



UNIVERSIDAD POLITECNICA DE MADRID

ESCUELA TECNICA SUPERIOR
DE
INGENIEROS DE MINAS

Ríos Rosas, 21
28003 MADRID



Laboratorio de Datación
por Racemización de
Aminoácidos
(AARD Lab.)

Phone: 34-1-3366970

Fax: 34-1-3366977

**INFORME: AMINOESTRATIGRAFÍA Y
GEOCRONOLOGÍA POR ANÁLISIS DE RACEMIZACIÓN
DE AMINOÁCIDOS DE MUESTRAS DE GASTERÓPODOS
Y LAMELIBRANQUIOS DE LA CUENCA DE CÚLLAR-
BAZA (GRANADA), PROYECTO MAGNA (INGEMISA).**

Madrid, 20/Abril/1995

Antecedentes

En junio de 1994 se firmó un contrato entre la Universidad Politécnica de Madrid e Investigaciones Geológicas y Mineras (S.A.) por el que el Laboratorio de Datación por Aminoácidos de la Unidad Docente de Estratigrafía y Paleontología de la Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas de Madrid, era para la realización de una campaña de dataciones a partir de muestras aportadas por INGEMISA, procedentes de la Cuenca de Cúllar-Baza (Granada), área en la que dicha empresa es contratista para la realización de estudios MAGNA.

Según las condiciones contractuales se envió un informe previo en septiembre de 1994, con un esbozo de la aminoestratigrafía de las muestras estudiadas.

Ahora se aporta el informe final que estará compuesto por los siguientes items:

Las muestras: Descripción metódica de las estaciones de campo y de las análisis de cada una de ellas.

Limpieza y selección de muestras: Breve cita metodológica.

Preparación química de las muestras: Se describe sucintamente el método de extracción y preparación química de los aminoácidos de los fósiles.

Principios analíticos y de cálculo: Se trata de un resumen de la sistemática empleada.

Interpretación de resultados: La interpretación de resultados se realiza siguiendo dos vías:

Aminoestratigrafía: A partir de los grados de racemización medidos, mediante una representación en histogramas de frecuencias absolutas de grados deracemización de leucina, ácido glutámico, fenilalanina y ácido glutámico, se establece una estratigrafía relativa de las estaciones de campo desmuestreadas.

Edades numéricas: Con los datos de racemización de los aminoácidos analizados, llevados a las funciones de cálculo, desarrolladas para el programa de gestión de datación por racemización de aminoácidos del Laboratorio de Dataciones por Racemización de Aminoácidos de la E.T.S. de Ingenieros de Minas de Madrid, se realizan cálculos matemáticos y estadísticos que permiten definir la edad numérica de cada estación.

Síntesis de las edades obtenidas.

En este apartado se situarán, y comentarán, las edades obtenidas en el contexto cronoestratigráfico del Pleistoceno.

Las muestras

Para las dataciones por AAR se ha contado con muestras provenientes de las estaciones de campo siguientes:

Clave	Estación	Localidad (Hoja 1:50.000)	Especies
8	RG9329	Rambla la Hinojora (Cúllar-Baza)	Planorbis sp.
9	RG9327	Canteras E río Baza (Cúllar-Baza)	Cerastoderma sp.
22	RG9701	Galera1 (Huescar)	Planorbis, Helicidae
23	RG9150	Gorafe A (Cuevas del Campo)	Planorbis, Helicidae, Lymnaea sp.
24	RG9359	Cúllar Baza (Cúllar Baza)	Planorbis sp., Helicidae
25	RG9702	Carretera Nueva (Huescar)	Planorbis sp. Helicidae
26	RG9151	Toyo de Chiclana (Cuevas del C.)	Opercula
27	RG9358	Cortes de Baza (Cúllar Baza) + 20 m.	Cerastoderma sp. Corbicula sp.
28	RG9357	Cortes de Baza (Cúllar Baza) + 6 m.	Cerastoderma
31	LM9049 LM-9110	Cañada Castaño (Huescar)	Helicidae
32	LM9289	Río Guardal (San Clemente)	Helicidae, Pupilla
33	LM9050	Loma del Quemado (Huescar)	Cerastoderma
35	LM9051	Fuente Amarga (Huescar)	Lymnaea sp., Helicidae.
36	RG9356	Cortes de Baza (Cúllar-Baza) (Base)	Planorbis sp. Helicidae.
46	RG9360	Freila (Cuevas del Campo)	Ostracoda
58	RG9363	Cortes de Baza (Río Castril) (C.B.)	Planorbis sp., Helicidae.

No se tienen antecedentes de dataciones absolutas en el área. Sí existen antecedentes de dataciones biostratigráficas:

RG9701—	Galera1—	NM15
RG9150—	Gorafe A—	NM14
RG9359—	Cúllar Baza—	Pleistoceno medio
RG9151—	Tayo de Chiclana—	NM17
RG9356—	Cortes de Baza 1—	NM17

Fuera de la zona de trabajo, aunque en su inmediata vecindad, está el yacimiento de Venta Micena, que se podría situar en el Villafranquiense superior, con una datación por racemización de aminoácidos de ca. 1000 ka., *cf. Torres et. al (1995)*

A partir de las muestras descritas anteriormente, se obtuvieron las submuestras siguientes:

Clave	Submuestra	Num. Anal.	Determinación
8	RG9329	85	Planorbis sp.
9	RG9327-1	86	Cerastoderma sp.
9	RG9327-2	87	Cerastoderma sp.
9	RG9327-3	235	Cerastoderma sp.
22	RG9701-1-1	237	Helix sp.
22	RG9701-1-2	238	Helix sp.
22	RG9701-1-3	239	Helix sp.
22	RG9701-2-1	240	Helix sp.
22	RG9701-2-2	241	Helix sp.
22	RG9701-3-1	242	Planorbis sp.
22	RG9701-1-6	243	Helix sp.
22	RG9701-1-4	285	Helix sp.
22	RG9701-1-5	286	Helix sp.
22	RG9701-2-3	287	Helix sp.
22	RG9701-2-4	288	Helix sp.
22	RG9701-2-5	289	Helix sp.
23	RG9150-0-3	269	Planorbis sp.
23	RG9150-1-1	270	Planorbis sp.
23	RG9150-1-2	271	Planorbis sp.
23	RG9150-1-4	466	Lymnaea sp.
23	RG9150-1-5	467	Lymnaea sp.
23	RG9150-1-6	468	Lymnaea sp.
23	RG9150-1-7	469	Lymnaea sp.
23	RG9150-2-8	470	Frag. Planorbis sp.
23	RG9150-2-9	491	Planorbis sp.

24	RG9359-1-1	249	Helix sp.
24	RG9359-1-2	250	Helix sp.
24	RG9359-2-1	251	Helix sp.
24	RG9359-2-2	252	Helix sp.
24	RG9359-1-3	253	Helix sp.
24	RG9359-1-4	290	Helix sp.
24	RG9359-3-1	254	Helix sp.
24	RG9359-3-2	255	Helix sp.
24	RG9359-3-3	267	Planorbis sp.
24	RG9359-2-3	291	Helix sp.
24	RG9359-2-4	292	Helix sp.
24	RG9359-3-4	293	Helix sp.
24	RG9359-3-1	378	Helix sp.
24	RG9359-3-2	379	Helix sp.
24	RG9359-3-3	380	Helix sp.
25	RG9702-1-1	219	Planorbis sp.
25	RG9702-2-1	220	Planorbis sp.
25	RG9702-3-1	221	Planorbis sp.
25	RG9702-4-1	222	Helix sp.
25	RG9702-1-2	244	Helix sp.
25	RG9702-1-3	245	Planorbis sp.
25	RG9702-2-2	246	Planorbis sp.
25	RG9702-2-3	247	Planorbis sp.
25	RG9702-2-4	248	Planorbis sp.
26	RG9151-1-1	236	Opérculo.
26	RG9151-1-2	256	Opérculo.
26	RG9151-2-1	264	Opérculo.
26	RG9151-2-2	268	Opérculo.
26	RG9151-2-3-1	492	Fragmento indet.
26	RG9151-2-3-2	493	Fragmento indet.
26	RG9151-2-4-1	494	Opérculo.
26	RG9151-1-4	499	Fragmento indet.
26	RG9151-1-3	500	Opérculo.
27	RG9358-1-1	193	Cerastoderma sp.
27	RG9358-1-2	194	Cerastoderma sp.
27	RG9358-1-3	195	Cerastoderma sp.

27	RG9358-1-4	196	Cerastoderma sp.
27	RG9358-1-5	197	Cerastoderma sp.
27	RG9358-1-6	198	Cerastoderma sp.
27	RG9358-1-7	199	Cerastoderma sp.
27	RG9358-1-8	200	Corbícula sp.
27	RG9358-2-1	201	Cerastoderma sp.
27	RG9358-2-2	202	Cerastoderma sp.
27	RG9358-2-3	203	Cerastoderma sp.
27	RG9358-2-4	204	Cerastoderma sp.
27	RG9358-2-5	205	Cerastoderma sp.
27	RG9358-2-6	206	Corbícula sp.
27	RG9358-2-7	207	Corbícula sp.
28	RG9357-1	208	Cerastoderma sp.
28	RG9357-2	209	Cerastoderma sp.
28	RG9357-3	210	Cerastoderma sp.
31	RG9040-1	279	Helix sp.
31	RG9040-2	280	Helix sp.
31	RG9040-3	281	Helix sp.
32	LM9289-1	282	Helix sp.
32	LM9289-2	283	Helix sp.
32	LM9289-3	284	Pupilla sp.
32	LM9289-4	300	Helix sp.
33	LM9050-1	335	Cerastoderma sp.
33	LM9050-2	340	Cerastoderma sp.
35	LM9051-1	272	Lymnaea sp.
35	LM9051-2	273	Lymnaea sp.
35	LM9051-3	274	Helix sp.
35	LM9051-4	275	Helix sp.
35	LM9051-5	276	Helix sp.
35	LM9051-6	277	Helix sp.
35	LM9051-7	278	Helix sp.
35	LM9051-9	298	Helix sp.
35	LM9051-10	299	Helix sp.

36	RG9356-2-1	260	Helix sp.
36	RG9356-1-1	261	Planorbis sp.
36	RG9356-1-2	262	Planorbis sp.
36	RG9356-1-3	294	Helix sp.
36	RG9356-1-4	295	Helix sp.
36	RG9356-1-5	296	Helix sp.
36	RG9356-2-2	301	Helix sp.
46	RG9360-1	393	Ostrácoda.
58	RG9363-1	381	Planorbis sp.
58	RG9363-2	382	Helix sp.
58	RG9363-3	383	Helix sp.
58	RG9363-4	384	Helix sp.
58	RG9363-5	385	Helix sp.
58	RG9363-6	386	Helix sp.
58	RG9363-7	387	Helix sp.
58	RG9363-8	388	Helix sp.

Que comprende un total de 110 submuestras analizadas.

Limpieza y selección de las muestras.

La primera fase de la preparación de la muestra consistió en el arranque mediante punzón de la concrección que cubría los gasterópodos. Las zonas con adherencias fuertes se limpiaron con fresa de dentista (sinter de diamante).

Posteriormente se trataron con agua oxigenada concentrada, fueron llevadas en agua ultralimpia al baño de ultrasonidos.

Finalmente se lavaron con HCl 1N, para eliminar las capas superficiales susceptibles de haber sufrido contaminación. Se levantaron discos de concha (80mg) que constituyeron las muestras individuales con el empleo de una broca hueca, sacatestigos, de sinter de diamante.

Estas operaciones se llevaron a cabo en el área limpia, con el fin de evitar contaminaciones.

Preparación química de las muestras.

El método que se emplea en la E.T.S. de Ingenieros de Minas de Madrid, se basa en el descrito por Goodfriend (*op. cit.*). Los aminoácidos de la muestra, una vez hidrolizada, se derivatizan como ésteres N-trifluoracetilisopropílicos, y se analizan por GC en un HP 5890 A(II), utilizando una columna capilar Chirasil-Val L (Chrompack) de 25m de longitud y un detector FID. Para este trabajo se determinan DL-alanina, DL-valina, DL-prolina, DL-leucina, DL-ac. aspártico (asparagina), DL-fenilalanina y DL-ac. glutámico (glutamina), así como IA-isoleucina.

Principios del método

La utilización de la racemización de los aminoácidos como herramienta geocronológica, se basa en que los L-aminoácidos de los seres vivos, tras la muerte del individuo se van racemizando, dando lugar a una mezcla de L-aminoácidos y D-aminoácidos. La velocidad con la que tiene lugar esta reacción química está controlada en primer lugar por la temperatura, de aquí que la "historia climatológica" del sitio donde se recogen las muestras sea algo fundamental, de forma que no se pueden extrapolar resultados entre áreas latitudinalmente distintas. También constituye un factor diferenciador la constitución de las proteínas de los géneros de animales fósiles que se analizan, pudiendo aparecer, como parece ser nuestro caso, diferencias entre la cinética de racemización de los gasterópodos+ostrácodos y los lamelibranquios (*Cerastoderma* y *Corbicula*). Para mayor información se refiere a Hare y Mitterer (1969) y Bada *et al.* (1970), Wehmiller (1984,1993) y Goodfriend (1991) y Goodfriend y Meyer (1991).

Para España, se pueden consultar los trabajos de Torres *et al.* (1994 a,b,c) y Torres *et al.* (*op. cit.*)

Principios analíticos y de cálculo.

Una vez realizada la preparación química de los aminoácidos de las muestras (derivatización), las soluciones resultantes fueron analizadas por cromatografía de gases y los cromatogramas obtenidos quedaron almacenados en el equipo informático asociado al cromatógrafo, procediéndose a su reanálisis sistemático, empleando otro sistema de integración, con el fin de obviar posibles errores.

En el anexo se incluyen los cromatogramas obtenidos. Así como las hojas analíticas de cada uno.

Para la interpretación de los resultados no existe un único modelo satisfactorio para todos los aminoácidos; por lo que debe escogerse empíricamente, en cada caso, de acuerdo con la bondad del ajuste a los datos experimentales (Goodfriend, 1991b).

Para la elaboración y ajuste de los modelos se han utilizado los resultados del análisis de muestras de las que se conocía su edad por otros métodos de datación diferentes. En particular se han utilizado muestras actuales, muestras de Priego (de 5-20 ka y de 105 ka), muestras "patrón" de Wehmiller (de 50, 100-250 y 1000 ka) y muestras de Venta Micena (1000 ka). Las muestras de Wehmiller proceden de un ejercicio de intercalibración realizado entre once laboratorios diferentes (Wehmiller, 1984).

El mejor ajuste se ha obtenido considerando la racemización de los aminoácidos como una reacción reversible de primer orden (Schroeder and Bada, 1976; Williams and Smith, 1977; Bada, 1985), pero ajustando a la raíz cuadrada del tiempo.

El ajuste a la raíz cuadrada del tiempo, directamente sobre la relación de racemización D/L, fue propuesto por Mitterer y Kriaušakul (Mitterer and Kriaušakul, 1989) y por Goodfriend que lo llamó "transformación cinética parabólica", (Goodfriend, 1991b). En nuestro caso se ha obtenido un mejor resultado ajustando sobre el modelo de cinética de primer orden, lo que es lógico desde un punto de vista puramente matemático, ya que la raíz cuadrada lo que hace es normalizar la distribución de valores minimizando la importancia de los valores más elevados que son los que presentan mayor dispersión.

Dada las características de la "transformación cinética parabólica" que controlan la racemización de los aminoácidos, al observar la Fig.-1, de Torres *et al.* (1994), en la

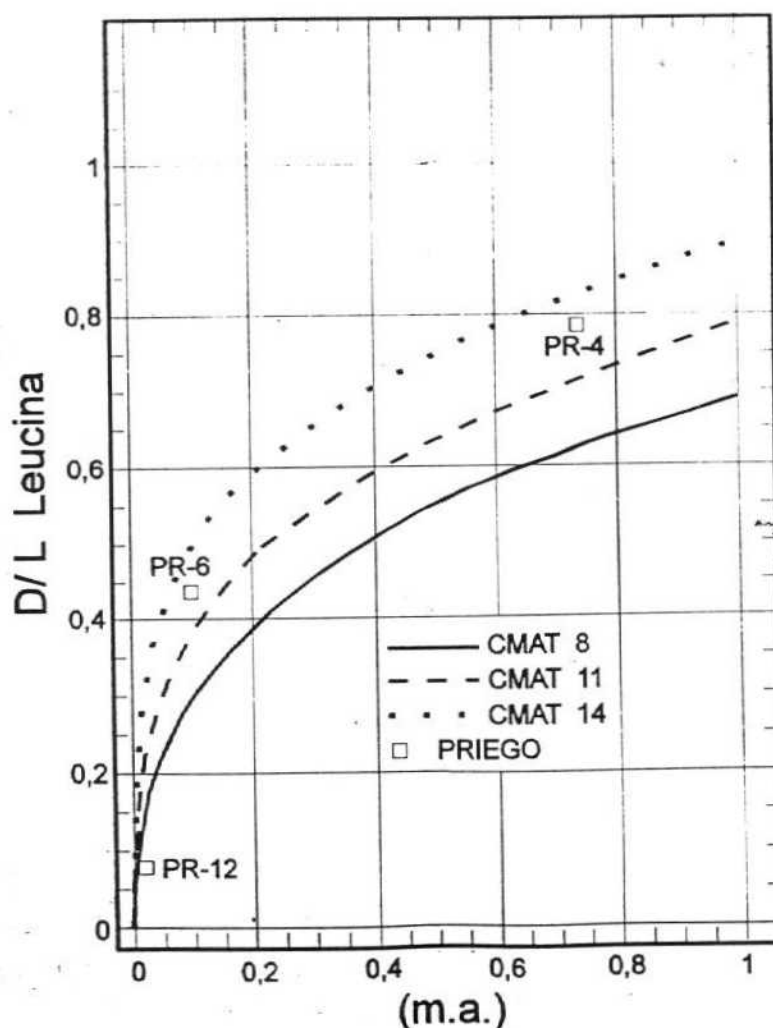
que se ha representado la cinética de racemización de la leucina, en este caso para datos de gasterópodos fluviales asociados a los travertinos de Priego (Cuenca), resulta inmediato pensar que habrá que matizar el método interpretativo según la parte de la curva en la que se esté trabajando:

-En edades bajas resulta claro que aumentos importantes de la relación de racemización no corresponderán con lapsos de tiempo prolongados.

-En edades muy altas, muy cerca del límite del alcance efectivo del método, la curva se hará casi asintótica al eje de tiempo, con lo que el método perderá definición.

Para resolver estas problemáticas, se ha tenido que incluir en el programa de gestión de datos un menú inteligente que permite seleccionar tres porciones de la curva según que las primeras interpretaciones de edad nos indiquen que se trata de muestras "muy jóvenes" (hasta 45 ka), "muy viejas" o de "edad intermedia" (entre 45 y 175 ka). En el primer caso se toma solo la parte mas vertical de la curva, que se horizontaliza jugando con las escalas de los ejes, en el segundo caso se verticaliza la línea.

Fig.-1. Curva de edad-racemización de la leucina en muestras de gasterópodos fluviales de los travertinos de Priego. (Torres *et al.* 1994)



Interpretación de los resultados.

Aminozonación

Un primer paso en la datación a partir de la racemización de aminoácidos, lo constituye la aminozonación, que consiste en la jerarquización en edad relativa de los desmuestres de las estaciones, según los diferentes estadios de racemización de los aminoácidos analizados.

Se eligieron los siguientes compuestos: ácido aspártico, leucina, fenilalanina y ácido glutámico. Se tomó como criterio de mayor antigüedad cuando los estadios de racemización, representados como histogramas en valores absolutos, de tres aminoácidos, como mínimo, eran superiores, a los del precedente.

Dado que se observaron pautas diferentes de racemización en el material de *Cerastoderma*, sus datos se analizan por separado, Fig.-2A, de los de gasterópodos y ostrácodos, Fig.-2B, en los que aparece un comportamiento homogéneo aún tratándose de especies o géneros diferentes.

En las muestras de *Cerastoderma* sp. y *Corbicula* sp, otro lamelibranquio, Fig.-1, aparece una neta gradación de edades:

$$LM9050 < RG9327 < RG9357 = RG9358$$

Los histogramas correspondientes a muestras de gasterópodos de agua dulce y ostrácodos, permiten establecer seis aminozonas, lo que significa la existencia de seis grupos de muestras que podrían diferir significativamente en edad, con diferencias menores dentro de cada aminozona.

Las aminozonas, en orden decreciente de edad son:

AZ1 (RG9151 ostrácodos) >

AZ2 (RG9702–RG9701) >

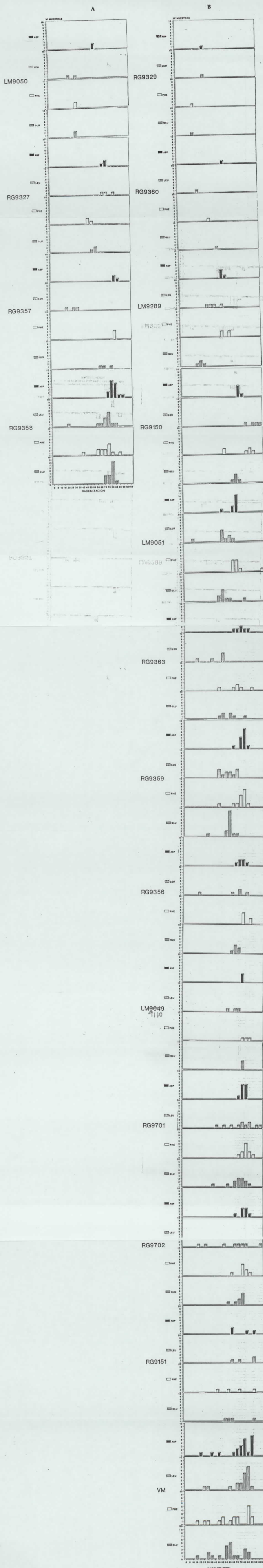
AZ3 (LM⁹¹¹⁰~~9049~~–RG9356–RG9359–RG9363) >

AZ4 (LM9051–RG9150) >

AZ5 (LM9289–RG9360) >

AZ6 (RG9329)

Fig.2 (A,B).- Aminoestratigrafía de las muestras de la Cuenca de Cúllar-Baza. A.- *Cerastoderma+Corbicula*, B.- Gasterópodos y ostrácodos.



Cálculo de edades.

Ya se ha descrito anteriormente cuál ha sido la sistemática empleada para el cálculo de edades. No obstante conviene hacer alguna aclaración sobre la presentación de los resultados obtenidos mediante tratamiento estadístico, que de forma individualizada para cada estación de desmuestra son:

En la parte alta se dispone un tratamiento estadístico descriptivo del cálculo de edades conjunto con varios aminoácidos (se explicitan entre paréntesis) con:

- Histograma de edades
- Intervalo de confianza (95%) de la media (95% confidence interval for Mu)
- Intervalo de confianza (95%) de la mediana (95% confidence interval for Median).

A los que se añade los valores del test de normalidad de Anderson-Darling y algunos parámetros estadísticos del cálculo general de edades, que se enfrentan a sus representaciones gráficas:

Media (Mean), desviación típica (Std Dev), varianza (Variance), sesgo (Skewness), kurtosis, número de datos (n of data), valor mínimo (Minimun), primer cuartil (1st Quartile), mediana (Median), tercer cuartil (3rd Quartile) y valor máximo (maximun), así como los valores inferior y superior de los intervalos de confianza (95%) de la media (Mu), desviación típica (Sigma) y mediana.

En la parte central aparece un gráfico tipo Box & Whisker (caja y bigotes con: mediana, cuartiles y recorrido), que permite de un vistazo ver como dan las edades medias (ordenadas) definidas por los índices de racemización de los diversos aminoácidos estudiados:

- Ácido aspártico (ASPAR)
- Prolina (PROL)
- Leucina (LEUC)
- Fenil alanina (PHEN)
- Ácido glutámico (GLUT).

En la parte inferior de la figura se añade un tabla de estadística descriptiva en la que se incluyen: número de datos (N), número de datos no válidos (N*), Media (Mean), Mediana (Median), Mediana verdadera (TrMean), Desviación típica (StDev) y desviación de la media (SEMean), Valor mínimo (Min), Valor máximo (Max), Primer cuartil (Q1) y Tercer cuartil (Q3). En este caso los cálculos estadísticos está, realizados para cada aminoácido por separado, para el conjunto de edades calculadas para todos ellos y, dependiendo de los casos, para agrupaciones de los mismos, según se derive del gráfico central de la figura, que permite seleccionar aquellos agrupamientos de edades mas homogéneos.

Se analizarán, de mas antigua a mas moderna las muestras, tanto las de lamelibranquios (*Cerastoderma sp.* y *Corbícula sp.*) como las de gasterópodos y ostrácodos.

Los resultados obtenidos se expondrán a contiución de acuerdo con la edad (aminocronoestratigráfica) obtenida, de mas antigua a mas moderna según el siguiente índice.

VM

RG9701

RG9357

RG9702

RG9150

RG9356

~~LM9049~~ LM9110

RG9358

RG9359

RG9363

RG9327

RG9151

LM9051

LM9289

LM9050

RG9360

RG9329

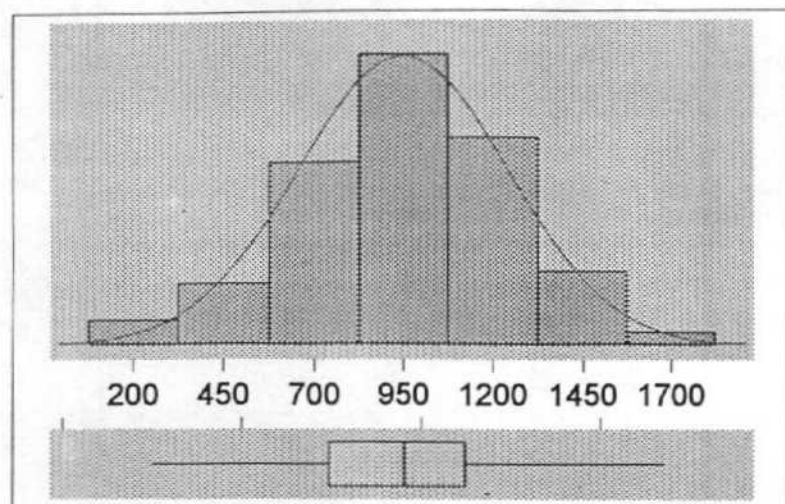
****VM** Venta Micena

Por razones obvias, se ha considerado de interés incluir los datos correspondientes al yacimiento de Venta Micena (Orce-Granada), por constituir la referencia cronoestratigráfica mas adecuada.

Se han obtenido 23 submuestras de la muestra original y se han analizado: 6 opérculos de gasterópodo indeterminado, 3 *Rádix sp.*, 1 *Planorbis sp.*, 1 *Bulimus sp.* y 13 de fragmentos indeterminados.

La edad obtenida es de 991 +/- 59 ka con un intervalos de confianza del 95%.

Descriptive Statistics for VM (Asp. + Pro. + Leu. + Phe. + Glu.)



Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.2

p-value: 0.8

Mean 948.5

Std Dev 292.5

Variance 85565.9

Skewness -0.0

Kurtosis 0.0

n of data 70.0

Minimum 253.4

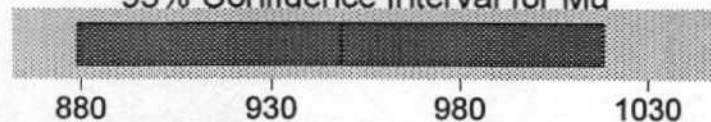
1st Quartile 741.4

Median 953.0

3rd Quartile 1122.2

Maximum 1684.2

95% Confidence Interval for Mu



95% Confidence Interval for Mu

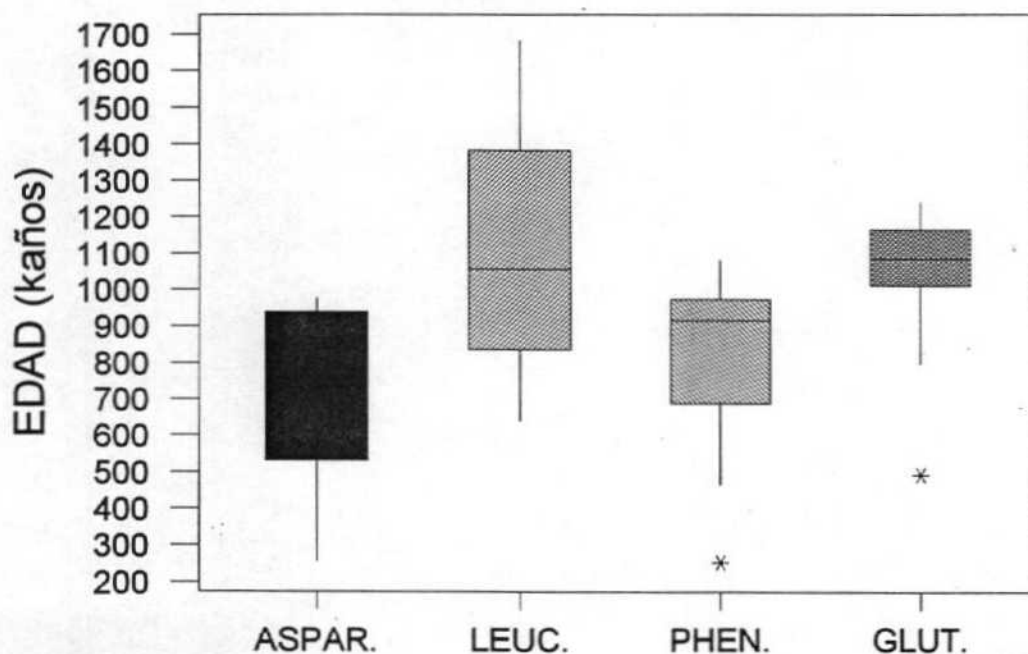
878.7 1018.2

95% Confidence Interval for Sigma

250.8 351.0

95% Confidence Interval for Median

897.4 1029.6



Descriptive Statistics

Variable	N	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	14	721.9	734.3	739.3	234.6	62.7
PROL.	0	*	*	*	*	*
LEUC.	14	1118.8	1055.8	1111.9	326.7	87.3
PHEN.	14	824.9	915.6	851.0	237.6	63.5
GLUT.	14	1040.0	1085.1	1068.7	194.5	52.0
TOTAL	70	948.5	953.0	947.4	292.5	35.0

Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	255.8	978.3	530.4	939.3
PROL.	*	*	*	*
LEUC.	637.0	1684.2	836.5	1382.7
PHEN.	253.4	1083.1	687.6	974.8
GLUT.	491.6	1244.0	1012.7	1165.5
TOTAL	253.4	1684.2	741.4	1122.2

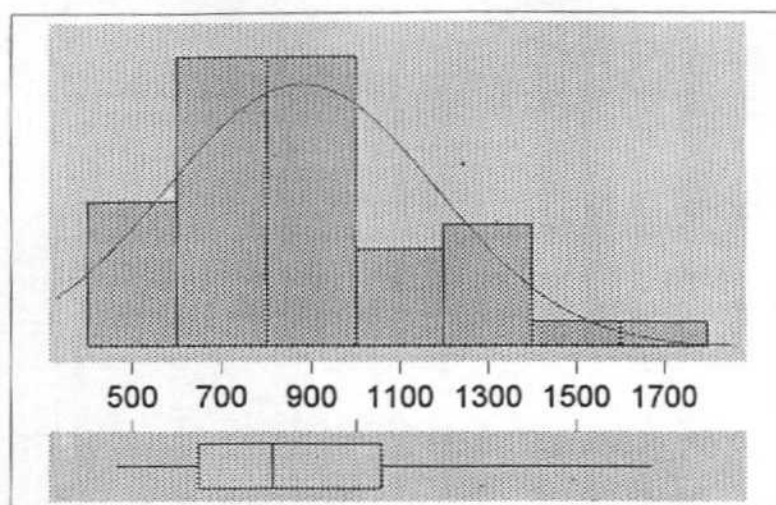
Fig.-3. Cálculos estadísticos de las muestras (*Opérculos*, *Radix sp.*, *Planorbis sp.*, *Bulimus sp.*) del punto VM.

****RG9701 (22)**

La submuestra RG9701-3-1 (242) está constituida por *Planorbis sp.*, las restantes, RG9701-1-1 (237), RG9701-1-2 (238*), RG9701-1-3 (239*), RG9701-2-1 (240), RG9701-2-2 (241), RG9701-1-6 (243), RG9701-1-4 (285), RG9701-1-5 (286), RG9701-2-3 (287), RG9701-2-4 (288), RG9701-2-5 (289), son *Helix sp.*.

Las muestras señaladas con (*) no proporcionaron cromatograma válido, la edad numérica calculada, Fig.-4, es de **878 ± 94ka**, que parece coherente, aunque las edades calculadas para los aminoácidos individuales, oscilan entre los 600ka (ácido aspártico y prolina) y 900-1000ka (leucina, fenil alanina y ácido glutámico).

Descriptive Statistics for: RG-9701 (Asp. + Pro. + Leu. + Phe. + Glu.)



Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 1.1

p-value: 0.0

Mean 878.9

Std Dev 301.1

Variance 90663.9

Skewness 0.8

Kurtosis -0.1

n of data 41.0

Minimum 465.1

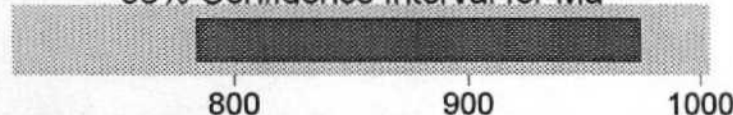
1st Quartile 649.3

Median 813.4

3rd Quartile 1057.8

Maximum 1669.9

95% Confidence Interval for Mu



95% Confidence Interval for Mu

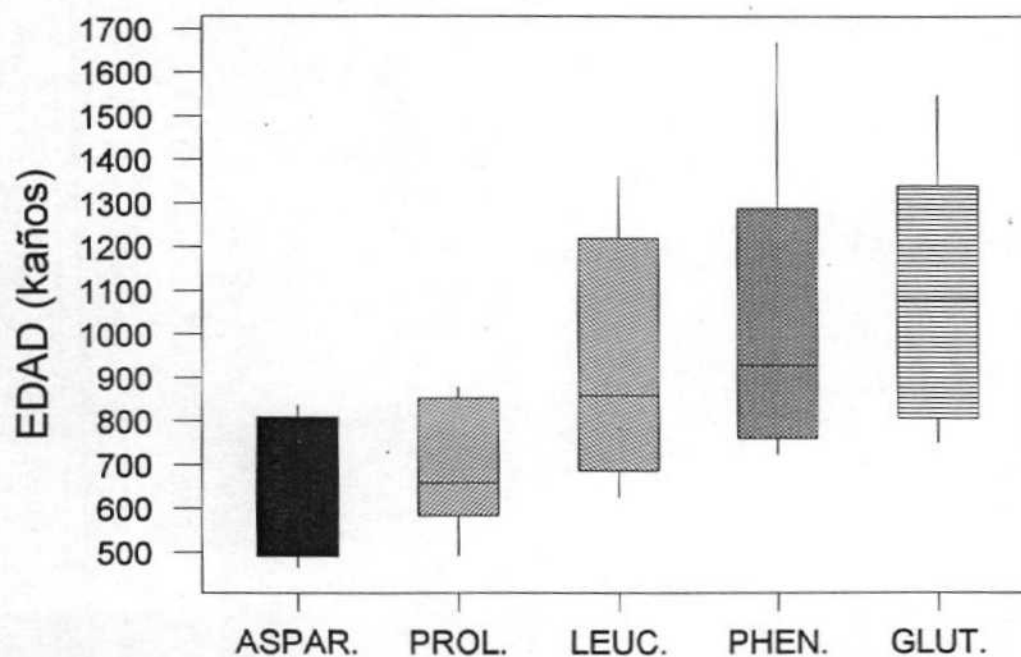
783.9 973.9

95% Confidence Interval for Sigma

247.2 385.3

95% Confidence Interval for Median

733.2 895.9



Descriptive Statistics

Variable	N	N*	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	9	3	636.9	626.4	636.9	149.6	49.9
PROL.	7	5	682.1	659.1	682.1	140.1	53.0
LEUC.	6	6	931	859	931	285	116
PHEN.	10	2	1024.8	929.2	981.9	312.5	98.8
GLUT.	9	3	1077.2	1078.8	1077.2	287.9	96.0
A+P	16	8	656.7	635.1	654.4	142.6	35.6
L+Ph+G	25	11	1021.1	927.4	1010.1	290.5	58.1
TODOS	41	19	878.9	813.4	861.5	301.1	47.0

Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	465.1	838.8	490.4	809.6
PROL.	490.6	879.8	583.8	852.9
LEUC.	625	1364	686	1220
PHEN.	723.3	1669.9	760.6	1288.0
GLUT.	751.4	1550.9	807.1	1340.2
A+P	465.1	879.8	521.6	811.5
L+Ph+G	624.8	1669.9	764.3	1274.1
TODOS	465.1	1669.9	649.3	1057.8

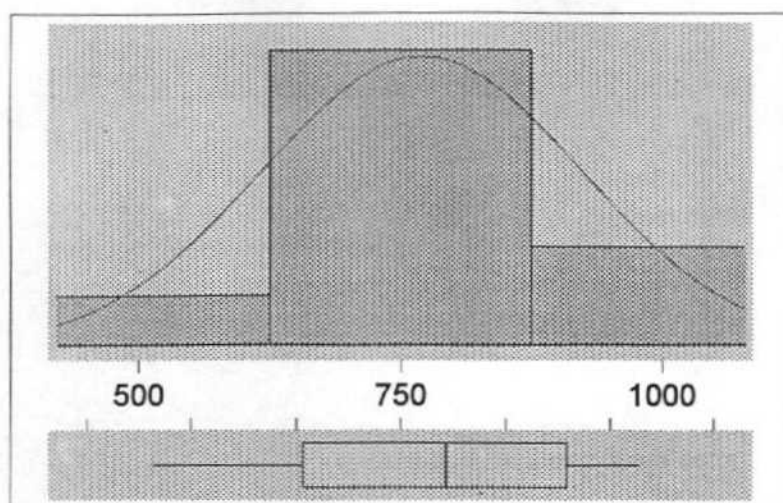
Fig.-4. Cálculos estadísticos de las muestras (*Planorbis sp.* y *Helix sp.*) del punto RG9701.

****RG9357 (28)**

De esta muestra solo se pudieron separar tres submuestras de la especie *Cerastoderma sp.*, RG9357-1 (208), RG9357-2 (209) y RG9357-3 (210).

Se obtuvieron resultados analíticos en las tres submuestras, aunque no se pudieron determinar todos los aminoácidos. La edad calculada a partir de tres de ellos, Fig.-5, es de **770.1 $\pm$ 101.8 k.a.** Este dato numérico, dado el tamaño de la muestra es poco significativo, como claramente lo pone de manifiesto su intervalo de confianza.

Descriptive Statistics for: RG-935 / (Asp. + Phe. + Glu.)

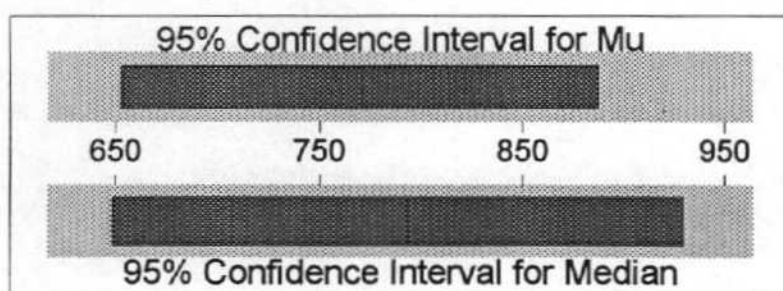


Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.2
p-value: 0.9

Mean 770.1
Std Dev 152.6
Variance 23296.3
Skewness -0.1
Kurtosis -1.4
n of data 9.0

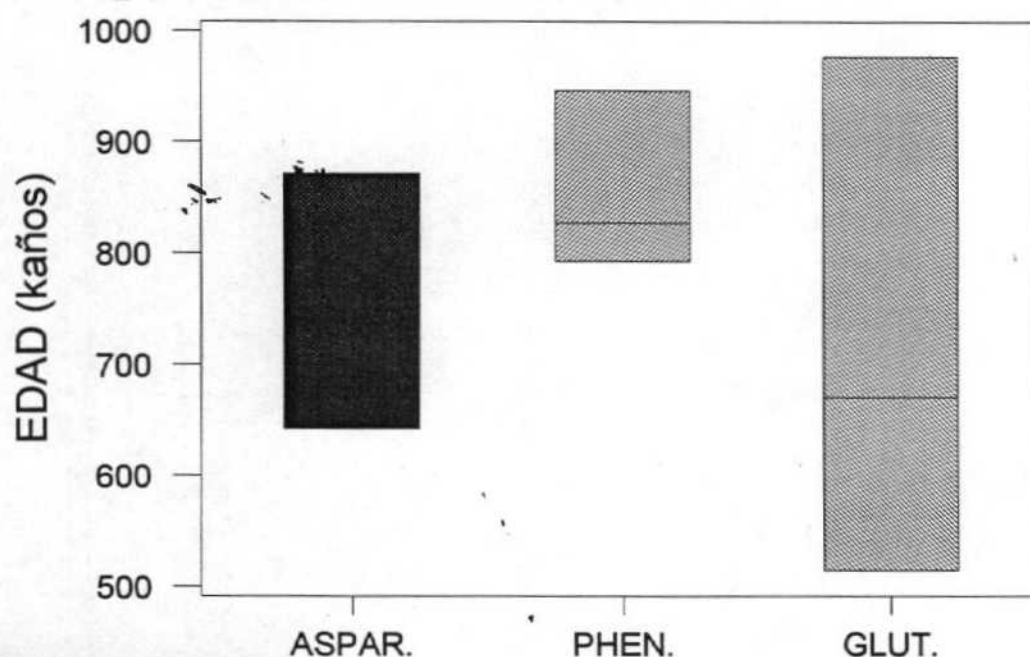
Minimum 514.6
1st Quartile 656.1
Median 793.0
3rd Quartile 908.9
Maximum 977.6



95% Confidence Interval for Mu
652.8 887.5

95% Confidence Interval for Sigma
103.1 292.4

95% Confidence Interval for Median
648.3 929.1



Descriptive Statistics

Variable	N	N*	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	3	0	734.2	689.0	734.2	121.5	70.2
PROL.	0	3	*	*	*	*	*
LEUC.	0	3	*	*	*	*	*
PHEN.	3	0	855.4	827.1	855.4	80.3	46.4
GLUT.	3	0	721	670	721	236	136
TODOS	9	6	770.1	793.0	770.1	152.6	50.9

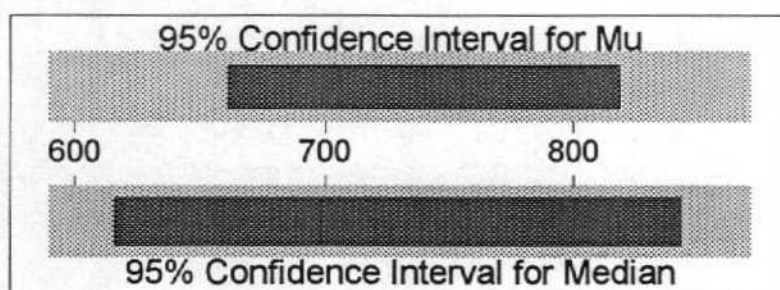
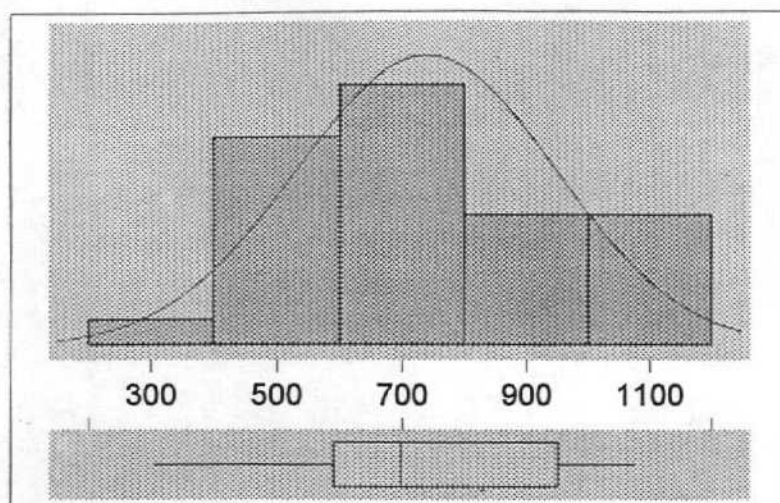
Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	641.8	871.9	641.8	871.9
PROL.	*	*	*	*
LEUC.	*	*	*	*
PHEN.	793.0	946.0	793.0	946.0
GLUT.	515	978	515	978
TODOS	514.6	977.6	656.1	908.9

Fig.-5. Cálculos estadísticos de las muestras (*Cerastoderma*) del punto RG9357.

****RG9702 (25)**

Compuesta por las submuestras siguientes: RG9702-1-1 (219), RG9702-2-1 (220), RG9702-3-1 (221), RG9702-1-3 (245), RG9702-2-2 (246), RG9702-2-3 (247), RG9702-2-4 (248) todas de *Planorbis sp.* y las submuestras RG9702-4-1 (222), RG9702-1-2 (244) de *Helix sp.*

Se obtuvieron resultados analíticos de todas las submuestras, habiéndose calculado una edad numérica, Fig.-6, de 740.0 ± 77.0 ka, que tanto por su ajuste a la distribución normal, como por la coherencia entre los datos de cálculo numérico a partir de cada aminoácido, puede estimarse como fiable.



Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.5

p-value: 0.2

Mean 740.0

Std Dev 207.5

Variance 43057.5

Skewness 0.1

Kurtosis -1.0

n of data 29.0

Minimum 307.2

1st Quartile 591.2

Median 697.9

3rd Quartile 950.6

Maximum 1075.5

95% Confidence Interval for Mu

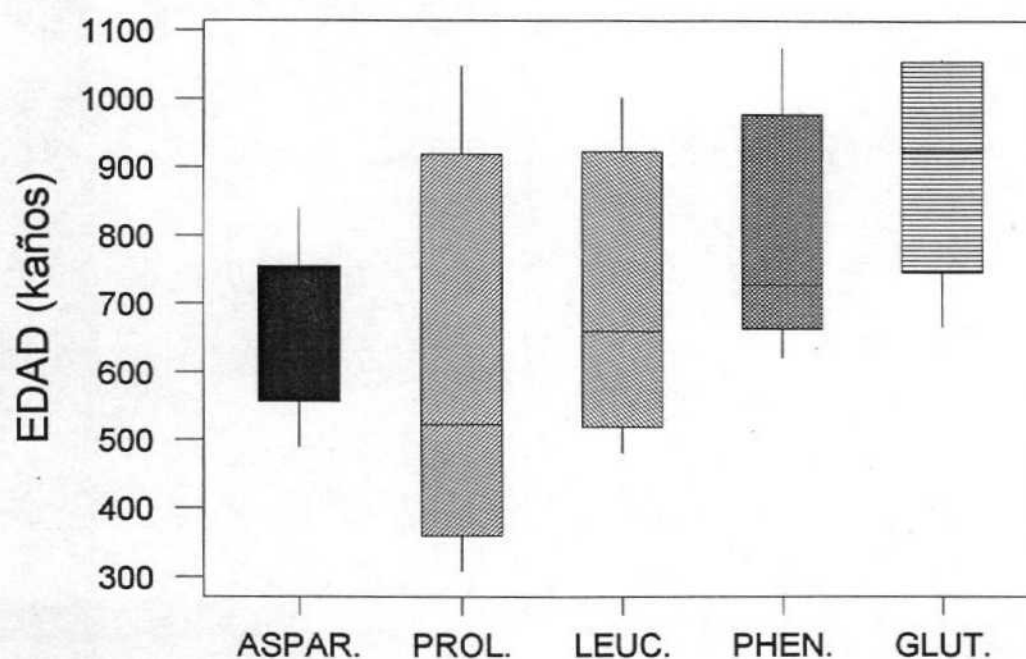
661.0 818.9

95% Confidence Interval for Sigma

164.7 280.6

95% Confidence Interval for Median

615.6 843.6



Descriptive Statistics

Variable	N	N*	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	7	2	631.1	592.4	631.1	122.8	46.4
PROL.	4	5	600	522	600	316	158
LEUC.	4	5	700	660	700	219	110
PHEN.	7	2	802.4	728.1	802.4	171.9	65.0
GLUT.	7	2	889.1	924.2	889.1	154.8	58.5
TODOS	29	16	740.0	697.9	743.6	207.5	38.5

Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	487.8	841.5	555.9	755.7
PROL.	307	1049	359	918
LEUC.	480	1002	519	923
PHEN.	619.8	1075.5	663.1	977.8
GLUT.	665.4	1058.1	747.1	1054.7
TODOS	307.2	1075.5	591.2	950.6

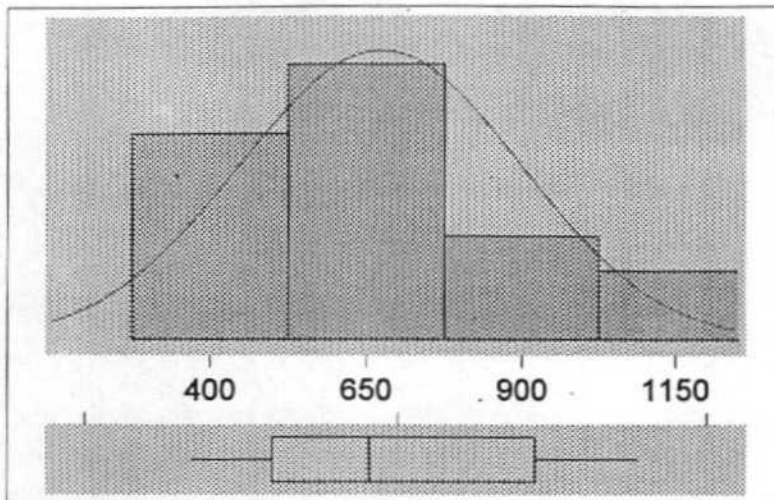
Fig.-6. Cálculos estadísticos de las muestras (*Planorbis* sp. y *Helix* sp.) del punto RG9702.

****RG9150 (23)**

Las submuestras constituidas por *Planorbis sp.* son: RG9150-03 (269), RG9150-1-1 (270), RG9150-1-2 (271*) y RG9150-2-9 (491*). Las compuestas por *Lymnaea sp.* son: RG9151-1-4 (466), RG9150-1-5 (467), RG9150-1-6 (468), RG9150-1-7 (469). La submuestra RG9150-2-8 (470) que contiene fragmentos de *Planorbis sp.* y RG9150-3-1 compuesta por *Helix sp.*.

Las submuestras señaladas con (*) no generaron cromatograma válido. La edad numérica del conjunto de todos los aminoácidos, Fig.-7, es de 673.2 ± 103.2 ka. aunque en esta estación se da una fuerte dispersión de valores con datas cercanas a 500 k.a. a partir del ácido aspártico y de la prolina, mientras que los restantes, y en especial el único análisis de leucina disponible, dan edades mucho mas antiguas, cercanas a 900k.a.

Descriptive Statistics for: RG-9150 (Asp. + Pro. + Leu. + Phe. + Glu.)

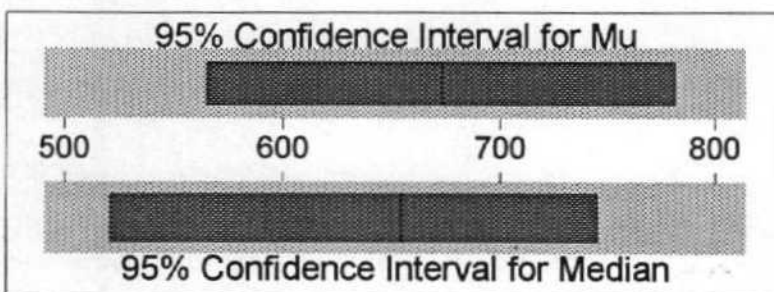


Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.5
p-value: 0.2

Mean 673.2
Std Dev 224.8
Variance 50535.3
Skewness 0.4
Kurtosis -1.2
n of data 19.0

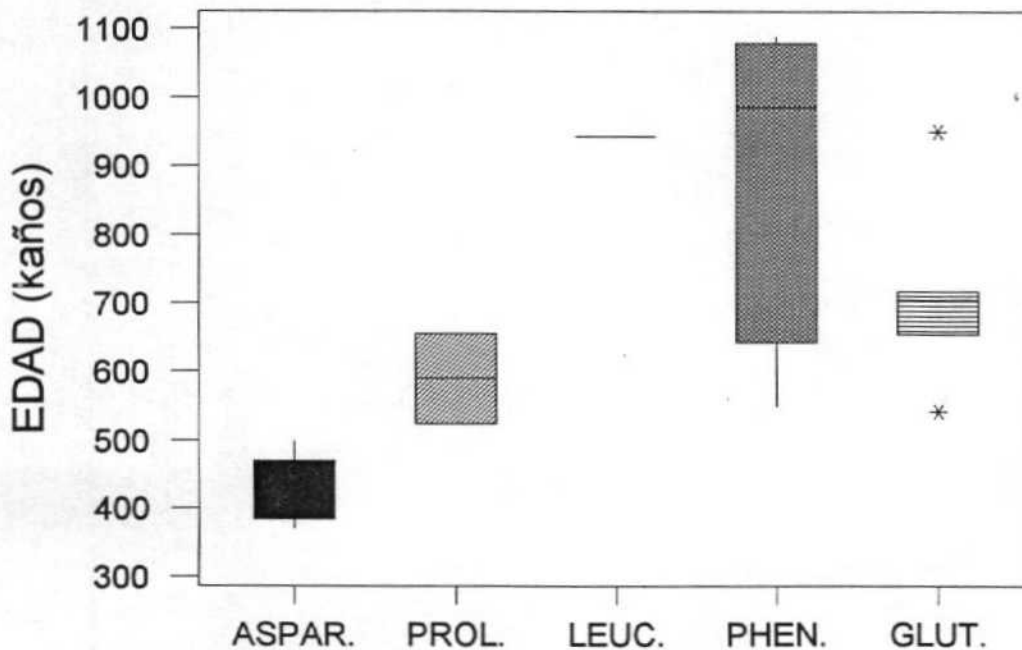
Minimum 369.0
1st Quartile 499.8
Median 654.6
3rd Quartile 921.4
Maximum 1089.0



95% Confidence Interval for Mu
564.9 781.6

95% Confidence Interval for Sigma
169.9 332.4

95% Confidence Interval for Median
520.7 745.2



Descriptive Statistics

Variable	N	N*	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	5	4	422.3	407.1	422.3	49.9	22.3
PROL.	2	7	589.3	589.3	589.3	92.4	65.3
LEUC.	1	8	942.27	942.27	942.27	*	*
PHEN.	4	5	902	985	902	246	123
GLUT.	7	2	707.2	705.2	707.2	122.8	46.4
TODOS	19	26	673.2	654.6	666.7	224.8	51.6

Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	369.0	499.8	383.3	469.0
PROL.	523.9	654.6	*	*
LEUC.	942.27	942.27	*	*
PHEN.	549	1089	642	1079
GLUT.	541.8	949.5	653.9	717.4
TODOS	369.0	1089.0	499.8	921.4

Fig.-7. Cálculos estadísticos de las muestras (*Lymnaea sp.*, *Planorbis sp.* y *Helix sp.*) del punto RG9150.

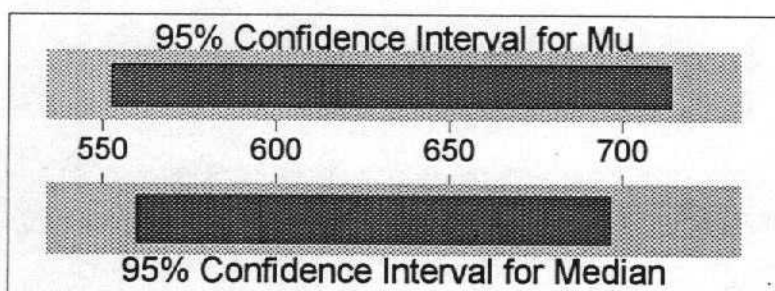
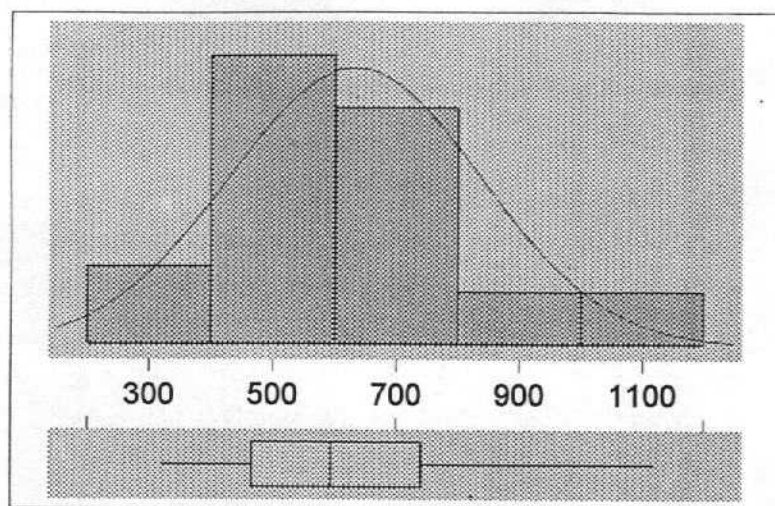
****RG9356 (36)**

La especie *Planorbis* sp. está representada por las submuestras RG9356-1-1 (261) y RG9356-1-2 (262), la especie *Helix* sp. corresponde a las submuestras siguientes: RG9356-2-1 (260), RG9356-1-3 (294), RG9356-1-4 (295), RG9356-1-5 (296) y RG9356-2-2 (301').

La muestra 301 no ha generado cromatograma válido por la poca cantidad de aminoácidos que contenía.

La edad numérica de la muestra obtenida del tratamiento estadístico de las edades obtenidas a partir de las individuales de todos los aminoácidos, Fig.-8, es de **633.2 ± 78.8 k.a.** como ocurre en la muestra LM⁹¹¹⁰~~9049~~, la edad obtenida a partir del ácido glutámico y de la fenil alanina es algo superior a la que se calcula a partir de los otros tres aminoácidos, aunque las diferencias no son especialmente marcadas en este caso.

Descriptive Statistics for: RG-9356 (Asp. + Pro. + Leu. + Phe. + Glu.)



Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.4
p-value: 0.3

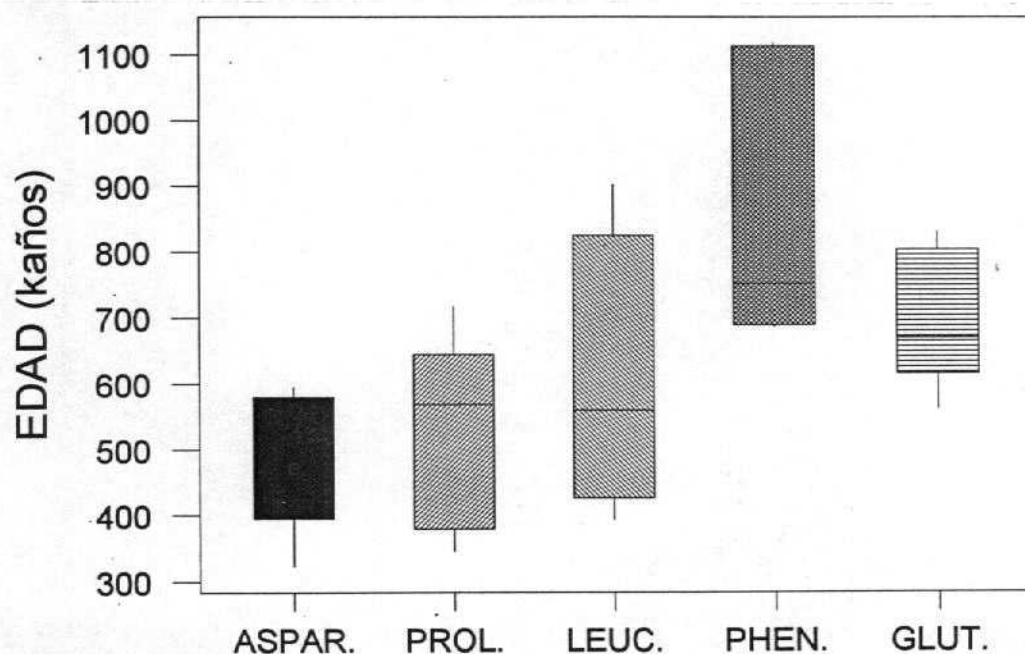
Mean: 633.2
Std Dev: 204.5
Variance: 41830.3
Skewness: 0.7
Kurtosis: 0.0
n of data: 27.0

Minimum: 322.3
1st Quartile: 466.0
Median: 595.4
3rd Quartile: 741.0
Maximum: 1119.4

95% Confidence Interval for Mu
552.3 714.1

95% Confidence Interval for Sigma
161.1 280.3

95% Confidence Interval for Median
559.9 696.7



Descriptive Statistics

Variable	N	N*	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	6	1	466.0	442.5	466.0	103.6	42.3
PROL.	5	2	523.0	568.5	523.0	146.8	65.6
LEUC.	4	3	604	559	604	216	108
PHEN.	6	1	851.8	751.6	851.8	206.8	84.4
GLUT.	6	1	693.4	669.4	693.4	103.2	42.1
TODOS	27	8	633.2	595.4	626.2	204.5	39.4

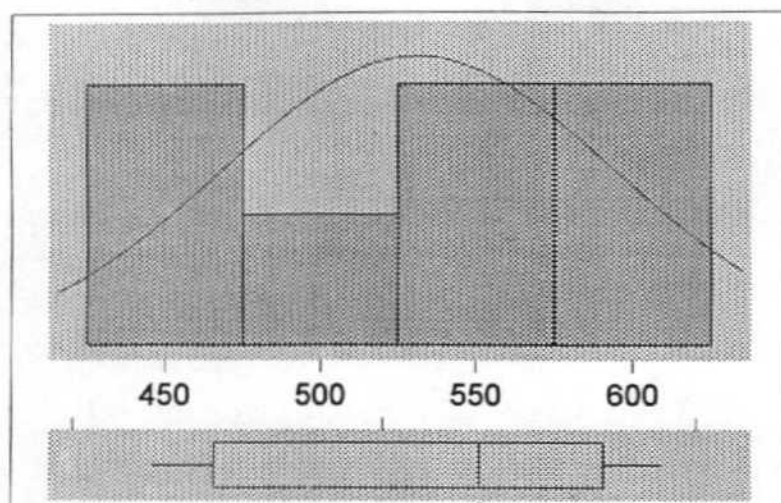
Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	322.3	595.4	394.6	579.8
PROL.	343.8	718.1	379.3	644.1
LEUC.	392	903	426	825
PHEN.	685.2	1119.4	689.0	1114.3
GLUT.	560.8	832.2	615.6	804.2
TODOS	322.3	1119.4	466.0	741.0

Fig.-8. Cálculos estadísticos de las muestras (*Planorbis* sp. y *Helix* sp.) del punto RG9356.

LM9110
****LM9049 (28)**

LM9110-1 LM-9110-2 LM-9110-3
Constituida por las submuestras: LM9049-1 (279), LM9049-2 (280) y LM9049-3
(281) (*Helix sp.*).

Se pudo obtener análisis cromatográfico de todas las submuestras, aunque el análisis estadístico, Fig.-9, revela dos poblaciones de edad una data de **531.23 ± 47.8 k.a.** obtenida a partir de ácido aspártico, prolina y leucina y una data mas antigua, 959.6 k.a., que parece menos probable proporcionada por la fenil alanina y el ácido glutámico.

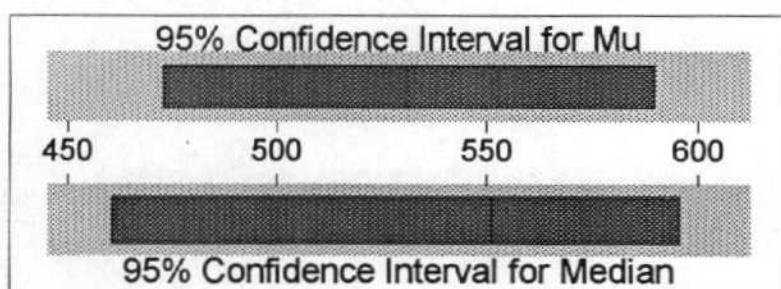


Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.27
p-value: 0.56

Mean 531.23
Std Dev 63.17
Variance 3990.27
Skewness -0.13
Kurtosis -1.89
n of data 7.00

Minimum 446.23
1st Quartile 465.77
Median 551.12
3rd Quartile 590.62
Maximum 609.23



95% Confidence Interval for Mu

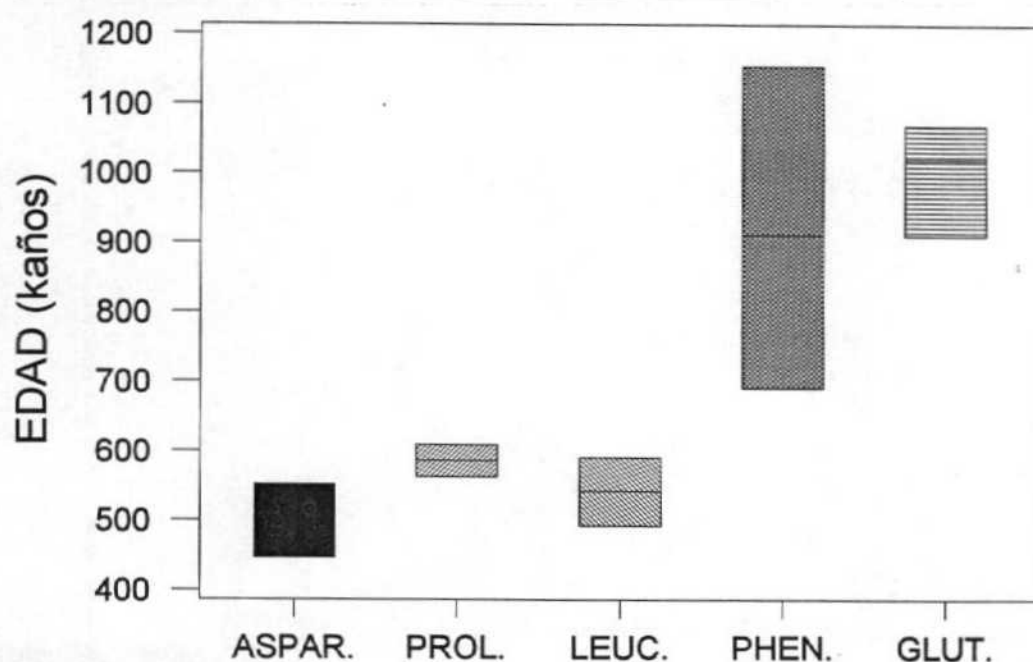
472.81 589.65

95% Confidence Interval for Sigma

40.71 139.10

95% Confidence Interval for Median

460.55 595.58



Descriptive Statistics

Variable	N	N*	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	3	0	487.7	465.8	487.7	55.8	32.2
PROL.	2	1	585.9	585.9	585.9	33.1	23.4
LEUC.	2	1	541.9	541.9	541.9	68.9	48.7
PHEN.	3	0	919	911	919	232	134
GLUT.	3	0	1000.3	1020.9	1000.3	81.8	47.2
TODOS	13	2	729.0	609.2	716.0	249.6	69.2
A+P+L	7	2	531.2	551.1	531.2	63.2	23.9
Ph+G	6	0	959.6	966.2	959.6	161.8	66.1

Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	446.2	551.1	446.2	551.1
PROL.	562.5	609.2	*	*
LEUC.	493.2	590.6	*	*
PHEN.	691	1155	691	1155
GLUT.	910.2	1069.9	910.2	1069.9
TODOS	446.2	1154.6	522.2	966.2
A+P+L	446.2	609.2	465.8	590.6
Ph+G	690.8	1154.6	855.3	1091.0

Fig.-9. Cálculos estadísticos de las muestras (*Helix sp.*) del punto LMI-9049.

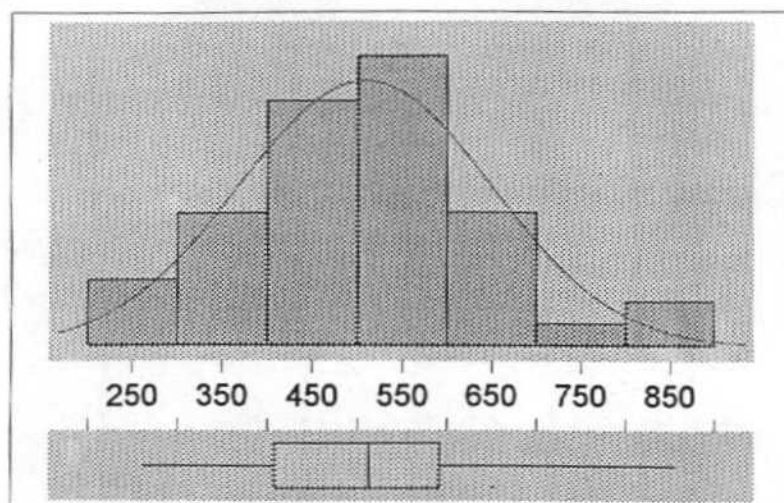
LMI-9049

****RG9358 (27)**

Compuesto por las submuestras: RG9358-1-1 (193), RG9358-1-2 (194), RG9358-1-3 (195), RG9358-1-4 (196), RG9358-1-5 (197), RG9358-1-6 (198), RG9358-1-7 (199), RG9358-2-1 (201), RG9358-2-2 (202), RG9358-2-3 (203), RG9358-2-4 (204), RG9358-2-5 (205) de la especie *Cerastoderma sp.* y RG9358-1-8 (200), RG9358-2-6 (206), RG9358-2-7 (207) de la especie *Corbícula sp.*.

Todas las submuestras han podido ser analizadas con éxito. Del cálculo estadístico, Fig.-10, se deduce que a excepción del ácido glutámico, los otros aminoácidos muestran una buena homogeneidad, de forma que la edad media, obtenida a partir de cuatro aminoácidos es de **508.6 ± 43.4 ka**. El cálculo de edades a partir del ácido glutámico da una antigüedad de 901.9 k.a. claramente discordante con las restantes.

Descriptive Statistics for: RG-9358 (Asp. + Pro. + Leu. + Phe.)



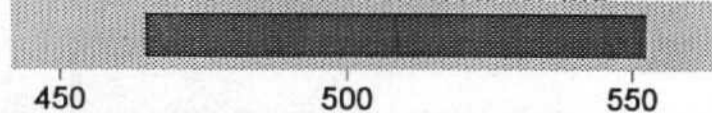
Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.3
p-value: 0.6

Mean 508.6
Std Dev 140.5
Variance 19738.0
Skewness 0.4
Kurtosis -0.0
n of data 42.0

Minimum 261.6
1st Quartile 408.0
Median 513.4
3rd Quartile 591.8
Maximum 856.0

95% Confidence Interval for Mu



95% Confidence Interval for Mu

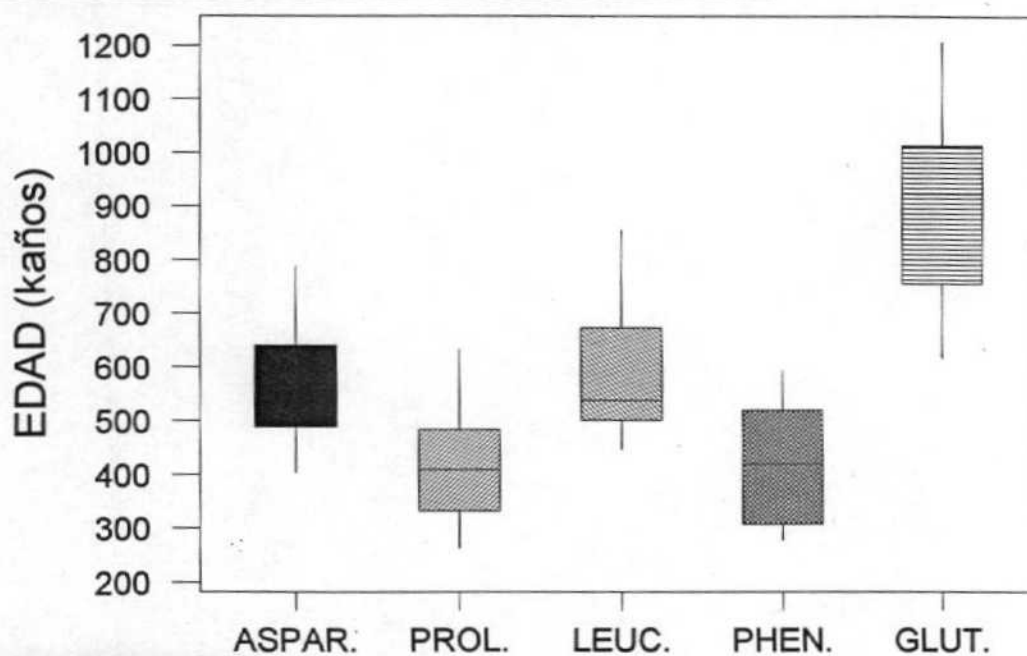
464.8 552.4

95% Confidence Interval for Sigma

115.6 179.2

95% Confidence Interval for Median

452.7 548.2



Descriptive Statistics

Variable	N	N*	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	13	2	571.5	570.8	567.1	110.6	30.7
PROL.	8	7	418.3	409.4	418.3	115.8	41.0
LEUC.	10	5	588.8	538.2	573.2	143.2	45.3
PHEN.	11	4	427.1	419.1	425.0	113.9	34.4
GLUT.	15	0	901.9	922.5	900.5	161.0	41.6
TODOS	57	18	612.1	555.6	603.1	226.9	30.0
A+P+L+Ph	42	18	508.6	513.4	503.4	140.5	21.7
G	15	0	901.9	922.5	900.5	161.0	41.6

Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	402.3	789.0	488.2	639.7
PROL.	261.6	634.4	332.5	483.4
LEUC.	446.2	856.0	501.5	673.5
PHEN.	277.3	595.3	308.4	520.8
GLUT.	614.8	1207.7	755.7	1013.5
TODOS	261.6	1207.7	451.2	772.3
A+P+L+Ph	261.6	856.0	408.0	591.8
G	614.8	1207.7	755.7	1013.5

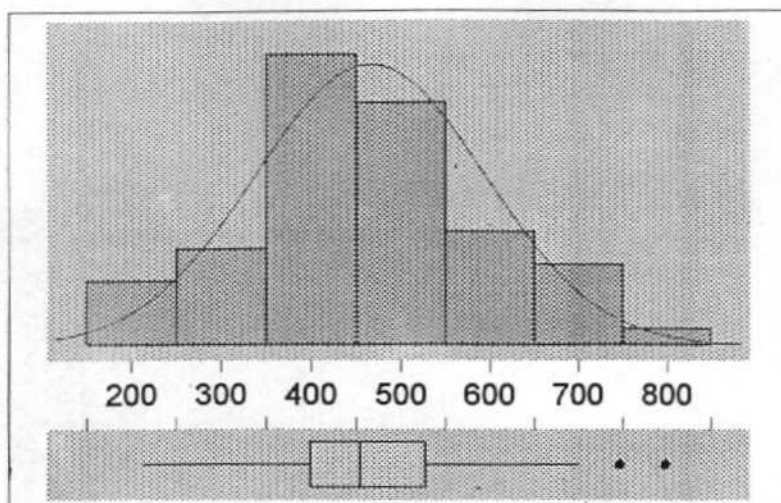
Fig.-10. Cálculos estadísticos de las muestras (*Cerastoderma*+*Corbicula*) del punto RG9358.

****RG9359 (24).**

La submuestra RG9359-3-3 (267) está formada por *Planorbis* sp. y las restantes, RG9359-1-1 (249), RG9359-1-2 (250), RG9359-2-1 (251), RG9359-2-2 (252), RG9359-1-3 (253), RG9359-1-4 (290*), RG9359-3-1 (254), RG9359-3-2 (255), RG9359-2-3 (291), RG9359-2-4 (292), RG9359-3-4 (293), RG9359-3-1 (378), RG9359-3-2 (379), RG9359-3-3 (380), son *Helix* sp..

Todas las submuestras han generado cromatogramas válidos, salvo la que está marcada con (*). La edad numérica calculada, Fig.- 11, es de **466.2 $\pm$ 34.4 ka.** en este caso con todos los aminoácidos, aunque el ácido glutámico se dispara levemente hacia edades mas altas, mientras que la leucina lo hace hacia valores mas bajos. La distribución de edades obtenidas y la homogeneidad de resultados hace pensar en la bondad de esta data.

Descriptive Statistics for: RG-9359 (Asp. + Pro. + Leu. + Phe. + Glu.)

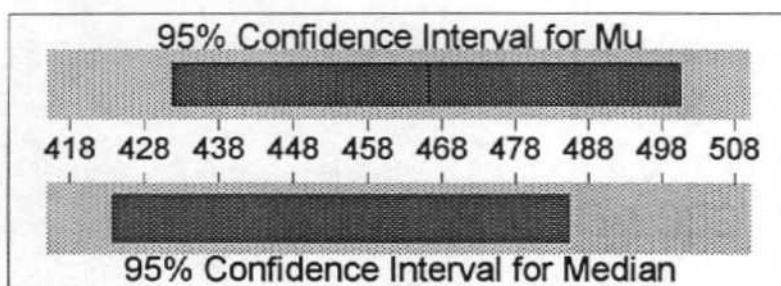


Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.5
p-value: 0.2

Mean 466.2
Std Dev 128.5
Variance 16519.5
Skewness 0.3
Kurtosis 0.0
n of data 56.0

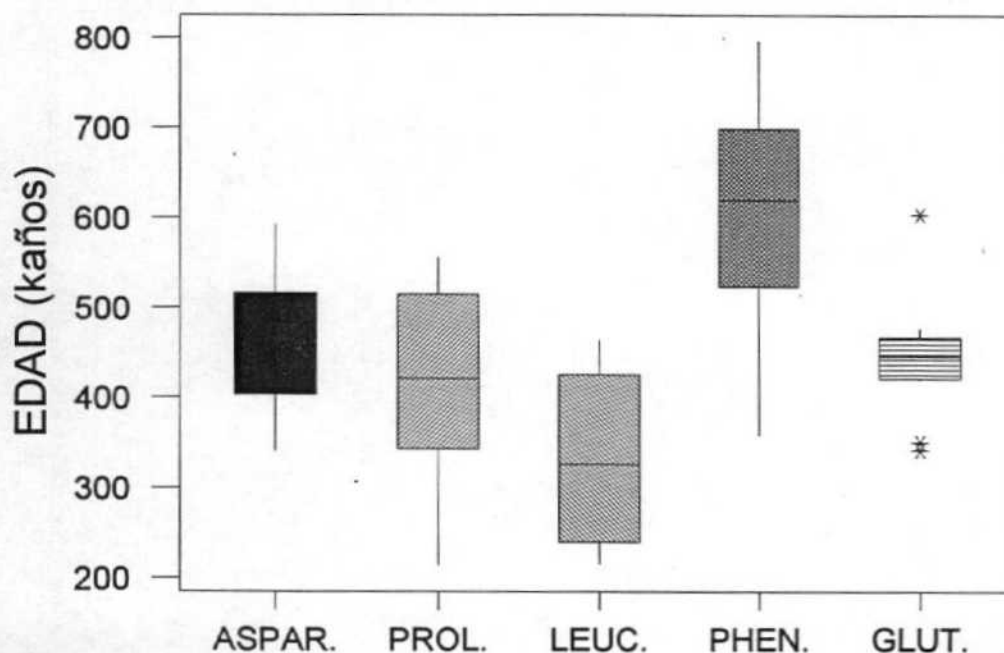
Minimum 213.8
1st Quartile 399.3
Median 454.5
3rd Quartile 527.6
Maximum 797.4



95% Confidence Interval for Mu
431.7 500.6

95% Confidence Interval for Sigma
108.4 158.0

95% Confidence Interval for Median
423.7 485.3



Descriptive Statistics

Variable	N	N*	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	12	3	469.3	492.4	469.9	71.0	20.5
PROL.	9	6	422.3	420.8	422.3	116.3	38.8
LEUC.	9	6	336.0	325.9	336.0	91.3	30.4
PHEN.	13	2	605.6	620.3	610.8	129.3	35.9
GLUT.	13	2	444.3	445.4	439.1	63.6	17.6
TODOS	56	19	466.2	454.5	464.0	128.5	17.2

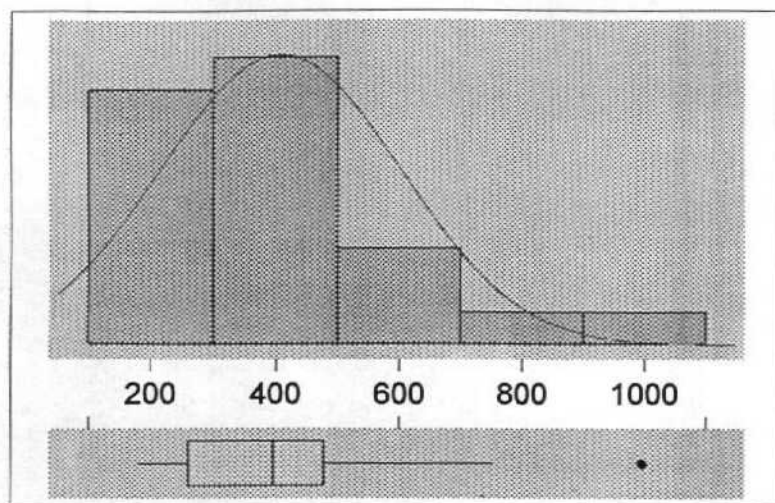
Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	339.9	592.9	402.7	516.1
PROL.	213.8	556.7	342.9	514.9
LEUC.	214.9	464.0	239.7	425.1
PHEN.	356.8	797.4	523.5	699.6
GLUT.	341.6	603.8	420.7	466.8
TODOS	213.8	797.4	399.3	527.6

Fig.-11. Cálculos estadísticos de las muestras (*Planorbis* sp. y *Helix* sp.) del punto RG9359.

****RG9363 (58)**

Constituida por las submuestras: RG9363-1 (381) (*Planorbis sp.*), RG9363-2 (382), RG9363-3 (383), RG9363-4 (384), RG9363-5 (385), RG9363-6 (386), RG9363-7 (387) y RG9363-8 (388) (*Helix sp.*).

Todas ellas han generado buenos cromatogramas siendo la edad calculada, Fig.-12, de 408.5 ± 82.2 ; se ha calculado la edad con todos los aminoácidos a excepción de la leucina, que da valores anómalamente bajos.

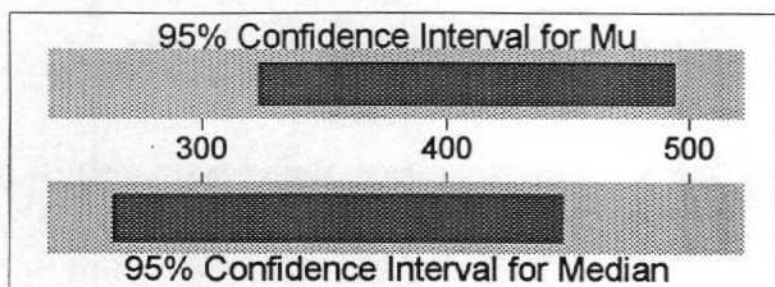


Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.8
p-value: 0.0

Mean 408.5
Std Dev 192.7
Variance 37144.3
Skewness 1.3
Kurtosis 1.7
n of data 22.0

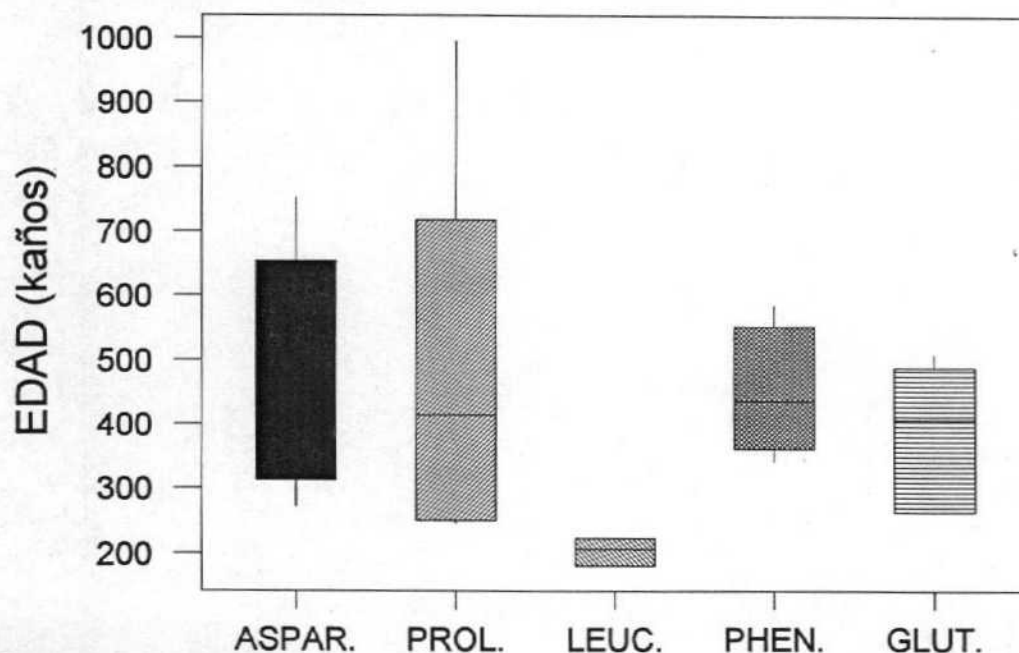
Minimum 181.1
1st Quartile 260.4
Median 395.9
3rd Quartile 478.6
Maximum 996.0



95% Confidence Interval for Mu
323.0 493.9

95% Confidence Interval for Sigma
148.3 275.4

95% Confidence Interval for Median
264.2 447.8



Descriptive Statistics

Variable	N	N*	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	5	3	463.0	383.7	463.0	191.9	85.8
PROL.	5	3	470	414	470	307	137
LEUC.	3	5	203.6	206.2	203.6	21.4	12.4
PHEN.	4	4	449.8	436.1	449.8	102.2	51.1
GLUT.	5	3	382.5	408.1	382.5	114.8	51.3
TODOS	22	18	408.5	395.9	390.5	192.7	41.1

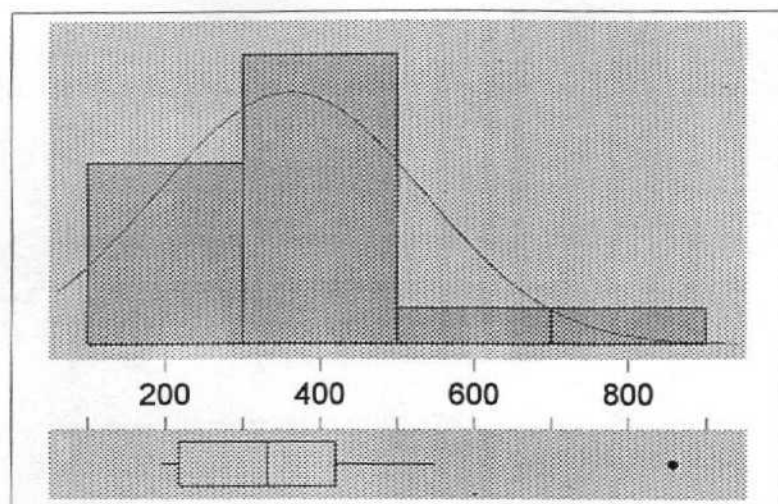
Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	270.9	752.4	312.2	653.5
PROL.	244	996	250	718
LEUC.	181.1	223.6	181.1	223.6
PHEN.	340.3	586.5	361.5	551.7
GLUT.	262.2	510.2	263.2	489.1
TODOS	181.1	996.0	260.4	478.6

Fig.-12. Cálculos estadísticos de las muestras (*Planorbis sp.* y *Helix sp.*) del punto RG9363.

****RG9327 (9)**

En este caso se pudieron separar tres submuestras: RG9327-1 (86), RG9327-2 (87), RG9327-3 (235), todas ellas *Cerastoderma sp.*.

Se han obtenido datos analíticos de las tres submuestras, Fig.-13, aunque en este caso se dispara algo la edad que proporciona la leucina, pese a ello se ha calculado una edad total de **361.3 $\pm$ 88.6 ka.**, ya que la edad que proporciona el análisis de los cuatro aminoácidos restantes es coherente.

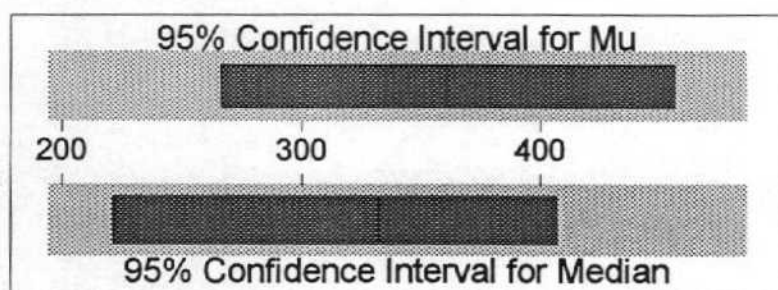


Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.9
p-value: 0.0

Mean 361.3
Std Dev 171.5
Variance 29403.4
Skewness 1.5
Kurtosis 2.0
n of data 15.0

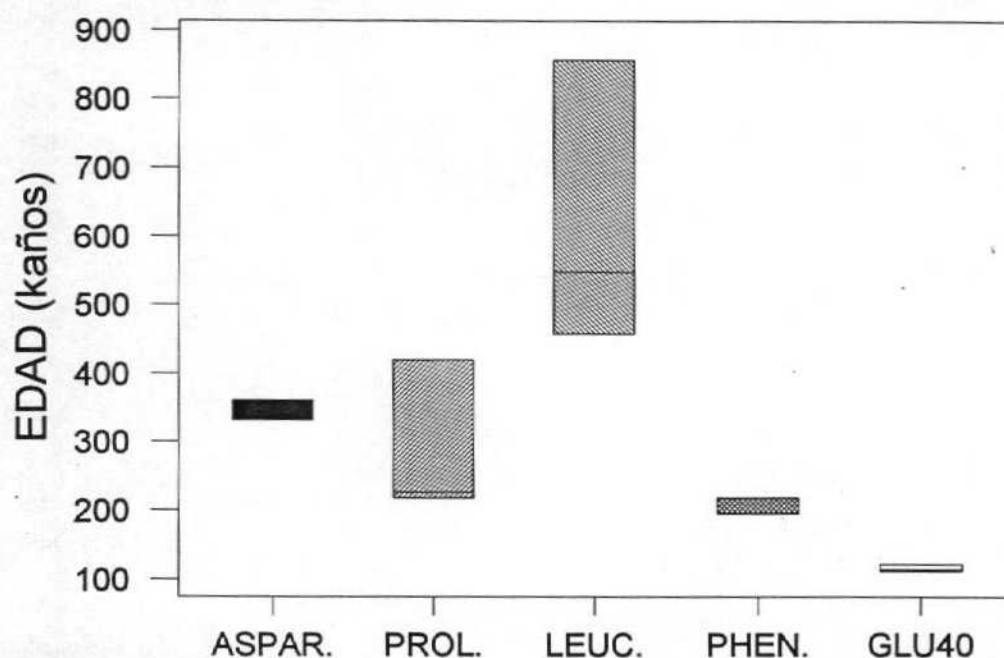
Minimum 195.4
1st Quartile 218.3
Median 331.9
3rd Quartile 419.8
Maximum 857.1



95% Confidence Interval for Mu
266.4 456.3

95% Confidence Interval for Sigma
125.5 270.4

95% Confidence Interval for Median
221.3 407.1



Descriptive Statistics

Variable	N	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	3	347.06	348.34	347.06	14.54	8.39
PROL.	3	288.0	226.2	288.0	114.2	65.9
LEUC.	3	621	549	621	209	121
PHEN.	3	203.24	196.06	203.24	13.05	7.54
GLUT.	3	347.1	328.6	347.1	33.5	19.3
TODOS	15	361.3	331.9	336.0	171.5	44.3

Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	331.93	360.92	331.93	360.92
PROL.	218.0	419.8	218.0	419.8
LEUC.	458	857	458	857
PHEN.	195.36	218.31	195.36	218.31
GLUT.	326.9	385.8	326.9	385.8
TODOS	195.4	857.1	218.3	419.8

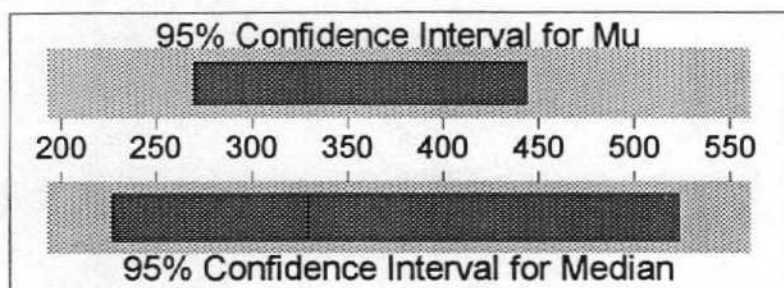
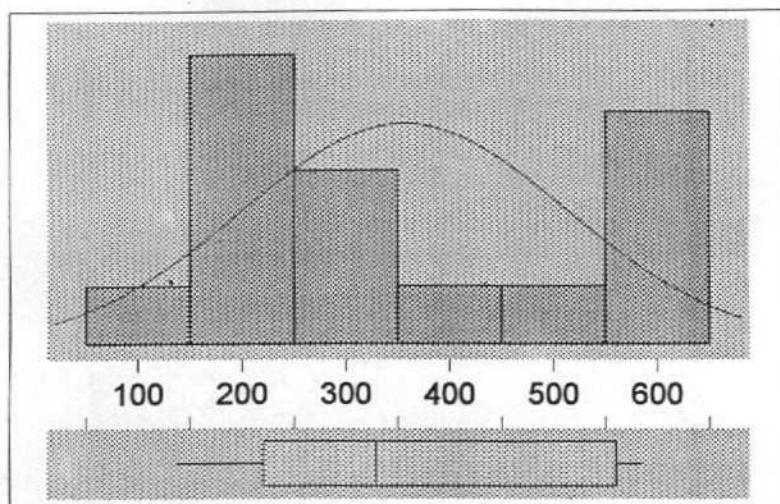
Fig.-13. Cálculos estadísticos de las muestras (*Cerastoderma*) del punto RG9327.

****RG9151 (26)**

Se han extraído las siguientes submuestras: RG9151-1-1 (236), RG9151-1-2 (256), RG9151-2-1 (264*), RG9151-2-2 (268), RG9151-2-4-1 (494*), RG9151-1-3 (500) formadas por opérculos y RG9151-2-3-1 (492), RG9151-2-3-2 (493), RG9151-1-4 (499) constituidas por fragmentos indeterminados.

Las submuestras señaladas con (*) se perdieron durante la preparación o no se obtuvo cromatograma válido.

El cálculo de edades parece tener alta fiabilidad no solo por el número de muestras analizadas sino por la consistencia de los resultados obtenidos, que dan una edad numérica global de **$356.5 \pm 81.2\text{ka}$** .



Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.7
p-value: 0.0

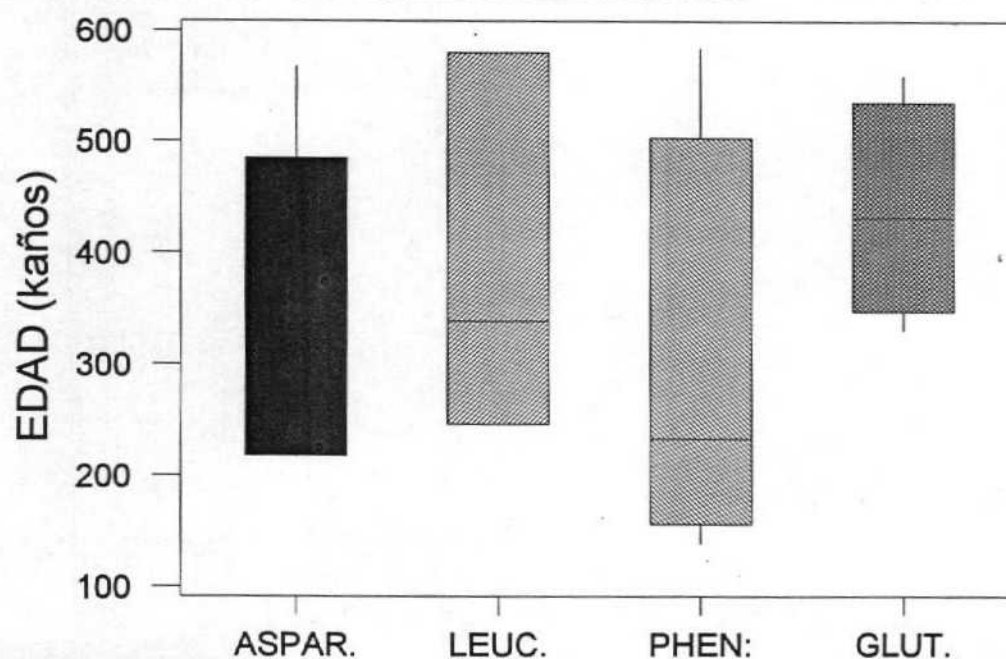
Mean: 356.5
Std Dev: 157.4
Variance: 24774.5
Skewness: 0.3
Kurtosis: -1.6
n of data: 15.0

Minimum: 137.9
1st Quartile: 221.1
Median: 329.3
3rd Quartile: 560.3
Maximum: 584.7

95% Confidence Interval for Mu
269.4 443.7

95% Confidence Interval for Sigma
115.2 248.2

95% Confidence Interval for Median
226.8 523.5



Descriptive Statistics

Variable	N	N*	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	4	5	310.4	228.7	310.4	172.0	86.0
PROL.	0	9	*	*	*	*	*
LEUC.	3	6	388.2	338.6	388.2	172.6	99.6
PHEN:	4	5	297.2	233.1	297.2	197.9	98.9
GLUT.	4	5	438.4	432.0	438.4	97.7	48.9
TODOS	15	21	356.5	329.3	355.8	157.4	40.6

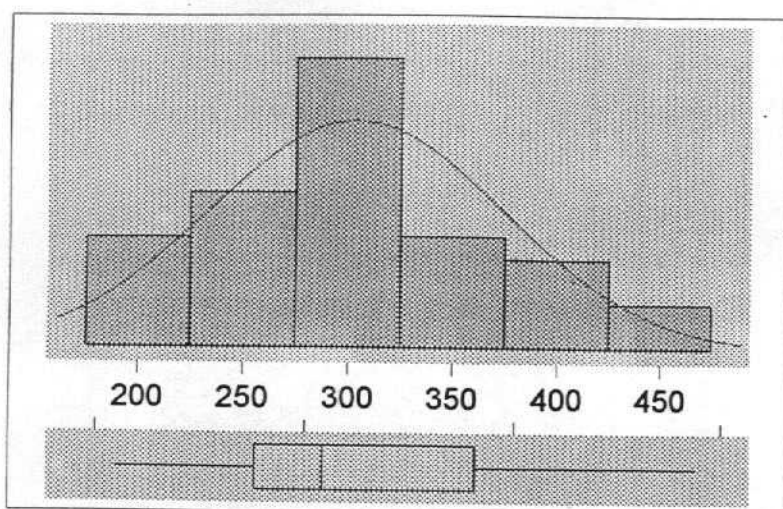
Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	216.0	568.0	217.3	485.1
PROL.	*	*	*	*
LEUC.	245.8	580.1	245.8	580.1
PHEN:	137.9	584.7	155.6	502.9
GLUT.	329.3	560.3	347.5	535.7
TODOS	137.9	584.7	221.1	560.3

Fig.-14. Cálculos estadísticos de las muestras (opérculos, fragmentos indet.) del punto RG9151.

****LM9051 (35)**

Las submuestras LM9051-1 (272) y LM9051-2 (273) están constituidas por *Lymnaea sp.*, las submuestras LM9051-3 (274), LM9051-4 (275), LM9051-5 (276), LM9051-6 (277), LM9051-7 (278), LM9051-9 (298), LM9051-10 (299) son *Helix sp.*.

Todas las submuestras han dado cromatogramas y del análisis estadístico de los datos obtenidos, Fig.-15, se deduce una buena coherencia de los datos: el calculo de edades con todos los aminoácidos, da una edad de se tomará como válida de **304.05 ± 23.4 k.a.** aunque la de la fenilalanina se acerca a 395ka.

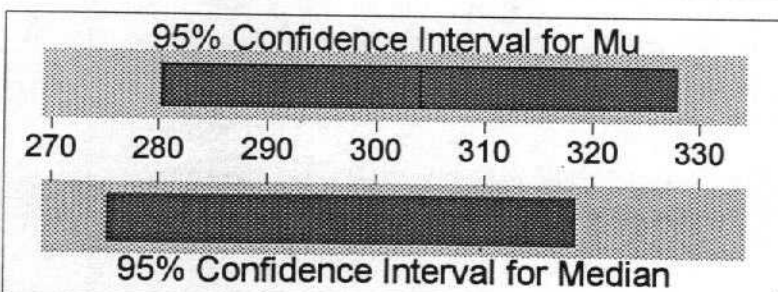


Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.64
p-value: 0.09

Mean 304.05
Std Dev 70.41
Variance 4957.32
Skewness 0.62
Kurtosis -0.38
n of data 36.00

Minimum 190.16
1st Quartile 256.17
Median 288.46
3rd Quartile 361.56
Maximum 468.30



95% Confidence Interval for Mu

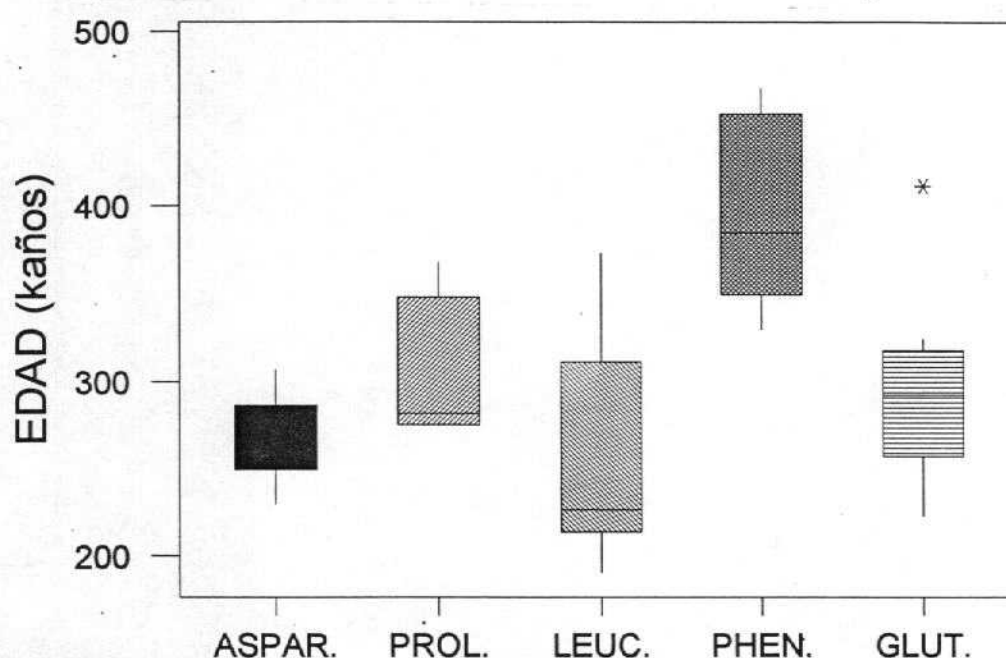
280.23 327.87

95% Confidence Interval for Sigma

57.11 91.84

95% Confidence Interval for Median

275.19 318.36



Descriptive Statistics

Variable	N	N*	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	8	1	270.50	275.54	270.50	24.62	8.70
PROL.	4	5	301.5	281.7	301.5	44.7	22.4
LEUC.	8	1	257.1	226.5	257.1	63.9	22.6
PHEN.	8	1	395.1	385.1	395.1	51.6	18.3
GLUT.	8	1	294.8	292.2	294.8	56.5	20.0
TODOS	36	9	304.0	288.5	300.3	70.4	11.7

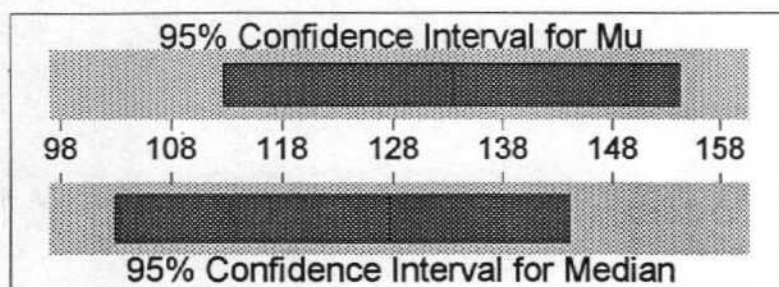
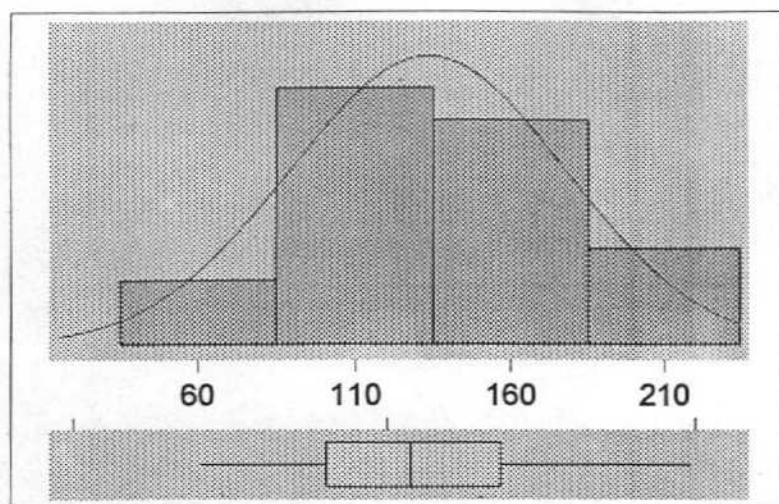
Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	229.21	307.26	249.35	286.41
PROL.	274.3	368.1	275.0	347.7
LEUC.	190.2	373.1	213.6	311.0
PHEN.	329.3	468.3	349.1	452.9
GLUT.	222.3	411.5	256.8	317.6
TODOS	190.2	468.3	256.2	361.6

Fig.-15. Cálculos estadísticos de las muestras (*Lymnaea sp.* y *Helix sp.*) del punto LM9051.

****LM9289 (32)**

Esta muestra está compuesta por la submuestra LM9289-3 (284) (*Pupilla sp.*) y las submuestras LM9289-1 (282), LM9289-2 (283), LM9289-4 (300) que son *Helix sp.*.

Todas las submuestras presentan datos válidos. Se trata de una muestra reciente, ya que los cálculos estadísticos, Fig.-16, revelan una edad media de **133.53 $\pm$ 19.8 ka**. Las edades excepto la de la fenil alanina que se dispara a valores elevados (189 k.a.) son bastante homogéneos y su estadística mejora ampliamente cuando se tratan de forma conjunta.



Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.59

p-value: 0.11

Mean 133.53

Std Dev 44.41

Variance 1972.00

Skewness 0.59

Kurtosis -0.64

n of data 20.00

Minimum 60.97

1st Quartile 100.67

Median 127.61

3rd Quartile 156.86

Maximum 218.82

95% Confidence Interval for Mu

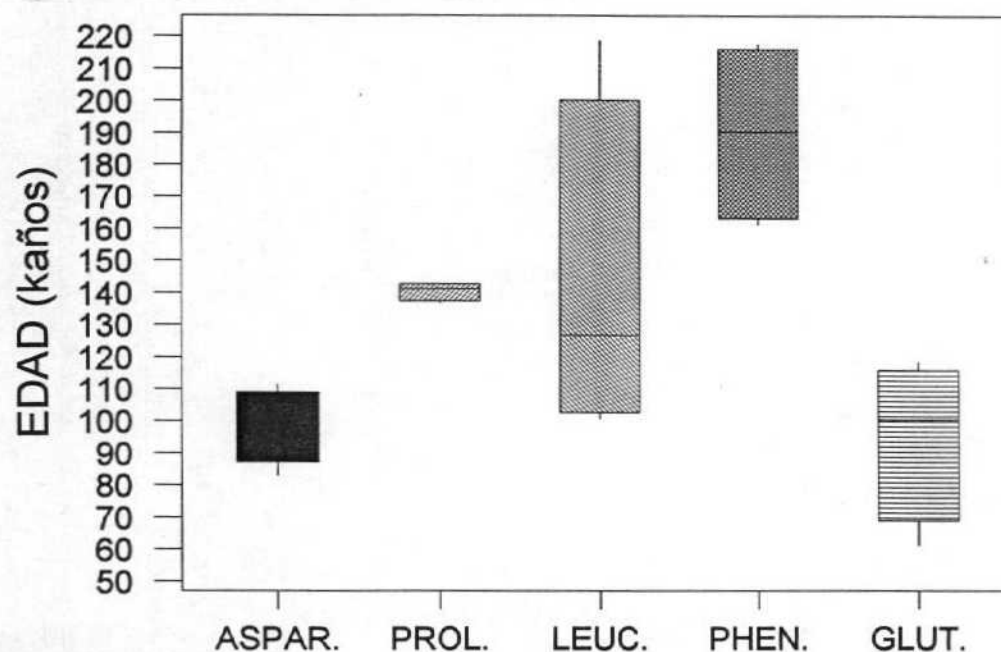
112.74 154.31

95% Confidence Interval for Sigma

33.77 64.86

95% Confidence Interval for Median

102.86 144.13



Descriptive Statistics

Variable	N	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	4	99.01	100.83	99.01	11.94	5.97
PROL.	4	140.41	141.11	140.41	2.97	1.49
LEUC.	4	143.2	126.8	143.2	53.9	26.9
PHEN.	4	189.9	190.3	189.9	28.8	14.4
GLUT.	4	95.2	100.5	95.2	25.1	12.6
TODOS	20	133.53	127.61	132.82	44.41	9.93

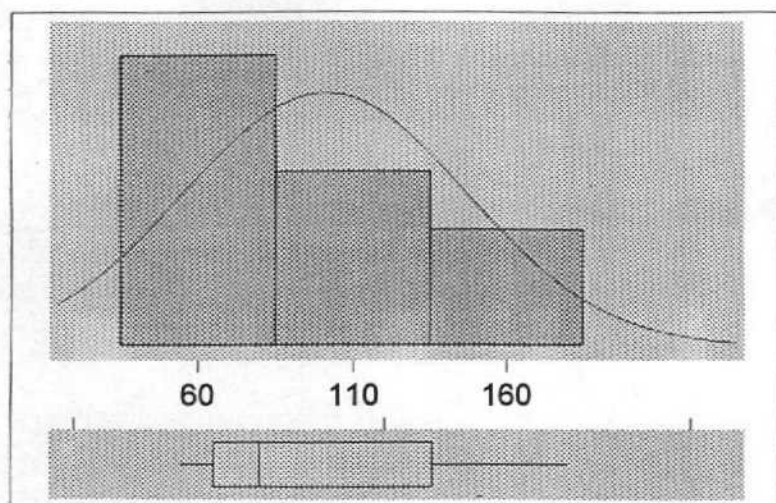
Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	82.80	111.59	87.19	109.01
PROL.	136.51	142.90	137.30	142.81
LEUC.	100.5	218.8	102.6	200.2
PHEN.	161.0	217.8	163.1	216.2
GLUT.	61.0	118.7	69.0	116.0
TODOS	60.97	218.82	100.67	156.86

Fig.-16. Cálculos estadísticos de las muestras (*Pupilla sp.* y *Helix sp.*) del punto LM9289.

****LM9050 (33)**

La muestra se compone de dos submuestras: LM9050-1 (335) y LM9050-2 (340), ambas de *Cerastoderma sp.*

Como en el caso anterior, el número de datos disponibles es realmente pequeño, Fig.-17. Pese a ello, parece claro que se trata de una muestra muy reciente, con un edad media de **101.17 $\pm$ 29.0 k.a.** con una oscilación de edad entre el valor mas joven (que proporciona la prolina (64.9k.a) y el mas antiguo (que lo da el ácido glutámico) 177ka.

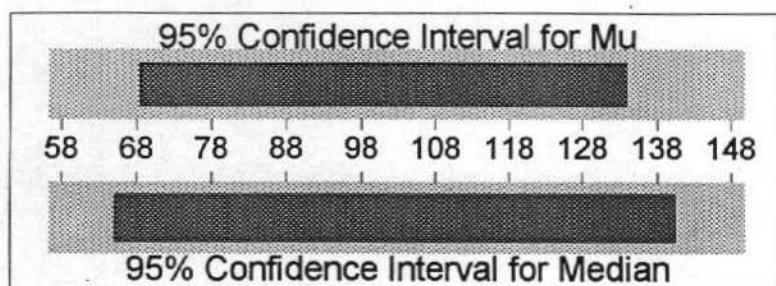


Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.67
p-value: 0.06

Mean 101.17
Std Dev 45.81
Variance 2098.47
Skewness 0.70
Kurtosis -1.22
n of data 10.00

Minimum 54.64
1st Quartile 65.06
Median 80.00
3rd Quartile 135.60
Maximum 180.11



95% Confidence Interval for Mu

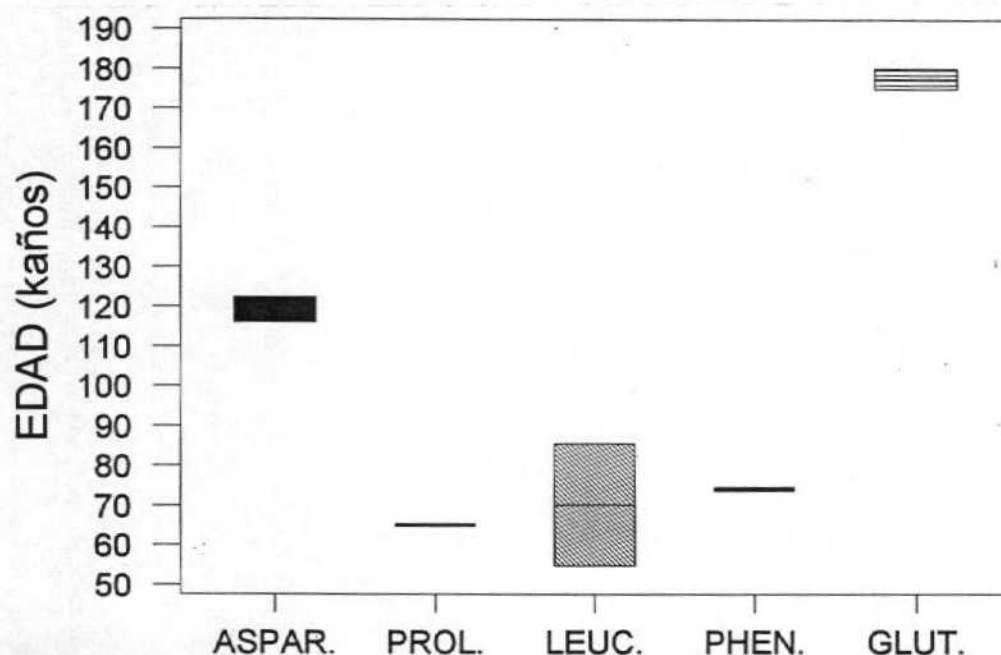
68.40 133.94

95% Confidence Interval for Sigma

31.51 83.63

95% Confidence Interval for Median

65.00 140.47



Descriptive Statistics

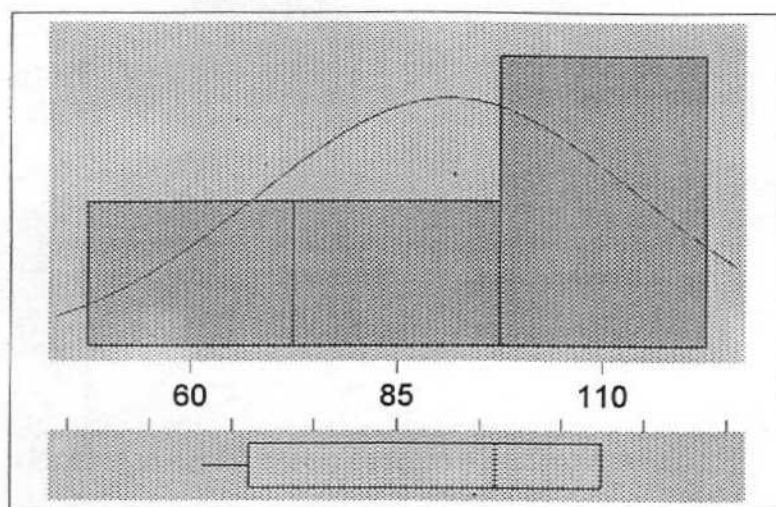
Variable	N	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	2	119.24	119.24	119.24	4.52	3.19
PROL.	2	64.894	64.894	64.894	0.469	0.332
LEUC.	2	70.0	70.0	70.0	21.8	15.4
PHEN.	2	74.075	74.075	74.075	0.702	0.496
GLUT.	2	177.61	177.61	177.61	3.54	2.50
TODOS	10	101.2	80.0	97.1	45.8	14.5

Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	116.04	122.43	*	*
PROL.	64.563	65.226	*	*
LEUC.	54.6	85.4	*	*
PHEN.	73.579	74.572	*	*
GLUT.	175.11	180.11	*	*
TODOS	54.6	180.1	65.1	135.6

Fig.-17. Cálculos estadísticos de las muestras (*Cerastoderma*) del punto LM9050.

****RG9360 (46)**

De esta muestra solo se ha podido obtener una submuestra de *Ostracoda*; RG9360-1 (393). Pese a la limitación que resulta de una sola muestra, la realidad es que el tratamiento estadístico del cálculo de edades individuales, Fig.-18, revela una notable homogeneidad de datos, a excepción del ácido glutámico que da valores mas altos de edad, de forma que se puede admitir tentativamente la data de **91.3 $\pm$ 23.4 k.a.** aunque el ácido glutámico se dispare a 367 k.a.

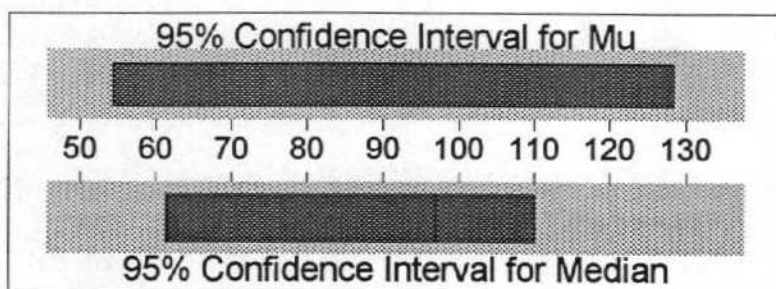


Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.339
p-value: 0.276

Mean 91.333
Std Dev 23.323
Variance 543.942
Skewness -0.289
Kurtosis -2.117
n of data 4.000

Minimum 61.347
1st Quartile 67.096
Median 96.960
3rd Quartile 109.945
Maximum 110.068



95% Confidence Interval for Mu

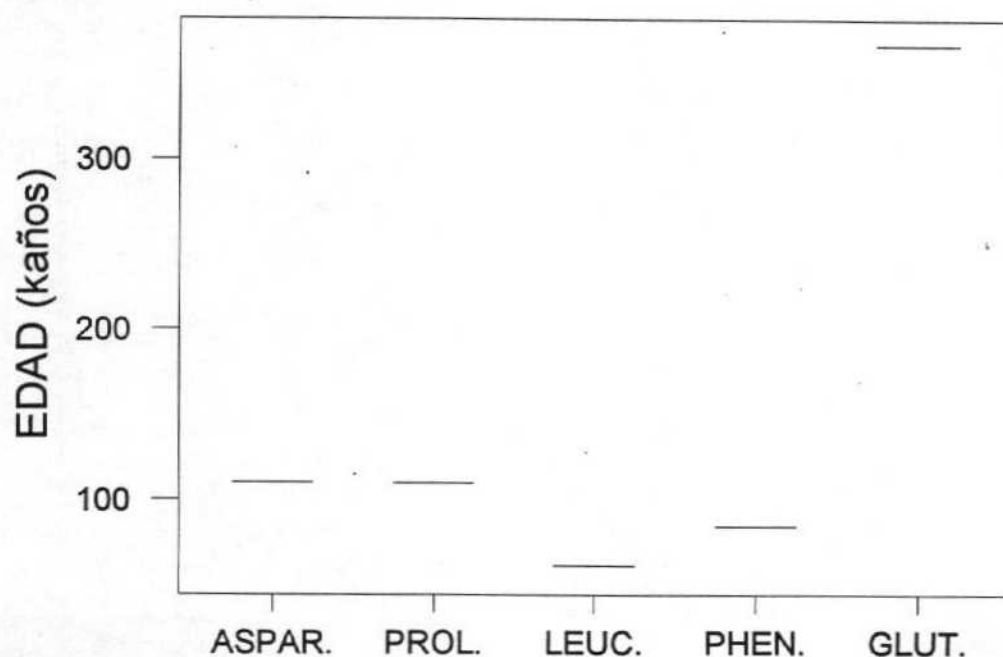
54.222 128.445

95% Confidence Interval for Sigma

13.212 86.959

95% Confidence Interval for Median

61.347 110.068



Descriptive Statistics

Variable	N	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASPAR.	1	110.07	110.07	110.07	*	*
PROL.	1	109.58	109.58	109.58	*	*
LEUC.	1	61.347	61.347	61.347	*	*
PHEN.	1	84.343	84.343	84.343	*	*
GLUT.	1	367.47	367.47	367.47	*	*
TODOS	5	146.6	109.6	146.6	125.1	56.0
A+P+L+Ph	4	91.3	97.0	91.3	23.3	11.7

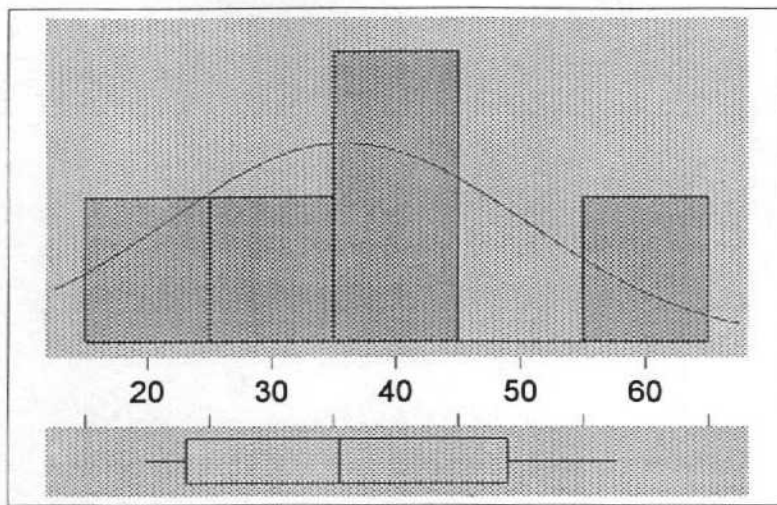
Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASPAR.	110.07	110.07	*	*
PROL.	109.58	109.58	*	*
LEUC.	61.347	61.347	*	*
PHEN.	84.343	84.343	*	*
GLUT.	367.47	367.47	*	*
TODOS	61.3	367.5	72.8	238.8
A+P+L+Ph	61.3	110.1	67.1	109.9

Fig.-18. Cálculos estadísticos de las muestras (*Ostracoda*) del punto RG9360.

****RG9329 (27)**

En este caso solo se ha podido separar una submuestra de *Planorbis* sp. (RG9329-1 (85)) . La edad calculada para dicha muestra es, Fig.-19, de **39.9 ± 13.0 k.a.**, que aunque presenta un margen de error alto (ca 30%) no hay duda que indica se trata de un punto muy reciente cuyas edades extremas oscilarían entre 16ka (prolina) y 57 ka. (leucina).

Descriptive Statistics for: RG-9329 (Asp. + Pro. + Leu. + Phe. + Glu.)



Anderson-Darling Normality Test

A-Squared: 0.200

p-value: 0.751

Mean 35.945

Std Dev 14.510

Variance 210.530

Skewness 0.355

Kurtosis -1.642

n of data 5.000

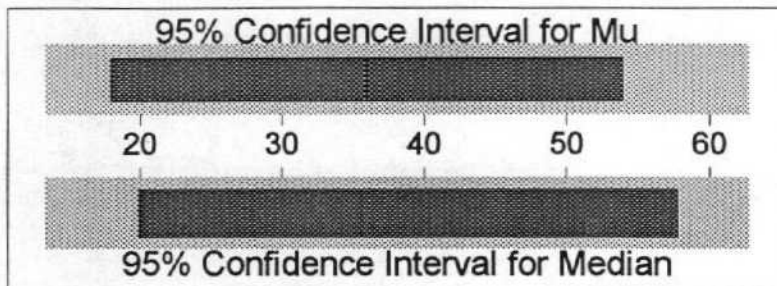
Minimum 19.896

1st Quartile 23.140

Median 35.547

3rd Quartile 48.949

Maximum 57.746



95% Confidence Interval for Mu

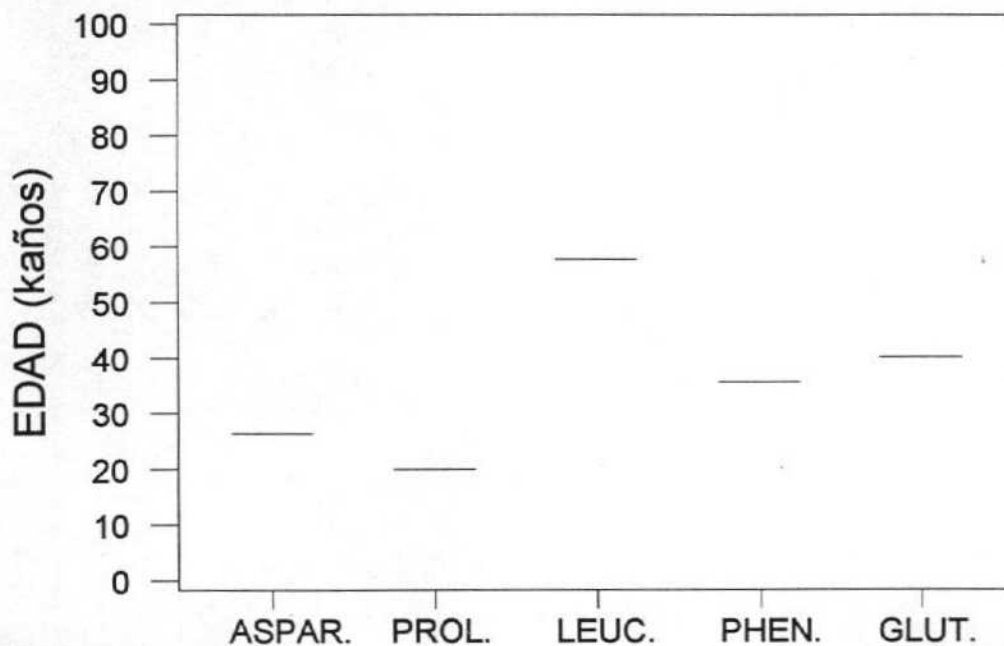
17.929 53.961

95% Confidence Interval for Sigma

8.693 41.694

95% Confidence Interval for Median

19.896 57.746



Descriptive Statistics

Variable	N	Mean	Median	TrMean	StDev	SEMean
ASP40	1	26.383	26.383	26.383	*	*
PRO40	1	19.896	19.896	19.896	*	*
LEU40	1	57.746	57.746	57.746	*	*
PHE40	1	35.547	35.547	35.547	*	*
GLU40	1	40.152	40.152	40.152	*	*
TODOS	5	35.94	35.55	35.94	14.51	6.49

Variable	Min	Max	Q1	Q3
ASP40	26.383	26.383	*	*
PRO40	19.896	19.896	*	*
LEU40	57.746	57.746	*	*
PHE40	35.547	35.547	*	*
GLU40	40.152	40.152	*	*
TODOS	19.90	57.75	23.14	48.95

Fig.-19. Cálculos estadísticos de la muestra (*Planorbis* sp.) del punto RG9329.

Síntesis de las edades obtenidas y conclusiones. (Fig.-20)

En la Fig.-20, se han representado las edades obtenidas en las muestras del Proyecto MAGNA (Venta Micena incluida) enfrentadas la cronología pleistocena, Hoyos y Torres (in litt.), tanto de edad absoluta, eventos paleomagnéticos, episodios del oxígeno y las cronologías glaciár y polínica al uso. Se pueden deducir algunos hechos relevantes.

De una parte, destaca que Venta Micena (VM) marca el límite inferior alcanzado por las dataciones de aminoácidos en la zona, aunque hacia el SO se tiene la certeza de que afloran materiales mas antiguos. El conjunto de edades de las muestras VM (Venta Micena), RG9701 (Galera1), RG9357 (Cortes de Baza) y RG9702 (carretera Nueva de Huescar), se agrupa consistentemente y se pueden situar en el Günz, aunque las dos últimas parecen ser algo mas modernas que las dos primeras.

Parece adecuado situar en el Cromeriense, base del Pleistoceno medio, las muestras RG9150 (Gorafe A) y RG9356 (Cortes de Baza), aunque tiene un intervalo de confianza muy grande.

El conjunto de muestras ^{LM 9110} ~~LM 9049~~ (Cañada Castaño), RG 9358 (Cortes de Baza), RG 9359 (Cúllar Baza), RG 9363 (Río Castril al N de Cortes de Baza), RG 9327 (Canteras al E del río Baza), y RG 9151 (Toyo de Chiclana), cubre escalonadamente el Mindel. LM 9049, RG 9358, RG 9359 (Cúllar-Baza) y RG 9363 representarían el Mindel "inferior", mientras que RG 9363, RG 9327 y RG 9151 se situarían en el Mindel superior.

El punto LM 9051 (Fuente Amarga) se emplazarían en el

interglaciar Mindel-Riss.

Las estaciones LM 9289 (Río Guardal) y LM 9050 (Loma del Quemado) son totalmente isócronas y estarían en el Riss superior

La estación RG 9360 (Freila) marca el límite Pleistoceno medio - Pleistoceno superior, estaría en el Interglaciar Riss - Würm (Eemiense).

Finalmente LM 9329 (Rambla de la Hinojora) representaría a la base del Würm reciente.

En conclusión: el sistema de datación mediante al análisis del grado de racemización de los aminoácidos remanentes en conchas de gasterópodos, lamelibranquios y crustáceos, ha funcionado adecuadamente, proporcionando datas que se adecúan generalmente bien a las cronologías que ha proporcionado el estudio de micromamíferos (Cortes de Baza, Cullar Baza y Venta Micena). Hay una excelente representación del Günz, Günz-Mindel, Mindel y Mindel Riss. Los datos sobre el Riss, Riss-Würm y Würm parecen estar mas dispersos; no obstante, su detección es de un interés enorme ya que pese a que en el Riss se inicia el "vaciado" de la depresión, hasta entonces sometida a colmatación, parece probado que hay un registro sedimentario lo suficientemente representativo de toda la parte superior del Pleistoceno medio y del Pleistoceno superior.

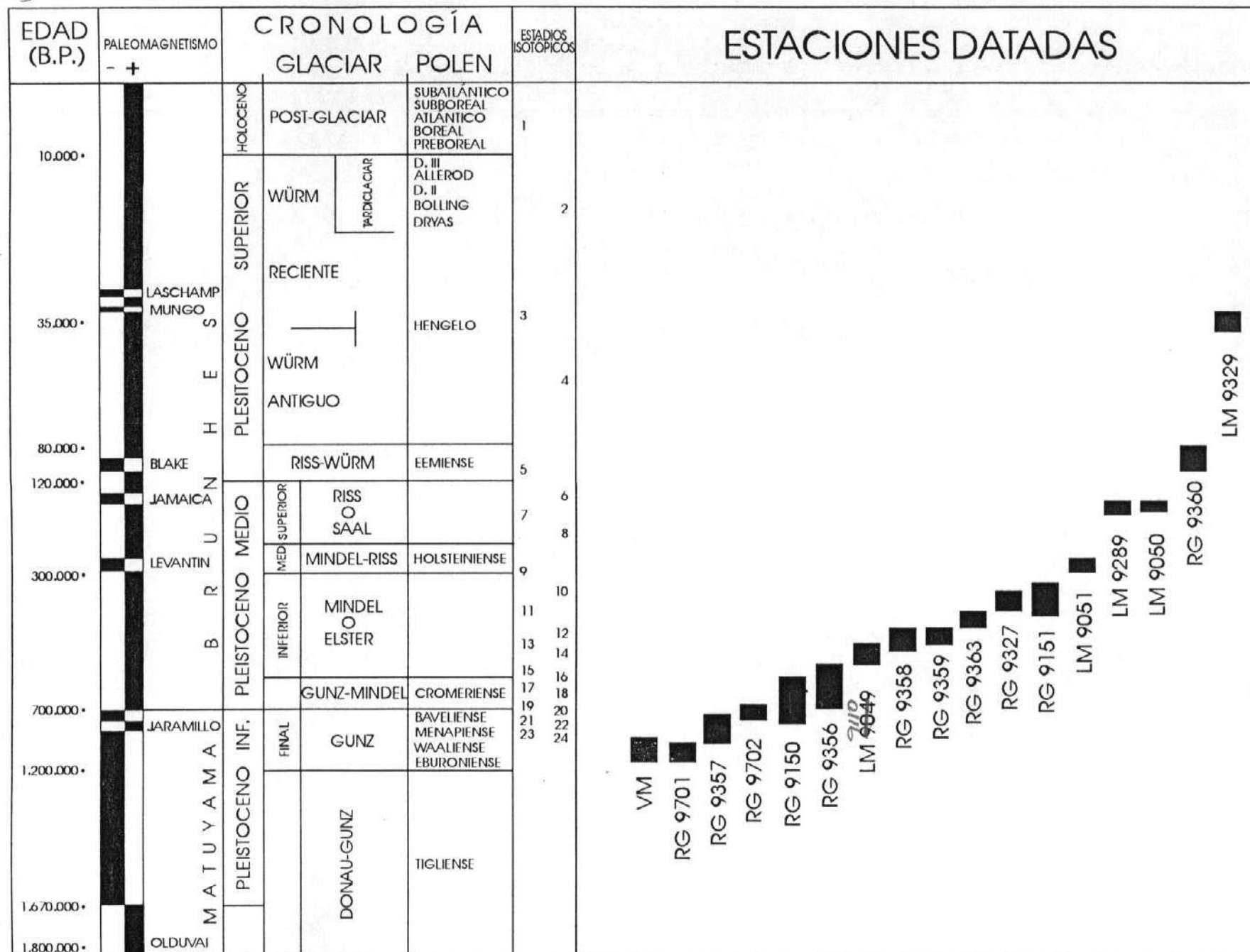


Fig.-20. Situación de las muestras de Cúllar Baza según la cronología polínica y glacial del Cuaternario.

Bibliografía

- Goodfriend, G.A. Meyer, V. (1991). A comparative study of the kinetics of amino acid racemization/epimerization in fossil and modern mollusk shells. *Geochim. Cosmochim. Acta*, 55: 3355-3367.
- Goodfriend, G.A. (1991). Patterns of racemization and epimerization of amino acids in land snail shells over the course of the Holocene. *Geochim. Cosmochim. Acta*, 55:293-302.
- Hare, P.E., Mitterer R.M. (1967). Non-protein amino acids in fossil shells. *Carnegie Inst. Wash. Yearb.* 67:205.
- Torres, T., Canoira, L. Cobo, T. García, P. García Cortés, A. Juliá, R. Llamas, J. - Hoyos, M. Meyer, V. (1994a). Aminoestratigrafía y aminozonación de los travertinos fluviales de Priego (Cuenca, España Central). *Geogaceta*, 17.
- Torres, T., Canoira, L. Cobo, T. García, P. García Cortés, A. Juliá, R. Llamas, J. Hoyos, M. Meyer, V. (1994b). Pleistocene carbonate deposits of Central Spain: paleoenvironmental relationships. *Geoprospective, Paris abr. 1994*: (in litt.).
- Torres, T. Llamas, J. Canoira, L. García Alonso, P. García Cortés, A. Hoyos, M. Mansilla, H. Meyer, V. Nodal, T. (1994c). Aminochronología de los depósitos del Pleistoceno Medio de Redueña (Madrid). *Geogaceta* 18: (in litt.).
- Torres, T. Llamas, J. García Alonso, P. (1995). Análisis geocronológico por racemización de aminoácidos de gasterópodos, procedentes de Cova Ciella, Asturias. (Inédito).
- Torres, T. Llamas, J. Canoira, L. García-Alonso, P. García-Cortés, A. Mansilla, H. (1995). Amino Chronology of the Lower Pleistocene deposits of Venta Micena (Orce, Granada, Andalousie, Spain). *17Th Int. Meeting Organic Geochemistry, Spain (1995)*, Abstract Accepted.
- Torres, T. Canoira, L. Cobo, R. Coello, F.J. García-Alonso, P. García-Cortés, A. Hoyos, M. Llamas, J. Mansilla, H. Soler, V. Valle, M. (1995). Travertinos de Río Blanco (Soria). *Geogaceta* 19: (in litt.).
- Wehmiller J.F. (1984). Interlaboratory comparison of amino acid enantiomeric ratios in fossil Pleistocene mollusks. *Quat. Res.* 22-109-120.
- Wehmiller, J.F. (1993). Applications of organic geochemistry for Quaternary research. Aminostratigraphy and aminochronology. in *Organic. Geochemistry M.E. Engel and S.A. Macko eds. Plenum Press NY: 755-783.*