371-372, 82-91. https://doi.org/10.1016/j. epsl.2013.04.006
- Cheng, H., Zhang, H., Spötl, C., Baker, J., Sinha, A., Li, H., Bartolomé, M., Moreno, A., Kathayat, G., Zhao, J., Dong, X., Li, Y., Ning, Y., Jia, X., Zong, B., Brahim, Y. A., Pérez-Mejias, A., Cai, Y., Novello, V.F., Cruz, F.W., Severinghaus, J.P., An, Z., Edwards, R.L. (2020). Timing and structure of the Younger Dryas event and its underlying climate dynamics. *PNAS*, 117(38), 23408-23417. https://doi.org/10.1073/pnas.2007869117
- Chutcharavan, P. M., Dutton, A. (2021). A global compilation of U-series-dated fossil coral sealevel indicators for the Last Interglacial period (Marine Isotope Stage 5e). *Earth System Science Data*, *13*(7), 3155-3178. https://doi. org/10.5194/essd-13-3155-2021
- Chutcharavan, P.M., Dutton, A., Ellwood, M.J. (2018). Seawater <sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U recorded by modern and fossil corals. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 224, 1-17. https://doi. org/10.1016/j.gca.2017.12.017
- Cisneros, M., Cacho, I., Moreno, A., Stoll, H., Torner, J., Català, A., Edwards, R. L., Cheng, H., Fornós, J. J. (2021). Hydroclimate variability during the last 2700 years based on stalagmite multi-proxy records in the central-western Mediterranean. *Quaternary Science Reviews*, 269. https://doi.org/0.1016/j.quascirev.2021.107137
- Clottes, J. (2012). Datations U-Th, évolution de l'art and Neandertal. *International Newsletter* on Rock Art, 64, 1-6.
- Cobb, K. M., Charles, C. D., Cheng, H., Kastner, M., Edwards, R. L. (2003). U/Th-dating living and young fossil corals from the central tropical

Pacific. *Earth and Planetary Science Letters,* 210(1-2), 91-103. https://doi.org/10.1016/S0012-821X(03)00138-9

- Corbera, G., lo Iacono, C., Standish, C. D., Anagnostou, E., Titschack, J., Katsamenis, O., Cacho, I., van Rooij, D., Huvenne, V. A. I., Foster, G. L. (2021). Glacio-eustatic variations and sapropel events as main controls on the Middle Pleistocene-Holocene evolution of the Cabliers Coral Mound Province (W Mediterranean). *Quaternary Science Reviews*, 253. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2020.106783
- Cruz, J., Turrero, M.J., Cáceres, J.O., Marín-Roldán, A., Ortega, A.I., Garralón, A., Sánchez, L., Gómez, P., Muñoz-García, M.B., Edwards, R.L., Martín-Chivelet, J. (2015). Long-term hydrological changes in northern Iberian (4.9-0.0 ky BP) from speleothem Mg/Ca ratios and cave monitoring (Ojo Guareña Karst Complex, Spain). Environmental Earth Science, 74(12), 7741-7753. https://doi.org/10.1007/s12665-015-4687-x
- Cruz, J. A., McDermott, F., Turrero, M. J., Lawrence Edwards, R., Martín-Chivelet, J. (2021). Strong links between Saharan dust fluxes, monsoon strength, and North Atlantic climate during the last 5000 years. In *Sci. Adv* (Vol. 7). https:// doi.org/10.1126/sciadv.abe6102
- Delgado Castilla, L. (2009). Edades U/Th de los travertinos del cuaternario reciente de la Cuenca de Tabernas, Almería: implicaciones en su evolución geodinámica y paleoambiental. *Cuaternario y Geomorfología*, 23 (1-2), 33-42.
- DePaolo, D.J., Maher, K., Christensen, J.N., Mc-Manus, J. (2006). Sediment transport time measured with U-series isotopes: results from ODP North Atlantic drift site 984. *Earth and Planetary Science Letters*, 248(1-2), 394-410. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2006.06.004
- Díaz-Hernández, J.L., Julià, R. (2006). Geochronological position of badlands and geomorphological patterns in the Guadix-Baza basin (SE Spain). Quaternary Research, 65, 467-477. https://doi.org/1016/j.yqres.2006.01.009
- Díaz-Hernández, J.L., Julià, R. (2012). Comments on "Quaternary landscape evolution and erosion rates for an intramontane Neogene basin (Guadix-Baza basin, SE Spain)" by J.V. Pérez-Peña, J.M. Azañón, A. Azor, P. Tuccimei, M. Della Seta, M. Soligo, (2009) Geomorphology 106, 206-218. *Geomorphology*, 171-172, 201-203. https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2012.05.018

- Dominguez-Villar, D., Fairchild, I. J., Baker, A., Wang, X., Edwards, R. L., Cheng, H. (2009).
  Oxygen isotope precipitation anomaly in the North Atlantic region during the 8.2 ka event. *Geology*, *37*(12), 1095-1098. https://doi. org/10.1130/G30393A.1
- Domínguez-Villar, D., Vázquez-Navarro, J.A., Cheng, H., Edwards, R.L. (2011). Freshwater tufa record from Spain supports evidence for the past interglacial being wetter than the Holocene in the Mediterranean región. *Global* and Planetary Change, 77, 129-141. https:// doi.org/10.1016/j.gloplacha.2011.04.006
- Dorale, J. A., Onac, B. P., Fornós, J. J., Ginés, J., Ginés, A., Tucimei, P., Peate, D. W. (2010). Sea-Level Highstand 81,000 Years Ago in Mallorca. *New Series*, *12*(5967), 860-863. https://doi. org/10.1126/science.1181725
- Dosseto, A., Bourdon, B., Turner, S.P. (2008). Uranium-series isotopes in river materials: insights into the timescales of erosion and sediment transport. *Earth and Planetary Science Letters*, 265, 1-17. https://doi.org/10.1016/j. epsl.2007.10.023
- Durán, J.J., Grün, R., Soria, J.M. (1988). Edad de las formaciones travertínicas del flanco meridional de la Sierra de Mijas (provincia de Málaga, Cordilleras Béticas). *Geogaceta*, 5, 61-63.
- Dutton, A., Rubin, K., McLean, N., Bowring, J., Bard, E., Edwards, R.L., Henderson, G.M., Reid, M.R., Richards, D.A., Sims, K.W.W., Walker, J.D., Yokoyama, Y. (2017). Data reporting standards for publication of U-series data for geochronology and timescale assessment in the earth sciences. *Quaternary Geochronology*, 39, 142e149. https://doi.org/10.1016/j. quageo.2017.03.001
- Edwards, R.L., Chen, J.H., Wasserburg, G.J. (1987). <sup>238</sup>U, <sup>234</sup>U, <sup>230</sup>Th, <sup>232</sup>Th systematics and the precise measurement of time over the past 500,000 years. *Earth and Planetary Science Letters*, 81, 175-192. https://doi. org/10.1016/0012-821X(87)90154-3
- Edwards, R. L., Gallup, C.D., Cheng, H. (2003). Uranium-series Dating of Marine and Lacustrine Carbonates. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, *52*(1), 363-405. https://doi. org/10.2113/0520363
- Eggins, S., Grün, R., Pike, A.W.G., Shelley, M., Taylor, L. (2003). <sup>238</sup>U, <sup>232</sup>Th profiling and U-series isotope analysis of fossil teeth by laser ablation-ICPMS. *Quaternary Science Reviews*, 22(10), 1373-1382. https://doi. org/10.1016/S0277-3791(03)00064-7

- Eggins, S.M., Grün, R., McCulloch, M.T., Pike, A.-W.G., Chappell, J., Kinsley, L., Mortimer, G., Shelley, M., Murray-Wallace, C.V., Spötl, C., Taylor, L. (2005). In situ U-series dating by laser-ablation multi-collector ICPMS: new prospects for Quaternary geochronology. *Quaternary Science Reviews*, 24, 2523-2538. https:// doi.org/10.1016/j.quascirev.2005.07.006
- Fernández, F.J., Menéndez-Duarte, R., Pando, L., Rodríguez-Rodríguez, L., Iglesias, M. (2021). Gravitational slope processes triggered by past earthquakes on the Western Cantabrian Mountains (Sierra de la Sobia, Northern Spain). *Geomorphology*, 390, 107867. https:// doi.org/10.1016/j.geomorph.2021.107867
- Fornós, J. J., Gelabert, B., Ginés, A., Ginés, J., Tuccimei, P., Vesica, P. (2002). Phreatic overgrowths on speleothems: A useful tool in structural geology in littoral karstic landscapes. The example of eastern Mallorca (Balearic Islands). *Geodinamica Acta*, 15(2), 113-125. https:// doi.org/10.1080/09853111.2002.10510745
- Gascoyne, M. (1992). Geochemistry of the actinides and their daughters. En: Ivanovich, M. y Harmon, R.S. Uranium-series disequilibrium: Applications to Earth, marine, and environmental sciences. (2<sup>nd</sup> ed.). Clarendon Press, Oxford. 34-61.
- Gascoyne, M., Schwarcz, H.P. (1986). Radionuclide migration over recent geologic time in a granitic pluton. *Chemical Geology*, 59, 75-85. https://doi.org/10.1016/0168-9622(86)90058-8
- Gázquez, F., Calaforra, J.M., Forti, P., Stoll, H., Ghaleb, B., Delgado-Huertas, A. (2014). Paleoflood events recorded by speleothems in caves. *Earth Surface Processes and Landforms*, 39, 1345-1353. https://doi.org/10.1002/esp.3543
- Gázquez, F., Bauska, T.K., Comas-Bru, L., Ghaleb, B., Calaforra, J.-M., Hodell, D.A. (2020). The potential of gypsum speleothems for paleoclimatology: application to the Iberian Roman Humid Period. *Scientific Reports*, 10, 14705. https://doi.org/10.1038/s41598-020-71679-3
- Gázquez, F., Monteserín, A., Obert, C., Münker, C., Fernández-Cortés, Á., Calaforra, J.M. (2022). The Absolute Age and Origin of the Giant Gypsum Geode of Pulpí (Almería, SE Spain). *Geosciences*, 12, 144. https://doi.org/10.3390/ geosciences12040144
- Geyh, M.A. (2008). Selection of suitable data sets improves <sup>230</sup>Th/U dates of dirty material. *Geochronometria*, 30, 69-77. https://doi. org/10.2478/v10003-008-0001-1

- Gómez, P., Toscano, A., Rodríguez-Vidal, J., Cáceres, L.M., González-Regalado, M.L., Abad, M., Izquierdo, T., Ruiz, F., Monge, G., Campos, J.M., Bermejo, J. (2021). Comparativa de dataciones radiométricas en muestras de conchas marinas tardi-holocenas: El ejemplo de las tempestitas del estuario de Huelva. *Cuaternario y Geomorfología*, 35(1-2), 165-177. https://doi.org/10.17735/cyg.v35i1-2.89315
- González-Lemos, S., Jiménez-Sánchez, M., Stoll, H.M. (2015). Sediment transport during recent cave flooding events and characterization of speleothem archives of past flooding. *Geomorphology*, 228, 87-100. https://doi. org/10.1016/j.geomorph.2014.08.029
- Goy, J.L., Hillaire-Marcel, C.I., Zazo, C., Ghaleb, B., Dabrio, C.J., González-Delgado, J.A., Bardají, T., Civis, J., Preda, M., Yébenes, A., Forte, A.M. (2006). Further evidence for a relatively high sea level during the penultimate interglacial: open system U-series ages from La Marina (Alicante, East Spain). *Geodinamica Acta*, 19/6, 409-426. https://doi.org/10.3166/ ga.19.409-426
- Grün, R., Maroto, J., Eggins, S., Stringer, C., Robertson, S., Taylor, L., Mortimer, G., McCulloch, M. (2006). ESR and U-series analyses of enamel and dentine fragments of the Banyoles mandible. *Journal of Human Evolution*, 50, 347-358. https://doi.org/10.1016/j.jhevol.2005.10.001
- Grün, R., Eggins, S., Kinsley, L., Moseley, H., Sambridge, M. (2014). Laser ablation U-series analysis of fossil bones and teeth. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology,* 416, 150-167. https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2014.07.023
- Hellstrom, J. (2006). U-Th dating of speleothems with high initial 230Th using stratigraphical constraint. *Quaternary Geochronology*, 1, 289-295. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2007.01.004
- Henderson. G., Slowey, N.C., Fleisher, M.Q. (2001). U-Th dating of carbonate platform and slope sediments. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 65(16), 2757-2770. https://doi.org/10.1016/ S0016-7037(01)00621-4
- Hibbert, F. D., Rohling, E. J., Dutton, A., Williams, F. H., Chutcharavan, P. M., Zhao, C., Tamisiea, M. E. (2016). Coral indicators of past sea-level change: A global repository of U-series dated benchmarks. *Quaternary Science Reviews*, 145, 1-56. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2016.04.019
- Hillaire-Marcel, C., Carro, O., Causse, C., Goy, J.-L., Zazo, C. (1986). The/U dating of Strombus bu-

bonius-bearing marine terraces in southeastern Spain. *Geology*, 14, 613-616. https://doi. org/10.1130/0091-7613(1986)14<613:TDOS BM>2.0.CO;2

- Hillaire-Marcel, Cl., Gariépy, Cl., Ghaleb, B., Goy, J.L., Zazo, C., Cuerda, J. (1996). U-series measurements in Tyrrhenian deposits from Mallorca. Further evidente for two Last Interglacial high sea-levels in the Balearic Islands. *Quaternary Science Reviews*, 15, 53-62. https://doi. org/10.1016/0277-3791(95)00079-8
- Hoffmann, D.L., Spötl, C., Mangini, A. (2009). Micromill and in situ laser ablation sampling techniques for high spatial resolution MC-ICPMS U-Th dating of carbonates. *Chemical Geology*, 259(3-4), 253-261. https://doi.org/0.1016/j. chemgeo.2008.11.015
- Hoffmann, D. L., Standish, C. D., García-Diez, M., Pettitt, P. B., Milton, J. A., Zilhão, J., Alcolea-González, J. J., Cantalejo-Duarte, P., Collado, H., de Balbín, R., Lorblanchet, M., Ramos-Muñoz, J., Weniger, G. C., Pike, A. W. G. (2018). U-Th dating of carbonate crusts reveals Neandertal origin of Iberian cave art. *Science*, *359*(6378), 912-915. https://doi.org/10.1126/ science.aap7778
- Isobar (2022). https://isobarscience.com/u-th/ application/ [Consultado el 6 de abril de 2022]
- Ivanovic, M., Harmon, R.S. (1992). Uranium-series disequilibrium: Applications to Earth, marine, and environmental sciences. (2<sup>nd</sup> ed.). Clarendon Press, Oxford. 910 pp.
- Julià, R., Bischoff, J.L. (1991). Radiometric dating of Quaternary deposits and the Hominid mandible of Lake Banyolas, Spain. *Journal of Archaeological Science*, 18, 707-722. https:// doi.org/10.1016/0305-4403(91)90031-J
- Kaufman, A., Broecker, W.S. (1965). Comparison of Th<sup>230</sup> and C<sup>14</sup> ages for carbonate materials from lakes Lahontan and Bonneville. *Journal of Geophysical Research*, 70, 4039-4054. https://doi.org/10.1029/JZ070i016p04039
- Kaufman, A., Broecker, W. S., Ku, T. L., Thurber, D. L. (1971). The status of U series methods of mollusk dating. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 35, 1155-1183. https://doi. org/10.1016/0016-7037(71)90031-7
- Li, W.-X., Lundberg, J., Dickin, A.P., Ford, D.C., Schwarcz, H.P. (1989). High-precision massspectrometric uranium-series dating of cave deposits and implications for palaeoclimate studies. *Nature*, 339, 534-536. https://doi. org/10.1038/339534a0
- Mallick, R., Frank, N. (2002). A new technique for precise uranium-serie dating of travertine

micro-samples. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 66, 4261-4272. https://doi.org/10.1016/ S0016-7037(02)00999-7

- Martín-Banda, R., Insua-Arévalo, J.M., García-Mayordomo, J. (2021). Slip Rate Variation During the Last ~210 ka on a Slow Fault in a Transpressive Regime: The Carrascoy Fault (Eastern Betic Shear Zone, SE Spain). *Frontiers in Earth Science*, 8, 599608. https://doi.org/10.3389/ feart.2020.599608
- Martín-Chivelet, J., Muñoz-García, M. B., Edwards, R. L., Turrero, M. J., & Ortega, A. I. (2011). Land surface temperature changes in Northern Iberia since 4000 yr BP, based on δ<sup>13</sup>C of speleothems. *Global and Planetary Change*, 77(1-2), 1-12. https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2011.02.002
- Martín-Chivelet, J., Muñoz-García, M. B., Cruz,
  J. A., Ortega, A. I., Turrero, M. J. (2017).
  Speleothem Architectural Analysis: Integrated approach for stalagmite-based paleoclimate research. *Sedimentary Geology*, 353, 28-45. https://doi.org/10.1016/j.sedgeo.2017.03.003
- Martín-García, R., Alonso-Zarza, A. M., Frisia, S., Rodríguez-Berriguete, Á., Drysdale, R., & Hellstrom, J. (2019). Effect of aragonite to calcite transformation on the geochemistry and dating accuracy of speleothems. An example from Castañar Cave, Spain. Sedimentary Geology, 383, 41-54. https://doi.org/10.1016/j. sedgeo.2019.01.014
- Martinez-Aguirre, A., Alcaraz-Pelegrina, J.M., Rodriguez-Vidal, J. (2019). U/Th dating of impure carbonates: <sup>230</sup>Th/<sup>232</sup>Th activity ratios in detrital material. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 321, 71-81. https://doi. org/10.1007/s10967-019-06560-3
- Martínez-Diaz, J.J., Hernández Enrile, J.L. (2001). Using travertine deformations to characterize paleoseismic activity along an active obliqueslip fault: the Alhama de Murcia fault (Betic Cordillera, Spain). *Acta Geologica Hispanica*, 36(3-4), 297-313.
- Moreno, A., Stoll, H., Jiménez-Sánchez, M., Cacho, I., Valero-Garcés, B., Ito, E., Edwards, R. L. (2010). A speleothem record of glacial (25-11.6 kyr BP) rapid climatic changes from northern Iberian Peninsula. *Global and Planetary Change*, 71 (3-4), 218-231. https://doi. org/10.1016/j.gloplacha.2009.10.002
- Moreno, X., Masana, E., Pallàs, R., Gràcia, E., Rodés, A., Bordonau, J. (2015). Quaternary tectonic activity of the Carboneras Fault in the La Serrata range (SE Iberia): Geomorphological

and chronological constraints. *Tectonophysics*, 663, 78-94. https://doi.org/10.1016/j. tecto.2015.08.016

- Moreno, A., Pérez-Mejías, C., Bartolomé, M., Sancho, C., Cacho, I., Stoll, H., Delgado-Huertas, A., Hellstrom, J., Edwards, R. L., Cheng, H. (2017). New speleothem data from Molinos and Ejulve caves reveal holocene hydrological variability in northeast Iberia. *Quaternary Research (United States), 88*(2), 223-233. https://doi.org/10.1017/qua.2017.39
- Moreno, D., Gutiérrez, F., Val, M. del, Carbonel, D., Jiménez, F., Jesús Alonso, M., Martínez-Pillado, V., Guzmán, O., López, G.I., Martínez, D. (2021). A multi-method dating approach to reassess the geochronology of faulted Quaternary deposits in the central sector of the Iberian Chain (NE Spain). *Quaternary Geochronology*, 65, 101185. https://doi.org/10.1016/j. quageo.2021.101185
- Muhs, D. R., Meco, J., Simmons, K. R. (2014). Uranium-series ages of corals, sea level history, and palaeozoogeography, Canary Islands, Spain: An exploratory study for two Quaternary interglacial periods. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology,* 394, 99-118. https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2013.11.015
- Muhs, D. R., Simmons, K. R., Meco, J., Porat, N. (2015). Uranium-series ages of fossil corals from Mallorca, Spain: The "Neotyrrhenian" high stand of the Mediterranean Sea revisited. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, 438, 408-424. https://doi. org/10.1016/j.palaeo.2015.06.043
- Muñoz-García, M. B., Rossi, C., Ford, D. C., Schwarcz, H. P., Martín-Chivelet, J. (2007). Chronology of Termination II and the Last Interglacial Period in North Spain based on stable isotope records of stalagmites from Cueva del Cobre (Palencia). *Journal of Iberian Geology*, *33*(1), 17-30.
- Muñoz-García, M. B., Cruz, J., Martín-Chivelet, J., Ortega, A. I., Turrero, M. J., López-Elorza, M. (2016). Comparison of speleothem fabrics and microstratigraphic stacking patterns in calcite stalagmites as indicators of paleoenvironmental change. *Quaternary International*, 407, 74-85. https://doi.org/10.1016/j. quaint.2016.02.036
- Obert, J. C., Scholz, D., Felis, T., Brocas, W. M., Jochum, K. P., Andreae, M. O. (2016). <sup>230</sup>Th/U dating of Last Interglacial brain corals from Bonaire (southern Caribbean) using bulk and theca wall material. *Geochimica et Cos*-

*mochimica Acta, 178,* 20-40. https://doi. org/10.1016/j.gca.2016.01.011

- Osete, M. L., Martín-Chivelet, J., Rossi, C., Edwards, R. L., Egli, R., Muñoz-García, M. B., Wang, X., Pavón-Carrasco, F. J., Heller, F. (2012). The Blake geomagnetic excursion recorded in a radiometrically dated speleothem. *Earth and Planetary Science Letters*, 353-354, 173-181. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2012.07.041
- Ordóñez, S., González Martín, J.A., García del Cura, M.A. (1990). Datación radiogénica (U-234/U-238 y Th-230/U-234) de sistemas travertínicos del Alto Tajo (Guadalajara). *Geogaceta*, 8, 53-56.
- Ordóñez, S., González-Martín, J.A., García del Cura, M.A., Pedley, H.M. (2005). Temperate and semi-arid tufas in the Pleistocene to Recent fluvial barrage system in the Mediterranean area: The Ruidera Lakes Natural Park (Central Spain). *Geomorphology*, 69, 332-350. https:// doi.org/10.1016/j.geomorph.2005.02.002
- Papadopoulos, A. Christofides, G. Koroneos, A., Stoulos, S., Papastefanou, C. (2013). Radioactive secular equilibrium in <sup>238</sup>U and <sup>232</sup>Th series in granitoids from Greece. *Applied Radiation and Isotopes*, 75, 95-104. https://doi. org/10.1016/j.jenvrad.2013.06.002
- Pasquetti, F. Bini, M., Giaccio, B., Ratti, A., Vacchi, M., Zanchetta, G. (2021). Chronology of the Mediterranean sea-level highstand during the Last Interglacial: a critical review of the U/Th-dated deposits. *Journal of Quaternary Science*, 36(7), 1174-1189. https://doi. org/10.1002/jqs.3359
- Peña-Monné, J.L., Ramírez, L.M., Sampietro-Vattuone, M.M., Martínez, R.D., Medialdea, A., Bartolomé, M., Fernández, V.R., Giménez, R.G., Turú, V., Ros, X., Baró, P., Bernal-Wormull, J.L., Edwards, R.L. (2022). Geomorphological, chronological, and paleoenvironmental context of the Mousterian site at Roca San Miguel (Arén, Huesca, Spain) from the penultimate to the last glacial cycle. *Quaternary Research*, 106, 162-181. https://doi.org/10.1017/ qua.2021.61
- Pérez-Mejías, C., Moreno, A., Sancho, C., Bartolomé, M., Stoll, H., Cacho, I., Cheng, H., Edwards, R.L. (2017). Abrupt climate changes during Termination III in Southern Europe. *PNAS*, 114(38), 10047-10052. https://doi. org/10.1073/pnas.1619615114
- Pérez-Mejías, C., Sancho, C., Gázquez, F., Moreno, A., Bartolomé, M., Osácar, M. C., Cheng, H. (2019). Insights into the speleogenesis of Ejulve cave (Iberian Range, NE Spain): quater-

nary hydrothermal karstification? *Journal of Iberian Geology*, *45*(3), 511-527. https://doi. org/10.1007/s41513-019-00107-x

- Pérez-Peña, J.V., Azañón, J.M., Azor, Z., Tuccimei, P., Della Seta, M., Soligo, M. (2009). Quaternary landscape evolution and erosion rates for an intramontane Neogene basin (Guadix-Baza basin, SE Spain). *Geomorphology*, 106, 206-2188. https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2008.10.018
- Pike, A.W.G., Hedges, R.E.M., van Calsteren, P. (2002). U-series dating of bone using the diffusion-adsorption model. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 66(24), 4273-4286. https:// doi.org/10.1016/S0016-7037(02)00997-3
- Pike, A. W. G., Hoffmann, D. L., García-Diez, M., Pettitt, P. B., Alcolea, J., de Balbín, R., González-Sainz, C., de las Heras, C., Lasheras, J. A., Montes, R., Zilhão, J. (2012). U-Series Dating of Paleolithic Art in 11 Caves in Spain. *Science*, 336(6087), 1409-1413. https://doi. org/10.1126/science.1219957
- Potter, E.K., Stirlinga, C.H., Wiecherta, U.H., Hallidaya, A.N., Spötl, C. (2005). Uranium-series dating of corals in situ using laser-ablation MC-ICPMS. International Journal of Mass Spectrometry, 240, 27-35. https://doi.org/10.1016/j. ijms.2004.10.007
- Przybylowicz, W., Schwarcz, H.P., Latham, A.G. (1991). Dirty calcite 2: U-series dating of artifical calcite-detritus mixtures. *Chemical Geology*, 86, 161-178. https://doi. org/10.1016/0168-9622(91)90060-A
- Quinif, Y., Maire, R. (1998). Pleistocene Deposits in Pierre Saint-Martin Cave, French Pyrenees. *Quaternary Research*, 49, 37-50. https://doi. org/10.1006/qres.1997.1939
- Radtke, U., Briickner, H., Mangini, A., Hausmann,
  R. (1988). Problems encountered with absolute dating (U-series, ESR) of Spanish calcretes. *Quaternary Science Reviews*, 7, 439-445. https://doi.org/10.1016/0277-3791(88)90043-1
- Richards, D. A., Dorale, J. (2003). Uranium-series Chronology and Environmental Applications of Speleothems. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, *52*(1), 407-460. https://doi. org/10.2113/0520407
- Robinson, L.F., Henderson, G.M., Slowey, N.C. (2002). U/Th dating of marine isotope stage 7 in Bahamas slope sediments. *Earth and Planetary Science Letters*, 196, 175-187. https://doi. org/10.1016/S0012-821X(01)00610-0
- Rodríguez, J.C., Ardila, P.A.R., Valsero, J.J.D., Igúzquiza, E.P., Cheng, H., Rosillo, S.M., Espinar,

J.A.L., Moreno, L. (2018). Deducciones paleoclimáticas a partir del estudio de una secuencia sedimentaria alternante de espeleotemas y sedimentos detríticos en Sima Engañá, Sierra de las Nieves (Málaga). *Cuaternario y Geomorfología*. 32, 75-89. https://doi. org/10.17735/cyg.v32i1-2.56659

- Rodríguez Vidal, J., Cáceres, L.M., Martínez Aguirre, A., Alcaraz, J.M., Belluomini, G., Alonso Chaves, F.M., Rodríguez Ramírez, A., Cantano, M. (2000). Dataciones isotópicas de carbonatos continentales en el Pleistoceno Superior de las Islas Chafarinas (N África, España). *Cuaternario y Geomorfología*, 14(3-4), 101-107.
- Rodríguez-Pascua, M.A., Bischoff, J., Garduño-Monroy, V.H., Pérez-López, R., Giner-Robles, J.L., Israde-Alcántara, I., Calvo, J.P., Williams, R.W. (2009). Estimation of the tectonic sliprate from Quaternary lacustrine facies within the intraplate Albacete province (SE of Spain). *Sedimentary Geology*, 222, 89-97. https://doi. org/10.1016/j.sedgeo.2009.06.007
- Roquero, E., Silva, P.G., Rodríguez-Pascua, M.A., Bardají, T., Elez, J., Carrasco-García, P., Giner-Robles, J.L. (2019). Analysis of faulted fan surfaces and paleosols in the Palomares Fault Zone (Betic Cordillera, SE Spain): Paleoclimatic and paleoseismic implications. *Geomorphology*, 342, 88-102. https://doi.org/10.1016/j. geomorph.2019.06.003
- Rossi, C., Bajo, P., Lozano, R. P., & Hellstrom, J. (2018). Younger Dryas to Early Holocene paleoclimate in Cantabria (N Spain): Constraints from speleothem Mg, annual fluorescence banding and stable isotope records. *Quaternary Science Reviews*, 192, 71-85. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2018.05.025
- Sancho, C., Peña, J.L., Mikkan, R., Osácar, C., Quinif, Y. (2004). Morphological and speleothemic development in Brujas Cave (Southern Andean Range, Argentine): palaeoenvironmental significance. *Geomorphology*, 57, 367-384. https://doi.org/10.1016/S0169-555X(03)00166-1
- Sancho, C., Arenas, C., Pardo, G., Vázquez, M., Hellstrom, J., Ortiz, J.E., Torres, T., Rhodes, E. Osácar, M.C., Auqué, L. (2010). Ensayo cronológico de las tobas cuaternarias del río Piedra (Cordillera Ibérica). *Geogaceta*, 48, 31-34.
- Sancho, C., Arenas, C., Vázquez-Urbez, M., Pardo, G., Lozano, M.V., Peña-Monné, J.L., Hellstrom, J., Ortiz, J.E., Osácar, M.C., Auqué, L., Torres, T. (2015). Climatic implications of the Quaternary fluvial tufa record in the NE Iberian Peninsula over the last 500 ka. Qua-

*ternary Research*, 84, 398–414. https://doi. org/10.1016/j.yqres.2015.08.003

- Sauvet, G., Bourrillon, R., Conkey, M., Fritz, C., Gárate-Maidagan, D., Rivero Vilá, O., Tosello, G., & White, R. (2017). Uranium-thorium dating method and Palaeolithic rock art. *Quaternary International*, 432, 86-92. https://doi. org/10.1016/j.quaint.2015.03.053
- Scholz, D., Hoffmann, D. (2008). <sup>230</sup>Th/U-dating of fossil corals and speleothems. *E&G Quaternary Science Journal*, 57, 52-76. https://doi. org/10.3285/eg.57.1-2.3
- Schulte, L., Julià, R., Burjachs, F., Hilgers, A. (2008). Middle Pleistocene to Holocene geochronology of the River Aguas terrace sequence (Iberian Peninsula): Fluvial response to Mediterranean environmental change. *Geomorphology*, 98, 13-33. https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2007.03.018
- Schwarcz, H.P., Gascoyne, M., Ford, D.C. (1982). Uranium series disequilibrium studies of granitic rocks. *Chemical Geology*, 36, 87-102. https:// doi.org/10.1016/0009-2541(82)90040-7
- Shen, C.C., Edwards, R.L., Cheng, H., Dorale, J.A., Thomas, R.B., Moran, S.B., Weinstein, S.E., Edmonds, H.N. (2002). Uranium and thorium isotopic and concentration measurements by magnetic sector inductively coupled plasma mass spectrometry. *Chemical Geology*, 185, 165-178. https://doi.org/10.1016/S0009-2541(01)00404-1
- Shen, C. C., Li, K. S., Sieh, K., Natawidjaja, D., Cheng, H., Wang, X., Edwards, R. L., Lam, D. D., Hsieh, Y. te, Fan, T. Y., Meltzner, A. J., Taylor, F. W., Quinn, T. M., Chiang, H. W., Kilbourne, K. H. (2008). Variation of initial <sup>230</sup>Th/<sup>232</sup>Th and limits of high precision U-Th dating of shallow-water corals. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 72(17), 4201-4223. https://doi. org/10.1016/j.gca.2008.06.011
- Slimak, L., Fietzke, J., Geneste, J. M., Ontañón, R. (2018). Comment on "U-Th dating of carbonate crusts reveals Neandertal origin of Iberian cave art." *Science*, 361(6408). https://doi. org/10.1126/science.aau1371
- Soligo, M., Tuccimei, P., Barberi, R., Delitala, M.C., Miccadei, E., Taddeucci, A. (2002). U/Th dating of freshwater travertine from Middle Velino Valley (Central Italy): paleoclimatic and geological implications. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 184, 147-161. https://doi.org/10.1016/S0031-0182(02)00253-5
- Stoll, H. M., Moreno, A., Mendez-Vicente, A., Gonzalez-Lemos, S., Jimenez-Sanchez, M.,

Dominguez-Cuesta, M. J., Edwards, R. L., Cheng, H., Wang, X. (2013). Paleoclimate and growth rates of speleothems in the northwestern Iberian Peninsula over the last two glacial cycles. *Quaternary Research (United States)*, 80(2), 284-290. https://doi.org/10.1016/j. yqres.2013.05.002

- Thompson, D. M. (2022). Environmental records from coral skeletons: A decade of novel insights and innovation. In *Wiley Interdisciplinary Reviews: Climate Change* (Vol. 13, Issue 1). John Wiley and Sons Inc. https://doi. org/10.1002/wcc.745
- Tuccimei, P., Gines, J., Delitala, M. C., Ginés, A., Gràcia, F., Fornós, J. J., Taddeucci, A. (2006). Last interglacial sea level changes in Mallorca island (Western Mediterranean). High precision U-series data from phreatic overgrowths on speleothems. *Zeitschrift Fur Geomorphologie*, 50(1), 1-21. https://doi.org/10.1127/ zfg/50/2006/1
- Tuccimei, P., Soligo, M., Ginés, J., Ginés, A., Fornós, J., Kramers, J., Villa, I. M. (2010). Constraining Holocene sea levels using U-Th ages of phreatic overgrowths on speleothems from coastal caves in Mallorca (Western Mediterranean). *Earth Surface Processes and Landforms*, 35(7), 782-790. https://doi.org/10.1002/esp.1955
- van Calsteren, P., Thomas, L. (2006). Uraniumseries dating applications in natural environmental science. *Earth Science Reviews*, 75(1-4) pp. 155-175. https://doi.org/10.1016/j. earscirev.2005.09.001
- Vesica, P. L., Tuccimei, P., Turi, B., Fornoh, J. J., Ginés, A., Ginés, J. (2000). Late Pleistocene Paleoclimates and sea-level change in the Mediterranean as inferred from stable isotope and U-series studies of overgrowths on speleothems, Mallorca, Spain. Quaternary Science Reviews, 19, 865-879. https://doi. org/10.1016/S0277-3791(99)00026-8
- Villa, E., Stoll, H., Farias, P., Adrados, L., Edwards, R.L., Cheng, H. (2013). Age and significance of the Quaternary cemented deposits of the Duje Valley (Picos de Europa, Northern Spain). *Quaternary Research*, 79, 1-5. https://doi. org/10.1016/j.yqres.2012.10.005

- Wendt, K. A., Li, X., Edwards, R. L. (2021). Uranium-thorium dating of speleothems. *Elements*, 17(2), 87-92. https://doi.org/10.2138/ GSELEMENTS.17.2.87
- Worthan, B.E., Banner, J.L., James, E.W., Edwards, R.L., Loewy, S. (2022). Application of cave monitoring to constrain the value and source of detrital <sup>230</sup>Th/<sup>232</sup>Th in speleothem calcite: Implications for U-series geochronology of speleothems. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 596, 110978. https://doi. org/10.1016/j.palaeo.2022.110978
- Zazo, C., Silva, P.G., Goy, J.L., Hillaire-Marcel, C., Ghaleb, B., Lario, J., Bardají, T., González, J.A. (1999). Coastal uplift in continental collision plate boundaries: data from the Last Interglacial marine terraces of the Gibraltar Strait area (south Spain). *Tectonophysics*, 301, 95-109. https://doi.org/10.1016/S0040-1951(98)00217-0
- Zazo, C., Goy, J.L., Hillaire-Marcel, C., Gillot, P.Y., Soler, V., González-Delgado, J.A., Dabrio, C.J., Ghaleb, B. (2002). Raised marine sequences of Lanzarote and Fuerteventura revisited - a reappraisal of relative sea-level changes and vertical movements in the eastern Canary Islands during the Quaternary. *Quaternary Science Reviews*, 21, 2019-2046. https://doi. org/10.1016/S0277-3791(02)00009-4
- Zazo, C., Goy, J.L., Dabrio, C.J., Bardají, T., Hillaire-Marcel, C., Ghaleb, B., González-Delgado, J.A., Soler, V. (2003). Pleistocene raised marine terraces of the Spanish Mediterranean and Atlantic coasts: records of coastal uplift, sea-level high-stands and climate changes. *Marine Geology*, 194, 103-133. https://doi. org/10.1016/S0025-3227(02)00701-6
- Zellmer, G.F., Rubin, K.H., Grönvold, K., Jurado-Chichay, Z. (2008). On the recent bimodal magmatic processes and their rates in the Torfajökull-Veidivötn area, Iceland. *Earth and Planetary Science Letters*, 269, 388-398. https:// doi.org/10.1016/j.epsl.2008.02.026

Recibido el 7 de mayo de 2022 Aceptado el 6 de septiembre de 2022



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

# Datación por análisis de racemización de aminoácidos: su aplicación en la Península Ibérica

Amino acid racemization dating: its application to the Iberian Peninsula

Torres, T.<sup>(1)</sup>; Ortiz, J.E.<sup>(1)</sup>; Sánchez-Palencia, Y<sup>(1)</sup>; López-Cilla, I.<sup>(1)</sup>

(1) Laboratorio de Estratigrafía Biomolecular, Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas y Energía, Universidad Politécnica de Madrid. Ríos Rosas 21 E28003 Madrid, España. trinidad.torres@ upm.es, joseeugenio.ortiz@upm.es, yolanda.sanchezpalencia@upm.es, i.lopezcilla@upm.es

#### Resumen

Se presentan algunos resultados publicados de campañas de datación por racemización de aminoácidos (AAR) del Laboratorio de Estratigrafía Biomolecular (LEB) de la Escuela de Minas y Energía de la Universidad Politécnica de Madrid, en localidades de la Península Ibérica, que se han seleccionado para mostrar la aplicabilidad del método a muestras de origen biológico muy diverso, foraminíferos, moluscos, crustáceos y mamíferos de diferentes medios geológicos: largos registros de cuenca, terrazas marinas y fluviales, depósitos eólicos y yacimientos en cuevas. Obviamente, no se citan dataciones singulares en muchas localidades. Cerca de veinte mil análisis validan el uso de este método. El método cubre un amplio rango temporal: desde subactual hasta 1.3 Ma; junto con la pequeña cantidad de muestra precisa para los análisis, permite replicar los mismos incluso sobre muestras valiosas de museos u otras instituciones. Asimismo, se puede emplear en determinaciones forenses. Cabe destacar que la pequeña cantidad de muestra necesaria para la realización de un análisis permite emplear un número representativo de muestras de cada nivel objeto de estudio, obteniendo información suficiente para que, mediante un análisis estadístico elemental, se puedan desechar valores anómalos.

Palabras clave: aminoácidos, racemización, 1.3 Ma, restos paleobiológicos.

#### Abstract

We present some published results of different amino acid racemization (AAR) dating campaings performed by the Biomolecular Stratigraphy Laboratory of the Madrid School of Mines and Energy (Polythechnical University of Madrid) in many Spanish localities. The aim of this selection is to demonstrate the applicatibility

https://doi.org/10.17735/cyg.v36i3-4.94766

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



of this method to different types of samples, such as foraminifers, mollusks, crustacean, and mammals from different geological environments: long stratigraphycal records, marine and fluvial terraces, eolian and cave deposits. Obviously, it seems impossible to mention single, or almost single samples of different localities. Near twenty thousand analysis validate this dating method. This method covers a wide time span: from sub-recent to 1.3 million years. The small sample weight necessary for a single analysis allows to replicate it even in highly valuable material from museums or other institutions. It can also be used in forensic determinations. It should be noted that the small amount of sample required to carry out an analysis allows the use of a representative number of samples of each level, being able to discard anomalous values through elementary statistical analysis.

Key words: amino acids, racemization, 1.3 Ma, palaeobiological remains.

#### 1. Introducción

En los seres vivos los aminoácidos (concretamente los  $\alpha$ -aminoácidos, que químicamente son los naturales) están presentes en todos los tejidos como aminoácidos libres, péptidos de cadena corta y larga o en forma de proteínas, como por ejemplo el colágeno. Usualmente se trata de L-aminoácidos (levógiros), es decir, presentan el grupo amino situado a la izquierda de la molécula espacial. La renovación celular mantiene esta forma (L) durante su vida. Tras la muerte del individuo, se produce el fenómeno conocido como racemización: el grupo amino de los L-aminoácidos va cambiando de posición y aparecen D-aminoácidos (dextrógiros). Este fenómeno es una reacción química reversible de primer orden que alcanza el equilibrio cuando la relación D/L alcanza la unidad. El grado de racemización se mide por la proporción de isómeros D/L que aumenta en función de la edad (y la temperatura), y, por consiguiente, puede usarse para determinar la geocronología. Una excepción la constituyen la dentina y el cristalino en los que esta renovación no se produce y hay racemización in vivo, lo que permite su aplicación forense (Ohtani y Yamamoto, 1991, 1992; Ohtani, 1995; Othani et al., 2003).

La datación por análisis de racemización de aminoácidos (AAR en adelante), muestra cierto paralelismo con las dataciones radiométricas en el sentido de que hay un contenido inicial y un contenido final, cuya relación permite el establecimiento de una edad. Dicha edad, a la que se llega tras unos cálculos matemáticos en los que se realizan diversas correcciones, está bien lejos de ser una *edad absoluta*, siendo mucho más apropiado el término **edad numérica**. Incluso algunos autores (Taylor y Bar-Josef, 2014) definen las edades radiométricas como resultado de una convención.

De acuerdo con Murray-Wallace (1995) las incertidumbres o errores que afectan al resultado de AAR son (Fig. 1): error de laboratorio, error de la muestra y error tafonómico.

- El error de laboratorio: suele estar perfectamente acotado si se le supone al mismo un modus operandi bien establecido. No obstante, se han detectado errores garrafales en pretratamiento de muestras de *H. neanderthalensis* de la Cueva del Sidrón (Asturias) para su datación por C-14, que la racemización de aminoácidos y posteriores dataciones por C-14 corrigieron (Torres *et al.*, 2010).
- Error de la muestra: en el caso de la AAR tiene mucha importancia ya que la velocidad de racemización depende del género, incluso la especie, de la que proviene. También se incluyen en este apartado procesos de mezcla de carácter sinsedimentario o cuasi. Un caso típico está relacionado con la actividad bioturbadora de muchos organismos. Valga como ejemplo el que producen los ejemplares adultos de berberecho (*Cerastoderma*)

sp.) que bioturban los 3 cm superiores de sedimento (Flach, 1996), comprometiendo el significado de muestreo de alta resolución. Para datación AAR se suelen escoger taxones que sean abundante las localidades de estudio para poder establecer cronologías comparables y fiables (p.ej. el bivalvo Glycymeris nummaria en depósitos marinos levantados del Mediterráneo). Cuando estos taxones no están disponibles y se analizan otros, se recurre a la racemización equivalente comparando los valores de racemización con los obtenidos en estaciones en las que ambos taxones aparecen de forma conjunta. Para sedimentos terrestres se suele trabajar a nivel de familia (Helicidae) y en el caso de mamíferos se considera, es una simplificación, que el colágeno tiene características comunes para las diferentes especies.

 Error tafonómico: es el más complicado de establecer y se hace más grave cuanto más antigua es la muestra. Se puede tratar de contaminación reciente de sedimentos antiguos, o procesos de resedimentación que transportan restos paleobiológicos a ambientes sedimentarios más modernos, lo que proporcionaría una edad incorrecta. Un caso típico se da en vacimientos en cueva en los que materiales se sitúan en posición derivada bien sea por transporte mecánico o acción animal; un buen ejemplo son las excavaciones de oseras. También en cuevas los procesos de calentamiento: hogares e incluso hornos de cal, dan como resultados cálculos de edad anómalos que no se corresponden a la edad real del material ya que la temperatura acelera el proceso.

Cabe resaltar que los primeros trabajos en los que la AAR se aplicó para datar localidades del Cuaternario se remontan a la década de 1970, destacando: Bada y Protsch (1973), Helfman y Bada (1976), Wehmiller (1984), Bada (1985) y Goodfriend y Meyer (1991) entre una multitud de trabajos publicados.





Figure 1. Sources of error that have influence in the amino acid racemization results (modified from Murray-Wallace, 1995).

#### 2. Metodología

#### 2.1. Principios del método

Los aminoácidos más comunes son: ácido aspártico (Asp), alanina (Ala), arginina (Arg), cisteína (Cys), ácido glutámico (Glu), glicina (Gly), histidina (His), isoleucina (Ile), leucina (Leu), lisina (Lys) metionina (Met), fenilalanina (**Phe**), prolina (Pro), serina (**Ser**), treonina (Trh), triptófano (Try), tirosina (Tyr) y valina (Val). Se han resaltado en negrita aquellos con los que habitualmente determinamos en el Laboratorio de Estratigrafía Biomolecular (LEB). Todos tienen un centro quiral, la isoleucina dos, en el que el grupo amino (NH<sub>2</sub>) puede rotar en el proceso denominado racemización (epimerización en el caso de la isoleucina) que no es más que un proceso químico dependiente del tiempo y la temperatura, de aquí su empleo como herramienta geocronológica. No obstante, debido a su dependencia de la temperatura, solo son comparables los resultados de zonas con una historia térmica similar que se asume de su temperatura media anual.

Se trata de un método calibrado, es decir, que para definir los algoritmos de cálculo de edad se precisa disponer de edades independientes: <sup>14</sup>C, U/Th, ESR, TL, OSL, etc (Figs 2-4). La mala elección de estas dataciones de referencia puede llevar a que las edades AAR obtenidas resulten erróneas (García-Alonso *et al.*, 1996; Ortiz *et al.*, 2006b).

#### 2.2. Toma de muestras en el campo.

No son precisas precauciones excesivas: bolsas de plástico bien etiquetadas donde se introducirán las muestras de macrofósiles o las de sedimento. En el caso de macrofósiles es conveniente preservarlos de contactos manuales excesivos, no consolidarlos y un proceso de limpieza somero ya que su estado *in situ* da buena información sobre las posibilidades de obtener un buen resultado. En el caso de muestras de sedimento es preferible, si se



Figura 2. Algoritmos de cálculo de edad del Pleistoceno y de los últimos 200 ka para valores de racemización del ácido aspártico y glutámico de ostrácodos de la zona central y sur de la Península Ibérica (modificado de Ortiz *et al.*, 2004a).

Figure 2. Age calculation algorithms for Pleistocene and the last 200 ka of aspartic acid and glutamic acid racemization values in ostracode samples from central and southern Spain (modified from Ortiz et al., 2004a).

trata de muestras de sondeos, envolverlos previamente en lámina de aluminio. Es fundamental anotar las coordenadas del sitio, referencia topográfica y nombre de la institución. Los materiales más favorables para la datación por AAR son: dientes, conchas de gasterópodos y bivalvos, valvas de ostrácodos y foraminíferos, y los ambientes sedimentarios son más propicios con cavidades kársticas, terrazas fluviales, terrazas de tobas calcáreas, sedimentos lacustres, de lagoon costero y de niveles marinos, entre otros.

#### 2.3. Preparación física de las muestras

Las muestras de macrofósiles en el laboratorio se limpian primero con agua corriente y se dejan secar al aire protegidas del polvo. Si tienen adherencias naturales: concreciones, organismos cementantes, etc., se eliminan usando una broca con corona de diamante. En algún caso puede ser preciso un ataque ácido (HCl) diluido más o menos prolongado y la eliminación de las capas más externas, periostraco, con una lijadora de diamante. De los moluscos se obtiene un disco de unos 4mm de diámetro en la zona del umbo en pelecípodos y en la última espira en gasterópodos.

Si la muestra corresponde a elementos dentarios u óseos, se extrae una pequeña muestra de polvo de hueso o dentina. La perforación realizada con una microfresa de diamante es casi imperceptible y no altera el valor científico del fósil. En la actualidad se está poniendo a punto realizar datación AAR en esmalte y, en este caso, la afección de la pieza es netamente mayor.

Si se trata de obtener microfósiles (p.ej. ostrácodos, foraminíferos, carofitas), una porción de la muestra de sedimento, una vez bien seca al aire, se dispersa en agua, en ocasiones se adiciona una pequeña cantidad de  $H_2O_2$ , y se tamizan en húmedo a 63µm. El rechazo del tamiz se seca y se guarda en cajitas de PVC convenientemente identificadas. El testigo de muestra sin lavar se archiva en la Litoteca informatizada del LEB por si se requiere su estudio posterior.

El residuo se mira a la lupa y con aguja enmangada se van retirando los microfósiles, que de forma individual son sumergidos durante 3 horas en  $H_2O_2$ .

# 2.4. Preparación química de las muestras

Una vez seleccionadas las muestras a analizar quedan registradas en el cuaderno de laboratorio, que también recoge cualquier incidencia durante el proceso analítico.

Las muestras se pesan (20 mg) en dentina hueso, (5-20 mg) en concha de molusco, una valva de ostrácodo o un foraminífero. Se les añade HCl 7N y se las mantiene 20 horas en viales sellados con atmósfera de  $N_2$  a 100°C. El objeto de este ataque es hidrolizar los péptidos, polipéptidos y proteínas para que liberen los aminoácidos. En el caso de diente/hueso se realiza una diálisis previa de la muestra a través de una membrana de 3500 Da de tamaño de poro con el fin eliminar aminoácidos libres y péptidos en los que los aminoácidos racemizan a una velocidad mayor que los que están en las moléculas de colágeno.

Una vez finalizada la hidrólisis, las muestras se evaporan y tras adicionar una pequeña cantidad de HCl se colocan en la bandeja del muestreador automático de un cromatógrafo líquido de alta resolución (HPLC) que automáticamente realiza el análisis que es posteriormente interpretado. En la primera instalación del LEB los análisis se realizaban en cromatógrafo de gases (5890 de Agilent) que requerían un engorroso paso previo de derivatización. Para una detallada descripción de la metodología analítica se remite a Ortiz et al. (2002, 2004a) y Torres et al. (2014a). El sistema de preparación de muestras está ampliamente certificado (el LEB está en la Red de Laboratorios de la CAM con número 292).

Algunos autores (Penkman *et al.*, 2008) preconizan el uso de una solución de NaOCI para el blanqueo previo de las muestras eliminando los aminoácidos intercristalinos de la matriz orgánica del esqueleto, concha o esqueleto, y así uniformizar resultados.

# 3. Rango temporal de aplicación del método

Dado que la cinética de racemización sigue una curva parabólica, se han desarrollado diversos algoritmos de cálculo de edad calibrados para diferentes intervalos temporales.

Con el algoritmo general se alcanzan edades de hasta 1.3 Ma para la Península Ibérica (Torres *et al.*, 1997, 2020a; Ortiz *et al.*, 2004b, 2006a) (Fig. 2). Cabe resaltar que en zonas con una temperatura más bajas se pueden alcanzar edades más antiguas, como en sondeos



Figura 3. Modelos bayesianos edad-profundidad para el sondeo de Padul construido usando el paquete "Bacon 2.3.7" del software R (Blaauw and Christen, 2011). La línea oscura representa el ajuste óptimo del modelo y el área gris representa el 95% de intervalo de confianza (modificado de Ortiz *et al.*, 2004b; Torres *et al.*, 2020a).

Figure 3. Bayesian age-depth model established for the Padul record constructed using the software R-code package "Bacon 2.3.7" (Blaauw and Christen 2011). The black line indicates the single best model based on the weighted mean age for each depth, and the grey area shows 95% confidence intervals (modified from Ortiz et al., 2004b; Torres et al., 2020a).

perforados en el fondo del mar o en Alaska (Kaufman, 1992; Kaufman *et al.*, 2003; West *et al.*, 2019). Sin embargo, en zonas con una historia térmica más alta, el límite del método es más bajo, como en las Islas Canarias (Ortiz *et al.*, 2006b). En series largas, el análisis bayesiano de las edades ha resultado de inmensa utilidad (Fig. 3) (Ortiz *et al.*, 2004b; Torres *et al.* 2020a).

Para muestras de edades intermedias, el algoritmo funciona perfectamente, aunque en muestras marinas es complicado discriminar a nivel sub-estadios isotópicos marinos (MIS).

Para muestras del Holoceno- Pleistoceno final, se han desarrollado algoritmos específicos para zonas concretas calibradas con algunas dataciones por <sup>14</sup>C (Ortiz *et al.*, 2009a, 2015). Este sistema tiene la ventaja de poder discriminar edades radiométricas "fantasma" (*ghost ages*), es decir, que no se corresponden con la edad de la serie estratigráfica datada o el nivel cultural. En cualquier caso, las dataciones sistemáticas AAR permite revelar cambios en la velocidad de sedimentación o la presencia de inconformidades o hiatos (Torres *et al.* 2020a, Ortiz *et al.* 2021) (Fig. 4). Las edades más recientes que se han llegado a determinar con moluscos y ostrácodos con este método son del último milenio.

Por otro lado, dado que la dentina no se renueva en la vida de un individuo, se produce racemización *in vivo* el análisis de las tasas de racemización del ácido aspártico, ha permitido conocer edades de muerte y aplicarlo en determinaciones forenses (Fernández *et al.*, 2009).

#### 4. Ejemplos en el territorio ibérico

**Registros largos**. Bajo este epígrafe se agrupan series estratigráficas que cubren un intervalo temporal importante. En ellas las dataciones AAR se han realizado sobre muestras de ostrácodos. Como ejemplo se incluyen las series de la turbera de Padul (Fig. 3; Or-



Figura 4. Modelo bayesiano edad-profundidad para el registro Holoceno de Cartagena construido usando el paquete "Bacon 2.3.7" del software R (Blaauw and Christen, 2011). La línea oscura representa el ajuste óptimo del modelo y el área gris representa el 95% de intervalo de confianza (modificado de Ortiz *et al.*, 2021).

Figure 4. Bayesian age-depth model established for the Holocene record of Cartagena constructed using the software R-code package "Bacon 2.3.7" (Blaauw and Christen 2011). The black line indicates the single best model based on the weighted mean age for each depth, and the grey area shows 95% confidence intervals (modified from Ortiz et al., 2021). tiz *et al.*, 2004b; Torres *et al.*, 2020a), de la Depresión de Guadix-Baza (Fig. 5; Ortiz *et al.*, 2004a, 2006a) y de la marjal de Pego (Torres *et al.* 2014b).

**Registros largos discontinuos.** Fundamentalmente se trata de depósitos en terrazas diversas:

- Terrazas marinas de la costa mediterránea de España, Italia, Francia, Marruecos, Túnez y Creta (Hearty *et al.*, 1986; Hearty, 1987; Torres *et al.*, 2000a, 2016; De Santis *et al.*, 2018) datadas a partir de muestras de *Glycymeris*, aunque se dispone de una amplia "amino biblioteca" de otras especies a las que hay que recurrir para datación cuando no hay *Glycymeris*. En estas localidades se recurrió para el calibrado a dataciones U/Th en corales y alguna de <sup>14</sup>C en moluscos para edades recientes.
- Terrazas fluviales de la cuenca del Tajo (Panera et al., 2011, 2014). Estos depósitos han sido siempre conflictivos y sus edades se atribuyeron a través de la geomorfología o la arqueología. Aunque en terrazas con sedimentos gruesos de naturaleza cuarzosa, la búsqueda de ostrácodos en niveles fangosos puede llegar a ser fructífera, aunque trabajosa por su escasez. En algún caso se han datado restos de vertebrados.

- Terrazas fluviales con niveles de tobas calcáreas o travertinos (Fig. 6; Torres *et al.*, 1994, 2005; Ortiz *et al.*, 2009b; Sancho *et al.*, 2015). Poseen niveles fangosos con extrema abundancia de restos de fauna: moluscos y vertebrados. Las edades AAR de terrazas de la zona central de la Península Ibérica (ríos Trabaque, Escabas, Guadiela, Henares, Dulce) se calibraron a partir de dataciones radiométricas <sup>14</sup>C y U/Th comprendidas entre 10 ka y 300 ka (Torres *et al.*, 2005; Ortiz *et al.*, 2009b).

 Depósitos eólicos (Ortiz *et al.*, 2006b; Yanes *et al.*, 2007). Son frecuentes los gasterópodos terrestres susceptibles de datar mediante AAR, permitiendo la correla-



Figura 5. Secuencia estratigráfica tipo del Pleistoceno inferior y medio de la Cuenca de Guadix-Baza con la cronología (modificado de Ortiz *et al.*, 2004a, 2006a).

Figure 5. Stratigraphic section of lower and middle Pleistocene of the Guadix-Baza Basin with the chronological scale (modified from Ortiz et al., 2004a, 2006a).

ción de depósitos distantes y sin conexión estratigráfica.

**Registros cortos**. se tratan, fundamentalmente, de dataciones de sondeos que reconocen los registros holocenos de Almenara (Castellón), Cartagena y Mazarrón (Fig. 4) (Blázquez *et al.*, 2017; Ortiz *et al.*, 2015, 2020; Torres *et al.* 2018, 2020b, 2022). Fundamentalmente se trata de rellenos de lagoon costeros, explorados mediante sondeos cortos. El calibrado se realizó mediante dataciones radiométricas comprendidas entre 27 ka y actuales de Padul, Cartagena y Bañolas (Ortiz *et al.*, 2015).



Figura 6. Aminoestratigrafía y aminocronología de terrazas travertínicas depositadas en la zona de Priego (España central) a partir del análisis de valvas de ostrácodo *Herpetocypris reptans* (modificado de Ortiz *et al.*, 2009b).

Figura 6. Aminoestratigraphy and aminochronology of tufa fluvial deposits near Priego (Central Spain) based on datings of ostracode valves belonging to Herpetocypris reptans (modified from Ortiz et al., 2009b).

**Registros en cuevas.** Los registros en cuevas, fundamentalmente de vertebrados (Fig. 7) (Torres *et al.*, 2000b, 2010, 2014a; Canoira, 2003; Daura *et al.*, 2015) y concheros de moluscos del norte de la Península Ibérica (Ortiz *et al.*, 2009a, 2015) suelen aparecer sin contexto estratigráfico, o al menos dudoso debido a procesos de relleno/excavación, di-



Figura 7. Algoritmo de cálculo de edades de muestras de dentina aplicable al colágeno de dientes vertebrados fósiles con la edad de los restos de *H. neanderthalensis* de la Cueva de El Sidrón (modificado de Torres *et al.*, 2010, 2014b).



fíciles de dilucidar. Las dataciones AAR sobre dentina han permitido establecer cronologías fiables como en la Sima de los Huesos (Atapuerca, Burgos), El Sidrón (Asturias) o Pinilla del Valle (Madrid) (Torres *et al.*, 2014a).

#### 5. Resumen y Conclusiones

Se puede concluir que la Datación por Racemización de Aminoácidos es una técnica bien establecida, fiable y ampliamente demandada. Cubre un rango temporal de 1,3 Ma para la Península Ibérica, y zonas allende fronteras con similares historias térmicas, proporcionando información cronológica en depósitos difícilmente datables por otros métodos. No obstante, el rango preferente (con menor indeterminación) de datación en la Península Ibérica se sitúa entre 1,3 Ma y 500 años mientras que en las Islas Canarias el límite estaría en ca. 350 ka. Las comparativas son válidas para zonas que sufrieron similares oscilaciones de temperatura a lo largo del Pleistoceno, estimándose la similitud mediante la temperatura media actual (Current mean annual temperatura-CMAT). Así historias térmicas muy distintas o algunos procesos, especialmente el calentamiento artificial de las muestras (hogares fuegos, etc.), dan lugar a edades fuertemente anómalas.

Este método admite una enorme variedad de tipos de muestras biológicas fósiles y existen posibilidades poco exploradas: foraminíferos y depósitos estalagmíticos. En el caso de las muestras biológicas se datan los aminoácidos que forman parte de la matriz orgánico-mineral como proteínas, péptidos y aminoácidos libres, mientras que en los depósitos litogénicos en cuevas (estalactitas, estalagmitas y coladas) se analizan los aminoácidos procedentes de la rizosfera.

Como ventajas importantes de este método de datación, es que (a) el pequeño tamaño de las muestras que se requiere permite datar ejemplares valiosos con un deterioro mínimo; y (b) los análisis automatizados en HPLC permiten la repetitividad de resultados. Por último, la determinación y cuantificación de todos los aminoácidos de las muestras permite detectar si existe contaminación por aminoácidos recientes (p.ej. la presencia de elevados contenidos de serina).

# 6. Agradecimientos

El Laboratorio de Estratigrafía Biomolecular de la Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas, fue creado en 1992 a partir de fondos generados por una serie de Proyectos Europeos (BIOCLIM y PADAMOT) y de la Empresa Nacional de Residuos Radiactivos S.A (ENRESA) con la misión de darles soporte cronoestratigráfico. También se ha financiado con proyectos del Plan Nacional de Investigación recibió a calificación de Laboratorio Reconocido de la Comunidad de Madrid (Red-Lab 232) y está incluido en una red internacional de laboratorios que realizan continuos ejercicios de intercalibrado de sus métodos y sistemas analíticos. Los autores agradecen los valiosos comentarios de los Profs. Policarp Hortolà y Mª Angeles Perucha.

# 7. Referencias

- Bada, J.L. (1985). Amino acid racemization dating of fossil bones. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*, 13, 241-268. https://doi. org/10.1146/annurev.ea.13.050185.001325
- Bada, J. L., Protsch, R. (1973). Racemization reaction of aspartic acid and its use in dating fossil bones. Proceedings of the National Academy of Sciences, 70(5), 1331-1334. https://doi. org/10.1073/pnas.70.5.1331
- Blaauw, M., Christen, J.A. (2011). Flexible paleoclimate age-depth models using an autoregressive gamma process. *Bayesian Anal.* 6, 457-474. https://doi.org/10.1214/11-BA618.
- Blázquez, A. M., Rodríguez-Pérez, A., Torres, T., Ortiz, J. E. (2017). Evidence for Holocene sea level and climate change from Almenara marsh (western Mediterranean). *Quaternary Research*, 88, 206-222. https://doi.org/10.1017/ qua.2017.47
- Canoira, L., García-Martínez, M.J., Llamas, F.J., Ortiz, J.E., Torres, T. (2003). Kinetics of Amino Acid racemization (epimerisation) in the dentine of fossil and modern bear teeth. Inter-

national Journal of Chemical Kinetics,35(11), 576-591. https://doi.org/10.1002/kin.10153

- Daura, J., Sanz, M., Julià, R., García-Fernández, D., Fornós, J.J., Vaquero, M., Allué, E., López-García, J.M., Blain, H.A., Ortiz, J.E., Torres, T., Albert, R.M., Rodríguez-Cintas, A., Sánchez-Marco, A., Cerdeño, E., Skinner, A.R., Asmeron, Y., Polyak, V.J., Garcés, M., Arnold, L.J., Demuro, M., Pike, A.W.G., Euba, I., Rodríguez, R.F., Yagüe, A., Villaescusa, L., Gómez, S., Rubio, A., Pedro, M., Fullola, J.M., Zilhão, J. (2015) .Cova del Rinoceront (Castelldefels, Barcelona): a terrestrial record for the Last Interglacial period (MIS 5) in the Mediterranean coast of the Iberian Peninsula. *Quaternary Science Reviews*, 114, 203- 227. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2015.02.014
- De Santis, V., Caldara, M., Torres T., Ortiz, J.E., Sánchez-Palencia, Y. (2018). A review of MIS 7 and MIS 5 terrace deposits along the Gulf of Taranto based on new stratigraphic and chronological data. *Italian Journal of Geosciences*, 137, 349-368. https://doi.org/10.3301/IJG.2018.02
- Fernández, E., Ortiz, J.E., Pérez-Pérez, A., Prats, E., Turbón, D., Torres, T., Arroyo-Pardo, E. (2009). Aspartic acid racemization variability in ancient human remains: implications in the prediction of ancient DNA recovery. *Journal of Archaeological Science*, 36, 965-972. https:// doi.org/10.1016/j.jas.2008.11.009
- Fernández, E., Ortiz, J.E., Torres, T., Pérez-Pérez, A., Gamba, C., Tirado, M., Baeza, C., López-Parra, A.M., Turbón, D., Anfruns, J., Molist, M., Arroyo-Pardo, E. (2008). Mitochondrial DNA genetic relationships at the ancient Neolithic site of Tell Halula. *Forensic Science International: Genetics Supplement Series*, 1, 271-273. https://doi.org/10.1016/j.fsigss.2007.10.009
- Flach, E. C. (1996). The influence of the cockle, Cerastoderma edule, on the macrozoobenthic community of tidal flats in the Wadden Sea. Marine Ecology, 17 (1-3), 87-98. https://doi. org/10.1111/j.1439-0485.1996.tb00492.x
- García-Alonso, P. Hoyos, M. Llamas, J. Soler, V., Torres, T. (1996). Aminocronoestratigrafía e historia térmica de los depósitos cuaternarios de las Islas Canarias (España). Resultados preliminares de la Isla de Lanzarote. *Geogaceta*, 20, 502-505.
- Goodfriend, G.A., Meyer, V. R. (1991). A comparative study of the kinetics of amino acid racemization/epimerization in fossil and modern mollusk shells. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 55, 3355-3367. https://doi. org/10.1016/0016-7037(91)90493-0

- Hearty, P.J., 1987. New data on the Pleistocene of Mallorca. *Quaternary Science Reviews*, 6, 245-257. https://doi.org/10.1016/0277-3791(87)90007-2
- Hearty, P.J., Miller, G., Stearns, C., Szabo, B.J., 1986. Aminostratigraphy of Quaternary shorelines in the Mediterranean basin. *Geological Society of America Bulletin*, 97, 850-858. https:// doi.org/10.1130/0016-7606(1986)97<850:AO QSIT>2.0.CO;2
- Helfman P., Bada, J. L. (1976). Aspartic acid racemisation in dentine as a measure of ageing. *Nature*, 262, 279-281. https://doi. org/10.1038/262279b0
- Kaufman, D.S. (1992). Aminostratigraphy of Pliocene-Pleistocene high-sea-level deposits, Nome coastal plain and adjacent nearshore area, Alaska. *Geological Society of America Bulletin*, 104, 40-52. https://doi.org/10.1130/0016-7606(1992)104<0040:AOPPHS>2.3.CO;2
- Kaufman, D.S., Cooper, K., Behl, R., Billups, K., Bright, J., Gardner, K., Hearty, P., Jokobbson, M., Mendes, I., O'Leary, M., Polyak, L., Rasmussen, T., Rosa, F., Schmidt, M. (2013). Amino acid racemization in mono-specific foraminifera from Quaternary deep-sea sediments. *Quaternary Geochronology*, 16, 50-61. https:// doi.org/10.1016/j.quageo.2012.07.006
- Murray-Wallace, C. V. (1995). Aminostratigraphy of Quaternary coastal sequences in southern Australia—an overview. *Quaternary International*, 26, 69-86. https://doi. org/10.1016/1040-6182(94)00048-A
- Ortiz, J.E., Torres, T., Delgado, A., Valle, M., Soler, V., Araujo, R., Rivas, M.R., Julià, R., Sánchez-Palencia, Y., Vega-Panizo, R. (2021). Bulk and compound-specific δ13C and n-alkane indices in a palustrine intermontane record for assessing environmental changes over the past 320 ka: the Padul Basin (Southwestern Mediterranean realm). *Journal of Iberian Geology*, 47, 625-639. https://doi.org/10.1007/s41513-021-00175-y
- Ortiz, J.E., Gutiérrez-Zugasti, I., Torres, T., González-Morales, M., Sánchez-Palencia, Y. (2015). Protein diagenesis in *Patella* shells: implications for amino acid racemisation dating. *Quaternary Geochronology*, 27, 105-118. http:// dx.doi.org/10.1016/j.quageo.2015.02.008
- Ortiz J.E., Torres, T., Delgado, A., Julià, R., Lucini, M., Llamas, F.J., Reyes, E., Soler, V., Valle, M. (2004b). The palaeoenvironmental and palaeohydrological evolution of Padul Peat Bog (Granada, Spain) over one million years, from elemental, isotopic, and molecular organic

geochemical proxies. *Organic Geochemistry*, 35, 1243-1260. https://doi.org/10.1016/j.or-ggeochem.2004.05.013

- Ortiz, J.E., Torres, T., Delgado, A., Reyes, E., Díaz-Bautista, A. (2009b). A review of the Tagus river tufa deposits (central Spain): age and palaeoenvironmental record. *Quaternary Science Reviews*, 28, 947-963. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2008.12.007
- Ortiz, J.E., Torres, T., Delgado, A., Reyes, E., Llamas, J.F., Soler, V., Raya, J. (2006a). Pleistocene paleoenvironmental evolution at continental middle latitudes inferred from carbon and oxygen stable isotope analysis of ostracodes from the Guadix-Baza Basin (Granada, SE Spain). *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 240, 535-561. https://doi. org/10.1016/j.palaeo.2006.03.008
- Ortiz, J.E., Torres, T., González-Morales, M.R., Abad, J., Arribas, I., Fortea, F.J., García-Belenguer, F., y Gutiérrez-Zugasti, I. (2009a). The aminochronology of man-induced Shell middens in caves in Northern Spain. *Archaeometry*, 51, 123-139. https://doi.org/10.1111/ j.1475-4754.2008.00383.x
- Ortiz, J.E., Torres, T., Julià, R., Delgado, A., Llamas, F.J., Soler, V., Delgado, J. (2004a). Numerical dating algorithms of amino acid racemization ratios from continental ostracodes. Application to Guadix-Baza basin (southern Spain). *Quaternary Science Reviews*, 23, 717-730. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2003.06.001
- Ortiz, J.E., Torres, T., Llamas, F.J. (2002). Cross-calibrations of the racemization rates of leucine and phenylalanine and epimerization rates of isoleucine between ostracodes and gastropods over the Pleistocene in southern Spain. *Organic Geochemistry*, 33, 691- 699. https://doi. org/10.1016/S0146-6380(02)00041-4
- Ortiz, J.E., Torres, T., Sánchez-Palencia, Y., Ros, M., Navarro, F., López-Cilla, I., Galán, L.A., Ramallo, S., Rodríguez-Estrella, T., Blázquez, A. (2020). Biomarkers in coastal marshlands: Environmental characteristics of the Mazarrón Basin during the Middle Pleistocene (MIS 7) and Holocene (MIS 1). Organic Geochemistry, 149, 104-117. https://doi.org/10.1016/j.orggeochem.2020.104117
- Ortiz, J.E., Torres, T., Sánchez-Palencia. Y., Ros, M., Ramallo, S., López-Cilla, I., Galán, L.A., Manteca, I., Rodríguez-Estrella, T., Blázquez, A., Gómez-Borrego, A., Ruiz-Zapata, B., Gil, M.J. (2022). Lipid biomarkers and metal pollution in the Holocene record of Cartagena Bay (SE Spain): Coupled natural and hu-

man induced environmental history in Punic and Roman times. *Environmental Pollution*, 297, 118775. https://doi.org/10.1016/j.envpol.2021.118775

- Ortiz, J. E., Torres, T., Yanes, Y., Castillo, C., Nuez, J. D. L., Ibáñez, M., Alonso, M. R. (2006b). Climatic cycles inferred from the aminostratigraphy and aminochronology of Quaternary dunes and palaeosols from the eastern islands of the Canary Archipelago. Journal of Quaternary Science: Published for the Quaternary Research Association, 21, 287-306. https://doi. org/10.1002/jqs.962
- Ohtani, S., Yamamoto, K. (1991). Age estimation by measuring the racemization of amino acid in human dentin. *Journal of Forensic Science*, 36, 792-800. https://doi.org/10.1520/ JFS13089J
- Ohtani, S., Yamamoto, K. (1992). Estimation of age from a tooth by means of racemization of an amino acid, especially aspartic acidcomparison of enamel and dentin. *Journal of Forensic Science*, 37, 1061-1067. https://doi. org/10.1520/JFS13292J
- Ohtani, S. (1995). Estimation of age from the teeth on unidentified corpses using the amino acid racemization method with reference to actual cases. *The American Journal of Forensic Medicine and Pathology*, 16, 238-242. https://doi. org/10.1097/00000433-199509000-00010
- Ohtani, S., Ito, R., Yamamoto, T. (2003). Differences in the D/L aspartic acid ratios in dentin among different types of teeth from the same individual and estimated age. *International Journal of Legal Medicine*, 117, 149-152. https://doi. org/10.1007/s00414-003-0365-8
- Panera, J., Rubio-Jara, S., Sesé, C., Soto, E., Arnold, L.J., Duval, M., Demuro, M., Ortiz, J.E., Torres, T., Mercier, N., Barba, R., Yravedra J. (2014). The Middle Paleolithic site of Cuesta de la Bajada (Teruel, Spain): a perspective on the Acheulean and Middle Paleolithic technocomplexes in Europe. *Journal of Archaeological Science* 49, 556-571. https://doi. org/10.1016/J.JAS.2014.06.003.
- Panera, J., Torres, T., Pérez-González, A., Ortiz, J. E., Rubio-Jara, S., Uribelarrea del Val, D. (2011). Geocronología de la Terraza Compleja de Arganda en el valle del río Jarama (Madrid, España). *Estudios geológicos*, 67, 495-504. https:// doi.org/10.3989/egeol.40550.204
- Penkman, K. E. H., Kaufman, D. S., Maddy, D., Collins, M. J. (2008). Closed-system behaviour of the intra-crystalline fraction of amino acids in mollusc shells. *Quaternary Geochronology*,

3(1-2), 2-25. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2007.07.001

- Sancho C., Arenas, C., Vázquez-Urbez M. Pardo G. Lozano, M.V., Peña-Monné J.L. Hellstrom, J., Ortiz, J.E., Osácar, M.C. Auqué, L., Torres, T. 2015). Climatic implications of the Quaternary fluvial tufa record in the NE Iberian Peninsula over the last 500 ka. *Quaternary Research*, 84 398-414. https://doi.org/10.1016/j. yqres.2015.08.003
- Taylor, R.E., Bar-Yosef, O. (2014). Radiocarbon Dating: An Archaeological Perspective (2nd ed.). Routledge. https://doi.org/10.4324/9781315421216.
- Torres, T., Canoira, L., Cobo, R., Coello, F.J., García, P. García Cortés, A., Juliá, R., Llamas, J., Hoyos, M., Meyer, V. (1994). Aminoestratigrafía y aminozonación de los travertinos fluviales de Priego (Cuenca, España Central). *Geogaceta*, 16, 102-105.
- Torres, T. García-Alonso, P. Canoira, L. Llamas, J.F. (2000b). Aspartic Acid Racemization and Protein Preservation in the Dentine of European Bear Teeth in Perspectives in Amino Acids and Protein Geochemistry (Eds. G.A: Goodfriend, M.J. Collins, M.L. Fogel, S.A. Macko and J.F. Wehmiller) Oxford University Press N.Y. 349-355.
- Torres, T., García-Alonso, P., Canoira, L., Llamas, J.F., Ortiz, J.E. (2000a). Aminostratigraphy of two Pleistocene Marine Sequences from the Mediterranean Coast of Spain: Cabo de Huertas (Alicante) and Garrucha (Almería). In Perspectives in Amino Acids and Protein Geochemistry (Eds. G.A: Goodfriend, M.J. Collins, M.L. Fogel, S.A. Macko and J.F. Wehmiller) Oxford University Press N.Y. 263-278.
- Torres, T., Llamas, J. F., Canoira, L. García-Alonso, P., García-Cortés, A., Mansilla, H. (1997).
  Amino Chronology of the Lower Pleistocene deposits of Venta Micena (Orce, Granada, Andalousie, Spain). Organic Geochemistry, 26, 85-97. https://doi.org/10.1016/S0146-6380(96)00131-3
- Torres, T., Ortiz, J.E., Fernández, E., Arroyo-Pardo, E., Grün, R., Pérez-González, A. (2014a). Aspartic acid racemization as a dating tool for dentine: A reality. *Quaternary Geochronology*, 22, 43-56. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2014.02.004
- Torres, T., Ortiz, J.E., García de la Morena, M.A., Llamas, J.F., Goodfriend, G. 2005. Ostracodebased aminostratigraphy and aminochronology of a tufa system in central Spain. *Quaternary International*, 135, 21-33. https://doi. org/10.1016/j.quaint.2004.10.021

- Torres, T., Ortiz, J.E., Grün, R., Eggins, S., Valladas, H., Mercier, N., Tisnérat-Laborde, N., Juliá, R., Soler, V., Martínez, E., Sánchez-Moral, S., Cañaveras, J.C., Lario, J., Badal, E., Lalueza-Fox, C., Rosas, A., Santamaría, D., de la Rasilla, M., Fortea, J. (2010). Dating of the hominid (*Homo neanderthalensis*) remains accumulation from El Sidrón Cave (Piloña, Asturias, North Spain): an example of a multi-methodological approach to the dating of Upper Pleistocene sites. *Archaeometry*, 52, 680-705. http://dx.doi. org/10.1111/j.1475-4754.2009.00491.x
- Torres, T., Ortiz, J. E., Martín-Sánchez, D., Arribas, I., Moreno, L., Ballesteros, B., Blázquez, A., Domínguez, A., Rodríguez-Estrella, T. (2014b). The long Pleistocene record from the Pego-Oliva marshland (Alicante-Valencia, Spain). *Geological Society, London, Special Publications*, 388, 429-452. https://doi.org/10.1144/ SP388.2
- Torres, T., Ortiz, J. E., Sánchez-Palencia, Y. (2016). Amino acid epimerization dating between Aguas and Antas Rivers' mouths. *Comptes Rendus Geoscience*, 348(5), 398-407. https:// doi.org/10.1016/j.crte.2015.12.004
- Torres, T., Ramallo, S., Sánchez-Palencia, Y., Ros, M., Ortiz, J. E., Navarro, F., Cerezo, F., Rodríguez-Estrella, T., Manteca, I. (2018). Reconstructing human-landscape interactions in the ancient Mediterranean harbour of Cartagena (Spain). *The Holocene*, 28(6), 879-894. https:// doi.org/10.1177%2F0959683617752838
- Torres, T., Ortiz, J. E., Sánchez-Palencia, Y., Ros, M., Navarro, F., López-Cilla, I., Galán, L.A., Ramallo, S.F., Rodríguez-Estrella, T., Blázquez, A.

(2020b). The Pleistocene and Holocene records of the Mazarrón Basin (SE Spain). *Quaternary International, 566,* 256-270. https:// doi.org/10.1016/j.quaint.2020.03.019

- Torres, T., Valle, M., Ortiz, J. E., Soler, V., Araujo, R., Rivas, M.R., Delgado, A., Julià, R., Sanchez-Palencia, Y. (2020a). 800 ka of Palaeoenvironmental changes in the Southwestern Mediterranean realm. *Journal of Iberian Geology*, 46(2), 117-144. https://doi.org/10.1007/ s41513-020-00123-2
- Wehmiller, J. F. (1984). Relative and absolute dating of Quaternary mollusks with amino acid racemization: Evaluation, applications and questions. In *Developments in Palaeontology and Stratigraphy* (Vol. 7, pp. 171-193). https:// doi.org/10.1016/S0920-5446(08)70071-2
- West, G., Kaufman, D.S., Muschitiello, F., Forwick, M., Matthiansen, J., Wollenburg, J., O'Regan, M. (2019). Amino acid racemization in Quaternary foraminifera from the Yermak Plateau, Arctic Ocean. *Geochronology*, 1, 53-67. https://doi.org/10.5194/gchron-1-53-2019
- Yanes, Y., Kowalewski, M., Ortiz, J.E., Castillo, C., Torres, T., de la Nuez, J. (2007). Scale and structure of time-averaging (age mixing) in terrestrial gastropod assemblages from Quaternary eolian deposits of the eastern Canary Islands. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, 251 (2), 283-299. https://doi. org/10.1016/j.palaeo.2007.04.002.

Recibido el 23 de mayo de 2022 Aceptado el 21 de septiembre de 2022



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

# La datación por Resonancia Paramagnética Electrónica de materiales cuaternarios

Electron Spin Resonance dating of Quaternary materials

Duval, M.<sup>(1)</sup>

(1) Programa de Geocronología y Geología, Centro Nacional de Investigación sobre la Evolución Humana (CENIEH). Paseo Sierra de Atapuerca, 3, 09002, Burgos, España. E-mail autor principal: mathieu.duval@cenieh.es

#### Resumen

Este trabajo pretende proporcionar una visión general del método de datación por Resonancia Paramagnética Electrónica (más conocido por su acrónimo ingles ESR procedente de *Electron Spin Resonance*), presentando sus principios básicos, su potencial y límites actuales. La ESR es un método paleodosimétrico, al igual que la luminiscencia. Se basa en la cuantificación de la dosis de radiación absorbida por la muestra a lo largo del tiempo debido a su exposición a la radiactividad natural. La ESR compensa una precisión menor respecto a otros métodos de referencia como el C<sup>14</sup>, Ar/Ar o U/Th, por una gran versatilidad de aplicación. Permite datar materiales muy diversos (p.ej., carbonatos, fosfatos, silicatos, sulfatos) como probablemente ningún otro método, aunque la datación de cuarzos y dientes fósiles son aplicaciones mucho más populares que las demás. Finalmente, además de su interés en geocronología, la técnica de ESR ha demostrado su utilidad en varios estudios del Cuaternario como en trabajos de termocronometria y paleotemperaturas, o para caracterizar cuarzos y determinar su origen.

**Palabras clave:** datación por Resonancia Paramagnética Electrónica; datación por Resonancia de Espín Electrónico; carbonatos, fosfatos, silicatos, sulfatos.

#### Abstract

This paper intends to provide an overview of the basic principles, potential and current limitations of the Electron Spin Resonance (ESR) dating method. Like Luminescence dating, ESR is a palaeodosimetric method based on the evaluation and quantification of the radiation dose absorbed by a sample resulting from its prolonged exposure to natural radioactivity. Despite a lower precision compared to other more established methods like <sup>14</sup>C, U-series or Ar/Ar, ESR offers an unbeatable versatility. It can date a wide range of materials (e.g., carbonates, phosphates, silicates or sulfates), although ESR dating of fossil teeth and quartz grains are

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



by far the most popular applications. Finally, beyond geochronology, ESR is also of special interest in other kinds of Quaternary studies rather focused on thermochronometry, palaeotemperature evaluation or sediment provenance, among others.

Key words: Electron Spin Resonance dating; carbonates; phosphates; silicates; sulfates.

#### 1. Introducción

Existe hoy en día una gran diversidad de métodos de datación numérica a disposición de los cuaternaristas, tal como bien ilustra este volumen especial de Cuaternario y Geomorfología. La mayoría de estos métodos se basa en el fenómeno de la radiactividad, midiendo el crecimiento y/o decaimiento de algunos elementos (métodos llamados 'radiométricos', como el radiocarbono (C14), uranio-plomo (U/Pb), uranio-torio (U/Th), argón-argón (Ar/Ar), los elementos cosmogénicos), o bien cuantificando sus efectos sobre la materia (métodos llamados 'paleodosimetricos', como la luminiscencia y la resonancia paramagnética electrónica). De precisión y exactitud variables, con procedimientos analíticos más o menos estandarizados, todos estos métodos permiten datar una gran variedad de materiales con cronologías cubriendo todo el Cuaternario, es decir los últimos 2,58 millones de años (Ma).

De hecho, esta diversidad de métodos numéricos se puede explicar sencillamente por el hecho de que no existe ningún método universal que pueda proporcionar dataciones precisas para cualquier tipo de muestra, en cualquier contexto sedimentario y para cualquier cronología. Al contrario, el uso de cualquier método de datación, incluso los más establecidos como el C14, U/Th o Ar/Ar, está por definición asociado a una serie de condicionantes intrínsecos que delimitan su aplicabilidad. Por esta razón, el desarrollo de otros métodos geocronológicos, quizás menos conocidos y menos estandarizados, como la resonancia paramagnética electrónica (o resonancia de espín electrónico (ESR)), la luminiscencia (entre otras técnicas: termoluminiscencia (TL), luminiscencia estimulada ópticamente (OSL)) o los nucleídos cosmogénicos (p.ej. Aluminio-Berilio), es esencial para ofrecer alternativas viables y poder proporcionar cronologías numéricas en una gran variedad de materiales y contextos sedimentarios cuaternarios.

Basado en el fenómeno de resonancia paramagnética electrónica inicialmente descrito por E. Zavoisky a mediados de los 1940, el método ESR se utilizó por primera vez como una herramienta de datación unos 30 años más tarde (Ikeya, 1975). Desde entonces, la técnica ha sido probada y desarrollada en una amplia gama de materiales, incluidos fosfatos, carbonatos y silicatos. Aunque menos conocido que otros métodos numéricos, la ESR ha demostrado su utilidad en una gran variedad de contextos y de aplicaciones en los campos de la geología, arqueología, evolución humana, paleosismología, o paleoclimatología, entre otros. Por último, la utilidad de la propia técnica ESR en estudios cuaternarios no se limita solo a la geocronología, sino que es una herramienta empleada también en una gran variedad de trabajos relacionados con la caracterización y procedencia de cuarzos, en termocronología o bien para ayudar a determinar el grado de combustión de materiales carbonizados.

Frente a la poca literatura científica en castellano sobre la datación ESR, y más generalmente sobre los métodos geocronológicos empleados en estudios del Cuaternario, el presente trabajo pretende contribuir a remediar esta falta presentando una visión general actualizada del potencial y límites del método, con énfasis especial en su comparación con otros métodos numéricos. Para ejemplos concretos y detallados de aplicación del método ESR en la Península Ibérica, el lector puede referirse a los trabajos previos de Duval *et al.* (2011) y Duval (2018), publicados también en castellano y muy complementarios del presente artículo.

#### 2. Método de datación

#### 2.1. Principios básicos

2.1.1. ¿Qué es la Resonancia Paramagnética Electrónica?

La Resonancia Paramagnética Electrónica, o Resonancia de Espín Electrónico (ESR), define a la vez un fenómeno físico y una técnica espectroscópica. La técnica permite medir el comportamiento magnético, y en particular el paramagnetismo, de los materiales. Concretamente, algunos materiales contienen especies minerales paramagnéticas que tienen la capacidad de producir una magnetización (de magnitud relativamente débil en comparación con los materiales ferromagnéticos) bajo el efecto de un campo magnético exterior. A nivel microscópico, el paramagnetismo está producido por la presencia de electrones o cargas atrapadas no apareadas dentro del material. La espectrometría de ESR consiste en medir la interacción entre una microonda de frecuencia fija y una muestra posicionada dentro un campo magnético variable creado por dos imanes (Fig. 1A). La aplicación del campo magnético genera una alineación de los momentos magnéticos de los electrones de manera paralela o antiparalela al campo externo, y distribuidos en dos niveles de energía distintos. El fenómeno de resonancia ocurre para un valor de campo magnético determinado, cuando la energía de la microonda corresponde a la diferencia entre los dos niveles energéticos anteriormente mencionados, generando la absorción de la microonda. El espectro ESR corresponde a la primera derivada de la señal de absorción. Par más información sobre la resonancia paramagnética electrónica como fenómeno y técnica espectroscópica, el lector puede referirse a Ikeya (1993).



Figura 1. Determinación de la dosis equivalente. A: Espectrómetro de Resonancia Paramagnética Electrónica, con zoom sobre la cavidad situada entre los dos imanes (marco rojo) y dentro de la cual se coloca la muestra por medir. B: ejemplos de señales ESR medidas en muestras de esmalte dental fósil. La intensidad de la señal crece con la dosis de radiación aplicada. C: Ejemplo de curva de crecimiento obtenido para una muestra de esmalte dental fósil. La dosis equivalente (D<sub>E</sub>) corresponde a la extrapolación de la función ajustada hasta una intensidad nula.

Figure 1. Determination of the equivalent dose. A: ESR spectrometer, with a zoom on the resonator (red frame). The sample to be measured is positioned within the resonator located between the two magnets. B: examples of radiation-induced ESR signals measured in fossil tooth enamel. The intensity of the signals increases with the radiation dose applied. C: Example of dose response curve obtained for one tooth enamel sample. The equivalent dose  $(D_{\rm g})$  value is determined by back extrapolation of the fitted curve to a null intensity.

# 2.1.2. Ecuación de edad

La ESR es un método de datación numérica de tipo paleodosimétrico, basado en la evaluación de los efectos de la radiactividad natural sobre los materiales a lo largo de los tiempos geológicos, de manera similar a los métodos centrados en los fenómenos de luminiscencia. Esos efectos se cuantifican en términos de dosis de radiación absorbida, es decir, una cantidad de energía absorbida por un determinado material debido a su exposición a las radiaciones ionizantes procedente de la radioactividad natural presente dentro del propio material y de su entorno más o menos inmediato. Estas radiaciones, principalmente partículas alfa y beta, y rayos gamma y cósmicos, tienen una profundidad de penetración en la materia muy variable, de aproximadamente unas decenas de micras para las alfas, un par de milímetros para las betas, hasta 30 cm para los gammas, y hasta más de 20 m para los cósmicos.

Como consecuencia de esta interacción, la muestra adquiere un comportamiento magnético llamado paramagnetismo. A nivel microscópico, esta interacción entre las radiaciones ionizantes y la materia genera la formación de electrones desapareados y otras cargas eléctricas (hueco) que guedan atrapados en la red cristalina del material. La presencia de estas cargas atrapadas da lugar a una señal que se puede medir mediante espectroscopia de ESR. La intensidad de dicha señal ESR es directamente proporcional al número de cargas atrapadas, y por tanto a la cantidad de dosis de radiación absorbida por la muestra a lo largo del tiempo. La magnitud de esta dosis depende (i) de la intensidad de la radiactividad natural presente en la propia muestra y su entorno, y (ii) de la duración de la exposición de la muestra a la radiactividad. Esta relación se puede convertir en la ecuación de edad ESR siguiente:

$$D_E = \int_0^T D(t) dt$$
 (1)

Donde  $D_{E}$  es la dosis equivalente (en Gray [Gy]), una estimación de la dosis total absor-

bida por la muestra durante el tiempo transcurrido entre la puesta a cero del reloj ESR (t=0) y el muestreo (hoy, t=T); D(t) es la tasa de dosis (generalmente en Gy/ka o  $\mu$ Gy/a), o dosis anual: es una estimación de la dosis absorbida por la muestra en un año. En muchos casos, la tasa de dosis es constante en el tiempo y la ecuación entonces puede simplificarse así:

$$T=\frac{D_E}{D}(2)$$

Donde T es la edad de ESR de la muestra, es decir, el tiempo de exposición de la muestra a radiactividad natural desde que la señal de ESR se estableció o reseteó por última vez. Se puede encontrar una presentación más detallada de los principios básicos del método en Ikeya (1993) y Grün (1989).

#### 2.1.3. Procesos de reseteo de la señal ESR

Cuatro eventos principales pueden llevar a poner a cero, o resetear parcialmente, el reloj ESR (ver detalles en lkeya, 1993, y Grün, 1989): (i) la disolución/(re)cristalización (o formación del mineral), (ii) el calor, (iii) el blanqueo óptico (exposición a la luz solar), y (iv) el estrés mecánico. Según el tipo de aplicación considerado y el material analizado, los eventos datados pueden ser muy diversos (ver ejemplos en la Tabla 1). Todos los materiales no están impactados de la misma manera, y con la misma amplitud, frente a estos procesos.

El proceso de formación de la muestra, su mineralización, es, en muchas ocasiones, el evento que se puede datar mediante ESR, pero no siempre. Por ejemplo, en el caso de los granos de cuarzo blanqueados ópticamente, se data su última exposición a la luz solar, y no su cristalización, que puede ser muy anterior según su origen e historia deposicional. En el caso de la datación de restos de organismos como moluscos, dientes, corales o foraminíferos, se suele considerar que su formación, muerte y depósito son contemporáneos a escala de tiempos geológicos y que la diferencia cronológica existente entre cada evento es insignificante respecto al tiempo transcurrido desde su depósito. Sin embargo, cualquier retrabajamiento posterior, o cambio en el contexto sedimentario, puede potencialmente sesgar la datación ESR (ver sección 3.3).

La exposición del material a una fuente de calor genera en todos los casos un reseteo de la señal ESR, aunque su magnitud depende de varios factores, como la temperatura y la duración de la exposición, o la estabilidad térmica de la señal ESR considerada. En algunos casos, este reseteo por calentamiento puede ser una oportunidad excelente para la aplicación del método ESR, como en el caso de la datación de sílex o sedimento quemado por la actividad antrópica (Tabla 1).

El blanqueo óptico es el proceso clave para la datación de los granos de cuarzo, cuya exposición a los rayos ultravioleta (radiación UV) puede llevar al reseteo de algunas señales ESR (Tissoux *et al.* 2007). Sin embargo, esta misma exposición genera también el efecto opuesto en otros materiales como el esmalte dental (Joannes-Boyau y Grün, 2010).

Por último, el estrés mecánico o la presión pueden también contribuir a resetear la señal ESR, a veces en combinación con el blanqueo óptico como en el caso del transporte de granos de cuarzo (Liu y Grün, 2011). Este proceso permite por ejemplo datar cuarzos asociados a movimientos de falla resultando de la actividad sísmica (Tabla 1).

# 2.1.4. Características de las muestras datadas

En ESR, la muestra es un dosímetro, es decir un material que tiene la capacidad de registrar y restituir la dosis de radiación absorbida a lo largo del tiempo. Por ello, para poder ser datado, un material tiene que presentar ciertas características dosimétricas (ver Grün, 2007), siendo la más importante que la señal ESR aumente de manera proporcional a la dosis absorbida. La señal debe tener también una estabilidad térmica al menos diez veces superior a la edad de la muestra que se quiere datar. Además, la estructura cristalina de la muestra no debe haber sufrido ningún proceso de modificación como por ejemplo recristalización, ya que puede llevar a un reseteo parcial o total de la señal ESR. También, la señal considerada no debe decrecer de manera anormal con el tiempo (fenómeno llamado *fading*). Por último, es esencial que la señal ESR no esté afectada por la preparación fisicoquímica de la muestra.

# 2.2. Procedimiento analítico

El proceso de datación por ESR consiste en una combinación de trabajos de campo y de laboratorio cuyo objetivo final es llegar a determinar dos parámetros principales: la dosis equivalente y la tasa de dosis (ver ecuaciones de edad 1 y 2). Empieza por la recogida de la muestra, preferiblemente in situ, y su contextualización, una fase esencial para una evaluación correcta de la tasa de dosis. La preparación de la muestra en el laboratorio tiene como objetivo extraer y limpiar el material que se va a datar mediante técnicas fisicoquímicas (p. ej., tamizado y ataques con ácidos en el caso del cuarzo; uso de una fresa de dentista para los dientes fósiles).

La dosis equivalente se obtiene mediante espectroscopia ESR (Fig. 1A), envejeciendo artificialmente las muestras a dosis de radiación crecientes para describir el comportamiento de la señal estudiada. Concretamente, se divide una muestra en varias alícuotas, irradiadas luego a dosis distintas (método aditivo) y medidas individualmente por espectroscopia ESR (Fig. 1B). En consecuencia, a cada alícuota corresponde una dosis de irradiación y una intensidad ESR. La representación gráfica de estos datos permite construir una curva de crecimiento (Fig. 1C). El ajuste de una función conocida a los puntos experimentales permite determinar por extrapolación la dosis de radiación absorbida por la muestra entre t=0 y hoy. Variaciones del procedimiento analítico se pueden basar en una alícuota única (single aliquot) sucesivamente irradiada y medida de manera repetida, o bien en el reseteo de la señal antes de su irradiación (método regenerativo).

Por otro lado, la tasa de dosis se obtiene por la evaluación de la cantidad de radiactividad dentro de la muestra y su entorno (Figura 2), midiendo principalmente la concentración en radioelementos como el uranio, torio y potasio. A partir de esta radiactividad, se calcula la dosis absorbida por la muestra tomando en cuenta diferentes factores de corrección y atenuación relacionados con la densidad del material, su geometría y espesor, o el agua contenida en la muestra como en su entorno (ver más detalles en Grün, 1989). Tradicionalmente, se divide la tasa de dosis total (D<sub>total</sub>) en varios componentes, según el origen de las radiaciones, o según el tipo de radiación considerado:

$$D_{total} = D_{interna} + D_{externa} = D_{\alpha} + D_{\beta} + D_{\gamma} + D_{cósmica}$$
(3)



Figura 2. Representación esquemática de los varios componentes involucrados en la irradiación natural de una muestra (un diente fósil en este caso) (modificado de Duval, 2014). La dosis absorbida por la muestra a lo largo del tiempo procede de los rayos gamma, partículas alfa y beta de los radioelementos presentes en la propia muestra y su entorno inmediato, al cual se suman las radiaciones cósmicas. Cada tipo de radiación tiene una profundidad de penetración en la materia distinta: unas decenas de micras para las partículas alfa, unos 2 mm para las partículas beta y aproximadamente 30 cm para los rayos gamma. La reconstitución de la tasa de dosis toma en cuenta las radiaciones ionizantes localizadas dentro de una esfera (en rojo) de 30 cm de radio (distancia estimada alcanzada por los rayos gamma en el sedimento) centrada la muestra.

Figure 2. Illustration of the various components involved in the natural irradiation of a sample (here, a fossil tooth): alpha and beta particles, together with gamma rays from the tooth itself and its surrounding sedimentary environment, and cosmic rays (modified from Duval, 2014). Each type of radiation has a specific penetration depth in matter: a few tens of micrometres for alpha particles, about 2mm for beta particles and about 30 cm for gamma rays. The reconstitution of the dose rate is carried out by considering all the ionising radiations within a sphere of ~30 cm-radius (= the penetration range of gamma rays in sediment) centred on the sample to be dated.

Donde  $D_{interna}$  y  $D_{externa}$  son las tasas de dosis interna y externa, que corresponden las dosis procedentes de la propia muestra y su entorno, incluyendo las radiaciones cósmicas.  $D_{\alpha'}$ ,  $D_{\beta'}$ ,  $D_{\gamma'}$ ,  $D_{cosmica}$  son los componentes derivados de las partículas alfa, beta y rayos gamma y cósmicos. La evaluación de la tasa de dosis se realiza mediante una combinación de mediciones in situ y de laboratorio utilizando una amplia gama de técnicas analíticas. Para más información sobre el procedimiento analítico, el lector se puede referir a Duval (2018).

Algunos materiales actúan como sistemas abiertos para los elementos de la serie de uranio. En otras palabras, el uranio puede entrar (incorporación) o salir (lixiviación) en cualquier momento. En este caso, la evolución de la tasa de dosis se hace más compleja, porque requiere modelizar la cinética de dicha incorporación mediante el análisis U/Th de la muestra (Grün *et al.*, 1988). Por eso, se suele hablar de método ESR-U/Th combinado en el caso de la datación de dientes fósiles, corales o moluscos por ejemplo (Grün, 1989).

Para conseguir información más concreta respecto al procedimiento analítico de datación, el lector puede referirse por ejemplo al trabajo realizado en el yacimiento paleolítico de Vallparadis (Duval *et al.*, 2011), en el cual se describen en detalle el proceso de datación de dientes fósiles y granos de cuarzo.

# 3. Puntos fuertes y límites del método

# 3.1. Materiales de interés

Sin duda, una de las principales ventajas del método ESR es su posible aplicación a una gran variedad de materiales, como probablemente ningún otro método numérico, dándole una cierta utilidad en una gran diversidad de campos de investigación cubriendo el Cuaternario (y más allá) como la arqueológica, paleoantropología, geomorfología, paleoclimatología u otras disciplinas de Ciencias de la Tierra. Concretamente, el método ESR permite datar carbonatos (p. ej., espeleotemas, estalagmita/estalactita, calcreta, travertinos, corales, foraminíferos, moluscos terrestres y marinos), fosfatos (p. ej., esmalte dental, apatito geológico), silicatos (p. ej., cuarzos, sílex, minerales arcillosos) o sulfatos (p.ej., yeso, barita). La tabla 1 presenta algunos ejemplos de estudios (con fiabilidad y precisión variable) publicados durante las últimas décadas, mientras los trabajos de síntesis de Ikeya (1993) y Grün (1989) permiten profundizar la cuestión. Dentro de este listado, la datación de dientes fósiles y granos de cuarzo son las aplicaciones más empleadas (Duval et al., 2020). Cada una tiene su especificidad: la primera se caracteriza por la necesidad de combinar datos U/Th y ESR para modelizar la incorporación del uranio en los tejidos dentales, mientras que la segunda se suele basar en el análisis de varias señales ESR asociadas a los centros Aluminio (Al) y Titanio (Ti-H y Ti-Li) dentro de una misma muestra (método de los centros múltiples). El lector encontrará más detalles e información específica sobre la metodología y el potencial de estas dos aplicaciones respectivamente en Duval (2015) y Rixhon et al. (2017).

### 3.2. Rango temporal de aplicación del método

De manera general, se suele considerar que el método ESR puede cubrir todo el Cuaternario, aunque en realidad este rango temporal puede variar según el material datado. Además, conviene diferenciar el rango óptimo de aplicación del rango máximo. Por ejemplo, la mayoría de las dataciones ESR de dientes fósiles cubren un rango entre 50 y 500 ka. En comparación, la datación ESR de cuarzos blanqueados ópticamente suele dar los resultados más fiables entre aproximadamente 50 y 300 ka para la señal Ti-H, y entre 200 ka y 2 Ma para las señales Ti-Li y Al.

El límite superior de aplicación del método depende principalmente: (i) de la capacidad de la muestra a registrar dosis de radiaciones muy débiles (o sea, la muestra deber tener una alta radiosensibilidad), y (ii) del límite

Material	Muestra datada	Ejemplo de aplicación (referencia)
Carbonato	Espeleotema	Datación de espeleotemas posicionados en la base del relleno sedimentario de la Cueva de Payre, Francia, proporcionando fechas máximas para las ocupaciones neandertales en la cueva (Valladas <i>et al.</i> , 2008).
	Calcreta	Datación de nódulos de calcreta procedente de la sección de Bala, Turquía (Küçükuysal <i>et al.</i> , 2011).
	Coral	Datación de terrazas marinas formadas por corales en Cuba, para poder reconstruir las variaciones del nivel del mar durante el Último Interglaciar (Schielein <i>et al.</i> , 2020).
	Foraminíferos	Datación de foraminíferos procedentes del sedimento del sondeo árctico PS1535 (Hoffmann <i>et al.,</i> 2001).
	Conchas de moluscos (terrestres y marinos)	Datación de terrazas marinas de la costa atlántica de Patagonia (Schellmann y Radtke, 2000).
		Reconstrucción del marco paleoambiental en el Norte de Eurasia durante el Pleistoceno superior (Molodkov <i>et al.,</i> 2020).
		Datación de conchas de moluscos terrestres asociadas a niveles de ocupación humana en la cueva Cueva de Treugolnaya (Rusia) (Molodkov <i>et al.</i> , 2001).
Fosfato	Dientes fósiles	Datación de dientes de équidos fósiles del yacimiento achelense de Ambrona, España (Falguères <i>et al.</i> , 2006).
		Datación de un diente de <i>Homo Antecessor</i> del nivel TD6 de Atapuerca Gran Dolina (Duval <i>et al.,</i> 2018).
	Apatito geológico	Datación de niveles de apatito procedente de procesos diagenéticos post-deposicionales en la cueva de Tabun, Israel (Rink <i>et al.</i> , 2003).
Silicatos	Granos de cuarzo (blanqueados ópticamente)	Datación de granos de cuarzo sedimentarios procedentes de las terrazas fluviales altas del Ebro (Parés <i>et al.</i> , 2021).
		Datación de granos de cuarzo sedimentarios asociados a actividad tectónica cuaternaria (Moreno <i>et al.</i> , 2021).
	Granos de cuarzo (reseteados por presión y calentamiento)	Datación de cuarzos de falla para la datación directa de la actividad tectónica (Buhay <i>et al.,</i> 1988).
	Canto de cuarcita y cuarzo sedimentario (quemados)	Datación de canto cuarcita y de cuarzo sedimentario quemados como resultado de la actividad antrópica en la localidad paleolítica de Menez Dregan, Francia (Monnier <i>et al.</i> , 1994).
	Sílex	Datación de sílex quemado de las localidades paleolíticas de Nahr Ibrahlm y Yabroud (Israel) (Porat y Schwarcz, 1991).
	Cuarzo	Datación de cerámica neolítica procedente de la localidad de Rohrbeck (Alemania) (Bartoll y Ikeya, 1997). El evento datado corresponde a la última calefacción de los minerales arcillosos durante realización de la cerámica.
	Caolinita	Datación de minerales arcillosos formados en sedimentos y paleosuelos asociados a la formación sedimentaria de Içá, Amazonia, Brasil (Allard <i>et al.</i> , 2020).
Sulfatos	Yeso	Datación de yeso procedente de los depósitos evaporíticos de la formación miocena de Ras Mala'ab, Egipto (Abdel-Monem <i>et al.</i> , 2010).
	Barita	Datación de barita procedentes de depósitos de súlfidos formados por actividades hidrotermales en los fondos oceánicos (Toyoda <i>et al.</i> , 2014).

Tabla 1. Ejemplos de aplicaciones geocronológicas recientes.Table 1. Examples of recent ESR dating application studies.

de detección y límite de cuantificación de los instrumentos de medición, y en particular del espectrómetro ESR. En el caso del esmalte dental, se pueden detectar dosis de radiación inferiores a 1mGy (IAEA, 2002), por lo cual el método de datación es potencialmente aplicable a dientes modernos. Este límite de detección es un poco más alto para otros materiales como carbonatos (~2 Gy) o granos de cuarzo (unas decenas de Gy), resultando en límites superiores en torno a 1-2 ka y 10-20 ka respectivamente (García-Vadillo *et al.*, 2021; Bassiakos, 2001).

En comparación, el límite inferior de aplicación del método depende sobre todo de la estabilidad térmica de la señal ESR analizada (ver sección 2.1.3.), aunque la saturación de la señal puede también interferir en el caso de tasas de dosis muy elevadas. También depende de si la muestras y su entorno presentan características adecuadas para su datación. Por ejemplo, la presencia de lixiviación del uranio en los dientes es un factor limitante para su datación (p.ej. Duval et al., 2012). Igualmente, cualquier cambio en el contexto sedimentario de la nuestra (retrabajamiento; modificaciones de las condiciones geoquímicas) impide su datación (ver sección 3.3.). Hay ejemplos de datación de dientes fósiles > 2 Ma en yacimientos arqueológicos de Suráfrica (Schwarcz et al., 1994; Herries et al. 2020), mientras Laurent et al. (1998) dataron cuarzos procedentes de depósitos miocenos del norte de Francia. En comparación, la datación ESR de espeleotemas de la Cueva del Vallonnet permitió alcanzar edades de hasta unos 1,4 Ma (Yokoyama et al., 1988).

# 3.3. Condicionantes inherentes al uso del método

Por definición, el uso de cualquier método de datación está delimitado por una serie de condicionantes intrínsecos, muchas veces implícitos, y por tanto desconocidos por las personas que no son especialistas del método en cuestión. En el caso del ESR, es importante tomar en cuenta lo siguiente:

- 1. A diferencia de muchos métodos radiométricos sensu stricto (p. ej., C14, U/Th, Ar/ Ar) para los cuales solo se necesita analizar la propia muestra para producir una datación, los métodos paleodosimétricos como la OSL, TL y ESR requieren información adicional sobre el entorno sedimentario inmediato de la muestra (típicamente. dentro de una esfera de unos 30 cm radio centrada en la muestra, correspondiendo a la profundidad de penetración aproximada de los rayos gamma en el sedimento) para garantizar una evaluación correcta de la tasa de dosis. En otras palabras, no se puede datar mediante ESR una muestra aislada, encontrada fuera de contexto. En el caso de que la información contextual sea limitada, o si el propio yacimiento/ afloramiento ya no es accesible, la incertidumbre asociada a la evaluación de la tasa de dosis puede ser significativa e impactar mucho la edad ESR calculada.
- 2. La D<sub>F</sub> representa una estimación de la dosis total de radiaciones absorbida por la muestra a lo largo del tiempo geológico. Esta estimación puede ser errónea o sesgada si la muestra se ha visto afectada por procesos que conducen (i) a un reseteo parcial o completo de la señal ESR (p. ej., disolución/recristalización, calor, blanqueo óptico, estrés mecánico), (ii) o al aumento de la señal ESR por exposición a una fuente de radiactiva. Estos procesos pueden suceder no solo durante la historia geológica de la muestra (p.ej. proceso de erosión que lleva a la exposición del cuarzo a la luz solar), sino también después de la recogida de la muestra (p. ej., exposición de un diente fósil a rayos X durante un análisis por microtomografía computarizada [µCT]; Duval y Martín-Francés, 2017), antes o durante la preparación de la muestra, e inducir a una sobrestimación o infravaloración de su edad ESR.
- La tasa de dosis se evalúa midiendo la radiactividad actual de la muestra y su entorno, y asumiendo que las condiciones actuales son representativas de la historia

pasada, es decir que han sido constantes a lo largo del tiempo, o que han evolucionado siguiendo una tendencia que se puede modelizar con precisión. De lo contrario, si no se detecta, cualquier modificación sustancial de la muestra o su entorno por procesos diagenéticos (p. ej., movilización reciente de uranio, sedimento retrabajado de niveles más antiguos, bioturbación) puede potencialmente introducir un sesgo significativo en la evaluación de la tasa de dosis y, por lo tanto, en la edad ESR calculada.

# 3.4. Fuentes de incertidumbre y precisión del método

El cálculo de edad ESR requiere la evaluación de varios parámetros para estimar con precisión los diferentes componentes de la tasa de dosis. Dependiendo de las características de la muestra (p.ej. tamaño, geometría, sistema abierto/cerrado para el U-238), hasta más de veinte parámetros pueden ser necesarios, incluyendo, entre otros, dosis equivalente, concentración en radioelementos y contenido en agua de la propia muestra y de su entorno, espesor/tamaño de la muestra antes y después de su preparación, posible deseguilibrio en la serie del U-238 (ver Grün, 1992). Además, el cálculo de la tasa de dosis cósmica requiere determinar la profundidad de la muestra, como la altitud y coordenadas del vacimiento/punto de muestreo. En resumen, cada parámetro tiene una incertidumbre individual que debe incluirse y propagarse en el cálculo de la edad ESR final. En consecuencia, el error asociado a la edad ESR (habitualmente reportado con un intervalo de confianza de  $1\sigma$ ) se suele situar entre 5 y 15 %.

Por último, teniendo en cuenta el número importante de variables que pueden influir en la edad ESR, cabe destacar que la recogida de la muestra en el campo y su contextualización constituye una fase crucial del procedimiento analítico. En este sentido, Moreno *et al.* (2017) y Richard *et al.* (2017) proporcionan unas pautas para realizar un muestreo óptimo para las dos aplicaciones más populares del método, la datación ESR de cuarzos y dientes fósiles, y evitar así añadir más incertidumbre al procedimiento analítico.

# 3.5. Comparación con otros métodos numéricos

Debido al número alto de parámetros involucrados en el cálculo de fecha (ver subsección anterior), los métodos paleodosimétricos como la ESR o la luminiscencia tienen por defecto una precisión significativamente menor en comparación con la de los métodos radiométricos (p.ej., Ar/Ar, C<sup>14</sup>, U/Th, U/Pb), que puede alcanzar <1 % a 2 $\sigma$ . Sin embargo, la precisión no puede ser el único argumento a la hora de seleccionar un método de datación numérico. Existen muchas situaciones en las que la ESR puede ser especialmente útil, y a veces el único candidato posible.

La aplicabilidad de un método de datación depende de varios factores, como la disponibilidad de materiales datables, el contexto sedimentario o bien la cronología de los depósitos v/o materiales asociados. El radiocarbono, el método numérico más conocido y estandarizado, es sin duda la opción preferida para datar una gran variedad de materiales, incluidos restos fósiles humanos, sobre aproximadamente los últimos 50 ka en zonas templadas. Sin embargo, existen también muchas zonas del globo, y en particular en zonas cálidas, donde el método es aplicable hasta solo unos miles de años debido a la pobre preservación de los restos fósiles (Wood et al., 2016). En este contexto, la ESR es probablemente el método más idóneo para tomar el relevo del radiocarbono y obtener una datación directa y finita de restos humanos, mientras que la mayoría de los métodos numéricos solo pueden proporcionar una datación indirecta a partir de los depósitos o materiales asociados a los fósiles. El método U/Th como U/Pb puede proporcionar dataciones numéricas de alta precisión y resolución en restos fósiles (p.ej. Groucutt et al., 2018; Balter et al., 2008), pero estos resultados suelen ser por defecto fechas mínimas. Esto se debe a que el método data la incorporación del uranio en los huesos y dientes fósiles. Como son sistemas abiertos (al contrario que los carbonatos kársticos por ejemplo), esta incorporación es como mínimo contemporánea (a escala de tiempos geológicos) a la muerte del organismo, o posterior. En consecuencia, la edad real del resto fósil sería similar o mayor a la datación U/Th o U/ Pb obtenida. Sin embargo, la combinación del U/Th con la ESR permite estimar la edad de los dientes fósiles (Grün, 2009). Desde los inicios de los años 1980, el método se aplica básicamente sobre esmalte dental, principalmente de grandes mamíferos, siguiendo un procedimiento relativamente destructivo basado en análisis U/Th en solución y análisis ESR de esmalte pulverizado (en polvo). Sin embargo, desde mediados de la década de 2000, los desarrollos tecnológicos y avances metodológicos han permitido reducir de manera significativa el aspecto destructivo del método, usando una combinación de análisis U/Th por espectrometría de masa acoplado a un sistema de ablación laser (LA-ICP-MS) con análisis ESR de fragmentos de esmalte, abriendo así la posibilidad de fechar muestras muy valiosas, como los dientes humanos, causando un daño mínimo al material fósil (Grün, 2020). De hecho, la ESR se ha convertido en una herramienta muy popular en la última década para datar los numerosos fósiles humanos del Pleistoceno inferior y medio encontrados en varios continentes, como Homo naledi (Dirks et al., 2017), Homo antecessor (Duval et al., 2018), o los restos de Homo sapiens antiguo de Jebel Irhoud en Marruecos (Richter et al., 2017) y Misliya en Israel (Hershkovitz et al., 2018), entre otros ejemplos.

Aunque inicialmente la ESR fuera utilizado como herramienta geocronológica para datar carbonatos kársticos (Ikeya, 1975), este tipo de aplicación se abandonó rápidamente frente al desarrollo del método U/Th durante las siguientes décadas. En particular, el U/Th ofrece resultados más rápidos y precisos que la ESR, y se ha convertido en la mejor opción para datar formaciones carbonatadas de menos de 500 ka. Para depósitos más antiguos, el método de datación U/Pb puede tomar el relevo si las condiciones lo permiten. Los resultados obtenidos en la Cuna de la Humanidad en Suráfrica, ilustran perfectamente el potencial del U/Pb para datar formaciones de > 1 Ma (Pickering et al., 2019). Sin embargo, otros intentos realizados en los espelotemas de Atapuerca no llegaron a ningún resultado, debido a las débiles concentraciones de uranio y plomo medidas en las muestras (Parés et al., 2018). En este caso concreto, la ESR puede potencialmente convertirse en una interesante opción alternativa, ya que una baja concentración en uranio no solo simplifica la evaluación de la tasa de dosis (dominada por el componente gamma), sino que también permite evitar la saturación de la señal ESR para dosis de radiación altas. En el caso del vacimiento de Atapuerca Gran Dolina, la datación de estos espeleotemas situados a techo de las unidades estratigráficas inferiores TD1 y TD2 permitiría refinar el marco cronológico de los depósitos en la base de la secuencia sedimentaria, y datar con más precisión la apertura de la cueva y el inicio de las ocupaciones humanas asociadas (Duval et al., 2022). Recientemente, un estudio ESR preliminar investigó el potencial de estas muestras para su futura datación (Portugal Gómez, 2021).

En los últimos 10 años, la ESR sobre granos de cuarzo se ha convertido en una herramienta muy popular para datar terrazas fluviales de varias cuencas de la Península Ibérica como las del Ebro (Duval et al., 2015; Parés et al., 2021), Duero (Moreno et al., 2012) o Tajo (Rosina et al., 2014; Gouveia et al., 2020), así como depósitos fluviales o kársticos asociados con evidencia de presencia humana, en Porto Maior y Arbo, Galicia (Méndez-Quintas et al., 2018, 2019), Cuesta de la Bajada, Teruel (Duval et al., 2017) y Atapuerca Gran Dolina, Burgos (Moreno et al., 2015, Duval et al., 2022). Este interés reciente se debe a un conjunto de factores, empezando por el establecimiento de un laboratorio de datación ESR en el CENIEH, inaugurado en 2009, el único de este tipo en España y uno de los pocos en el mundo (Duval et al., 2020). Una serie de mejoras metodológicas han contribuido a aumentar su fiabilidad y precisión, en particular la utilización sistemática del método de los centros múltiples y la aplicación combinada del ESR con la luminiscencia. Ambos métodos se basan en el mismo material (cuarzo), comparten varias fases del procedimiento analítico (muestreo, preparación de la muestra, evaluación de la tasa de dosis) y datan el mismo evento: la última exposición del sedimento a la luz solar. Los procedimientos estándares utilizados en la datación por luminiscencia suelen permitir alcanzar cronologías de < 500 ka, aunque avances metodológicos mostraron que el método puede datar muestras más antiguas, como lo ilustran los resultados obtenidos en Atapuerca Gran Dolina y Sima del Elefante (Arnold et al., 2015; Duval et al., 2022). En comparación, las señales de ESR en el cuarzo muestran niveles de saturación de radiación más altos que las señales de luminiscencia, por lo que generalmente se considera que la ESR es más adecuada que los procedimientos OSL estandares para datar depósitos del Pleistoceno inferior a medio. El uso combinado de ambos métodos en un lugar determinado permite comparar resultados obtenidos por vías semi-independientes y construir un marco cronoestratigráfico robusto para una sección o un vacimiento determinado. En este sentido, los trabajos en Porto Maior (Galicia) (Méndez-Quintas et al., 2018) y en Cuesta de la Bajada (Teruel) (Duval et al., 2017) son dos ejemplos que permiten hacerse una idea del potencial del método ESR aplicado a granos de cuarzo. Ambos trabajos muestran dataciones por luminiscencia y por ESR mediante los centros Ti en perfecto acuerdo entre 200 y 400 ka. La complementariedad de estos métodos permite también datar secuencias enteras de terrazas fluviales en una zona, utilizando la luminiscencia como método de base y la ESR como complemento para depósitos fuera de su alcance cronológico (p.ej., Cordier et al., 2012) o con señal OSL saturada (del Val et al., 2019).

Dada la amplia gama de materiales que se pueden datar mediante ESR (Tabla 1), el método se puede utilizar potencialmente en casi cualquier ambiente deposicional cuaternario (Falguères, 2003). Esto contrasta con la mayoría de los métodos de datación numérica, que suelen estar limitados a contextos más específicos. La ESR es especialmente útil para datar fósiles pleistocenos fuera del rango de aplicabilidad del radiocarbono, o sedimentos del Pleistoceno inferior y medio ubicados en ambientes no volcánicos o no kársticos, lo que excluye el uso de métodos como Ar/Ar, U/Th o U/Pb y Luminiscencia. Además, en contextos donde las condiciones no son las adecuadas para el uso del método de datación basado en los elementos cosmogenicos (p. ej., no hay suficiente contenido de cuarzo en el sedimento; cobertera sedimentaria muy poco potente), la ESR se convierte en el único método de datación numérica disponible para fechar un yacimiento o afloramiento determinado. Esta situación se encuentra frecuentemente en el caso de la datación de vacimientos argueológicos o de depósitos fluviales en el margen norte y sur del Mediterráneo occidental (p.ej. Duval et al., 2012; Sahnouni et al 2018).

# 5. Resumen y Conclusiones

En resumen, la ESR es un método de datación numérica muy versátil, que permite datar directamente fósiles (al igual que el radiocarbono), granos de cuarzo (como por la luminiscencia y por los elementos cosmogenicos), y carbonatos (como por el U/Th o U/Pb), lo que le hace aplicable en casi cualquier ambiente sedimentario de los últimos 2,58 Ma. Aunque la ESR alcanza un nivel de precisión significativamente más bajo que otros métodos más utilizados y estandarizados, en muchas situaciones es uno de los pocos, si no el único, método que se puede emplear en un sitio/ afloramiento determinado. La ESR permite potencialmente datar una gran variedad de materiales como carbonatos, fosfatos, silicatos o sulfatos, y la datación de cuarzos y dientes fósiles son las aplicaciones más frecuentes del método. Esta gran versatilidad le convierte en un método muy popular en investigaciones en los campos de la evolución humana, arqueología y geomorfología, aunque demostró también su utilidad en estudios de paleoclimatología o paleosismología.

Por fin, más allá de su potencial como herramienta geocronológica, la técnica de espectrometría ESR presenta también especial interés en una gran variedad de estudios relacionados con el periodo Cuaternario. Por ejemplo, puede contribuir a caracterizar y diferenciar varios tipos de cuarzos (p.ej., Duttine et al. 2002), lo que resulta muy útil para determinar el origen del sedimento (Dave et al., 2022). Un estudio reciente demostró también el potencial de la ESR en termocronometria, para determinar la cinética de enfriamiento de una roca y cuantificar procesos de exhumación (King et al., 2020). Otro ejemplo, la ESR puede avudar a evaluar temperatura de combustión de materiales arqueológicos, como la madera (Triantafyllou et al., 2010) o huesos (Walker et al., 2016).

# Agradecimientos

MD disfruta de una ayuda Ramón y Cajal RYC2018-025221-I financiada por MCIN/AEI/ 10.13039/501100011033 y por "FSE Invierte en tu futuro". El autor quiere dar las gracias a los revisores y al editor por ayudar a mejorar de manera significativa el contenido y la forma del manuscrito.

# Bibliografía

- Abdel-Monem, A.A., Abdel-Razek, Y.A., Hassan, G.M., Eissa, H.M., Rasheed, N.M., Morsy, M. (2010). ESR studies and dating of Egyptian gypsum at Ras Mala'ab, Sinai, Egypt. *Radiation Effects and Defects in Solids*, 165 (1), 39-45. https://doi. org/10.1080/10420150903410292
- Allard, T., Pereira, L., Mathian, M., Balan, E., Taitson Bueno, G., Falguères, C., do Nascimento, N.R. (2020). Dating kaolinite from the Neogene Içá Formation and overlying laterites, central Amazonia, Brazil: Constraints for a stratigraphic correlation. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 554, 109818. https://doi.org/10.1016/j.palaeo.2020.109818

- Arnold, L.J., Demuro, M., Parés, J.M., Pérez-González, A., Arsuaga, J.L., Bermúdez de Castro, J.M., Carbonell, E. (2015). Evaluating the suitability of extended-range luminescence dating techniques over early and Middle Pleistocene timescales: Published datasets and case studies from Atapuerca, Spain. Quaternary International, 389, 167-190. https://doi. org/10.1016/j.quaint.2014.08.010
- Balter, V., Blichert-Toft, J., Braga, J., Telouk, P., Thackeray, F., Albarède, F. (2008). U–Pb dating of fossil enamel from the Swartkrans Pleistocene hominid site, South Africa. *Earth and Planetary Science Letters*, 267 (1–2), 236-246. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2007.11.039
- Bartoll, J., Ikeya, M. (1997). ESR dating of pottery: a trial. *Applied Radiation and Isotopes*, 48 (7), 981-984. https://doi.org/10.1016/S0969-8043(96)00326-0
- Bassiakos, Y. (2001). Assessment of the lower ESR dating range in Greek speleothems. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 247 (3), 629–633. https://doi. org/10.1023/A:1010619602515
- Buhay, W.M., Schwarcz, H.P., Grün, R. (1988).
  ESR dating of fault gouge: The effect of grain size. *Quaternary Science Reviews*, 7 (3), 515-522. https://doi.org/10.1016/0277-3791(88)90055-8
- Cordier, S., Harmand, D., Lauer, T., Voinchet, P., Bahain, J.-J., Frechen, M. (2012). Geochronological reconstruction of the Pleistocene evolution of the Sarre valley (France and Germany) using OSL and ESR dating techniques. *Geomorphology*, 165–166 (0), 91-106. https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2011.12.038
- Dave, A. K., Timar-Gabor, A., Kabacińska, Z., Scardia, G., Safaraliev, N., Nigmatova, S., Fitzsimmons, K. E. (2022). A novel proxy for tracking the provenance of dust based on paired E1'-peroxy paramagnetic defect centers in fine-grained quartz. *Geophysical Research Letters*, 49, e2021GL095007. https://doi. org/10.1029/2021GL095007
- del Val, M., Duval, M., Medialdea, A., Bateman, M., Moreno, D., Arriolabengoa, M., Aranburu, A., Iriarte, E. (2019). First chronostratigraphic framework of fluvial valleys in the eastern Cantabrian margin of the Iberian Peninsula (Bay of Biscay, Spain). *Quaternary Geochronology*, 49, 108-114. https://doi.org/10.1016/j. quageo.2018.07.001
- Dirks, P.H.G.M., Roberts, E.M., Hilbert-Wolf, H., Kramers, J.D., Hawks, J., Dosseto, A., Duval, M., Elliott, M., Evans, M., Grün, R., Hellstrom,

J., Herries, A.I.R., Joannes-Boyau, R., Makhubela, T.V., Placzek, C.J., Robbins, J., Spandler, C., Wiersma, J., Woodhead, J., Berger, L.R. (2017). The age of Homo naledi and associated sediments in the Rising Star Cave, South Africa. *eLife*, 6:e24231. https://doi.org/10.21701/bolgeomin.129.1.002

- Duttine, M., Villeneuve, G., Bechtel, F., Demazeau, G. (2002). Caractérisation par résonance paramagnétique électronique (RPE) de quartz naturels issus de différentes sources. *Comptes Rendus Geoscience*, 334 (13), 949-955. https:// doi.org/10.1016/S1631-0713(02)01845-X
- Duval, M. (2014). Dating fossil teeth by Electron Paramagnetic Resonance: how is that possible? *Spectroscopy Europe*, 26 (1), 6-13. https://doi. org/10.1007/978-94-007-6326-5\_71-1
- Duval, M. (2015). Electron Spin Resonance Dating of fossil tooth enamel. En: *Encyclopedia of Scientific Dating Methods*, in (W.J. Rink, J.W. Thompson, eds.), Springer Netherlands, 239-246. https://doi.org/10.1007/978-94-007-6304-3 71
- Duval, M. (2018). Sobre el potencial de la Resonancia Paramagnética Electrónica como herramienta geocronologica en contexto geoarqueológico: un resumen de 30 años de investigación en la Península Ibérica. *Boletín Geológico y Minero*, 129 (1-2), 35-57. https:// doi.org/10.21701/bolgeomin.129.1.002
- Duval, M., Martín-Francés, L. (2017). Quantifying the impact of μCT-scanning of human fossil teeth on ESR age results. *American Journal* of *Physical Anthropology*, 163 (1), 205-212. https://doi.org/10.1002/ajpa.23180
- Duval, M., Moreno, D., Shao, Q., Voinchet, P., Falguères, C., Bahain, J.-J., Garcia, T., Garcia, J., Martinez, K. (2011). Datación por ESR del yacimiento arqueológico del Pleistoceno inferior de Vallparadís (Terrassa, Cataluña, España). *Trabajos de Prehistoria*, 68, 7-23. https://doi. org/10.3989/tp.2011.11056
- Duval, M., Falguères, C., Bahain, J.-J., Grün, R., Shao, Q., Aubert, M., Dolo, J.-M., Agusti, J., Martínez-Navarro, B., Palmqvist, P., Toro-Moyano, I. (2012). On the limits of using combined U-series/ESR method to date fossil teeth from two Early Pleistocene archaeological sites of the Orce area (Guadix-Baza basin, Spain). Quaternary Research, 77 (3), 482-491. https://doi.org/10.1016/j.yqres.2012.01.003
- Duval, M., Sancho, C., Calle, M., Guilarte, V., Peña-Monné, J.L. (2015). On the interest of using the Multiple Center approach in ESR dating of optically bleached quartz grains: some exam-

ples from the Early Pleistocene terraces of the Alcanadre River (Ebro basin, Spain). *Quaternary Geochronology*, 29, 58-69. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2015.06.006

- Duval, M., Arnold, L.J., Guilarte, V., Demuro, M, Santonja, M., Pérez-González, A. (2017). Electron Spin Resonance dating of optically bleached quartz grains from the Middle Palaeolithic site of Cuesta de la Bajada (Spain) using the multiple centres approach. Quaternary Geochronology, 37, 82-96. https://doi. org/10.1016/j.quageo.2016.09.006
- Duval, M., Grün, R., Parés, J.M., Martín-Francés, L., Campaña, I., Rosell, J., Shao, Q., Arsuaga, J.L., Carbonell, E., Bermúdez de Castro, J.M. (2018). The first direct ESR dating of a hominin tooth from Atapuerca Gran Dolina TD-6 (Spain) supports the antiquity of *Homo* antecessor. Quaternary Geochronology, 47, 120-137. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2018.05.001
- Duval, M., Arnold, L.J., Rixhon G. (2020). Electron Spin Resonance Dating in Quaternary studies: evolution, recent advances and applications. *Quaternary International*, 556, 1-10. Guest Editorial. https://doi.org/10.1016/j. quaint.2020.07.044
- Duval M., Arnold L.J., Demuro M., Parés J.M., Campaña I., Carbonell E., Bermúdez de Castro J.M. (2022). New chronological constraints for the lowermost stratigraphic unit of Atapuerca Gran Dolina (Burgos, N Spain). Quaternary Geochronology, 71, 101292. https://doi.org/ 10.1016/j.quageo.2022.101292
- Falguères, C. (2003). ESR dating and the human evolution: contribution to the chronology of the earliest humans in Europe. *Quaternary Science Reviews*, 22 (10–13), 1345-1351. https://doi.org/10.1016/S0277-3791(03)00047-7
- Falguères, C., Bahain, J.-J., Pérez-González, A., Mercier, N., Santonja, M., Dolo, J.-M. (2006). The Lower Acheulian site of Ambrona, Soria (Spain): ages derived from a combined ESR/Useries model. *Journal of Archaeological Science* 33 (2), 149-157. https://doi.org/10.1016/j. jas.2005.07.006
- García-Vadillo, F.J., Duval, M., Canals-Salomó, A., Rodríguez-Álvarez, X.-P., Garcia-Garriga, J., Carbonell-Roura, E. (2021). Contexto cronoestratigráfico y cultural del conjunto lítico de Base Menacho (cuenca del río Guadiana, Badajoz, España): primeros resultados. *Cuaternario y Geomorfología* 35 (3-4), 147-173. https://doi.org/10.17735/cyg.v35i3-4.89904
- Gouveia, M.P., Cunha, P.P., Falguères, C., Voinchet, P., Martins, A.A., Bahain, J.-J., Pereira, A. (2020). Electron spin resonance dating of the culminant allostratigraphic unit of the Mondego and Lower Tejo Cenozoic basins (W Iberia), which predates fluvial incision into the basinfill sediments. *Global and Planetary Change*, 184, 103081. https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2019.103081
- Groucutt, H.S., Grün, R., Zalmout, I.S.A., Drake, N. A., Armitage, S. J., Candy, I., Clark-Wilson, R., Louys, J., Breeze, P.S., Duval, M., Buck, L.T., Kivell, T.L., Pomeroy, E., Stephens, N.B., Stock, J.T., Stewart, M., Price, G.J., Kinsley, L., Sung, W.W., Alsharekh, A., Al-Omari, A., Zahir, M., Memesh, A.M., Abdulshakoor, A.J., Al-Masari, A.M., Bahameem, A.A., Al Murayyi, K.M.S., Zahrani, B., Scerri, E.L.M., Petraglia, M.D. (2018). Homo sapiens in Arabia by 85,000 years ago. *Nature Ecology & Evolution*, 2, 800-809. https://doi.org/10.1038/s41559-018-0518-2
- Grün, R. (1989). Electron spin resonance (ESR) dating. *Quaternary International*, 1, 65-109. https://doi. org/10.1016/1040-6182(89)90010-4
- Grün, R. (1992). Suggestions for minimum requirements for reporting ESR age estimates. *Ancient TL*, 10(3): 37–41.
- Grün, R. (2007). Electron Spin Resonance Dating. En: Encyclopedia of Quaternary Science (S.A. Ellias, ed). Oxford, Elsevier, 1505-1516. https://doi.org/10.1016/B0-44-452747-8/00058-2
- Grün, R. (2009). The relevance of parametric U-uptake models in ESR age calculations. *Radiation Measurements*, 44 (5–6), 472-476. https:// doi.org/10.1016/j.radmeas.2009.02.011
- Grün, R. (2020). A very personal, 35 years long journey in ESR dating. *Quaternary International*, 556, 20–37. https://doi.org/10.1016/j. quaint.2018.11.038
- Grün, R., Schwarcz, H.P., Chadam, J. (1988). ESR dating of tooth enamel: Coupled correction for U-uptake and U-series disequilibrium. International Journal of Radiation Applications and Instrumentation. Part D. Nuclear Tracks and Radiation Measurements, 14 (1– 2), 237-241. https://doi.org/10.1016/1359-0189(88)90071-4
- Herries, A.I.R., Martin, J.M., Leece, A.B., Adams, J.W., Boschian, G., Joannes-Boyau, R., Edwards, T.R., Mallett, T., Massey, J., Murszewski, A., Neubauer, S., Pickering, R., Strait, D.S., Armstrong, B.J., Baker, S., Caruana, M.V., Denham, T., Hellstrom, J., Moggi-Cecchi, J., Mokobane, S., Penzo-Kajewski, P., Rovinsky,

D.S., Schwartz, G.T., Stammers, R.C., Wilson, C., Woodhead, J., Menter, C. (2020). Contemporaneity of *Australopithecus*, *Paranthropus*, and early *Homo erectus* in South Africa. *Science*, 368 (6486), eaaw7293. https://doi. org/10.1126/science.aaw7293

- Hershkovitz, I., Weber, G.W., Quam, R., Duval, M., Grün, R., Kinsley, L., Ayalon, A., Bar-Matthews, M., Valladas, H., Mercier, N., Arsuaga, J.L., Martinón-Torres, M., Bermúdez de Castro, J.M., Fornai, C., Martín-Francés, L., Sarig, R., May, H., Krenn, V.A., Slon, V., Rodríguez, L., García, R., Lorenzo, C., Carretero, J.M., Frumkin, A., Shahack-Gross, R., Bar-Yosef Mayer, D.E., Cui, Y., Wu, X., Peled, N., Groman-Yaroslavski, I., Weissbrod, L., Yeshurun, R., Tsatskin, A., Zaidner, Y., Weinstein-Evron, M. (2018). The Earliest Modern Human outside Africa. *Science*, 359, 456-459. https://doi. org/10.1126/science.aap8369
- Hoffmann, D., Woda, C., Strobl, C., Mangini, A. (2001). ESR-dating of the Arctic sediment core PS1535 dose-response and thermal behaviour of the CO2–-signal in foraminifera. *Quaternary Science Reviews*, 20 (5), 1009-1014. https:// doi.org/10.1016/S0277-3791(00)00059-7
- IAEA (2002). Use of the Electron Paramagnetic Resonance Dosimetry with Tooth Enamel for Retrospective Dose Assessment. IAEA-TEC-DOC-1331, International Atomic Energy Agency, Vienna, Austria, 57 pp.
- Ikeya, M. (1975). Dating a stalactite by electron paramagnetic resonance. *Nature*, 255 (5503), 48–50. https://doi.org/10.1038/255048a0
- Ikeya, M. (1993). New applications of electron spin resonance - dating, dosimetry and microscopy. World Scientific Publishing, 520 pp. https://doi.org/10.1142/1854
- Joannes-Boyau, R., Grün, R. (2010). Decomposition of UV induced ESR spectra in modern and fossil dental enamel fragments. *Ancient TL*, 28 (1), 23-34.
- King, G.E., Tsukamoto, S., Herman, F., Biswas, R.H., Sueoka, S., Tagami, T. (2020). Electron spin resonance (ESR) thermochronometry of the Hida range of the Japanese Alps: validation and future potential. *Geochronology*, 2 (1), 1-15. https://doi.org/10.5194/ gchron-2-1-2020
- Küçükuysal, C., Engin, B., Türkmenoğlu, A.G., Aydaş, C. (2011). ESR dating of calcrete nodules from Bala, Ankara (Turkey): Preliminary results. *Applied Radiation and Isotopes*, 69 (2), 492-499. https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2010.10.005

- Laurent, M., Falguères, C., Bahain, J.-J., Rousseau, L., Van Vliet Lanoé, B. (1998). ESR dating of quartz extracted from Quaternary and neogene sediments: Method, potential and actual limits. *Quaternary Geochronology*, 17 (11), 1057–1062. https://doi.org/10.1016/S0277-3791(97)00101-7
- Liu, C.-R., Grün, R. (2011). Fluvio-mechanical resetting of the Al and Ti centres in quartz. *Radiation Measurements*, 46 (10), 1038-1042. https:// doi.org/10.1016/j.radmeas.2011.06.076
- Méndez-Quintas E., Demuro M., Arnold L.J., Duval M., Pérez-González A., Santonja, M. (2019).
  Insights into the late stages of the Acheulean technocomplex of Western Iberia from the Arbo site (Galicia, Spain). *Journal of Archaeological Science: Reports*, 27, 101934. https:// doi.org/10.1016/j.jasrep.2019.101934
- Méndez-Quintas, E., Santonja, M., Pérez-González, A., Duval, M., Demuro, M., Arnold, L.J. (2018). First evidence of an extensive Acheulean large cutting tool accumulation in Europe from Porto Maior (Galicia, Spain). *Scientific Reports*, 8, 3082. https://doi.org /10.1038/ s41598-018-21320-1
- Molodkov, A. (2001). ESR dating evidence for early man at a Lower Palaeolithic cave-site in the Northern Caucasus as derived from terrestrial mollusc shells. *Quaternary Science Reviews*, 20 (5–9), 1051-1055. https://doi. org/10.1016/S0277-3791(00)00044-5
- Molodkov, A. (2020). The Late Pleistocene palaeoenvironmental evolution in Northern Eurasia through the prism of the mollusc shell-based ESR dating evidence. *Quaternary International*, 556, 180-197. https://doi.org/10.1016/j. quaint.2019.05.031
- Moreno, D., Falguères, C., Pérez-González, A., Duval, M., Voinchet, P., Benito-Calvo, A., Ortega, A.I., Bahain, J.-J., Sala, R., Carbonell, E., Bermúdez de Castro, J.M., Arsuaga, J.L. (2012).
  ESR chronology of alluvial deposits in the Arlanzón valley (Atapuerca, Spain): Contemporaneity with Atapuerca Gran Dolina site. *Quaternary Geochronology*, 10, 418-423. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2012.04.018
- Moreno, D., Falguères, C., Pérez-González, A., Voinchet, P., Ghaleb, B., Despriée, J., Bahain, J.-J., Sala, R., Carbonell, E., Bermúdez de Castro, J.M., Arsuaga, J.L. (2015). New radiometric dates on the lowest stratigraphical section (TD1 to TD6) of Gran Dolina site (Atapuerca, Spain). *Quaternary Geochronology*, 30: 535-540. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2015.05.007

- Moreno, D., Richard, M., Bahain, J.-J., Duval, M., Falguères, C., Tissoux, H., Voinchet, P. (2017). ESR dating of sedimentary quartz grains: some basic guidelines to ensure optimal sampling conditions. *Quaternaire*, 28 (2), 161-166. https://doi.org/10.4000/quaternaire.8008
- Moreno, D., Gutiérrez, F., del Val, M., Carbonel, D., Jiménez, F., Jesús Alonso, M., Martínez-Pillado, V., Guzmán, O., López, G.I., Martínez, D. (2021). A multi-method dating approach to reassess the geochronology of faulted Quaternary deposits in the central sector of the Iberian Chain (NE Spain). *Quaternary Geochronology*, 65, 101185. https://doi.org/10.1016/j. quageo.2021.101185
- Monnier, J.L., Hallégouët, B., Hinguant, S., Laurent, M., Auguste, P., Bahain, J.J., Falguères, C., Gebhardt, A., Marguerie, D., Molines, N., Morzadec, H., Yokoyama, Y. (1994). A new regional group of the Lower Palaeolithic in Brittany (France), recendy dated by Electron Spin Resonance. *Comptes Rendus de l'Académie des sciences de Paris*, 319, 155-160.
- Parés, J.M., Álvarez-Posada, C., Sier, M., Moreno, D., Duval, M., Woodhead, J., Ortega, A.I., Campaña, I., Rosell, J., Bermúdez de Castro, J.M., Carbonell, E. (2018). Chronology of the cave interior sediments at Gran Dolina archaeological site, Atapuerca (Spain). Quaternary Science Reviews, 186, 1-16. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2018.02.004
- Parés, J.M., Duval, M., Soria-Jáuregui, A., González-Amuchástegui, M.J. (2021). First Chronological Constraints for the High Terraces of the Upper Ebro Catchment. *Quaternary*, 4 (3), 25. https://doi.org/10.3390/quat4030025
- Pickering, R., Herries, A.I.R., Woodhead, J.D., Hellstrom, J.C., Green, H.E., Paul, B., Ritzman, T., Strait, D.S., Schoville, B.J., Hancox, P.J. (2019). U–Pb-dated flowstones restrict South African early hominin record to dry climate phases. *Nature*, 565 (7738), 226-229. https:// doi.org/10.1038/s41586-018-0711-0
- Porat, N., Schwarcz, H.P. (1991). Use of signal subtraction methods in ESR dating of burned flint. International Journal of Radiation Applications and Instrumentation. Part D. Nuclear Tracks and Radiation Measurements, 18(1– 2), 203-212. https://doi.org/10.1016/1359-0189(91)90114-W
- Portugal Gómez, P. (2021) Análisis petromagnético y ESR de los depósitos inferiores del yacimiento De Gran Dolina, Atapuerca. Tesis de Master, Universidad de Burgos, Spain. 25 pp.

- Richard, M., Moreno, D., Bahain, J.-J., Duval, M., Falguères, C. (2017). Electron Spin Resonance dating of fossil teeth: some basic guidelines to ensure optimal sampling. *Quaternaire*, 28 (2), 155-159. https://doi.org/10.4000/quaternaire.8003
- Richter, D., Grün, R., Joannes-Boyau, R., Steele, T.E., Amani, F., Rué, M., Fernandes, P., Raynal, J.-P., Geraads, D., Ben-Ncer, A., Hublin, J.-J., McPherron, S.P. (2017). The age of the hominin fossils from Jebel Irhoud, Morocco, and the origins of the Middle Stone Age. *Nature*, 546 (7657), 293-296. https://doi. org/10.1038/nature22335
- Rink, W.J., Bartoll, J., Goldberg, P., Ronen, A. (2003). ESR dating of archaeologically relevant authigenic terrestrial apatite veins from Tabun Cave, Israel. *Journal of Archaeological Science*, 30 (9), 1127-1138. https://doi. org/10.1016/S0305-4403(03)00011-6
- Rixhon, G., Briant, B., Cordier, S., Duval, M., Jones, A., Scholz, D. (2017). Revealing the pace of river landscape evolution at different timescales during the Quaternary: recent developments in numerical dating methods. *Quaternary Science Reviews*, 166, 91-113. https:// doi.org/10.1016/j.quascirev.2016.08.016
- Rosina, P., Voinchet, P., Bahain, J.-J., Cristovão, J., Falguères, C. (2014). Dating the onset of Lower Tagus River terrace formation using electron spin resonance. *Journal of Quaternary Science*, 29 (2), 153-162. https://doi. org/10.1002/jgs.2689
- Sahnouni, M., Parés, J.M., Duval, M., Cáceres, I., Harichane, Z., Van der Made, J., Pérez-González, A., Abdessadok, S., Kandi, N., Derradji, A., Medig, M., Boulaghraif, K., Semaw, S. (2018). 1.9-2.4 million-year-old artefacts and stone tool cutmarked bones from Ain Boucherit, Algeria. *Science*, 362 (6420), 1297-1301. https://doi.org/10.1126/science.aau0008
- Schwarcz, H.P., Grün, R., Tobias, P.V. (1994). ESR dating studies of the australopithecine site of Sterkfontein, South Africa. *Journal of Human Evolution*, 26 (3), 175-181. https://doi.org/10.1006/jhev.1994.1010
- Schielein, P., Burow, C., Pajon, J., Rojas Consuegra, R., Zhao, J.-x., Schellmann, G. (2020). ESR and U-Th dating results for Last Interglacial coral reef terraces at the northern coast of Cuba. *Quaternary International*, 556, 216-229. https://doi.org/10.1016/j.quaint.2019.11.041

- Tissoux, H., Falguères, C., Voinchet, P., Toyoda, S., Bahain, J.J., Despriée, J. (2007). Potential use of Ti-center in ESR dating of fluvial sediment. *Quaternary Geochronology*, 2 (1–4), 367-372. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2006.04.006
- Toyoda, S., Fujiwara, T. Uchida, A., Ishibashi, J.-i., Nakai, S., Takamasa, A. (2014). ESR dating of barite in sulphide deposits formed by the seafloor hydrothermal activities. *Radiation Protection Dosimetry*, 159 (1-4), 203-211. https:// doi.org/10.1093/rpd/ncu136
- Triantafyllou, M., Papachristodoulou, P., Pournou, A. (2010). Wet charred wood: a preliminary study of the material and its conservation treatments. *Journal of Archaeological Science*, 37 (9), 2277-2283. https://doi.org/10.1016/j. jas.2010.03.025
- Valladas, H., Mercier, N., Ayliffe, L.K., Falguères, C., Bahain, J.-J., Dolo, J.-M., Froget, Joron, J.-L., Masaoudi, H., Reyss, J.-L., Moncel, M.-H. (2008). Radiometric dates for the Middle Palaeolithic sequence of Payre (Ardèche, France). *Quaternary Geochronology*, 3 (4), 377-389. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2008.01.001
- Walker, M., Anesin, D., Angelucci, D., Avilés-Fernández, A., Berna, F., Buitrago-López, A., Skinner, A. (2016). Combustion at the late Early Pleistocene site of Cueva Negra del Estrecho del Río Quípar (Murcia, Spain). Antiquity, 90 (351), 571-589. https://doi.org/10.15184/ aqy.2016.91
- Wood, R., Duval, M., Thi Mai Huong, N., Anh Tuan, N., Bacon, A.M., Demetere, F., Duringer, P., Oxenhamg, M., Piperg, P. (2016). The effect of grain size on carbonate contaminant removal from tooth enamel: towards an improved pretreatment for radiocarbon dating. *Quaternary Geochronology*, 36, 174-187. https://doi. org/10.1016/j.quageo.2016.08.010
- Yokoyama, Y., Bibron, R., Falguères, C. (1988). Datation absolue des planchers stalagmitiques de la grotte du Vallonnet à Roquebrune-Cap-Martin (Alpes-Maritimes) France, par la Résonance de Spin Électronique (ESR). L'Anthropologie, 92 (2), 429–436.

*Recibido el 30 de junio de 2022 Aceptado el 11 de octubre de 2022* 



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

# Datación por luminiscencia: ópticamente estimulada (OSL) y termoluminiscencia (TL)

Luminescence dating: optically stimulated (OSL) and thermoluminescence (TL)

Medialdea, A.<sup>(1)</sup>; Rivera-Silva, J.<sup>(2)</sup>

 (1) Centro Nacional de Investigación sobre la Evolución Humana (CENIEH). Paseo Sierra de Atapuerca 3, 09002 Burgos, España. alicia.medialdea@cenieh.es
 (2) Servicio de Radioisótopos, Centro de Investigación, Tecnología e Innovación (CITIUS).

Universidad de Sevilla. Avenida Reina Mercedes, 4B, 41012, Sevilla, España.

#### Resumen

La datación por luminiscencia se ha convertido en los últimos años en uno de los métodos claves para establecer cronologías absolutas en el periodo del Cuaternario. La posibilidad de aplicarlo sobre granos de cuarzo y feldespato, abundantes en casi todos los ambientes sedimentarios y presentes en las piezas cerámicas, hace que sea uno de los métodos de datación más versátiles tanto en geología como arqueología. La luminiscencia ópticamente estimulada (OSL) y las variantes de esta técnica, así como la termoluminiscencia (TL) permiten datar el último momento en que estos granos minerales estuvieron expuestos a la luz solar o fueron sometidos a altas temperaturas antes de quedar depositados y enterrados. Los avances en la técnica han permitido aumentar la precisión, pudiendo estimar edades con un error menor al 10 %, cubriendo el periodo que va desde el presente a varios cientos de miles de años. Las dificultades que presentaba esta técnica en sus comienzos, como el blanqueamiento parcial o las diferencias en la señal luminiscente, son, hoy en día, información añadida a las dataciones estimadas. Este artículo pretende proporcionar la información necesaria para que los usuarios de esta técnica puedan aprovechar al máximo su potencial y les ayude en la interpretación de los resultados.

Palabras clave: luminiscencia ópticamente estimulada; OSL; datación; geocronología; tasa de dosis; cuarzo.

#### Abstract

Over the past years, luminescence dating has become one of the key methods to establish absolute chronologies for the Quaternary. It is applied on quartz and feldspar grains which are abundant in most sedimentary environments and are contained in pottery. This makes it one of the most versatile dating techniques for both, geology and archaeology. Optically Stimulated Luminescence (OSL) and related techniques as well

https://doi.org/10.17735/cyg.v36i3-4.96428

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



as thermoluminescence (TL) date the last moment that those mineral grains were exposed to daylight or to high temperature, before being deposited and buried. The latest advances in the technique have made it possible to increase the precision, leading to the estimation of ages with an uncertainty below 10%, and offering an age range that covers from the present to several hundred thousands of years. The difficulties that this technique used to have, are, nowadays, additional information to the estimated ages. This article aims to provide enough information for the users of luminescence dating to make the most of its potential and to help them in the interpretation of their results.

Key words: optically stimulated luminescence; OSL; dating; geochronology; dose rate; quartz.

#### 1. Introducción

La datación por luminiscencia es un método cronológico que permite datar de forma absoluta tanto eventos geológicos como restos arqueológicos. La edad estimada mediante esta técnica es el tiempo transcurrido desde que el material a estudio estuvo expuesto a la luz solar por última vez, antes de quedar enterrado. Lleva aplicándose varias décadas, pero ha sido principalmente en los últimos 20 años cuando, gracias a los avances desarrollados en la técnica, ha despuntado convirtiéndose en una de las técnicas de datación más utilizadas para el periodo del Cuaternario.

En sus inicios, la datación por luminiscencia se empezó aplicando para datar piezas cerámicas; en ese caso, la edad estimada es el tiempo transcurrido desde la cocción de la pieza ya que las altas temperaturas, al igual que la luz solar, blanguean la señal luminiscente, estableciendo así el instante cero. Posteriormente, la posibilidad de utilizar el momento de exposición a la luz solar como instante en el que se produce el blanqueo de la señal hizo que aumentara su aplicación para datar eventos geológicos. La termoluminscencia, que abrió el uso de estas técnicas para datación, ha sido prácticamente sustituida en la actualidad por el uso de la luminiscencia ópticamente estimulada ya que presenta mayor estabilidad en el tiempo y mayor sensibilidad de la respuesta luminiscente que permite mejorar la precisión en las edades estimadas.

Este artículo pretende dar una visión general de la datación por luminiscencia, aportando la información necesaria para que los usuarios de esta técnica puedan aprovechar el potencial que la técnica ofrece y facilitar la interpretación de resultados.

#### 2. Metodología

Algunos minerales, como el cuarzo y el feldespato, tienen la propiedad de almacenar en su estructura cristalina parte de la energía recibida de la radiación ionizante, alfa, beta y gamma, principalmente, presente en la naturaleza. Esa energía es transportada por los electrones que han guedado libres al ser arrancados de su órbita como consecuencia de la interacción de la radiación ionizante con el cristal (Fig. 1a). Los electrones libres quedan atrapados en defectos de la red cristalina (Fig. 1b). Cuanto más larga sea la exposición a la radiación ionizante, mayor número de electrones quedarán atrapados (Aitken 1985). Ante la exposición a luz o a temperaturas por encima de los 300 °C aproximadamente, los electrones atrapados caen a los centros de recombinación perdiendo energía en el proceso; esa energía liberada se emite en forma de luz denominada luminiscencia (Fig. 1c). La luz emitida es proporcional a la cantidad de electrones atrapados y, por tanto, a la cantidad de radiación ionizante recibida.

Cuando el mecanismo de estimulación que ha dado lugar a la emisión de luminiscencia es la exposición a altas temperaturas, como la que se produce durante la cocción de pie-



Figura 1. Diagrama de energía representando los procesos físicos que se dan en los granos de cuarzo al recibir radiación ionizante (a), almacenamiento de energía en forma de cargas altrapadas (b) y desexcitación de los electrones atrapados que caen a los centros de recombinación emitiendo luminiscencia cuando el cuarzo es estimulado con luz o calor. Representación basada en la versión de Aitken 1985. Figura editada por S. Morquillas Trascasa.

Figure 1. Energy level diagram illustrating the different physical processes that occur in quartz grains when receiving ionizing radiation (a), storing energy as trapped charge (b) release of electrons that fall to recombination centres and emit luminescence when stimulated with heat or light (c). Figure edited by S. Morquillas Trascasa.

zas cerámicas, la emisión luminiscente recibe el nombre de termoluminiscencia, TL. Cuando la fuente de estimulación es la luz visible, la emisión derivada se conoce con el nombre de luminiscencia ópticamente estimulada; OSL en su forma abreviada (Optically Stimulated Luminescence). La señal luminiscente de los granos de feldespato que se emplea para datación es la obtenida como respuesta a estimulación infrarroja y se conoce como IRSL (Infrared Stimulated Luminescence). La TL/OSL/IRSL se produce de forma natural cuando los granos minerales que han estado recibiendo dosis de radiación de su entorno quedan expuestos a la luz solar por procesos de manipulación, erosión o transporte. De cara a poder utilizar esa señal para determinar la dosis de radiación recibida, es necesario que la respuesta luminiscente se fuerce en un medio controlado en el que se pueda registrar.

Una vez que se produce la emisión luminiscente, ya sea de forma espontánea por exposición a la luz o a elevadas temperaturas durante la cocción de una pieza cerámica, la energía acumulada se elimina reseteando las trampas electrónicas y el consecuente blanqueo de la señal luminiscente. Se establece, entonces, el momento t=0 que permite emplear este método para datación. El tiempo datado por luminiscencia será el transcurrido desde la última vez que se produzco el blanqueo de la señal luminiscente (Bøtter-Jensen et al., 2003). La OSL, IRSL o TL medida será proporcional a la dosis de radiación recibida durante este periodo en el que el mineral a datar habrá estado enterrado y oculto a la luz visible y no expuesto tampoco a fuentes de calor por encima de los 300 °C.

Para relacionar esta dosis acumulada con el tiempo transcurrido es necesario saber a qué ritmo se ha recibido, es decir, la dosis recibida por unidad de tiempo, conocida como "tasa de dosis". Este concepto se desarrolla en el apartado 2.5 de este artículo. La edad, o tiempo transcurrido desde la última exposición de los minerales a la luz solar o a altas temperaturas vendrá dado por la relación:

$$Edad (a\tilde{n}os) = \frac{Dosis \ recibida \ (Gy)}{Tasa \ de \ dosis \ {\binom{Gy}{a\tilde{n}o}}}$$

donde la dosis recibida se expresa en Gray (Gy), siendo 1 Gy equivalente a 1 Julio de energía por kilogramo de materia y la tasa de dosis es la cantidad de radiación por unidad de tiempo y se expresa en Gray por años o kiloaños.

El rango de edades en el que es aplicable la datación por luminiscencia va desde prácticamente el presente (10-20 años) a varios cientos de miles de años. Este límite superior que se puede alcanzar depende de varios factores que se verán a lo largo de este trabajo, pero a grandes rasgos, el límite en el caso de la datación por OSL sobre cuarzo se encuentra en torno a los 300.000 años, y sobre feldespato, alrededor de los 500.000 años.

#### 2.1. Muestreo en campo y preparación de muestras

Dado que la edad que se estima con este método es la última vez que los granos minerales estuvieron expuestos a la luz solar por última vez, la condición imprescindible que se tiene que cumplir durante el muestreo es que el material a estudio no sea expuesto a la luz. El procedimiento más sencillo y más común para muestrear material sedimentario es extraer el sedimento utilizando un tubo opaco que se clavará por percusión en el nivel sedimentario de interés. El sedimento de cada extremo del tubo es descartado al abrir el tubo en el laboratorio, bajo condiciones controladas de luz; se utilizará para las medidas de luminiscencia únicamente el material de la parte central del tubo. Es necesario garantizar que el material dentro de tubo gueda bien sellado, impidiendo su movimiento dentro del tubo; esto podría derivar en que el material de los extremos, potencialmente expuesto a la luz, se mezcle con el material de la parte central.

# 2.1.1. Selección de la muestra óptima

Un factor fundamental en la datación por luminiscencia es que la muestra seleccionada se pueda relacionar unívocamente con el evento que se quiera datar. Esa condición va más allá de la técnica en sí, pero hay que ser conscientes de su implicación de cara a entender la información aportada por las dataciones.

En el caso de muestras sedimentarias, será necesario buscar material con una matriz lo más homogénea posible, entendiéndose por matriz el material que rodea la muestra en un radio de unos 30 cm, que es el alcance medio de la radiación gamma. Atendiendo a esta condición, no serán óptimas las muestras superficiales o aquellas que se encuentren a una profundidad menor a los 30 cm. Se evitarán también las zonas que hayan podido sufrir bioturbación, ya sea por la presencia de raíces o insectos, que han podido ocasionar el desplazamiento y mezcla de granos minerales de distintas capas sedimentarias (Fig. 2). De igual forma, se evitarán entornos claramente heterogéneos como áreas junto a grandes bloques (Fig. 2) en los que el material dentro del tubo de muestreo sea distinto al que lo rodeaba en su matriz original. El tamaño de grano óptimo para las medidas de luminiscencia es de entre 90 y 250 µm (arena). Se buscará material de ese tamaño.

De cara a dar robustez a las dataciones, será útil muestrear, no solo el nivel de interés sino también los niveles superior e inferior que permitan acotar las estimaciones de edad.

Además del material no expuesto, que se utilizará para la medida de luminiscencia, se debe tomar muestra del material representativo de la matriz que se utilizará para las medidas de concentración de radioisótopos (ver sección 2.5) y para estimar el contenido en humedad. Esa muestra deberá guardarse en una bolsa sellada para evitar la pérdida de humedad, pero no será necesario evitar su exposición a la luz.



Figura 2. Esquema de una sección de muestreo tipo, indicando las zonas más adecuadas para tomar las muestras. La radiación ionizante recibida por el sedimento proviene de la radiación cósmica y de la contribución de la radiación alfa, beta y gamma del entorno sedimentario, cada una con un alcance distinto. Figura editada por C. García Iglesias. Imagen SEM capturada por F.M. Varela Feria.

Figure 2. Diagram of a general sampling section, indicating the most suitable locations for sampling. Ionizing radiation received by the sediments comes from cosmic radiation and the contribution of alpha, beta and gamma from the sedimentary matrix; each one of which have a different range. Figure edited by C. García Iglesias. SEM image captured by F.M. Varela Feria. 2.1.2. Extracción de cuarzo y feldespato para la medida de luminiscencia

En el laboratorio, el sedimento será tratado siguiendo procedimientos estándar (Wintle, 1997) para extraer granos de cuarzo o feldespato. Generalmente se trabaja con granos gruesos, de tamaño 90 a 250 µm. Estos procedimientos incluyen el tratamiento con HCl y H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> para eliminar carbonatos y materia orgánica, respectivamente. Se emplea líquido denso para separar la fracción rica en cuarzo,  $\rho$ >2.62 g/cm<sup>3</sup>, de la fracción de feldespato potásico, p<2.58 g/cm<sup>3</sup> y descartar los minerales pesados p>2.72 g/cm<sup>3</sup>. La fracción rica en cuarzo se trata posteriormente con HF al 40%; este tratamiento elimina los posibles granos de feldespato que hayan quedado y además, pule la capa superficial de los granos de cuarzo, eliminando así la parte afectada por radiación alfa. Además de este tamaño de grano, también es posible trabajar con fracciones finas, 4 a 11 µm. En ese caso, no es posible hacer una separación por densidades por lo que hay que someter la fracción a un tratamiento prolongado de H<sub>2</sub>FSi<sub>6</sub> para eliminar los feldespatos y obtener granos de cuarzo de ese tamaño o también se puede trabajar con la fracción polimineral. Cada uno de los minerales (cuarzo y feldespato) y tamaño de grano (grueso o fino) tiene sus ventajas e inconvenientes que se verán a lo largo de este artículo.

#### 2.2. Dosis equivalente

La dosis de radiación recibida se conoce como "dosis equivalente", D<sub>e</sub> en su forma abreviada. Esta dosis, estimada en laboratorio, equivale a la dosis de radiación necesaria para generar la señal luminiscente derivada de la energía acumulada de forma natural. En el laboratorio, esta señal de OSL en cuarzo se obtiene forzando la emisión al estimular los granos de cuarzo con luz visible, verde o azul (565 y 470 nm, respectivamente) o con luz infrarroja (870 nm) en el caso del feldespato. La señal resultante, proporcional a la radiación recibida, tiene un pico de intensidad inicial que decae con el tiempo de estimulación (Fig. 3a). Para relacionar esa señal con la dosis acumulada, es necesario definir una curva de respuesta a la dosis. El método empleado para obtener esa curva ha ido evolucionando con los años, pasando de los protocolos que emplean varias alícuotas (i.e. sub-muestras de una muestra dada) para establecer cada punto de la curva, a los protocolos denominados "single aliquot" en los que se define una curva para cada alícuota medida. De estos últimos, el protocolo SAR (single aliquot regenerative dose) presentado en Murray y Wintle 2000, ha sido el protocolo más utilizado desde su publicación. Para ello, una vez medida la señal natural, y reseteada la señal luminiscente, la muestra se irradia de forma artificial con una dosis de radiación conocida. De la misma forma que se forzó la emisión de la luminiscencia correspondiente a la dosis recibida en la naturaleza, se estimula la muestra y se detecta la señal luminiscente correspondiente a la dosis artificial dada. Ese proceso se repite varias veces con distintos valores de dosis, resultando en una curva que relaciona la señal luminiscente con la dosis de radiación (Fig. 3b). Sobre ella se puede interpolar la señal natural y obtener así la dosis equivalente. La posibilidad de interpolar la señal natural permite mejorar la precisión de la dosis calculada frente a los métodos que emplean una extrapolación para calcular la D<sub>e</sub> (Duller, 2008).

#### 2.3. Control de calidad de la respuesta luminiscente

De cara a garantizar la adecuación del protocolo empleado para la estimación de la dosis equivalente, es necesario hacer comprobaciones que garanticen la fiabilidad de los resultados. El protocolo SAR incluye una serie de parámetros que permiten, entre otros factores, identificar y corregir posibles cambios en la sensibilidad de las muestras, causados por los consecutivos procesos de irradiación, calentamiento y estimulación empleados durante las medidas. Así mismo, en las medidas sobre cuarzo, se puede incluir un paso en la secuencia de medida para detectar posible contaminación con granos de feldespato (Duller, 2003). En este caso se aprovecha la característica de que los granos de feldespato emiten luminiscencia al ser estimulados con luz infrarroja (IR) pero no lo hacen los granos



Figura 3. (a) Curva de decaimiento de la señal de OSL mostrando la intensidad de la señal luminiscente en función del tiempo de estimulación. (b) Curva de respuesta a la dosis que muestra la relación entre la señal luminiscente normalizada y la dosis. Sobre ella se ha indicado la señal de OSL natural y la correspondiente dosis equivalente. Los círculos abiertos corresponden a los valores obtenidos a partir de irradiación artificial en el laboratorio.

Figure 3. OSL decay curve (left) showing the intensity of the OSL signal as a function of the stimulation time. Dose response curve (right) showing the relation between the normalized OSL signal and the dose. On that curve, the natural OSL signal and the corresponding equivalent dose are shown. Open icons indicate the values obtained from the artificial irradiation in the laboratory.

de cuarzo. La comparación de la OSL usando previamente estimulación IR y sin ella, permite identificar la presencia de feldespato en la fracción de cuarzo. Esta contaminación puede dar lugar a estimaciones erróneas de la edad y es, por tanto, importante identificarla.

Uno de los experimentos más relevantes de cara a evaluar la fiabilidad de la respuesta luminiscente es el test de recuperación de dosis (*dose recovery*). Se trata de someter las muestras a una dosis de radiación conocida y medir la respuesta luminiscente aplicando el mismo protocolo que se utilizará para medir la señal natural. Se considera que el protocolo es adecuado cuando es posible recuperar la dosis dada con un error menor al 10%. Para diferencias mayores entre la dosis dada y la dosis recuperada, será necesario evaluar el origen de la variación y su efecto en la estimación de la dosis natural.

En el caso de las medidas de IRSL sobre feldespato es necesario incluir además un análisis para evaluar el efecto del decaimiento anómalo (Wintle, 1973) y de la presencia de señal residual. El decaimiento anómalo es una de las limitaciones del uso de feldespato en datación. La señal acumulada decae con el tiempo, siendo significativo en la escala de tiempos natural (tiempo que el sedimento ha permanecido enterrado) pero no se observa en los tiempos que se manejan en el laboratorio. Por eso, es necesario hacer una valoración de ese decaimiento y corregir las edades estimadas, introduciendo en ese proceso una fuente de error significativa. Además, el cálculo de la tasa de dosis es más complicado para los granos de feldespato (ver sección 2.5).

#### 2.4. Distribuciones de dosis

Al extraer los granos de cuarzo o feldespato de una muestra concreta, sería de esperar que todos ellos hubieran recibido la misma dosis en la naturaleza y por tanto, todos respondieran con la misma señal luminiscente. Sin embargo, al medir varias alícuotas, ya sean granos individuales o alícuotas con varios granos, se observa inconsistencia en la respuesta (Durcan, 2021) causada tanto por factores intrínsecos como aquellos relacionados con la instrumentación o las características concretas de los granos minerales medidos, y factores extrínsecos como la heterogeneidad de la radiación en el entorno o el nivel de blanqueamiento de la señal luminiscente (Thomsen et al., 2005). De cara a poder estimar una D que verdaderamente corresponda al periodo que la muestra ha estado oculta a la luz, es necesario obtener una distribución de dosis representativa para lo que se medirán varias alícuotas de cada muestra. El número de alícuotas necesarias para obtener dicha población variará de unas muestras a otras y dependerá de la variabilidad observada entre ellas. Esa variabilidad se cuantifica a través del valor de sobredispersión (Galbraith et al... 1999) que generalmente se expresa como un porcentaje de la dosis total. Los valores de sobredispersión, OD, de una distribución normal suelen estar entre 10 y 25 %. Es común hacer una reducción de la población de dosis eliminando los outliers, utilizando criterios estándar como el rango intercuartil (Tukey, 1977). La sobredispersión de las distribuciones disminuve significativamente cuando se mide la fracción de grano fino (4-11 µm). En ese caso, las alícuotas contienen miles de granos que contribuyen en conjunto a la señal de luminiscencia detectada. La variabilidad entre ellas es casi despreciable y se puede reducir el error asociado a la D<sub>e</sub> significativamente aumentando la precisión de la datación.

Las distribuciones de dosis se representan gráficamente en histogramas y gráficos de abanico (Fig. 4a), gráficos radiales o mostrando la señal luminiscente en función de la dosis medida (Fig. 4b).

# 2.5. Tasa de dosis

Para determinar la tasa de dosis que los minerales de cuarzo o feldespato han recibido durante el tiempo que han permanecido enterrados, se debe considerar el efecto que han tenido la radiación cósmica, procedente



Figura 4. Distribución de dosis representada con gráfico de abanico e histograma (izquierda) y como relación entre la señal luminiscente y la dosis medida (derecha). Los iconos en cada gráfico corresponden a los valores individuales de dosis medidos a partir de su señal luminiscente y su incertidumbre asociada.

Figure 4. Dose distribution plotted as a abanico and histogram (left) and as a relation between the luminescence signal and the doses measured (right). The icons in each plot correspond to the individual doses estimated from their luminescence signal and their associated uncertainty.

del espacio exterior, y los tres tipos de radiaciones ionizantes presentes en la naturaleza (alfa, beta y gamma).

La radiación cósmica está formada por partículas subatómicas de alta energía (90% protones, 9% partículas alfa y 1% electrones libres) que viajan por el espacio a una velocidad cercana a la velocidad de la luz. El campo magnético de nuestro planeta nos protege contra esta radiación, y solo una pequeña fracción atraviesa la atmósfera. Aun así, se estima que, debido a la radiación cósmica, el ser humano recibe el 13% (0.39 mSv) de la dosis total promedio debida a la exposición a la radiación (3 mSv) (UNSCEAR, 2010). Una fracción de esta radiación también penetra en la superficie terrestre y disminuye rápidamente a medida que aumenta la profundidad, especialmente en los primeros 100 cm. En particular, el efecto que produce esta radiación sobre los minerales de cuarzo y feldespato es similar al de la radiación gamma que reciben de su entorno debido a la radiactividad natural, aunque ésta posee mayor energía.

Las radiaciones ionizantes de origen natural proceden de los distintos isótopos radiactivos que podemos encontrar en la naturaleza. Dependiendo de su esquema de desintegración, estos isótopos pueden emitir radiaciones alfa, beta y/o gamma. La radiación alfa está compuesta por partículas cargadas, formadas por dos protones y dos neutrones. Debido a su elevada carga relativa, es la radiación más ionizante de las tres, aunque su poder de penetración en la materia es el menor, siendo de tan solo algunas micras en el caso de los minerales de cuarzo y feldespato. Por eso, al pulir la capa externa de los granos de cuarzo usando HF, se elimina la parte afectada por radiación alfa, simplificando los cálculos de la tasa de dosis. Los principales emisores de esta radiación son los isótopos radiactivos de la cadena de desintegración del <sup>238</sup>U y <sup>232</sup>Th (Fig. 5).

La radiación beta está compuesta por partículas cargadas, electrones o positrones, que son emitidos por los núcleos de los isótopos radiactivos. Su carga relativa es menor que la de las partículas alfa y su poder de penetración es mayor, pudiendo recorrer varios milímetros en la estructura cristalina de cuarzos y feldespatos. La principal fuente de radiación de emisores beta en este entorno es el <sup>40</sup>K, isótopo radiactivo del potasio que se desintegra en un 89% en <sup>40</sup>Ca (estable) emitiendo partículas beta y en un 11% en <sup>40</sup>Ar (estable) emitiendo un neutrino y radiación gamma.

La radiación gamma es una radiación electromagnética, formada por fotones con distintas energías. Posee el poder de penetración en la materia, pudiendo alcanzar hasta los 30 cm en este contexto. Procede fundamentalmente de las cadenas de desintegración de los isótopos de U y Th y del <sup>40</sup>K (Fig. 5).



Figura 5. Cadenas de desintegración del <sup>238</sup>U (arriba) y del <sup>232</sup>Th (abajo) (IAEA, 2011). Figure 5. Decay chain of <sup>238</sup>U (top) y del <sup>232</sup>Th (bottom)

(IAEA, 2011).

#### 2.5.1. Medida de la radiación del entorno

Una vez identificados los isótopos radiactivos principales, debemos determinar la tasa de dosis de radiación que éstos suministran a los minerales de cuarzo o feldespato. Para ello, podemos optar por medir la radiación *in situ* o tomar muestras representativas y realizar medidas de concentración de actividad en el laboratorio.

En el primer caso, dependiendo de los niveles de actividad, se pueden utilizar detectores de radiación para realizar el recuento de los emisores alfa, beta y gamma. Es común el empleo de detectores gamma portátiles, en muchos casos de yoduro de sodio (Nal), que permiten realizar directamente un cálculo de dosis o bien obtener un espectro multielemental a partir del cual determinar las concentraciones de actividad de los isótopos radiactivos principales. En el caso de las mediciones en laboratorio, se utilizan varias técnicas analíticas para determinar las concentraciones de actividad de los isótopos de U, Th y de <sup>40</sup>K, entre las que podemos destacar la medida por ICP-MS y la espectrometría gamma de alta resolución. En esta última técnica se emplean detectores de germanio de alta pureza (detectores HPGe) refrigerados por nitrógeno líquido y rodeados por blindajes activos y pasivos (Fig. 6). Las concentraciones medidas por ICP-MS o detectores HPGe tienen mayor precisión que las medidas obtenidas con un detector portátil, sin embargo, este último permite detectar alteraciones en la matriz, no identificables a simple vista.

Para obtener la tasa de dosis a partir de las concentraciones medidas se aplican factores de conversión; los más recientes son los publicados en Guerin *et al.* (2011) y Liritzis *et al.* (2013).

Además de la radiación externa que reciben de igual forma los granos de cuarzo y feldespato, en el caso del feldespato, será necesario tener en cuenta también la contribución de la radiación interna derivada principalmente de la concentración de <sup>40</sup>K de los granos mismos.

La humedad es un factor que contribuye a atenuar la dosis de radiación que reciben los minerales de cuarzo o feldespato, ya que una parte de esta radiación es absorbida por las moléculas de agua presentes. Por ello, como parte del análisis, se realiza una estimación del contenido en agua de la muestra y se hace una valoración para calcular la atenuación de acuerdo al contenido en humedad representativo del periodo de enterramiento. En el cálculo de la dosis que reciben los minerales se tiene en cuenta la atenuación causada por esta humedad (Aitken, 1985; Aitken, 1998).

#### 2.5.2. Estimación de la radiación cósmica

La contribución de la radiación cósmica a la tasa de dosis total se calcula en función de la longitud, latitud, altitud, profundidad de en-



Figura 6. Espectro gamma de una muestra de sedimento obtenido a partir espectrometría gamma de alta resolución con detectores HPGe.

Figure 6. Gamma spectrum of a sedimentary sample derived from high resolution HPGe gamma spectrometers.

terramiento de la muestra en el suelo y de la densidad media del material que está sobre ella. Por ello, es necesario registrar los datos de geolocalización y profundidad durante el muestreo. Con esta información, se realiza una estimación de la contribución cósmica a la tasa de dosis, basada normalmente en la información publicada por Prescott y Hutton (1994).

#### 2.5.3. Cálculo de la tasa de dosis

Una vez obtenidos los datos de concentración de actividad de los isótopos de U, Th y <sup>40</sup>K (Fig. 6), la humedad de la muestra, la profundidad de enterramiento y la información de geolocalización, se procede a realizar el cálculo de la tasa de dosis total. En la actualidad, está muy extendido el uso de herramientas informáticas para llevar a cabo este cálculo, en el que va se consideran todos los factores de conversión comentados anteriormente. Entre estas herramientas, la más utilizada es la denominada Dose Rate and Age Calculator (DRAC; Durcan et al., 2015). DRAC es un programa basado en un entorno web desarrollado para calcular la tasa de dosis de radiación ambiental en aplicaciones de datación por

luminiscencia. El programa permite realizar cálculos de tasas de dosis precisos y reproducibles.

#### 2.6. Estimación de la edad

El cálculo de la edad pasa por hacer previamente una estimación de la dosis equivalente a partir de la distribución de dosis. Ese valor, junto con la tasa de dosis calculada (sección 2.5), darán la edad a partir de la relación presentada al principio de la sección 2. Existen diversos métodos para estimar la D<sub>a</sub> a partir de la población de dosis medida; lo más común es hacer una media ponderada dando mayor peso a los valores de dosis con menor incertidumbre asociada. El modelo de edad central, CAM (Central Age Model) propuesto en Galbraith et al., 1999 es el más utilizado. Junto con el valor de dosis, este modelo proporciona también el valor sobredispersión. Las edades se expresarán en años o kiloaños (ka del latín annum) contados desde el momento en que se toma la muestra y deja de recibir radiación ionizante de su entorno (Nota: en condiciones normales, una vez tomadas las muestras, éstas no estarán expuestas a ninguna fuente de radiación ionizante y la radiación cósmica recibida hasta el momento de la medida será despreciable). Las edades con esta técnica se calculan con 1-sigma (salvo que se especifique lo contrario). El término BP (Before Present) no se debe utilizar nunca para dar edades de luminiscencia ya que este término tiene un significado específico relevante únicamente para dataciones por radiocarbono.

#### 3. Límites de la técnica

#### 3.1. Blanqueamiento parcial

Valores de OD por encima del 30 % indican que hay algún factor extrínseco, como el blanqueamiento parcial o la heterogeneidad en la radiación beta en el entorno, que causa variaciones en la dosis recibida. El blanqueamiento parcial o incompleto se da cuando los granos minerales no han estado expuestos a la luz solar suficiente tiempo durante su transporte como para eliminar la luminiscencia latente antes de quedar enterrados y ocultos a la luz. Eso supone que algunos granos llevarán una población residual de electrones atrapados (ver sección 2.1) sobre la que se acumulará el resto de electrones a consecuencia de la dosis recibida a partir de ese momento (Li, 1994). El blangueamiento parcial se da, por ejemplo, cuando el transporte ocurre en condiciones de turbidez o densidad alta como es el caso de los abanicos aluviales (Porat et al., 1997) o de forma rápida como en las crecidas relámpago (Medialdea et al., 2014). En el material cerámico, el blangueamiento parcial se puede dar si la temperatura de cocción no ha sido suficiente alta o el tiempo de cocción ha sido demasiado breve. Cuando hay indicios de blangueamiento parcial en la distribución de dosis, será necesario aplicar un modelo de edad mínima que permita seleccionar aquella población de dosis con mayor probabilidad de corresponder a granos bien blanqueados. El test de recuperación de dosis permite, además de confirmar la adecuación del método, generar una distribución de dosis "ideal" en la que se han eliminado factores extrínsecos. La parte de la distribución de dosis natural que los modelos de edad mínima seleccionaran para la estimación de la dosis equivalente será aquella que tenga las mismas características que la distribución de dosis "ideal", descartando del cálculo los valores de dosis más altos. Los modelos más utilizados son el MAM (*Minimum Age Model*; Galbraith y Roberts, 2012) y el IEU (*Internal-External Uncertainty Criterion*; Thomsen *et al.*, 2007).

Para poder aplicar estos análisis y discernir poblaciones de dosis es necesario reducir el tamaño de alícuota para que contenga pocos granos o incluso medir granos individuales. Las alícuotas con muchos granos (> 30) emiten una señal que corresponde a la media de todos ellos y estará dominada por la señal correspondiente a las dosis más altas, no permitiendo identificar las dosis más bajas, con más probabilidad de ser las bien blanqueadas. La medida de granos individuales permite aumentar la resolución en dosis, pero añade error en la medida debido a las diferencias de unos granos a otros (Adamiec, 2000; Thomsen et al., 2005). Por otro lado, no todos los granos emiten señal por lo que es necesario medir muchos para obtener una distribución representativa. Su uso debe estar, por tanto, justificado, ya que en muchos casos, será más conveniente disminuir el tamaño de una alícuota con varios granos pero que permita obtener suficiente resolución en dosis en vez de medir granos individuales que reducirán la precisión. La medida de la fracción de grano fino (4-11 µm) que disminuye significativamente la variabilidad observada entre alícuotas, tiene la desventaja de no permitir identificar diferencias entre granos causadas por blangueamiento parcial. En ese caso, la medida sobre la fracción fina sobreestimaría la dosis recibida al proporcionar una media entre los granos completamente blangueados durante su transporte y aquellos parcialmente blanqueados.

#### 3.2. Límite de saturación y rango de edad

La curva de respuesta luminiscente presenta inicialmente una relación prácticamente li-

neal con la dosis, pero a medida que aumenta la dosis, el crecimiento de la señal disminuye (Fig. 3b) alcanzando un nivel en el que la señal no aumenta, aunque se siga recibiendo dosis. Ese será el nivel de saturación de la señal luminiscente. La dosis a la que se satura la curva varía de unas muestras a otras y será necesario medirlo en cada caso. Cuando la respuesta luminiscente está por encima del nivel de saturación de la curva, no será posible estimar una dosis equivalente ni la edad correspondiente. En ese caso, se podrá tomar el valor de dosis a la que se produce la saturación y afirmar que la dosis recibida ha sido mayor. La edad correspondiente a esa dosis de saturación será, por tanto, la edad mínima de la muestra analizada. El rango de edad que se puede alcanzar con esta técnica se encuentra establecido por la dosis de saturación, pero será dependiente de la tasa de dosis. Para una misma dosis de saturación, se podrá establecer una edad mayor cuando menor sea la tasa de dosis según la relación:

$$Edad_{minima} (anos) = \frac{Dosis_{Saturación} (Gy)}{Tasa \ de \ dosis \left(\frac{Gy}{ano}\right)}$$

#### 3.3. Aumento del rango de edad

El cuarzo es el mineral preferido en datación por luminiscencia, principalmente por su abundancia en la naturaleza, la estabilidad de su respuesta luminiscente y la ausencia de radiación interna. Tiene, sin embargo, la desventaja de alcanzar la saturación de la OSL a dosis más bajas que la IRSL de los granos de feldespato potásico. La IRSL del feldespato permite alcanzar dosis ligeramente más altas permitiendo datar material más antiguo, aunque como se vio en la sección 2.3, las medidas sobre feldespato tienen la complicación derivada del decaimiento anómalo, más significativo cuanto más antiguas sean las muestras.

En la última década se han presentado varias alternativas a los procedimientos estándar con el fin de extender el rango de edad que se puede abarcar. La que ofrece mayor potencial es el uso de estimulación a una energía mayor que la del verde o azul usados convencionalmente, en concreto, estimulación violeta (405 nm), dando lugar a la señal denominada VSL (del inglés *Violet Stimulated Luminescence*). Además de haberse confirmado su potencial para extender el rango de edad (Ankjærgaard *et al.*, 2016; Medialdea *et al.*, 2021), el uso de esta estimulación ha permitido obtener una respuesta luminiscente fiable de cuarzos cuya OSL no se podía utilizar para datación (Medialdea *et al.*, 2022).

Con el fin de extender el rango de edad se han propuesto otros procedimientos como el TT-OSL (*thermally transferred*-OSL), sin embargo, las observaciones de varios autores (Li and Li, 2006; Adamiec *et al.*, 2010, entre otros) indican que el tiempo de vida medio es corto (cientos de miles a pocos millones de años), reduciendo significativamente el rango de edad en que se puede aplicar (Duller y Wintle, 2012) además de estar afectada por inestabilidad térmica que da lugar a subestimaciones de la edad (Faershtein *et al.*, 2018).

#### 4. Ejemplos en nuestro territorio

Existen numerosos ejemplos en nuestro territorio donde se ha aplicado la datación por luminiscencia para establecer la cronología de eventos geológicos, así como yacimientos arqueológicos. Se ha empleado para datar grandes sitios megalíticos como los Dólmenes de Antequera (Málaga) o el Cromlech de La Torre-La Janera (Huelva) así como para establecer la fecha de construcción de edificaciones emblemáticas como la Casa del Turuñuelo (Badajoz). Ha tenido un papel clave en los registros cronológicos establecidos en el referente yacimiento arqueológico de Atapuerca (Burgos) y sigue siendo, a día de hoy, uno de los pilares de la investigación en este yacimiento. Como ya se ha descrito en este artículo, la OSL permite estimar el último momento en que a los granos minerales les dio la luz por última vez, pudiendo relacionarlo directamente con el transporte de sedimento por lo que es una técnica especialmente útil

para datar eventos geomorfológicos. Las cronologías definidas a partir de OSL han permitido establecer patrones de acaecimiento de paleoinundaciones en la cuenca mediterránea (Machado et al., 2017; Medialdea, 2013), tasas de deslizamiento y actividad sísmica en las Béticas Orientales (Silva et al., 2020; Sohbati et al., 2012) así como en la cuenca de Teruel (Simón et al., 2019), evolución glaciar en los Pirineos (Bartolomé et al. 2021) y evolución de terrazas fluviales del margen cantábrico (del Val et al., 2019). Estos son solo unos pocos ejemplos de los muchos casos en los que la datación por luminiscencia ha aportado una información fundamental en diversas investigaciones en nuestro territorio en los últimos años.

#### 5. Resumen y Conclusiones

Este artículo pretende dar una visión global de la datación por luminiscencia (OSL, IRSL y TL). Se presentan los aspectos generales de la técnica, pero es necesario tener en mente que cada lugar a estudio tiene sus particularidades y tanto la forma de tratar o tomar las muestras como las medidas y análisis sobre ellas deberán adaptarse en cada caso de cara a obtener los mejores resultados. Los desarrollos de la técnica implementados en los últimos años, como el protocolo SAR o los test empleados como control de calidad, han permitido mejorar significativamente tanto la precisión como la fiabilidad de los resultados. A pesar de ello, es necesario ser conscientes de las limitaciones de la técnica que pueden comprometer las estimaciones de edad. Efectos como el blangueamiento parcial, la perturbación post-deposicional o una respuesta luminiscente no reproducible pueden, en algunos casos, complicar o incluso, imposibilitar la datación de un emplazamiento concreto, pero igualmente, su análisis e identificación mediante luminiscencia aportará información relevante sobre el material a estudio. Incluso teniendo en cuenta las complejidades intrínsecas de la datación por luminiscencia, esta técnica tiene un papel clave en estudios del Cuaternario y es de esperar que su aplicación

continue aumentando en un futuro cercano.

#### Agradecimientos

A Samuel Morquillas Trascasa (Centro Regional de Servicios Avanzados, S.A.) por la edición de la Figura 1 y Carla García Iglesias (UCC+i, CENIEH) por la edición de la Figura 2. A Francisco M. Varela Feria (Servicio de Microscopía, Centro de Investigación, Tecnología e Innovación, CITIUS, Universidad de Sevilla) por las imágenes de SEM capturadas para este trabajo.

# Bibliografía

- Adamiec, G. (2000). Variations in luminescence properties of single quartz grains and their consequences for equivalent dose estimation. Radiation Measurements, 32, 427-432. https:// doi.org/10.1016/S1350-4487(00)00043-3
- Adamiec, G., Duller, G.A.T., Roberts, H.M., Wintle, A.G. (2010). Improving the TT-OSL SAR protocol through source trap characterisation. Radiation Measurements 45, 768-777. https:// doi.org/10.1016/j.radmeas.2010.03.009
- Aitken, M.J. (1985). Thermoluminescence dating. Academic Press.
- Aitken, M.J. (1998). An Introduction to Optical Dating. Oxford University Press, Oxford.
- Ankjærgaard, C., Guralnik, B., Buylaert, J.-P., Reimann, T., Yi, S.W., Wallinga, J. (2016). Violet stimulated luminescence dating of quartz from Luochuan (Chinese loess plateau): agreement with independent chronology up to ~600 ka. Quaternary Geochronology, 34, 33-46. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2016.03.001
- Bartolomé, M., Sancho, C., Benito, G., Medialdea, A., Calle, M., Moreno, A., Leunda, M., Luetscher, M., Muñoz, A., Bastida, J., Cheng, H., Edwards, R. L. (2021). Effects of glaciation on karst hydrology and sedimentology during the Last Glacial Cycle: The case of Granito cave, Central Pyrenees (Spain). Catena 206, 105252. https://doi.org/10.1016/j.catena.2021.105252.
- Bøtter-Jensen, L., McKeever, S.W.S., and Wintle, A.G. (2003). Optically stimulated luminescence dosimetry. Elservier. https://doi. org/10.1016/B978-044450684-9/50091-X

- Duller, G.A.T. (2003). Distinguishing quartz and feldspar in single grain luminescence measurements. Radiation Measurements 37, 161-165. https://doi.org/10.1016/S1350-4487(02)00170-1
- Duller, G.A.T. (2008). Single-grain optical dating of Quaternary sediments: why aliquot size matters in luminescence dating. Boreas, 37: 589-612. https://doi.org/10.1111/j.1502-3885.2008.00051.x
- Duller G.A.T. y Wintle, A.G. (2012). A review of the thermally transferred optically stimulated luminescence signal from quartz for dating sediments. Quaternary Geochronology, 7, 6-20. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2011.09.003
- Durcan, J.A., King, G E., Duller, G.A.T. (2015). DRAC: Dose Rate and Age Calculator for trapped charge dating. Quat. Geochronology 28, 54-61. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2015.03.012
- Durcan, J.A. (2021). Luminescence Dating. En: Encyclopedia of Geology, 2nd Edition. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-409548-9.12105-0
- Faershtein, G., Guralnik, B., Lambert, R., Matmon, A., Porat, N. (2018). Investigating the thermal stability of TT-OSL main source trap. Radiation Measurements, 119, 102-111. https://doi. org/10.1016/j.radmeas.2018.09.010
- Galbraith, R.F., Roberts, R.G., Laslett, G.M., Yoshida, H., Olley, J.M. (1999). Optical dating of single and multiple grains of quartz from Jinmium rock shelter, Northern Australia: part 1, experimental design and statistical models. Archaeometry 41, 339-364. https://doi. org/10.1111/j.1475-4754.1999.tb00987.x
- Galbraith, R.F. y Roberts, R.G. (2012). Statistical aspects of equivalent dose and error calculation and display in OSL dating: an overview and some recommendations. Quaternary Geochronology 11, 1-27. https://doi. org/10.1016/j.quageo.2012.04.020
- Guérin, G., Mercier, N., Adamiec, G. (2011). Doserate conversion factors: update. Ancient TL 29, 5-8.
- IAEA, International Atomic Energy Agency (2011). Analytical Methodology for the Determination of Radium Isotopes in Environmental Samples. IAEA Analytical Quality in Nuclear Applications Series, Issue 19, 2.
- Li, S.H. (1994). Optical dating: Insufficient bleached sediments. Radiation Measurements 23, 563-567. https://doi.org/10.1016/1350-4487(94)90100-7

- Li, B., Li, S.H. (2006). Studies of thermal stability of charges associated with thermal transfer of OSL from quartz. Journal of Physics D-Applied Physics 39, 2941-2949. https://doi. org/10.1088/0022-3727/39/14/011
- Liritzis, I., Stamoulis, K., Papachristodoulou, C., Ioannides, K. (2013). A re-evaluation of radiation dose-rate conversion factors. Mediterranean Archaeology and Archaeometry 13, 1-15.
- Machado, M.J., Medialdea, A., Calle, M., Rico, M.T., Sánchez-Moya, Y., Sopeña, A., Benito, G. (2017). Historical palaeohydrology and landscape resilience of a Mediterranean rambla (Castellón, NE Spain): Floods and people. Quaternary Science Reviews, 171, 182-198. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2017.07.014
- Medialdea, A. (2013). Towards the reconstruction of flood histories: luminescence dating of palaeoflood deposits. Tesis Doctoral, Universidad Autónoma de Madrid, 194 pp.
- Medialdea, A., Thomsen, K.J., Murray, A.S., Benito, G. (2014). Reliability of equivalent-dose determination and age-models in the OSL dating of historical and modern palaeoflood sediments. Quaternary Geochronology, 22, 11-24. doi. org/10.1016/j.quageo.2014.01.004
- Medialdea, A., Insua-Arévalo, J.M., García-Mayordomo, J. (2021). Cronología extendida en depósitos aluviales mediante luminiscencia estimulada por luz violeta (VSL) en el SE de la Península Ibérica. Actas X Congreso Geológico de España, Vitoria (España).
- Medialdea, A., Brill, D., King, G.E., Zander, A., Lopez-Ramirez, M.R., Bartz, M., Brückner, H. (2022). Violet stimulated luminescence as an alternative for dating complex colluvial sediments in the Atacama Desert. Quaternary Geochronology 71, 101337. doi. org/10.1016/j.quageo.2022.101337
- Murray, A.S. y Wintle, A.G. (2000). Luminescence dating of quartz using an improved singlealiquot regenerative-dose protocol. Radiation Measurements 32, 57-73. https://doi. org/10.1016/S1350-4487(99)00253-X
- Porat, N., Amit, R., Zilberman, E., Enzel, Y. (1997). Luminescence dating of fault-related alluvial fan sediments in the southern Arava Valley, Israel. Quaternary Science Reviews, 16, 3-5, 397-402, https://doi.org/10.1016/S0277-3791(96)00101-1.
- Prescott J. R. y Hutton J. T. (1994). Cosmic ray contributions to dose rates for luminescence and ESR dating: large depths and long term

time variations. Radiation Measurements 23, 497-500. https://doi.org/10.1016/1350-4487(94)90086-8

- Silva, P.G., Roquero, E., Bardají, T., Medialdea, A. (2020). Fases Pleistocenas y Holocenas de sedimentación aluvial y formación de suelos en el SE semiárido de España (Cordilleras Béticas Orientales). Cuaternario y Geomorfología 34, 41-61. https://doi.org/10.17735/cyg.v34i1-2.78815.
- Simon, J.L., Ezquerro, L., Arlegui, L.E., Liesa, C.L., Luzon, A., Medialdea, A., Garcia, A., Zarazaga, D. (2019). Role of transverse structures in paleoseismicity and drainage rearrangement in rift systems: the case of the Valdecebro fault zone (Teruel graben, eastern Spain). Journal of Earth Sciences 108, 5, 1429-1449. doi. org/10.1007/s00531-019-01707-9
- Sohbati, R., Murray, A.S., Buylaert, J-P., Ortuño, M., Cunha, PP., Masana, E. (2012). Luminescence dating of Pleistocene alluvial sediments affected by the Alhama de Murcia fault (eastern Betics, Spain) - a comparison between OSL, IRSL and post-IR IRSL ages. Boreas, 41, 2, 250-262. https://doi.org/10.1111/j.1502-3885.2011.00230.x
- Thomsen, K.J., Murray, A.S., Bøtter-Jensen, L. (2005). Sources of variability in OSL dose measurements using single grains of quartz. Radiation Measurements, 39, 1, 47-61, https:// doi.org/10.1016/j.radmeas.2004.01.039.

- Thomsen, K.J., Murray, A.S., Bøtter-Jensen, L. (2007). Determination of burial dose in incompletely bleached fluvial samples using single grains of quartz. Radiation Measurements, 42, 370-379. https://doi.org/10.1016/j.radmeas.2007.01.041
- Tukey, J.W. (1977). Exploratory Data Analysis. Addison Wesley, Reading, Mass.
- UNSCEAR, United Nations Scientific Committee on the Effects of Atomic Radiation (2010). UNSCEAR 2008 Sources and Effects of Ionizing Radiation, Report to the General Assembly with Scientific, Vol. 1, 339. https://doi. org/10.18356/9b8f628f-en
- del Val, Duval, M., Medialdea, A., Bateman, M.D., Moreno, D., Arriolabengoa, M., Aranburu, A., Iriarte, E. (2019). First chronostratigraphic framework of fluvial terrace systems in the eastern Cantabrian margin (Bay of Biscay, Spain). Quaternary Geochronology, 49, 108-114. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2018.07.001
- Wintle, A.G. (1973). Anomalous fading of thermoluminescence in mineral samples. Nature 245, 107-118. https://doi.org/10.1038/245143a0
- Wintle, A.G. (1997). Luminescence dating: laboratory procedures and protocols. Radiation Measurements, 27, 769-817. https://doi. org/10.1016/S1350-4487(97)00220-5

*Recibido el 22 de septiembre de 2022 Aceptado el 28 de noviembre de 2022* 



# Cuaternario y Geomorfología

ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589

www.rediris.es/CuaternarioyGeomorfologia/

# Aplicación de los isótopos cosmogénicos terrestres en terrenos volcánicos del holoceno en México: experiencias y retos

Application of terrestrial cosmogenic isotopes in holocene volcanic landforms in Mexico: experiences and challenges

Alcalá-Reygosa, Jesús (1); Macías, José Luis (2); Arce, José Luis (3)

(1) Facultad de Filosofía y Letras, Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria, 04510, Ciudad de México, México. Email: jalcalar@ucm.es
(2) Instituto de Geofísica, Universidad Nacional Autónoma de México, Coyoacán, 04510, Ciudad de México 04510, México.
(3) Instituto de Geología, Universidad Nacional Autónoma de México, Coyoacán, 04510, Ciudad de México, México.

#### Resumen

En este trabajo se evalúa la aplicación de los isótopos cosmogénicos terrestres <sup>10</sup>Be y <sup>36</sup>Cl producidos *in situ* en dos centros eruptivos mexicanos, el volcán Jumento y el Complejo Volcánico Tacaná, para llevar a cabo la datación de relieves volcánicos y demostrar su edad holocénica. Su uso ha permitido mejorar la historia volcánica de ambos centros eruptivos, pero también ha puesto de manifiesto incertidumbres que deben ser solventadas para la obtención de edades más precisas. Así, si tenemos xenocristales de cuarzo en los relieves volcánicos, como por ejemplo en lavas, se puede aplicar <sup>10</sup>Be, pero es necesario tomar una cantidad suficiente de muestra para llevar a cabo los análisis en el Acelerador Espectrómetro de Masas (AMS) de forma adecuada, mientras que si aplicamos el <sup>36</sup>Cl conviene realizar un análisis geoquímico previo de las rocas para estimar la cantidad de <sup>35</sup>Cl y recolectar las muestras en superficies con un aspecto regular y en buen estado de conservación. Ambos aspectos son esenciales dado que la producción de <sup>36</sup>Cl a partir de la captura de neutrones de baja energía (termales y epitermales) por el <sup>35</sup>Cl todavía no está definida con precisión.

Palabras clave: dataciones; isótopos cosmogénicos terrestres; Holoceno; relieves volcánicos; volcanes mexicanos.

#### Abstract

This paper evaluates the application of terrestrial cosmogenic <sup>10</sup>Be and <sup>36</sup>Cl isotopes produced *in situ* in two Mexican eruptive centres, the Jumento volcano and the Tacaná Volcanic Complex, to test the Holocene

Derechos de reproducción bajo licencia Creative Commons 3.0. Se permite su inclusión en repositorios sin ánimo de lucro.



volcanic landforms. Its use has improved the volcanic history of these volcanoes, but it has also revealed uncertainties that must be solved to obtain more precise ages in the future. If quartz xenocrysts are available in lava rocks, we can use <sup>10</sup>Be but it is necessary to take enough amount of samples to properly analyze them in the Accelerator Mass Spectrometer (AMS); whereas, for <sup>36</sup>Cl it is convenient to have a previous geochemical analysis of the samples to estimate their amount of <sup>35</sup>Cl. In addition, it is essential to collect the samples on surfaces with regular geometry and in a good state of preservation because the production of <sup>36</sup>Cl from the capture of low-energy neutrons (thermal and epithermal) by <sup>35</sup>Cl is not yet precisely defined.

Key words: geochronology; cosmogenic surface dating: Holocene; volcanic landforms; Mexican volcanoes.

#### 1. Introducción

La datación de relieves y depósitos volcánicos resulta esencial no solo para la reconstrucción de la historia de los volcanes sino para la estimación de variables temporales en la evaluación de amenazas, tales como tiempos de recurrencia, duraciones y periodos de quiescencia de la actividad volcánica. Para ello se han utilizado tradicionalmente diversos métodos entre los cuales los más consistentes son <sup>40</sup>Ar-<sup>39</sup>Ar (Wijbrans et al., 2011; Conway et al., 2015), <sup>40</sup>K-<sup>40</sup>Ar (Germa et al., 2010), radiocarbono (Calvert et al., 2006), y U-Th/He (Aciego et al., 2007). No obstante, muchos de estos métodos no son apropiados para determinar la edad de relieves volcánicos del Holoceno y en especial del Holoceno tardío (los últimos 4-5 ka), lo que implica un vacío en el conocimiento de la historia reciente de los volcanes. Por ejemplo, el <sup>40</sup>Ar-<sup>39</sup>Ar y el <sup>40</sup>K-<sup>40</sup>Ar, que son las dos técnicas utilizadas con más frecuencia en vulcanología, requieren de una concentración de <sup>40</sup>Ar medible (Renne, 2000) lo cual no es posible para ese tipo de relieves tan jóvenes. También para el caso del radiocarbono, no siempre se encuentra materia orgánica en los productos volcánicos, en especial en las lavas y domos de lava donde es casi imposible obtener material carbonizado, y en ocasiones solamente se pueden muestrear paleosuelos por debajo de las lavas (Siebe et al., 2004; Guilbaud et al., 2022). Ante esta limitación, en México se están aplicando los isótopos cosmogénicos terrestres obteniéndose excelentes resultados que han permitido completar o bien refinar la historia eruptiva de los volcanes (Arce *et al.,* 2003; Vázquez-Selem y Heine, 2011; Alcalá-Reygosa *et al.,* 2018a, 2018b, 2021; Guilbaud *et al.,* 2022).

La datación mediante isótopos cosmogénicos terrestres producida in situ se basa en la medición de la concentración de núcleos como el berilio-10 (<sup>10</sup>Be), el cloro-36 (<sup>36</sup>Cl), y el helio-3 (<sup>3</sup>He) en las rocas de la superficie terrestre (Dunai, 2010), requiriéndose para su uso tasas precisas de producción de los isótopos y factores de escala. La producción es el resultado de la interacción de determinados minerales presentes en los relieves de la superficie terrestre, desde que se depositan o se estabilizan, con la radiación cósmica secundaria. Los isótopos cosmogénicos terrestres pueden ser aplicados en periodos de tiempo comprendidos entre los 100 y 1.000.000 de años y en cualquier tipo de roca. Por ejemplo, el <sup>10</sup>Be es producido en cuarzos y puede ser aplicado en cualquier roca que los contenga; <sup>36</sup>Cl es producido en cualquier roca que contenga K, Ca y Cl por lo que puede ser utilizado en cualquier roca con feldespatos, piroxenos y carbonatos; y <sup>3</sup>He es generado en olivinos, piroxenos y hornblendas (Dunai, 2010). Así, el uso de cada isótopo depende de la mineralogía que tenga cada forma del relieve. Cabe destacar que en el caso del <sup>36</sup>Cl, que es el isótopo más utilizado en los volcanes mexicanos, es preferible, si es posible, centrarse en el análisis de minerales separados ricos en Ca y K en vez del análisis de toda la roca (Alcalá-Reygosa et al., 2018a; 2021).



Figura 1. Mapa donde se muestra el contexto tectónico de México y la localización del Campo Volcánico Chichinautzin (CVC), donde se encuentra el Jumento, y el Complejo Volcánico Tacaná (Ta). Abreviaciones: Ce, volcán Ceboruco; Co, volcán Colima; P, volcán Paricutín; Jo, volcán Jorullo; Nt, volcán Nevado de Toluca; Po, volcán Popocatepetl; CVC, campo volcánico Chichinautzin; Pi, volcán Pico de Orizaba; Pe, volcán Cofre de Perote; LTVF, Campo volcánico Los Tuxtlas; Ch, volcán Chichón; CVA, Arco Volcánico Chiapaneco.MAT = Trinchera Mesoamericana; Orozco FZ = zona de falla Orozco. TMVB = Cinturón Volcánico Trans-Mexicano.

Figure 1. Map showing the tectonic context of Mexico and the location of the Chichinautzin Volcanic Field (CVC), where Jumento volcano is situated, and Tacaná volcanic complex (Ta). Other abbreviations: Ce, Ceboruco volcano; Co, Colima volcano; P, Paricutín volcano; Jo, Jorullo volcano; Nt, Nevado de Toluca volcano; Po, Popocatepetl volcano; Pi, Pico de Orizaba volcano; Pe, Cofre de Perote volcano; LTVF, Los Tuxtlas Volcanic Field; Ch, Chichón volcano; CVA, Chiapanecan Volcanic Arc. MAT Middle American Trench; Orozco FZ = Orozco Fault Zone. TMVB = Trans-Mexican Volcanic Belt.

En México, los dos isótopos cosmogénicos terrestres que se han utilizado con más frecuencia son el <sup>10</sup>Be y el <sup>36</sup>Cl para determinar la edad de lavas (Vázquez-Selem y Heine, 2011; Alcalá-Reygosa et al., 2018 a b; Guilbaud et al., 2022) y domos de lava (Arce et al., 2003; Alcalá-Reygosa et al., 2021) en los estratovolcanes Pico de Orizaba, Tacaná y Nevado de Toluca así como en edificios de campos monogenéticos como el Jumento y el Pelado (Campo Volcánico Sierra Chichinautzin, al sur de la Ciudad de México). En este trabajo nos centraremos en la experiencia adquirida en la datación de lavas con 10Be en el volcán Jumento (CVC; Fig. 1) y de domos de lava con <sup>36</sup>Cl en el Complejo Volcánico Tacaná (Ta; Fig. 1) situados en el Cinturón Volcánico Trans-Mexicano (Fig. 1; CVT).

# 2. Contexto geológico de las áreas de estudio

#### 2.1. Volcán Jumento

El volcán Jumento se localiza en la Sierra de Chichinautzin (Figura 1), un campo monogenético situado en la parte central del Cinturón Volcánico Transmexicano (18° 30′ - 21° 30′ N), cuyo origen está relacionado con el proceso de subducción entre las placas de Rivera y Cocos por debajo de la Placa Norteamericana (Wallace y Carmichael, 1999; Ferrari *et al.*, 2012). La Sierra de Chichinautzin está formada por rocas volcánicas heterogéneas en su composición, diferenciándose desde basaltos alcalinos hasta andesitas basálticas, andesitas y dacitas (Wallace y Carmichael, 1999; Már-



Figura 2. Mapa detallado del volcán Jumento (Sierra de Chichinautzin, Centro de Mexico). A) Modelo digital del terreno que muestra las lavas muestreadas para ser datadas con el isótopo cosmogénico <sup>10</sup>Be y las edades de radiocarbono proporcionadas por Arce *et al.* (2015). B-E) Detalle de las superficies muestreadas para la datación con el isótopo cosmogénico <sup>10</sup>Be y edades resultantes.

Figure 2. Detailed map of Jumento volcano (Sierra de Chichinautzin, Central Mexico). A) Digital elevation model showing the location of the sampled lavas for <sup>10</sup>Be dating and radiocarbon ages provided by Arce et al. (2015). B-E) Detail of the sampled surfaces for <sup>10</sup>Be dating and ages.

quez et al., 1999; Siebe et al., 2004; Meriggi et al., 2008; Straub et al., 2013).

El Jumento, uno de los edificios de menores dimensiones de la Sierra de Chichinautzin, se

emplaza sobre un área de 2,8 km<sup>2</sup>. El volumen del cono es de 0,04 km<sup>3</sup> mientras que el de las lavas es de 0,056 km<sup>3</sup> (Arce *et al.,* 2015). Se definieron 4 unidades de lava que sobreyacen a depósitos de oleada piroclástica generados al inicio de la erupción del Jumento. Los flancos del cono tienen elevadas pendientes (32°) y uno de ellos fue destruido por la emisión de al menos tres lavas superpuestas. Estas lavas exhiben frentes escarpados y levees que son típicos de derrames con morfología en bloques (Fig. 2). Varias lavas tipo "breakout" (formada por la expulsión de lava fluida desde el interior del flujo principal parcialmente solidificado), emitidas en la última fase eruptiva, se observan en la parte más elevada de la lava intermedia. Las rocas tienen una composición andesítico-basáltica con una textura porfídica observándose fenocristales de plagioclasa, olivino, piroxeno y óxidos de hierro y titanio. Además, contienen plagioclasas de 2-4 mm de diámetro y cristales de cuarzo que han sido clasificados como xenocristales. Precisamente, los xenocristales de cuarzo fueron empleados para la datación de las lavas aplicando el isótopo cosmogénico terrestre <sup>10</sup>Be. Cabe destacar que no importa la naturaleza xenocrística del cuarzo, es decir, que no pertenezca al magma que dio origen a la lava, lo más relevante es que fue expuesto a la radiación cósmica una vez que fue emplazada la lava.

# 2.2. Complejo Volcánico Tacaná (CVT)

El CVT forma parte del Arco Volcánico de América Central. Está constituido por cuatro edificios volcánicos que del NE al SW son: Chichuj, Tacaná, domo Las Ardillas y San Antonio (García-Palomo *et al.,* 2006). Su basamento está formado por rocas metamórficas del Mesozoico (150 Ma) e intrusivas del Cenozoico (35-13 Ma) y depósitos volcánicos asociados a calderas del Pleistoceno (1-2 Ma) (Garduño *et al.,* 2015).

La actividad eruptiva del CVT comenzó hace 300 ka y dio lugar al volcán Chichuj. Después, hace aproximadamente 40 ka, se formaron los volcanes Tacaná y San Antonio. El edificio más joven es el domo de las Ardillas que se emplazó entre el Tacaná y San Antonio. En el CVT se han producido diferentes tipos de erupciones entre las cuales destacan colapsos parciales (Macías *et al.*, 2010), y eventos Peleanos (Macías *et al.,* 2000), subplinianos y Plinianos (Arce *et al.,* 2012) y actividad efusiva (Limón-Hernández, 2011).

En el volcán Tacaná se observa un cráter abierto hacia el NO que es consecuencia de un colapso que tuvo lugar hace 15 ± 5 ka que produjo una avalancha de escombros (Agua Caliente) (Macías et al., 2010). Tras el colapso hubo una intensa actividad efusiva que culminó con la formación de tres domos de lava que se encuentran en la cima del edificio. También se reportan numerosos episodios explosivos durante el Holoceno entre los cuales destaca la erupción denominada Once de Abril que se caracterizó por la emisión de flujos piroclásticos (Macías et al., 2015). En la actualidad se considera que es un volcán activo en estado de quietud, observándose fumarolas en el flanco NW del edificio San Antonio y fuentes termales y fumarolas en el flanco NO del edifico Tacaná (Rouwet et al., 2004, 2009). Según Alcalá et al. (2021), el CVT es probablemente el tercer volcán más activo de México después del Colima y el Popocatépetl.

# 3. Metodología

A continuación, se describe con detalle el protocolo que se aplicó en cada uno de los dos isótopos cosmogénicos. En ambos casos se diferencian tres fases principales: (1) selección y colecta de muestras de roca en el campo, (2) tratamiento físico de las muestras en el laboratorio y (3) tratamiento químico y medición de las concentraciones de cada isótopo en el Acelerador Espectrómetro de Masas (AMS) (ASTER; Centre Européen de Recherche et d'Enseignement des Géosciences de l'Environnement, CEREGE, France).

#### 3.1. Isótopo cosmogénico terrestre <sup>10</sup>Be

El trabajo en el volcán Jumento se desarrolló en el año 2016. Durante las campañas de campo, se tomaron 4 muestras de roca que fueron extraídas de la superficie de las lavas (aproximadamente 5 cm de la parte más externa de la superficie). Dos de ellas fueron tomadas de una lava breakout mientras que otras dos fueron recolectadas en una lava interna (Fig. 2). Las superficies de las lavas muestreadas presentaban un buen estado de conservación, sin signos de erosión y meteorización. Tampoco se observaron evidencias de bloques de lava rotados o desplazados y coberturas de tefras o suelos lo que permite suponer que es probable que la superficie muestreada haya estado expuesta a la radiación cósmica secundaria desde el momento de su formación. Además, se obtuvieron las coordenadas geográficas con un GPS y se midieron la inclinación, la orientación, el espesor y el shielding del relieve circundante con una brújula y un clinómetro en cada muestra.

El tratamiento físico y químico de las cuatro muestras de roca se llevó a cabo en el Centre Européen de Recherche et d'Enseignement des Géosciences de l'Environnement (CERE-GE; France). El primer paso fue remover con un cepillo la materia orgánica (p. ej. líquenes, musgos etc.) de las muestras cuya capacidad para afectar al impacto de la radiación cósmica secundaria se asume que es mínima. Después, las muestras se molieron en una máquina de molienda y se tamizaron con el objeto de separar la fracción de arena fina (0.25-0.50 mm). Dado que las muestras contenían xenocristales de cuarzo de 2-4 mm (Alcalá-Reygosa et al., 2018b), se seleccionaron para aplicar el isótopo cosmogénico <sup>10</sup>Be.

El tratamiento químico de las muestras se basó en el protocolo propuesto por Brown *et al.* (1991) y Merchel y Herpers (1999). Según este protocolo, primero se separaron los xenocristales de cuarzo del resto de la muestra mediante un separador magnético Frantz hasta que todos los minerales magnéticos fueron descartados. A continuación, la fracción no magnética se mezcló varias veces con una combinación de ácidos clorhídrico y hexafluorosilícico concentrado que disuelven los minerales distintos al cuarzo. Los granos de cuarzo fueron descontaminados del <sup>10</sup>Be meteórico y de posibles impurezas resistentes, tales como el feldespato, mediante tres disoluciones parciales sucesivas con ácido fluorhídrico concentrado que disolvió aproximadamente el 30% de los granos de cuarzo. Tras este ataque químico, la pureza del cuarzo se verificó con un microscopio binocular.

El resultado de todo el procedimiento anterior fue la obtención de entre 6 y 8 g de cuarzo purificado por cada muestra. Alrededor de 100  $\mu l$  de una solución de <sup>9</sup>Be con una concentración de 3025 mg/g, preparados en el CEREGE a partir de un cristal de fenaquita (Merchel et al., 2008) se añadieron a los cuarzos antes de su completa disolución en ácido fluorhídrico. A la vez se preparó una muestra blank (blanco de referencia) en la que se aplicó el mismo procedimiento que en las 4 muestras. Tras la evaporación de la solución resultante, las muestras se recuperaron en una solución de ácido clorhídrico y el Be(OH), fue precipitado con amoníaco con anterioridad y posteridad de la elución a través de una columna de intercambio aniónico (Dowex 1X8) para descartar el hierro. Además, se removió el boro y se separó el Be de otros elementos con una columna de intercambio catiónico (Dowex 50WX8) de acuerdo con los procedimientos descritos por Merchel y Herpers (1999).

La solución, que incluía el Be purificado, fue evaporada y el Be(OH), resultante se oxidó a BeO a 700 °C. A continuación, el BeO final se mezcló con niobio y se cargó en cátodos para medir las relaciones <sup>10</sup>Be/<sup>9</sup>Be en el Acelerador Espectrómetro de Masas (AMS) ASTER (CERE-GE, Francia) (Arnold et al., 2010). Las mediciones se calibraron con el estándar interno STD-11, utilizando una relación <sup>10</sup>Be/<sup>9</sup>Be de 1,191 (±0,013) × 10-11 (Braucher et al., 2015). Las relaciones isotópicas <sup>10</sup>Be/<sup>9</sup>Be de las muestras fueron corregidas, restando la relación <sup>10</sup>Be/<sup>9</sup>Be del blank. Las incertidumbres analíticas de 1  $\sigma$  incluyeron las incertidumbres de las estadísticas del recuento de AMS, la incertidumbre en la relación estándar <sup>10</sup>Be/<sup>9</sup>Be, un error externo del AMS del 0,5% (Arnold et al., 2010), y la incertidumbre en la medición del blank. La vida media del <sup>10</sup>Be que se utilizó fue de 1,387 (±0,01) × 10<sup>6</sup> años (Chmeleff et al., 2010; Korschinek et al., 2010).



Figura 3. Vista aérea del flanco suroeste y la cima del volcán Tacaná, mostrando las formas del relieve muestreadas para su datación por el isótopo cosmogénico <sup>36</sup>Cl y las edades resultantes (en blanco). Fotografía aérea modificada de Mácias *et al.* (2015).

Figure 3. Aerial view of the southwest flank and the summit of the Tacaná volcano, showing the sampled landforms for <sup>36</sup>Cl dating and the resulted ages (white). Aerial photograph modified from Macías et al. (2015).

Las edades se obtuvieron mediante dos vías; una mediante la calculadora en línea CREp (Martin et al., 2017; http://crep.crpg.cnrsnancy.fr/#/init) utilizando el método de escala "Lm" de Lal/Stone (Lal, 1991; Stone, 2000; Nishiizumi et al., 1989; Balco et al., 2008), el modelo atmosférico ERA40 (Uppala et al., 2005) y la base de datos geomagnética propuesta por Muscheler et al. (2005). La tasa de producción media por espalación (reacción donde los neutrones de alta energía de la radiación cósmica secundaria impactan con los núcleos atómicos objetivo de las rocas y se desprenden protones y neutrones) seleccionada fue de 4.13  $\pm$  0.20 atoms g-1 yr-1 generada a alta latitud y al nivel del mar. La otra vía fue mediante la versión 3 de la calculadora online conocida como CRONUS-Earth online calculator (Balco et al., 2008; https://

hess.ess.washington.edu/math/v3/v3\_age\_ in.html) que utiliza el factor de escala "St" (Stone, 2000), el modelo atmosférico ERA40 y la tasa de producción global de <sup>10</sup>Be por defecto SLHL derivada de la base de datos de tasas de producción de ICE-D.

Ambos métodos de cálculo se diferencian en que el primero es el único que tiene en cuenta la dependencia de la tasa de producción de la variabilidad de la intensidad del campo geomagnético. En el caso de los tiempos de exposición de unos pocos miles de años, como es el caso del Jumento, la diferencia de edad resultante puede ser más marcada ya que la variabilidad de la intensidad del campo geomagnético está menos promediada que en escalas de tiempo más largas. Por otro lado, en los dos casos se aplica una densidad de roca de 2,7 g cm-<sup>3</sup> (obtenida en el laboratorio) mientras que el efecto de sombreado (shielding) del relieve circundante se estimó con el Topographic Shielding Calculator v1.0 proporcionado por el proyecto CRONUS-Earth (Marrero *et al.*, 2016). Dado que las superficies de las lavas muestreadas presentaban un buen estado de conservación, no se aplicaron correcciones por erosión. Tampoco se incluyó ninguna corrección asociada al manto nival ya que su permanencia suele ser de unos pocos días (Alcalá-Reygosa *et al.*, 2021) y se asume que así ha sido en los últimos miles de años siendo su efecto mínimo en la tasa de producción.

#### 3.2. Isótopo cosmogénico terrestre <sup>36</sup>Cl

La investigación en el Complejo Volcánico Tacaná se llevó a cabo en el año 2019. Se tomaron 18 muestras (Tac 1 – Tac 18; Fig. 3) con una máquina cortadora de roca y un martillo y un cincel de los primeros 5 cm de las superficies rocosas de domos de lava, lavas y del borde interno de un cráter abierto por un colapso volcánico. De ellas, 12 se tomaron en los 3 domos de lava de la cima, 3 en una lava y otras 3 del cráter. Todas las muestras proceden de superficies rocosas en buen estado de conservación, sin signos de erosión, meteorización o bloques que havan experimentado movimiento o rotación. Además, las muestras se extrajeron de puntos prominentes para minimizar el efecto generado por capas piroclásticas y suelos. Por cada muestra se obtuvieron sus coordenadas geográficas con un GPS, y se midieron la inclinación, la orientación y el espesor de cada muestra, así como el shielding del relieve circundante con una brújula y un clinómetro. Es destacable que el cráter abierto, el domo de las Ardillas y la lava están afectados por procesos gravitacionales, neotectónica e inestabilidad de laderas que pueden impedir la determinación de la edad de cada forma del relieve.

En el laboratorio del Instituto de Geofísica (Unidad Michoacán; Universidad Nacional Autónoma de México), se realizó el tratamiento físico de las muestras que consistió en guitar los líguenes, musgos y otros restos orgánicos con un cepillo. Una vez limpias, se molieron en una máquina de molienda y se tamizaron para separar la fracción de arena fina (0.25-0.50 mm). Después, las muestras se enviaron al Centre Europeen de Recherche et d'Enseignement des Geosciences de l'Environnement (CEREGE; France) para realizar su tratamiento químico. Aquí, el primer paso fue separar una pequeña porción de las muestras para el análisis mineralógico (bulk) de las concentraciones de los elementos mavores y traza en el "Service d'Analyse des Roches et des Min'eraux" (SARM, CRPG, Nancy, France) para estimar la tasa de producción de <sup>36</sup>Cl a partir de la captura de neutrones de baja energía del <sup>35</sup>Cl en las muestras. Este mecanismo de producción de <sup>36</sup>Cl no es sencillo de estimar y suele ser fuente de importantes incertidumbres en las edades obtenidas cuando las proporciones de <sup>35</sup>Cl son elevadas (Schimmelpfennig et al., 2009).

En el caso de las muestras del Tacaná, entre 20 y 100 g de la fracción compuesta por feldespatos fue procesada según el procedimiento químico propuesto por Schimmelpfennig et al. (2009). En primer lugar, las muestras se lavaron en agua ultrapura para remover el polvo fino y lixiviadas en una mezcla diluida de HF/ HNO, para disolver un 15-20 % de la masa de muestra inicial. De esta manera, las muestras fueron descontaminadas de <sup>36</sup>Cl atmosférico y se eliminaron granos potencialmente ricos en Cl (Schimmelpfennig et al., 2009). A continuación, las muestras se secaron y 2 g de muestra de cada una de ellas se extrajeron para el análisis de elementos mayores en el laboratorio SARM dado que el Ca, K, Ti y Fe son los elementos que producen <sup>36</sup>Cl a través de espalación y muogénesis (captura de muones negativos por los núcleos objetivo de las rocas).

A la masa restante de cada muestra se añadió un *spike* (~99%) enriquecido de <sup>35</sup>Cl y después se disolvieron completamente en una mezcla de HF/HF/HNO<sub>3</sub>. A la vez, una muestra *blank* fue procesada siguiendo el mismo protocolo de las muestras. Tras disolverlas por completo, las muestras se centrifugaron para descartar los residuos que no se disolvieron y el gel (complejos de fluor,  $CaF_2$ ). Después, el cloro disuelto en la disolución se precipitó en cloruro de plata (AgCl) añadiendo 2 ml al 10 % de nitrato de plata (AgNO<sub>3</sub>).

Para conseguir que el AgCl se acumulara en el fondo de las botellas, las muestras se dejaron en reposo durante dos días en un espacio oscuro. Al quedar el AgCl en el fondo de cada botella, se pudo extraer el resto de la solución mediante una bomba peristáltica y así evitar que el precipitado de AgCl se perturbe y mezcle con la solución. El siguiente paso consistió en la reducción de las interferencias causadas por el <sup>36</sup>S cuando se mide el <sup>36</sup>Cl en el Acelerador Espectrómetro de Masas (AMS), extravendo el azufre en forma de sulfato de bario (BaSO,) después de una nueva disolución del primer precipitado de AgCl y añadir 1 ml de solución saturada de nitrato de bario (Ba(NO<sub>2</sub>)2). El BaSO<sub>4</sub> se eliminó centrifugando y filtrando la solución con una jeringa y un filtro acrodisco. A continuación, el AgCl se volvió a precipitar con 3-4 ml de HNO, diluido. El precipitado final se obtuvo tras ser centrifugado y enjuagado tres veces. Por último, el precipitado de cada muestra se secó en el horno a una temperatura de 80° C durante dos días y se introdujo en cátodos de níguel para las mediciones de las relaciones isotópicas de <sup>36</sup>Cl/<sup>35</sup>Cl y <sup>35</sup>Cl/<sup>37</sup>Cl mediante una dilución isotópica en las instalaciones AMS ASTER (CEREGE) de Francia (Arnold et al., 2013), que tuvo lugar en el año 2019. La relación <sup>36</sup>Cl/<sup>35</sup>Cl fue normalizada mediante una normativa interna SM-CL-12 con una ratio de (1.428 ± 0.021) x 10- 12 (Merchel et al., 2011), mientras que para la relación <sup>35</sup>Cl/<sup>37</sup>Cl se asumió un valor natural de 3.127.

Los cálculos de las edades <sup>36</sup>Cl se realizaron mediante la tabla de Excel diseñada por Schimmelpfennig *et al.* (2009). Para ello se utilizaron las siguientes tasas de producción de <sup>36</sup>Cl y los parámetros referenciados al nivel del mar y en altas latitudes basados en la escala "St" (Stone, 2000): 42.2 ± 4.8 átomos de <sup>36</sup>Cl (g Ca)– 1 yr– 1 para la espalación de Ca (Schimmelpfennig *et al.*, 2011); 148.1 ± 7.8 átomos de <sup>36</sup>Cl (g K)– 1 yr– 1 para la espalación de K (Schimmelpfennig *et al.*, 2014); 13  $\pm$  3 átomos de <sup>36</sup>Cl (g Ti)– 1 yr– 1 para la espalación de Ti (Fink *et al.*, 2000); 1.9  $\pm$  0.2 átomos de <sup>36</sup>Cl (g Fe)– 1 yr– 1 para la espalación de Fe (Stone *et al.*, 2005), y 696  $\pm$  185 neutrones (g air)– 1 yr– 1 para la producción de neutrones epitermales en la interfaz superficie terrestre / atmósfera derivados de la interacción de los neutrones rápidos en la atmósfera (Marrero *et al.*, 2016).

Tanto el factor de escala nucleogénico como el muónico se obtuvieron utilizando el modelo de escala de Stone (2000) basado en la macro de Excel CosmoCalc (Vermeesch, 2007) y el modelo estándar atmosférico de la N.O.A.A (1976). También se aplicó un valor de longitud de atenuación de los neutrones de alta energía de 160 g cm- 2 y una densidad de roca de 2.5 g/cm<sup>3</sup> (obtenida en el laboratorio) en todas las muestras. Respecto al cálculo del efecto shielding de la topografía circundante, se utilizó la versión Topographic Shielding Calculator v2.0 de CRONUS web calculator. Las edades <sup>36</sup>Cl se calcularon sin tener en cuenta la erosión (mínima en las superficies muestreadas) y la cubierta nival ya que esta última es muy rara en el ámbito tropical (Alcalá-Reygosa et al., 2021).

4. Rango temporal del método y evaluación de los resultados obtenidos en el Jumento y el Complejo Volcánico Tacaná (CVT)

#### 4.1.Rango temporal de los isótopos cosmogénicos <sup>10</sup>Be y <sup>36</sup>Cl

El isótopo cosmogénico <sup>10</sup>Be tiene una vida media de 1.39 Ma mientras que la del isótopo cosmogénico <sup>36</sup>Cl es de 301  $\pm$  2 ka (Dunai, 2010), así que con ambos isótopos se puede determinar la edad de cualquier forma del relieve del Cuaternario e incluso del Plioceno y de tiempos históricos. Sin embargo, su aplicación es menos fiable más allá del Cuaternario debido a que la concentración de los isótopos <sup>10</sup>Be y <sup>36</sup>Cl en las rocas se aproximan a la saturación y a que es difícil encontrar formas del relieve tan antiguas que se encuentren en un buen estado de conservación. En el presente trabajo se reportan las edades de relieves volcánicos del Holoceno, es decir, de los últimos 11.700 años (Walker *et al.*, 2008) que se han obtenido en el volcán Jumento y en el CVT.

# 4.2.Edad de las lavas del volcán Jumento

Los productos del volcán Jumento habían sido datados previamente con radiocarbono, obteniéndose edades de ~1050-2335 cal BP (Arce *et al.*, 2015) a partir de cuatro muestras de carbón. Sin embargo, estas edades tienen una diferencia de al menos 1,000 años, debido probablemente a que algunos fragmentos de carbón fueron muestreados dentro del depósito de oleada piroclástica que había erosionado el suelo subyacente, siendo consideradas poco fiables y precisas. Por lo tanto, la cronología obtenida por radiocarbono podría representar una edad máxima de la erupción si se considera que la oleada pudo haber retomado materia orgánica del suelo subyacente.

Las edades resultantes de las cuatro muestras de roca (dos de la lava intermedia y dos de la lava breakout) tras aplicar el isótopo <sup>10</sup>Be fueron 1.86 ± 0.68 y 2.41 ± 0.97 ka (lava intermedia) y 1.90 ± 0.29 y 2.49 ± 0.41 ka (lava breakout) (Alcalá Reygosa et al., 2018) (Fig. 2). Estas edades evidencian que la erupción del Volcán Jumento es una de las más jóvenes de la Sierra de Chichinautzin muy cercana a la erupción del Volcán Xitle fechada en 316-430 cal AD (Siebe, 2000). No obstante, entre las incertidumbres y las fuentes de las mismas al aplicar el isótopo cosmogénico <sup>10</sup>Be destaca la escasa cantidad de cuarzos en las muestras recolectadas. Las reducidas cantidades de cuarzo en las muestras impidió llevar a cabo lecturas óptimas de la relación isotópica <sup>10</sup>Be/<sup>9</sup>Be. De hecho, la relación de <sup>10</sup>Be/<sup>9</sup>Be de las muestras del Jumento solo es entre 2 y 5 veces mayor que el valor de referencia del blank. De ahí que se hayan obtenido incertidumbres analíticas del orden del 25%. Una forma de reducir notablemente esta incertidumbre es extraer una mayor

cantidad de muestra de roca, obteniendo al menos unos 40 g de cuarzo por cada muestra en el caso del Jumento. Con la suficiente cantidad de cuarzo es posible determinar la edad de lavas con una elevada precisión, aunque hay que tener en cuenta que su presencia en la mineralogía de lavas de composiciones intermedias y otros productos volcánicos no es común. En este sentido, cabe destacar que aparte del Jumento, el isótopo cosmogénico <sup>10</sup>Be solo se ha aplicado en el campo volcánico Kula (Heineke et al., 2016). Además, es recomendable un análisis mineralógico previo para detectar la cantidad de cuarzo en las rocas y en tal caso calcular la cantidad de roca que se debe colectar. El uso de 10Be constituye un método perfectamente válido para reconstruir la historia de los volcanes allí donde otros métodos tradicionales no pueden aplicarse, especialmente en lavas del Holoceno ya que presentan una historia de exposición a la radiación cósmica sencilla y los efectos de la erosión y exhumación en las tasas de producción en muchos casos son mínimos (Alcalá Reygosa et al., 2018).

#### 4.3.Edad de los domos de lava y procesos gravitacionales, freáticos y fumarólicos en el CVT

A pesar de que el CVT es uno de los complejos volcánicos más estudiados de México, exisitían relieves sin datar en su cima (domos) y en sus flancos (lava y domo) dejando mucha incertidumbre sobre su historia volcánica. Así, las edades <sup>36</sup>Cl resultantes son entre 9.3 ± 1.9 y 8.6 ± 1.7 ka en domos de lava, 7.0 ± 0.8 y 5.3 ± 0.6 ka en el borde interior del escarpe del colapso,  $0.4 \pm 0.1$  ka en una lava y  $0.3 \pm 0.1$ en el domo de lava Las Ardillas cuyos flancos han sido afectados por procesos gravitacionales (Alcalá-Reygosa et al., 2021) (Fig. 3). Aquí se observó que si existe una elevada cantidad de Cl natural (por encima de ~ 265 ppm) en las muestras de roca, se obtienen edades con una mayor incertidumbre. Esto se debe a la complejidad de la producción de <sup>36</sup>Cl a partir de la captura de neutrones de baja energía (termales y epitermales) por el <sup>35</sup>Cl y la influencia de varios factores del medio físico y de la superficie muestreada como la cubierta nival y la geometría de la superficie (Zreda et al., 1993; Masarik et al., 2007; Dunai et al., 2014) cuya estimación con cierta precisión suele ser difícil. El flujo de neutrones de baja energía tiene una elevada sensibilidad a la presencia de hidrógeno en el ambiente (cubierta nival, agua en los poros de la roca o en los suelos) así como a la geometría de la superficie rocosa y todavía se está investigando como corregir sus efectos en las diferentes reacciones nucleares para la producción de <sup>36</sup>Cl (Zreda et al., 1993; Masarik et al., 2007; Zweck et al., 2013; Dunai et al., 2014; Delunel et al., 2014). Una forma de reducir el impacto de la incertidumbre generada por estos factores en las edades de exposición es llevar a cabo un análisis geoquímico previo de los relieves volcánicos que se pretenden datar para determinar la concentración de <sup>35</sup>Cl en la roca y descartar las superficies que poseen una geometría irregular durante la toma de las muestras.

Los resultados derivados de la aplicación del isótopo <sup>36</sup>Cl indican que hubo una intensa actividad efusiva hace 9 ka después de la erupción explosiva conocida como Once de Abril que había dejado un cráter abierto. Por otra parte, las muestras extraídas del domo las Ardillas, el escarpe del cráter de la cima (cicatriz del colapso, Fig. 3) y una lava no proporcionaron la edad de estos relieves, sin embargo, si evidenciaron procesos gravitacionales importantes y la edad aproximada de una explosión freática ocurrida hace  $0.4 \pm 0.1 \text{ y} 0.3 \pm 0.1 \text{ ka}$ . De estos resultados, se destaca que para el Tacaná no solamente se debe considerar el peligro por actividad volcánica, sino además por los procesos de deslizamientos gravitacionales, en particular para el domo Las Ardillas por sus escarpes pronunciados (Vazquez et al., 2022).

#### 5. Resumen y Conclusiones

La reconstrucción de la historia volcánica de centros eruptivos permite llevar a cabo una

evaluación detallada del peligro que representan para las poblaciones que se asientan en su entorno. Sin embargo, los eventos volcánicos del Holoceno son poco conocidos porque en ocasiones los métodos de datación tradicionales como el <sup>40</sup>Ar-<sup>39</sup>Ar y <sup>40</sup>K-<sup>40</sup>Ar no pueden proporcionar edades de rocas tan jovenes. Tanto lavas como domos de lava queman la materia orgánica, pero la cubren y / o la destruyen por lo que no se puede emplear el método de radiocarbono. En este trabajo, se muestran los resultados obtenidos en volcanes mexicanos, aplicando los isótopos cosmogénicos terrestres <sup>10</sup>Be y <sup>36</sup>Cl producidos in situ. Los isótopos cosmogénicos terrestres hasta ahora han sido poco utilizados en vulcanología, aunque ofrecen edades sólidas especialmente en lavas y domos de lava del Holoceno lo que permite completar la historia volcánica de los centros eruptivos. Los ejemplos propuestos, uno en un campo monogenético (Jumento) y otro en un complejo volcánico (Tacaná), no solo evidencian que son muy útiles para fechar relieves volcánicos, sino que también son dos experiencias que permiten avanzar en el conocimiento de los propios retos del método. En el caso del <sup>10</sup>Be es fundamental que se extraiga una cantidad de xenocristales de cuarzo suficientes de la forma de relieve de interés para reducir posibles incertidumbres analíticas en el AMS, mientras que en el caso del <sup>36</sup>Cl conviene realizar un análisis geoquímico previo de las rocas que componen los relieves que se pretenden datar para determinar la concentración de <sup>35</sup>Cl en la roca y descartar las superficies que poseen una geometría irregular durante la toma de las muestras. Esto último tiene como fin reducir la influencia de la producción de <sup>36</sup>Cl a partir de la captura de neutrones de baja energía (termales y epitermales) por el <sup>35</sup>Cl cuya producción todavía no está definida con precisión.

#### Agradecimientos

Esta investigación fue financiada por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONA-CyT) a través de los proyectos A1-S-21156 de Jesús Alcalá Reygosa y PN522 de José Luis Macías y por la Dirección de Asuntos del Personal Académico (DGAPA-PAPIIT) con los proyectos IN112720 de José Luis Macías y IN101620 de José Luis Arce. Los autores también quieren agradecer el apoyo técnico proporcionado por Guillermo Cisneros en la elaboración de las figuras.

# Bibliografia

- Aciego, M.S., De Paolo, D.J., Kennedy, B.M., Lamb, M.P., Sims, K.W., Dietrich, E. (2007). Combining (<sup>3</sup>He) cosmogenic dating with U-Th/He eruption ages using olivine in basalt. Earth and Planetary Science Letters, 254, 288-302. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2006.11.039
- Alcalá-Reygosa, J., Palacios, D., Schimmelpfennig, I., Vázquez-Selem, L., García-Sancho, L., Franco-Ramos, O., Villanueva, J., Zamorano, J. J., Aster Team (Aumaitre, G., Bourlès, D., Keddadouche, K.). (2018a). Dating late Holocene lava flows in Pico de Orizaba (Mexico) by means of in situ-produced cosmogenic 36Cl, lichenometry and dendrochronology. Quaternary Geochronology, 47, 93-106. https://doi. org/10.1016/j.quageo.2018.05.011
- Alcalá-Reygosa, J., Arce, J. L., Schimmelpfennig, I., Salinas, E. M., Rodríguez, M. C., Léanni, L., Aster Team (Aumaitre, G., Bourlès, D., Keddadouche, K.). (2018b). Revisiting the age of the Jumento volcano, Chichinautzin Volcanic Field (Central Mexico), using in situ-produced cosmogenic 10Be. Journal of Volcanology and Geothermal Research 366, 112-119. https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2018.10.005
- Alcalá-Reygosa, J., Arce, J. L., Macías, J.L., Schimmelpfennig, I., Saucedo, R., Sánchez, J. M., Carlón, T., Vazquez, R., Cisneros-Máximo, G., Jímenez, A., Fernández, S., ASTER Team (Aumaitre, G., Bourlès, D., Keddadouche, K.). (2021). New chronological constraints on intense Holocene eruptions and landslide activity at Tacaná volcanic complex (Mexico). Quaternary Geochronology, 65, 101183. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2021.101183
- Arce, J. L., Macías, J. L., Vázquez-Selem, L. (2003). The 10.5 ka Plinian eruption of Nevado de Toluca, Mexico: stratigraphy and hazard implications. Geological Society of America Bulletin, 115, 230-248. https://doi.org/10.1130/0016-7606(2003)115<0230:TKPEON>2.0.CO;2

- Arce, J. L., Macías, J. L., Gardner, J.E., Rangel, E. (2012). Reconstruction of the Sibinal Pumice, an andesitic Plinian eruption at Tacaná Volcanic Complex, Mexico-Guatemala. Journal of Volcanology and Geothermal Research, 217-218, 39-55. https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2011.12.013
- Arce, J.L., Walker, J., Keppie, J. D. (2015). Petrology and geochemistry of El Chichón and Tacaná: two active, yet contrasting Mexican volcanoes. In: Active Volcanoes of Chiapas (Mexico): El Chichón and Tacaná. Edited by T. Scolamacchia and J.L. Macías. Springer-Verlag, 25-43 p. https://doi:10.1007/978-3-642-25890-9\_2
- Arnold, M., Merchel, S., Bourles, D., Braucher, R., Benedetti, L., Finkel, R. C, Aumaître, G., Gottdang, A., Klein, M. (2010). The French accelerator mass spectrometry facility ASTER: improved performance and developments Nuclear Instruments and Methods Physical Research, Section B, 268, 1954-1959. https:// doi.org/10.1016/j.nimb.2010.02.107
- Arnold, M., Aumaitre, G., Bourlès, D., Keddadouche, K., Braucher, R., Finkel, R. C., Nottoli, E., Benedetti, L., Merchel, S. (2013). The French accelerator mass spectrometry facility ASTER after 4 years: status and recent developments on 36Cl and 129I. Nuclear Instruments and Methods in Physical Research, 294, 24-28. https://doi.org/10.1016/j.nimb.2012.01.049
- Balco, G., Stone, J.O., Lifton, N.A., Dunai, T.J. (2008). A complete and easily accessible means of calculating surface exposure ages or erosion rates from 10Be and 26Al measurements. Quaternary Geochronology, 3, 174-195. https:// doi.org/10.1016/j.quageo.2007.12.001
- Braucher, R., Guillou, V., Bourles, D., Arnold, M., Aumaître, G., Keddadouche, K., Nottoli, E. (2015). Preparation of ASTER in-house 10Be/9Be standard solutions. Nuclear Instruments and Methods Physical Research Sect. B, 361, 335-340. https://doi.org/10.1016/j. nimb.2015.06.012
- Brown, E.T., Edmond, J.M., Raisbeck, G.M., Yiou, F., Kurz, M.D., Brook, E.J. (1991). Examination of surface exposure ages of Antarctic moraines using in-situ produced 10Be and 26Al. Geochimica et Cosmochimica Acta, 55, 2269-2283. https://doi.org/10.1016/0016-7037(91)90103-C
- Calvert, A.T., Moore, R.B., McGeehin, J.P., Rodrigues da Silva, A.M. (2006). Volcanic history and 40Ar/39Ar geochronology of Terceira island, azores, Portugal. Journal of Volcanology and

Geothermal Research, 156, 103-115. https:// doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2006.03.016

- Chmeleff, J., von Blanckenburg, F., Kossert, K., Jakob, J. (2010). Determination of the 10Behalf-life by multicollector ICP-MS and liquid scintillation counting. Nuclear Instruments and Methods Physical Research Sect. B, 268 (2), 192-199. https://doi.org/10.1016/j. nimb.2009.09.012
- Conway, C.E., Townsend, D.B., Leonard, G.S., Wilson, C.J.N., Calvert, A.T., Gamble, J.A. (2015). Lava-ice interaction on a large composite volcano: a case study from Ruapehu, New Zealand. Bulletin of Volcanology, 77, 21. https:// doi.org/10.1007/s00445-015-0906-2
- Delunel, R., Bourlès, D.L., Van der Beek, P.A., Schlunegger, F., Leya, I., Masarik, J., Paquet, E. (2014). Snow shielding factors for cosmogenic nuclide dating inferred from longterm neutron detector monitoring. Quaternary Geochronology, 24, 16-26. https://doi. org/10.1016/j.quageo.2014.07.003
- Dunai, T.J. (2010). Cosmogenic nuclides. Principles, Concepts and Applications in the Earth Surface Sciences. Cambridge University Press, 198 pp. https://doi.org/10.1017/ CBO9780511804519
- Dunai, T.J., Binnie, S.A., Hein, A.S., Paling, S.M. (2014). The effects of a hydrogen-rich ground cover on cosmogenic termal neutrons: implications for exposure dating. Quaternary Geochronology, 22, 183-191. https://doi. org/10.1016/j.quageo.2013.01.001
- Ferrari, F., Orozco-Esquivel, T., Manea, V., Manea, M. (2012). The dynamic history of the Trans Mexican Volcanic Belt and the Mexico subduction zone. Tectonophysics, 522-523, 122-149. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2011.09.018
- Fink, D., Vogt, S., Hotchkis, M. (2000). Cross-sections for <sup>36</sup>Cl from Ti at Ep =35-150 MeV: applications to in-situ exposure dating. Nuclear Instruments and Methods in Physical Research Section B Beam Interaction Mater and Atoms 172, 861-866. https://doi.org/10.1016/ S0168-583X(00)00200-7
- García-Palomo, A., Macías, J.L., Arce, J.L., Mora, J.C., Hughes, S., Saucedo, R., Espíndola, J.M., Escobar, R., Layer, P. (2006). Geological evolution of the Tacaná Volcanic Complex, México-Guatemala. In: Rose WI, Bluth GJS, Carr MJ, Ewert JW, Patino LC, Vallance JW (eds) Natural Hazards in Central America. Boulder, Colorado. Geological Society of America, Special Paper 412, 39-57. https://doi.org/10.1130/2006.2412(03)

- Garduño, V.H., Macías, J.L., Molina, R. (2015). Geodynamic setting and pre-volcanic geology of active volcanism in Chiapas. In: Active Volcanoes of Chiapas (México): El Chichón and Tacaná. Edited by T. Scolamacchia and J.L. Macías. Springer Verlag, 1-24. https://doi. org/10.1007/978-3-642-25890-9\_1
- Germa, A., Quidelleur, X., Gillot, P. Y., Tchilinguirian, P. (2010). Volcanic evolution of the black arc Pleistocene Payun Matru volcanic field (Argentina). Journal of South American Earth Sciences 29, 717-730. https://doi. org/10.1016/j.jsames.2010.01.002
- Guilbaud, M. N., Alcalá-Reygosa, J., Schimmelpfennig, I., Arce, J. L., Aster Team (Aumaitre, G., Bourlès, D., Keddadouche, K.). (2022). Testing less-conventional methods to date a late-pleistocene to Holocene eruption: Radiocarbon dating of paleosols and 36Cl exposure ages at Pelado volcano, Sierra Chichinautzin, Central Mexico. Quaternary Geochronology, 68, 101 252. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2022.101252
- Heineke, C., Niedermann, S., Hetzel, R., Akal, C. (2016). Surface exposure dating of Holocene basalt flows and cinder cones in the Kula volcanic field (Western Turkey) using cosmogenic 3He and 10Be. Quaternary Geochronology 34, 81-91. https://doi.org/10.1016/j. quageo.2016.04.004
- Korschinek, G., Bergmaier, A., Faestermann, T., Gerstmann, U. C., Knie, K., Rugel, G., Wallner, A., Dillmann, I., Dollinger, G., Von Gostomski Lierse, Ch., Kossert, K., Maitia, M., Poutivtsev, M., Remmert, A. (2010). A new value for the half-life of <sup>10</sup>Be by heavy-ion elastic recoil detection and liquid scintillation counting. Nuclear Instruments and Methods Physical Research Section B, 268 (2), 187-191. https:// doi.org/10.1016/j.nimb.2009.09.020
- Lal, D. (1991). Cosmic ray labeling of erosion surfaces: in situ nuclide production rates and erosion models. Earth and Planetary Science Letters 104, 424-439. https://doi. org/10.1016/0012-821X(91)90220-C
- Limón-Hernández, C. G. (2011). Estratigrafía y morfología de los flujos de lava y depósitos asociados a la actividad efusiva del volcán Tacaná, México-Guatemala. Master thesis, Posgrado en Ciencias de la Tierra UNAM, México, 125 p.
- Macías J. L, Espíndola J. M, García-Palomo A, Scott K. M, Hughes S, Mora J. C. (2000). Late Holocene Peléan style eruption at Tacaná Volcano, Mexico-Guatemala: Past, present, and future

hazards. Bulleting Geological Society of America, 112, 1234-1249. https://doi.org/10.1130 /00167606(2000)112<1234:LHPEAT>2.0.CO;2

- Macías, J.L., Arce, J.L., García-Palomo, A., Mora, J.C., Layer, P.W., Espíndola, J.M. (2010). Late-Pleistocene flank collapse triggered by dome growth at Tacaná Volcano, México-Guatemala, and its relationship to the regional stress regime. Bulletin of Volcanology, 72, 33-53. https://doi.org/10.1007/s00445-009-0303-9
- Macías, J.L., Arce, J.L., Layer, P.W., Saucedo, R., Mora, J.C. (2015). Eruptive history of the Tacaná Volcanic Complex. In: Scholamacchia T, Macías JL (Eds.) Active Volcanoes of Chiapas (Mexico) El Chichón and Tacaná, Active Volcanoes of the world, Springer Verlag, pp. 115-138. https://doi.org/10.1007/978-3-642-25890-9\_6
- Márquez, A., Verma, S.P., Anguita, F., Oyarzun, R., Brandle, J.L. (1999). Tectonics and volcanism of Sierra Chichinautzin: extension at the front of the Central Trans-Mexican Volcanic Belt. Journal of Volcanology and Geothermal Research, 93, 125-150. https://doi.org/10.1016/ S0377-0273(99)00085-2
- Marrero, S. M., Phillips, F. M., Caffee, M. W., Gosse, J. C. (2016). CRONUS-Earth cosmogenic 36Cl calibration. Quaternary Geochronology 31, 199-219. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2015.10.002
- Martin, L., Blard, P. H., Balco, G., Lave, J., Delunel, R., Lifton, N., Laurent, V. (2017). The CREp program and the ICE-D production rate calibration database: a fully parameterizable and updated online tool to compute cosmic-ray exposure ages. Quaternary Geochronology, 38, 25-49. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2016.11.006
- Masarik, j., Kim, K. J., Reedy, R.C. (2007). Numerical simulations of in situ production of terrestrial cosmogenic nuclides. Nuclear Instruments and Methods Physical Research Section B. Mater, 259, 642-645. https://doi. org/10.1016/j.nimb.2007.03.003
- Merchel, S., Herpers, U. (1999). An update on radiochemical separation techniques for the determination of long-lived radionuclides via Accelerator Mass Spectrometry. Radiochimica Acta, 84 (1999), pp. 215-219. https://doi. org/10.1524/ract.1999.84.4.215
- Merchel, S., Arnold, M., Aumaître, G., Benedetti, L., Bourlès, D.L., Braucher, R., Alfimov, V., Freeman, S.P.H.T., Wallner, A. (2008). Towards more precise <sup>10</sup>Be and <sup>36</sup>Cl data from mea-

surements at the 10<sup>-14</sup> level: influence of sample preparation. Nuclear Instruments and Methods Physical Research Section B, 266, 4921-4926. https://doi.org/10.1016/j. nimb.2008.07.031

- Merchel, S., Bremser, W., Alfimov, V., Arnold, M., Aumaître, G., Benedetti, L., Bourlès, D.L., Caffee, M., Fifield, L. K., Finkel, R. C., Freeman, S. P. H. T., Martschini, M., Matsushi, Y., Rood, D. H., Sasa, K., Steier, P., Takahashi, T., Tamari, M., Tims, S. G., Tosaki, Y., Wilcken, K. M., Xu, S. (2011). Ultra-trace analysis of 36Cl by accelerator mass spectrometry: an interlaboratory. Analytical and Bioanalytical Chemistry. https://doi.org/10.1007/s00216-011-4979-2
- Meriggi, L., Macías, J. L., Tommasini, S., Capra, L., Conticelli, S. (2008). Heterogeneous magmas of the Quaternary Sierra Chichinautzin volcanic field (central Mexico): the role of an amphibole-bearing mantle and magmatic evolution processes. Revista Mexicana de Ciencias Geológicas, 25, 197-216.
- Muscheler, R., Beer, J., Kubik, P. W., Synal, H. A. (2005). Geomagnetic field intensity during the last 60,000 years based on <sup>10</sup>Be and <sup>36</sup>Cl from the Summit ice cores and <sup>14</sup>C. Quaternary Science Reviews, 24, 1849-1860. https://doi. org/10.1016/j.quascirev.2005.01.012
- Nishiizumi, K., Winterer, E.L., Kohl, C.P., Klein, J., Middleton, R., Lal, D., Arnold, J.R. (1989). Cosmic ray production rates of <sup>10</sup>Be and <sup>26</sup>Al in quartz from glacially polished rocks. Journal of Geophysical Research, 94, Article 17907. https://doi.org/10.1029/JB094iB12p17907
- N.O.A.A, 1976. U.S. Standard Atmosphere. US Gov. Print. Off.
- Renne, P.R. (2000). K-ar and 40Ar/39Ar Dating. Quaternary Geochronology: Methods and Applications. American Geophysical Union.
- Rouwet, D., Taran, Y., Inguaggiato, S., Varley, N. (2004). Hydrothermal activity at Tacaná volcano, Mexico-Guatemala. In: Wanty R, Seal R II (eds) WRI-11. Taylor and Francis Group, London, 173-176.
- Rouwet, D., Inguaggiato, S., Taran, Y., Varley, N., Santiago, J.A. (2009). Chemical and isotopic compositions of thermal springs, fumaroles and bubbling gases at Tacaná Volcano (Mexico-Guatemala): implications for volcanic surveillance. Bulletin of Volcanolology, 71, 319-335. https://doi.org/10.1007/s00445-008-0226-x
- Schimmelpfennig, I. (2009). Cosmogenic <sub>36</sub>Cl in Ca and K Rich Minerals: Analytical Developments, Production Rate Calibrations and Cross

Calibration with <sup>3</sup>He and <sup>21</sup>Ne. Ph.D. Thesis. Paul Cezanne Aix-Marseille III University, Aix en Provence, France.

- Schimmelpfennig, I., Benedetti, L., Finkel, R., Pik, R., Blard, P.H., Bourle, D., Burnard, P., Williams, A. (2009). Sources of in-situ 36Cl in basaltic rocks. Implications for cali- bration of production rates. Quaternary Geochronology, 4, 441-461. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2009.06.003
- Schimmelpfennig, I., Benedetti, L., Garreta, V., Pik, R., Blard, P.H., Burnard, P., Bourlès, D., Finkel, R., Ammon, K., Dunai, T. (2011). Calibration of cosmogenic <sub>36</sub>Cl production rates from Ca and K spallation in lava flows from Mt. Etna (38<sup>o</sup>N, Italy) and Payun Matru (36<sup>o</sup>S, Argentina). Geochimica et Cosmochimica Acta, 75, 2611-2632. https:// doi.org/10.1016/j.gca.2011.02.013
- Schimmelpfennig, I., Schaefer, J.M., Akcar, N., Koffman, T., Ivy-Ochs, S., Schwartz, R., Finkel, R.C., Zimmerman, S., Schlüchter, C. (2014). A chronology of Holocene and Little Ice Age glacier culminations of the Steingletscher, Central Alps, Switzerland, based on high-sensitivity beryllium-10 moraine dating. Earth and Planetary Science Letters, 393, 220-230. https:// doi.org/10.1016/j.epsl.2014.02.046
- Siebe, C. (2000). Age and archaeological implications of Xitle volcano, southwestern Basin of Mexico-City. Journal of Volcanology and Geothermal Research, 104 (1-4), 45-64. https://doi.org/10.1016/S0377-0273(00) 00199-2
- Siebe, C., Rodríguez-Lara, V., Schaaf, P., Abrams, M. (2004). Radiocarbon ages of Holocene Pelado, Guespalapa, and Chichinautzin scoria cones, south of Mexico City: implications for archeology and future hazards. Bulletin of Volcanology, 66, 203-225. https://doi.org/10.1007/ s00445-003-0304-z
- Stone, J. (2000). Air pressure and cosmogenic isotope production. Journal of Geophysical Research, 105, 23,753-23,759. https://doi. org/10.1029/2000JB900181
- Stone, J.O., Fifield, K., Vasconcelos, P. (2005). Terrestrial chlorine-36 production from spallation of iron. In: 10th International Conference on Accelerator Mass Spectrometry, Berkeley, USA.
- Straub, S. M., Gómez-Tuena, A., Zellmer, G.F., Espinasa-Perena, R., Stuart, F.M., Cai, M.Y., Langmuir, C.H., Martin Del Pozzo, A.L., Mesko, G.T. (2013). The processes of melt differentiation in arc volcanic rocks: Insights from OIB-type arc magmas in Central Mexican Volcanic Belt.

Journal of Petrology, 54, 665-701. https://doi. org/10.1093/petrology/egs081

- Uppala, S.M., Kallberg, P.W., Simmons, A.J., Andrae, U., Bechtold, V.D.C., Fiorino, M., Gibson, J.K., Haseler, J., Hernandez, A., Kelly, G.A., Li, X., Onogi, K., Saarinen, S., Sokka, N., Allan, R.P., Andersson, E., Arpe, K., Balmaseda, M.A., Beljaars, A.C.M., Van De Berg, L., Bidlot, J., Bormann, N., Caires, S., Chevallier, F., Dethof, A., Dragosavac, M., Fisher, M., Fuentes, M., Hagemann, S., Ho Im, E., Hoskins, B.J., Isaksen, L., Janssen, P.A.E.M., Jenne, R., Mcnally, A.P., Mahfouf, J.-F., Morcrette, J.- J., Rayner, N.A., Saunders, R.W., Simon, P., Sterl, A., Trenberth, K.E., Untch, A., Vasiljevic, D., Viterbo, P., Woollen, J. (2005). The ERA-40 Re-analysis. vol. 131. Quartely Journal of the Royal Meteorological Society, 2961-3012. https://doi. org/10.1256/qj.04.176
- Vázquez-Selem, L., Heine, K. (2011). Late quaternary glaciation in Mexico. In: Ehlers, J., Gibbard, P.L., Hughes, P.D. (Eds.), Quaternary Glaciations Extent and Chronology. A Closer Look. Elsevier, Amsterdam, pp. 849-861. http://doi.org/10.1016/B978-0- 444-53447-7.00061-1
- Vermeesch, P. (2007). CosmoCalc: an excel add-in for cosmogenic nuclide calculations. G- cubed 8, 1525-2027. https://doi. org/10.1029/2006GC001530
- Walker M, Johnsen S, Rasmussen SO, et al. 2008. The Global Stratotype Section and Point (GSSP) for the base of the Holocene Series/Epoch (Quaternary System/Period) in the NGRIP ice core. Episodes 31: 264-267. https://doi.org/10.18814/epiiugs/2008/ v31i2/016
- Wallace, P. J., Carmichael, I. (1999). Quaternary volcanism near the Valley of Mexico: implications for subduction zone magmatism and the effects of crustal thickness variations on primitive magma compositions. Contribution to Mineralogy and Petrology, 135, 291-314. https://doi.org/10.1007/s004100050513
- Wijbrans, J., Schneider, B., Kuiper, K., Calvari, S., Branca, S., De Beni, E., Norini, G., Corsaro, R. A., Miraglia, L. (2011). 40Ar/39Ar geochronology of Holocene basalts; examples from Stromboli, Italy. Quaternary Geochronology, 6, 223-232. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2010.10.003
- Zreda, M.G., Phillips, F.M., Kubik, P.W., Sharma, P., Elmore, D. (1993). Cosmogenic Cl dating of a young basaltic eruption complex, Lathrop Wells, Nevada. Geology, 21, 57-60. https://doi.

org/10.1130/0091-7613(1993)021<0057:CCD OAY>2.3.CO;2

Zweck, C., Zreda, M., Desilets, D. (2013). Snow shielding factors for cosmogenic nuclide dating inferred from Monte Carlo neutron transport simulations. Earth and Planetary Science Letters, 379, 64-71. https://doi.org/10.1016/j. epsl.2013.07.023

*Recibido el 6 de septiembre de 2022 Aceptado el 6 de diciembre de 2022*
## CUATERNARIO y GEOMORFOLOGÍA

SPANISH JOURNAL OF QUATERNARY & GEOMORPHOLOGY

Vol. 36, N<sup>os</sup>. 3-4 Diciembre/December 2022 *ISSN: 0214-1744 ISSNe: 2695-8589* 

# **ÍNDICE / INDEX**

### **Prólogos CyG**

Gutiérrez, F. Nota sobre la 10th International Con- ference on Geomorphology celebrada en Coímbra, Portugal (septiembre, 12-16, 2022) y organizada por la International Association of Geomorphologists (IAG)	
Serrano Cañadas, E. Recensión del libro "European Glacial Landscapes. Maximum Extent of Gla- ciations"	
Silva, P.G. Métodos de datación en el Cuaternario: La Cartografía del Cuaternario en España y la controversia del concepto <i>"Datación Absolu-</i> ta"	

#### Artículos de Investigación / Research Papers

- Campos, J.M.; González, J.; Arévalo, A.; Bermejo, J. Datación en arqueología a través de la cultura material: cerámicas, epígrafes y monedas......
- Carrancho, Á.; Gómez-Paccard, M.; Pavón-Carrasco, F.J. La datación arqueomagnética. Fundamentos, éxitos y limitaciones.....
- Génova, M.; Díez Herrero, A. Dendrocronología: datación de materiales, formas y eventos a través de los anillos de los árboles.....
- *Pérez-López, R.* Datación por liquenometría aplicada en geomorfología, clima y arqueología...
- *Corella, J.P.; Martín-Puertas, C.* Métodos de datación en sedimentos cuaternarios con laminación anual: Ejemplos de la Península Ibérica ...
- Cearreta, A.; Gómez-Arozamena, J.E.; Irabien, M.J.; Ruiz-Fernández, A.C.; Sanchez-Cabeza, J.A.; Ortiz, J.; Sáez-Muñoz, M. Datación de sedimentos recientes utilizando radionucleidos de vida corta .....

	Moreno, A.; Gil-Romera, G.; Bartolomé, M.; Valero- Garcés, B.; González-Sampériz, P. Cronología "extrema": Generación de modelos cronoló- gicos robustos a partir de diferentes métodos de datación; ejemplos en la Península Ibérica.	105
3	Silva, P.G.; Roquero, E. Cronofunciones: modeliza- ción estadística de conjuntos de dataciones numéricas para el estudio del Cuaternario: Ejemplos para la Península Ibérica	123
5	Bardají, T.; Lario J. Estadios Isotópicos Marinos. Estratigrafía de los isótopos del oxígeno	143
9	Bardají, T.; Lario J. Estratigrafía isotópica del último ciclo glaciar (MIS 4 - MIS 1): estadiales/inter- estadiales de Groenlandia; Eventos Dansga- ard-Oeschger y Eventos Heinrich	155
	Alonso-García, M.; Tarruella, J.P.; Bejard, T.M.; Azi- beiro, L.A.; Sierro, F.J. La micropaleontología como herramienta de datación e identifica- ción de eventos climáticos en registros sedi- mentarios marinos	171
19	<i>Cuenca-Bescós, G.</i> Micromamíferos y datación relativa en medios continentales	189
31	<i>Muñoz-García, M.B.; Martín-Chivelet, J.</i> Datación de carbonatos por el método de U/Th: ejemplos en España	201
45	Torres, T.; Ortiz, J.E.; Sánchez-Palencia, Y.; López- Cilla, I. Datación por análisis de racemización de aminoácidos: su aplicación en la Península Ibérica	225
59	Duval, M. La datación por Resonancia Paramagné- tica Electrónica de materiales cuaternarios	237
73	Medialdea, A.; Rivera-Silva, J. Datación por lumi- niscencia: ópticamente estimulada (OSL) y ter- moluminiscencia (TL)	255
87	Alcalá-Reygosa, J.; Macías, J.L.; Arce, J.L. Aplicación de los isótopos cosmogénicos terrestres en terrenos volcánicos del holoceno en México: experiencias y retos	271











#### **UN PRODUCTO EDITORIAL SEG-AEQUA**

This Journal is also supported by International Union for Quaternary Research (INQUA) and International Association of Geomorphologists