

INDICE

1. Resumen.	2
2. Objetivo.	4
3. Contexto arqueológico.	7
4. Contexto histórico: las lámparas en el paleolítico.	10
5. Metodología.	12
5.1.Documentación gráfica.	12
5.1.1. Fotogrametría digital.	12
5.1.2. Macrofotografía.	14
5.1.3. Flujo de trabajo y creación del modelo tridimensional.	14
5.2.Caracterización físico-química.	17
5.2.1. Difracción de rayos X (XRD).	18
5.2.2. Espectroscopia Raman.	18
5.2.3. Espectroscopia de Dispersión de Energía de rayos X (FEG-SEM-EDX).	19
5.2.4. Espectroscopia infrarroja (IR).	19
5.2.5. Cromatografía de Gases con detección de espectroscopia de masas (GC-MS).	20
5.3.Preparación de las muestras.	20
6. Resultados y discusión.	23
7. Conclusiones.	32
8. Bibliografía.	34

1. RESUMEN

El objetivo del presente trabajo ha sido el estudio de una pieza hallada en la Cueva de los Casares (Guadalajara, España), una *Glycemeris bimaculata*, para esclarecer el uso que pudo haber tenido para las sociedades que habitaron la zona en el Paleolítico Superior. Para ello se ha sometido a pruebas analíticas de carácter físico-químico, a fin de detectar y caracterizar compuestos químicos orgánicos y minerales presentes, siendo las técnicas utilizadas:

- Difracción de rayos X.
- Espectroscopia por difracción de rayos X.
- Cromatografía de gases con espectrometría de masas.
- Espectroscopia Raman.
- Espectroscopia infrarroja.

Los resultados obtenidos tras el estudio de la pieza parecen apuntar a un uso temporal como lámpara de aceite, dado que en el interior de la valva se hallaron restos de ácidos grasos vegetales e incluso se podría apreciar donde se encontrarían las mechas, las cuales bascularían hacia los bordes, dejando la impronta grisácea. No obstante, hemos de mencionar otros posibles usos que ha podido tener a lo largo del tiempo, debido al hallazgo de pigmentos de óxido de hierro y hueso, tanto en la parte interior como en la exterior. En primer lugar, la pieza pudo haber servido a modo de paleta para la creación de pigmentos que más tarde serían utilizados para la creación de pintura parietal, dado que el hueso y el óxido de hierro eran componentes esenciales, junto con grasas. En segundo lugar, la pieza pudo haber tenido un uso decorativo como pieza fundamental en algunos rituales mágico-médicos de la época, dado que esta pudo haberse encontrado decorada, pues se han encontrado restos de hueso y pigmentos en el exterior de la valva, siendo una capa muy fina y homogénea.

ABSTRACT

The aim of this work has been to study an object found in Cueva de los Casares (Guadalajara, Spain), a valve of *Glycemeris bimaculata*, in order to determine its possible type of usage by the inhabitants of that zone during the Upper Paleolithic period. For that it has been subjected to the following physic-chemical analytical techniques capable to detect and identify chemical compounds:

- X-ray diffraction
- X-ray diffraction spectroscopy

- Gas chromatography associated to mass spectrometry
- Raman spectrometry
- Infrared spectrometry.

Experimental results suggest its temporal use as an oil lamp, as residues of vegetal fatty acids have been found inside the valve, and there are some greyish marks near the borders presumably left by the wicks. Nevertheless, the presence of iron oxides and bone residues both outside and inside suggests some other uses along the times. First, this object could have been used as a painter's palette for the preparation of pigments used in cave painting, pigments that were made of iron oxides, bones and fat. Secondly it could be used as a decorative object, to be used in certain magic or medical rites, because a fine homogeneous sheet formed by residues of bone and pigments has been found on the outermost part of the valve.

2. OBJETIVO

Este trabajo se centra en el estudio de una valva de *Glycemeris bimaculata* (Lozano-Francisco y Vera-Páez 2007) recuperada en las excavaciones desarrolladas en la Cueva de los Casares (Guadalajara, España).



Fig. 1- *Glycemeris bimaculata*, molusco muy corriente en las costas del Mediterráneo (Fotografía obtenida de la página biodiversidadvirtual.org).

La valva fue recuperada durante las excavaciones desarrolladas en los niveles, *a priori* Paleolíticos de la Cueva de los Casares y puso sobre alerta a los arqueólogos, dadas las últimas publicaciones (Alcaraz-Castaño et al 2015), acerca de su posible uso como una lámpara. Sin duda, fueron las costras y restos adheridos en la parte interior de la misma las que alertaron este posible uso como lámpara.

La valva presenta un estado de conservación bastante bueno, aunque muy desgastada, y unas dimensiones de 5,90 mm de grueso y un diámetro umbo-paleal de 67,10 mm. Aparte del desgaste, el estudio taxonómico al que ha sido sometida (Lozano-Francisco y Vera-Páez 2007)

ha determinado que la pieza se encontraba alterada por la mano del hombre y no tanto por la erosión o el paso del tiempo. Este dato es esencial a la hora de sustentar una posible función.



Fig. 2- Pieza encontrada en la Cueva de los Casares.

Por ello, a lo largo de este trabajo, intentaremos a través de técnicas de documentación gráfica y análisis físico-químicos, en la medida de lo posible **NO DESTRUCTIVOS** o **MICROINVASIVOS**, determinar la naturaleza de los residuos adheridos a esta valva y poder así determinar la función que pudo tener en la Prehistoria. A través de un estudio pormenorizado donde se abordarán tres aspectos fundamentales:

1. Documentación gráfica en tres dimensiones de Alta Resolución generada mediante micro-fotografías y técnicas de '*structure from motion*' (SfM) (Westoby et al. 2012) para determinar las zonas de análisis y definir la extensión de las costras y adherencias.
2. Análisis **NO DESTRUCTIVO** o **MICROINVASIVO** de las costras y adherencias mediante cromatografía de gases (+ espectrometría de masas), espectroscopia Raman, Difracción de rayos X y microsonda de rayos X (SEM-EDX) para determinar la naturaleza de las costras y adherencias observadas durante la documentación gráfica de la misma.

3. Contrastar la hipótesis de partida, que asume *a priori* que la valva de *Glycymeris bimaculata* de la Cueva de los Casares ha sido utilizada como lámpara.



Fig. 3- Interior de la valva.

Dentro de las líneas generales que persigue este trabajo, existen hitos específicos que constituyen objetivos menores a nivel investigador, pero que podrían considerarse esenciales a nivel formativo.

1. Familiarización con la adquisición de imágenes para la creación de modelos tridimensionales basados en imágenes a través de fotogrametría digital (SfM-MVS).
2. Familiarización con las tecnologías de restitución tridimensional y documentación gráfica en Alta Resolución.
3. Familiarización, manejo y análisis de datos complejos adquiridos mediante técnicas de análisis físico-químicas de Alta resolución.
4. Capacidad crítica para el análisis y contraste de hipótesis mediante el adecuado diseño de experimentos utilizando el método científico.

3. CONTEXTO ARQUEOLÓGICO.

En el año 1896 se descubría la Cueva de los Casares, siendo el primero en catalogarla Puig y Larraz (Alcaraz-Castaño et al 2015). La Cueva de los Casares se halla en el término municipal de Riba Saelices al noroeste de Guadalajara a una altura de 1050-1070 msnm en el denominado monte Mirón o la Pedriza del Mirón, siendo sus coordenadas $40^{\circ} 56'23''$ de latitud norte y $1^{\circ} 23'49''$ de latitud este.



Fig. 4 - Ubicación del yacimiento de la Cueva de los Casares. (Alcaraz Castaño, M et al 2015).

Según los estudios realizados mediante la toponimia, el término “Casares” procedería de los restos de la época medieval del yacimiento, pues justamente encima de la cueva encontraremos un asentamiento musulmán, el cual está coronado con una torre. Dentro del estudio de la cueva, elemento vertebrador del estudio, debemos recalcar que, posiblemente, nos encontremos ante un yacimiento musteriense de cronología Würm III-IV, que se encuentra internamente dividido en tres estancias, el seno A, B y el C (Alcaraz-Castaño et al 2015).

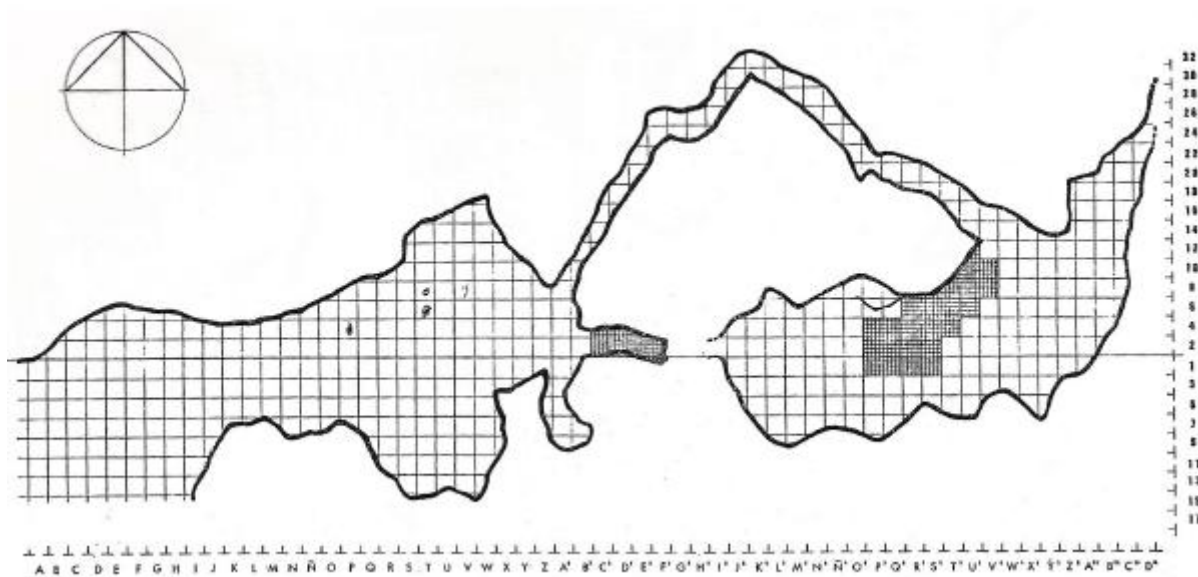


Fig. 5- Esquema del vestíbulo y el seno A donde se encontró la *Glycemeris bimaculata*, con las cuadrículas donde se realizaron las prospecciones (Alcaraz Castaño, M et al 2015).

Las excavaciones y estudio de la Cueva de los Casares continúan, por lo que no existe una monografía que sintetice los trabajos, sino que por el contrario nos encontramos con artículos sobre temas específicos dispersos en todo tipo de soporte de divulgación científica (Alcaraz-Castaño et al 2015). Por tanto, la información disponible nos da una visión de la cueva sesgada y parcialmente incompleta (Lozano-Francisco y Vera-Páez 2007).

Acerca del contexto específico de aparición de nuestro objeto de estudio existen varios problemas asociados. El más importante es la incertidumbre cronológica. La Cueva presenta un uso continuado desde el Paleolítico hasta el siglo XX cuando fue utilizada como refugio para el ganado y el escondite de mercancías ilegales (Alcaraz-Castaño et al 2015).

Nuestro objeto de estudio, una *Glycemeris bimaculata*, fue recuperada junto a un conjunto de materiales aparecidos en la denominada ‘Fosa de Clandestinos’ del seno A, en el cuadro 3R, del nivel R en el año 2014 (Lozano-Francisco y Vera-Páez 2017). Este contexto arqueológico parece corresponderse con un nivel revuelto en el que aparecieron materiales de diferentes periodos cronológicos. Por lo que la adscripción cronológica de la pieza, en estudio, es cuanto menos dudosa. Para corroborar la hipótesis anteriormente planteada por los excavadores, los carbonatos adheridos a su superficie de la pieza se han enviado a datar mediante radiocarbono, lo que resolvería el problema de la adscripción cronológica. No obstante, somos conscientes de que la datación de costras de carbonatos en bivalvos fósiles puede inducir a errores y que su interpretación está sujeta a serios problemas derivados de los efectos del reservorio marino. A pesar de ello y dada la importancia de la pieza (*Glycemeris bimaculata*), de confirmarse su uso

durante el Paleolítico como lámpara, esta sería la mejor, y única, aproximación posible a su cronología, ya que procede de un nivel revuelto.

En cualquier caso, a fecha de presentación de esta Memoria como trabajo de fin de Grado (TFG) en esta convocatoria, el centro Nacional de Aceleradores no ha comunicado la fecha radiocarbónica cuya determinación se solicitó.

4. CONTEXTO HISTÓRICO: LAS LÁMPARAS EN EL PALEOLÍTICO.

Uno de los hitos más importantes sin duda dentro de la vida del ser humano fue el control del fuego, es decir, el poder encenderlo y apagarlo a su antojo, sin la necesidad de elementos naturales de por medio. Según los estudios arqueológicos podemos enmarcar este hecho en el Pleistoceno Medio (700.000-130.000 ANE) (Balbín Berhmann y Alcolea González 1994). Tras el control de éste, las sociedades humanas se vieron en la necesidad de poder transportarlo a todos los lugares mediante una serie de objetos, *i.e.* antorchas o lámparas, siendo esta última la hipótesis que se baraja para la *Glycemeris bimaculata* objeto de esta investigación. Es interesante comprobar cómo las primeras lámparas que aparecen en la Península Ibérica pertenecen al Paleolítico Superior (125.000-10.000 ANE), encontrándose la mayoría en la cornisa cantábrica. Una de las teorías más aceptadas por todos los arqueólogos e historiadores apunta a que posiblemente este nuevo elemento de transporte del fuego e iluminación móvil hubiera llegado a la Península Ibérica a través de los Pirineos, en concreto desde el sur de Francia, aunque tenemos constancia de hallazgos en otros lugares de la Península, de lámparas como es el caso de una lámpara Gravetiense en la Cueva de La Pileta (Málaga) (Cortés *et al.* 2016).

En España tenemos muy pocas lámparas paleolíticas, en total son 15 las piezas documentadas en Iberia, y lo más sorprendente es que dentro de éstas, solo dos son a ciencia cierta lámparas, quedando el resto en una incógnita (de la Rasilla *et al.* 2010). Todas las ‘lámparas’ documentadas en Iberia fueron realizadas en piedra, no hemos podido registrar ningún paralelo realizado con concha de molusco, más allá de la ya mencionada lámpara de La Pileta (Cortés *et al.* 2016). La escasez de este ítem en el registro del Paleolítico Ibérico y lo peculiar del soporte sobre el que está realizada le otorga una relevancia inusual y lo ubica como un ítem singular dentro del registro arqueológico Ibérico. Sin embargo, existen paralelos abundantes en Francia, donde se han documentado al menos 300 ejemplares de lámparas, siendo en su mayoría también de piedra (de la Rasilla *et al.* 2010).

La proporción de lámparas paleolíticas de piedra en relación a las de concha es abrumadoramente superior, como hemos expuesto en el párrafo anterior. Este hecho debe ponernos sobre aviso, pues apenas hay referencias sobre el posible uso de valvas de moluscos como lámparas. Esto podría deberse a dos factores, **primero**, a que la resistencia de la piedra es superior a la concha de molusco, **segundo**, la inestabilidad inherente a la forma de las conchas. (Lozano-Francisco y Vera-Páez 2017).



Fig. 6- Lámpara paleolítica de piedra, con mango decorado (Beaune, 2007).

Las lámparas paleolíticas realizadas en piedra suelen presentar decoraciones y grabados, un mango y un orificio (Beaune 2007), mientras que las realizadas en concha, a pesar de ser menos elaboradas que las pétreas, en la mayoría de los casos han sido acondicionadas para que puedan cumplir su función como lámpara. En el caso de la pieza encontrada en La Pileta, único paralelo peninsular, fue pulida no sólo para rebajar el grosor de la misma, sino principalmente para dotarla de la necesaria estabilidad y que se autoportara sin balancearse.

Por norma general, las lámparas paleolíticas, como elemento de iluminación que son, suelen aparecer en cuevas y son escasos los contextos de aparición fuera de ellas. Es habitual que estas lámparas paleolíticas estén asociadas a yacimientos en los que aparece Arte Rupestre (de Balbín Behrmann y Alcolea González 1994). Por tanto, podemos decir que era un útil Paleolítico asociado a cuevas y su arte, utilizado para iluminarse en lugares donde la luz no llegaba.

A nivel de combustible, estas lámparas paleolíticas solían hacer uso de grasas animales (tuétano de hueso) o cera de abeja que son los combustibles que menos humo producen (Cortes *et al.* 2016). La luz que propiciaba el uso de este tipo de lámparas era sin duda una luz tenue, aunque con seguridad facilitaba el tránsito dentro de las cuevas de las poblaciones que las habitaban. Entre los combustibles utilizados durante el Paleolítico Superior se encuentra el aceite vegetal, un combustible abundante y disponible en el entorno de la Cueva de Los Casares y en casi cualquier ecosistema (Beaume 1987). Las mechas eran realizadas con elementos comunes en su entorno como hierbas, líquenes, musgos, etc. Dentro de las mechas hemos de advertir que un estudio reciente ha demostrado el uso del enebro como tal, siendo una de las características más sorprendentes que dicha planta no acaba nunca de consumirse, siendo por ello una de las mechas más usadas (Beaume 1987).

5. METODOLOGÍA.

5.1. Documentación gráfica.

5.1.1. Fotogrametría digital.

Para la documentación gráfica de la *Glycemeris bimaculata* de la Cueva de los Casares decidimos usar la técnica conocida como fotogrametría.

La fotogrametría es una técnica mediante la cual se puede determinar la geometría de un objeto a partir de la toma de imágenes, sea ésta mediante filmación o adquisición de instantáneas (Sánchez Sobrino 2006). Del procesado de estas imágenes se obtienen modelos tridimensionales basados en las mismas.

Existen varias variantes técnicas dentro de la fotogrametría: la analítica y la digital (Sánchez Sobrino, 2006).

La fotogrametría analítica se realiza mediante la aplicación de modelos matemáticos a un objeto físico. Sin embargo, la fotogrametría digital ha acabado sustituyendo a la anterior debido principalmente a la popularización y reducción de costes de los equipos informáticos que realizan los cálculos matemáticos necesarios. Tanto la analítica como la digital tienen como fin la creación de modelos tridimensionales basados en imágenes a través del cálculo de pares estereoscópicos.

Existen diversas sub-disciplinas dentro de la fotogrametría, entre las que destacan sobremanera la fotogrametría aérea y terrestre, la primera de estas fue diseñada para la creación de cartografías, las cuales más adelante serían usadas para el estudio de los terrenos en las guerras. Posteriormente se encontró un segundo uso para los proyectos de ingeniería. El modelo terrestre, versa en el estudio de los paisajes desde el nivel de suelo, pudiendo recrear con gran fidelidad el espacio a estudiar. Estos dos elementos son muy usados a día de hoy en las excavaciones arqueológicas, pues muestran en cierta manera cómo sería el objeto de estudio, pudiendo realizar planos tridimensionales (Sánchez Sobrino, 2007).

La técnica *Structure from Motion Multi View Stereo* (SfM-MVS) permite trabajar con un grupo de imágenes desordenadas. El software localiza una serie de puntos o aspectos comunes en la serie de imágenes que permitirán realizar un modelo tridimensional. Esta técnica se está imponiendo a las basadas en escaneo láser de luz estructurada rápidamente en ámbitos relacionados con la arqueología, el estudio del arte rupestre o en las propias tareas de patrimonio. Esto es debido a que son fáciles de realizar a pie de campo, además de presentar

unos costes bastante bajos, y producir una documentación tridimensional de alta resolución, debido principalmente a la incapacidad de los escáneres láser de luz estructurada para obtener una información colorimétrica y textural precisa de las escenas que están intentando recomponer.

En este TFG haremos uso de SfM-MVS para la documentación gráfica de nuestro objeto de estudio, pues es la técnica que nos permitirá la recreación fidedigna al 100% de la pieza.

La adquisición de las imágenes se realizó siguiendo la metodología indicada para este tipo de técnica.

1. En primer lugar, la pieza se colocó sobre un fondo blanco que evite tener que generar máscaras de recorte de las imágenes adquiridas y la eliminación de puntos indeseados una vez generada la nube densa de puntos, ahorrando tiempo y recursos informáticos en el procesado de las imágenes.
2. En segundo lugar, se procedió a la captura de imágenes mediante una cámara Nikon d610 equipada con un macro Nikkor de 105 mm f2.8 estabilizada en un trípode.
3. La estrategia de captura consistió en obtener imágenes con un solape entre imágenes de entre un 40 y 25% para que el proceso de alineado de las imágenes mediante el algoritmo *Scale Invariant Features Transforms* o SIFT fuera óptimo (Lowe, 1999). Para lograr este solape se utilizó una plataforma giratoria graduada que nos permitió obtener una imagen cada 5° de desplazamiento. La cámara estabilizada en el trípode permanece fija mientras la plataforma y la pieza giran 360°. El ángulo de la cámara con respecto al plano de giro de la pieza es variable, adquiriéndose las imágenes a 5°, 45° y 75° tanto por el anverso como por el reverso de la pieza.

Las imágenes obtenidas en formato raw han sido reveladas en *Photoshop* (Camera Raw) para maximizar la entropía del histograma, disminuir las sombras y las altas luces.

4. El tercer punto dentro de la metodología consiste en el procesado de las imágenes mediante el software *Agisoft Photoscan*. El flujo de trabajo consistirá en el alineamiento y detección de puntos en común de las imágenes (SIFT), la creación de una nube de puntos (*sparse point cloud*), creación de una nube densa de puntos (*dense cloud point*), cálculo de una malla y suavizado de la superficie del modelo utilizando *Minimum Spanning Tree* y *Screened Poisson Surface Reconstruction* (Kazhdan and Hoppe 2013). Tras ello se realizarían una serie de capas por las cuales se fue creando la malla y las texturas, hasta crear un modelo tridimensional fotorrealista de la pieza.

5.1.2. Macrofotografía.

Esta técnica se utiliza para objetos que tienen un tamaño muy pequeño o cuando se quiere estudiar algún detalle en particular. Es muy común su uso en la Biología, en la que se emplea para el estudio de insectos y otros animales o vegetales de minúsculas proporciones. Sin embargo, desde hace unas décadas se ha implantado su uso para el estudio de marcas de uso y tecnológicas en útiles prehistóricos, la numismática, la joyería protohistórica, etc.

Esta técnica consiste en la adquisición de fotografías a bajos aumentos (x0,5-x163) mediante una serie de lentes apo Nikon (x0,5 y x2) acopladas a un microscopio estereográfico (lupa binocular) Nikon SMZ-800 que nos permitirá adquirir una serie de fotografías al aumento seleccionado de las partes de la pieza que deseásemos documentar en detalle. En este caso se realizaron macro fotografías a las costras y coloraciones presentes en el interior de la concha, zonas en las que se van a realizar los análisis, así como al exterior de la misma. Con ayuda de una pletina de desplazamiento XY acoplada al microscopio se decidió mapear la concha al completo para obtener una imagen gigapixel de la concha a través de la cual poder diseñar una estrategia de análisis adecuada a cada una de las anomalías presentes en la concha, *i.e.* costras, coloraciones, escamados etc.

5.1.3. Flujo de trabajo y creación del modelo tridimensional.

El término fotogrametría es bastante amplio ya que se puede alcanzar un mismo objetivo, la creación un modelo tridimensional, con numerosas herramientas y dependiendo de cuáles se utilice recibirá un nombre u otro. La que nosotros hemos elegido se denomina *Structure from Motion*.

Para realizar esta técnica debemos tener en cuenta inicialmente la toma de fotografías del objeto a analizar. A este respecto hay ciertos aspectos que se deben tener en cuenta para obtener un óptimo resultado.

El primero de ellos, es asegurar que al objeto se le puede rotar sin dificultades ya que así, aseguraremos la captación de una mayor superficie. Una vez tengamos colocada la pieza de forma correcta, comenzaremos a realizar la primera serie de fotos cuyos factores inalterables serán la distancia con respecto al objeto y el ángulo en el que son tomadas las fotos.

En cuanto al número de capturas realizadas por cada serie, nosotros realizamos un número mayor de lo recomendado (400 fotografías) para poder seleccionar posteriormente aquellas que presenten mejores condiciones lumínicas y de enfoque. Este es el proceso que se repetirá en tres ocasiones, generando de este modo circunferencias alrededor de la pieza.

Tras la selección de las imágenes que presentaban las mejores condiciones (320 fotografías), pasamos a su procesado en el software *Agisoft Photoscan Professional* con el fin de obtener un archivo .obj.

El flujo de trabajo con el software *Photoscan* ha consistido en: volcado de las imágenes, alineado de las fotos para que el software nos indique la posición en la que se ha tomado la imagen con respecto al objeto y creación de una nube de puntos. Esta nube de puntos se calculará mediante el emparejamiento de aquellos puntos en común de las imágenes, gracias a un algoritmo conocido como *Scale-Invariant Feature Transform* o también como *SIFT* (McCarthy 2014).

En este paso comprobaremos si la selección de imágenes ha sido la correcta ya que nos aparecerán vacías aquellas zonas donde no hayamos capturado imágenes. Además, como nuestras imágenes no han sido recortadas previamente, en ellas aparecen otros elementos que forman parte del ambiente de la figura y que consecuentemente, también estarán representados en esta nube. Por lo tanto, debemos seleccionar todos aquellos puntos que no pertenezcan a la concha y que denominaremos ruido ambiental.

Una vez tenemos la nube de puntos de nuestra concha limpia, generaremos una nube de puntos densa en calidad *Ultra high*.

Como penúltima tarea en nuestro flujo de trabajo con el software *Photoscan* calcularemos malla o *mesh*, que al igual que en el anterior proceso conllevará bastante tiempo. Esta malla consiste básicamente en generar una red de triángulos irregulares (*Triangle Irregular Network -TIN*) a partir de los puntos ya obtenidos, teniendo como resultado un objeto con mayor resolución cuanto mayor sea el número de triángulos. En nuestro caso, obtenemos un objeto con 773.710 caras y 386.940 vértices.

Finalmente, como colofón al flujo de trabajo, generaremos la textura del modelo tridimensional que aportará un carácter fotorrealista a la concha.

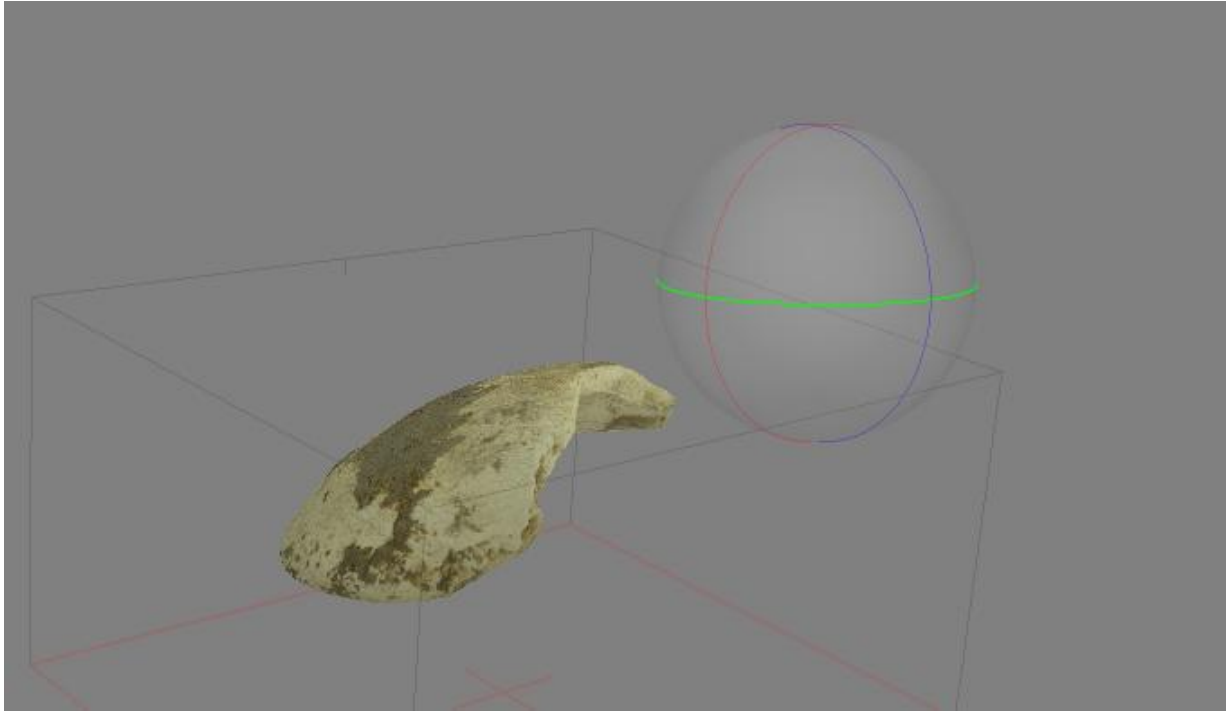


Fig. 7- Modelo 3D de la pieza.

El hecho de que tanto las texturas como la malla, se puedan realizar en el software *Photoscan* supone un ahorro de trabajo y simplificación de los flujos de trabajo, ya que el texturizado del modelo cabe la posibilidad de realizarlo en otras plataformas de software complicando sobremanera el flujo de trabajo y requiriendo el aprendizaje de diversos paquetes de software para los diferentes procesos del flujo de trabajo aquí delineado.

Tras el proceso de toma de muestras para la realización de las pruebas analíticas, se procedió a realizar otra toma de fotografías, para la realización de un nuevo modelo tridimensional, de esa manera se puede comparar a simple vista los cambios sufridos en la pieza a lo largo de todo el proceso.

Para la realización del flujo de trabajo nos vimos obligados a la realización de un *stitching* de imágenes, para conseguir una imagen panorámica de la muestra. Esta técnica versa en la toma de instantáneas en alta resolución, por lo que tuvimos que usar un microscopio Nikon SMZ-800 a 50 aumentos. Se realizaron una serie de instantáneas y se unieron mediante *stitching* consiguiendo una imagen panorámica ampliada de alta resolución. Dentro de la misma se tuvieron que realizar una serie de pasos, los cuales detallaremos a continuación:

En primer lugar, se procedió a la calibración de la imagen, por la cual se corregían la perspectiva y el viñeteado de la misma.

A continuación del mismo, se procedió a la transformación de la imagen, es decir, a corregir la distancia focal y si fuera necesario a rota alguna instantánea, hasta conseguir los grados deseados.

Por último, y gracias al programa Nikon se procedió a la composición de la imagen panorámica totalmente remasterizada.

5.2. Caracterización físico-química.

Una vez documentada satisfactoriamente la *Glycemeris bimaculata* de la Cueva de los Casares y determinada la estrategia a seguir en el muestreo a través del análisis de la fase de documentación gráfica, procederemos a caracterizar de forma no destructiva o microinvasiva las diferentes áreas y puntos seleccionados.

Para la caracterización físico-química haremos uso de las siguientes técnicas analíticas: Microscopía electrónica de Barrido (FEG-SEM-EDX), Difracción de rayos X (XRD), espectroscopia Raman y Cromatografía de Gases (GC-MS).

Con el uso combinado de estas técnicas pretendemos determinar, **primero**, la existencia o no de restos de materia orgánica conservados y en concreto se pretende, a través de GC-MS, determinar el tipo y el origen (animal/vegetal) de los ácidos grasos adherido a la superficie interna de la valva; **segundo**, mediante XRD se pretende caracterizar la estructura molecular de la concha y las costras documentadas en ambas caras de la concha; **tercero**, haciendo uso de la espectroscopia Raman y el FEG-SEM-EDX pretendemos caracterizar molecular y composicionalmente los restos de lo que *a priori* parecen restos de pigmentos; y **cuarto**, el análisis combinado de la espectroscopia Raman y FEG-SEM nos proporcionará un mapeado de las diferentes costras, adherencias y ‘pigmentos’, asumiendo que sí lo sean de la valva de *Glycemeris bimaculata*, configurando de esta forma, un palimpsesto de la biografía de esta valva y reconstruyendo así las diferentes funciones que pudiera haber tenido a lo largo de su historia. De tal forma que podremos refutar o confirmar la hipótesis de partida, su uso como lámpara durante el Paleolítico.

5.2.1. Difracción de rayos X

A finales del siglo XIX, exactamente en el año 1895, se descubrían los Rayos X por el físico alemán Wihelm Röntgen, el cual realizó la primera radiografía: la mano de su mujer. Desde

entonces dicha técnica ha servido en la medicina para investigar el cuerpo humano y encontrar enfermedades tanto óseas como pulmonares, aunque en menor medida podemos encontrar su uso también para el estudio del cerebro o los músculos. La difracción de rayos X es un fenómeno que consiste en la dispersión de las ondas (rayos X) cuando interactúan con un objeto ordenado (materiales cristalinos). Los rayos X tienen longitudes de onda similares a las distancias interatómicas en los materiales cristalinos, por lo que podemos utilizar la difracción de rayos X como método para explorar la naturaleza de la estructura molecular y de este modo determinar la composición de los mismos (Fernández Ruíz, 2009).

Para dicho análisis introducimos nuestra *Glycemeris* en un difractómetro de Rayos X, por el anverso y el reverso. El equipo utilizado es un Panalitical X'Pert Pro equipado con un goniómetro de θ/θ , usando radiación Cu K $_{\alpha}$ a 40 kV, 40 mA y un filtro secundario K $_{\beta}$ con una adquisición de datos un detector X'Celerator (matriz de 128 detectores). Para que el análisis sea no destructivo se hace uso de unos espejos parabólicos y de un haz incidente paralelo. Se barrió el intervalo 2θ de 20° a 80° (Aballe, M; López Ruiz, J; Badia, J.M; Adeva, P, 1996).

5.2.2. Espectroscopia Raman

La espectroscopia Raman es una técnica usada fundamentalmente en Química y Física para estudiar las estructuras utilizando una baja frecuencia. Para ello se basa en la dispersión inelástica de una luz monocromática usando un láser visible (785 nm) y éste interactuará con los fotones de las muestras, dando una imagen. Por tanto, dicha técnica es utilizada para caracterizar los posibles minerales que componen las anomalías cromáticas detectadas (pigmentos) y si estas anomalías estaban intencionalmente aplicadas a la valva mediante algún tipo de aglutinante orgánico.

Se utilizó un espectrómetro Horiba HR 800UV utilizando un láser rojo con longitud de onda de 785 nm.

La espectroscopia Raman es una técnica de dispersión. En ella se mide la intensidad y frecuencia de los fotones dispersados en el material, al ser irradiado con una luz monocromática de alta intensidad. La espectrometría Raman investiga modos de vibración fundamentales, siendo un método de extraordinaria selectividad molecular.

El proceso de dispersión Raman se puede ilustrar en tres pasos. En el primero un electrón es excitado de la banda de valencia a la conducción mediante la absorción de un fotón, este electrón es dispersado emitiendo un fotón y por último, el electrón se relaja a la banda de valencia emitiendo un fotón. Para que se exhiba el efecto Raman en una molécula tiene que

haber una variación de polarizabilidad. La cantidad de ese desplazamiento de polarizabilidad determinará la intensidad de la dispersión Raman.

5.2.3. Espectroscopia de Dispersión de Energía de rayos X (FEG-SEM-EDX)

La espectrometría de energía dispersiva nos informa de la composición química de las partículas, y se determina irradiando la muestra con un haz de electrones que generan rayos X, los cuales son detectados por el equipo. El espectro EDX muestra los fotones emitidos por la muestra en un determinado periodo y permite identificar y cuantificar los diferentes elementos presentes en el material.

Para la caracterización elemental se empleó un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo Hitachi S-4800 con el fin de realizar un estudio de espectroscopia dispersiva de rayos X (EDX).

5.2.4. Espectroscopia infrarroja

El fundamento de la espectroscopia de infrarrojo se basa en la absorción de los fotones de la radiación infrarroja mediante los enlaces de una molécula pasando estos a niveles vibracionales superiores. Cada tipo de enlace absorbe una cierta radiación a una frecuencia diferente, lo que permite determinar qué tipo de grupo funcional posee la molécula. FTIR posee una excelente selectividad molecular; para mediciones por transmisión se prepararon pastillas con bromuro de potasio.

Para la realización de la prueba analítica se utilizó un espectrómetro de infrarrojo Fourier FT-IR Nicolet™ iSTMS, estando las pastillas realizadas con KBr.

5.2.5. Cromatografía de Gases con detección mediante Espectroscopia de Masas (GC-MS)

La cromatografía es una técnica iniciada en el año 1903 por el científico ruso, Mijaíl Tsvet, y con el tiempo fue evolucionando hasta que, en el año 1947, se consiguió volatilizar una muestra e inyectarla en una columna de cromatografía (Perona, Ruiz-Gutiérrez, y Barrón 1999).

La cromatografía de gases es una técnica que se utiliza para obtener información sobre los componentes orgánicos que pueda tener una muestra, llegando a poder determinar si estos proceden de grasas animales o grasas vegetales. Para ello hay que volatilizar la muestra e inyectarla en una columna, en la cual los diversos componentes de la columna y la muestra irán interactuando, apareciendo en el cromatograma una serie de picos que son característicos de los diferentes compuestos químicos que componen el analito. Para la realización de la prueba se procedió a inyectar la muestra en un ScienNovo LT-GC122, con una columna de fase normal o reversa, la cual está compuesta de octadecilsilano en un empaquetamiento de sílice.

Para terminar con las pruebas realizadas a nuestra pieza vimos oportuno realizar una cromatografía para definir si era posible el tipo de ácidos grasos que pudiera quedar en el interior de nuestro objeto de estudio. Para comenzar deberemos decir que hasta el día de hoy dicha técnica apenas se había usado con dichos fines debido al gran coste que tiene la realización de la prueba, como al peligro que conlleva preparar la muestra para su estudio, pues dentro de todas las tomas de muestras recogidas sobre dicha pieza, sería esta la más invasiva.

5.3. Preparación de las muestras

En el estudio de las piezas arqueológicas es necesario en muchas ocasiones interactuar con estas e incluso, llegado el momento realizar pequeñas extracciones, microinvasivas, para poder realizar pruebas analíticas y poder determinar las composiciones o datar las propias piezas. En el caso de la *Glycymeris bimaculata* han sido pocas las actuaciones microinvasivas que se han realizado.

Para el análisis por XRD no fue necesaria la toma de muestra, pues solo fue preciso ir cambiando la posición de la misma en el equipo.

Sin embargo, para la espectrometría Raman, fue necesario realizar un raspado del interior de la pieza, que se realizó mediante una hoja de bisturí, la cual se fue pasando por varias partes de

ésta, incidiendo en las costras, por un lado, además de recoger una pequeña proporción de parte blanca, para de esa manera confirmar la composición química de la muestra, además de intentar obtener mayor información de la misma. Tras la obtención de la muestra, esta fue molida con la ayuda de un mortero de para que de esa manera la muestra tuviera un tamaño de partícula homogéneo y fuera más fácil la medición en el equipo.

Para la prueba del FEG-SEM-EDX fue necesaria la extracción de una pequeña lasca de la costra exterior de la valva, por ello, mediante la ayuda de un bisturí, se hizo saltar una pequeña pieza de la costra de color rojizo que encontramos en la *Glycemeris bimaculata*. La muestra no hubo de ser manipulada, es decir, que no fue necesario molturarla para el análisis.

La prueba más invasiva sin duda sería la Cromatografía, pues esta versa su estudio en la realización de una disolución. De esa manera y dejándonos aconsejar por los expertos en la materia, se decidió realizar un lavado a conciencia del interior de la valva, sin que quedarán restos que pudieran incidir a falsos negativos más adelante. Así se decidió hacer una disolución con cloroformo e hidróxido de sodio para lavar el interior de la concha, haciendo especial hincapié en las costras que había. Para que no se encontraran falsos positivos durante la realización de la prueba, se eligió realizar las pasadas con una torunda de fibra de vidrio, la cual no da posibilidad a encontrar falsos positivos de ácidos vegetales, a diferencia de una torunda realizada con algodón, la cual si puede dar en algunas ocasiones falsos positivos. A continuación, se procedió a realizar una serie de pasadas con dicha torunda, la cual se iba lavando para depositar los restos en un tubo de ensayo. Tras unas veinte o treinta pasadas, la muestra estaba preparada, dejando el interior de la pieza algo más limpio de cómo se nos entregó, de ahí que fuera la técnica más invasiva, aunque por otro lado sería posiblemente la que más información proporcionara a la larga.



Fig. 8- Interior *Glycemeris bimaculata* tras realización de toma de muestras.



Fig. 9- Exterior *Glycemeris bimaculata* tras toma de muestras.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Una vez realizadas las pruebas, y obtenidos los resultados experimentales, afrontaremos su estudio y discusión, con el fin de poder corroborar o rechazar la hipótesis de trabajo establecida al principio.

Centrándonos en primer lugar en la documentación gráfica, gracias al estudio en profundidad de la muestra y a las diversas ampliaciones obtenidas gracias a la técnica conocida como macrofotografías, se consiguió una imagen clara sobre las diferentes zonas en las debíamos hacer más hincapié para la extracción de las muestras.

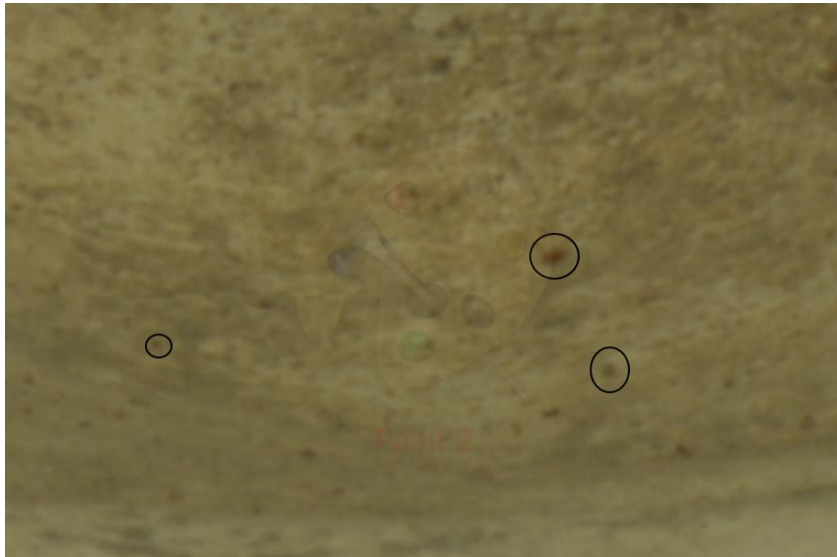


Fig. 10- Macrofotografía de la capa interior de la valva, en la cual se observan restos.

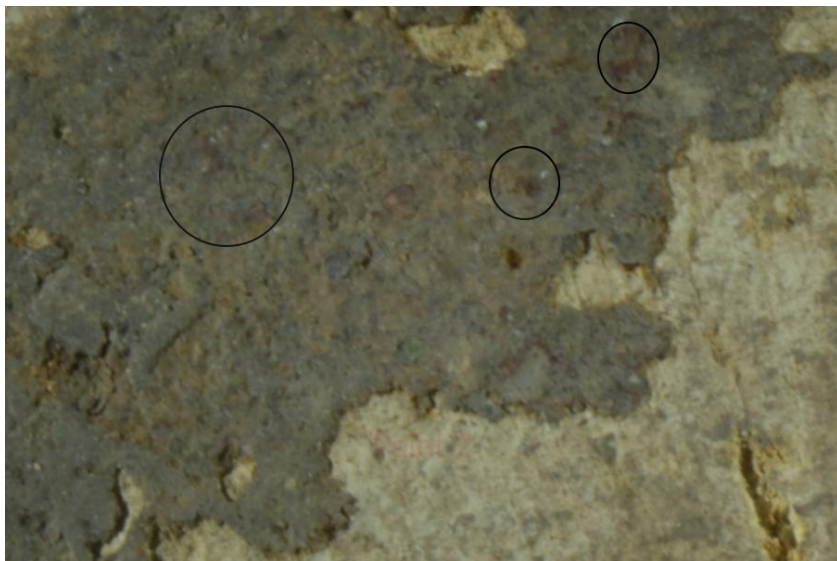


Fig. 11- Macrofotografía del exterior de la concha.

Una vez realizada la XRD sobre la costra interior y exterior de la *Glycemeris bimaculata*, procedemos al estudio de los resultados. La lectura de estos nos permitió conocer los componentes minerales que se encontraban en ésta, siendo el compuesto principal el aragonito. Una vez realizada la prueba sobre las diversas costras, encontramos además otra serie de componentes como fue el hydroxyapatito (HAP), la dolomita y la goethita.

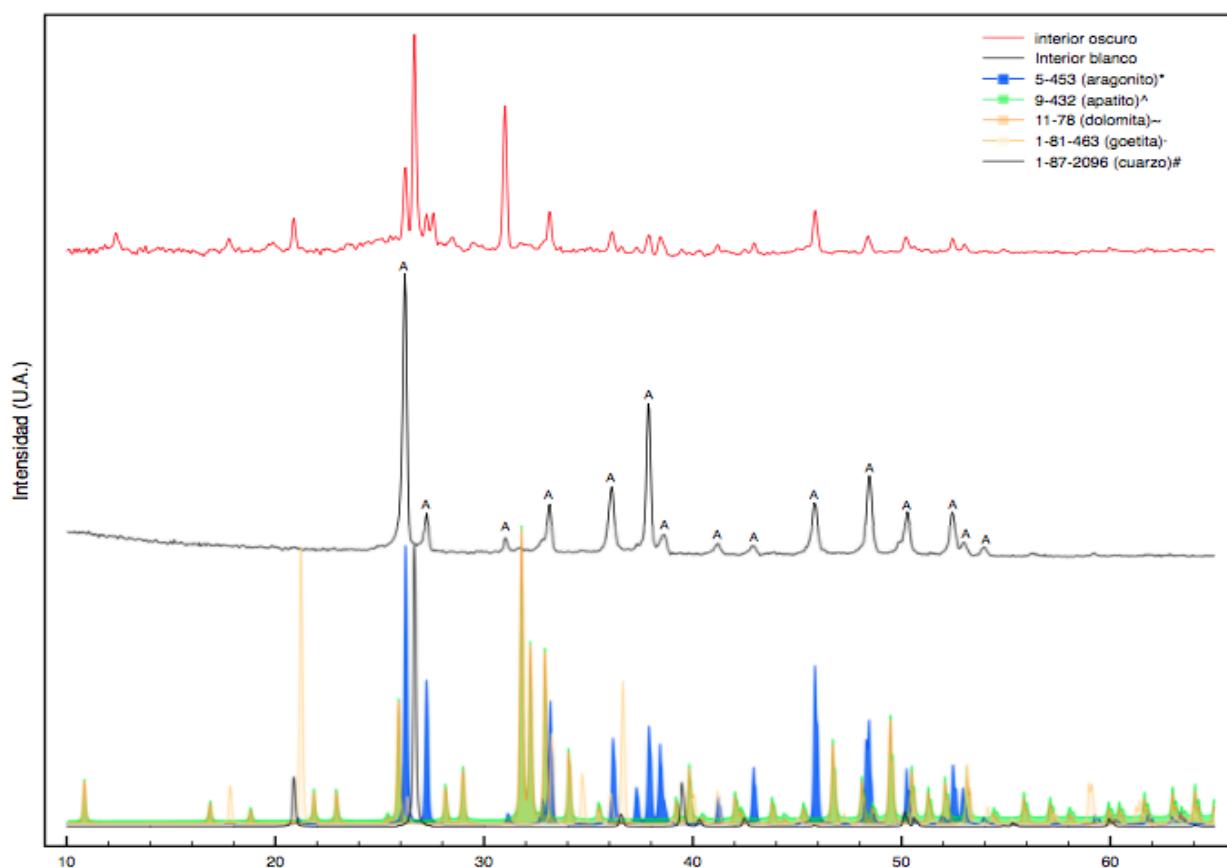


Fig. 12- Gráfica XRD en donde observamos Aragonito, dolomita, HAP, apatito y cuarzo.

La aparición de HAP (hueso) en la muestra, refleja la posibilidad de que fuera parte de una preparación de pigmentos, aunque al tener un tamaño tan reducido el cristal, no se puede descartar que estos provengan de una recristalización de los fosfatos, sobre todo si observamos el triplete característico del hueso a $30^\circ 2\theta$.

Si nos detenemos en los picos obtenidos de goethita (FeOOH), deberemos decir que es un mineral muy relacionado con el arte parietal. Es un pigmento natural muy usado en el Paleolítico Superior, espacio temporal al cual creemos que pertenece nuestra pieza. No obstante, somos conscientes que el hierro, es un componente mineral que se encuentra en las conchas y no podemos descartar esto, debido a que los picos que encontramos en las gráficas no son muy intensos y aparecen como una fase secundaria.

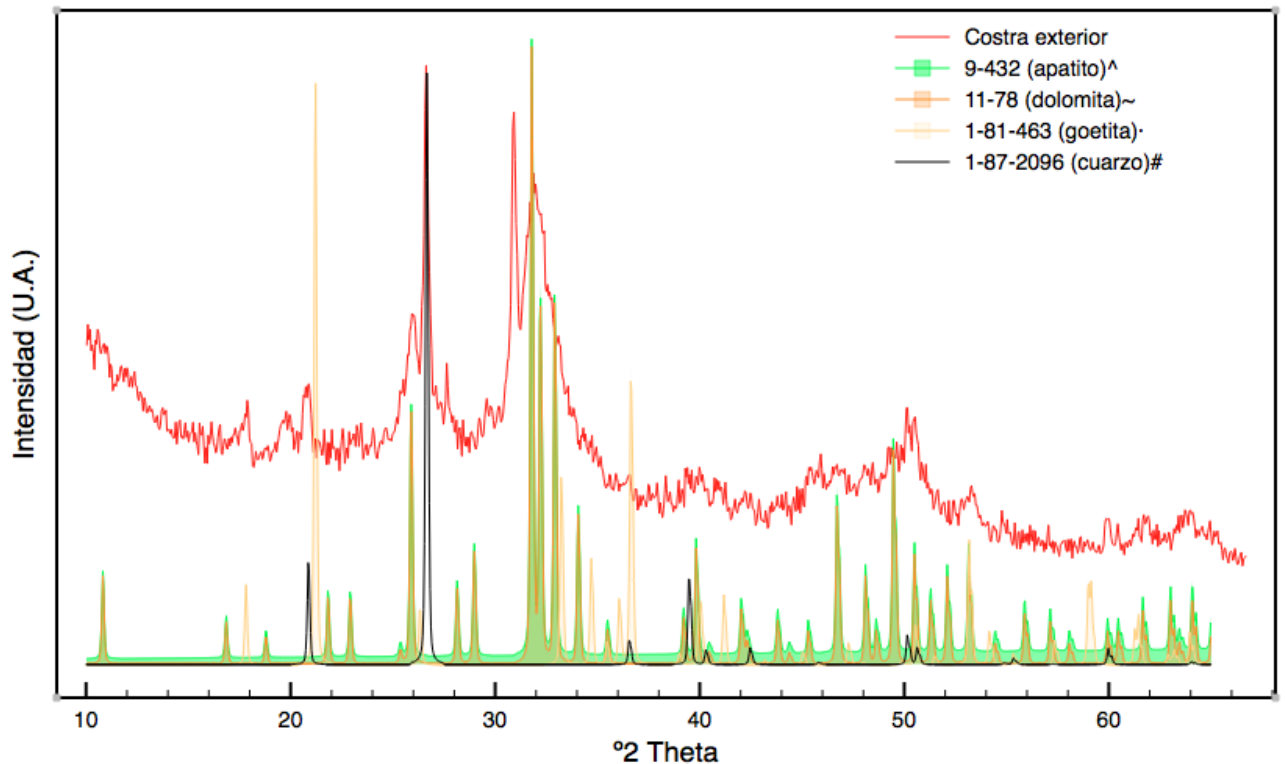


Fig. 13- XRD de la parte exterior de la concha, donde encontraremos restos óseos y óxido de hierro.

La dolomita, es una carbonatación postdeposicional, es decir, son deposiciones que han ido adhiriendo a la superficie de nuestra pieza mediante procesos postdeposicionales. Si se realizase una toma de muestras para el C14, conseguiríamos obtener la fecha de la deposición, debido a que el aragonito fósil no posee C14, de esa manera se podría calcular cuando dejó de usarse la *Glycemeris bimaculata*.

Debido a dichos resultados se procedió a realizar la espectroscopia Raman, en este caso, la muestra una vez triturada se colocó sobre un portaobjetos y se introdujo en el equipo para que el haz de luz incidiera sobre esta. A continuación, tras hacerle incidir las diferentes frecuencias de las luces, se procedió al estudio de las gráficas, haciendo hincapié en los diferentes picos que aparecieron en la muestra, a través de una serie de blancos que hay en la base de datos, se debe de ir comprobando uno a uno todos estos para de esa manera ir localizando las diferentes composiciones de la muestra.

La espectroscopia de Raman dejaba una imagen con bastante ruido de la muestra, esto hizo que en un primer momento no se apreciara nada, salvo la aparición de aragonito, mineral del que está compuesta la concha, además de la presencia de dolomita. Del mismo modo se apreciaban algunos restos de una posible combustión, aunque no había fiabilidad como para poder reflejarlo en la gráfica. Estudios posteriores sobre la misma, han puesto al descubierto unos

picos de HAP, lo cual corrobora de nuevo el hallazgo de hueso, otro de los elementos fundamentales de nuestra *Glycemeris bimaculata*.

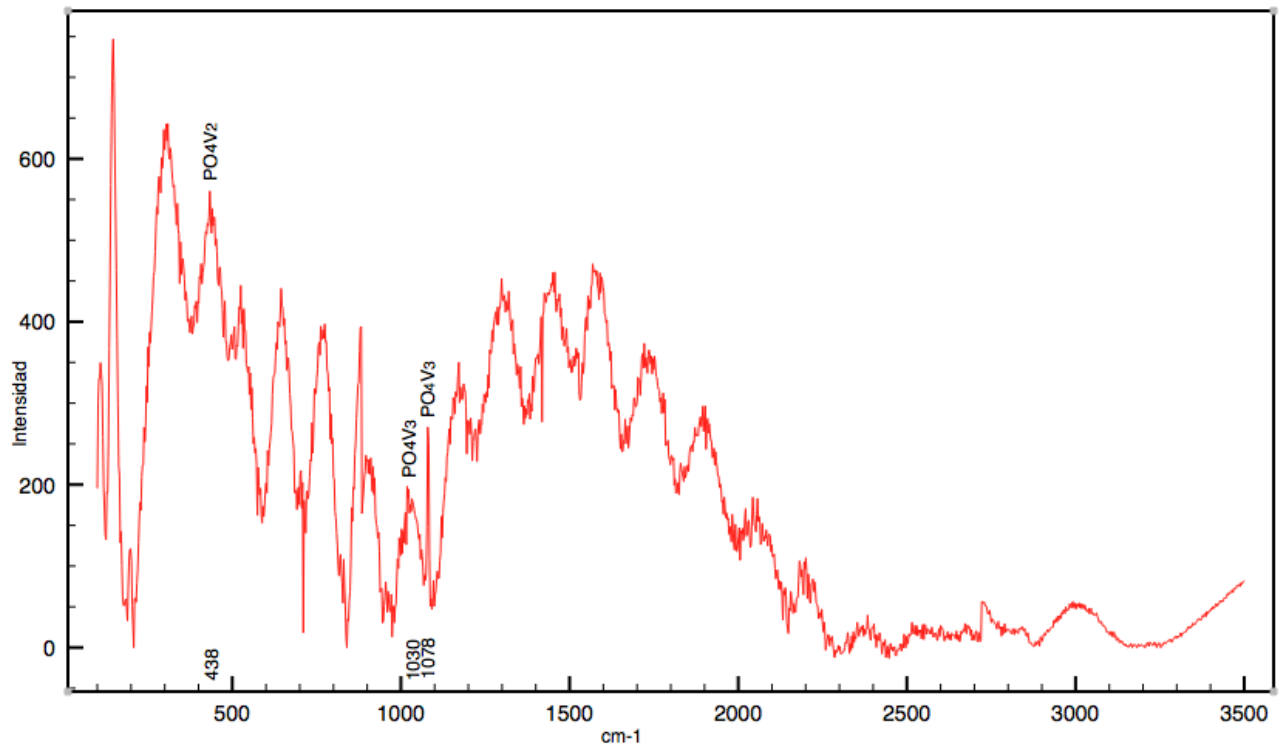


Fig. 14- Gráfica de la espectroscopia Raman, en la cual se encontraron picos de HAP.

Siguiendo con los resultados analíticos y comprobando que no había forma de localizar ningún resto orgánico en el interior de la muestra, se optó por realizar un EDX, para obtener la composición química de la muestra. Se realizaría un análisis del interior de la valva y otro del exterior de esta, para corroborar la presencia de óxido de hierro y de restos óseos localizada mediante la prueba de rayos X. Como resultado de dicha prueba encontraremos la aparición de una serie de picos, como fueron el aragonito, la goethita, HAP y la dolomita.

De esa manera confirmábamos la composición esencial de la valva, la cual estaba formada de aragonito y superpuestas a este mineral, encontraremos capas de dolomita, debido a las deposiciones sedimentarias de carácter postdeposicional. Los restos óseos y de óxido de hierro que se presentaban tanto en el interior como en el exterior de estas, ello nos abría la posibilidad de pensar que, en algún momento de su uso, dicha pieza hubiera estado decorada, siendo una de las primeras muestras de arte complejo en el mundo neandertal.

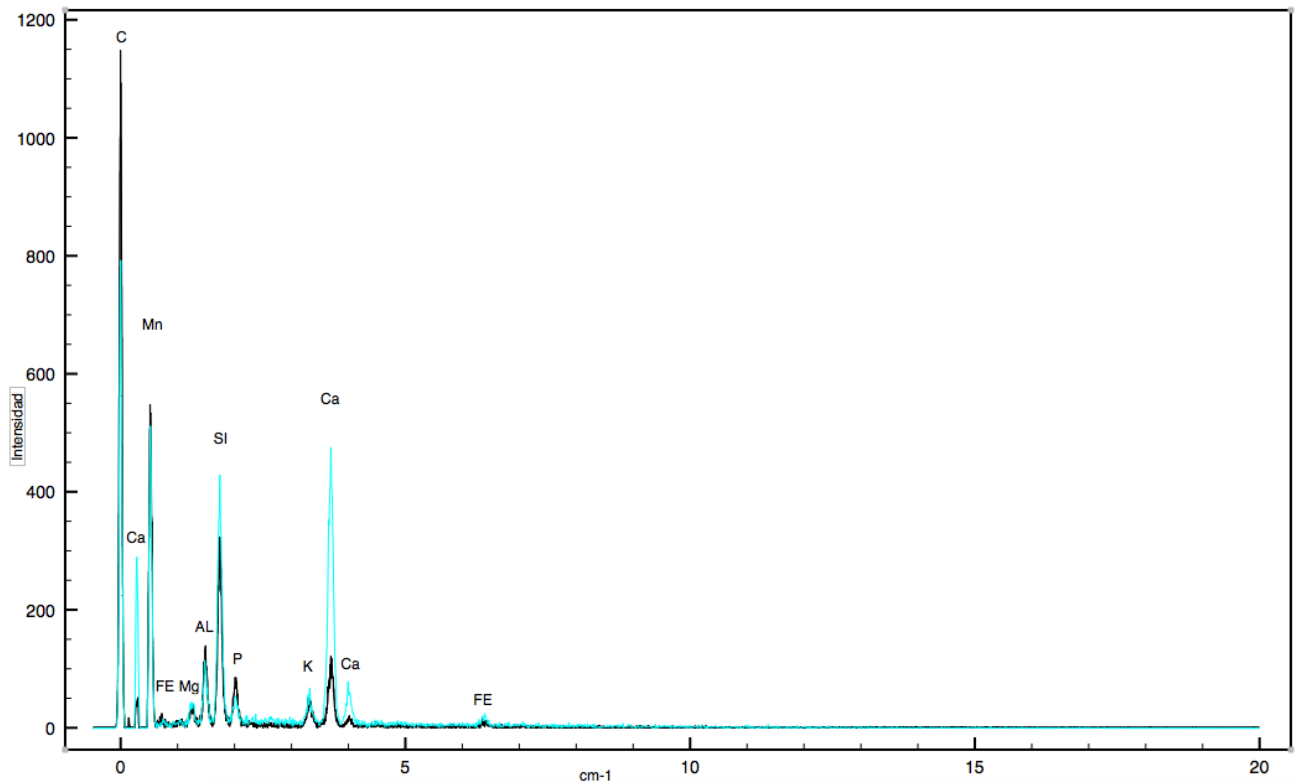


Fig. 15- Gráficas EDX con los puntos de óxido de hierro y restos óseos. Costra interna (azul) y externa (negro),

Igualmente se procedió a la realización de un estudio por espectroscopia infrarroja (IR) cuyos resultados nos clarificaron la composición de la valva, que estaba constituida de aragonito como componente fundamental de la muestra, y de dolomita. Del mismo modo se detectaron picos correspondientes a restos óseos (HAP) y de pigmentos en el interior de la muestra. Del mismo modo y tras el estudio de un estudio llevado a cabo sobre los restos de las perlas, se encontraron unas bandas relacionadas con la amida proteínica, entre $1630-1660\text{ cm}^{-1}$, es decir, se hallaba la primera señal de restos orgánicos en la pieza (Penel et al. 1997). Esto nos dejaba un amplio abanico por el cual continuar nuestra investigación, pues la corroboración en todas las técnicas analíticas de una serie de compuestos y/o elementos como estos, podían sacar a la luz otros usos que hubiera tenido nuestra pieza a lo largo del tiempo.

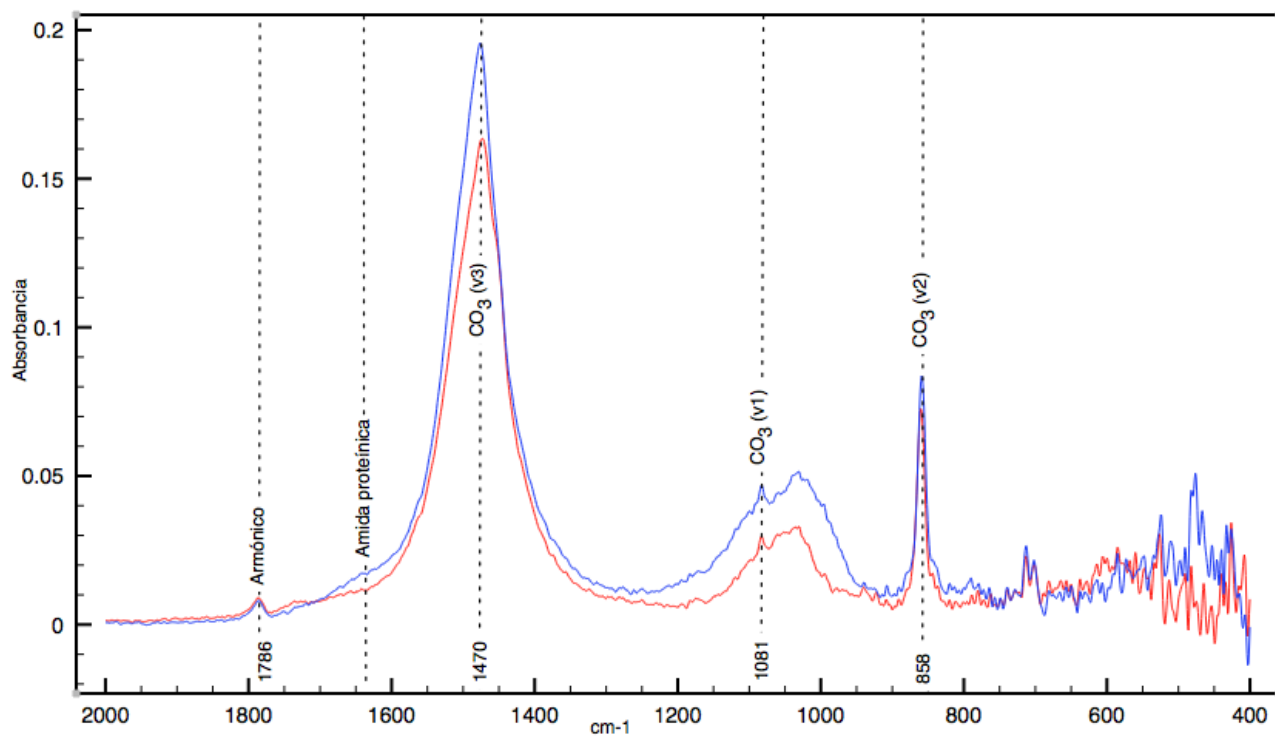


Fig. 16- Gráfica de IR, la cara interna en azul y la externa en rojo.

Por último y para esclarecer si había presencia de restos orgánicos en el interior de la pieza, se decidió realizar una cromatografía de gases (GC), la única que podía esclarecer, si en el interior de esta podía haber restos orgánicos y si los había, determinar si eran de procedencia animal o vegetal. Una vez extraído el aceite se estudió su perfil lipídico mediante GC utilizando nuestro método. Este mostró la presencia de ceras, hidrocarburos, ácidos grasos libres y combinados con glicerol: monoglicéridos, diglicéridos, y sorprendentemente (si hace décadas que no se ha utilizado la concha) triglicéridos. Centrándonos en estos últimos determinamos el perfil de triglicéridos de acuerdo con sus restos ácidos sustituyentes: oleico (O), palmítico (P) linoleico (L) y esteárico (E). Los más abundantes son: OOO (31,89%), POO (24,96%), OOL (9,14%), POL (8,19%), POP (5,58%), EOL (4,67%) y EOO (4,09%).

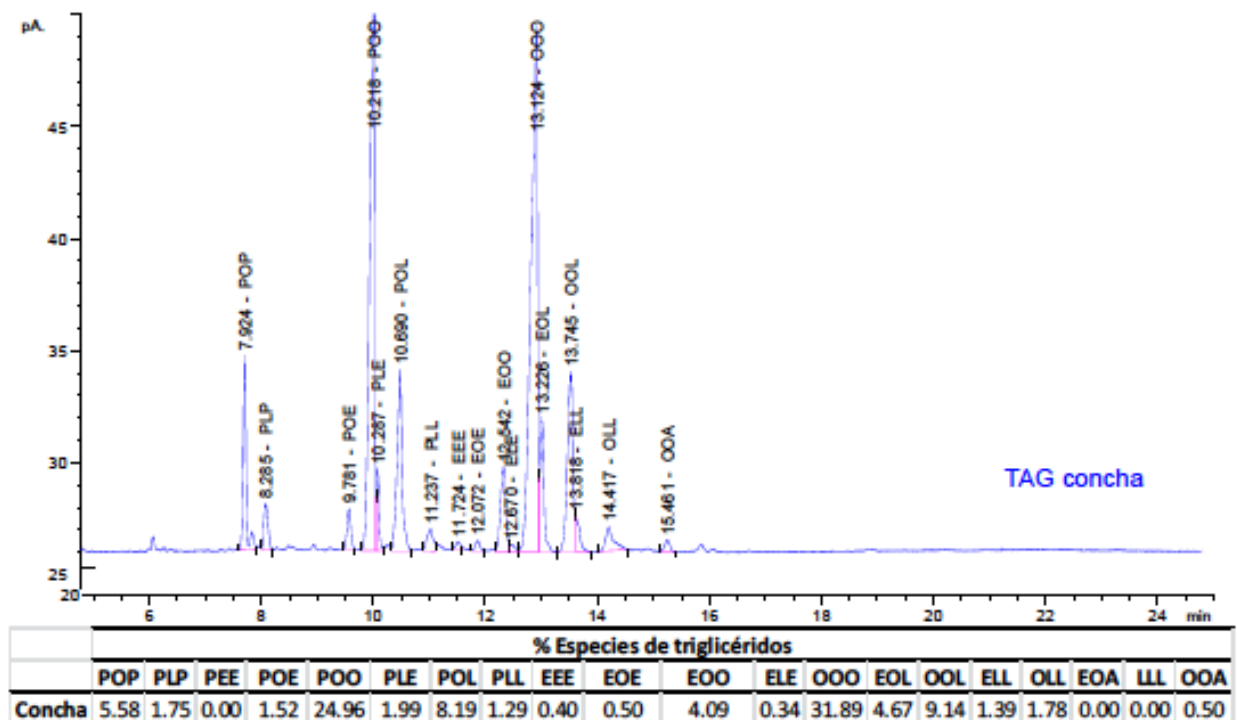


Fig. 17- Cromatografía de gases. Ácidos grasos encontrados en el interior de la concha (%).

A su vez, se obtuvieron los ésteres metílicos de la muestra y del control. La composición de ácidos grasos obtenida cuadra con las especies de triglicéridos determinadas, mostrando que el aceite está compuesto principalmente por oleico (63,57%), palmítico (14,85%), linoleico (8,15%) y esteárico (6,59%). La baja presencia de ácidos grasos saturados de longitud inferior a 16 átomos de carbono parece indicar el origen vegetal del aceite. Por tanto, dicho análisis por fin nos mostraba el elemento que veníamos buscando, las grasas, aunque para nuestra sorpresa era de origen vegetal. Los picos más altos encontrados parecen indicar la posibilidad de que la valva en algún momento de la historia haya contenido aceites procedentes de la oliva u acebuchinas, pudiendo pertenecer concretamente a esta última, si nos centramos en el marco temporal en el cual nos movemos.

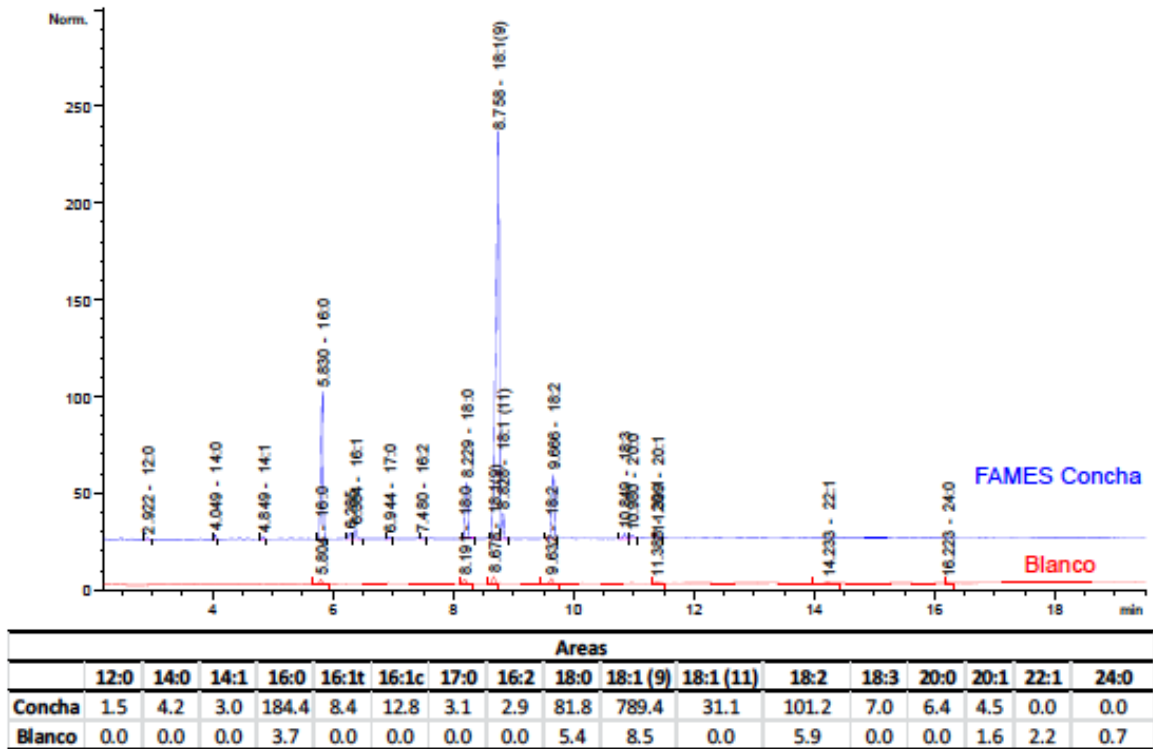


Fig. 18- Cromatografía de gases. Gráfica correspondiente al blanco y control de los ésteres metílicos.

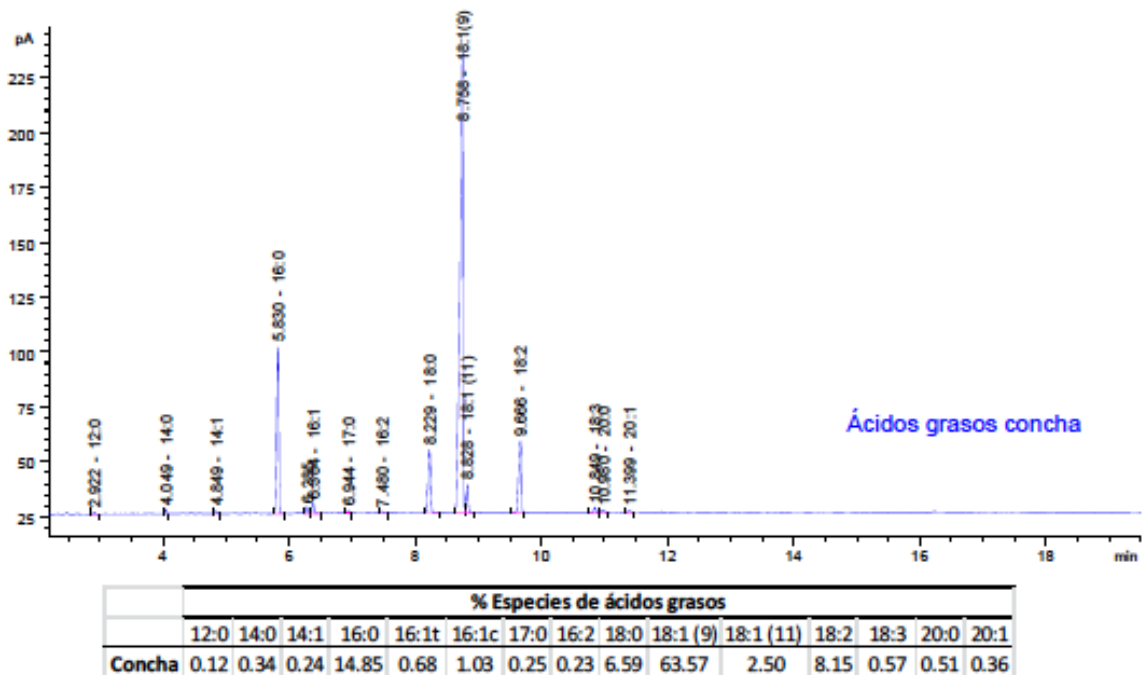


Fig. 19- Cromatografía de gases. Ácidos grasos del interior de la concha.

Tras el hallazgo de restos de ácidos grasos vegetales, la hipótesis de partida parece quedar confirmada, pues el haber encontrado restos de aceites aunque fueran vegetales, podía hacernos pensar que fue usado para ello, teniendo en cuenta además la localización de la pieza, pues en la cueva de los Casares hay una fuerte presencia del arte parietal, y siguiendo las teorías anteriormente mencionadas por Manuel Alcaraz-Castaño, Sophie de Beaune o Rodrigo Balbín, la relación de las lámparas paleolíticas se encuentra muy ligada al arte rupestre. Del mismo modo se conoce el uso del aceite de oliva y acebuchina a lo largo del tiempo como principal combustible de las lámparas, como se encuentra documentado a lo largo de todo el Imperio romano, sobre todo en la frontera, en donde las legiones estaban apostadas (Darío Bernal 2016).

7. CONCLUSIONES

1. Los datos procedentes de las diferentes analíticas realizadas sobre nuestra *Glycemeris bimaculata* ponen de manifiesto que se trata de una valva fósil utilizada durante el periodo musteriense.
2. Tras el estudio de los resultados obtenidos por la Cromatografía de gases (GC-MS) y mediante algunas respuestas encontradas mediante los análisis realizados podemos confirmar su uso como lámpara de aceite durante dicha época, debido a los restos de ácidos grasos vegetales encontrados en el interior junto con posibles restos de combustión. Del mismo modo podemos apuntar que las mechas posiblemente bascularan hacia los laterales, siendo su lugar de apoyo las partes grisáceas del interior de la valva, pues este color es propio de haber sufrido altas temperaturas. Esto además queda corroborado debido a la aparición de hueso, el cual, al ser calentado a niveles bajos de temperatura, tiende a obtener un color grisáceo.
3. Tras el estudio de los resultados procedentes de la Difracción de rayos X (XRD) y de la Espectroscopia de difracción de rayos X (EDX), cabe la posibilidad que la pieza hubiera estado decorada en su tiempo, sobre todo por el hallazgo de una capa de pigmentación (roja) en el reverso de la valva.
4. Igualmente, estos restos se encontraron en menor medida en el interior de la misma, por lo cual se pudo también emplear esta como un recipiente para la preparación de las pinturas para el arte parietal, sobre todo si tenemos en cuenta que, en la cueva de los Casares hay muestras de dicho arte. Igualmente encontramos algunos ejemplos en otras partes de la península, como en la cueva de Llonín (Asturias), donde objetos semejantes, fueron utilizados para dicho fin (Marco de la Rasilla et al 2010).
5. La *Glycemeris bimaculata* pudo haber sido un recipiente para algún ritual mágico-religioso de aquellas sociedades, debido a los resultados obtenidos tanto por el EDX como por la XRD donde se encontraron restos de pigmentos (óxidos de hierro), unidos a los resultados de la GC-MS, por el cual salió a la luz que había restos de aceites vegetales. Teniendo en cuenta que pudo haber estado decorada, se puede llegar a la idea que contenía algún tipo de ungüento que pudo ser usado como elemento ritual, así podemos irnos a la época arcaica griega en la cual era normal el uso del aceite de oliva con fines rituales o médicos, por los cuales se añadían algunas hierbas aromáticas creando diversos ungüentos (Jean-Pierre Brun 2011-2012). A día de hoy es imposible

profundizar en dicha teoría y habría por tanto que realizar una serie de pruebas como la del C-14 para seguir ampliando dicha teoría.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Aballe, M., López Ruiz, J., Badia, J.M., Adeva, P. (1996). Microscopia electrónica de barrido y microanálisis por rayos X. Eds. CSIC. Rueda, Madrid.
- Alcaraz-Castaño, M. et al. (2015). Regreso a la cueva de los Casares (Guadalajara). Un nuevo proyecto de investigación para el yacimiento del seno A. Universidad de Alcalá.
- Alexander, L.E., Klug, L.E. (1974) X-ray diffraction procedures. Ed. John Wiley & Sons, New York.
- Álvarez, A., Mingo, J. y García Valero, M. A. (2014). El yacimiento prehistórico de Los Casares (Riba Saelices, Guadalajara): revisión del material lítico y cerámico depositado en el Museo Arqueológico Nacional y sus implicaciones cronoculturales. *Quad. Preh Arq. Cast.* 32.
- Balbín Behrmann, R. y Alcolea González, J. J. (1994). Arte Paleolítico de la Meseta Española. Universidad de Alcalá de Henares, Madrid.
- Barandiarán, I. (1973) La Cueva de los Casares (en Riba Saelices, Guadalajara). Ed. Ministerio de Educación y Ciencia, Madrid.
- Beaune, S. A. (1987). Paleolithic lamps and their specialization: a hypothesis. *Current Anthropology* 28, 569-577.
- Beaune, S. A. (2009). *Chasseurs-cueilleurs*. Ed. Biblis, Paris.
- Beaune, S. A., Coolidge, F.L. y Wynn, T. (2009). *Cognitive Archaeology and Human Evolution*. Ed. Cambridge, Inglaterra.
- Blanco Fuentes, L. A. y Sauci Camacho, M. (2015). Proyecto de Modelado 3D: el caso de un adorno de marfil del yacimiento de la Pijotilla, Badajóz. Universidad de Sevilla.
- Bourrat, X., Li O., QingLing F., et al. (2012). Origin of Growth Defects in Pearl. *Materials Characterization* 72, 94-103.
- Brun, J. P. (2015). Los usos antiguos de los productos de la viña y el olivo y sus implicaciones arqueológicas. *Anales de Prehistoria y Arqueología* 19-35.
- Cortés Sánchez, M. et al, (2016). La Caverna iluminada: una singular lámpara gravetiense arroja luz sobre el arte parietal de la cueva de la Pileta (Benaoján, Málaga). *Trabajos de prehistoria*.
- Cullity, B. (1978). *Elements of X-ray diffraction*. Ed. Assison-Wesley Publ.Co, London.
- de Balbín Behrmann, R. y Alcolea González, J. J. (1992). *La grotte de los Casares et l'art paléolithique de la meseta espagnole*. Universidad de Alcalá de Henares, Madrid.

- de la Rasilla, M. et al. (2010). Licnología paleolítica: las lámparas de las cuevas de Llonín y el Covarón (Asturias). Universidad de Oviedo, Oviedo.
- Ferraro, J.R., Nakamoto, K. (1994). *Introductory Raman Spectroscopy* (1ª Edn). Academic Press.
- Lozano-Francisco, M. C. y Vera-Páez, J. L. (2017). *Malacofauna de los Casares* (Guadalajara, España). Gaia Museum S.L. Bilitón, Málaga.
- McCarthy, J. (2014). Multi-image photogrammetry as a practical tool for cultural heritage survey and community engagement. *Journal of Archaeological Science* 43, 175-185.
- Nakamoto, K. (1978). *Infrared and Raman Spectra of inorganic and Coordination Compounds* (3ª Edn). John Wiley and Sons.
- Odriozola, C. y Hurtado Pérez, V.M. (2007). The Manufacturing Process of 3rd Millenium BC Bone Based Incrusted Pottery Decoration from the Middle Guadiana River Basin (Badajoz, Spain). *Journal of Archaeological Science* 34, 1794-1903.
- Odriozola, C. y Martínez-Blanes, J. (2007). Estimate of firing temperatures through bone-bases chalcolithic decorated pottery. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 87, 135-141.
- Penel, G., Leroy, G, Rey, C. Sombret, B., Huvenne, J.P. y Bres, E. (1997). Infrared and Raman microspectrometry study of fluor-fluor-hydroxy and hydroxy-apatite powders. *Journal of Materials Science; Materials in Medicine* 8, 271-276.
- Pérez, J. L., Murillo, R., Gómez, R. (1996). *Espectroscopías infrarroja y Raman*. Sala O. Capítulo 1: Fundamentos de espectroscopía Raman. *Fudam. Da espectroscopía Raman e no Infarvermelho* 10-34.
- Perona, J. S., Ruiz-Gutiérrez, V. y Barrón, L. JR (1999). High-performance liquid chromatography in the separation of triglycerides from complex animal fats. *Grasas y Aceites* 50, 298-311.
- Romanillo, A. M. y González Morales, M. R. (1988). El contexto del arte parietal. La tecnología de los artistas en la cueva de Tito Bustillo (Asturias). *Trabajos de Prehistoria* 45, 19.
- Sánchez Sobrino, J. A. (2006). *Introducción a la fotogrametría*. Ed. E.T.S.I Caminos, Canales y Puertos.
- Verhoeven, G. (2011). Taking Computer Vision A loft- Archaeological Three-Dimensional Reconstructions from Aerial Photographs with Photoscan. *Archaeological Propection* 18, 67-73.
- Westoby, M.J., Brasington, J., Glasser, N.F., Hambrey, M.J. y Reynolds, J.M. (2012). Structure-from-Motion Photogrammetry; A Low-Cost, Effective Tool for Geoscience Applications. *Geomorphology* 179, 300-314.