

Estándar SWGDOC para métodos de prueba para la escritura forense Comparación de la tinta

INTRODUCCIÓN

Este estándar pretende ser un estándar general para los exámenes de tinta forenses, tanto para el examinador de documentos forenses (SWGDOC Estándar para el alcance de trabajo de los examinadores de documentos forenses) como para los especialistas en comparación de la tinta forense. El objetivo es incluir aquellas técnicas que proporcionarán la mayor información sobre una tinta con el menor daño al documento. Por lo tanto, este estándar se refiere a las técnicas bien informadas y probadas a fondo actualmente en uso por los examinadores de documentos en la práctica general y las instalaciones dedicadas de comparación de tinta forense.

Siguiendo los procedimientos descritos aquí, un examinador puede reconocer con precisión fórmulas de tinta y reducir la posibilidad de coincidencias falsas de muestras de tinta de diferentes fuentes o diferenciación incorrecta de muestras de tinta con un origen común.

1. Alcance

1.1 Este estándar tiene como objetivo ayudar a los examinadores forenses a comparar tintas de escritura o de marcado. En este esquema de análisis se incluyen las herramientas y técnicas necesarias para llegar a conclusiones sobre el origen común o diferente de dos muestras de tinta.

1.2 La identificación de fórmulas de tinta en cuanto a su fabricante o el tiempo de fabricación, así como la realización de exámenes de datación de tinta están fuera del alcance de este estándar.

1.3 Este estándar no pretende abordar todos los problemas de seguridad, si los hay, asociados con su uso. Es responsabilidad del usuario de este estándar establecer prácticas apropiadas de seguridad y salud y determinar la aplicabilidad de las limitaciones regulatorias antes de su uso.

2. Documentos de Referencia

2.1 Estándares:

ASTM D1535 Práctica para Especificar el Color por el Sistema Munsell

ASTM E131 Terminología Relacionada con la Espectroscopía Molecular ASTM E284 Terminología de Apariencia.

Estándar SWDOC para el alcance de trabajo de los examinadores de documentos forenses NIST / NBS

Estándar Muestra No. 2106 ISCC-NBS Centroid Color Gráficos NIST / NBS Pub. 440 Color: Lenguaje Universal y Diccionario de Nombres.

3. Terminología

3.1 Definiciones:

3.1.1 variación de lote a lote - dentro de una formulación de tinta, diferencia en la concentración de un componente de una fórmula de tinta debido a desviaciones durante la producción que están dentro del límite de tolerancia del fabricante.

3.1.2 cromatografía: método de separación de sustancias ampliamente utilizadas en la química analítica y preparativa. Implica el flujo de una fase líquida o de gas móvil sobre una fase estacionaria sólida o

líquida. A medida que la fase móvil fluye más allá de la fase estacionaria, un soluto experimentará adsorción y desorción repetidas y se desplazará a una velocidad que depende, entre otros factores, de su relación de distribución entre dos fases. Si sus relaciones de distribución son suficientemente diferentes, los componentes de una mezcla migrarán a velocidades diferentes y producirán un patrón característico (cromatograma).

3.1.3 fluorescencia: proceso por el cual el flujo radiante de ciertas longitudes de onda es absorbido y re-radiado no térmicamente en otras longitudes de onda normalmente más largas. (E284)

3.1.4 infrarrojo (IR) - que se refiere a un flujo radiante que tiene longitudes de onda mayores que las longitudes de onda de la luz, normalmente longitudes de onda de aproximadamente 760 nm a aproximadamente 3 mm. (E284)

3.1.5 energía radiante electromagnética luminosa que es visualmente detectable por el observador humano normal, energía radiante que tiene longitudes de onda de aproximadamente 380 nm a aproximadamente 780 nm. (E284)

3.1.6 luminiscencia: emisión de energía radiante durante una transición de un estado electrónico de un átomo, molécula o ión a un estado electrónico inferior. (E131)

3.1.7 metámero - especímenes que difieren en la reflectancia espectral pero que tienen colores que coinciden a la luz de una composición espectral, cuando son vistos por un observador, pero pueden no coincidir con otras composiciones espectrales o cuando son vistos por otro observador. (E284)

3.1.8 espectroscopia: en el sentido más general, la espectroscopia es el estudio de la absorción o emisión de energía electromagnética por una especie química en función de la energía incidente sobre esa especie.

3.1.9 fuente: objeto que produce luz u otro flujo radiante. (E284)

3.1.10 (UV) -referencia a un flujo radiante que tiene longitudes de onda más cortas que las longitudes de onda de la luz, normalmente longitudes de onda de aproximadamente 100 nm a 380 nm.

3.1.10.1 Onda larga de UV - Generalmente se refiere al rango espectral de UV-A, con longitudes de onda de aproximadamente 315 nm a 380 nm. La onda corta UV generalmente se refiere al rango espectral de UV-C, con longitudes de onda de aproximadamente 100 nm a 280 nm.

3.2 Definiciones de los términos específicos de este estándar:

3.2.1 bolígrafo de escritura de tinta o marcado de los medios destinados a ser utilizados en un bolígrafo. Típicamente, una tinta gruesa de alta viscosidad con una base de aceite, glicol o caucho.

3.2.2 Filtro dicróico: un filtro con dos bandas de transmisión. Estas bandas suelen estar ampliamente separadas, y pueden ser de tamaño significativamente diferente.

3.2.3 tintas de gel para escritura de tinta o marcadores destinados a ser utilizados en un bolígrafo tipo "gel". Las tintas de bolígrafo de gel constituyen una clase única de tintas de bolígrafo sin bolígrafo. Típicamente, la tinta de gel de pluma es una tinta acuosa de alta viscosidad, capaz de mantener un estado disperso o disuelto estable del material colorante incluso después de un período prolongado y que exhibe una alta fluidez bajo una fuerza de cizallamiento. La tinta contiene un material colorante (pigmento o colorantes), heteropolisacárido modificado con ácido y medio acuoso (agua y disolvente orgánico soluble en agua), en el que el agua constituye al menos el 50% en peso. Debido a la incorporación de pigmentos en estas formulaciones, los procedimientos esbozados en este estándar para evaluaciones tendrán un valor limitado.

3.2.4 luminiscencia infrarroja (IRL) -la emisión de energía radiante durante una transición de un estado electrónico excitado de un átomo, una molécula o un ion a un estado electrónico inferior (fluorescencia o fosforescencia o ambos), donde el espectro de la fuente está en la región ultravioleta (UV) o visible del espectro electromagnético, o ambos, y el espectro de la energía emitida está en la región infrarroja (IR) del espectro electromagnético.

3.2.5 fórmula de tinta: una receta precisa o conjunto de ingredientes y sus cantidades que el fabricante específico para el producto final de tinta. Estos ingredientes son colorantes (colorantes y pigmentos) y componentes del vehículo (disolventes volátiles, resinas, etc.).

3.2.6 coincidencia entre las muestras de tinta: la imposibilidad de distinguir entre muestras de tinta a un nivel dado de análisis. Lápiz de bolígrafo, instrumento de marcado, etc. Normalmente, un lápiz delgado, bajo o un lápiz de bolígrafo. Viscosidad con una base de agua o disolvente.

4. Significado y uso

4.1 Las comparaciones de tinta se realizan generalmente para responder a cuatro categorías básicas de pregunta: (1) si una tinta es la misma (en fórmula) que la de otras partes del mismo documento o de otros documentos; (2) si dos escritos con tinta similar tienen un origen común, es decir, el mismo instrumento de escritura o bien de tinta; (3) si la tinta de las entradas fechadas durante un período de tiempo es consistente con esa fecha o indica la preparación a la vez; (4) si la tinta es tan antigua como aparenta ser.

4.2 Los procedimientos establecidos en este estándar son directamente aplicables para dar una respuesta completa a sólo la primera de estas cuatro preguntas.

4.3 Con respecto a la segunda pregunta, la diferenciación de la fórmula (pregunta 1) indicaría una respuesta negativa a esta pregunta, al igual que la diferenciación con cualquiera de los métodos adicionales enumerados en la Sección 3. Sin embargo, cuando se trata de tintas contemporáneas, las muestras que implican un acuerdo en todos los aspectos observables de todas las técnicas consideradas en este estándar, aunque consistentes con un origen común, no serían suficientes para apoyar una opinión definida de origen común (2). La tinta contemporánea rara vez tiene individualidad suficiente para soportar una determinación de origen común a un nivel inferior al de la fabricación.

NOTA 1 - Las tintas contemporáneas producidas en serie se distribuyen generalmente como un componente en un instrumento de escritura completo o en un cartucho. Con tales envases, la tinta no está sujeta a la mezcla de tintas y exposición a la contaminación ambiental que podría individualizar la tinta de un pozo de tinta dado en un momento específico. Este tipo de análisis, potencialmente útil en el examen de documentos antiguos o preparados en determinadas circunstancias, está fuera del alcance de este estándar, al igual que el examen de la línea de tinta para individualizar el instrumento de escritura que lo produjo en función de sus características de rendimiento.

4.4 En cuanto a la antigüedad de la tinta, las técnicas de datación para determinar la antigüedad relativa de las muestras de tinta (de los mismos o diferentes documentos) o la cantidad absoluta de tiempo desde la escritura de una línea de tinta, son alcance de este estándar.

4.5 Sin embargo, con respecto a la pregunta número tres, puede ser de gran importancia en una situación forense en la que se emplee una escritura fechada durante un período de tiempo para determinar que está presente una o más de una fórmula de tinta, que el uso de diversas fórmulas de tinta se ajusta a un patrón, una fórmula de tinta en particular coincide con muestras de una fecha conocida, etc.

4.7 La comparación de muestras de tinta con analistas que no disponen de una biblioteca de tinta puede proporcionar información valiosa. Sin embargo, se puede dar significado adicional al significado de una

coincidencia si se conoce la rareza relativa o el carácter común de la fórmula de tinta. La familiaridad con o el acceso a una colección de referencia completa de tintas es útil para este propósito.

4.8 Al expresar las conclusiones, debe recordarse que una coincidencia indica que las muestras de tinta son de la misma fórmula o de dos fórmulas similares con los mismos componentes no volátiles. Siempre se debe considerar la posibilidad de que otras técnicas analíticas puedan diferenciarlas.

4.8.1 Por lo tanto, las conclusiones en esta situación nunca deben indicar que dos muestras de tinta son "idénticas" o "la misma tinta", sino que deben limitarse a declaraciones que indican "incapacidad para distinguir las muestras de tinta en este nivel de análisis" o " las pruebas químicas y físicas no detectaron diferencias entre las muestras de tinta ".

5. Interferencias

5.1 La mayoría de las interferencias con los exámenes de tinta provienen de variables que interactúan con la tinta. Éstos pueden ser parte del proceso de escritura, tal como tinta, o variaciones en el papel, o diversas formas de contaminación en el documento, o una combinación de estos. Las precauciones simples pueden evitar problemas.

5.2 Anote cualquier diferencia en el sustrato, como el uso de papel para diferentes documentos o páginas de un documento de varias páginas. Observe también y registre variaciones en el documento, como una firma escrita sobre una fotografía en un documento de identidad, papel multicolor con diferentes tintes o colores de impresión, intersecciones con material impreso o mecanografiado, etc.

5.3 Los resultados de la manipulación o prueba previa también deben ser anotados y registrados. Estos efectos pueden incluir decoloración o decoloración del envejecimiento, exposición a la luz o al calor, así como manchas de alimentos o bebidas, suciedad o grasa, celofán u otra cinta, adhesivos, sudoración o manchas de dedos, agua o productos químicos, incluyendo ninhidrina u otros reactivos para visualizar impresiones latentes de crestas de fricción, etc.

5.4 En los exámenes ópticos se debe tener en cuenta los posibles efectos de estas variables. En los análisis químicos deben utilizarse como blancos de papel los controles para estas variables.

6. Reactivos y equipos

NOTA 2 - Es importante que todos los reactivos no estén contaminados.

6.1 Pureza de Reactivos-Grado de Reactivo.

6.2 Pureza del agua destilada o equivalente.

6.3 Reactivos para pruebas puntuales, pruebas de solubilidad y extracción por TLC Solventes:

6.3.1 Piridina.

6.3.2 Etanol.

6.3.3 Agua.

6.3.4 Otros reactivos según lo exigen las Referencias (1, 3, 23).

6.4 Reactivos para la cromatografía de capa fina (TLC) Solventes en desarrollo:

6.4.1 Sistema disolvente I-Acetato de etilo, etanol, agua (70 + 35 + 30).

6.4.2 Sistema disolvente II-N-butanol, etanol, agua (50 + 10 + 15).

6.5 Otros solventes de extracción de tinta y desarrollo de disolventes de acuerdo con las Referencias (5, 6, 10).

6.6 Equipo para exámenes ópticos:

6.6.1 Estereomicroscopio:

NOTA 3 - La ampliación total de cinco a cien aumentos es un intervalo que se ha encontrado útil.

6.6.2 Lámparas UV o Caja de Luz, tanto con lámparas UV de onda larga como UV de onda corta.

6.6.3 Filtros de color (gelatina, vidrio coloreado, filtros de interferencia) según sea necesario para la diferenciación visual y fotográfica de las tintas.

6.6.4 Filtros dicróicos, Véase la referencia (11).

6.6.5 Equipo fotográfico u otro equipo de imagen con una película u otro sensor apropiado, iluminación y filtros para la diferenciación de muestras de tinta.

6.6.6 Equipos fotográficos u otros equipos de imagen con una adecuada película u otro sensor, iluminación y filtros para la grabación de infrarrojos reflejados (RIR) y de luminiscencia infrarroja (IRL).

6.6.7 Dispositivo o sistema de conversión de imágenes por infrarrojos con fuentes de luz y filtros adecuados para su uso en los modos RIR e IRL, así como equipos fotográficos u otros equipos de imagen apropiados, hardware y software para adquisición o procesamiento de imágenes, o ambos.

6.6.8 Filtros de Barrera para RIR e IRL-Filtros de paso largo, preferentemente de corte agudo, que bloquean el flujo visible. Gelatina, vidrio coloreado y filtros de interferencia adecuados están comercialmente disponibles (12, 13, 14).

NOTA 4 - Dado que las reacciones de tinta pueden variar, es aconsejable utilizar una serie de filtros con longitudes de onda cortadas desde el rojo a través del rango IR de la película o del detector.

6.6.9 Fuentes de excitación - Las fuentes de IRL incluyen: una lámpara de espectro continuo con un filtro para eliminar el flujo en la región infrarroja y roja distante del espectro, por ejemplo, una solución de sulfato de cobre al 10% al 15% en una celda con una luz de 1 cm a 3 cm de trayectoria, o filtros de vidrio coloreados o filtros de interferencia apropiados; o láser u otras fuentes monocromáticas.

NOTA 5 - Una variedad de fuentes con diferentes distribuciones espectrales o una variedad de filtros en una fuente de espectro continuo pueden ser útiles para discriminar muestras de tinta.

Cuando se utiliza una fuente filtrada, es aconsejable utilizar un filtro de absorción de calor entre la fuente y el filtro. Esto protege tanto el filtro (15) como elimina una parte significativa del flujo IR indeseable.

6.6.10 Equipo fotográfico u otro equipo de formación de imágenes para registrar las observaciones que se requieran.

6.7 Equipo para pruebas puntuales, pruebas de solubilidad y TLC: es importante que todo el equipo no esté contaminado.

6.7.1 Estereomicroscopio (Ver Nota 2).

6.7.2 Aguja hipodérmica, con un punto de taladrado hueco de aproximadamente 20 metros o punto embotado, bisturí o dispositivo de muestreo similar.

6.7.3 Frasco desechable o contenedor de muestra transparente-1 dram o menor sugerido.

6.7.4 Micropipetas desechables-se sugiere 10 µl o menos.

6.7.5 Placas de plástico o de vidrio recubiertas o placas de gel de sílice, sin indicador fluorescente (tamaño de poro de 60).

NOTA 6 - Se recomienda que las láminas / placas de TLC se mantengan en un desecador.

6.7.6 Depósito de revelado de vidrio con tapa hermética al aire: este tanque debe tener el tamaño adecuado para la chapa / placa que se está desarrollando.

6.7.7 Lámparas UV o Caja de Luz, tanto con lámparas UV de onda larga como UV de onda corta.

6.8 Equipos apropiados para los métodos adicionales enumerados en la Sección 8.

6.9 Todos los equipos y aparatos deben mantenerse y calibrarse adecuadamente.

7. Procedimiento

EXAMENES ÓPTICOS NO DESTRUCTIVOS

7.1 Examen de luz:

7.1.1 Determinar las condiciones de iluminación ambiente de la clase de tinta (bajo condiciones de luz natural o artificial), con o sin la ampliación que se requiera, determinar si la clase de tinta es un bolígrafo (6). Observe el aspecto general de la escritura. Anote y registre cualquier cosa que pueda proporcionar información sobre el tipo de instrumento de escritura o marcado utilizado. Por ejemplo, si hay una indentación por una pista central, entonces el instrumento de escritura puede ser un bolígrafo o marcador de bola rodante. Las sangrías dobles pueden indicar un plumín bifurcado o una pluma estilográfica. Este paso puede realizarse con el uso de estándares de referencia preparados con varias clases de instrumentos de escritura en diferentes sustratos.

7.1.2 Determinar la Condición de la Tinta y la Apariencia General de la Escritura y registrar la presencia de cualquier cosa que pudiera haber inducido un cambio en la tinta como se describe en la Sección 2; por ejemplo, manchas, quemaduras, envejecimiento, borrones, desvanecimientos, intentos de borrado mecánico o erradicación química, decoloraciones, etc.

7.1.3 Determinar el color de las tintas Las tintas que son metámeros pueden diferenciarse a veces por el uso de iluminantes con temperaturas de color o características espectrales variables, así como por iluminación de banda estrecha o láser. Varios filtros también pueden usarse para visión directa, fotografía o visualización electrónica, incluyendo filtros de banda ancha y estrecha, paso corto y largo, y filtros dicróicos (1, 6, 11, 16).

NOTA 7 - El uso de color puede ser útil para registrar estas observaciones.

7.1.4 La microspectrofotometría (17) puede ser útil en la diferenciación de tintas midiendo sus longitudes de onda de transmisión máxima o espectros de reflectancia, o ambos.

7.2 Examen ultravioleta (UV):

7.2.1 Observe la muestra de tinta bajo las fuentes UV de onda larga y de onda corta. Obsérvese y anote las características de fluorescencia de la tinta así como la emisión de cualquier fluorescencia (18). (Ver Nota 7.)

NOTA 8 - A excepción de algunas fórmulas rojas, pocas tintas fluorescentes en su estado seco sobre papel. A veces se observa un halo fluorescente alrededor de una línea de tinta; la migración capilar de un componente del vehículo en el sustrato es una causa conocida.

7.2.2 Anotar y registrar cualquier efecto del sustrato. La fluorescencia fuerte del papel puede afectar la percepción del observador de la tinta.

7.2.3 El examen UV puede revelar indicios de que el documento ha sido manchado por sustancias químicas u otro material que pueda afectar la comparación de la tinta, tal como se discute en la Sección 5 (7, 8, 9). Estos pueden incluir la detección del uso de eliminadores de tinta química, material de opacidad líquido o seco, celofán u otra cinta, adhesivos, etc., que pueden tener significado más allá de la comparación de tinta. Estos deben ser anotados y registrados.

7.3 Examen por infrarrojos (IR):

7.3.1 Determinar las características de infrarrojos reflejados (RIR) e infrarrojos (IRL) de la tinta: Dado que estos efectos están más allá del alcance de la visión humana, se requiere alguna extensión tecnológica del ojo.

7.3.1.1 Estas características pueden fotografiarse con una película sensible a infrarrojos u observarse directamente con un dispositivo de conversión de imágenes IR (7, 8, 11, 15, 16, 19, 20, 21). Con cualquiera de los sistemas, se requiere un filtro de barrera adecuado delante de el lente para bloquear el flujo visible (véase 6.6.8 y Nota 4). Para IRL también se requerirá una fuente adecuada (ver 6.6.9 y Nota 5).

NOTA 9 - Ambos sistemas fotográficos y electrónicos funcionan bien; cada uno tiene sus ventajas e inconvenientes. La fotografía proporciona un registro permanente de alta resolución de los resultados y las exposiciones largas pueden capturar la tenue luminiscencia. Sin embargo, las exposiciones pueden ser largas (hasta 20 minutos para una luminiscencia débil), y se requiere una experiencia considerable antes de dispensar el bracketing demorado en una serie de exposiciones usando diferentes filtros (19, 20). El tiempo necesario para procesar e imprimir también puede ser un problema.

Los sistemas electrónicos, incluyendo unidades con tubos de conversión de imágenes y sistemas de televisión de circuito cerrado, tienen la ventaja de obtener resultados en tiempo real, lo que facilita la optimización de las combinaciones de filtros, el enfoque, la exposición, etc. Estos sistemas son adecuados para la detección de lotes de documentos (como pasaportes) para las alteraciones. Sin embargo, la resolución es limitada, algunas luminiscencias débiles pueden no ser fáciles de detectar, y el equipo fotográfico o electrónico separado de la proyección de imagen se requiere para registrar resultados. Las modernas cámaras de vídeo de infrarrojos integrantes son capaces de detectar información IR débil que no se puede ver de otra manera.

7.3.2 Infrarrojos reflejados (RIR):

7.3.2.1 Registrar las características como opacas o transparentes, indicando el grado de opacidad. Cuanto más opaca es la tinta (cuanto más absorbe), más oscura parecerá; el menos opaco, el más ligero aparecerá,

hasta que parezca ser transparente o abandonar. Una escala arbitraria de cuatro puntos de -3 a 0 (opaco a transparente) puede ayudar a registrar estas observaciones.

7.3.3 Luminiscencia por infrarrojos (IRL):

7.3.3.1 Registrar las características IRL de la tinta relativa al sustrato como más oscura, similar o más clara, indicando el grado según sea apropiado. La tinta que se ilumina más brillantemente que el sustrato parecerá más clara que el sustrato; la tinta fuertemente luminiscente puede parecer brillar intensamente. Si la tinta no se enciende o no se aclara tan brillantemente como el sustrato, la tinta aparecerá más oscura que el sustrato (esto se denomina a veces luminiscencia negra o luminiscencia negativa). La tinta que se ilumina a una intensidad similar a la del sustrato parece invisible, y se dice que cae. Una escala arbitraria de siete puntos de -3 a 0 a +3 (negro a indistinguible a muy brillante) puede ayudar a registrar estas observaciones.

NOTA 10 - Dependiendo de las características del sustrato y la combinación de fuente o filtros, o ambos, la aparición de muestras de tinta con la misma fórmula puede variar de no luminiscente a fuertemente luminiscente. La apariencia de la luminiscencia de la tinta puede verse afectada por la cantidad de tinta y el sustrato.

7.3.3.2 A veces se observa un halo luminiscente alrededor de una línea de tinta; la migración capilar de un componente del vehículo en el sustrato es una causa conocida.

7.3.3.3 Las tintas que se iluminan con una intensidad similar pero no idéntica a veces se pueden diferenciar colocando un objeto que no se encuentra en la mina o que está brillantemente luminiscente detrás del sustrato (22).

7.4 Al registrar la fluorescencia UV, la absorción de IR y las características IRL de una muestra de tinta, es importante anotar y registrar cualquier influencia impartida por el sustrato. También es importante tener en cuenta factores (como los discutidos en la Sección 2) que pueden afectar los resultados de esta parte del examen (7, 8, 9).

7.5 La reacción de una muestra de tinta puede variar a diferentes longitudes de onda. Por lo tanto, en la diferenciación de muestras de tinta es útil utilizar una gama de diferentes fuentes de luz, filtros, combinaciones de filtros, etc. (16) (ver Nota 4 y Nota 5). Al anotar y registrar la reacción de la muestra de tinta, también registrar la fuente, filtros, etc. **EXAMENES QUÍMICOS**

7.6 Pruebas puntuales y pruebas de solubilidad:

7.6.1 La prueba puntual de una muestra de tinta se puede hacer directamente sobre el sustrato. El daño mínimo al documento es posible si los disolventes se aplican en pequeñas cantidades a la línea de tinta y los cambios resultantes se observan bajo ampliación. La prueba puntual de una muestra de tinta se puede hacer sobre una muestra retirada, si no está indicada la realización de la prueba in situ. Estos ensayos se pueden utilizar para diferenciar la tinta de bolígrafo y de no bolígrafo en base al disolvente que solubiliza el vehículo, para determinar el disolvente de extracción apropiado para el análisis subsiguiente, o para proporcionar información presunta sobre los colorantes usados en la fórmula de tinta.

NOTA 11- Estas pruebas pueden consumir una gran cantidad de material relativo a la cantidad de información proporcionada.

7.6.2 Los ensayos puntuales para determinar la solubilidad o reacción de color de una muestra de tinta a diversos reactivos se utilizaron una vez ampliamente para diferenciar fórmulas de tinta y para presuntamente identificar los constituyentes de una fórmula de tinta. La información sobre la fórmula más

antigua de la tinta se puede encontrar en Osborn (1) y Mitchell (3). Se ha realizado un estudio de tintas de bolígrafo azul más modernas y se ha publicado un esquema analítico (23).

7.6.3 En la actualidad, las pruebas puntuales se utilizan con mayor frecuencia para diferenciar la tinta de bolígrafo y de bolígrafo en base al disolvente que solubiliza el vehículo. Las tintas para bolígrafos están basadas en aceite o en glicol. Se utilizaron tintas de bolígrafo con base de aceite en los bolígrafos más antiguos. Generalmente, las tintas a base de glicol (ampliamente utilizadas desde alrededor de 1950) son muy solubles en piridina. Las tintas formuladas para plumas estilográficas, bolígrafos porosos y bolígrafos rodantes son generalmente a base de agua o alcohol y composiciones que son fácilmente solubles en etanol y agua (1 + 1) (2). Los marcadores indelebles están basados en disolventes y generalmente serían solubles en piridina. Anote y anote los resultados. Si se planea TLC, estos resultados se pueden usar para seleccionar el disolvente de extracción apropiado.

7.6.4 Estos ensayos, realizados in sitio o sobre una muestra retirada con diversos disolventes, pueden ser suficientes para determinar que dos o más muestras de tinta no son de la misma fórmula de tinta. En muchas situaciones, una vez que se hace tal determinación, pueden ser innecesarias otras pruebas.

7.7 Cromatografía en capa delgada (TLC) Se han utilizado con éxito muchas formas de cromatografía para diferenciar tintas de escritura, incluyendo cromatografía en papel, cromatografía líquida de alta presión (HPLC), cromatografía de gases (GC) y cromatografía de capa fina (TLC). Excepto para los elementos específicos del sustrato, el procedimiento para la cromatografía en papel es similar a la TLC (2, 5).

7.7.1 Activación de chapa TLC / placa Activar una lámina / placa de TLC en un horno precalentado (aproximadamente 100 ° C durante 10 a 15 minutos) inmediatamente antes de la mancha. Permita que la lámina o la placa se enfríen.

NOTA 12 - Calentar la chapa / placa simplemente evita la humedad de la placa. Si la lámina / placa estuviera almacenada en condiciones ideales de desecación, la activación sería teóricamente innecesaria; sin embargo, todavía sería aconsejable calentar la hoja / placa como precaución.

7.7.2 Muestreo para TLC:

7.7.2.1 Utilizando una aguja hipodérmica hueca o un dispositivo similar, retire un número suficiente de tapones (generalmente 7 a 10 tapones de tinta de una línea son suficientes). Si se utiliza un bisturí, retire aproximadamente 1 cm de la línea. El número longitudes de línea requerido depende de la concentración y solubilidad de la tinta.

7.7.2.2 Evite las áreas de muestreo en un documento que puedan estar contaminadas escribiendo en el reverso, o por manchas u otros contaminantes en ambos lados. (Véase la Sección 2)

7.7.2.3 Coloque los tapones de tinta en un vial.

7.7.2.4 Coloque el mismo número de tapones de papel (o del mismo tamaño de papel) de un área de control del sustrato en otro vial.

7.7.2.5 Si la escritura es limitada, técnicas de muestras pueden ser necesarias (24).

7.7.3 Extracción de la tinta:

7.7.3.1 Añadir aproximadamente 3 a 5 µl de disolvente (piridina para tintas de bolígrafo o etanol y agua (1 + 1) para tintas sin bolígrafo) a los viales. (Se pueden utilizar otros disolventes basados en la facilidad de extracción. Las tintas estándar de comparación deben haberse extraído utilizando el mismo disolvente.)

La cantidad puede variar dependiendo de la absortividad del sustrato y del tipo y edad de la línea de tinta. Ajuste la cantidad de solvente de extracción según sea necesario. Si se están analizando tanto tinta de bolígrafo como no de bolígrafo de la misma hoja de papel (u otro sustrato), serán necesarias dos muestras de control de papel ya que las extracciones de tinta requerirán dos disolventes y cada disolvente puede extraer diferentes componentes del sustrato.

7.7.3.2 Agite suavemente los tapones y el disolvente durante aproximadamente 1 min o hasta que se haya producido suficiente extracción. Observe y registre el color del extracto en el vial. El uso de la notación de color estándar puede ser útil en el registro de estas observaciones.

7.7.4 Detección de la tinta:

7.7.4.1 Localice el extracto en la lámina / placa de TLC activada aproximadamente a 15 mm del fondo designado de la placa. Es importante mantener la uniformidad en la intensidad y tamaño del punto (un tamaño de punto de aproximadamente 2 a 3 mm funciona bien). Las manchas no deben colocarse a menos de 1 cm del lado izquierdo o derecho de la placa y deben separarse adecuadamente para que no interfieran entre sí durante la migración de los componentes de la muestra. Los límites (izquierdo y derecho) de cada área a ser manchada se pueden trazar con un lápiz. No coloque estas marcas límite a menos de 1 a 2 mm del área de la placa a ser manchada. Esto es lo que no habrá interferencia para el sistema de disolventes que viajan por la placa. Si se utiliza un lápiz, no coloque el extracto directamente sobre la marca de lápiz o en el mismo carril ya que muchas tintas contienen carbono o grafito, al igual que los lápices.

7.7.4.2 Numerosas muestras de tinta se pueden analizar simultáneamente mediante manchado de cada muestra de tinta y papel en blanco en la misma hoja / placa cromatográfica con suficiente separación para evitar interferencia o contaminación cruzada, o ambas. Estos puntos deben ser iguales en intensidad y tamaño. Esto se puede conseguir mediante la manipulación del número de tapones de tinta (o longitud de la línea de tinta) y la cantidad de disolvente de extracción. Si se compara el número máximo de muestras en una hoja o placa, no coloque el extracto a menos de 1 cm de cada lado de la placa. Los puntos de extracción colocados más cerca del borde de una placa pueden causar una separación sesgada que puede afectar el valor comparativo del cromatograma.

7.7.4.3 Deje secar al aire la lámina / placa para eliminar cualquier disolvente residual. La cantidad de tiempo variará dependiendo de las condiciones de laboratorio y del (los) disolvente (s) utilizado (s). No exponga la lámina / placa a calor o luz extrema durante el procedimiento de manchado. Esto ha demostrado inducir cambios en los cromatogramas resultantes de algunas fórmulas de tinta (5, 9).

7.7.4.4 Si la intensidad del punto es débil, puede ser necesario repetir. Esto se hace mediante la aplicación cuidadosa de extracto adicional directamente sobre el lugar original y el aire de secado de nuevo.

NOTA 13 - Esta técnica requiere experiencia. Es importante mantener el tamaño del punto constante cuando se vuelve a examinar (por ejemplo, no coloque una mancha de 1 mm sobre un punto existente de 2 mm). De lo contrario, puede crear anillos que pueden sesgar la apariencia de la separación resultante, se puede lograr a través del ajuste cuidadoso de la cantidad de extracto que se manchan.

7.7.4.5 Se recomienda el uso de un estándar de calibración adecuado. Debe ser manchado en la placa de la misma manera.

7.7.5 Desarrollo de la hoja / placa de TLC:

7.7.5.1 Colocar la lámina / placa en un tanque de revelado previamente equilibrado durante aproximadamente 15 minutos con el Sistema Disolvente I. El nivel de disolvente en el tanque debe estar entre 5 y 10 mm y no debe tocar los puntos de extracción de tinta cuando se sumerge inicialmente. Dejar

que el cromatograma se desarrolle hasta que los componentes muestren una separación suficiente para permitir la comparación o durante aproximadamente 15 min.

7.7.6 Evaluación:

7.7.6.1 Retire el cromatograma del tanque de revelado y evalúe inmediatamente las características fluorescentes usando fuentes UV de onda larga y UV de onda corta. Observe y registre el color, las características fluorescentes, el factor de retardo (valor R) y la concentración relativa de todas las bandas fluorescentes presentes para cada muestra de tinta.

7.7.6.2 Siga el mismo procedimiento para el control de papel (u otro sustrato) correspondiente (blanco), para determinar si existe alguna contribución del sustrato, por ejemplo, de materiales de teñido o abrillantadores ópticos (5).

7.7.6.3 Deje que la hoja / placa se seque al aire y vuelva a evaluarla de nuevo siguiendo los mismos procedimientos. Anote y registre cualquier cambio.

NOTA 14 - El aspecto de ciertos componentes fluorescentes puede cambiar en el tiempo entre estas dos observaciones. 7.7.6.4 Bajo luz ambiental, anotar y registrar el color, el valor R_f y la concentración relativa de todas las bandas presentes para cada muestra de tinta y control.

7.7.6.5 La placa terminada debe almacenarse lejos de la luz, el calor y el aire, ya que, en su forma separada, los tintes de tinta son muy susceptibles al desvanecimiento o cambio de color. Los resultados pueden ser preservados por la fotografía en color.

7.7.7 Interpretación:

7.7.7.1 Las muestras de tinta con composiciones de colorantes cualitativamente diferentes pueden distinguirse fácilmente por comparación de las características observadas en 7.7.6.

8. Métodos Adicionales

8.1 Si se necesita más información para distinguir tintas similares, puede probarse alguna de las siguientes técnicas.

8.1.1 Técnicas adicionales de cromatografía de capa fina (TLC):

8.1.2 El Sistema Disolvente II permite el desarrollo en un sistema disolvente de una polaridad diferente que puede afectar a una separación diferente de los componentes (2, 4).

8.1.3 Puede ser aconsejable utilizar una lámina / placa de TLC diferente junto con los sistemas de disolventes adicionales. Esto puede dar una separación diferente y permitir otros medios de comparación (2, 4, 10).

8.1.4 Los cromatogramas se pueden evaluar con ayuda de láser u otra iluminación monocromática, RIR e IRL, u otras técnicas descritas en 7.1.3.

8.1.5 Los cromatogramas pueden ser visualizados y las densidades evaluadas usando la instrumentación apropiada. Esto puede dar una comparación cuantitativa exacta de las concentraciones relativas de los componentes (5).

8.2 Otras Técnicas Analíticas:

8.2.1 Estas técnicas pueden proporcionar información valiosa sobre los componentes que se encuentran en las tintas, incluyendo disolventes, tensioactivos, humectantes y resinas. Pueden ser útiles en ciertas situaciones, pero generalmente no son necesarios para realizar comparaciones de tinta de rutina.

8.2.1.1 La variación de lotes a lotes dentro de una fórmula de tinta puede ser detectable utilizando métodos analíticos, tales como cromatografía, electroforesis, espectrometría, espectrofotometría o una combinación.

8.2.2 La Espectroscopía Infrarroja por Transformación de Fourier (FTIR) puede ser útil cuando se necesita información detallada sobre la composición orgánica de una tinta (4, 25).

8.2.3 La cromatografía de gases (GC), la cromatografía de gases y la espectrometría de masas (GC / MS) pueden proporcionar información sobre los componentes orgánicos (4). La GC / MS que opera en el modo de monitorización de iones seleccionado permite una detección e identificación fiable de los disolventes del vehículo primario de la tinta (28).

8.2.4 La cromatografía líquida de alta presión (HPLC) se ha utilizado para recopilar información sobre la variación de lote a lote o cuando se necesita información detallada sobre la composición orgánica de una tinta (26).

8.2.5 La microspectrofotometría puede utilizarse para obtener la curva de transmitancia espectral de la tinta o la curva de reflectancia, o ambas (17).

8.2.6 La espectrofluorimetría se ha utilizado cuando se desea un espectro de emisión (27).

8.2.7 La Espectroscopia de Fluorescencia de Rayos X (XRF) puede proporcionar información detallada sobre los componentes inorgánicos de una tinta (5).

8.2.8 La electroforesis capilar se ha utilizado para proporcionar comparaciones orgánicas detalladas de dos o más tintas (29).

9. **Presentación de Informes Conclusiones**

9.1 Las conclusiones resultantes de la comparación de dos muestras de tinta se pueden alcanzar una vez que se han realizado suficientes exámenes. En la presentación de las conclusiones se enumerarán las pruebas realizadas. El número de pruebas necesarias depende de las tintas implicadas.

9.2 Diferenciación:

9.2.1 Si se encuentran diferencias significativas, reproducibles e inexplicables entre muestras de tinta en cualquier nivel de los análisis ópticos o químicos, se puede concluir que las tintas no tienen un origen común.

9.2.2 Sin embargo, cuando las tintas dan diferentes resultados de ensayo, debe considerarse la posibilidad de variación de lote a lote dentro de una fórmula de tinta: este tipo de variación puede ser detectable utilizando métodos analíticos, tales como cromatografía, electroforesis, espectrometría, espectrofotometría, o una combinación. También deben considerarse las influencias potenciales de los factores interferentes que pueden alterar la composición de una muestra de tinta (ver Sección 5).

9.3 Partidos:

9.3.1 Cuando la comparación de dos o más muestras de tinta mediante análisis ópticos o químicos, o ambas, no revela diferencias significativas, reproducibles, inexplicables y existe un acuerdo significativo en todos los aspectos observables de los resultados, puede concluirse que las muestras de tinta coinciden a ese nivel de análisis y que los resultados del examen indican que las muestras de tinta son de la misma fórmula o de dos fórmulas similares con los mismos componentes no volátiles (2). Debe considerarse la posibilidad de que otras técnicas analíticas puedan diferenciar las muestras.

9.3.2 Esta conclusión no elimina la posibilidad de que las muestras de tinta que se comparen sean de diferentes lotes de fabricación o de diferentes instrumentos de escritura o marcado (2).

9.3.3 Los informes de conclusiones nunca deben indicar que dos muestras de tinta son idénticas o la misma tinta. Las declaraciones deben estar dentro de los límites de 9.3.1.

10. Palabras clave

10.1 ciencias forenses; comparación de tinta; documentos cuestionados

REFERENCIAS

(1) Osborn, A. S. *Questioned Documents*, 2d ed., Boyd Printing Co., Albany, NY, 1929.

(2) Crown, D. A., Brunelle, R. L. and Cantu, A. A. "Parameters of Ballpoint Ink Examination," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 21, 1976, pp. 917–922.

(3) Mitchell, C. A. *Inks: Their Composition and Manufacture, Including Methods of Examination and a Full List of British Patents*, 4th ed., Charles Griffin & Co., Ltd., London, 1937.

(4) Brunelle, R. L. and Pro, M. J. "A Systematic Approach to Ink Identification," *Journal of Official Analytical Chemistry*, Vol 55, 1972, pp. 823–826.

(5) Brunelle, L. R. and Reed, R. W. *Forensic Examination of Ink and Paper*, Charles C Thomas, Springfield, IL, 1984.

(6) Kelly, J. D. and Cantu, A. A. "Proposed Standard Methods for Ink Identifications," *Journal of Official Analytical Chemistry*, Vol 58, 1975, pp. 122–125.

(7) Ordidge, M. and Totty, R. N. "The Examination of Ink Writing on Photographic Paper," *Journal of the Forensic Science Society*, Vol 24, 1984, pp. 43–47.

(8) Sensi, C. A. and Cantu, A. A. "Infrared Luminescence: Is It a Valid Method to Differentiate Among Inks?" *Journal of Forensic Sciences*, Vol 27, 1982, pp. 196–199.

(9) Stewart, L. F. "Artificial Aging of Documents," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 27, 1982, pp. 450–453.

(10) Hamilton, R. J. and Hamilton, S. *Thin Layer Chromatography*, John Wiley & Sons, Inc., Chichester, UK, 1987.

(11) Godown, L. "New Nondestructive Document Testing Methods," *Journal of Criminal Law, Criminology, and Police Science*, Vol 55, 1964, pp. 280–286.

(12) Eastman Kodak, *Kodak Filters for Scientific and Technical Uses*. Eastman Kodak Co., Rochester, NY.

- (13) Kopp, Color Filter Glasses, Kopp Glass, Pittsburgh, PA, 1986.
- (14) Schott, Optical Glass Filters, Schott Glass Technologies, Durea, PA.
- (15) Hoover, H. L. and MacDonell, H. L. "Infrared Luminescence Using Glass Filters," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 9, 1964, pp. 89–99.
- (16) Veillon, P., Rothenbuehler, O. and Mathyer, J. "Some Remarks on the Optical Examination of Inks," *International Criminal Police Review*, Vol 27, No. 11, November 1972. No. 262, pp. 238–255.
- (17) Zeichner, A., et al. "Transmission and Reflectance Microspectrophotometry of Inks," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 33, 1988, pp. 1171–1184.
- (18) Eastman Kodak, Ultraviolet and Fluorescence Photography. Eastman Kodak Co., Rochester, NY.
- (19) Costain, J. E. and Lewis, G. W. "A Practical Standard to Infrared Luminescence Applied to Questioned Document Problems," *Journal of Police Science and Administration*, Vol 1, 1973, pp. 209–218. (20) Eastman Kodak, Applied Infrared Photography, Eastman Kodak Co., Rochester, NY.
- (21) Richards, G. B. "The Application of Electronic Video Techniques to Infrared and Ultraviolet Examinations," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 23, 1977, pp. 53–60.
- (22) Radley, R. W. "Examination of Infrared Luminescence Responses of Ballpoint Inks Using Luminescent Backgrounds," *International Journal of Forensic Document Examiners*, Vol 2, No. 2, April/June 1996, pp. 151–152. (23) Crown, D. A., Conway, J. A. and Kirk, P. L. "Differentiation of Blue Ballpoint Pen Inks," *Journal of Criminal Law, Criminology, and Police Science*, Vol 52, 1961, pp. 338–343.
- (24) Kuranz, R. L. "Technique for Transferring Ink from a Written Line to a Thin-Layer Chromatographic Sheet," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 31, 1986, pp. 655–657.
- (25) Humecki, H. "Experiments in Ballpoint Ink Aging Using Infrared Spectroscopy," *Proceedings of International Symposium on Non-Handwriting Aspects of Questioned Document Examination*, U.S. Government Printing Office, Washington, DC, 1985, pp. 131–135.
- (26) Lyter, A. H. "Examination of Ballpen Ink by High Pressure Liquid Chromatography," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 27, 1982, pp. 154–160.
- (27) Kelly, J. H. "Spectrofluorometric Analyses of Ball Point Ink," *Journal of Police Science and Administration*, Vol 1, 1973, pp. 175–181.
- (28) Aginsky, V. N. "Dating and Characterizing Writing, Stamp Pad and Jet Printer Inks by Gas Chromatography/Mass Spectrometry," *International Journal of Forensic Document Examiners*, Vol 2, No. 2, April/June 1996, pp. 103–115.
- (29) Fanali, S. and Schudel, M. "Some Separations of Black and Red Water-Soluble Fiber-Tip Pen Inks by Capillary Zone Electrophoresis and Thin Layer Chromatography," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 36, 1991, pp. 1192–1197.