

# Propuesta metodológica para optimizar el análisis de residuos orgánicos sobre cerámica arqueológica. El caso de los recipientes argáricos

Elena Molina (\*)(\*\*), Antoni Rosell-Melé (\*\*)(\*\*\*).

## Resumen:

El análisis de residuos orgánicos sobre cerámicas arqueológicas es una herramienta capaz de caracterizar la funcionalidad de los recipientes analizados. Sin embargo, la conservación de los residuos orgánicos en estos contextos pueden verse afectados por procesos de degradación y contaminación que alteran su composición originaria imposibilitando la identificación de la sustancia de la que proceden. En este contexto, el presente trabajo se centra en definir un protocolo de muestreo optimizado para minimizar dichos elementos. El estudio es precedido por un trabajo, también de carácter metodológico, destinado a constatar la conservación de los residuos orgánicos en el contexto de estudio. El conjunto de piezas incluidas en este estudio proceden de cuatro yacimientos del grupo arqueológico argárico: Gatas (Turre, Almería), La Bastida (Totana, Murcia), La Tira del Lienzo (Totana, Murcia) y La Almoloya (Pliego, Murcia), de los cuales se analizaron los residuos orgánicos de 85 recipientes procedentes de contextos habitacionales y funerarios datados a lo largo de la diacronía argárica (2200-1550 cal ANE). El análisis metodológico realizado sobre este *corpus* material ha permitido generar un protocolo único para el muestreo óptimo, en el que se minimizan los elementos de degradación y contaminación del contenido arqueológico y que servirá como soporte metodológico para futuras investigaciones de residuos orgánicos.

## Palabras Clave:

Residuos lipídicos, contaminación, artefactos cerámicos, protocolo de muestreo, sociedad argárica.

## Abstract:

Organic residue analysis of archaeological ceramics are commonly used in determining artifact function. However, the preservation of organic residues may be affected by several degradation and contamination processes, which alter the original chemical composition and the identification of the original substances. In this context, this article focuses in defining an optimised sampling protocol to reduce degradation and contamination processes of organic residues. The study is preceded by a methodological work aimed at verifying the degree of conservation of organic residues in its original archaeological context. Analysis have been performed on pottery that come from four archaeological sites from The Argaric Culture: Gatas (Turre, Almería), La Bastida (Totana, Murcia), La Tira del Lienzo (Totana, Murcia) y La Almoloya (Pliego, Murcia). Lipid analyses were performed in 85 pottery samples from funerary and domestic contexts of the Bronze Age Argaric (2200-1550 cal BC). The methodological analysis done over the pottery group have permitted to generate an unique protocol for sampling. This protocol reduces the degradation and contamination processes on archaeological contents and it will be useful for future organic residues analyses.

## Keywords:

Lipids residues, contamination, ceramic artifacts, sampling protocol, argaric societies.

## 1. INTRODUCCIÓN

El primer trabajo sobre la identificación de residuos orgánicos en recipientes cerámicos se publicó a inicios del siglo XX (Gill 1906). El análisis de un vaso micénico documentó la presencia de aceite de coco y otras sustancias orgánicas. Desde entonces, el desarrollo del análisis de residuos orgánicos en el campo de la arqueología, y concretamente sobre materiales cerámicos, ha experimentado un desarrollo muy destacado. Basta con observar la creación

y consolidación de los primeros grupos de investigación centrados en exclusiva en esta área de estudio. Desde el mundo anglosajón, R. Evershed y sus colaboradores son el grupo de investigación pionero en este campo (Evershed 1990; Evershed, Heron y Goad 1990; Evershed *et al.* 1992; Evershed 1993; Heron y Evershed 1993; Charters *et al.* 1995; Evershed *et al.* 1999; Evershed *et al.* 2002; Evershed 2008).

(\*) Departament de Prehistòria. Universitat Autònoma de Barcelona (UAB).

(\*\*) Institut de Ciència i Tecnologia Ambientals (ICTA-UAB), Universitat Autònoma de Barcelona, Bellaterra, Catalonia, Spain.

(\*\*\*) Institució Catalana de Recerca i Estudis Avançats (ICREA), Barcelona, Catalonia, Spain.

La línea de investigación iniciada por el equipo anglosajón ha tenido su continuidad en otros países como Italia (M. P. Colombini<sup>1</sup> en la Universidad de Pisa), Francia (M. Regert<sup>2</sup> en el CEPAM -Centre d'Etudes Préhistoire, Antiquité, Moyen Âge) o España donde destacamos las siguientes aportaciones: desde la Universidad de Barcelona Jordi Juan-Tresserras (1999a; 1999b; J2000a; 2000b; Juan-Tresserras y Matamala 2005; Comas *et al.* 2006) y el "Equip de Recerca Arqueològica i Arqueomètrica de la Universitat de Barcelona" (ERAAUB) (Pecci y Cau 2010a; Pecci y Cau 2010b); en la Universidad Autónoma de Barcelona el Servei de Forènsica Ambiental del Institut de Ciència i Tecnologia Ambientals (ICTA) y el Servei d'Anàlisi Arqueològiques<sup>3</sup> del Departament de Prehistòria de la misma universidad (Molina 2015; Molina y Rosell Melé 2017); en otros puntos de la península podemos mencionar las universidades de Jaén (Cañabate y Sánchez Vizcaíno 1996; Sánchez Vizcaíno y Cañabate 1998; Sánchez Vizcaíno, Parras y Ramos 2011; Parras *et al.* 2011), Granada (Martí Oliver, Capel Martínez y Juan-Cabanilles 2009; Manzano *et al.* 2005) y Valladolid (Guerra Doce 2006; Guerra Doce y López Sáez 2006; Guerra Doce 2014).

La consolidación de este campo de estudio responde a la utilidad manifiesta de los resultados esperados. En este sentido, la identificación de la sustancia/s que contuvo el recipiente permite ir un paso más allá en su caracterización funcional, además de complementar el estudio de la dieta humana y del modo de preparación de los alimentos (Stacey 2009; Evershed 2008; Steele 2008).

Hay una serie de factores físicos y sociales que favorecen la conservación de los residuos orgánicos en los recipientes cerámicos. Por un lado, los recipientes cerámicos han sido y son un excelente medio para transportar, almacenar, cocinar y/o preparar diferentes tipos de sustancias orgánicas. Por otro, la estructura porosa de gran parte de estos recipientes permite que una parte del contenido orgánico se encapsule en su pared y quede protegido parcialmente de la degradación por actividad microbiana, acción del agua u otros factores (Evershed 1993; Heron y Evershed 1993; Evershed *et al.* 2001; Steele 2008).

Por tanto, no es de extrañar que los recipientes cerámicos sean el tipo de artefacto que ha experimentado un mayor desarrollo en la identificación de residuos orgánicos. Sin embargo, hay otros contextos y soportes materiales sobre los que también se han documentado y analizado residuos orgánicos: artefactos líticos (Sobolik 1996; Molina 2015; Ache *et al.* 2017), cerámicos (Heron y Evershed 1993; Craig *et al.* 2013), metálicos (Evershed *et al.* 2004) o incluso textiles (Ferreira Hulme, McNab y Quye 2004), en muestras sedimentarias y de suelos (Bull *et al.* 2003), en restos humanos y de animales (Corr, Horton y Evershed 2005), en este caso sobre huesos, tejidos blandos o en momias; en restos vegetales

(Charters *et al.* 1997), y/o en forma de residuos amorfos, como sucede con las resinas (Mukherjee, Gibson y Evershed 2008), los betunes (Connan *et al.* 2004) y/o los pigmentos (Evershed *et al.* 2001: 331; Evershed 2008: 903).

Sin embargo y como se pondrá de manifiesto en este trabajo, los residuos orgánicos pueden verse afectados por procesos de degradación y contaminación que alteran su composición originaria imposibilitando la identificación de la sustancia de la que proceden. En este contexto, el presente trabajo se centra en definir un protocolo de muestreo optimizado para minimizar dichos elementos y que servirá como soporte metodológico a futuras investigaciones.

## 2. LOS RESIDUOS ORGÁNICOS EN LOS CONTEXTOS CERÁMICOS: CONSERVACIÓN, DEGRADACIÓN Y RECUPERACIÓN

Los residuos orgánicos son aquellas sustancias de carácter "amorfo" y origen orgánico cuya identificación requiere el empleo de alguna de las técnicas analíticas aplicadas a la detección de lípidos y biomarcadores: cromatografía de gases (GC), cromatografía de gases acoplada a un espectrómetro de masas (GC-MS), espectrometría de masas de relaciones isotópicas (GC-C-IRMS) y/o la espectroscopía infrarroja por transformadas de Fourier (FTIR) (Heron y Evershed 1993).

Los residuos pueden ser visibles o estar incorporados en algunos de los artefactos que recuperamos. Su análisis aporta información sobre aspectos de la sociedad que los dejó, como la dieta, la medicina, la tecnología o el ritual funerario, entre otros (Evershed, Heron y Goad 1990; Evershed 1992; Heron y Evershed 1993; Evershed 2008; Steele 2013).

Pero, ¿qué tipo de sustancias se conservan hasta la actualidad? Los lípidos son los compuestos que mejor se conservan en los contextos arqueológicos. Engloban un amplio grupo de compuestos entre los que figuran grasas, aceites, ceras, esteroides y varios tipos de resinas. Todos tienen dos características comunes: su insolubilidad en agua -propiedad que se conoce como hidrófoba o hidrófuga- y su solubilidad en disolventes orgánicos como cloroformo o hexano (Cañabate y Sánchez Vizcaíno 1996; Oudemans 2006). Su conservación en contextos arqueológicos responde a dos propiedades. Por un lado, el carácter hidrofóbico de los lípidos limita su degradación por filtraciones y lixiviación mientras se hallan enterrados (Brown y Brown 2011). Por otro, son moléculas con una estructura química muy estable y resistente a posibles cambios estructurales durante su uso. Los lípidos son estables a altas temperaturas ->400°C- y su descomposición durante el cocinado es mínima comparada con otros compuestos orgánicos como los carbohidratos o las proteínas (Malainey 2011).

1. [http://www.dcci.unipi.it/scibec/research/research\\_04.html](http://www.dcci.unipi.it/scibec/research/research_04.html) (consulta 01-09-2018).

2. <http://www.cepam.cnrs.fr/spip.php?article1902> (consulta 01-09-2018).

3. <http://prehistoria.uab.cat/SAA/CROMA.htm> (consulta 20-12-2018).

Sin embargo, pese a la estabilidad, durabilidad y posibilidades interpretativas de los lípidos frente a otras moléculas, su conservación no está siempre asegurada. En la mayoría de los casos, los compuestos lipídicos que llegan hasta el presente han estado sometidos a una serie de procesos post-deposicionales que modificaron su composición originaria. El resultado es una serie de compuestos orgánicos degradados que se conocen como biomarcadores<sup>4</sup> arqueológicos o indicadores químicos (Evershed 1993; Evershed 2008; Regert 2011). El reto analítico estriba precisamente en determinar, a partir de su estructura molecular conservada, el compuesto original del que proceden, así como la actividad social que los generó.

**2.1. La conservación de los residuos orgánicos: degradación y contaminación**

Los procesos de degradación y transformación que afectan a los lípidos pueden aparecer durante el uso del recipiente, en la etapa de abandono y deposición o durante la excavación y/o análisis. En

la siguiente figura (Fig. 1) se recogen de modo sintético los principales procesos de degradación, la etapa en la que aparecen y las evidencias que pueden generar en el recipiente cerámico (Molina 2011; Molina 2015). En síntesis, dichos procesos se engloban en dos grandes grupos: procesos de degradación y de contaminación.

En el primer caso, destaca la degradación por procesos como la hidrólisis, la oxidación o de origen microbiológico, que pueden aparecer tanto durante la vida útil del recipiente como en la etapa de abandono.

La contaminación es un agente que afecta al recipiente una vez se extrae de su contexto de deposición. En este momento aparece una serie de agentes contaminantes actuales que pueden alterar y degradar el contenido orgánico conservado hasta entonces. Los principales agentes contaminantes son, por un lado, los microorganismos y hongos que se desarrollan si los restos se conservan en condiciones inapropiadas -por ejemplo, en lugares húmedos o con cambios de temperatura bruscos- (Evershed 1993). Por otro lado, los mismos investigadores o investigadoras podemos llegar

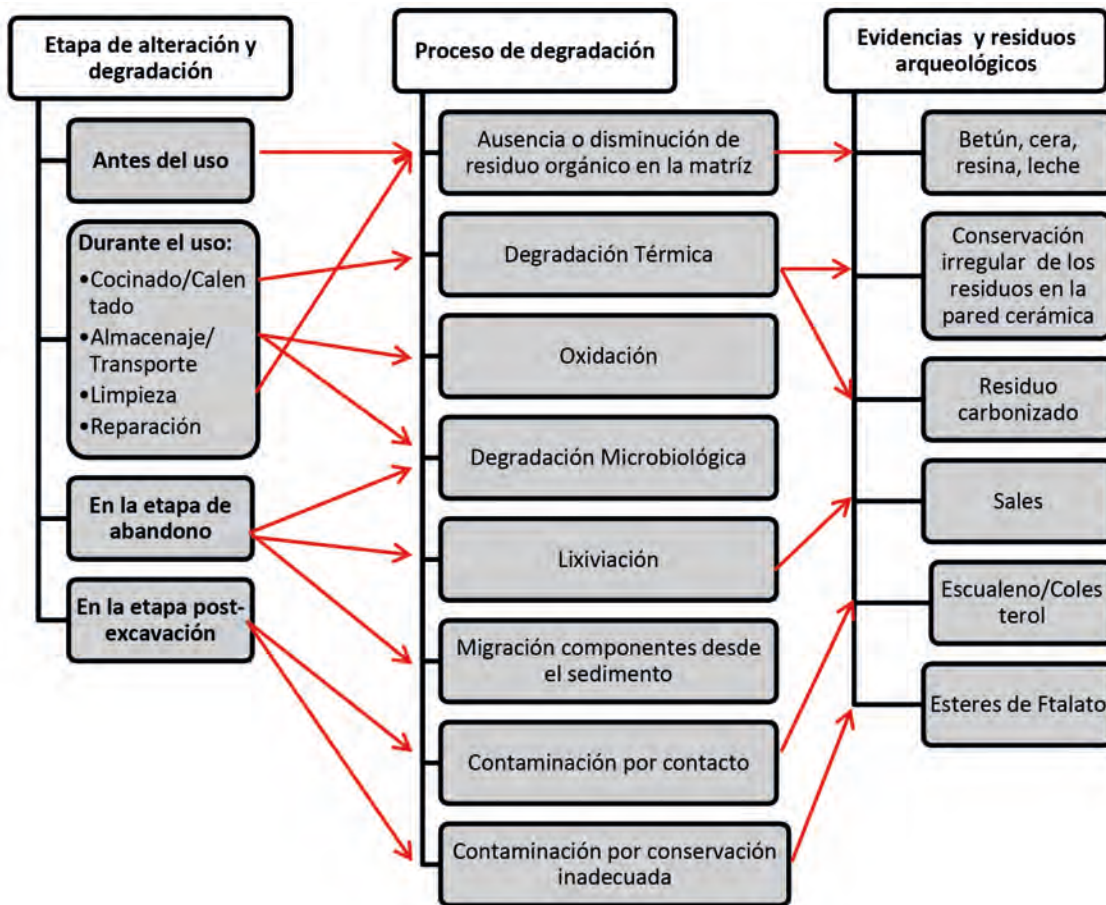


Figura 1: Principales procesos de degradación y alteración de los residuos orgánicos en contextos cerámicos. A la izquierda se indica la etapa en que se producen dichas transformaciones: durante la vida útil del objeto -etapa de uso social-, en el periodo de abandono o durante un nuevo uso social, esta vez como objeto arqueológico (Stacey 1999: 20; Oudemans 2006: 171).

4. El término "biomarcador" se usa generalmente en alusión a los componentes orgánicos preservados en los depósitos geológicos, que, a partir de su estructura permiten identificar la fuente biológica original (Regert 2011).

a convertirnos en agentes contaminantes. Así, la manipulación de la muestra en contacto directo con nuestras manos puede producir la migración de ácidos grasos presentes en nuestra piel. En concreto, el ser humano presenta ácidos grasos libres en la capa externa de la epidermis, además de escualeno, que representa un 13% de los componentes del sebo dérmico (Sobel y Marmorston 1956: 500-503) y el colesterol, esterol usado como indicador de la degradación de las grasas animales, aunque la cantidad de este esterol en la superficie de la piel ronda sólo el 5%. Un adulto medio pierde alrededor de 250 mg de escualeno a través de la piel cada día, siendo el único mamífero en el que se conservan cantidades significativas de este compuesto (Stacey 1999: 37). De este modo, la presencia de escualeno y colesterol en la muestra analizada puede ser un indicador de contaminación por manipulación incorrecta, máxime cuando el escualeno presenta una estructura química con presencia de dobles enlaces que dificulta su conservación en contextos arqueológicos (Archer *et al.* 2005).

Sin embargo, aunque en la mayoría de trabajos (Evershed *et al.* 1992; Evershed, 1993; Stacey, 1999) se define al escualeno como un contaminante actual, su presencia no es exclusiva de la piel humana, ya que se documenta también en aceites vegetales como el de oliva (Steele 2013). Por tanto, su detección en una muestra arqueológica no constituye un indicio inequívoco de contaminación.

Por último, al margen de la contaminación orgánica que pueden producir bacterias, hongos y la piel humana, hay un factor contaminante más, en este caso sintético: los plásticos y sus derivados. Durante el proceso de excavación y de análisis en el laboratorio, suelen utilizarse productos y recipientes de plástico. En concreto, los fragmentos cerámicos tienden a guardarse en bolsas de este material, que pueden contaminar el contenido de la muestra. Si bien su presencia no adultera significativamente la cantidad y el número de ácidos grasos<sup>5</sup>, puede ocultar los compuestos orgánicos que quedan "a la sombra" de estos componentes sintéticos. Los plásticos más comunes son los ésteres de ácido ftálico o ftalatos, que se utilizan en la fabricación de bolsas para aportarles flexibilidad. Su identificación en muestras cerámicas es sencilla y bastante común (Evershed 1993; Stacey 1999).

Tanto la contaminación como la degradación no son controlables durante la etapa de uso y abandono del recipiente. Sin embargo, los agentes de contaminación que aparecen durante el proceso de excavación y análisis de la pieza se pueden controlarse si se sigue un protocolo analítico bien establecido desde el principio.

En este sentido, desde los primeros trabajos analíticos (Evershed 1993; Heron y Evershed 1993; Sánchez Vizcaíno y Cañabate

1998; Dudd, Regert y Evershed 1998) se ha destacado la necesidad de establecer un protocolo de muestreo y análisis que minimizara los riesgos de contaminación y degradación de los residuos orgánicos. Sin embargo, son escasos los trabajos que se ocupan de definir un protocolo preciso y concreto al respecto. Destaca en este sentido la propuesta publicada por la Universidad de Bradford (Inglaterra) en su página web<sup>6</sup> y más recientemente por el equipo de la Universidad de Carolina del Este (Estados Unidos)<sup>7</sup>. Las recomendaciones de algunos de los estudios de referencia en este campo (Mills y White 1987; Evershed 1993; Evershed 2008); o más recientemente la publicación de trabajos como los de Stacey (2009), Salque (2012) o Steele (2013), que plantean como cuestión capital la necesidad de minimizar el riesgo de contaminación y mencionan las pautas más necesarias para ello. Pautas que resumimos a continuación:

- Manipulación de la pieza: evitar el contacto directo de la pieza con la piel y evitar su limpieza y restauración. Estos tratamientos pueden ocasionar la degradación de los compuestos orgánicos presentes en la superficie cerámica o su contaminación, como se detallará más adelante (*ver infra*).
- Conservación de la pieza: conservar la pieza en condiciones estables, sin cambios bruscos de temperatura; además, siempre en vial de vidrio o envuelta en papel de aluminio.
- Muestreo: limpiar previamente la superficie a muestrear con un taladro para eliminar la presencia de compuestos procedentes del contexto de deposición o de su posterior manipulación.
- Elementos de control: seleccionar una muestra de sedimento control para evaluar la posible migración de compuestos orgánicos del sedimento al interior del recipiente.

Generalmente, la selección de un método de muestreo y análisis implica una investigación previa en la que se evalúan distintos protocolos de trabajo aplicados al tipo de material que se quiere analizar, y se concluye en la selección del más adecuado. En este sentido, en el trabajo de investigación desarrollado durante la tesis doctoral defendida en 2015, centrada en el análisis de residuos orgánicos sobre material cerámico del grupo argárico (Molina 2015), se tuvieron en cuenta las medidas publicadas en trabajos previos, pero también se exploraron alternativas para mejorar los resultados.

Más aún si tenemos en cuenta que ninguno de los estudios previos que recogen algunas de las pautas de muestreo y análisis de

5. Se ha comprobado que las bolsas de plástico pueden contener amidas de ácidos grasos, los cuales son indicadores bioquímicos de la degradación de las grasas. Sin embargo, el nivel de migración de estos compuestos es muy reducido (<0,05 mg de amidas de ácidos grasos por kg de producto -bolsa o paquete-) (Cooper y Tice 1995; Steele 2013).

6. En este sentido, el laboratorio de la Universidad de Bradford destaca toda una serie de pautas a seguir en la toma de la muestra (<http://www.bradford.ac.uk/life-sciences/business-and-outreach/archaeological-sciences/>) (consulta 10-11-2018).

7. El equipo de investigación americano también publica en su página web una serie de medidas a aplicar en la toma de muestras (<https://organicresidueanalysis.wordpress.com/>) (consulta 20-12-2018).



los residuos orgánicos (Mills y White 1987; Evershed 1993; Evershed, 2008; Stacey 2009; Salque 2012; Steele 2013) evalúa la efectividad y éxito de dichas pautas en la conservación de los residuos orgánicos. Además, como destaca Steele (2013), desde el trabajo de Heron, Evershed y Goad (1991) que evaluó la posible migración de los compuestos orgánicos del contexto sedimentario al interior de la pieza cerámica, no existen más trabajos específicos sobre la contaminación de los residuos orgánicos y su evaluación.

Es por ello que durante el desarrollo de la investigación doctoral (Molina 2015) se planteó como una necesidad primordial realizar un estudio metodológico para definir cuáles eran las pautas metodológicas a seguir y a evitar en el muestreo y análisis de los residuos orgánicos en contextos cerámicos.

Por otra parte, junto al desarrollo de esta investigación se planteó en primer lugar la necesidad de poner a prueba la efectividad analítica del análisis de residuos orgánicos y de evaluar el grado de conservación de los residuos orgánicos en el contexto arqueológico de estudio.

En otras palabras, no se podía proponer una optimización del protocolo analítico de residuos orgánicos, si no conocíamos el grado y el estado de conservación de los residuos lipídicos en los contextos argáricos. Como ya se ha referido, los procesos de degradación pueden aparecer durante la etapa de abandono (Fig. 1) y pueden determinar la recuperación o no de estas sustancias. Con el fin de evaluar la efectividad del método analítico en los contextos argáricos y dar respuesta a la ausencia de residuos orgánicos en algunas de las piezas argáricas se planteó un estudio metodológico previo que detallamos a continuación.

### 3. EVALUACIÓN DE LA CONSERVACIÓN DE RESIDUOS ORGÁNICOS EN CONTEXTOS ARGÁRICOS

El objetivo del trabajo analítico propuesto pretendía evaluar la capacidad del método analítico para caracterizar los residuos orgánicos argáricos. Para tal fin se necesitaba analizar una pieza cerámica procedente de un contexto argárico conocido y muestreado previamente, cuyo análisis había confirmado la conservación de algún tipo de sustancia orgánica en su interior y procedente de su pasado arqueológico.

A partir de estos objetivos y premisas, se seleccionó una urna funeraria del yacimiento La Bastida (Totana, Murcia) que aún no había sido excavada, pero se sabía que contenía los restos humanos de un individuo. Se pretendía poner en marcha el protocolo de muestreo desde el inicio del proceso de excavación y, de este modo, optimizar la conservación de los residuos orgánicos y evitar su contaminación. Se trata de la tumba BA78 recuperada bajo la Habitación H54, enterramiento en urnas cerámicas enfrentadas, ambas Formas 4 según la tipología de Siret y Siret (1890) (ver apartado siguiente), que contenía los restos óseos de un individuo adulto, acompañado de un ajuar interno compuesto de un puñal, un pendiente y un aro/pendiente de plata, restos de fauna y una copa cerámica.

Se seleccionaron tres muestras del contenedor funerario en el que descansaba el cuerpo, sobre las que se reprodujo el protocolo analítico desarrollado (Fig. 2).

Las dos primeras muestras procedían de sendas zonas sobre las que apoyaba el individuo enterrado (muestras 11 y 1 en la Figura 2) y su análisis pretendía:

- Confirmar la conservación de residuo orgánico procedente del individuo enterrado.
- Evidenciar el diferente grado de conservación de los residuos orgánicos entre la zona en la que descansaba el abdomen (muestra 11), en la cual se conservan la mayoría de vísceras humanas y, por tanto, el mayor cúmulo de sustancia orgánica, y la zona del cráneo (muestra 1) con menor presencia de contenido orgánico.

La tercera y última muestra (12 en la Figura 2) se tomó como muestra control para confirmar que el residuo orgánico recuperado en las otras dos muestras procedían del contexto de descomposición del individuo enterrado y no de un uso anterior del recipiente. En este sentido, esta muestra no debería presentar residuo orgánico alguno para constatar que el contenido de las muestras asociadas al individuo procedían de la descomposición de dicho cuerpo. En la figura 2 se precisa el punto de localización de las tres muestras.

Las tres muestras se analizaron por GC/FID en el laboratorio analítico del ICTA. Como se observa en la figura 2, además de documentar el punto de localización de la muestra, se superpone el cromatograma obtenido en el análisis por GC-FID de la muestra control (nº12) y la muestra de la zona abdominal (nº11). Los compuestos obtenidos para la muestra de la zona abdominal destacan por el elevado número de compuestos que presenta, frente a la muestra control sin evidencias orgánicas. Por su parte, la muestra de la zona craneal presentaba una cantidad de residuo orgánico muy inferior a la zona abdominal.

La última etapa analítica concluyó en el análisis por GC/MS de dicha muestra (nº 11). Los resultados se recogen en la figura 3 y permiten confirmar que el residuo contenido en el interior procedía del individuo enterrado. El elevado grado de conservación de los ácidos grasos en la muestra junto a la presencia de compuestos como el colesterol, principal esteroide de las grasas de origen animal, o el ácido sulfúrico relacionado con el proceso de putrefacción, confirmaron analíticamente el origen orgánico y humano del residuo contenido en la urna.

Por otra parte, en dicha muestra también se documentó escualeno, compuesto sobre el que ya se ha hablado y cuya presencia suele ser un signo de contaminación orgánica por contacto directo con nuestras manos. Sin embargo, su origen debe ser analizado para definir su procedencia real. En el caso del escualeno detectado en la tumba BA78 existen varios elementos que desmienten su origen actual.

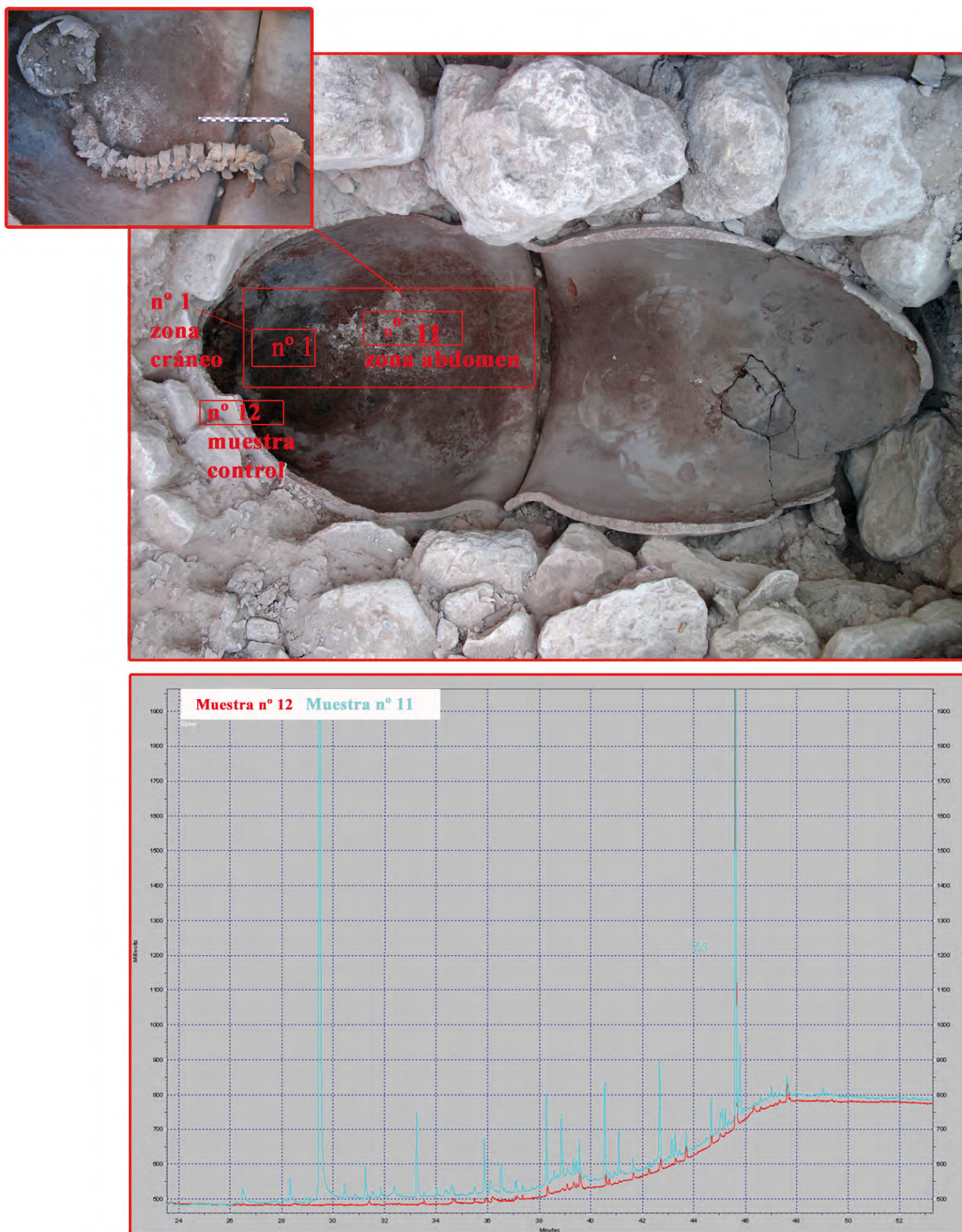


Figura 2: Ubicación de las muestras tomadas del interior de la urna BA78 del yacimiento de La Bastida y representación y comparación del cromatograma obtenido por GC-FID para la muestra control (n°12, en rojo) y la muestra tomada de la zona en la que descansaba el abdomen del individuo (n° 11, en rojo).

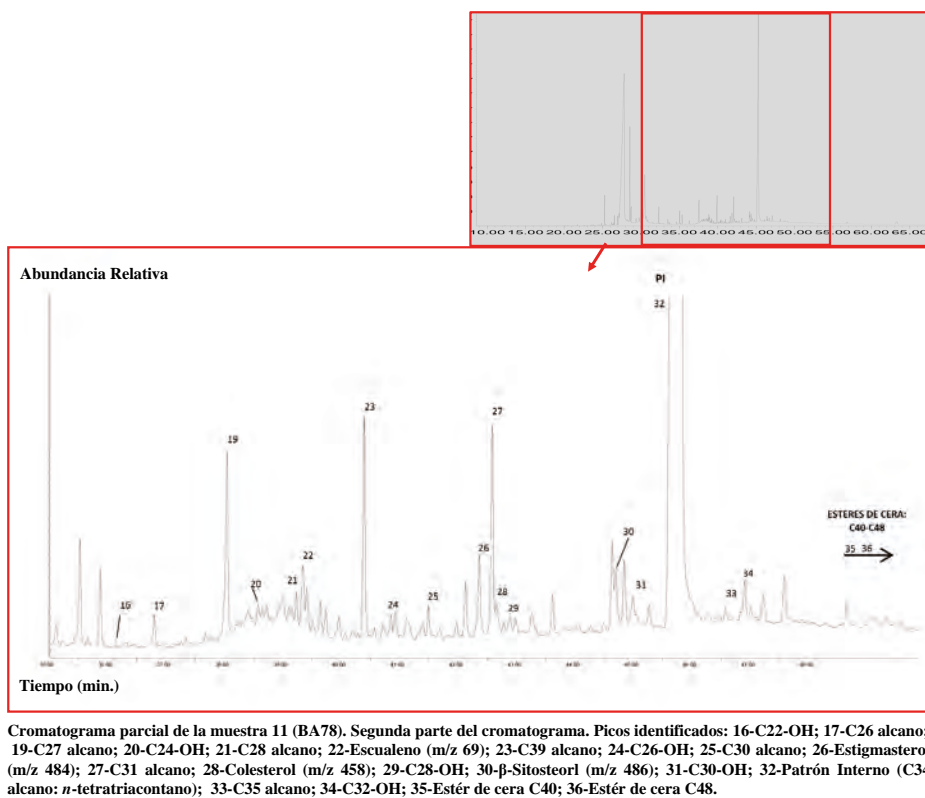
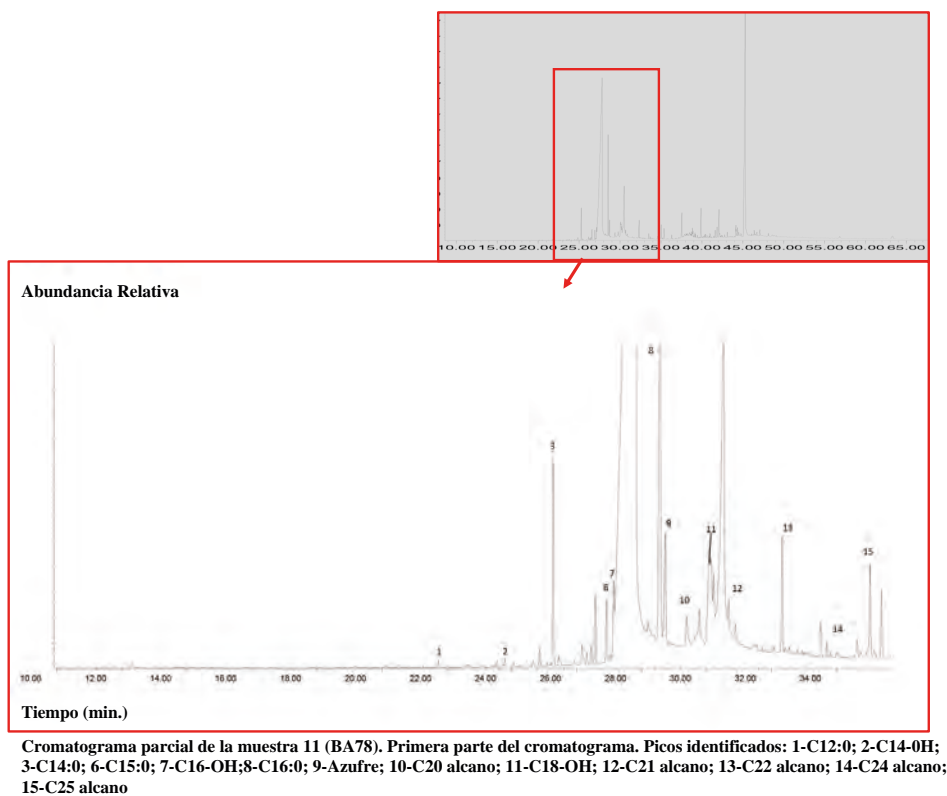


Figura 3: Cromatograma obtenido por GC-MS para la muestra nº 11 de la zona del abdomen de la tumba Ba78. El cromatograma se presenta en dos partes, donde se pueden apreciar los compuestos identificados en esta muestra. La leyenda de los compuestos se interpreta como sigue: Cx:X son los ácidos grasos, dónde la primera x indica el número de carbonos y la segunda x el número de dobles enlaces; Cx:OH son los alcoholes, dónde la x indica el número de carbonos; Cx alcano son los alcanos identificados, dónde la x indica el número de carbonos. Estér de cera Cx son los esteres de cera y la x indica el número de carbonos.



En primer lugar y como ya se ha referido, la inclusión de esta urna funeraria en el programa analítico para caracterizar el contenido orgánico contempló desde el principio la puesta en práctica de las medidas necesarias para optimizar la conservación de los residuos orgánicos y minimizar la contaminación de los mismos. Medidas que serán detalladas en el apartado 3 de este trabajo.

En segundo lugar, la presencia de este compuesto es minoritaria en relación al resto de compuestos orgánicos detectados en la urna funeraria. El escualeno representa menos del 0,33% frente al ácido esteárico y el ácido palmítico, ambos los ácidos grasos saturados más abundantes.

Por último, se han publicado evidencias analíticas que documentan dicho compuesto en el interior de enterramientos procedentes del Antiguo Egipto (Buckley *et al.* 1999; Maurer *et al.* 2002) y cuyo origen se puede relacionar con la composición orgánica del propio cuerpo, en concreto de la piel, o bien con la actividad microbiana presente en los compuestos que se utilizan generalmente para embalsamar a los cuerpos en la antigüedad. Este trabajo plantea la hipótesis del posible tratamiento de los cadáveres en el periodo argárico. Sin embargo, salvo el caso de la momia de "Galera" (Molina González *et al.* 2003), momificada de modo natural, no existe evidencia alguna que insinúe la puesta en práctica de técnicas para embalsamar a los cadáveres argáricos, por lo que de momento solo podemos hablar de una hipótesis de partida.

A partir de los resultados analíticos obtenidos podemos establecer varias conclusiones:

- Se confirma la utilidad del análisis de residuos orgánicos a partir de las técnicas aplicadas (GC-FID y GC-MS). Ambas técnicas son herramientas efectivas para caracterizar los contenidos orgánicos de los contextos argáricos.
- Se constata la conservación de residuos orgánicos en contextos argáricos a partir de los resultados obtenidos para las muestras de la zona abdominal y craneal del individuo enterrado.
- La ausencia de contenido orgánico en la muestra control confirma el origen argárico del residuo contenido en las muestras asociadas al individuo (nº1 y 11).

La confirmación de la conservación de los residuos orgánicos en recipientes argáricos permitió a su vez plantear el siguiente trabajo de investigación metodológica, cuyo objetivo se centra en la optimización del protocolo de muestreo y análisis de los residuos orgánicos. Proyecto que, como se verá, se realizó íntegramente sobre material cerámico del grupo arqueológico argárico (ver apartado 4) y se estructuró en tres etapas metodológicas que se fueron proponiendo en función de las necesidades de la investigación y de la posibilidad de ampliar el marco material de estudio.

#### 4. PROPUESTA METODOLÓGICA PARA OPTIMIZAR EL ANÁLISIS DE RESIDUOS ORGÁNICOS SOBRE SOPORTE CERÁMICO

##### 4.1. Caracterización del conjunto material de estudio: la cerámica argárica

El conjunto de piezas incluidas en este estudio proceden de cuatro yacimientos de época argárica: Gatas (Turre, Almería) (Castro *et al.* 1999a; Castro *et al.* 2004), La Bastida (Totana, Murcia) (Lull *et al.* 2009b; Lull *et al.* 2011b; Lull *et al.* 2012), La Tira del Lienzo (Totana, Murcia) (González Guerao 2010; Lull *et al.* 2011a; Lull *et al.* 2012) y La Almoloya (Pliego, Murcia) (Lull *et al.* 2013d; Lull *et al.* 2015a; Lull *et al.* 2015b), todos en la zona nuclear de esta sociedad, concretada en la depresión de Vera (Almería), el valle del Guadalentín y el entorno de sierra Espuña (Murcia) (Fig. 4).

El grupo argárico, tradicionalmente conocido como "cultura argárica", cuenta con una larga trayectoria investigadora impulsada en primera instancia por los trabajos de H. y L. Siret (Siret y Siret 1890) a finales del siglo XIX, pero que continúa con fuerza en la actualidad. Las investigaciones han permitido caracterizar en muchos aspectos a este grupo social que se desarrolló entre 2200-1550 cal ANE y que llegó a ocupar un territorio que, de momento, ronda los 33.000 km<sup>2</sup> en el sudeste peninsular (Lull *et al.* 2009a).

La cerámica representa uno de los elementos definitorios del grupo argárico, a la que también responden la localización de asentamientos en altura -de 1 a 6 hectáreas- con construcciones en piedra que incluyen talleres especializados, zonas de almacenamiento y depósitos de agua, entre otros, así como la práctica del ritual de enterramiento intramuros (Lull *et al.* 2013a; Lull *et al.* 2015a; Lull *et al.* 2015b).

Las investigaciones sobre la producción cerámica, focalizadas en un principio en los aspectos tipológicos (Siret y Siret, 1890; Lull, 1982; Schubart, 2000), relegaron a un papel secundario o complementario otros aspectos, como la tecnología alfarera y la función de los recipientes.

No obstante, poco a poco esta tendencia está cambiando. Buen ejemplo de ello son las últimas publicaciones que empiezan a tener en cuenta el estudio social de esta producción; investigaciones sobre la relación forma-función de las cerámicas que, sin perder de vista el análisis tipológico, profundizan en la caracterización funcional (Aranda 2001), y en la estandarización productiva (Castro *et al.* 1999a; Aranda 2010) y/o tecnológica (Colomer i Solsona 1994; Santacreu y Aranda 2014).

El análisis de residuos orgánicos se había aplicado de modo puntual y esporádico sobre la cerámica argárica. Ello motivó la creación, en el marco del "Proyecto Bastida", de una línea de investigación centrada en esta línea de trabajo (Molina 2015). Si bien existían dos trabajos publicados al respecto (Juan-Tresserras, 2004; Parras *et al.* 2011) y, recientemente se han publicado tres trabajos más, dos centrados en material cerámico (Manzano *et al.* 2015; Molina y Rosell Melé 2017) y como novedad el trabajo de Ache y otros (2017) que aplica por vez primera el análisis de residuos orgánicos sobre artefactos líticos de origen argárico. Sin embargo, estos trabajos son investigaciones puntuales sobre un reducido número de piezas procedentes de un contexto de estudio muy limitado.



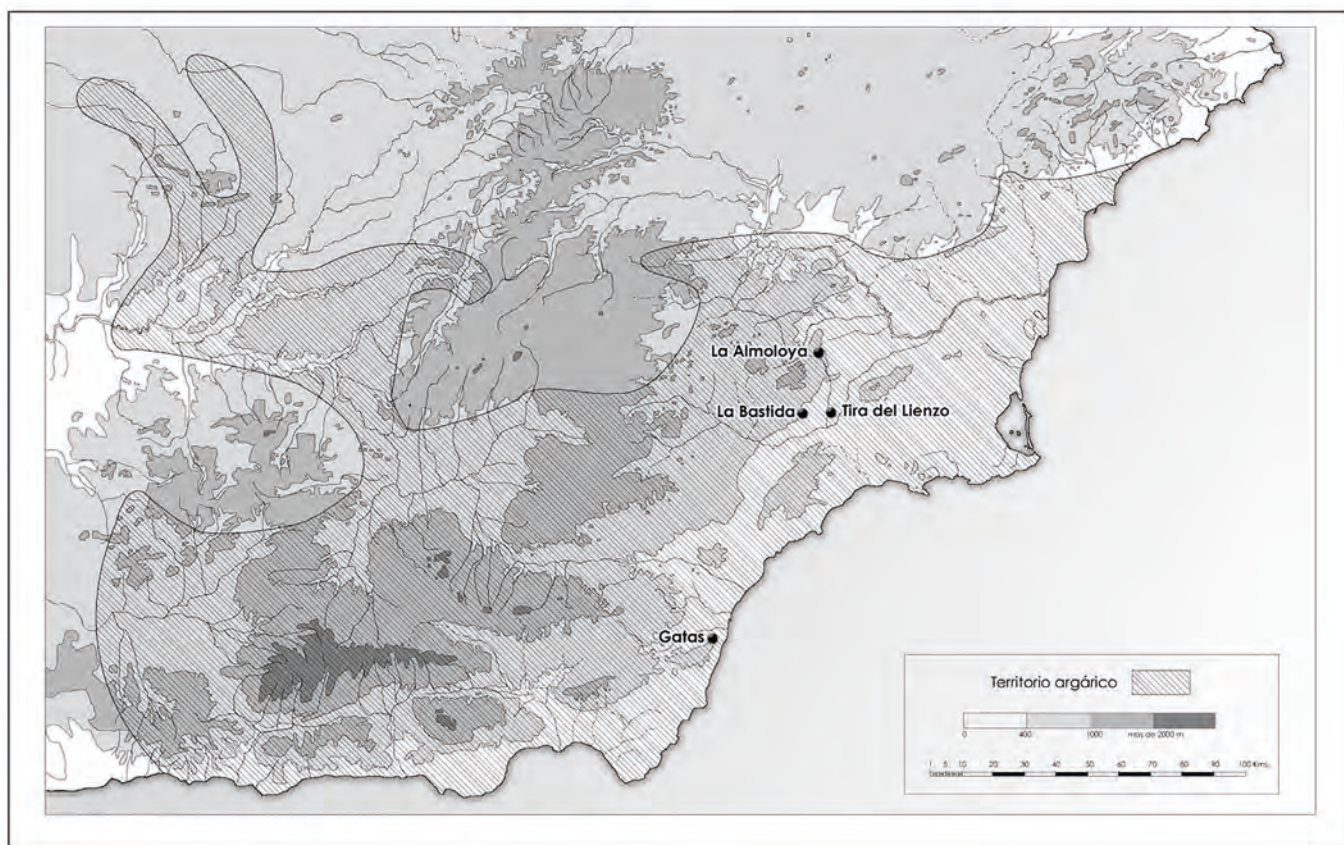


Figura 4: Localización de los yacimientos argáricos muestreados para el análisis de residuos orgánicos sobre material cerámico.

Frente a estos trabajos, la investigación del “Proyecto Bastida” se centró en 85 recipientes de los que se tomaron 104 muestras. Las piezas procedían de 4 yacimientos (Fig. 2), en los cuales se muestrearon contextos habitacionales y funerarios datados a lo largo de la diacronía argárica (2200-1550 cal ANE). En concreto, el yacimiento mejor representado es La Bastida con un total de 77 muestras analizadas. La Almoloya es el segundo con 19; Gatas proporcionó 7 y Tira del Lienzo una sola.

Junto a la temporalidad y contexto de procedencia de las piezas, el tercer criterio fue la tipología de la cerámica argárica. Para ello, se recurrió a la tipología definida por los hermanos Siret (Siret y Siret 1890) que dividía la vajilla en 8 formas. Esta propuesta, refinada y sistematizada posteriormente por V. Lull (1983), vertebrará el muestreo de las piezas desde el punto de vista morfométrico. Sin embargo, conviene advertir que las características del registro arqueológico generaron algunas incidencias en el muestreo, como, por ejemplo, las derivadas de la escasez de recipientes de F8 y F6.

Pese a las limitaciones del registro arqueológico disponible, este trabajo permitió realizar una lectura global sobre el uso de los recipientes a lo largo de la temporalidad argárica, documentando la variabilidad funcional en función de su caracterización formal (Molina 2015).

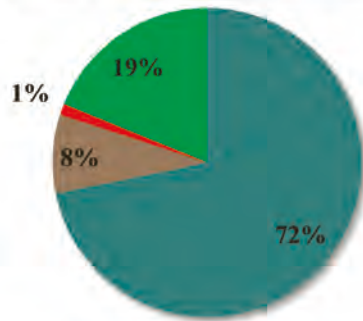
Por otro lado, el estudio analítico realizado permitió constatar la validez y fiabilidad del análisis de residuos orgánicos en el sureste peninsular, área con unas condiciones biogeográficas y tafonómicas concretas. En primer lugar, el estudio analítico realizado sobre la urna funeraria BA78 verificó la conservación de contenido orgánico de origen argárico en el material cerámico. En segundo lugar, la posibilidad de analizar un conjunto material tan nutrido (85 piezas cerámicas) y poder evaluar el protocolo de muestreo y análisis permitió definir toda una serie de útiles implicaciones metodológicas que se desarrollarán a continuación.

## 5. EVALUACIÓN DEL PROTOCOLO DE MUESTREO Y ANÁLISIS DE RESIDUOS ORGÁNICOS EN CONTEXTOS ARGÁRICOS

### 5.1. Primera etapa de la investigación: el primer estadio del protocolo

La primera fase analítica estudió un total de 49 muestras procedentes en su totalidad de La Bastida (Totana, Murcia). La necesidad del estudio metodológico surgió al evaluar este primer grupo de piezas analizadas y constatar que 27 de las muestras, el 52% del total analizado, presentaban signos de contaminación antrópica, a saber, presencia de escualeno que podía proceder de la manipulación directa de las piezas y elementos sintéticos derivados del plástico, posiblemente procedentes de los materiales empleados en su embalaje. Elementos que, como ya se ha desta-

### Total Piezas Analizadas



#### Yacimientos muestreados



Figura 5: Distribución de los recipientes analizados por yacimiento argárico muestreado. A nivel numérico se analizaron 77 muestras procedentes de La Bastida, 19 de La Almoloya, 7 de Gatas y tan sólo 1 de La Tira del Lienzo.

cado (ver *supra*), pueden distorsionar el origen arqueológico de los compuestos orgánicos conservados en la pieza (Fig. 4).

Frente a este resultado, tan sólo se conservaba residuo orgánico en 11 de las muestras y las 9 restantes no documentaban evidencias orgánicas en su interior<sup>8</sup>.

En este sentido, si evaluamos el protocolo desarrollado en el muestreo y análisis de las piezas estudiadas en esta primera etapa analítica, la contaminación del 52% de las muestras es consecuencia directa de ciertas medidas adoptadas durante el procesamiento de las piezas tras su descubrimiento y primer tratamiento en el laboratorio. Pero, ¿qué pautas fueron las que no se realizaron para garantizar la preservación de los residuos orgánicos? Las operaciones posiblemente causantes de la contaminación fueron las siguientes:

- Irregularidades durante el descubrimiento, tratamiento y muestreo:
  - Contacto directo de la pieza con las manos durante su excavación o restauración.
  - Almacenamiento directamente en bolsas de plástico.
  - Conservación en condiciones ambientales inestables, con cambios bruscos en la temperatura o con una temperatu-

8. La ausencia de contenido orgánico en estos recipientes responde a dos posibles explicaciones: bien la pieza se utilizó como contenedor de sustancias inorgánicas, como el agua, o bien como contenedor de sustancias orgánicas que no dejaron evidencias en su interior. En el trabajo metodológico desarrollado durante la tesis doctoral se descartó que su ausencia se debiera a unas condiciones de conservación inadecuadas (Molina 2015).

ra elevada en el entorno de almacenamiento. Y ello, durante un periodo en ocasiones superior a un año. Estas situaciones aumentan las posibilidades de degradación de los residuos orgánicos por la actividad microbiana.

- Irregularidades durante el proceso analítico en el laboratorio:
  - Contacto de las muestras con plásticos presentes en el instrumental de trabajo -viales, tapones, guantes de látex, etc.-.
  - Contacto de las muestras con elementos antrópicos, principalmente escualeno y colesterol<sup>9</sup>.

En definitiva, los resultados desfavorables en el 52% de las muestras analizadas en primera instancia podrían estar relacionados con factores del proceso de muestreo y análisis.

### 5.2. Segunda etapa de la investigación: a la búsqueda de los agentes de contaminación y degradación

Ante los resultados desfavorables de la primera etapa analítica, surgió la necesidad de explorar condiciones alternativas en el tratamiento de las piezas a analizar. En esta segunda etapa, junto a 11 muestras procedentes de recipientes de La Bastida (Totana, Murcia) se incluyeron otras más de los yacimientos de Gatas (Turre, Almería) (7 muestras) y La Tira del Lienzo (Totana, Murcia) (una muestra). La integración de ambos yacimientos pretendía, en primer lugar, evaluar el grado de conservación de los residuos orgánicos en dos contextos argáricos distintos al primero. En segundo lugar, se pretendía evaluar el grado de incidencia de distintas pautas de muestreo y análisis en los resultados.

Respecto a este último punto, todas las piezas de Gatas procedían de la excavación realizada en 2001 (Castro *et al.* 2004). Por tanto, habían estado expuestas a potenciales agentes de degradación durante más de diez años. Por tanto, ofrecían la posibilidad de relacionar los resultados obtenidos con la ausencia de medidas específicas de conservación.

Por su parte, en el caso de La Bastida (Totana, Murcia) las muestras analizadas en esta segunda etapa habían seguido los principales criterios de preservación y conservación de los residuos orgánicos con el fin de optimizar los resultados analíticos (ver *supra*) (Mills y White 1987; Evershed 1993; Evershed 2008; Stacey 2009; Salque 2012; Steele 2013).

A partir de esta segunda etapa, los esfuerzos por identificar las pautas de conservación del contenido orgánico y eliminar los elementos de contaminación empezaron a dar sus frutos. De las 19 muestras analizadas, las piezas procedentes de La Bastida (To-

9. En este sentido, existe un trabajo experimental que atestigua que la contaminación de las muestras contenidas en un vial aumentaba exponencialmente en aquellos viales sostenidos por la zona del borde y no de la base, independientemente del uso o no de guantes de nitrilo (Grenacher y Guerin 1994).

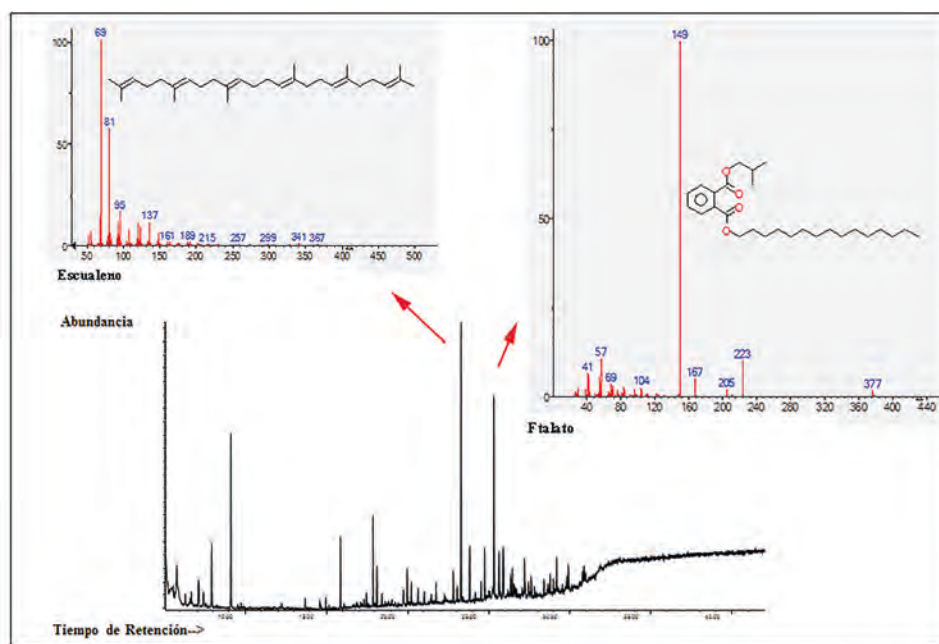


Figura 6: Cromatograma parcial obtenido de una de las muestras analizadas del yacimiento de La Bastida que presentaba signos de contaminación: escualeno y ftalato. Detalle de la estructura y espectro de masas característico a ambos compuestos y que constatan la contaminación antrópica de la pieza. (Richmond y Pombo-Villar 1998).

tana, Murcia), único yacimiento de los tres que había atendido a las principales acciones para minimizar la degradación y contaminación (Mills y White 1987; Evershed 1993; Evershed 2008; Stacey 2009; Salque 2012; Steele 2013), fueron las únicas que presentaban un porcentaje de muestras sin signos de contaminación. En concreto, de las 11 muestras de La Bastida en 7 no se detectaron signos de contaminación. Las 4 muestras restantes presentaban contaminantes sintético: plásticos y sus derivados, que no alteran la cantidad y el número de ácidos grasos en las muestras, pero certifican la contaminación actual de las muestras.

Sin embargo, aún existía un alto porcentaje de muestras contaminadas. En concreto, 12 de las muestras analizadas, un 52% del total analizado en esta 2ª etapa. En parte esta cifra se explica por los desfavorables resultados obtenidos para todas las muestras de Gatas (Turre, Almería) y de La Tira del Lienzo (Totana, Murcia), que presentan signos claros de contaminación y de la degradación de los compuestos orgánicos. Frente a ello, si comparamos las muestras de La Bastida analizadas entre la primera y segunda etapa analítica constatamos el éxito analítico obtenido en esta segunda fase, donde en un 36% de las muestras no se aprecian signos de contaminación, frente al 55% de la primera fase de estudio en el yacimiento. Resultados que constataron la necesidad de reunir el grueso de medidas para minimizar el riesgo de degradación y contaminación de las piezas en un protocolo optimizado. El cual se aplicaría en una tercera etapa analítica con el fin de constatar su relevancia en el éxito analítico.

### 5.3. Tercera etapa de la investigación: el protocolo optimizado y su éxito analítico

Los esfuerzos en esta tercera etapa de trabajo se centraron en controlar y aplicar el protocolo de muestreo sobre un contexto arqueológico desde el inicio de su excavación. Con tal fin, junto a una selección de piezas de La Bastida (Totana, Murcia), se decidió incluir en el estudio al yacimiento de La Almoloya (Pliego, Murcia), debido a dos factores:

- A nivel metodológico se pretendía maximizar el número de piezas que habían respetado las pautas del muestreo y de control de las condiciones de conservación. Además, en el caso de La Almoloya el muestreo de los recipientes se desarrolló en un tiempo inferior a un mes desde su excavación, por aquel entonces en curso, lo que habría de minimizar la posible degradación del contenido orgánico por la acción microbiana actual.
- El yacimiento ha constatado su excelente estado de conservación. La reciente intervención en el mismo por parte del equipo de investigación Grupo Arqueología Social Mediterránea<sup>10</sup>, desarrollada durante 2013-2015 (Lull *et al.* 2013; Lull *et al.* 2015a; Lull *et al.* 2015b), constata el buen estado de conservación del material orgánico e inorgánico. La conservación de los restos óseos es excelente y a nivel estructural aún se conservan en algunas habitaciones los estucos de las paredes. En el contexto de los residuos orgánicos este hecho no pasó desapercibido y motivó la inclusión de su estudio.

10. <http://asome.uab.cat/InvestMedPUC.htm> (consulta 20-10-2018).



En concreto, se analizaron un total de 36 muestras, de las cuales 19 procedían de La Almoloya y tan sólo 2 presentaban signos de contaminación antrópica. Procedentes de La Bastida se analizaron 17 muestras, de las cuales sólo 1 apareció contaminada. El resto de muestras de ambos yacimientos, un total de 33 no presentaban signos de contaminación. En 27 se documentó contenido orgánico de época argárica y en las 4 muestras restantes no quedaron evidencias orgánicas de su uso. Resultados que subrayan el bajo índice de contaminación y degradación en las muestras analizadas en esta etapa y que podemos relacionar directamente con las pautas tomadas durante el muestreo para preservar el contenido orgánico y minimizar su contaminación.

Por otro lado, la ausencia de contenido orgánico sólo fue efectiva en 3 muestras. Este reducido número se explicaría principalmente por el criterio de selección de las muestras. En concreto, la selección de las piezas a analizar en esta 3ª etapa primó la presencia de residuos orgánicos en los contextos y formas cerámicas analizadas previamente, criterio que redujo el número de piezas que no eran susceptibles de contener sustancias orgánicas.

Como podemos observar, los resultados de esta tercera etapa fueron excelentes. Se constató la conservación de residuos orgánicos en un 75% de las muestras y tan sólo un 8% de las muestras presentaba signos de contaminación. Resultados que permitieron proponer un protocolo de muestreo y análisis optimizado, el cual minimiza los elementos de degradación y contaminación del contenido arqueológico y que servirá como soporte metodológico para futuras investigaciones.

En este contexto de trabajo surgió la necesidad de constatar empíricamente el papel que jugaba el desarrollo o no de un protocolo optimizado en el éxito del análisis de residuos orgánicos. Se propuso un trabajo metodológico cuyo objetivo fue evaluar y concretar el protagonismo del protocolo en el resultado óptimo de las piezas. Se planteó para ello un análisis inverso: desde los resultados obtenidos sobre los recipientes argáricos hasta el protocolo desarrollado para caracterizar el contenido orgánico. A continuación detallamos dicho trabajo.

## 6. LA CREACIÓN DE UN PROTOCOLO DE MUESTREO Y ANÁLISIS DE RESIDUOS ORGÁNICOS OPTIMIZADO

En síntesis, el estudio metodológico de las 104 muestras seleccionadas se realizó en tres etapas analíticas (ver *supra*). Etapas definidas a partir de la optimización de la metodología de trabajo desarrollado y de la posibilidad de aumentar el *corpus* material de estudio.

En este sentido, el protocolo que se desarrollaría en la primera fase presentó más deficiencias analíticas que en el resto de etapas (ver *supra*). La experiencia de trabajo generada en esta fase identificó las principales irregularidades en la conservación y el muestreo de las piezas. Consecuentemente, la mejora metodológica se haría efectiva en las otras dos fases.

El presente estudio metodológico evalúa el tipo de protocolo llevado a cabo en cada fase analítica, lo que ha permitido identif-

car cuáles son las pautas de trabajo que optimizan los resultados analíticos.

Si observamos la siguiente tabla (Figura 7), se muestra una relación entre los resultados obtenidos en cada fase analítica y el protocolo de muestreo y análisis al que responden, separados en dos grupos principalmente, según reproduzcan la versión optimizada o no del protocolo.

Información que se completa con el siguiente histograma (Fig. 8) que además muestra el porcentaje de muestras analizada en cada fase.

Este protocolo es resultado de la experiencia generada a lo largo de las tres etapas de investigación de la tesis doctoral, junto a la puesta en prácticas de las pautas definidas en los principales estudios sobre residuos orgánicos ya mencionadas (Mills y White 1987; Evershed 1993; Evershed, 2008; Stacey 2009; Salque 2012; Steele 2013) para garantizar el éxito analítico. En la siguiente figura (Fig. 9) se recogen las principales pautas del protocolo optimizado.

Por su parte, aquellas muestras que no se procesaron siguiendo el protocolo optimizado agrupa a las piezas que bien durante la excavación, la fase de muestreo y/o durante el análisis ya en el laboratorio no se respetaron algunos de los pasos necesarios para

TIPO DE PROTOCOLO	Muestras 1ª Fase Analítica	Muestras 2ª Fase Analítica	Muestras 3ª Fase Analítica
Protocolo con elementos de riesgo	42 muestras	12 muestras	8 muestras
Protocolo optimizado	7 muestras	7 muestras	28 muestras

Figura 7: Cómputo total de muestras analizadas por laboratorio y protocolo analítico desarrollado.

optimizar la conservación de los residuos orgánicos y minimizar o eliminar el riesgo de contaminación.

A consecuencia de las diferentes etapas analíticas desarrolladas y de los cambios que se han ido generando en el protocolo de trabajo, se ha podido observar qué elementos favorecen la conservación de los residuos orgánicos durante su muestreo y análisis y, a la inversa, qué comportamientos dificultan su conservación o favorecen su contaminación analítica.

El siguiente histograma (Fig. 10) realiza una comparativa entre el tipo de protocolo de muestreo realizado y el número de muestras contaminadas en cada etapa analítica. Discerniendo entre sí, la contaminación es de origen sintético (presencia de compuestos como el ftalato), de origen antrópico (presencia de compuestos como el escualeno y el colesterol) o simultáneamente antrópica y sintética.

La comparativa entre las muestras contaminadas en cada etapa evidencia claramente la relación entre el protocolo de muestreo y las posibilidades de éxito analítico.

En este sentido, el elevado número de muestras que presentan algún tipo de contaminación en la primera fase se traduce en



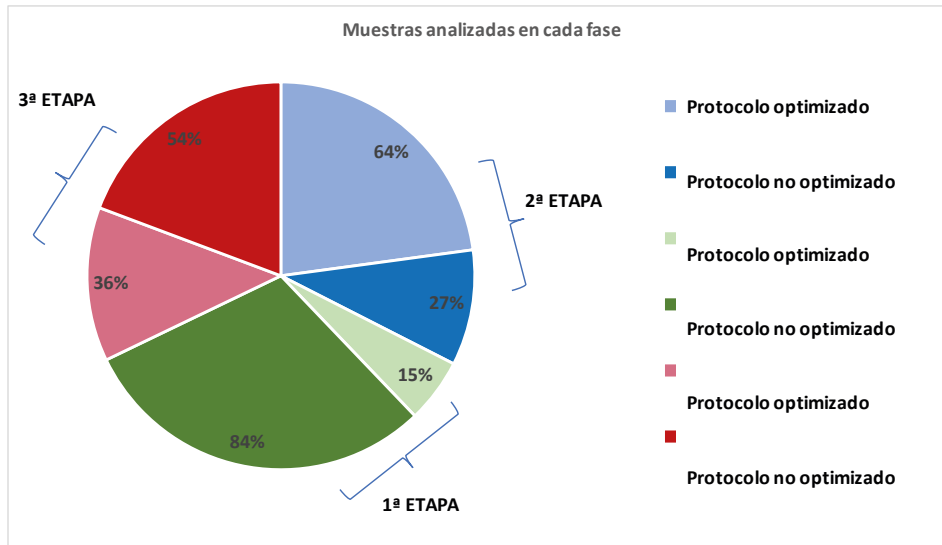


Figura 8: Relación de los recipientes analizados por fase analítica y protocolo que se desarrolla en cada fase.

### Optimización del Protocolo de Muestreo y Análisis

**Selección de la muestra:**  
- *In situ* en el yacimiento.

**Preparación de la muestra:**  
- Limpieza superficie cerámica

**Manipulación de la pieza/muestra:**  
- Evitar contacto directo con las manos y plásticos.  
- Evitar lavado, limpieza, restauración.

**Conservación de la pieza/muestra:**  
- Guardar en papel de aluminio o vial vidrio  
- Condiciones ambientales estables.

**Conservación de la muestra pulverizada:**  
- Vial de vidrio.  
- Congelador -20°C.

**Elementos de control:**  
- Muestra control (RES<sub>1</sub>, RES<sub>2</sub>)  
- Uso de un patrón interno.  
- Preparación de un blanco de proceso.

Figura 9: Principales pautas del protocolo optimizado. En las dos imágenes adjuntas se visualiza la toma de la muestra en el proceso de excavación y durante su posterior muestreo en el laboratorio.

una clara relación entre las muestras contaminadas y el protocolo al que se sometió. Como se observa en la figura 7 esta relación se muestra también significativa entre las muestras de la última etapa analítica, pero en un sentido opuesto al de la primera fase.

Estadísticamente se pudo definir una relación significativa entre el tipo de protocolo utilizado y el tipo de contenido identificado: arqueológico o contaminado. El resultado de la prueba “chi-cuadrado” mostró por un lado una relación entre las piezas conta-

minadas y el protocolo al que respondían y, por otro, entre las piezas con contenido argárico y el protocolo utilizado. En concreto, el resultado ofrece un valor muy inferior al límite definido para demostrar una relación significativa entre ambas variables (<0,05). Una vez vista la existencia de esta relación, se realizó la prueba “V de Cramer”<sup>11</sup> para calcular la intensidad de dicha relación. El resultado fue 0,4, evidenciando una intensidad de relación baja, ya que el resultado es inferior a 0,6 (Barceló 2007).

11. La V de Cramer (Cramer's V) es una medida de la intensidad de la relación que se basa en  $\chi^2$  cuadrado. La V de Cramer se usa para establecer la intensidad de relación entre un factor cualitativo y una variable dependiente cualitativa. Tiene un valor entre 0 y 1 y puede alcanzar el 1 para tablas de cualquier dimensión. En nuestro caso alcanza un valor de 0,4. En general, para valores inferiores a 0,6 deberíamos concluir que aunque existan indicios de relación entre ambas variables cualitativas, la cantidad de relación es escasa (Barceló 2007).

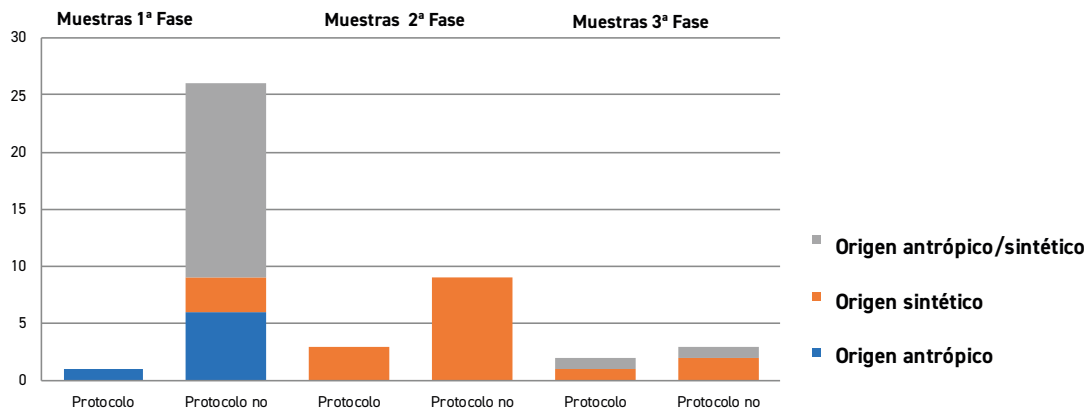


Figura 10: Relación de muestras contaminadas en cada fase analítica y protocolo de muestreo y análisis utilizado.

Sin embargo, no se definió una relación entre los resultados obtenidos y la fase analítica, motivo por el que la intensidad de la relación definida en la prueba “V de Cramer” es baja.

No obstante, sí que se observa una proximidad entre las piezas analizadas en la primera fase y el uso del protocolo no optimizado. Sin duda, porque un 86% de las muestras de dicha etapa no respetó alguno de los elementos del protocolo optimizado. Esta circunstancia explicaría que un 67% de las muestras con signos de contaminación procedan de esta fase.

El alto porcentaje de piezas contaminadas en la primera fase se entiende mejor si tenemos en cuenta que en esta primera etapa aún no se había perfilado el protocolo de muestreo. Además, al ser la primera fase de la investigación la experiencia de trabajo en este tipo de analíticas era inferior lo que pudo influir en el número de errores cometidos.

Pero, ¿qué ocurre en el caso contrario?, ¿cómo repercute el tipo de protocolo analítico en la identificación de residuo orgánico?, ¿qué relación guarda el protocolo utilizado con la conservación o no de los biomarcadores arqueológicos?

Estadísticamente ya se ha definido una relación probada entre la conservación del contenido orgánico y la correcta aplicación de un protocolo optimizado (ver *supra*). En la siguiente figura (Fig. 11) se vuelve a atestiguar dicha relación: el gráfico circular representa el porcentaje de muestras analizadas por cada protocolo. Por su parte, los histogramas visualizan la relación entre las muestras con contenido orgánico y el protocolo utilizado en cada fase analítica.

En este sentido, destaca el éxito analítico de la última fase. En concreto, un 75% de las piezas analizadas conservan residuo orgánico, que se entiende si tenemos en cuenta que es el conjunto analítico que más ha reproducido el protocolo optimizado, desarrollado en un 78 % de las piezas.

No podemos olvidar, por otra parte, que la experiencia generada a lo largo de estas tres etapas analíticas culminó en la propuesta de un protocolo optimizado y corregido a partir del error y rectificación. Los posibles errores que se pudieran cometer al inicio de la investigación, tanto por la falta de experiencia, como por los fallos protocolarios de muestreo y análisis eran ya mínimos en la tercera fase.

En el otro extremo están los resultados de la primera etapa de trabajo. El desarrollo del protocolo optimizado fue de menos del 15% y sólo se conservó residuo en un 22% de las muestras. Resultado que evidencia el papel destacado del tipo de protocolo empleado en la conservación o no del residuo argárico. Se puede concluir que, si no se controlan las condiciones del muestreo y análisis, aumentan las posibilidades del fracaso analítico.

## 7. CONCLUSIONES: LA NECESIDAD DE LLEVAR A CABO UN PROTOCOLO OPTIMIZADO

En síntesis, el análisis metodológico desarrollado en este trabajo constata que las posibilidades de caracterizar el contenido de los recipientes analizados dependen directamente de las condiciones de conservación y del protocolo de muestreo y análisis realizado.

En concreto, las posibilidades de conservar residuo orgánico y no presentar signos de contaminación aumentan en aquellas piezas sometidas al protocolo optimizado. Es por ello que, gracias a la experiencia de trabajo generada durante esta investigación, se han podido observar y definir cuáles son los elementos que favorecen la conservación de los residuos orgánicos durante su muestreo y análisis y, a la inversa, qué comportamientos dificultan su conservación o favorecen su contaminación analítica.

Como ya se ha referido, algunos de estas medidas ya habían sido propuestas de modo aislado en publicaciones previas (Mills y White 1987; Evershed 1993; Evershed 2008; Stacey 2009; Salque 2012; Steele 2013). Sin embargo, un importante grupo de pautas no se habían publicado y evaluado hasta este trabajo.

El análisis metodológico realizado sobre el grueso de pautas metodológicas ha permitido generar un protocolo único para el muestreo óptimo, en el que se minimizan los elementos de degradación y contaminación del contenido arqueológico y que servirá como soporte metodológico para futuras investigaciones del sudeste peninsular. Contexto de estudio en el que se enmarca este trabajo.

Sin embargo, las pautas planteadas se pueden considerar universales y pueden aplicarse sobre recipientes que procedan de contexto espacio-temporal diferente.

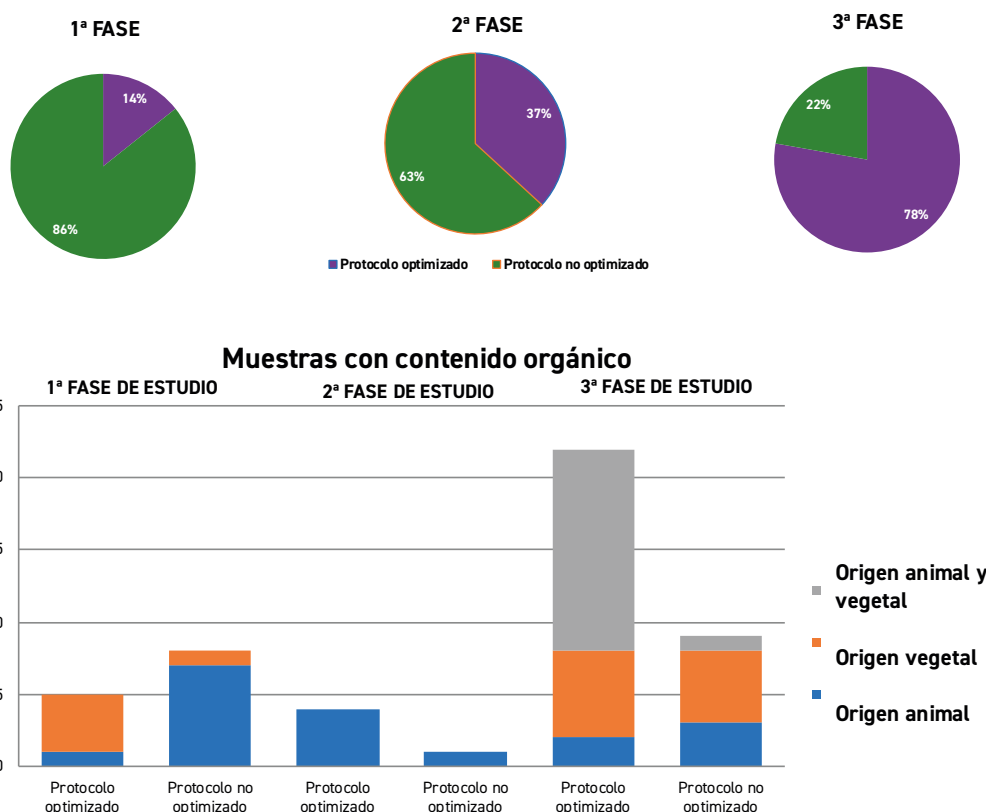


Figura 11: Representación del tipo de protocolo desarrollado en cada etapa analítica y las muestras que documentan contenido orgánico de su pasado arqueológico.

A continuación y a modo de conclusión metodológica se detalla el protocolo optimizado resultante de este trabajo:

### 7.1. Protocolo de muestreo y preparación de la muestra optimizado

- Selección de la muestra:

- Contexto de procedencia conocido: al igual que para otro tipo de materialidad arqueológica, la ubicación espacio-temporal de la pieza condicionará su inclusión, o no, en el estudio planteado, así como la información relativa a la tipología cerámica a la que corresponde.
- Muestreo *in situ* en el yacimiento: siempre que sea posible el muestreo se realizará durante el proceso de excavación. De este modo, se evitará la manipulación y/o conservación indebida de la pieza cerámica.
- Acortar el periodo entre el muestreo y el análisis, para reducir la posible degradación microbiana de los ácidos grasos.
- Características de la muestra: el estado de conservación del recipiente en el yacimiento, ya sea entero, fragmentado, completo o incompleto, condicionará el muestreo y su conservación. Existen dos tipos de muestra con un protocolo de muestreo característico. En ambos casos se plantea la toma de 2 g, cantidad mínima para asegurar la caracterización del contenido orgánico.

- Si la pieza se documenta entera, el muestreo se realizará directamente en la pared interna del recipiente con el taladro -tipo Dremel-. De este modo, el análisis de residuos orgánicos no afectará a la conservación completa de la pieza.

- Si, en cambio, se encuentra fragmentada o incompleta, se seleccionará un fragmento informe de 3x5cm (2 g), preferiblemente de la parte superior próxima al borde, que conserve la cara interna y externa, el cual se muestreará en el laboratorio con el taladro -tipo Dremel-.

- Manipulación de la pieza. Los elementos a controlar durante el proceso de excavación para minimizar la contaminación de la pieza son:

- Usar guantes de nitrilo. Evitar el contacto directo de la pieza con las manos para eliminar el riesgo de posible migración de los compuestos lipídicos presentes en nuestra piel al fragmento cerámico.
- Evitar el lavado, limpieza y restauración de la pieza previa a su muestreo. Estos tratamientos pueden ocasionar la degradación de los compuestos orgánicos presentes en la superficie cerámica.

- Conservación de la pieza/muestra:

- No se deberá guardarse directamente en bolsas de plástico que pueden ocasionar su contaminación sintética -pre-

sencia de compuestos como el ftalato-. Se conservará en vial de vidrio o envuelta en papel de aluminio.

- Conservar en condiciones ambientales estables, preferentemente en un lugar oscuro, fresco y seco, para evitar la degradación de los ácidos grasos por la acción microbiana. Los cambios bruscos de temperatura pueden provocar la degradación del contenido orgánico (Steele 2013: 93).

- Para las muestras pulverizadas, la conservación se realizará en congelador a -20°C y en viales de vidrio con tapón de rosca con la cara interna cubierta con papel de aluminio.

• Muestreo cerámico:

- Limpiar la superficie a muestrear mediante su raspado previo -1 mm de la superficie a muestrear-. Medida para asegurar que la zona de muestreo de la pieza no presenta compuestos externos procedentes del sedimento de contacto o de nuestras manos -presencia de escualeno y colesterol-.

• Elementos y muestras de control. Durante el muestreo y análisis de la pieza se seleccionaron varias muestras de control, a fin de evaluar los resultados obtenidos y asegurar que no se produjera ningún tipo de contaminación.

- Muestra control asociada a la pieza cerámica. Seleccionada durante el proceso de excavación con el objetivo de evaluar la posible migración de compuestos orgánicos del sedimento al interior del recipiente.

- Muestra de sedimento en contacto con el interior de la pared cerámica, con el objetivo de evidenciar la conservación de contenido orgánico procedente del interior cerámico en el sedimento de contacto.

- Muestra de sedimento tomada a unos 40 cm de distancia de la pieza, con el objetivo de evaluar la posible contaminación entre el contexto de deposición de la pieza y el contenido conservado en el interior del recipiente.

• En el laboratorio, los elementos y muestras de control serán:

- Preparación de un blanco de proceso. Se trata de una muestra que sólo contiene una cantidad conocida de disolvente junto al patrón interno, y que seguirá el mismo proceso analítico que las demás a fin de detectar posibles contaminaciones durante el mismo.

- Añadir a todas las muestras un patrón interno -cantidad concreta de un compuesto orgánico conocido- que actuará a modo de referente para la cuantificación del resto de compuestos documentados en la muestra y poder evaluar la posible pérdida de muestra durante el proceso analítico.

En la siguiente tabla se sintetiza dicho protocolo de manera práctica (Fig. 12):



Por último, la experiencia generada constató que muchas de las irregularidades del protocolo se producen en el momento de extraer la pieza/muestra de su contexto de deposición. La caren-

Tipo de Muestra	Características Muestra	Procedimiento	Almacenaje
Sedimento en contacto interior cerámica/Sedimento de contraste	5-6 gramos de sedimento	1-Recoger con el paletón el sedimento. 2- Guardar la muestra en papel de aluminio. 3- Trasladar al Museo	Caja de porexpan o refrigerador
Muestra cerámica procedente de una pieza completa o fragmentada	Si la pieza esta entera, se tomará una muestra de la cara interna directamente con el taladro. Si la pieza está fragmentada, se tomará un fragmento de 3x5 cm. Que conserve ambas caras	1-Recoger la pieza con guantes de nitrilo/papel de aluminio. 2-No tocar la pieza con las manos/ no guardar en bolsas de plástico. 3-Trasladar al museo	Caja de porexpan o refrigerador
Residuo orgánico asociado a una pieza cerámica	Materia orgánica procedente de la sustancia que contenía la pieza en el momento de su último uso	1- Eliminar posibles elementos externos (sedimento). 2- Recoger todo el residuo con bisturí y guardar en papel de aluminio o en un vial de vidrio, previamente limpio. 3- Guardar en el refrigerador a la espera de su análisis.	Caja de porexpan o refrigerador
Muestra analítica. Muestra sometida al proceso analítico en el laboratorio	Muestra cerámica o de sedimento que comienza el proceso de extracción y concentración de los lípidos.	1- Añadir a cada muestra un patrón interno que permitirá cuantificar los compuestos orgánicos de la muestra. 2- Preparación de un blanco de proceso (Muestra que sólo contiene una cantidad conocida de disolvente junto al patrón interno, a fin de documentar posibles contaminaciones). 3-Extracción del extracto total de lípidos (TLE). 4- Derivatización e inyección de la muestra	Durante todo el proceso analítico se conservará la muestra en un congelador a -20°C

Figura 12: Síntesis del protocolo de muestreo destinado al análisis de residuos orgánicos y de la preparación de la muestra analítica.



**SINTESIS PROTOCOLO DE MUESTREO CERÁMICO PARA EL ANÁLISIS DE RESIDUOS ORGÁNICOS\***

	Tipo de muestra	Características de la muestra	Procedimiento	Almacena
MUESTRA CERÁMICA	CERÁMICA COMPLETA (MUESTRA RES3)	<b>PIEZA FRAGMENTADA:</b> - Se tomará un <b>fragmento</b> informe de 3x5cm. que conserve ambas caras (externa/interna). - Zona de muestreo: preferentemente <b>pared superior</b> cerca del borde.	<b>FRAGMENTO SELECCIONADO:</b> 1. <b>Manipular con guantes de nitrilo y envolver en papel aluminio.</b> 2. Trasladar al museo/laboratorio para su muestreo.	Caja porexpan o refrigerador.
		<b>PIEZA ENTERA:</b> - Se <b>tapará</b> la zona de la <b>boca/entrada</b> con <b>papel de aluminio</b> y se llevará al laboratorio para su posterior muestreo. 	<b>PIEZA ENTERA:</b> 1. <b>Manipular con guantes de nitrilo y tapar</b> la zona de la <b>boca</b> con <b>papel de aluminio.</b> 2. Trasladar al museo/laboratorio para su muestreo.	
	CERÁMICA INCOMPLETA (MUESTRA RES4)	<b>PIEZA INCOMPLETA:</b> - Muestra procedente de una pieza incompleta/fragmentada (conserva + del 50% de la pieza).	<b>FRAGMENTO SELECCIONADO:</b> 1. <b>Manipular con guantes de nitrilo y envolver en papel aluminio.</b> 2. Trasladar al museo/laboratorio para su muestreo.	
MUESTRAS ASOCIADAS A LA CERÁMICA	SEDIMENTO DE CONTRASTE (MUESTRA RES2)	Sedimento tomado del mismo contexto sedimentario de la muestra cerámica. Tomar 5-6 gramos de sedimento	1. <b>Tomar a 40 cm. de distancia</b> de la pieza. 2. <b>Guardar</b> la muestra en <b>papel de aluminio.</b> 2. Trasladar al museo/laboratorio.	
	SEDIMENTO EN CONTACTO CON LA PIEZA (MUESTRA RES1)	Sedimento en contacto con la pared interna de la pieza. Tomar 5-6 gramos de la misma zona de muestreo.	1. <b>Tomar de la pared interna</b> de la pieza a muestrear. 2. La zona de muestreo será la misma que la del muestreo cerámico. 3. <b>Guardar</b> la muestra en <b>papel de aluminio.</b> 2. Trasladar al museo/laboratorio para el muestreo.	
	RESIDUO ORGÁNICO ADHERIDO A LA CERÁMICA (MUESTRA RES5)	Residuo orgánico visible asociado a la pieza cerámica. Se suele conservar carbonizado. 	1. Eliminar posibles elementos externos (sedimento) previamente. 2. <b>Recoger</b> todo el residuo con <b>papel de aluminio</b> y guardar en papel de aluminio. 2. <b>Guardar en refrigerador</b> a la espera de su análisis.	

\*NO tocar la pieza con las MANOS/NO guardar en bolsa de PLÁSTICO directamente. Utilizar siempre GUAANTES DE NITRILO y PAPEL DE ALUMINIO

Figura 13: Protocolo optimizado: muestreo cerámico durante el proceso de excavación.

cia en muchos casos del material necesario para manipular la muestra -guantes de nitrilo/papel de aluminio-, unido a la falta de concienciación que todavía tienen este tipo de analíticas en el campo de la arqueología, revierte negativamente en la degradación de los residuos orgánicos y en la contaminación de la muestra. Esta situación ha motivado la creación de un protocolo de muestreo destinado a la toma de la muestra durante el proceso de excavación en el yacimiento. Protocolo que se recoge de modo sintético en la siguiente tabla (Fig. 13) y cuyo objetivo es que se utilice de manera efectiva durante el proceso de excavación de la pieza en el yacimiento.

**AGRADECIMIENTOS**

Agradezco a mis compañeros del Proyecto de La Bastida su ayuda e interés por este trabajo y la disponibilidad de los materiales cerámicos incluidos en este trabajo. En especial agradezco al Profesor Rafael Micó Pérez sus consejos y comentarios realizados sobre este artículo.

Algunos de los temas aquí desarrollados se plantearon al amparo de los proyectos “Poder político y violencia en la sociedad de El Argar (2200-1550 cal ANE)”, (Ministerio de Economía y Competitividad, HAR2014-53860-P) y “Genealogías y redes en El Argar” (Ministerio de Economía, Industria y Competitividad, HAR2017-85962-P) y *Grup de Recerca d'Arqueologia Social Mediterrània* (AGAUR 2017SGR1044).

**BIBLIOGRAFÍA**

ACHE, M., DELGADO RAACK, S., MOLINA, E., RISCH, R. y ROSELL-MELÉ, A. (2017): Evidence of bee products processing: a functional definition of a specialized type of macro-lithic tool. *Journal of Archaeological Science: Reports*, 14: 638-650.

ARANDA, G. (2001): *El análisis de la relación forma-contenido de los conjuntos cerámicos del yacimiento arqueológico del Cerro de La Encina (Granada, España)*. British Archaeological Reports, International Series 927. Oxford.

— (2010): Entre la tradición y la innovación: el proceso de especialización en la producción cerámica argarica. *Revista de Prehistoria de Andalucía*. MENGA, 1:77-252.

ARCHER, N., CHARLES, ELLIOT, J. A. y JICKELLS, S. (2005): Changes in the Lipid Composition of Latent Fingerprint Residue with Time after Deposition on a Surface. *Forensic Science International*, 154 (2): 224-239.

BARCELÓ, J. A. (2007): *Arqueología y Estadística. Introducción Al Estudio de la Variabilidad de las Evidencias Arqueológicas*. Universidad Autònoma de Barcelona. Barcelona

BROWN, K. y BROWN, T. (2011): *Biomolecular Archaeology: An Introduction*. Wiley-Blackwell. Malden, MA.

BULL, I. D., ELHMMALI, M.D., ROBERTS, J. y EVERSLED, R. P. (2003): The application of steroidal biomarkers to track the abandonment of a roman wastewater course at the Agora (Athens, Greece). *Archaeometry*, 45(1):149-161.

- BUCKLEY, S.A., STOOT, A.W. y EVERSHERD, R. P. (1999): Studies of organic residues from ancient Egyptian mummies using high temperature-gas chromatography-mass spectrometry and sequential thermal desorption-gas chromatography-mass spectrometry and pyrolysis-gas chromatography-mass spectrometry. *The Analyst*, 124: 443-452.
- CAÑABATE, M.L. y SÁNCHEZ VIZCAÍNO, A. (1996): Análisis de indicadores bioquímicos en un atafor almohade. *Arqueología y Territorio Medieval*, 3: 293-296.
- CASTRO, P., CHAPMAN, P., COLOMER, E., GILI, S., GONZÁLEZ MÁRCEN, P., LULL, V., MICÓ, R., MONTÓN, S., RIHUETE, C., RISCH, R., RUIZ PARRA, M., SANAHUJA, M<sup>a</sup>E., TENAS, M. y VAN STRYDONCK, M. (1995): La Serie Radiocarbónica de Gatas (Turre, Almería). Diacronía y Fasificación del Deposito Arqueológico. *Anuario Arqueológico de Andalucía 1992*, II .27. Consejería de Cultura de la Junta de Andalucía: 27-37.
- CASTRO, P., CHAPMAN, P., ESCORIZA, T., LULL, V., MICÓ, R., RIHUETE, C., RISCH, R. y SANAHUJA, M<sup>a</sup> E. (2004): Sexta Campaña de Excavaciones en Gatas. La Meseta Superior del Cerro de Los Castellanes. *Anuario Arqueológico de Andalucía 2001*. Junta de Andalucía. Consejería de Cultura: 9-14.
- CASTRO, P., CHAPMAN, R., GILI, S., LULL, V., MICÓ, R., RIHUETE, C., RISCH, R. y SANAHUJA, M<sup>a</sup> E. (1999): Proyecto Gatas 2. La Dinámica Arqueoecológica de la Ocupación Prehistórica. *Monografías Arqueológicas*. Junta de Andalucía. Consejería de cultura.
- CHAPMAN, R., LULL, V., PICAZO, M. y SANAHUJA, Chapman, R.; Lull, V.; Picazo, M. y Sanahuja, M<sup>a</sup> E. (1987): *Proyecto Gatas. Sociedad y Economía en el Sudeste de España C. 2500-800 A.n.e. 1. La Prospección Arqueoecológica*. British Archaeological Reports, International Series, 348. Oxford.
- CHARTERS, S., EVERSHERD, R.P., BLINKHORN, P.W. y DENHAM, V. (1995): Evidence for the Mixing of Fats and Waxes in Archaeological Ceramics. *Archaeometry*, 31 (1): 113-127.
- CHARTERS, S., EVERSHERD, R.P., QUYE, A., BLINKHORN, P.W. Y REEVES, V. (1997): Simulation Experiments for Determining the Use of Ancient Pottery Vessels: The Behaviour of Epicuticular Leaf Wax During Boiling of a Leafy Vegetable. *Journal of Archaeological Science*, 24 (1): 1-7.
- COLOMER I SOLSONA, E. (1994): Pràctiques socials de manufactura ceràmica anàlisis morfològiques i tecnològiques al sud-est de la Península Ibèrica, 2200-1500 cal ane/. Tesis Doctoral. Barcelona: Universidad Autónoma de Barcelona.
- COMAS, M., JUAN-TRESSERRAS, J., GURRI, E. y BELTRÁN DE HEREDIA, J. (2006): Noves Aportacions sobre la producció de vi a la Laietània Romana: Instal.lacions Vinícoles I Anàlisis de Residus. *Quarhis: Quaderns d'Arqueologia I Història de La Ciutat de Barcelona*, 2: 92-107.
- CONNAN, J., NIEWENHUYSE, O.P., VANSAS, A y JACOBS, L. (2004): Bitumen in Early Ceramic Art: Bitumen-Painted Ceramics from Late Neolithic Tell Saby Abyad (Syria). *Archaeometry*, 46: 115-124.
- COOPER, I y TICE, P.A. (1995): Migration Studies on Fatty Acid Amide Slip Additives from Plastics into Food Simulants. *Food Additives and Contaminants*, 12: 235-244.
- CORR, L. T., HORTON, M. y EVERSHERD, R.P. (2005): A Novel Marine Dietary Indicator Utilising Compound-Specific Bone Collagen Amino Acid  $\delta^{13}C$  Values of Ancient Humans. *Journal of Archaeological Science*, 32: 321-330.
- CRAIG, O. E., SAUL, H., LUCQUIN, A., HISHIDA, Y., TACHÉ, K., CLARKE, L., THOMPSON, A., ALTOFT, D.T., UCHIYAMA, J., AJIMOTO, M., GIBBS, K., ISAKSSON, S., HERON, C.P. y JORDAN, P. (2013): Earliest Evidence for the Use of Pottery. *Nature*, 496: 351-354.
- DUDD, S.N., REGERT, M. y EVERSHERD, R.P. (1998): Assessing Microbial Lipid Contributions during Laboratory Degradations of Fats and Oils and Pure Triacylglycerols Absorbed in Ceramic Potsherds. *Organic Geochemistry*, 29: 1345-1354.
- EVERSHERD, R. P. (1990): Lipids from Samples of Skin from Seven Dutch Bog Bodies: Preliminary Report. *Archaeometry*, 32 (2): 139-53.
- (1992): Chemical Composition of a Bog Body Adipocere. *Archaeometry*, 34 (2): 253-265.
- (1993): Biomolecular Archaeology and Lipids. *World Archaeology*, 25 (1): 74-93.
- (2008): Organic Residue Analysis in Archaeology: The Archaeological Biomarker Revolution. *Archaeometry*, 50 (6): 895-924.
- EVERSHERD, R. P., BERSTAN, R., GREW, F., COPLEY, M.S., CHARTMANT, A.J.H., BARHAM, E., MORTRAM, H. y BROWN, G. (2004): Formulation of a Roman Cosmetic. *Nature*, 432: 35-36.
- EVERSHERD, R. P., DUDD, S.N., CHARTERS, S., MOTTRAM, H., SOOT, A.W., RAVEN, A., VAN BERGEN, P.F. y BLAND, H.A. (1999): Lipids as Carriers of Anthropogenic Signals from Prehistory. *Philosophical Transactions of the Royal Society London*, 354: 19-31.
- EVERSHERD, R. P., DUDD, S.N., CHARTERS, S., STOTT, A.W., LAWRENCE, G.J., GIBSON, A.M. CONNER, A., BLINKHORN, P.W. y REEVES, V. (1997): New Criteria for the Identification of Animal Fats Preserved in Archaeological Pottery. *Naturwissenschaften*, 84: 402-406.
- EVERSHERD, R. P., DUDD, S.N., COPLEY, M.S., BERSTAN, R., STOOT, A.W., MOTTRAM, H., BOCKLEY, S.A. y CROSSMAN, Z. (2002): Chemistry of Archaeological Animal Fats. *Accounts of Chemical Research*, 35: 660-668.
- EVERSHERD, R. P., DUDD, S.N., LOCKHEART, M.J. y JIM, S. (2001): Lipids in Archaeology. EN: POLLARD, D. y BROTHWELLA, A.M. (eds.): *Handbook of Archaeological Sciences*: 333-349.
- EVERSHERD, R.P. HERON, C., CHARTERS, S y GOAD, L.J. (1992): The Survival of Food Residues: New Methods of Analysis, Interpretation and Application. *Proceedings of the British Academy*, 77: 187-208.
- EVERSHERD, R.P., HERON, C. y GOAD, L.J. (1990): Analysis of Organic Residues of Archaeological Origin by High-

- Temperature Gas Chromatography and Gas Chromatography-Mass Spectrometry. *Analyst*, 115 (10): 1339-1342.
- FERREIRA HULME, A. N., MCNAB, H. y QUYUE, A. (2004): The Natural Constituents of Historical Textile Dyes. *Chemical Society Reviews*, 33: 329-336.
- GILL, A. H. (1906): Examination of the Contents of a Mycenaean Vase Found in Egypt. *American Journal of Archaeology*, 10 (3): 300-301.
- GONZÁLEZ GUERAO, J. A. (2010): La Tira Del Lienzo. Una Experiencia Didáctica de Investigación Arqueológica. *Cuadernos de La Santa*, 12: 229-235.
- GRENACHER, S. y GUERIN, P.M. (1994): Inadvertent Introduction of Squalene, Cholesterol, and Other Skin Products into a Sample. *Journal of Chemical Ecology*, 20 (11): 3017-3025.
- GUERRA DOCE, E. (2006): Evidencias del consumo de drogas en Europa durante la Prehistoria. *Trastornos adictivos: Organó Oficial de la Sociedad Española de Toxicomanías*, 8(1): 53-61.
- (2014): The origins of inebriation: archaeological evidence of the consumption of fermented beverages and drugs in Prehistoric Eurasia. *Journal of Archaeological Method and Theory*, 22: 751-782.
- GUERRA DOCE, E. y LÓPEZ SÁEZ, J.A. (2006): El registro arqueobotánico de plantas psicoactivas en la prehistoria de la Península Ibérica. Una aproximación etnobotánica y fitoquímica a la interpretación de la evidencia. *Complutum*, 17:7-24.
- HERON, C. y EVERSHED, R.P. (1993): The Analysis of Organic Residues and the Study of Pottery Use. *Archaeological Method and Theory*, 5: 247-284.
- HERON, C., EVERSHED, R.P. y GOAD, L.J. (1991): Effects of Migration of Soil Lipids on Organic Residues Associated with Buried Potsherds. *Journal of Archaeological Science*, 18: 641-659.
- JUAN-TRESSERRAS, J. (1999a): El Cultivo de La Vid y La Elaboración Del Vino En La Península Ibérica En La Antigüedad. EN: *El Vi a L'antiguitat: Economia, Producció I Comerç Al Mediterrani Occidental: II Col·loqui Internacional d'Arqueologia Romana, Actes (Barcelona 6-9 de Maig de 1998)*. Museo de Badalona: 82-92.
- (1999b): Consumo de La Adormidera (*Papaver Somniferum* L.) en El Neolítico Peninsular El Enterramiento M28 Del Complejo Minero de Can Tintore. *Sagvntvm. Papeles del Laboratorio de Arqueología de Valencia*, 2: 397-404.
- (2000a): La Arqueología de Las Drogas en La Península Ibérica. Una Síntesis de Las Recientes Investigaciones Arqueobotánica. *Complutum*, 11: 261-274.
- (2000b): La Cerveza: Un Producto de Consumo Básico Entre las Comunidades Ibéricas del N.E. Peninsular. *Sagvntvm. Papeles Del Laboratorio de Arqueología de Valencia*, 3: 141-148.
- (2004): Fuente Álamo (Almería): Análisis de Contenidos de Recipientes Cerámicos, Sedimentos y Colorantes Procedentes de Tumbas Argáricas. *Madrider Mitteilungen*, 45:132-139.
- JUAN-TRESSERRAS, J. y MATAMALA, J. (2005): Estudio de Residuos Microscópicos y Compuestos Orgánicos En Utilaje de Molido y Análisis de Contenido de Vasijas Cerámicas. En BUENO, P., DE BALBÍN, R. y BARROSO, R.(eds.): *El Dolmen de Azután (Toledo). Áreas de Habitación y áreas Funerarias En Al Cuenca Interior Del Tajo*. Universidad de Alcalá: 235-241.
- LULL, V. (1982): Discusión Cronológica de la Cerámica Sepulcral Argárica. *Cypsela*, IV: 61-67.
- (1983): *La Cultura de El Argar. Un Modelo Para el estudio de las Formaciones Económico-Sociales Prehistóricas*. Akal. Madrid.
- LULL, V., MICÓ, R., RIHUETE, C. y RISCH, R. (2009a): *Proyecto La Bastida. Memoria de Actuaciones 2009*. Presentada a la Dirección General de Bellas Artes y Bienes Culturales de la Consejería de Cultura y Turismo de la Región de Murcia. Murcia.
- (2009b): El Argar: La Formación de Una Sociedad de Clases. En SOLER HERNÁNDEZ M. J.A. y LÓPEZ, J.A. (eds.): *En los Confines Del Argar. Una Cultura de La Edad del Bronce en Alicante*. Museo Arqueológico de Alicante: 224-245.
- (2011): *Proyecto La Bastida. Memoria de Actuaciones 2010*. Presentada a la Dirección General de Bellas Artes y Bienes Culturales de la Consejería de Cultura y Turismo de la Región de Murcia. Murcia.
- (2012): Proyecto La Bastida: Economía, Urbanismo Y Territorio de Una Capital Argárica. *Verdolay*, 13: 57-70.
- LULL, V., MICÓ, R., RIHUETE, C., RISCH, R., CELDRÁN, E., FREGEIRO, M.I., OLIART, C. y VELASCO, C. (2013): *Memoria Actuación Arqueológica La Almoloya de Pliego, Murcia*. Presentada a la Dirección General de Bellas Artes y Bienes Culturales de la Consejería de Cultura y Turismo de la Región de Murcia. Murcia.
- (2015a): *La Almoloya (Pliego, Murcia), Ruta Argárica. Guías Arqueológicas*, 2. Ed.: Integral, Sociedad Para el Desarrollo Rural. Bullas (Murcia).
- (2015b): La Almoloya (Pliego-Mula, Murcia): Palacios y Élités Gobernantes en la Edad del Bronce. En: ZAPATA PARRA, J.A. (eds.): *El legado de Mula en la historia*: 40-59.
- MALAINÉY, M. E. (2011): *A Consumer's Guide to Archaeological Science: Analytical Techniques*. Springer. New York.
- MANZANO, E., GARCÍA, A., ALARCÓN, E., CANTARERO, S., CONTRERAS, F. y VÍLCHEZ, J.L. (2015): An Integrated Multianalytical Approach to the Reconstruction of Daily Activities at the Bronze Age Settlement in Peñalosa (Jaén, Spain). *Microchemical Journal*, 122: 127-136.
- MAURER, J., MÖHRING, T., RULLKÖTTER, J., y NISSENBAUM, A. (2002): Plant lipids and fossil hydrocarbons in embalming material of Roman period mummies from the Dakhleh Oasis, Western Desert, Egypt. *Journal of Archaeological Science*, 29(7): 751-762.
- MILLS, J.S. y WHITE, R. (1987): *The Organic Chemistry of Museum Objects*. Butterworth-Heinemann. Oxford.
- MOLINA, E. (2011): El artefacto en vida. Integración del análisis de residuos orgánicos en el estudio de la producción alfarera. *Estrat Crític: Revista d'Arqueologia*, 5 (2): 244-257.



- (2015): *La producción cerámica en el sudeste de la península ibérica Durante el iii y ii milenio a.n.e. (2200-1550 cal a.n.e): integración del análisis de residuos orgánicos en la caracterización funcional de los recipientes argáricos*. Tesis Doctoral. Universitat Autònoma de Barcelona. Barcelona.
- MOLINA, E. y ROSELL MELÉ, A. (2017): Aproximación a la interpretación funcional de las copas argáricas. Usos culinarios y no culinarios de un recipiente por descubrir. En MARQ, Museo Arqueológico de Alicante (eds.): *Tomad y bebed: una copa para un ritual milenario*. MARQ: 53-63.
- MOLINA GONZÁLEZ, F., RODRÍGUEZ-ARIZA, M.O., JIMÉNEZ, S. y BOTELLA, M. (2003): La sepultura 121 del yacimiento argárico de El Castellón Alto (Galera, Granada). *Trabajos de Prehistoria*, 60(1): 153-158.
- MUKHERJEE, A.J., GIBSON, A.M. y EVERSLED, R.P. (2008): Trends in Ping Product Processing at British Neolithic Grooved Ware Sites Traced through Organic Residues in Potsherds. *Journal of Archaeological Science*, 35: 2059-2073.
- OUDEMANS, T. F. M. (2006): *Molecular Studies of Organic Residues Preserved in Ancient Vessels*. Faculty of Archaeology. Leiden University. Leiden.
- OUDEMANS, T.F.M. y BOON, J.J. (1991): Molecular Archaeology: Analysis of Charred (food) Remains from Prehistoric Pottery by Pyrolysis-gas Chromatography/mass Spectrometry. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 20 (July):197-227.
- PARRAS, D., SÁNCHEZ VIZCAÍNO, A., RAMOS, N., RODRÍGUEZ-ARIZA, M.O. y ALFONSO, J. (2011): Identification of Fats and Beeswax in Ceramic Vessels of Tomb 121 of Castellón Alto (Galera, Granada). *Coalition*, 22: 7-13.
- PECCI, A., y CAU, M.A. (2010a): *Analysis of the Organic Residues in Ceramic and Plasters from the Project 'Excavating the Roman Peasant*. Universidad de Barcelona. Barcelona.
- (2010b): Análisis de Residuos Orgánicos En Ánforas: El Problema de La Resina y El Aceite. En: BLAZQUEZ MARTINEZ, J.M.<sup>a</sup>. y REMESAL RODRÍGUEZ, J. (eds.): *Estudios Sobre El Monte Testaccio (Roma) V*. Universidad de Barcelona: 593-600.
- REGERT, M. (2011): Analytical Strategies for Discriminating Archeological Fatty Substances from Animal Origin. *Mass Spectrometry Reviews*, 30: 177-220.
- REGERT, M., BLAND, H.A., DUDD, S.N., BERGEN, P.V.N. y EVERSLED, R.P. (1998): Free and Bound Fatty Acid Oxidation Products in Archaeological Ceramic Vessels. *Proceedings of the Royal Society of London. Series B: Biological Sciences* 265 (1409): 2027-2032.
- RICHMOND, R. y POMBO-VILLAR, E. (1998): Use of Persistent Trace Gas Chromatography Artifacts for the Calculation of Pseudo-Sadtlter Retention Indices. *Journal of Chromatography*, 811 (1-2): 241-245.
- SALQUE, M. (2012): Was Milk Processed in These Ceramic Pots? Organic Residue Analyses of European Prehistoric Cooking Vessels. En: FEULNER, M.; DOOM, F. y LEONARDI, N.J. (eds.): *May Contain Traces of Milk - Investigating the Role of Dairy Farming and Milk Consumption in the European Neolithic*. University of York: 127-141.
- SÁNCHEZ VIZCAÍNO, A. y CAÑABATE, M.A. (1998): *Indicadores químicos para la arqueología*. Jaén. Universidad de Jaén. Jaén.
- SÁNCHEZ VIZCAÍNO, A., PARRAS, D. y RAMOS, N. (2011): Análisis químico de contenidos en recipientes cerámicos". En: RUEDA GALAN, C. (ed.): *Territorio, Culto e Iconografía En Los Santuarios Iberos Del Alto Guadalquivir (ss. IV A.n.e.-I D.n.e)*. Universidad de Jaén: 221-226.
- SANTACREU, D.A. y ARANDA, G. (2014): Elección tecnológica y expresión social: análisis arqueométrico de cerámicas funerarias argáricas del cerro de San Cristobal (Ogijares, Granada). *Complutum*, 25 (1): 109-127.
- SCHUBART, H. (2000): Acerca de la evolución formal de la cerámica argárica. En: ARTEAGA, O. y SCHUBART, H. (eds.): *Fuente Álamo. Las excavaciones Arqueológicas 1977-1991 en el poblado de la Edad Del Bronce*. Consejería de Cultura de la Junta de Andalucía: 107-116.
- SIRET, E. y SIRET, L. (1890): *Las primeras Edades del Metal en el Sudeste de España*. Museo Arqueológico de Murcia. Murcia.
- SKIBO, J. M. (1992): *Pottery function: a use-alteration perspective*. Plenum Press. New York.
- SOBEL, H. y MARMORSTON, J. (1956): The Possible Role of Squalene as a Protective Agent in Sebum. *Cancer Research*, 16: 500-503.
- SOBOLIK, K. D. (1996): Lithic Organic Residue Analysis: An Example from the Southwestern Archaic. *Journal of Field Archaeology*, 23 (4): 461-469.
- STACEY, R. J. (1999): *Lipid Residues from Late Iron Age Pottery: Patterns and Processes in Their Absorption and Preservation*. University of Bradford. Bradford.
- (2009): Organic Residues: Origins, Analysis and Scope - an Overview for the Archaeological Ceramicist. *The Old Potter's Almanack*, 14 (1): 1-8.
- STEELE, V. (2013): Organic Residues in Archaeology: The Highs and Lows of Recent Research. En: BURTON, R. A. y ARMITAGE, J. H. (eds.): *Archaeological Chemistry VIII*. ACS Symposium Series.