



### Comparativa de dataciones radiométricas en muestras de conchas marinas tardi-holocenas: El ejemplo de las tempestitas del estuario de Huelva

#### *Comparison of radiometric dating in Late Holocene seashell samples: The example of the Huelva Estuary tempestites*

Gómez, P.<sup>(1)</sup>; Toscano, A.<sup>(1)</sup>; Rodríguez-Vidal, J.<sup>(1,2)</sup>; Cáceres, L.M.<sup>(1,2)</sup>;  
González-Regalado, M.L.<sup>(1)</sup>; Abad, M.<sup>(3)</sup>; Izquierdo, T.<sup>(3)</sup>;  
Ruiz, F.<sup>(1,2)</sup>; Monge, G.<sup>(4)</sup>; Campos, J.M.<sup>(5,2)</sup>; Bermejo, J.<sup>(5,2)</sup>

(1) Departamento de Ciencias de la Tierra, Facultad de Ciencias Experimentales, Universidad de Huelva, 21071-Huelva, España. paula.gomezgutierrez@hotmail.com

(2) Centro de Investigación en Patrimonio Histórico, Cultural y Natural (CIPHNCN), Universidad de Huelva, 21071-Huelva, España.

(3) Departamento de Biología y Geología, Física y Química Inorgánica, ESCET, Universidad Rey Juan Carlos, 28933-Móstoles, España.

(4) Departamento de Cristalografía, Mineralogía y Química Agrícola, Facultad de Química, Universidad de Sevilla, 41012-Sevilla, España.

(5) Departamento Historia I, Facultad de Humanidades, Universidad de Huelva, Avda. Tres de Marzo s/n, 21071-Huelva, España.

#### Resumen

El estudio del registro sedimentario holoceno del estuario de los ríos Tinto y Odiel (Huelva) se ha realizado históricamente por medio de sondeos y de afloramientos superficiales. Nuevos perfiles naturales en la Isla de Saltés (La Cascajera) están ofreciendo una nueva perspectiva sobre la génesis y cronología de los depósitos. Para la determinación temporal de estos procesos se llevaron a cabo dataciones radiométricas mediante el análisis de series de Uranio y de radiocarbono. El contraste de los resultados de ambas técnicas ha permitido observar grandes desfases temporales en las series de Uranio, siendo las edades de  $^{14}\text{C}$  unos 200 años más antiguas que las de U/Th, para las mismas muestras. La contaminación postsedimentaria en estos sistemas abiertos, ha favorecido el rejuvenecimiento de la edad de la muestra, por el continuo aporte al sistema de  $^{234}\text{U}$  y  $^{238}\text{U}$ . Esto pone de manifiesto lo inapropiado del método U/Th en sedimentos estuarinos recientes y, sobre todo, altamente contaminados; no debiendo utilizarse este método de forma exclusiva. El método de radiocarbono parece ser más preciso y adecuado, aplicándose a los resultados las pertinentes calibraciones marinas regionales ( $\Delta R$ ), siendo aconsejable su modelización Bayesiana (OxCal).

**Palabras clave:** Holoceno; Tempestita; Datación; Series de Uranio; Radiocarbono; Estuario de Huelva.



## Abstract

The study of the Holocene sedimentary record of the Estuary of the Tinto and Odiel rivers (Huelva) has been carried out historically by boreholes and surficial outcrops. New natural profiles on Saltés Island (La Cascajera) are offering a new perspective on the genesis and chronology of the deposits. For the temporal determination of these processes, radiometric dating was carried out by radiocarbon and uranium series analysis, being the ages of  $^{14}\text{C}$  are about 200 years older than those of U / Th, for the same samples. The contrast of the results of both techniques has allowed us to observe large time lags in the uranium series. Post-sedimentary contamination in these open systems has favored the rejuvenation of the age of the samples, due to the continuous contribution of  $^{234}\text{U}$  and  $^{238}\text{U}$  to the system. This highlights the inappropriateness of the U/Th method in recent estuarine sediments and, above all, highly polluted; therefore, this method shouldn't be used exclusively. The radiocarbon method seems to be more precise and adequate, always applying the pertinent regional marine calibrations ( $\Delta R$ ) to the conventional results, being advisable a Bayesian modeling (OxCal).

**Key words:** Holocene; Tempestite; Dating; Uranium series; Radiocarbon; Huelva Estuary.

## 1. Introducción

Durante más de 30 años de estudio morfo-sedimentario de los depósitos estuarinos holocenos de la costa atlántica del Golfo de Cádiz (ríos Tinto-Odiel y Guadalquivir, principalmente) han estado sustentados en la interpretación de sondeos y afloramientos superficiales. Los nuevos perfiles naturales encontrados en la Isla de Saltés (La Cascajera) están aportando una nueva perspectiva sobre la génesis, evolución y cronología de estos depósitos de relleno del estuario durante el presente alto marino interglaciar (Rodríguez-Vidal *et al.*, 2015).

## 2. Área de estudio

### 2.1. Entorno fisiográfico

El Estuario de Huelva se sitúa en la actual confluencia de los ríos Tinto y Odiel (Fig. 1). Desde el punto de vista fisiográfico, puede definirse como un estuario-barrera afectado por un régimen mesomareal semidiurno. En su interior se desarrollan amplias llanuras mareales vegetadas (marismas salobres) formadas sobre cuerpos de acreción estuarina de origen mixto (marino y continental), (Ruiz *et al.*, 1994). La Isla de Saltés se localiza entre las flechas litorales de Punta Umbría y Punta Arenillas y está limitada por los canales del Padre Santo

y de Punta Umbría (Fig. 1). Geomorfológicamente, está constituida por una sucesión de cordones arenosos rodeados de marisma fan-gosa y cruzada por canales y caños mareales.

Esta zona ha sido objeto de numerosos estudios que han contribuido a la explicación de su evolución geológica holocena; aunque, debido a su relieve suave, nunca se había dispuesto de afloramientos superficiales de calidad. En los últimos años, la erosión producida por el desplazamiento lateral de un canal mareal, al noroeste de La Cascajera, una de estas barreras arenosas, ha dado lugar a varios cortes naturales en los que en bajamar afloran algo más de tres metros de serie estratigráfica (Fig. 2). Estos afloramientos, de gran valor geológico, han permitido ampliar los estudios desde distintas perspectivas, tanto desde el punto de vista geológico como arqueológico, ayudando a comprender la evolución del relleno sedimentario de este estuario y su relación con el poblamiento humano (Gómez *et al.*, 2016). Este trabajo se centra en el análisis de las dataciones radiométricas y la comparativa, problemática e idoneidad de las diferentes técnicas.

### 2.2. Marco geomorfológico

Durante el Holoceno medio-superior, y coincidiendo con el final del último máximo

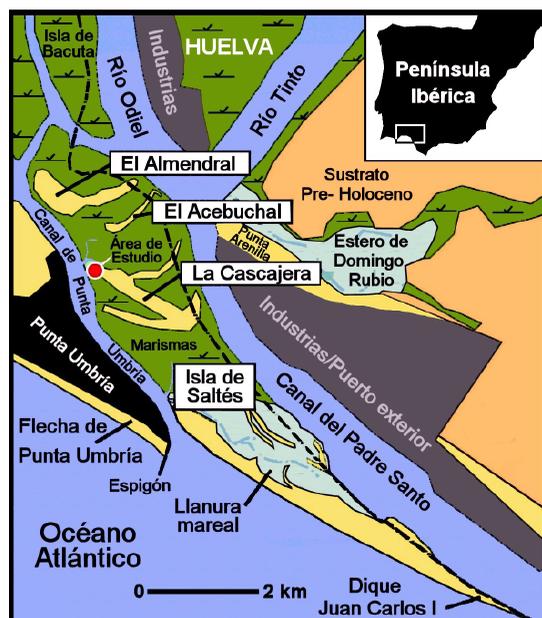


Figura 1: Localización de muestras para dataciones radiométricas absolutas en los perfiles estudiados al NO de La Cascajera (Isla Saltés).

Figure 1: Location of samples for absolute radiometric dating in the studied profiles from NW of La Cascajera (Saltés Island).

transgresivo Postglaciar, las desembocaduras fluviales de los ríos suratlánticos ibéricos se vieron invadidas por el medio marino y su dinámica. Los datos disponibles (Borrego *et al.*, 1999; Dabrio *et al.*, 2000) indican que la fase sedimentaria inicial de estos estuarios (6.000-4.000 años B.P.) se produjo con un relleno fluvio-marino de fondo de canal y por playas protegidas de naturaleza arenosa, adosadas a las riberas de las ensenadas e interdigitadas con aluviones de pequeños arroyos. Desde hace unos 4.000 años (Rodríguez-Vidal *et al.*, 2015), los sedimentos estuarinos comenzaron a emerger en forma de llanura de cheniers, migrando la bocana progresivamente hacia el sureste. Su emersión se produjo por progradación y agradación de abanicos de sobrepaso que volcaban sus sedimentos en los flancos internos de los canales mareales (“esteros”) o sobre las llanuras fangosas. Primero emergió el del Almendral (Fig. 1), que servía de antigua entrada al estuario, junto a las primitivas flechas de Punta Umbria y Pun-

ta Arenilla; después todo el sistema se iría desplazando hacia el sur, acompañando a la emersión de los cordones de El Acebuchal y La Cascajera, que se consolidó como barrera emergida en el tránsito de la segunda mitad del siglo I a.C. hasta finales del siglo II d.C. (Rodríguez-Vidal *et al.*, 2015, y Gómez *et al.*, 2016 y 2017).

### 2.3. Arquitectura sedimentaria de la barrera de La Cascajera

El análisis multidisciplinar de los sedimentos fini-holocenos de la barrera arenosa de La Cascajera muestra una secuencia regresiva desde una llanura mareal arenosa basal hasta una marisma actual. Esta secuencia incluye tres facies intermedias (llanura mareal fangosa, chenier y abanicos de sobrepaso) (Cáceres *et al.*, 2018). Este trabajo se ha centrado en el techo del cordón arenoso, formado por facies tempestíticas de abanicos de sobrepaso que, en su extremo occidental, alcanzan decenas de centímetros y hacia la zona central y oriental, ocupa todo el espesor aflorante en marea baja (> 3 m) (Fig. 2). Su estructura interna consiste en estratificación cruzada de bajo ángulo hacia tierra, en la zona de sobrepaso, y de alto ángulo o sigmoidal en la zona distal, donde vuelca sobre los antiguos canales mareales. Las características texturales y paleontológicas de la facies de alta energía (tempestitas) indican una erosión de los fondos infralitorales adyacentes y los canales de marea cercanos, así como de los cheniers sobre los que se depositaron (Cáceres *et al.*, 2018).

### 3. Metodología

Para conocer la cronología de las formaciones sedimentarias, existen dos tipos de dataciones; las dataciones relativas, que consisten en situar cronológicamente un suceso en relación con otros; y las dataciones absolutas, que miden el tiempo transcurrido desde que se produjo el evento hasta la actualidad. El uso de cualquier método de datación, para obtener la cronología de un proceso ocurrido en

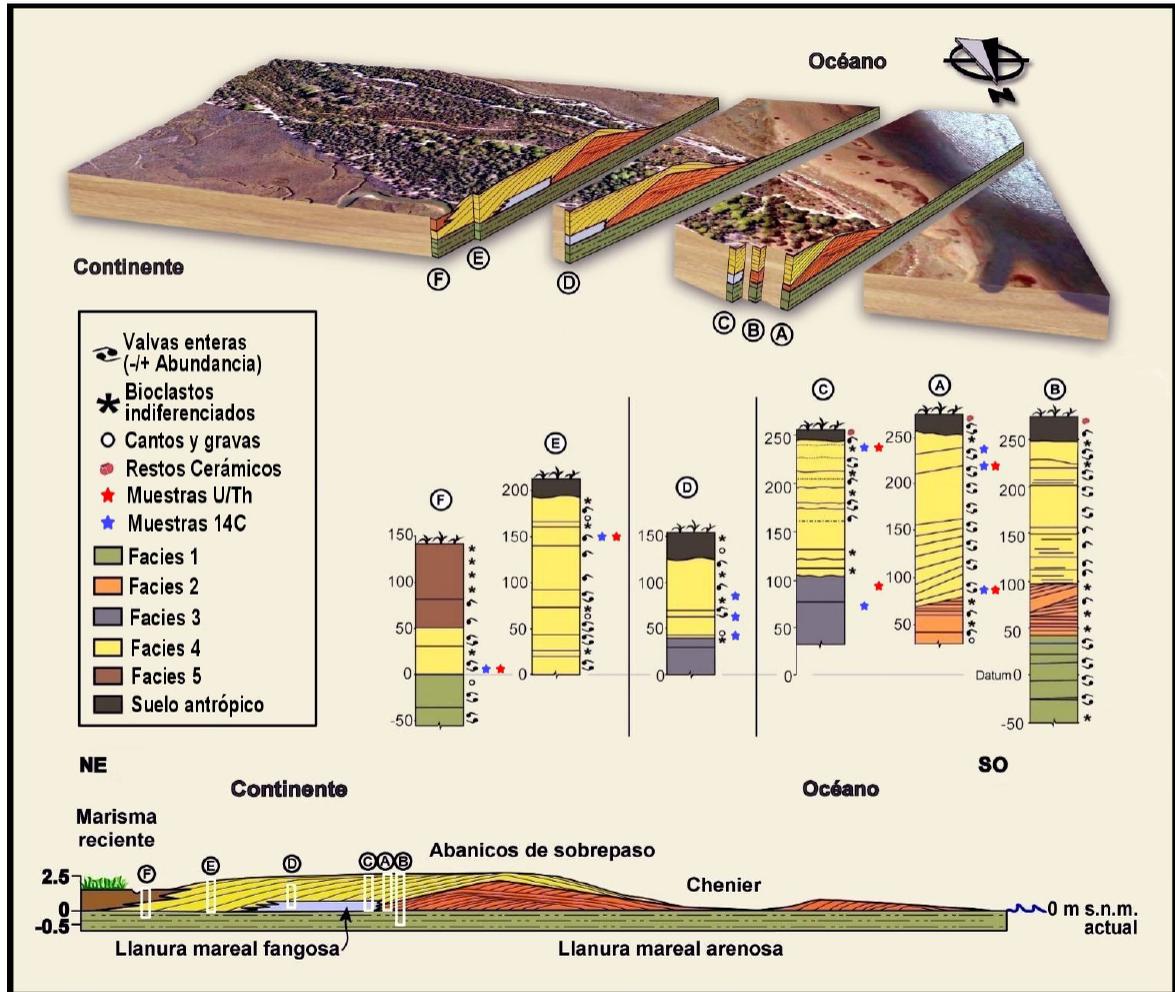


Figura 2: Modelo 3D de la barrera de La Cascajera, con detalle de las secciones y columnas estratigráficas mostrando la distribución de las facies sedimentarias.

Figure 2: 3D model of La Cascajera barrier, with detail of the stratigraphic sections and columns showing the distribution of the sedimentary facies.

un periodo geológico, está determinado por la aparición de materiales cuya formación esté relacionada con un proceso climático, del cual quiere conocerse la edad. Entre los numerosos procesos útiles para la datación, podemos destacar los producidos por precipitación de carbonatos a partir de aguas tanto superficiales como subterráneas. La datación de estos sistemas, generados únicamente cuando existen flujos de agua, nos permiten estudiar los periodos climáticos globales. Para las dataciones absolutas realizadas se han utilizado dos métodos, el de datación por Series de Uranio, y el de datación por Radiocarbono-AMS, am-

bos sobre conchas marinas de bivalvos de la especie *Glycymeris sp.* Se tomaron 6 muestras dobles para el análisis de U/Th y  $^{14}\text{C}$  y además otras cuatro solamente para  $^{14}\text{C}$  (Fig. 2). De cada muestra de sedimento se seleccionaron las valvas en base a criterios tafonómicos e icnológicos, tales como ejemplares completos, sin evidencias de fracturas, bioerosión, ni abrasión, es decir; con el mínimo retrabajo posible. Las dataciones relativas, por métodos paleontológicos y arqueológicos no son objeto de este trabajo, si bien refuerzan los datos obtenidos (Gómez *et al.*, 2016).

### 3.1. Datación de series de Uranio en malacofauna

La aplicación de este método de datación en minerales carbonatados es posible gracias al comportamiento geoquímico diferente del Uranio y del torio. El Uranio en soluciones acuosas puede ser transportado como compuesto carbonatado, mientras que por el contrario el torio es bastante insoluble en aguas. De esta manera, cuando precipita el carbonato, éste contiene cantidades apreciables de Uranio, pero está prácticamente desprovisto de torio. La precipitación de Uranio crea un estado inicial de desequilibrio de este radionúclido con sus descendientes, especialmente el  $^{230}\text{Th}$ , que comenzará a aumentar a partir del decaimiento radioactivo de sus progenitores. Así, si el sistema precipitado permanece cerrado a la migración de radionúclidos desde su formación, la medida de la evolución del  $^{230}\text{Th}$  hasta el equilibrio secular con el Uranio, permitirá obtener la edad del depósito, mediante el uso de las ecuaciones de Bateman y cuya forma usual para la datación viene dada por la expresión:  $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U} = (1 - e^{-\lambda_0 t}) / (\lambda_0 / (\lambda_0 - \lambda_4)) (1 - e^{-(\lambda_0 - \lambda_4)t})$ , donde  $^{238}\text{U}$ ,  $^{234}\text{U}$  y  $^{230}\text{Th}$  son las actividades específicas de cada uno de estos isótopos,  $\lambda_4$  y  $\lambda_0$  son las constantes de desintegración de  $^{234}\text{U}$  y  $^{230}\text{Th}$ , respectivamente y  $t$  el tiempo transcurrido desde que se formó el depósito.

La datación de estos materiales depende de la baja concentración de torio existente en las aguas y en los minerales precipitados junto al carbonato. También hay que tener en cuenta la contaminación detrítica a la que están sujetos los carbonatos depositados al aire libre. Para su correcta datación es necesario determinar los radionúclidos (U y Th) en el carbonato puro. Como la separación física o química de este material es imposible, se requieren técnicas gráficas para la determinación de concentraciones de carbonato puro en muestras impuras. Todas las técnicas requieren la medida de los isótopos de U y Th en varias submuestras del mismo carbonato impuro y su normalización del contenido de  $^{232}\text{Th}$ , radionúclido que solo se encuentra asociado

al material detrítico (Bischoff y Fitzpatrick, 1991; Kaufman, 1993).

En cualquier caso, los métodos tradicionales de datación, a partir del desequilibrio en las series del Uranio, tienen el inconveniente de un límite mínimo de edad de unos 3.000-4.000 años, como ocurre en el afloramiento de La Casajera. A esto se le suma que, en la mayoría de los casos, las muestras disponibles para datación consisten en carbonatos impuros. Para obtener la edad del carbonato con precisión, la técnica tradicional es la determinación de los distintos isótopos mediante la espectrometría alfa, que es la que se ha utilizado en este trabajo (Laboratorio del departamento de Física Aplicada I, de la ETSIA, de la Universidad de Sevilla) utilizando el denominado método LL y los diagramas de Rosholt para la determinación de la edad de las muestras impuras (Bischoff, J. y Fitzpatrick, J., 1991; Kaufman, 1993). Con la aplicación de estos métodos podremos obtener la edad en la que se formó el sistema y las distintas relaciones de actividades isotópicas en el carbonato inicial. Estas relaciones de actividad, y las concentraciones de los diversos radionúclidos, nos proporcionan datos claves sobre el comportamiento de los radionúclidos en las aguas desde las que se produce la precipitación de los carbonatos.

### 3.2. Datación Radiocarbónica-AMS en malacofauna

La datación por carbono radiactivo se basa en la desintegración del isótopo carbono 14, y comúnmente se utiliza para la datación de restos orgánicos de hasta 50.000 años de antigüedad. Todos los organismos tienen una concentración de  $^{14}\text{C}$  en equilibrio, gracias al constante intercambio de  $\text{CO}_2$  no radiactivo de la atmósfera durante sus períodos de vida. Cuando el organismo muere, este intercambio de detiene y la concentración de  $^{14}\text{C}$  comienza a decaer con una vida media de 5.570 años. La edad del organismo después de la muerte puede determinarse reduciendo la materia a través de procesos químicos a car-

bono, el cual se analiza; o bien al uso de un acelerador de espectrometría de masas (Ikeya, 1993; Walker, 2005).

Para que la datación por radiocarbono en fósiles marinos sea fiable, hay que tener en cuenta que la actividad específica del  $^{14}\text{C}$  varía respecto a la de la atmósfera contemporánea. La medida de la actividad remanente de  $^{14}\text{C}$  de muestras formadas/acumuladas en tales depósitos, no sólo refleja la decadencia del  $^{14}\text{C}$  (relacionada con la edad de la muestra), sino también la actividad del reservorio de  $^{14}\text{C}$  (Stuiver y Braziunas, 1993). Por ello se realiza una corrección de la anomalía de la edad aparente, cuando se conoce el desfase entre la actividad específica del  $^{14}\text{C}$  del reservorio y la de la atmósfera. El desfase  $R(t)$  se expresa como una edad reservorio de  $^{14}\text{C}$ , y no es un valor constante a lo largo del tiempo.

Las variaciones seculares del  $^{14}\text{C}$  en el medio marino se encuentran representadas por la curva marina modelada oceánica mundial, aunque esta curva promedio no tiene en cuenta las diferencias oceánicas regionales en la actividad específica del  $^{14}\text{C}$ . Esto es debido, en parte, a las variaciones regionales del ascenso de aguas profundas, deficientes en  $^{14}\text{C}$ . Como consecuencia, existe un desplazamiento en la edad  $^{14}\text{C}$  (edad de depósito) entre muestras coetáneas que contienen carbono marino, frente a las que contienen carbono terrestre (Soares, 2015). Stuiver y Braziunas (1993) definieron así  $\Delta R$  como un término específicamente regional, que representa las variaciones de actividad del  $^{14}\text{C}$  (en años de  $^{14}\text{C}$ ) entre las capas de aguas oceánicas mundial y regional. Por lo tanto, el parámetro  $\Delta R$  es la diferencia entre las edades reservorio de la capa de mezcla del océano regional y la de la capa de mezcla media de los océanos del mundo. Este hecho hay que tenerlo en cuenta ya que, generalmente, la edad  $^{14}\text{C}$  suministrada por los laboratorios no tiene esta corrección.

Soares (2005) fue el primero en determinar el efecto reservorio marino ( $\Delta R$ ) en las costas del golfo de Cádiz, publicado un año después

(Soares y Dias, 2006). Posteriormente, varios trabajos precisaron el  $\Delta R$  regional, así como las variaciones espaciales y temporales. Martins y Soares (2013) calcularon un valor  $\Delta R$  de  $-108 \pm 31$  años  $^{14}\text{C}$  para las costas andaluzas del golfo de Cádiz, durante los últimos 3.000 años.

## 4. Resultados

### 4.1. Resultados cronológicos de la datación de series de Uranio

Las muestras presentan un contenido en Uranio anormalmente alto, ya que lo habitual en este tipo de sistemas abiertos es la incorporación de torio detrítico. Estudios recientes sobre la química actual del estuario y sus afluentes (ríos Tinto y Odiel) presentan concentraciones de isótopos U-Th de uno a tres órdenes de magnitud superiores a las aguas continentales de fondo debido al impacto producido por el drenaje ácido de las minas (AMD). Dicha concentración está influenciada por el régimen de mareas, variaciones del pH y, además, presenta un marcado carácter estacional en relación con el caudal fluvial (Hierro *et al.*, 2013; Guerrero *et al.*, 2021). Esta contaminación natural y antrópica por metales pesados ha estado presente históricamente en la región. El registro de la intensa actividad minera desarrollada en el entorno a lo largo de los distintos periodos se manifiesta en varios picos de contaminación; entre los que destacan los correspondientes a los periodos tartésico y romano (Delgado *et al.*, 2012), momento en el que se consolida la barrera arenosa de La Cascajera (Cáceres *et al.*, 2018).

Las dataciones en el borde NO de La Cascajera, una vez realizadas todas las correcciones, se muestra en la Tabla 1, con una confianza de  $1\sigma$ , (siendo  $\sigma$  la desviación estándar, medida de la dispersión de datos) para su comparación con algunas dataciones de radiocarbono. Se observa una alta dispersión en las edades calibradas, entre 2.790 y 1.440 años BP. Es decir, entre el 840 a.C. y el 510 d.C., casi todo

Tabla 1: Dataciones de series de Uranio en los perfiles geológicos de La Cascajera.

Table 1: Uranium series dating in the geological profiles of La Cascajera.

Código de Muestra	Localización de campo	Edad BP U/Th, 1 $\sigma$ Años a.C.-d.C.
HUCA-1301	Meandro este	1990–1740 / 40 a.C.–210 d.C.
HUCA-1302	Meandro oeste	1580–1440 / 370 d.C.–510 d.C.
HUCA-1303	Meandro oeste	1800–1590 / 150 d.C.–360 d.C.
HUCA-1401	Meandro este	2210–2020 / 260 a.C.–70 a.C.
HUCA-1403	Meandro oeste	1990–1740 / 40 a.C.–210 d.C.
HUCA-1402	Meandro oeste	2790–2450 / 840 a.C.–500 a.C.

el primer milenio a.C. y la primera mitad del primer milenio d.C. Estos resultados no son los esperados. Estas anomalías podrían ser debidas a la presencia y absorción post-sedimentaria de Uranio reciclado. Pueden darse dificultades en la datación de bivalvos y gasterópodos ya que estos suelen estar presentes en sistemas abiertos, donde la movilidad del Uranio puede modificar la composición de las valvas tras la muerte del individuo, especialmente durante la diagénesis temprana (Hillaire-Marcel, 2009; y Van Calstensen y Thomas, 2006; en Salas Colca, 2020).

Este aporte de Uranio reciclado disponible en el medio altera y aumenta la proporción de Uranio en las muestras, por lo que obtenemos edades rejuvenecidas que no son fiables. En estos casos, es necesario el uso de varios métodos de datación para comprobar si los resultados son congruentes con lo esperado y los errores son asumibles; o si, por el contrario, debe desecharse este método para datar este tipo de ambientes.

#### 4.2. Resultados cronológicos de la datación radiocarbónica-AMS

Si comparamos los resultados analíticos obtenidos (Tabla 2) con la posición estratigráfica de las muestras (Fig. 2), podemos observar que las series temporalmente más homogéneas se encuentran en la facies superior, de génesis tempestítica, con edades calendario entre 250 a.C. y 140 d.C.

Respecto a los perfiles de estudio de cada uno de los nuevos meandros erosivos, las mues-

tras obtenidas en el sector más occidental, en la misma punta de la barrera de La Cascajera, ofrecen los resultados más contradictorios. Las muestras estratigráficamente inferiores resultan más jóvenes que las superiores. La única explicación razonable es el reciclaje de conchas antiguas procedentes de afloramientos sumergidos, que son retrabajadas por eventos de alta energía y colocadas en niveles superiores, a modo de “estratigrafía invertida”. Estas edades antiguas pueden llegar hasta 1.910 años a.C.

Estos resultados también plantean dudas sobre la fiabilidad de las dataciones en muestras de conchas representativas en estos tipos de sedimentos energéticos, lo que nos hace replantearnos la correcta correlación entre las facies estudiadas en La Cascajera y los resultados cronológicos por AMS. El conjunto de muestras con resultados más fiables corresponde a la facies superior de tempestitas, en los perfiles de los tres meandros estudiados. Así pues, sólo en estas muestras se ha realizado un calibrado Marine13, OxCal v4.2.4 ( $2\sigma$ ) y su modelización bayesiana (Tabla 3 y Fig. 3).

## 5. Discusión

### 5.1. Dataciones en registros de tempestitas: calibración y modelado

La modelización de este conjunto de muestras ( $2\sigma$ ), nos ofrece como resultado una elevada correlación temporal (Fig. 3), apuntando a que esta facies superior es el resultado de

Tabla 2: Análisis de muestras de  $^{14}\text{C}$ -AMS con edades calibradas ( $1\sigma$ ) y calendario en los perfiles geológicos de La Cascajera (Isla Saltés). \*  $\Delta R = -108 \pm 31$  años  $^{14}\text{C}$  (Martins y Soares, 2013).

Table 2: Analysis of  $^{14}\text{C}$ -AMS samples with calibrated ( $1\sigma$ ) and calendar ages in the geological profiles of La Cascajera (Saltés Island). \*  $\Delta R = -108 \pm 31$  años  $^{14}\text{C}$  (Martins and Soares, 2013).

Código de Muestra	Código de Laboratorio	Localización Meandro	$\delta^{13}\text{C} \%$	Edad $^{14}\text{C}$ (Años BP)	Años calibrados BP Marine13 ( $1\sigma$ )* Años a.C./d.C.
HUCA-1301	CNA-2817	Este-Flanco Sur	-0,33	2263 $\pm$ 31	2060-1930 110 a.C.-20 d.C.
HUCA-1302	CNA-2818	Oeste- Occidental	4,83	3415 $\pm$ 32	3460-3350 1510 a.C.-1400 a.C.
HUCA-1303	CNA-2819	Oeste- Occidental	7,45	2189 $\pm$ 31	1970-1860 20 a.C.-90 d.C.
HUCA-1401	CNA-2820	Este-Flanco Norte	7,82	2210 $\pm$ 32	1990-1870 40 a.C.-80 d.C.
HUCA-1403	CNA-2821	Oeste- Oriental	2,07	2366 $\pm$ 33	2200-2050 250 a.C.-100 a.C.
HUCA-1304	CNA-2505	Oeste- Oriental	1,29	2100 $\pm$ 35	1870-1740 80 a.C.-210 d.C.
HUCA-1404	CNA-2822	Oeste- Occidental	5,06	3732 $\pm$ 33	3860-3720 1910 a.C.-1770 a.C.
HUCA-1405	CNA-2823	Medio	2,58	2172 $\pm$ 32	1940-1830 10 d.C.-120 d.C.
HUCA-1406	CNA-2824	Medio	4,26	2150 $\pm$ 33	1920-1810 30 d.C.-140 d.C.
HUCA-1407	CNA-2825	Medio	4,13	2170 $\pm$ 32	1940-1830 10 d.C.-120 d.C.

Tabla 3: Dataciones  $^{14}\text{C}$ -AMS y fechas calendario de muestras de conchas marinas (*Glycymeris*) recolectadas en las facies tempestíticas de La Cascajera. \* Calibración utilizando la curva MARINE13 (Reimer et al.; 2013), el programa OxCal v4.2.4 (Bronk Ramsey, 2001) y  $\Delta R = -108 \pm 31$  años  $^{14}\text{C}$  (Martins y Soares, 2013).

Table 3:  $^{14}\text{C}$ -AMS dating and calendar dates for seashell samples (*Glycymeris*) collected in the tempestitic facies of La Cascajera. \* Calibrations done using the MARINE13 calibration curve (Reimer et al.; 2013), OxCal v4.2.4 (Bronk Ramsey, 2001, 2009), and a  $\Delta R = -108 \pm 31$  yr  $^{14}\text{C}$  (Martins and Soares, 2013).

Código de Muestra	Código de Laboratorio	Localización de campo	Edad $^{14}\text{C}$ (Años BP)	Edad Calibrada BP( $2\sigma$ )* sin modelar Años a.C./d.C.	Edad Calibrada BP( $2\sigma$ )* modelada Años a.C./d.C.
Límite inicio					154 a.C.- 96 d.C.
HUCA-1301	CNA-2817	Meandro este	2263 $\pm$ 31	168 aC-71 d.C.	104 a.C.- 99 d.C.
HUCA-1401	CNA-2820	Meandro este	2210 $\pm$ 32	112 aC-135 d.C.	54 a.C.- 127 d.C.
HUCA-1405	CNA-2823	M. medio	2172 $\pm$ 32	65 a.C.-182 d.C.	65 a.C.- 114 d.C.
HUCA-1406	CNA-2824	M. medio	2150 $\pm$ 33	33 a.C.- 214 d.C.	39 a.C.- 132 d.C.
HUCA-1407	CNA-2825	M. medio	2170 $\pm$ 32	61 a.C.- 186 d.C.	31 a.C.- 151 d.C.
HUCA-1303	CNA-2819	M. oeste	2189 $\pm$ 31	87 a.C.- 153 d.C.	56 a.C.- 131 d.C.
Límite final					29 a.C.- 204 d.C.

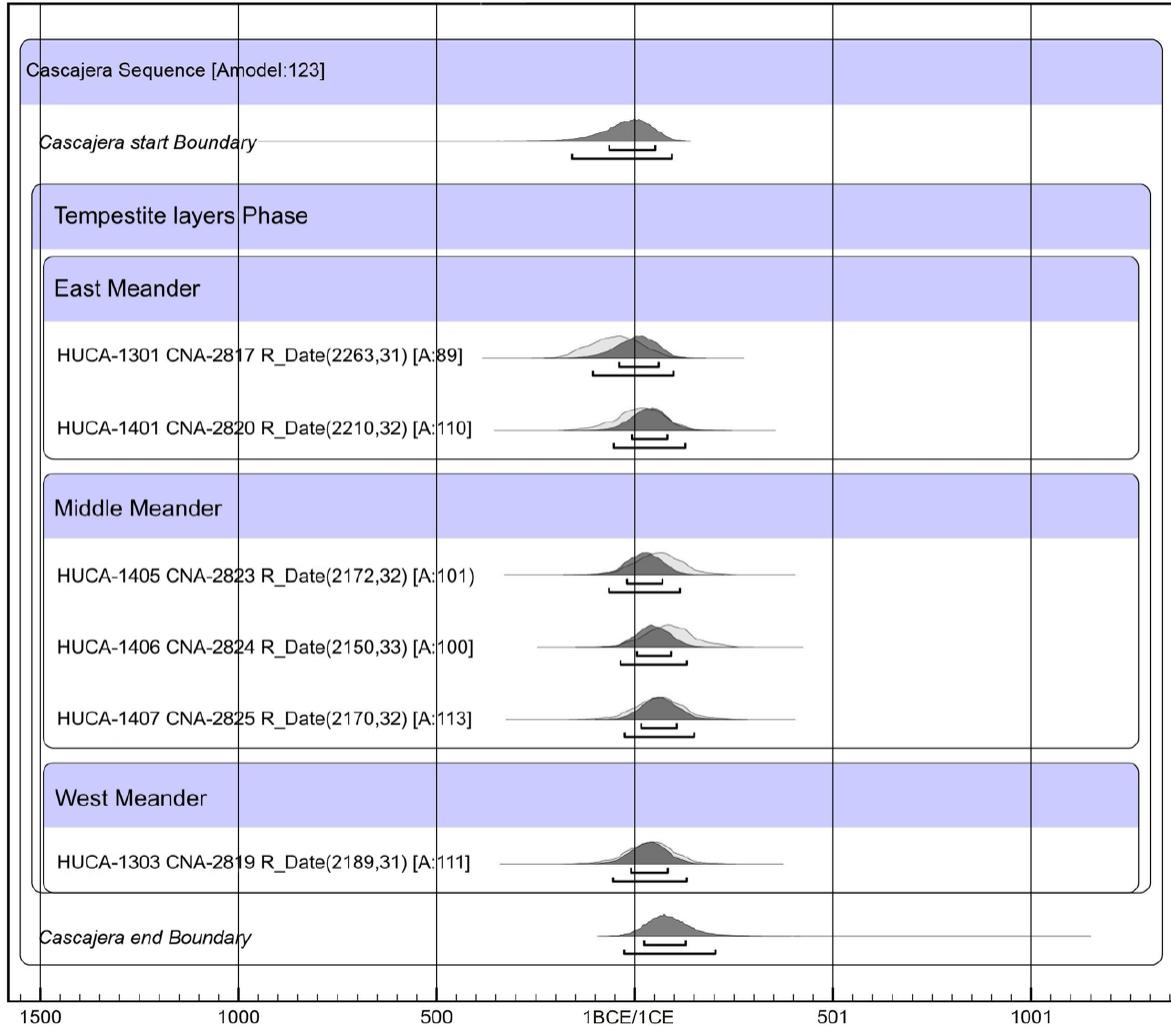


Figura 3: Modelado bayesiano de muestras de conchas de *Glycymeris* (ver Tabla 3) en las facies tempestíticas de La Casajera occidental (Rodríguez-Vidal *et al.*, 2016). OxCal v4.2.3 Bronk Ramsey (2013): r:5 Marine13 marine curve (Reimer *et al.*; 2013).

Figure 3: Bayesian modeling of *Glycymeris* seashell samples (see Table 3) in the western of La Casajera tempestitic facies (Rodríguez-Vidal *et al.*; 2016). OxCal v4.2.3 Bronk Ramsey (2013): r:5 Marine13 marine curve (Reimer *et al.*; 2013).

una acumulación rápida de sedimentos marinos de alta energía, con una cronología que abarcaría desde el año 50 a.C. hasta el 150 d.C. Los resultados de radiocarbono obtenidos para las conchas de la facies infrayacente (facies de chenier) indican una edad inmediatamente anterior a la modelada para las tempestitas, por lo que se habrían formado en un régimen sub-intermareal entre los siglos II-I a.C.; es decir, formarían los bajíos arenosos

de la bocana del estuario de Huelva a comienzos de la época romana, también denominado como “*palus Erebea*”.

### 5.2. Problemas metodológicos

En los muestreos y análisis de sedimentos recientes se recomienda cada vez más el contraste de los eventos morfosedimentarios de edad

cuaternaria mediante el uso de varios métodos de datación. Como se ha visto anteriormente, los métodos cronológicos aquí utilizados han sido el radiocarbono (AMS) y las series de Uranio (espectrometría alfa) en conchas sub-fósiles de *Glycymeris*. Como complemento a estos métodos isotópicos, también se ha utilizado la cronología tipológica de los restos cerámicos en el nivel más superficial de ocupación romana (Bermejo *et al.*, 2019).

En la tabla siguiente (Tabla 4) figuran las seis muestras fechadas por U/Th, cuya localización se describe en el apartado anterior (Fig. 2), y su comparación con las dataciones calibradas de  $^{14}\text{C}$  realizadas sobre las mismas muestras de conchas. Sólo la muestra HUCA-1402 no disponía de material suficiente para ser datada por ambos métodos, por lo que se ha utilizado otra muestra equivalente, (HUCA-1304) para ser datada por AMS.

Los resultados obtenidos de las dataciones, tras las correcciones y calibraciones necesarias en ambos métodos, se muestra en la tabla 4 y Fig. 4. Esta comparación es muy ilus-

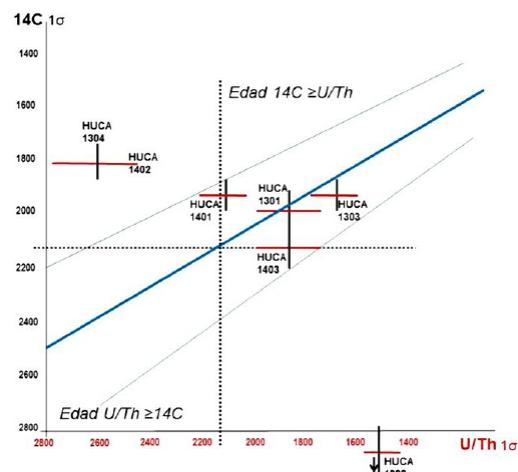


Figura 4: Comparación gráfica de las muestras fechadas por  $^{14}\text{C}$  y U/Th ( $1\sigma$ ).

Figure 4: Graphical comparison of the samples dated by  $^{14}\text{C}$  and U/Th ( $1\sigma$ ).

trativa, pues comprobamos que hay un escaso porcentaje de correlación entre las dataciones de radiocarbono y las series de Uranio. Podemos observar en la recta de regresión (azul en la Fig. 4) que, en general, las edades

Tabla 4: Dataciones de series de Uranio en los perfiles geológicos de La Cascajera y su comparación con dataciones de radiocarbono (AMS) en las mismas muestras de conchas (*Glycymeris*).

Table 4: Uranium series dating in La Cascajera geological profiles and their comparison with Radiocarbon dating (AMS) in the same shell samples (*Glycymeris*).

Código de Muestra	Código de Laboratorio	$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$	Edad $^{14}\text{C}$ (Años BP)	Años calibrados BP Marine13 ( $1\sigma$ ) Años a.C.-d.C.	Edad BP U/Th ( $1\sigma$ ) Años a.C.-d.C.
HUCA-1301	CNA-2817	-0,33	2263±31	2063-1930 110 a.C.-20 d.C.	1990-1740 40 a.C.-210 d.C.
HUCA-1302	CNA-2818	4,83	3415±32	3460-3350 1510 a.C.-1400 d.C.	1580-1440 370 d.C.-510 d.C.
HUCA-1303	CNA-2819	7,45	2189±31	1970-1860 20 a.C.-90 d.C.	1800-1590 150 d.C.-360 d.C.
HUCA-1401	CNA-2820	7,82	2210±32	1990-1870 40 a.C.-80 d.C.	2210-2020 260 a.C.-70 a.C.
HUCA-1403	CNA-2821	2,07	2366±33	2200-2050 250 a.C.-100 d.C.	1990-1740 40 a.C.-210 d.C.
HUCA-1402					2790-2450 840 a.C.-500 a.C.
HUCA-1304	CNA-2505	1,29	2100±35	1870-1740 80 a.C.-210 d.C.	

de  $^{14}\text{C}$  son unos 200 años más antiguas que las de U/Th, para las mismas muestras. El rango de error de las cuatro muestras más agrupadas (HUCA-1301/1303/1401/1403) es de 250 años (azul celeste en la Fig. 4); es decir, más de un 20% de error sobre la recta de regresión calculada. La única muestra cuyos resultados de edad son similares es la HUCA-1301. Los errores son inadmisibles para las muestras HUCA-1304/1402 (base columna C en Fig. 2) y HUCA-1302 (base columna A en Fig. 2). La muestra HUCA-1302 presenta una edad rejuvenecida respecto al grupo debido probablemente a la absorción de Uranio en disolución desde las aguas del estuario. En cuanto a las muestras HUCA-1304/1402, la gran disparidad entre las edades obtenidas por  $^{14}\text{C}$  y por U/Th, unido a que debieron tomarse dos valvas distintas (cada una con su propia historia tafonómica), arrojan unos resultados que no concuerdan con los criterios científicos aportados por este estudio, dejando una puerta abierta a futuras interpretaciones.

Atendiendo a la información que proporciona la comparación, y desde un punto de vista metodológico, cabe resaltar que la contaminación post-sedimentaria de elementos datables en un sistema abierto, favorece el rejuvenecimiento de la muestra. De esta forma, la edad U/Th de una muestra se hace más joven cuando post-deposicionalmente siguen entrando en el sistema isótopos de  $^{234}\text{U}$  y, aún más joven, cuando además entra  $^{238}\text{U}$ . La determinación de los isótopos y su proporción continúa en estudio.

## 6. Conclusiones

La comparación llevada a cabo entre ambas metodologías de datación ha resultado de gran utilidad en la determinación cronológica de los sedimentos tempestíticos de la barrera arenosa de La Casajera, en el estuario de Huelva. Del mismo modo, dicho contraste metodológico establece una base de referencia en cuanto al análisis y datación de muestras de conchas recientes en otros medios estuarinos contaminados. El contraste de los

resultados de ambas técnicas ha permitido observar grandes desfases temporales en las series de Uranio. La contaminación post-sedimentaria en estos sistemas abiertos ha favorecido el rejuvenecimiento de la edad de la muestra por el continuo aporte al sistema de  $^{234}\text{U}$  y  $^{238}\text{U}$ . Esto pone de manifiesto 1) lo inapropiado del método U/Th en sedimentos estuarinos recientes y, sobre todo, altamente contaminados; no debiendo utilizarse este método de forma exclusiva. 2) El método de radiocarbono parece ser más preciso y adecuado, aplicándose a los resultados convencionales las pertinentes calibraciones marinas regionales ( $\Delta R$ ), siendo aconsejable su modelización Bayesiana (OxCal). 3) El muestreo para  $^{14}\text{C}$  debe ser múltiple y dispuesto estratigráficamente en cada uno de los perfiles. 4) Hay que tener muy en cuenta la posibilidad de que alguna muestra pueda provenir de depósitos más antiguos. En medios marinos litorales, las conchas datables, a pesar de su aparente aspecto de "frescura", pueden ser frecuentemente recicladas. Sólo cuando tenemos la certeza de una movilización en vida o *peri-mortem*, es cuando las edades resultan fiables.

## Agradecimientos

Nuestro agradecimiento a CEIMAR-Campus de Excelencia Internacional de Huelva y al CIPHCN-Centro de Investigación en Patrimonio Histórico, Cultural y Natural de la Universidad de Huelva por su apoyo e infraestructura. Este trabajo ha sido financiado por el Ministerio de Economía y Competitividad de España [Proyecto I + D MICINN-FEDER CGL2010-15810 / BTE]; la Unión Europea [Proyecto UE-Excelencia de la Junta de Andalucía SEJ-4770]; y el apoyo de cuatro Grupos de Investigación de la Junta de Andalucía [RNM-238, RNM-293 RNM-349 y HUM-132] de la Universidad de Huelva. Agradecemos también la colaboración en el tratamiento y obtención de las dataciones, tanto en laboratorio, como en su posterior análisis, al Dr. Antonio Monge Soares y la Dra. Arancha Martínez Aguirre. Los trabajos de campo se realizaron gracias a la

asistencia del Paraje Natural de las Marismas del Odiel. También a los revisores de esta revista, por sus comentarios y sugerencias para la mejora de este trabajo.

## Bibliografía

- Bermejo, J.; Gómez, P.; González-Regalado, M.L.; Ruiz, F.; Campos, J.M.; Rodríguez-Vidal, J.; Cáceres, L.M.; Clemente, M.J.; Toscano, A.; Abad, M.; Izquierdo, T.; Prudencio, M.I.; Dias, M.I.; Marques, R.; Tosquella, J.; Carretero, M.I.; Monge, G. (2019). A new roman fish-salting workshop in the Saltés Island (Tinto-Odiel Estuary, SW Spain): La Cascajera and its archaeological and geological context. *Cuaternario y Geomorfología*, 33 (3-4): 13-26.
- Bischoff, J. y Fitzpatrick, J. (1991). U-series dating of impure carbonates: an isochron technique using total-sample dissolution. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 55: 543-554. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(91\)90011-S](https://doi.org/10.1016/0016-7037(91)90011-S)
- Borrego, J.; Ruiz, F.; Gonzalez-Regalado, M.L.; Pendon, J.G.; Morales, J.A. (1999). The Holocene transgression into the estuarine central basin of the Odiel River mouth (Cadiz gulf, SW Spain): lithology and faunal assemblages. *Quat. Sci. Rev.* 18: 769-788. [https://doi.org/10.1016/S0277-3791\(97\)00085-1](https://doi.org/10.1016/S0277-3791(97)00085-1)
- Bronk Ramsey, C. (2001). Development of the radiocarbon calibration program OxCal. *Radiocarbon*. 43 (2A): 355-363. <https://doi.org/10.1017/S0033822200038212>
- Bronk Ramsey, C. (2013). *Radiocarbon Calibration and Timescales*. Austria: N. p.; 2013. Web.
- Cáceres, L.M.; Gómez, P.; González-Regalado, M.L.; Clemente, M.J.; Rodríguez-Vidal, J.; Toscano, A.; Monge, G.; Abad, M.; Izquierdo, T.; Monge-Soares, A.M.; Ruiz, F.; Campos, J.; Bermejo, J.; Martínez-Aguirre, A.; Lopez, G.I. (2018). Modelling the mid-late Holocene evolution of the Huelva Estuary and its human colonization, South-Western Spain. *Marine Geology*, 406: 12-26. <https://doi.org/10.1016/j.margeo.2018.08.008>
- Dabrio, C.J.; Zazo, C.; Goy, J.L.; Sierro, F.J.; Borja, F.; Lario, J.; González, J.A.; Flores, J.A. (2000). Depositional history of estuarine infill during the Late Pleistocene- Holocene postglacial transgression. *Marine Geology*, 162: 381-404. [https://doi.org/10.1016/S0025-3227\(99\)00069-9](https://doi.org/10.1016/S0025-3227(99)00069-9)
- Delgado, J.; Boski, T; Nieto, J.M.; Pereira, L.; Moura, D.; Gomes, A.; Sousa, C.; García-Tenorio, R. (2012). Sea-level rise and anthropogenic activities recorded in the late Pleistocene/Holocene sedimentary infill of the Guadiana Estuary (SW Iberia). *Quaternary Science Reviews*, 33: 121-141. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2011.12.002>
- Guerrero, J.L.; Gutiérrez, I.; Hierro, A.; Pérez, S.M.; Olías, M.; Bolívar, J.P. (2021). Seasonal evolution of natural radionuclides in two rivers affected by acid mine drainage and phosphogypsum pollution. *Catena*, 197: 104978. <https://doi.org/10.1016/j.catena.2020.104978>
- Gómez, P.; Rodríguez-Vidal, J.; González-Regalado, M.L.; Cáceres, L.M.; Toscano, A.; Clemente, M.J.; Redondo, A.; Ruiz, F.; Abad, M.; Izquierdo, T. (2016). Modelo de emersión de barreras estuarinas por secuencias tempestíficas en la desembocadura de los ríos Tinto y Odiel (Huelva). *Geo-Temas* 16(2): 379-382.
- Gómez, P.; Rodríguez-Vidal, J.; González-Regalado, M.L.; Clemente, M.J.; Cáceres, L.M.; Toscano, A.; Abad, M.; Izquierdo, T.; Ruiz, F. (2017). Caracterización sedimentaria de facies tempestíficas en barreras arenosas del estuario de Huelva (SO España). *Libro de resúmenes de la IX Reunión del Cuaternario Ibérico*, 155-156pp.; Faro, Portugal.
- Hierro, A.; Martín, J.E.; Olías, M.; Vaca, F.; Bolivar, J.P. (2013). Uranium behaviour in an estuary polluted by mining and industrial effluents: the Ría de Huelva (SW of Spain). *Water Research*, 47(16): 6269-6279. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2013.07.044>
- Hillaire-Marcel, C. (2009). The U-series dating of (biogenic) carbonates. *IOP Conference Series Earth and Environmental Science* 5(1):012008. <https://doi.org/10.1088/1755-1307/5/1/012008>
- Ikeya, M. (1993). *New Applications of Electron Spin Resonance: Dating, Dosimetry and Microscopy*. World Scientific Publishing Company. <https://doi.org/10.1142/1854>
- Kaufman, A. (1993). An evaluation of several methods for determining  $^{230}\text{Th}/\text{U}$  ages of impure carbonates. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 57: 2303-2317. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(93\)90571-D](https://doi.org/10.1016/0016-7037(93)90571-D)
- Martins, J.M.M. y Soares, A.M.M. (2013). Marine radiocarbon reservoir effect in Southern Atlantic Iberian coast. *Radiocarbon*, 55(2-3): 1123-1134. <https://doi.org/10.1017/S0033822200048037>

- Reimer, P.J.; Bard, E.; Bayliss, A.; Beck, J.W.; Blakwell, P.G.; Bronk Ramsey, C.; Grootes, P.M.; Guilderson, T.P.; Hafliðason, H.; Hajdas, I.; Hatte, C.; Heaton, T.J.; Hoffmann, D.L.; Hogg, A.G.; Hughen, K.A.; Kaiser, K.F.; Kromer, B.; Manning, S.W.; Niu, M.; Reimer, R.W.; Richards, D.A.; Scott, E.M.; Southon, J.R.; Staff, R.A.; Turney, C.S.M.; van der Plicht, J. (2013). IntCal13 and Marine13 radiocarbon age calibration curves 0-50,000 years cal BP. *Radiocarbon* 55: 1869-1887. [https://doi.org/10.2458/azu\\_js\\_rc.55.16947](https://doi.org/10.2458/azu_js_rc.55.16947)
- Rodríguez-Vidal, J.; Abad, M.; Cáceres, L.M.; González-Regalado, M.L.; Clemente, M.J.; Gómez, P.; Toscano, A.; Izquierdo, T.; Ruiz, F.; Soares, A.M.M. (2015). Registro de tempestitas en llanura de cheniers durante los siglos I a.C./d.C. (estuario de Huelva). *Geo-temas* 15: 77-80.
- Rodríguez-Vidal, J.; Cáceres, L.M.; González-Regalado, M.L.; Clemente, M.J.; Gómez, P.; Toscano, A.; Monge, G.; Abad, M.; Izquierdo, T.; Monge Soares, A.M.; Ruiz, F. (2016). Estudio geológico de la Barrera Litoral de La Cascajera; implicaciones en la ocupación humana del estuario. En: *El patrimonio histórico y cultural en el Paraje Natural Marismas del Odiel: un enfoque diacrónico y transdisciplinar* / J.M. Campos Carrasco (Dir.), 89-106.
- Ruiz, F.; González-Regalado M.L.; Borrego, J. (1994). Ostrácodos y contaminación: el estuario del río Odiel (Huelva, SO España). *Coloquios de Paleontología*, 46:173-189.
- Salas Colca, A.C. (2020). Aplicaciones de la datación por series de uranio en paleontología de invertebrados. En: *Aplicaciones de la datación por series de uranio en paleontología de invertebrados*, Santiago Rafailo, S. (Ed.), 46-51.
- Soares, A.M.M. (2005). *Variabilidade do "Upwelling" Costeiro durante o Holocénico nas Margens Atlânticas Ocidental e Meridional da Península Ibérica*. Unpublished PhD dissertation. Faculdade de Ciências do Mar e do Ambiente, Universidade do Algarve.
- Soares, A.M.M. y Dias, J.M.A. (2006), Coastal upwelling and Radiocarbon evidence for temporal fluctuations in ocean reservoir effect off Portugal during the Holocene. *Radiocarbon*. 48(1): 45-60. <https://doi.org/10.1017/S0033822200035384>
- Soares, A.M.M. (2015). Radiocarbon dating of marine shells from the Gulf of Cádiz: The marine radiocarbon reservoir effect, its variability during the Holocene and palaeoenvironmental inferences. *Cuaternario y Geomorfología*, 29 (1-2): 19-29.
- Stuiver, M.; Braziunas, T.F. (1993). Modeling atmospheric  $^{14}\text{C}$  influences and  $^{14}\text{C}$  ages of marine samples to 10,000 BC. *Radiocarbon* 35: 137-189. <https://doi.org/10.1017/S0033822200013874>
- Van Calsteren, P. y Thomas, L. (2006). Uranium-series dating applications in natural environmental science. *Earth Science Reviews*, 75: 155-175. <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2005.09.001>
- Walker M. (2005). *Quaternary dating methods*. John Wiley & Sons Ltd, The Atrium, Southern Gate, Chichester.

Recibido el 4 de mayo de 2021  
 Aceptado el 12 de junio de 2021

