

MÉTODOS MODERNOS PARA LA DATACIÓN DE LAS TINTAS EN DOCUMENTOS. LIMITACIONES Y PROPUESTAS

Modern methods for the datation of inks in documents. Limitations and proposals

Oscar DÍAZ-SANTANA

*Laboratorio de Grafística y Documentoscopia del Servicio de Criminalística
Instituto Canario de Análisis Criminológico (ICAC), Las Palmas, España
administracion@icac-canarias.com*

Francisco CONDE-HARDISSON

Agilent Technologies. Chemical Analysis. Madrid. España

Daura VEGA-MORENO

*Tecnologías, Gestión y Biogeoquímica Ambiental. Departamento de Química
Universidad de Las Palmas de Gran Canaria (ULPGC), Las Palmas, España
daura.vega@ulpgc.es*

RESUMEN: La determinación de la fecha aproximada de documento es una necesidad a nivel judicial cada vez más acuciante. Para ello se requiere de metodologías analíticas estandarizadas que permitan la datación de las tintas y del papel, integrando estos resultados analíticos con otras técnicas convencionales para el estudio de la data aproximada del documento.

Los métodos existentes requieren de una intercomparación y validación para diferentes tipos de muestras reales de tintas y de papeles, en colaboración con distintos laboratorios. Esta validación y comparación debe realizarse utilizando muestras reales de envejecimiento conocido y en condiciones de almacenamiento controladas.

Se han analizado y validado los principales métodos de datación de tintas existentes y que se están empleando en varios laboratorios forenses para resolver las demandas judiciales de falsedad documental. Utilizando diferentes tipos de tintas se han aplicado en este trabajo las principales técnicas convencionales y se han comparado los resultados con metodologías combinadas de regresión múltiple para realizar aproximaciones relativas a la data de un documento.

Las metodologías utilizadas para la datación de las tintas en los documentos se fundamentan en la determinación de disolventes y colorantes mediante cromatografía de gases con espectrometría de masas (GC-MS) y cromatografía líquida con detector diodo de array (HPLC-DAD), respectivamente. Los métodos combinados que determinan tanto disolventes

como colorantes son los que presentan resultados más reproducibles para mayores períodos de tiempo tras la deposición de la tinta.

Los resultados de las curvas de envejecimiento de las tintas analizadas se han realizado para seis tintas diferentes, azul y negro de tres marcas comerciales, Inoxcrom[®], Montblanc[®] y Sigma[®], y se han validado con muestras reales de tintas depositadas en un período de 0 a 5 años, almacenadas en condiciones controladas y analizadas mensualmente.

Palabras clave: datación; documentos; papeles; tintas; disolventes; colorantes; resinas; cromatografía; espectroscopia; quimiometría.

ABSTRACT: Determining the approximate date of a document is an increasingly pressing legal necessity. This requires standardised analytical methods that enable us to date inks and the paper, and to integrate these analytical results with other conventional techniques for studying the approximate date of the document.

Existing methods require comparison and validation for different kinds of real samples of inks and papers, in collaboration with different laboratories. This validation and comparison must be conducted by using real samples of known age in controlled storage conditions.

The main methods of dating inks currently used in forensic laboratories to answer legal demands regarding document forgery have been analysed and validated. The main conventional techniques have been applied to different inks in this paper and the results have been compared with combined multiple regression methodologies for dating a document.

The methodologies used for dating the inks on documents are based on determining the solvents and dyes using gas chromatography with mass spectrometry (GC-MS) and liquid chromatography with diode array detector (HPLC-DAD), respectively. The combined methods that determine both solvents and dyes present the most reproducible results for longer periods of time after the ink is deposited.

The results of the ageing curves of the inks analysed have been calculated for six different blue and black inks of three commercial brands: Inoxcrom[®], Montblanc[®] and Sigma[®], and they have been validated with real samples of inks deposited in a period of 0 to 5 years, stored under controlled conditions and analysed once a month.

Keywords: dating; documents; papers; inks; solvents; colorants; resins; chromatography; spectroscopy; chemometrics.

I. INTRODUCCIÓN

La determinación aproximada de la fecha en la que se ha realizado un documento es una información muy valiosa en los procesos judiciales y cada vez más demandada por los Tribunales de Justicia. En este sentido, la datación de un documento permite detectar alteraciones o falsificaciones de

los mismos mediante la búsqueda de anacronismos existentes con la fecha en él consignada (Cantú 1996; Ezcurra et al. 2010).

Considerando la falta de información sobre la tinta utilizada en el documento a analizar, como pueden ser las condiciones de almacenamiento del documento, la evolución a lo largo del tiempo de los compuestos de las tintas y sus concentraciones iniciales, establecer una metodología de datación no es un proceso sencillo de realizar. (Weyermann et al. 2011).

Por este motivo, es necesario utilizar técnicas analíticas específicas que complementen las técnicas convencionales utilizadas en el análisis de un documento, como puede ser el formato del papel, el tipo de letra, las marcas de agua o los sistemas de impresión, así como el estudio de las características de los sustratos físicos de los papeles.

Los diferentes métodos de datación siguen prestando una especial atención a las curvas de envejecimiento de las tintas, cuyas metodologías publicadas recientemente se basan en el estudio experimental de la evolución de la concentración relativa de sus componentes (Díaz-Santana, Vega-Moreno y Conde-Hardisson 2017; Ortiz-Herrero et al. 2018; San Román et al. 2015; Koenig, Magnolon y Weyermann 2015).

Actualmente existen dos enfoques principales fundamentales para datar las tintas depositadas en documentos manuscritos: el enfoque estático, en el que se determina la composición cualitativa del documento, y se buscan las fechas en las que fueron introducidos dichos compuestos en el mercado; y los enfoques dinámicos, en los que se estudia la evolución de los compuestos de las tintas en función del tiempo, o bien, su variación después haber sido sometidos a diferentes procesos de envejecimiento artificial (Aginsky 1996a).

La mayor parte de los estudios de datación se han basado en enfoques dinámicos donde se monitoriza el secado de los disolventes (Bügler, J.H., Buchner y Dallmayer 2008) y la degradación de los colorantes a lo largo del tiempo (Confortin et al. 2010). También se han utilizado parámetros de envejecimiento y evolución de las cinéticas de reacción (Weyermann et al. 2011). El principio científico de los enfoques dinámicos se basa en que si dichos parámetros son reproducibles, dentro de unos rangos de error aceptables, es posible determinar la edad aproximada de una entrada de tinta en el papel (Koenig y Weyermann 2017b, 2017a).

Las tintas de escritura se dividen en tres grandes grupos: tintas viscosas de bolígrafos; tintas fluidas de roller-ball o rotuladores; y, por último, las denominadas tintas gel, siendo las tintas de los bolígrafos las más usadas y las más estudiadas en las metodologías de datación de tintas utilizando enfoques dinámicos.

Todas las tintas se caracterizan por tener una fracción de colorantes (frecuentemente mezclas de tintes y pigmentos) disueltas en un vehículo portador de carácter volátil (mezcla de disolventes). Además las tintas tienen en su composición resinas y otros aditivos que confieren a la mezcla las propiedades idóneas para una adecuada escritura y secado (Ezcurra et al. 2010).

Cuando la tinta se deposita en un papel, los principales cambios que se producen son la polimerización y endurecimiento de las resinas, la volatilización de los disolventes y la degradación de los colorantes (Weyermann, Kirsch y Spengler 2007).

Desde el punto de vista cuantitativo, los cambios más drásticos suceden en los disolventes, ya que la mayor parte de los compuestos volátiles se evaporan en los primeros minutos, justo después de

que la tinta se deposite en el papel (Cantú 1998). Esta pérdida de disolventes que tiene lugar en los primeros minutos puede ser superior al 90% de la concentración inicial (Cantú 1996). Posteriormente, la cantidad de compuestos volátiles disminuye de forma gradual en un intervalo aproximado de 5 años, quedando luego en reposo (San Román et al. 2015). El tiempo exacto hasta alcanzar el reposo es variable y depende de la formulación de la tinta y de las condiciones de almacenamiento, si bien, por ahora no se han descrito evoluciones constatables de los disolventes en tintas que tengan una antigüedad superior a los 5 años (San Román et al. 2015).

Por otro lado, la cinética de la degradación de los colorantes es mucho más lenta y abarca periodos de tiempo mucho mayores, apareciendo con el paso del tiempo productos de degradación (Liu et al. 2017). Los pigmentos son muy estables y prácticamente no existen estudios de datación de los mismos usando enfoques dinámicos (Liu, Kralj-Cigić y Strlič 2017).

Por último, los estudios de datación de las tintas mediante la polimerización o endurecimiento de las resinas son prácticamente inexistentes. Este comportamiento descrito para disolventes y colorantes ha sido aceptado por los modelos teóricos que intentan explicar porque los disolventes de las tintas quedan en reposo acorde a los datos experimentales de volatilidad (Cantú 1996, 1995).

La complejidad de los procesos de envejecimiento, una vez la tinta se deposita en el papel, hace difícil la interpretación de los resultados experimentales para un tipo de tinta en particular, y más aún, extrapolarlos al resto de las tintas (Starrs 1994). Además, estas cinéticas de envejecimiento se encuentran influenciadas no sólo por su composición inicial y por las condiciones ambientales de almacenamiento, sino también por la exposición a la luz, humedad, temperatura y otros factores como las manchas de grasa, los cosméticos, colonias, etc. (Cantú 1995).

Las metodologías analíticas actuales para la datación de tintas tienen muchas limitaciones (Díaz-Santana, Conde-Hardisson, and Vega-Moreno 2018). Los principales métodos desarrollados únicamente permiten establecer si la tinta ha sido depositada en los últimos meses (San Román et al. 2015), o bien, comparar de forma relativa dos tintas presentes en un mismo documento usando fechados relativos en el marco de los enfoques dinámicos (Cantú y Prough 1987).

Por este motivo y considerando las crecientes demandas forenses, se hace necesario ampliar los estudios en este campo mediante la aplicación de metodologías analíticas existentes a diferentes modelos y distintos tipos de tintas para su validación e inter-comparación por diferentes laboratorios. Además, también es importante establecer nuevas metodologías, únicas o combinadas, que permitan datar con mayor exactitud la fecha de deposición de una tinta en un documento (San Román et al. 2015).

II. LOS PRINCIPALES MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DATACIÓN DE LAS TINTAS EN LOS DOCUMENTOS

Las crecientes investigaciones científicas han puesto de relieve diferentes metodologías de datación de tintas en documentos. En España estas metodologías no están ni estandarizadas ni acreditadas oficialmente. Las diferentes policías internacionales, tales como los servicios secretos de EE.UU., la policía transfronteriza de Canadá, o bien, la policía alemana, vienen aplicando desde 1970, y en el ámbito forense, este tipo de metodologías de datación de tintas en los documentos. Así, la

Oficina Central de Investigación Criminal del estado de Bavaria (BKA), en Alemania, ya dispone de una metodología acreditada desde 2009 mediante una norma ISO 17025.

Dentro del marco europeo, también se ha puesto de manifiesto la importancia de este tipo de metodologías de datación de documentos en el proyecto financiado por la Red Europea de Institutos de Ciencias Forenses (ENFSI), institución fundada en 1995 con el objetivo de mejorar el intercambio de información en el campo de las ciencias forenses dentro de las policías europeas. La investigación financiada en el año 2011, con el título *“Dating of questioned documents by resins and binders in ballpoint ink entries”*, dirigida por la BKA (Wiesbaden, Alemania) pretende desarrollar una metodología basada en la monitorización en el tiempo de las resinas y los aglutinantes en las formulaciones de las tintas al objeto de alargar el rango de tiempo en el que podemos datar las tintas.

Las metodologías actualmente publicadas para la datación de las tintas en los documentos permiten datar las mismas en los primeros meses de antigüedad, o bien, en los primeros cinco años cuando se conoce la marca de la tinta y esta coincide con la que se dispone monitorizada en una librería de referencia.

Los principales métodos de datación de tintas en documentos se clasifican en tres enfoques metodológicos basados en determinar, de forma aproximada o relativa, la fecha de deposición de una tinta de bolígrafo sobre el papel (Purdy 2010):

- Métodos de datación estáticos: Análisis de los ingredientes del papel y las tintas de escritura, caracterizando productos específicos que se conocen han sido añadidos por el fabricante a partir de una fecha concreta (Cantú 1995; Bügler, Graydon y Ostrum 2010).
- Métodos de datación relativa: se basan en comparar dos muestras independientes de tintas depositadas en el mismo documento, comparando los resultados entre sí, cuya limitación es que las tintas deben tener la misma formulación química (Cantú y Prough 1987).
- Métodos de datación dinámicos: Estudio de la evolución temporal de la concentración de uno o varios componentes de las tintas, concretamente, los disolventes, los colorantes, las resinas y los aglutinantes (Brunelle 1995).

La mayor parte de los métodos desarrollados se basan en la datación dinámica, estudiando los procesos de envejecimiento de la tinta una vez la misma se ha depositado en el papel, ya que en el interior del bolígrafo no hay envejecimiento de la tinta (Andrasko y Kunicki 2005; Grim, Siegel y Allison 2002). Se analiza la concentración de disolventes y de los colorantes mayoritariamente, en diferentes períodos de tiempo, estudiando diversos factores de proporción entre ellos (Aginsky 1998; Andrasko 2009; Bügler, J.H., Buchner y Dallmayer 2008; Laporte et al. 2004; San Román et al. 2015; Koenig, Magnolon y Weyermann 2015).

Considerando los errores y las limitaciones de las metodologías desarrolladas, en la actualidad las investigaciones se orientan hacia la búsqueda de metodologías analíticas estandarizadas de datación de tintas en documentos (Cantú 1995, 1996 ; Ezcurra Gondra 2012; Brunelle 1992). Estas metodologías se basan en la monitorización de las concentraciones de diferentes compuestos en las tintas, así como el estudio de los procesos de degradación de los papeles, y la utilización además los datos de las

metodologías convencionales que indagan en el tipo de impresora, en la letra usada, en el contenido de la documental, etc.

En relación a las metodologías analíticas de datación de tintas en documentos, los principales instrumentos utilizados son la cromatografía líquida de alta resolución con detección de diodo de array (HPLC-DAD) para la determinación de colorantes (Liu, Yi Zi et al. 2006; Andrasko 2001, 2002 ; Hofer 2004; Samanidou, Nikolaidou y Papadoyannis 2004) y la cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS) para el análisis de compuestos volátiles (Andrasko 2003; Brazeau y Gaudreau 2007; Laporte et al. 2004).

Los estudios de datación de las tintas se han basado principalmente en los análisis cuantitativos para estudiar la variación de las concentraciones de los disolventes de las tintas con el tiempo, estableciendo curvas de envejecimiento (Brazeau y Gaudreau 2007; Lociciro et al. 2004), y en el estudio de relaciones de concentración entre dos compuestos (Xu, Wang y Yao 2006).

Teniendo en cuenta que el grosor del trazo puede variar para una misma muestra en función de la velocidad de escritura y la presión ejercida al escribir, el establecimiento de curvas de envejecimiento normalizadas a uno o varios compuestos permite obtener resultados fiables e independientes de la masa de tinta muestreada (Aginsky 1998).

El envejecimiento de las muestras para el estudio de su evolución se puede hacer de forma natural (con el paso del tiempo en condiciones controladas), o de manera artificial sometiendo la muestra a calentamiento (Liu, Y. et al. 2006; Liu, Yi Zi et al. 2006). Sin embargo, es muy importante tener en cuenta que las últimas recomendaciones internacionales aconsejan la no utilización envejecimientos artificiales debido a la compleja mezcla de sustancias de las tintas y a la falta de reproducibilidad y exactitud que se obtienen en los resultados (Weyermann et al. 2011).

La extracción de los compuestos de la tinta en el papel puede hacerse por simple contacto con un disolvente extractante, mediante ultrasonidos o agitación orbital. Con objeto de obtener información cualitativa adicional, es posible aplicar técnicas analíticas complementarias como la microextracción en fase sólida (SPME) (San Román e al. 2015) o la desorción térmica (TD) (Koenig et al. 2015). Además, cuando se combinan diferentes métodos analíticos de cuantificación para una misma muestra, los resultados y conclusiones sobre la datación del documento en estudio mejoran (Díaz-Santana, Vega-Moreno y Conde-Hardisson 2017).

Las principales metodologías de datación de tintas aplicados a casos forenses se resumen en la Tabla 1.

Tabla 1. Cronología de los métodos más recientes para la datación de las tintas en los documentos (Díaz-Santana, Conde-Hardisson y Vega-moreno 2018).

Año	Autor	Método de datación	Ref.
1984	McNeil	La microscopía Auger para la datación de tintas en manuscritos	(McNeil 1984)
1985	Humecki	Datación de tintas de bolígrafo usando espectroscopia infrarroja (FTIR)	(Humecki 1985)
1985	Stewart	Determinación de la edad de tintas de bolígrafo por la determinación de los componentes usando GC con detector de ionización por llamas (FID)	(Sterwart 1985)

ÓSCAR DÍAZ-SANTANA; FRANCISCO CONDE-HARDISSON; DAURA VEGA-MORENO
LOS MÉTODOS MODERNOS PARA LA DATACIÓN DE LAS TINTAS EN LOS DOCUMENTOS.
LIMITACIONES Y PROPUESTAS

1988	Cantú	Estudio de la edad relativa de las tintas de bolígrafo mediante la capacidad de extracción de los disolventes	(Cantú y Prough 1987)
1994	Aginsky	Determinación de la edad de las tintas de bolígrafo por GC, densitometría y cromatografía de capa fina (TLC)	(Aginsky 1994)
1995	Aginsky	Un método espectrométrico para datar tintas de bolígrafo	(Aginsky 1995)
1996	Aginsky	Una técnica de envejecimiento acelerado usada para datar las tintas de bolígrafo mediante GC-MS	(Aginsky 1996a, 1996b)
1998	Aginsky	Un método centrado en determinar las de la extractabilidad de las tintas, como función de la edad, usando GC-MS	(Aginsky 1998)
2000	Gaudreau & Brazeau	El uso de la micro-extracción en fase sólida (SPME) + GC-MS como método para determinar la edad de las tintas	(Gaudreau y Brazeau 2000)
2001	Lyter & McKeown	Un estudio del tiempo de vuelo de los electrones secundarios con espectrometría de masas (TOF-SIMS) para datar las tintas de escritura	(Lyter y McKeown 2001)
2002	Gaudreau & Brazeau	Un método para datar las tintas mediante GC-MS determinando la relación de pérdida de disolvente	(Gaudreau y Brazeau 2002)
2002	Lafontaine & Brazeau	Caracterización de iones positivos y negativos mediante ionización por electrospray espectrometría de masas por tiempo de vuelo (TOF) para el examen forense de tintas de escritura	(Ng, Lafontaine y Brazeau 2002)
2004	Hofer	Un método para datar las tintas de bolígrafo mediante HPLC y detección electrostática de las marcas de presión (ESDA)	(Hofer 2004)
2004	Laporte et al.	Un método para datar las tintas de bolígrafo mediante la identificación del fenoxietanol (PE) usando GC-MS	(Laporte et al. 2004)
2004	Lociciro et al.	Un método para datar las tintas de bolígrafo mediante la identificación del fenoxietanol (PE) usando GC-MS	(Lociciro et al. 2004)
2005	Bügler et al.	Caracterización de las tintas de bolígrafo con fines de datado por desorción térmica (TD) y GC-MS	(Bügler, A. y Dallmayer 2005)
2005	Siegel et al.	La utilización de la desorción láser/ ionización espectrometría de masas (MS) para el análisis de las tintas en documentos con fines de datado	(Siegel et al. 2005)
2006	Andrasko	Desorción térmica (TD) y GC-MS para datar las tintas de escritura	(Andrasko 2006)
2006	Kirsch	Datación de tintas mediante la determinación de las resinas y otros productos usando espectrometría de masas (MS)	(Kirsch 2006)
2006	Xu et al.	Datación de las tintas de escritura tipo roller and gel por cromatografía de gases (GC) y espectrometría ultravioleta visible (UV-Vis)	(Xu, Wang y Yao 2006)
2007	Brazeau & Gaudreau	Micro-extracción en fase sólida (SPME) para realizar análisis cuantitativos de los disolventes en las tintas con fines de datación.	(Brazeau y Gaudreau 2007)
2007	Weyermann et al.	Determinar la edad de las tintas de bolígrafo en papel mediante GC-MS	(Weyermann et al. 2007)
2008	Jürgen, Bügler, Buchner & Dallmayer	Determinar la edad de las tintas de bolígrafo en papel por TD-GC-MS	(Bügler, Jürgen H., Buchner y Dallmayer 2008)
2008	Wang et al.	Un método para identificar y datar las entradas de tintas de bolígrafo en papel por la determinación de pares de iones usando la cromatografía líquida de alta resolución (HPLC)	(Wang et al. 2008)
2015	San Roman et al.	Un método para datar muestras conocidas de tintas de bolígrafo en documentos cuestionados usando espacio en cabeza (MHS) y SPME-GC-MS	(San Román et al. 2015)

ÓSCAR DÍAZ-SANTANA; FRANCISCO CONDE-HARDISSON; DAURA VEGA-MORENO
 LOS MÉTODOS MODERNOS PARA LA DATACIÓN DE LAS TINTAS EN LOS DOCUMENTOS.
 LIMITACIONES Y PROPUESTAS

2017	Díaz Santana et al.	Un método combinado usando GC-MS y HPLC con diodo de Array (DAD), para determinar la edad de muestras tintas conocidas de bolígrafo en papel usando herramientas quimiométricas	(Díaz-Santana, Vega-Moreno y Conde-Hardisson 2017)
2018	Ortiz Herrero et al.	Una metodología piloto para datar muestras conocidas de tintas de bolígrafo en papel mediante espectrometría de reflectancia (UV-Vis-NIR)	(Ortiz-Herrero et al. 2018)

Estas metodologías han sido aplicadas de manera independiente y presentan ciertas limitaciones. En ocasiones, carecen de aplicación forense debido a sus bajas reproducibilidades entre diferentes muestras, frecuentemente almacenadas en condiciones diferentes, difícilmente comparables. Salvo análisis realizados en los primeros días tras la deposición de la tinta, los resultados que se pueden obtener utilizando un único método de datación no suelen ser concluyentes (Midkiff y Starrs 1994; Margot, Hicks Champod y Khanmy 1995; Aginsky 1996a, 1998 ; Andermann y Neri 1998). Esto hace necesario el desarrollo de nuevos métodos analíticos combinados, que permitan la estandarización del procedimiento de datación de tintas (Díaz-Santana, Conde-hardisson y Vega-moreno 2018).

Actualmente, considerando la gran variedad de tintas que existen en el mercado, su complejidad química y los diferentes procesos físico-químicos que experimentan una vez son depositadas en el papel, los estudios de las nuevas metodologías analíticas se centran fundamentalmente en muestras de tintas de formulación conocida, en lugar de métodos universales de datación (Calcerrada y García Ruiz 2015).

La cinética de los disolventes, la degradación de los colorantes y la polimerización de las resinas están directamente relacionadas con la mezcla de las formulaciones, tanto desde el punto de vista cuantitativo como cualitativo, quedando demostrado que la cinética de las reacciones y transformaciones químicas depende de la naturaleza y la concentración de los reactantes, entre otros factores, como la temperatura (Navarro Delgado y Esteban Santos 2012).

En este trabajo se exponen los procedimientos aplicados por el Instituto Canario de Análisis Criminológico (ICAC) para resolver los asuntos forenses de datado, usando un procedimiento integral. Esta metodología permite obtener resultados más fiables y reproducibles respecto a los posibles anacronismos con las fechas consignadas en los documentos. Así, en este procedimiento se integran metodologías convencionales para establecer las fechas de aparición de cada uno de los componentes que conforman el documento (Cantú 1996, 1995), estudios analíticos sobre el tipo de fibras, los procesos de fabricación, las cargas y los procesos de degradación de los componentes mayoritarios usados en los papeles (Park et al. 2010; Ioelovich y Veveris 1987; García Hortal 2007), y, por último, se utiliza una metodología analítica combinada de GC-MS y HPLC-DAD para determinar la concentración de los disolventes y los colorantes de las tintas (Díaz-Santana, Vega-Moreno y Conde-Hardisson 2017).

III. PROCEDIMIENTOS PARA DETERMINAR LA FECHA DE UN DOCUMENTO

La conducta tipificada en el Código Penal español es la mutación de la verdad sobre elementos de carácter esencial del documento. Los ordinales 1º, 2º, 3º y 4º (ya derogado) del art. 390.1, prestan especial atención, en cuanto a conducta reprochable penalmente: (1) la alteración en el documento de

alguno de los elementos o requisitos de carácter esencial; (2) la simulación total o parcial del documento para inducir a error sobre su autenticidad; (3) suponer en el pacto firmado la intervención de personas que verdaderamente no han participado, o bien, atribuir declaraciones o manifestaciones diferentes a las que verdaderamente hubieran hecho; (4) y, por último, faltar a la verdad en la narración de los hechos documentados (este último párrafo ya derogado en el vigente código penal).

Resulta verdaderamente preocupante que, en España aún no se utilicen ninguno de los protocolos publicados en revistas científicas internacionales de alto índice de impacto para determinar la alteración de las fechas en los documentos, muy concretamente por considerarlos acientíficos.

Por este motivo, dentro del marco de los procesos judiciales, los casos de falsedad documental mayoritariamente detectados son aquellos en los que se ha evidenciado algún tipo de anacronismo entre el contenido del documento y la fecha en él consignada (fecha de expedición del sustrato, marca de agua, timbre móvil, etc.)

Considerando lo expuesto anteriormente, se precisa de manera urgente desarrollar una actividad pericial dirigida a contrastar las proposiciones de las partes cuando lo que se pone en duda es la fecha consignada en el documento, muy especialmente en aquellos supuestos en los que la alteración de la fecha es un elemento esencial y existe dolo falsario.

No disponer de un procedimiento reglado y estandarizado que permita abordar la integridad del análisis forense de un documento, no sólo respecto a la autenticidad de las firmas o textos manuscritos, sino también poder determinar cualquier alteración que pudiera desvirtuar las voluntades iniciales de los autorizantes, implica que los antedatados sigan siendo un reto en el marco de la jurisdicción policial de muchos países como España. Además, si se ignoran cualesquiera de los supuestos de falsedad integrados en los tipos legislados de las jurisdicciones penales, se podría menoscabar en un proceso judicial justo, el derecho a la defensa y en las garantías generales, contribuyendo la falta de prueba a generar un clima de inseguridad jurídica en los procedimientos judiciales.

La falsedad documental se traduce en inveracidad, mendacidad o mudamiento de la verdad, debiendo recaer sobre puntos esenciales del documento y nunca sobre extremos inanes, inocuos o sus trascendente (STS, Sala 2ª, de 30-5-1987). La razón de incriminar las conductas falsarias en las fechas documentales se debe buscar en la protección de la inmutabilidad, evitándose atentados en el tráfico jurídico, cuya seguridad y autenticidad resulta fundamental en las relaciones interpersonales en el campo del Derecho (SSTS, 19-11-1990 y 13-12-1990). La doctrina viene entendiendo que las alteraciones fraudulentas de fechas que merecen reproche penal son aquellas que se realizan sobre partes fundamentales e importantes (SSTS, S 30-5-1987, y 24-6-1988), mutaciones de fechas que afecten a la verdad de lo acaecido en su esencia, y, en su carácter más externo del que debe revertirse (STS de 4-1-1985), incluyendo los supuestos en los que se consigne una fecha distinta al pacto documentado, como cuando se cambie mediante alteraciones fraudulentas la fecha previamente existente; si bien, cuando las alteraciones de las fechas en documentos privados se refieren a contratos contra terceros, estos son conductas que no encajan con los ordinales 1º, 2º y 3º del art. 390.1 del Código Penal, ya que no se altera un requisito esencial del documento, siempre y cuando no se hayan simulado firmas para inducir a error sobre su autenticidad, no se haya supuesto la intervención de personas que no han intervenido, así como se hayan atribuido a los intervinientes manifestaciones distintas a las efectuadas. La alteración

de la fecha de un documento privado que se recoge en un contrato a favor de terceros, aunque constituye una falta a la verdad de la fecha de celebración del contrato, queda excluida de la conducta típica cuando es obra de un particular. La falsedad ideológica únicamente será delictiva cuando el emisor del documento, responsable de su veracidad, garante de la autenticidad y de la seguridad del tráfico jurídico que socialmente tenga atribuida, falte a la verdad, perjudicando a tercero, o bien, fuere emitido por un órgano depositario de fe pública (Cfr. TS 2.ª SS 26 Feb., 6 Abr. y 26 May. 1998). La falsedad de fecha en un documento privado elaborado por particulares, de común acuerdo, no puede ser considerada como una alteración de verdades significativas para la prueba jurídica (AP La Rioja, S 12-12-2000, nº 184/2000, rec. 142/2000). Si bien, algunos de los ejemplos indicados por la doctrina relativos a las falsificaciones de fechas son extender una letra de cambio con fecha anterior a la del día de su adquisición para burlar la acción de los acreedores (TS, S 11-11-1940), atrasar la fecha para la obtención de un vehículo (TS, S 16-4-1953), aprovechar un documento laboral que caducaba en vigencia enmendando su fecha (TS, S 9-10-1964), librar letras de cambio con anterioridad a dos años respecto a su fecha de confección (TS, S 16-6-1965), alterar la fecha de un documento privado para permitir la inmatriculación (TS, S 23-12-1968), alteración de la fecha de recibos (TS, S 17-2-1970), alterar la fecha de un documento privado para excluir un vehículo de la suspensión de pagos de Sentencia (TS, S 24-5-1972), etc.

Las técnicas utilizadas para falsificar un documento son varias, desde procedimientos relativamente simples como sobrescribir la fecha consignada en el documento, hasta tareas mucho más complejas como falsificar un documento completo.

Las diferentes metodologías para datar un documento deben abordar varios enfoques que superen las barreras y las limitaciones cuando se aplican de forma aislada. De esta manera, aumentan las garantías científicas de las conclusiones obtenidas (Purdy 2010).

1º.- Tecnología utilizada para generar documentos. Una primera aproximación para resolver los problemas de datado en los documentos consiste en el estudio de las tecnologías utilizadas para producir los textos escritos en los documentos, ya que la fecha de un documento puede considerarse falsa si los instrumentos y materiales utilizados para producirlos no estaban disponibles cuando supuestamente se preparó. Como ejemplos de este tipo de análisis tenemos:

- El estudio de las filigranas de papel convencional que se producen durante el proceso de manufacturado. Las fábricas de papel normalmente guardan registros de las fechas de incorporación de las filigranas añadidas a los papeles.
- El estudio de sobres, sellos y sus contenidos, concretamente las fechas de envío impresas en las áreas de las cubiertas de los sellos postales, las marcas de cancelación postal, etc. Los sellos postales añadidos a los sobres pueden examinarse para indagar si estaban disponibles cuando los contenidos del sobre se prepararon.
- La tecnología de los útiles escriturales, indagando en si el tipo de bolígrafo o material de escritura estaba disponible en el momento de la fecha de la elaboración del documento (Purdy 2010). En este sentido, actualmente existe un amplio conocimiento entre los cuales podemos destacar los siguientes:

- La sociedad japonesa Pentel introdujo en 1962 un nuevo instrumento de escritura con punta de fieltro seguido por otros rotuladores porosos o con punta de plástico. Los fabricantes estadounidenses comenzaron a comercializar estos rotuladores alrededor de 1965.
- En 1978, Anja y Papermate desarrollaron simultáneamente una nueva tinta borrable para bolígrafo, se trata de una tinta con una consistencia de cemento de caucho que puede borrarse hasta después de un día tras haber sido depositada sobre el papel.
- El *roller-ball* apareció alrededor de 1968. La tinta empleada por estos útiles es muy parecida a la empleada en los rotuladores.
- El último tipo de tinta que entró en el mercado fue la tinta gel, creada a mitad de la década de los 80 por los japoneses, disputándose su distribución: Uniball Signo; de Mitsubishi; Zebra J-5, 3; Pentel Hybrid; y Sakura Gelly Roll Pen. Hasta donde se sabe, el primer suministro de las tintas gel que llegó a EE.UU. fue alrededor de 1993. En la actualidad, la compañía National Ink fabrica estas tintas en Estados Unidos.
- Las tintas de los bolígrafos presurizados se desarrollaron alrededor de 1968.
- En 1969, Paul Fisher desarrolló un recambio para bolígrafo utilizando una tinta muy pesada y con la consistencia de un chicle. Fisher utilizó nitrógeno a presión para forzar la tinta hacia delante y, al aplicar la tinta sobre una superficie, la tinta se licúa y fluye suavemente. Las características físicas de estas tintas son bastante diferentes de las tintas estándares de los bolígrafos. Su composición es similar, exceptuando que esta nueva tinta es un material tixotrópico que no fluye hasta que se ve alterada por la esfera rotatoria. Los recambios que contienen estas tintas contienen nitrógeno a presión o algún otro gas inerte. La presión positiva sobre la tinta hace que el bolígrafo escriba en cualquier posición, incluso en el vacío, y es que este tipo de bolígrafos son los que utilizan los astronautas cuando van al espacio (Richard L. Brunelle 1985).

Tabla 2. Fecha de introducción de los instrumentos de escritura (Brunelle y Cranford 2002)

Año	Desarrollo histórico
624	Primera referencia de la pluma
1662	Lápices hechos en Nuremberg, Alemania
1700	Primera referencia de los bolígrafos de acero
1857	Primera aparición de “los lápices para copiar”
1945	Primer bolígrafo esferográfico comercializado en la ciudad de Nueva York
1951	Introducción de los marcadores
1955	Introducción de portaminas líquidos
1963	Introducción del bolígrafo de punta de fibra
1968	Primera introducción del Bolígrafo Roller
1979	Bolígrafo borrable Eraser Mate introducido por Paper Mate
1980	Bolígrafos de tintas gel (Japón)
1990	Bolígrafos de tintas gel (EE.UU.)

- Tecnología utilizada para realizar el texto impreso. En el siglo XX han tenido lugar muchos avances tecnológicos en los mecanismos de impresión. Respecto al estudio de los mecanismos de impresión, la fecha en la que se preparó un documento impreso puede abordarse por el

estudio del diseño de los dactilótipos o el estilo de la fuente utilizada, por ejemplo, se sabe que el estilo de letra *Times New Roman* se introdujo en el mercado en 1932.

Un clásico dentro de esta categoría es el estudio de la tecnología de las modernas máquinas de impresión en sustitución de las tradicionales máquinas de escribir, determinando si se trata de un sistema de margarita, una impresora de matriz de puntos, una impresora de inyección o una impresión láser. Los documentos nunca pueden tener una fecha que preceda a las tecnologías de las máquinas de impresión.

Tabla 3 Fechas significativas en el desarrollo de la máquina de escribir (Purdy 2010)

Año	Desarrollo tecnológico
1909	Primer uso de la cinta bicolor (Underwood)
1927	Primer uso de la cinta de carbón (Hammond-Vari typer)
1944	Máquina de escribir con espaciado proporcional de IBM Executive
1956	La primera máquina de escribir con espaciado proporcional de Remington Statesman por Remington
1960	Primera máquina con espaciado proporcional de Underwood
1960	Máquina de escribir eléctrica común de Underwood con cinta de tela y carbón a doble cara
1961	Creación máquina de escribir Selectric I IBM
1963	Primer uso de la cinta de capa de polietileno de IBM Selectric
1971	Escape dual de IBM Selectric II, máquina de retroceso medio
1971	Cartucho de la cinta Tech III de IBM Selectric
1972	Primera máquina de escribir Margarita, producida por Diablo Systems
1973	Corrector IBM Selectric II con cinta de lanzamiento especial
1975	Cinta de transferencia termal desarrollada por IBM
1977	Primer uso de las cintas de poliuretano (Olivetti)
1978	Primera impresora matriz de puntos para ordenadores personales (Epson TX 80)
1982	Máquinas de escribir IBM electrónicas 65 y 85 con tono triple y justificación
1982	Máquina de escribir Brother EP-20 termal con siete patillas
1984	Diablo estrena la EPM 1- primera impresora termal de transferencia de la cinta
1984	IBM Quietwriter con cabezal de impresión de bajo impacto
1984	Cinta Quietwriter por IBM

- La tecnología de la máquina fotocopidora puede asociarse a un momento temporal concreto coincidente con la fecha de lanzamiento de la tecnología ofimática. Las diferentes tecnologías usadas en el tiempo de las máquinas fotocopidoras son de espectro dual, de estabilización, de transferencia por difusión, electrostática directa o indirecta, del diazo, de transferencia de colorante, termográfica y láser, cada una con su fecha de lanzamiento al mercado.
- Por otro lado, no podemos dejar de mencionar la existencia de los correctores líquidos. Este producto se introdujo por primera vez en el mercado en 1984 por la empresa *Write-Out Company*.
- Por último, encontramos los sellos, los pegamentos, las cintas, los fastenes y las marcas de guillotina, ya que estos elementos pueden ubicarse en unos momentos temporales concretos (Martín Ramos 2010). Por ejemplo, con independencia de que la goma vulcanizada se sitúa en 1864, el primer sello pretintado no se produjo hasta 1958, evolucionando los sellos actuales hasta los materiales fotopoliméricos de plástico. El lanzamiento de la cinta correctora en el

que se quitaba la letra del documento a fin de corregir errores, con escasa alteración del documento, se introdujo en el mercado por IBM el día 1 de abril de 1973.

2º.- *Contenido del documento.* Otros métodos convencionales estudian el contenido del documento con objeto de buscar anacronismos con la fecha en él consignada (examinando las direcciones, los códigos postales, el tipo de moneda, los números de teléfonos, los nombres comerciales, los puestos de trabajo, las inconsistencias repetitivas de los tiempos verbales, etc.) ya que, ambos elementos pueden proporcionar pruebas fehacientes del verdadero momento de elaboración del documento.

La STS Sala 2ª 5512/1988, de 24 de junio, la cual anula la condena de la SAP de Valencia, dice “(...) Se declara probado "que en **fecha** no precisada, pero posterior al día 4 de mayo de 1983, los procesados Antonio y Julián, cuyas circunstancias ya constan, firmaron un contrato por el que el primero arrendaba al segundo un piso sito en la calle (...), número (...), piso (...), que forma parte de un inmueble que proindiviso pertenecía a referido Julián, haciendo figurar como **fecha** del convenio la de 1 de julio de 1980, lo que verificaron al conocer que la hija de Julián había adquirido el 12 de enero de 1983 la otra mitad proindivisa del inmueble, con la finalidad de intentar evitar su lanzamiento como prearista.- El impreso en que se configuró como firmada la convención en uno de julio de mil novecientos ochenta, tuvo salida de la Fábrica Nacional de Moneda y Timbre que lo confeccionó en 26 de enero de 1983, mediante entrega a la representación de (...), S.A.", saliendo de almacén para la expendedoría núm (...) de Madrid, el 4 de mayo de 1983. Ni en las cláusulas especificadas en su dorso ni en el cuerpo del contrato se contiene referencia alguna a corroboración de contrato verbal antecedente del consignado (...)”. En el mismo sentido, mencionar la STS Sala 2ª 418/2016, de 18 mayo, en la que se confirma la condena de un año de prisión de la AP de Valencia, Sección 5ª, de 01 de octubre de 2015, por un delito de falsedad del art. 395, en relación al art. 390.1.2º del Código Penal. Se declaran como hechos probados “(...) En fecha no determinada del año 2012, Samuel, con la finalidad de presentarlo en el referido procedimiento concursal y asegurar así para la familia Samuel Mari Luz una posición privilegiada sobre la vivienda sita en la finca de naranjos denominada DIRECCION000 de la localidad de Enova, y en perjuicio de los acreedores del concurso, confeccionó un contrato de uso, disfrute y posesión de la referida vivienda que fechó en el año 1994 (...)”.

3º.- *Características técnicas de los elementos documentales.* En este enfoque se consideran las características de los elementos usados para crear el documento y que varían con el tiempo; por ejemplo: las letras defectuosas de las máquinas de escribir, las marcas de desechos de las fotocopiadoras, el diseño de las filigranas, etc.

- El diseño de las filigranas que se introducen en el papel durante el proceso de fabricación puede cambiar a lo largo del tiempo por varias razones: por cuestiones de mejoras en el diseño de la marca comercial y porque las áreas de relieve del cilindro pueden sufrir daños por el uso

y el desgaste mecánico. Así, las fábricas de papel pueden guardar registros de los daños que se producen en la maquinaria, reparaciones, etc.

- Los defectos minúsculos de impresión en las máquinas de escribir como son las letras irregulares, los barnizados desiguales, las roturas de los dactilotipos, etc., pueden asociarse a un momento temporal concreto, ya que una vez se identifica la empresa que realizó el documento impreso, se puede acceder a muestras de referencia que nos permitan establecer su datado. Las máquinas de escribir se caracterizan porque contienen muchas partes desplazadas que gradualmente se desgastan o se vuelven defectuosas con el uso continuado, provocando letras desalineadas, deterioradas, etc. Dichas anomalías obedecen a que se va acumulando suciedad por la existencia de aceite, fibras del papel arrancadas, partículas sólidas de tinta polimerizadas, etc., acumulándose en el interior de las letras, o bien, provocando grietas. La posterior reparación de la máquina puede ser usada para establecer un datado.
- Las máquinas de escribir que usan cintas de impacto único. Considerando que las cintas que se han usado en una sola ocasión contienen impresiones de todos los caracteres de la máquina en un orden cronológico, si la cinta está disponible para su inspección, puede asegurarse que la fecha de un documento mecanografiado es contemporánea o no a las fechas de los documentos escritos que le preceden y le siguen.
- El desgaste por el uso de los sellos, tanto de goma como de plástico. Los bordes en relieve del sello pueden agrietarse, desgastarse, o bien, en determinadas letras puede acumularse una mezcla de suciedad de fibras de papel y tinta sólida. Estos elementos son patentes en la impresión de un sello, por lo que pueden ser usados para determinar su fecha mediante comparación con estándares de referencia del mismo sello, una vez sean colocados en orden cronológico. Por otro lado, algunos estudios establecen que los sellos pueden disminuir en su tamaño con el paso del tiempo, proporcionando un dato más para realizar estimaciones en las dataciones.
- Los defectos ocasionados por la máquina fotocopidora, ya que estas marcas de desecho o motas de tóner que aparecen de forma aleatoria en zonas blancas de papel no destinadas a la impresión, se originan por la suciedad de material ajeno, o bien, por defectos en el cristal, en las cubiertas de platino o en el tambor fotosensible de la máquina fotocopidora (Gerhart 1992). Los rasguños del cristal o del tambor se caracterizan porque son marcas permanentes, al menos hasta que se sustituya ese elemento mecánico, si bien, otras marcas menos permanentes como las originadas por la suciedad, los elementos extraños en el cristal, en la tapa o en otros componentes internos, aunque más difícil, también pueden usarse para el datado. Especialmente importante en este terreno son los documentos indubitados impresos por la misma máquina fotocopidora desde el servicio de mantenimiento o por los técnicos de reparación, ya que estos contienen las fechas de impresión y son un fiel reflejo de las marcas de desecho, antes y después de que se realizaran las reparaciones o mantenimientos en las máquinas fotocopidoras.
- El estudio de las marcas de guillotina ha sido utilizado para establecer diagnósticos de fechados en los documentos, ya que los documentos pueden contener marcas producidas por cutters o cuchillas de guillotina usadas para ajustar los soportes a un tamaño concreto. Los estudios

centrados en las localizaciones a lo largo de los cuatro bordes de un papel pueden indicar donde se encontraba una hoja en la pila original de los papeles, por lo que cualquier información de las hojas adyacentes se puede utilizar para determinar cuándo se ha escrito un documento.

4º.- *Análisis de materiales.* Algunos papeles o tintas de escritura pueden contener productos añadidos por el fabricante para mejorar la calidad, o bien, poderse adaptar a las normas de competencia en el mercado. Si se puede establecer que esos compuestos se añadieron en una fecha concreta, cualquier documento en el que estuvieran presentes debe haber sido preparado en un momento posterior.

- Los papeles han añadido a lo largo de la historia diferentes tipos de relleno, revestimientos superficiales o aditivos químicos durante el proceso de fabricación, unos para mejorar la calidad y otros por razones puramente económicas y medio-ambientales. Son estas innovaciones y modificaciones en el soporte papelerero las que pueden usarse para determinar la fecha más temprana de fabricación. Por ejemplo, a finales de los ochenta y principios de los noventa muchos fabricantes de papel dejaron de producir papeles ácidos en sustitución de papeles neutros y alcalinos (Blackledge y Gernandt 1993). En los procesos de fabricación alcalinos comenzó utilizarse el carbonato de calcio como sustituto del dióxido de titanio, mejorando el brillo y la opacidad de los papeles.

Por último, y en cuanto a los papeles, tenemos los papeles especiales sin carbón requerido, ya que estos aparecieron por primera vez en los EE.UU. durante 1954. Por otro lado, en algunos de los programas que se realizaron en los EE.UU., se llegaron a emplear en el proceso de fabricación de estos papeles, la adición a la pasta de algunos elementos de elevado peso atómico para marcar sus productos.

Tabla 4.- Algunos de los componentes del papel y su primer uso en la fabricación. Obtenida a partir de B.L. Browning, "Análisis del papel" (Cantu 1995)

Componente	Fecha de Introducción
<i>Materias primas de fibra</i>	
Esparto	1857- 1890 (Inglaterra)
Celulosa de sulfato blanqueada	después de 1930
Fibras sintéticas orgánicas	1953-1954
<i>Materiales de revestimiento y de tamaño</i>	
Proteína de soja	1937
Resina ureica de formaldehído	1940-1941
Almidón de dialdehído	(1947) 1959
<i>Rellenos y pigmentos blancos</i>	
Sulfato de bario	1820
Carbonato de calcio	aproximadamente de 1925-1927
Sulfuro de Zinc	después de 1932
Tierra de diatomeas	aproximadamente 1938
<i>Tinturas y colores</i>	
Ultramarino	1828
Pigmentos orgánicos sintéticos	aproximadamente 1901
Blanqueadores ópticos	aproximadamente 1950

- El estudio de los componentes de las tintas mediante cromatografía de capa fina (TLC). Mediante esta técnica instrumental se consiguen separar algunos colorantes y resinas solubles de las tintas representados en un cromatograma. Las diferentes propiedades físico-químicas de las tintas se comparan con estándares de referencia para determinar los compuestos usados en los procesos de fabricación. La TLC alcanzó tanta popularidad entre los expertos forenses de documentos, que incluso en los años 70, el Laboratorio de Alcohol, Tabaco y Armas de Fuego ATF de los EE.UU. la utilizó para detectar la presencia de determinados marcadores que los fabricantes añadían a las formulaciones de sus tintas y así, poder datarlas. Los fabricantes de tintas que participaron en el programa añadían cada año a las formulaciones de sus tintas unos marcadores que permitieran a la ATF poder datarlas. Así, sobre 1978, aproximadamente el 40% de las tintas en los EE.UU. disponían de etiquetas para el datado detectables por TLC.

Los bolígrafos fabricados hasta 1950 aproximadamente, utilizaban disolventes de base oleosa como el aceite mineral, aceite de linaza, ácido recinoleico, metil y etil ésteres de ácido recinoleico, monoricinoleato de glicerina, ácidos grasos de coco, derivados de sorbitol y plastificantes como el tricresilfosfato. A las tintas de bolígrafo modernas, las fabricadas después de 1950, se las denomina tintas con base de glicol, debido al uso muy extendido del etilenglicol como disolvente para los colorantes. Los principales disolventes usados en las tintas modernas son el etilenglicol, el 1,2-propilenglicol, el 1,3-butilenglicol, el hexilenglicol, el octilenglicol, el dietilenglicol y trietilenglicol, el dipropilenglicol, la glicerina, los glicoles de fenoxietileno, el alcohol bencílico, el monometiléter etilglicol y el monometiléter dietilglicol (Richard L. Brunelle 1985).

Los colorantes que se utilizaban en las tintas con base oleosa eran, fundamentalmente, colorantes para las tintas de colores, y nigrosina para las tintas de color negro. Los colores, que se difuminaban con rapidez, eran principalmente el violeta de metilo, la azul victoria, el rojo rodamina, la verde victoria y la ausamina. Algunas de estas primeras tintas también contenían carbón o grafito para aportarles mayor permanencia.

Las tintas modernas con base de glicol contienen colorantes de quelato metalizado y son especialmente tratadas para que sean solubles en glicol o disolventes similares. Los colorantes más populares son los azules basados en el compuesto de ftalocianina de cobre. Estos colorantes están preparados mediante la sulfonación o clorosulfonación de pigmentos de ftalocianina de cobre. Los colorantes resultantes resistían la incidencia de la luz y tenían excelentes propiedades de solubilidad. Otros colorantes premetalizados rojos, verdes, amarillos, etc., se producen de forma similar para crear una variedad de tintas de colores. Algunos nombres comerciales de colorantes metalizados son Azosol[®], Luxol Fast[®] y Spirit Soluble[®].

ÓSCAR DÍAZ-SANTANA; FRANCISCO CONDE-HARDISSON; DAURA VEGA-MORENO
 LOS MÉTODOS MODERNOS PARA LA DATACIÓN DE LAS TINTAS EN LOS DOCUMENTOS.
 LIMITACIONES Y PROPUESTAS

En 1999, se presentó una fórmula para tinta de bolígrafo que incluía la adición de partículas de sílice entre 7-40nm de diámetro, dispersas por polivinilpirrolidona, con el fin de evitar que la tinta goteara por la puntera del bolígrafo. Así, la escritura era más suave y se evitaba que la tinta obstruyera la puntera (Richard L. Brunelle 1985).

Tabla 5. Fechas importantes de la composición de las tintas (Ezcurra et al. 2010)

Acontecimiento	Fecha
Tinta china/de carbono	618-906 d.C.
Tintas ferrogálicas	Alrededor del 600 d.C.
Tintas para plumas fuente:	
• Tintas de galotanato	Década de 1880
• Blue Black	Década de 1880
• Modern Washable	Década de 1940
Tintas para bolígrafos:	
• De base oleosa	1939 (Europa), 1945 (EE.UU.)
• Con base de glicol	1951
• Borrable	1963
• Presurizada	1968
Colorante de ftalocianina de cobre	1954
Tintas para rotuladores	1962 (Japón)/ 1965 (EE.UU.)
Tintas para roller-ball	1968
Tintas de gel	Mediados 80 (Japón)/ sobre 1990 (EE.UU.)

- La composición de los correctores líquidos también ha sido abordada en los estudios de datación de documentos, ya que, mediante la identificación de las resinas, los plastificantes, los pigmentos, los disolventes y los aglomerantes mediante infrarrojo con transformada de Fourier, se puede establecer un datado si tenemos la posibilidad de acceder a las composiciones químicas usadas por el fabricante.

5º.- *Envejecimiento de determinados componentes.* El estudio de las curvas de envejecimiento de varios compuestos utilizados en la fabricación de las tintas y los papeles permite obtener información muy valiosa para establecer la fecha de creación del documento. Así, por ejemplo, se conoce que las concentraciones de los disolventes en las tintas son muy altas cuando tienen pocas horas desde su deposición sobre el papel, sin embargo cuando el documento tiene más de 20 años, estos compuestos se encuentran en concentraciones muy bajas (Díaz-Santana, Conde-hardisson y Vega-moreno 2018).

- La monitorización temporal de las tintas en las superficies porosas de los papeles permite describir curvas de envejecimiento. En este sentido, se puede observar que las tintas pierden color y brillo con el paso del tiempo. Por otro lado, se han observado importantes cambios en las composiciones químicas de las tintas tras su deposición en el papel. Los parámetros preferentemente estudiados en las tintas por los investigadores han sido la solubilidad, la volatilidad y los cambios en el color. Las principales técnicas instrumentales seleccionadas por los investigadores para estos estudios han sido la cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS) y la cromatografía de líquidos de alta presión con detector de diodos de array (HPLC-DAD). Estas técnicas son capaces de determinar las

concentraciones de compuestos orgánicos volátiles y colorantes presentes en las tintas. El estudio de estos compuestos en función al tiempo permite establecer la fecha de elaboración del documento dentro de los 12 primeros meses de la deposición de la tinta en el papel (Bügler, A. y Dallmayer 2005).

- Las propiedades del tóner también pueden abordarse desde este enfoque, ya que la mayor parte de los tóneres consisten en una mezcla de pigmento (negro de humo), un aglomerante destinado a fijar el pigmento al papel (resina orgánica como el poliestireno) y otros aditivos, los que pueden cambiarse por el fabricante con el paso del tiempo.

6º.- *Análisis de firmas y textos manuscritos.* Para este enfoque es relevante:

- Determinar los órdenes de asentamiento de las firmas y los textos manuscritos, llamado fechado relativo, buscando conocer en qué orden secuencial se han depositado los factores gráficos en el documento. El estudio de los entrecruzamientos ha sido utilizado para realizar fechados relativos, determinando en aquellos trazos que se entrecruzan, cuál ha sido el orden de asentamiento de los mismos.

Por último, y en cuanto al fechado relativo, tenemos los estudios de las marcas gráficas indentadas, ya que cuando escribimos sobre otro documento se trasladan las marcas de presión de ese soporte escrito al resto de los soportes apilados subyacentes, siendo posible colocar el documento dentro de un intervalo de tiempo cuando las marcas de presión aparecen sobre documentos fechados, por ejemplo, una hoja de periódico, el escrito de una demanda judicial, un libro de contabilidad, etc.

- Los expertos forenses de documentos han utilizado con fines de datado los cambios que aparecen en las firmas y los textos manuscritos de las personas con el paso del tiempo. Aunque la escritura de las personas no suele cambiar de manera sustancial en la edad adulta, se ha comprobado que éstas sí que pueden experimentar cambios significativos a lo largo de amplios periodos de tiempo. Además, se ha comprobado cómo determinadas afectaciones de tipo orgánico, neurológico, funcional o psicológico pueden alterar las firmas y los textos manuscritos. Cuando los especímenes indubitados se ordenan cronológicamente, en ocasiones, estos proporcionan un medio válido para determinar cuándo se produjo una firma o un texto manuscrito.

Por tanto, la actual resolución de los casos forenses se debe abordar mediante una metodología integral para realizar el estudio cronológico del documento. En esta metodología integral es necesario implementar las técnicas convencionales para determinar anacronismos respecto a los elementos de contenido, clasificar las tecnologías utilizadas para la confección del documento y usar metodologías optimizadas para el estudio en el papel del tipo de fibras, las cargas añadidas, los compuestos principales, la proporción de sustancia cristalina, la degradación de la celulosa. También se deben estudiar los procesos industriales de fabricación, así como analizar las tintas mediante instrumentos analíticos para

obtener perfiles cualitativos y cuantitativos de los disolventes, los colorantes, las resinas y los lubricantes contenidos en ellas.

IV. CONCLUSIONES

La aplicabilidad forense de este tipo de metodologías en el ámbito de la justicia por los laboratorios forenses, con independencia de que no son vinculantes para las resoluciones judiciales, pueden conllevar la adopción de importantes medidas judiciales que limitan derechos fundamentales, por ejemplo, penas de prisión, la pérdida de una herencia, el embargo de una propiedad, el pago de una importante cantidad de dinero, etc.

En la actualidad, los métodos que existen para determinar la fecha de un documento son muy variados. Considerando la doctrina actual, la mejor manera de abordar un problema de datado en un documento es mediante una perspectiva integral, ahondando en cualesquiera de las áreas del documento que despierten sospechas de una posible alteración cronológica.

La admisibilidad de las técnicas de datación convencionales como medio de prueba en los procesos jurídicos españoles, se debe a que la doctrina considera que la declaración de un perito, ante un tribunal, no supone certeza absoluta o un grado de perfección insuperable de sus afirmaciones. Está universalmente aceptado que las declaraciones de un experto pueden estar basadas en una opinión sobre algo que podría acontecer. La capacidad de un experto para ofrecer testimonio ante un tribunal sobre un asunto técnico como puede ser la determinación de la antigüedad de un documento, siempre se encuentra bajo discreción de los propios tribunales.

En España, las razones por las que las técnicas de datación de tintas no se aplican por el amplio colectivo de expertos forenses de documentos, se debe a que erróneamente las consideran que carecen del obligado grado de confianza científica y terminan destruyendo el documento.

No obstante, las técnicas de datación de documentos empleando técnicas convencionales, así como los estudios químicos de los papeles y de las tintas, son metodologías tradicionalmente integradas desde 1970 en laboratorios policiales de países como EE.UU. y Alemania, algunas metodologías de datación de tintas se avalan con normas ISO. Además, otras metodologías de datación de papeles y tintas también se encuentran optimizadas y avaladas mediante publicaciones en revistas científicas de gran prestigio internacional.

Ahora bien, según se encuentra el avance de las investigaciones, es muy complicado que los métodos actuales de datación de documentos puedan aspirar a realizar dataciones absolutas. Por esta razón, estos métodos deben limitarse a la búsqueda de anacronismos combinando la aplicación de los enfoques estáticos y dinámicos (absolutos y relativos) para el estudio de los papeles y las tintas.

Por último, considerando el éxito de los resultados preliminares de las investigaciones, la alta demanda de casos forenses, la admisibilidad de las técnicas de datación de documentos por los Tribunales y la disponibilidad de amplias colecciones de muestras reales de tintas, se hace necesario continuar aplicando el uso de este tipo de metodologías.

V. AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren dar las gracias al Dr. Nicolás E. Marchal Escalona por el siempre respaldo e impecable dirección de este estudio de investigación experimental aplicado en el marco de un departamento de derecho, en su formato de tesis doctoral, cuando ocupaba de forma ejemplarizante el cargo de director en el departamento de criminología de la Facultad de Derecho de la Universidad Camilo José Cela. Este trabajo ha sido financiado por el Instituto Canario de Análisis Criminológico y la Sociedad Atlántica de Criminalística y Ciencias Forenses (administrador: Elizabeth Cordobilla Parra).

VI. BIBLIOGRAFÍA

- AGINSKY, V.N., 1994. Determination of the age of ballpoint pen ink by gas and densitometric thin-layer chromatography. *Journal of Chromatography A*, vol. 678, no. 1, pp. 119-125.
- AGINSKY, V.N., 1995. A microspectrophotometric method for dating ball point ink - A feasibility study. *Forensic Science International*, vol. 40, no. 3, pp. 475-478.
- AGINSKY, V.N., 1996a. Accelerated aging-its use in methods for dating ink. *International of forensic document examiners*, vol. 2, no. 3, pp. 179-181.
- AGINSKY, V.N., 1996b. Dating and characterizing writing, stamp pad and jet printer ink by gas chromatography mass spectrometry. *International Journal of Forensic Document Examiners*, vol. 2, no. 2, pp. 103-116.
- AGINSKY, V.N., 1998. Measuring ink extractability as a function of age-why the relative aging approach is unreliable and why it is more correct to measure ink volatile components than dyes. *Forensic Science International*, vol. 4, no. 3, pp. 214-230.
- ANDERMANN, T. y NERI, R., 1998. Solvent extraction techniques - possibilities for dating ball point pen ink. *International Journal of Forensic Document Examiners*, no. 4, pp. 231-239.
- ANDRASKO, J., 2001. HPLC analysis of ballpoint pen ink stored at different light conditions. *Journal of forensic sciences*, vol. 46, no. 1, pp. 21-30.
- ANDRASKO, J., 2002. Changes in composition of ballpoint pen inks on aging in darkness. *Journal of forensic sciences*, vol. 47, no. 2, pp. 324-327.
- ANDRASKO, J., 2003. A simple method for distinguishing between fresh and old ballpoint pen ink entries. *Forensic Science International*, vol. 136, no. 1, pp. 80-81.
- ANDRASKO, J., 2006. A simple microthermal desorption device. *Journal of forensic sciences*, vol. 51, no. 4, pp. 925-928. ISSN 0022-1198. DOI 10.1111/j.1556-4029.2006.00179.x.
- ANDRASKO, J., 2009. Some examples of applications of a microthermal desorption device in the forensic laboratory. *Journal of Forensic Sciences*, vol. 54, no. 5, pp. 1055-1058. ISSN 00221198. DOI 10.1111/j.1556-4029.2009.01104.x.
- ANDRASKO, J. y KUNICKI, M., 2005. Inhomogeneity and aging of ballpoint pen inside of pen cartridges. *Journal of forensic sciences*, no. 50, pp. 542-547.
- BLACKLEDGE, R.D. y GERNANDT, M.N., 1993. The pH pen a means of comparing paper products. *Journal of forensic sciences*, no. 38, pp. 134-142.
- BRAZEAU, L. y GAUDREAU, M., 2007. Ballpoint pen inks: the quantitative analysis of ink solvents on paper by solid-phase microextraction. *Journal of forensic sciences*, vol. 52, no. 1, pp. 209-215.
- BRUNELLE, R.L., 1992. Ink dating - The state of the art. *Journal of forensic sciences*, vol. 37, no. 1, pp. 113-124.
- BRUNELLE, R.L., 1995. Sequential multiple approach to determining the relative age of writing age. *Forensic Science International*, vol. 1, no. 2, pp. 94-98.

- BRUNELLE, R.L. y CRAWFORD, K.R., 2002. *Advances in the forensic analysis and dating of writing ink*. EE.UU.: Charles C Thomas.
- BÜGLER, J.H., A., B. y DALLMAYER, A., 2005. Characterization of ballpoint pen inks by thermal desorption and gas chromatography-mass spectrometry. *Journal of forensic sciences*, vol. 50, no. 5, pp. 1209-1214.
- BÜGLER, J.H., BUCHNER, H. y DALLMAYER, A., 2008. Age Determination of Ballpoint Pen Ink by Thermal Desorption and Gas Chromatography–Mass Spectrometry. *Journal of Forensic Sciences*, vol. 53, no. 3, pp. 982-988. DOI 10.1111/j.1556-4029.2008.00745.x.
- BÜGLER, J.H., BUCHNER, H. y DALLMAYER, A., 2008. Age Determination of Ballpoint Pen Ink by Thermal Desorption and Gas Chromatography–Mass Spectrometry. *Journal of Forensic Sciences*, vol. 53, no. 3, pp. 982-988. DOI 10.1111/j.1556-4029.2008.00745.x.
- BÜGLER, J.H., GRAYDON, M. y OSTRUM, B., 2010. The practical use of the Munich ink reference collection in daily casework. *6th European Document Examiners Working Group (EDEWG)*. Croatia: s.n.,
- CALCERRADA, M. y GARCÍA RUIZ, C., 2015. Analysis of questioned documents: A review. *Analytica Chimica Acta*, vol. 853, no. 1, pp. 143-166. ISSN 18734324. DOI 10.1016/j.aca.2014.10.057.
- CANTÚ, A. y PROUGH, R.S., 1987. On the relative aging of ink - The solvent extraction technique. *Journal of forensic sciences*, vol. 32, no. 5, pp. 1151-1174.
- CANTÚ, A.A., 1995. A Sketch Of Analytical Methods For Document Dating Part 1. The Static Approach: Determining Age Independent Analytical Profiles. *International Journal of Forensic Document Examiners*, vol. 960701, no. 1, pp. 40-50.
- CANTÚ, A.A., 1996. A sketch of analytical method for document dating Part II. The dynamic approach determining age dependent analytical profiles. Further studies on the dating of documents and handwritten entries prepared in ink. *International Journal of Forensic Document Examiners*, vol. 2, no. 3, pp. 192-208.
- CANTÚ, A.A., 1998. Comments on the accelerated aging of ink. *Forensic Science International*, vol. 33, no. 3, pp. 744-750.
- CONFORTIN, D., NEEVEL, H., BRUSTOLON, M., FRANCO, L., KETTELARIJ, A.J., WILLIAMS, R.M. y BOMMEL, M.R. Van, 2010. Crystal violet: Study of the photo-fading of an early synthetic dye in aqueous solution and on paper with HPLC-PDA, LC-MS and FORS. *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 231, no. Cv, pp. 012011. ISSN 1742-6596. DOI 10.1088/1742-6596/231/1/012011.
- DÍAZ-SANTANA, O., CONDE-HARDISSON, F. y VEGA-MORENO, D., 2018. Comparison of the main dating methods for six ball-point pen inks. *Microchemical Journal*, vol. 138, pp. 550-561. ISSN 0026265X. DOI 10.1016/j.microc.2018.01.045.
- DÍAZ-SANTANA, O., VEGA-MORENO, D. y CONDE-HARDISSON, F., 2017. Gas chromatography-mass spectrometry and high-performance liquid chromatography-diode array detection for dating of paper ink. *Journal of Chromatography A*, vol. 1515, pp. 187-195. ISSN 00219673. DOI 10.1016/j.chroma.2017.07.093.
- EZCURRA GONDRA, M., 2012. *Avances analíticos en la datación forense de tintas y documentos*. S.I.: Euskal Herriko Unibertsitatea.
- EZCURRA, M., GÓNGORA, J.M.G., MAGUREGUI, I. y ALONSO, R., 2010. Analytical methods for dating modern writing instrument inks on paper. *Forensic Science International*, vol. 197, no. 1-3, pp. 1-20. ISSN 03790738. DOI 10.1016/j.forsciint.2009.11.013.
- GARCÍA HORTAL, J.A., 2007. *Fibras papeleras*. Barcelona: Ediciones UPC. ISBN 978-84-8301-916-0.
- GAUDREAU, M. y BRAZEAU, L., 2000. The use of solid phase micro-extraction SPME in the

- development of a method to determine the ageing characteristics of ink. *58th Meeting of the ASQDE*. Ottawa: s.n.,
- GAUDREAU, M. y BRAZEAU, L., 2002. Ink dating using a solvent loss ratio method. *60th Annual Conference of the American Society of Questioned Document Examiners*. San Diego: s.n.,
- GERHART, J., 1992. Identification of photocopiers from fusing roller defects. *Journal of forensic sciences*, no. 37, pp. 130-139.
- GRIM, D.M., SIEGEL, J.A. y ALLISON, J., 2002. Does ink age inside of a pen cartridge. *Journal of forensic sciences*, vol. 47, no. 6, pp. 1294-1297.
- HOFER, R., 2004. Dating of ballpoint pen ink. *J Forensic Sci*, vol. 49, no. 6, pp. 1353-1357. ISSN 00221198. DOI 10.1520/JFS2004056.
- HUMECKI, H.J., 1985. Experiments in ball point ink aging using infrared spectroscopy. *Technique Communication in the International Symposium on Questioned Documents*. Washinton (USA): FBI Academy Quantico, VA, Government Printing Office, pp. DC 24402 131-135.
- IOELOVICH, M.Y. y VEVERIS, G.P., 1987. Determination of Cellulose Crystallinity by X-ray Diffraction Method. *Journal of Wood Chemistry*, vol. 80, no. 5, pp. 72-80.
- KIRSCH, D., 2006. Explorative project to determine resins and their aging products in ball point inks by mass spectrometry. *4Th Conference of the European Document Expert Working Group*. Netherlands: s.n., pp. 405-411.
- KOENIG, A., BÜGLER, J., KIRSCH, D., KÖHLER, F. y WEYERMANN, C., 2015. Ink Dating Using Thermal Desorption and Gas Chromatography/Mass Spectrometry: Comparison of Results Obtained in Two Laboratories. *Journal of Forensic Sciences*, vol. 60, no. January, pp. S152-S161. ISSN 00221198. DOI 10.1111/1556-4029.12603.
- KOENIG, A., MAGNOLON, S. y WEYERMANN, C., 2015. A comparative study of ballpoint ink ageing parameters using GC/MS. *Forensic Science International*, vol. 252, pp. 93-106.
- KOENIG, A. y WEYERMANN, C., 2017a. Ink dating, part I: Statistical distribution of selected ageing parameters in a ballpoint inks reference population. *Science & Justice*, ISSN 13550306. DOI 10.1016/j.scijus.2017.08.002.
- KOENIG, A. y WEYERMANN, C., 2017b. Ink dating part II: Interpretation of results in a legal perspective. *Science & Justice*, ISSN 13550306. DOI 10.1016/j.scijus.2017.08.003.
- LAPORTE, G.M., M.S.F.S., WILSON, J.D., B.S., CANTU, A.A., PH.D., MANCKE, S.A., B.S., FORTUNATO, S.L. y B.A., 2004. The identification of 2-phenoxyethanol in ballpoint inks using gas chromatography/mass spectrometry-relevance to ink dating. *Forensic Science International*, vol. 49, no. 1, pp. 155-159.
- LIU, R., YIN, Z., LENG, Y., HANG, W. y HUANG, B., 2017. Direct and Comprehensive Analysis of Dyes based on Integrated Molecular and Structural Information via Laser Desorption Laser Postionization Mass Spectrometry. *Talanta*, ISSN 00399140. DOI 10.1016/j.talanta.2017.07.069.
- LIU, Y., KRALJ-CIGIĆ, I. y STRLIČ, M., 2017. Kinetics of accelerated degradation of historic iron gall ink-containing paper. *Polymer Degradation and Stability*, vol. 142, pp. 255-262. ISSN 0141-3910. DOI 10.1016/j.polymdegradstab.2017.07.010.
- LIU, Y., YU, M., XIE, Y., CHEN, G. y JIANG, Y.G., 2006. Studies of the degradation of blue gel pen dyes by ion-pairing high performance liquid chromatography and electrospray tandem mass spectrometry. *Journal Chromatography*, no. 1125, pp. 95-103.
- LIU, Y.Z., YU, J., XIE, M.X., LIU, Y., HAN, J. y JING, T.T., 2006. Classification and dating of black gel pen ink by ion-pairing high-performance liquid chromatography. *Journal of Chromatography A*, vol. 1135, no. 1, pp. 57-64. ISSN 00219673. DOI 10.1016/j.chroma.2006.09.031.
- LOCICIRO, S., DUJOURDY, L., MAZZELLA, W., MARGOT, P. y LOCK, E., 2004. Dinamic of the ageing of ballpoint pen inks: quantification of phenoxyethanol by CG-MS. *Sci Justice*, vol. 44, no.

- 3, pp. 165-171.
- LYTER, A. y MCKEOWN, P., 2001. A study of time-of-flight secondary ion mass spectrometry (TOF-SIMS) as a tool for the dating of writing ink. *Annual Meeting of the American Academy of Forensic Sciences*. Seattle WA: s.n., pp. 297.
- MARGOT, P., HICKS CHAMPOD, T. y KHANMY, A., 1995. Ink dating up-dated and up-ended-correspondence of prof. Starrs. *International Journal Forensic Document Examiners*, vol. 1, no. 1, pp. 3-5.
- MARTÍN RAMOS, R., 2010. *Documentoscopia. Método para el peritaje científico de documentos*. 1º Edición. Madrid: Claves La Ley. ISBN 978-84-8126-618-4.
- MCNEIL, R.J., 1984. Scanning auger microscopy for dating of manuscript ink. *Archaeological Chemistry - III Lambert*, vol. 13, no. 205, pp. 255-269.
- MIDKIFF, C.R. y STARRS, J.E., 1994. Ink dating - in footsteps of cold fusion. *Scientific Sleuth Rev*, vol. 18, no. 1, pp. 1-6.
- NAVARRO DELGADO, R. y ESTEBAN SANTOS, S., 2012. *Química general. Volumen I*. 5ª. Madrid: UNED. ISBN 978-84-362-1857-2.
- NG, L., LAFONTAINE, P. y BRAZEAU, L., 2002. Ballpoint pen inks: Characterization by positives and negatives ion-electrospray ionization mass spectrometry for the forensic examination of writing inks. *Journal of forensic sciences*, vol. 47, no. 6, pp. 1238-1247.
- ORTIZ-HERRERO, L., BARTOLOMÉ, L., DURÁN, I., VELASCO, I., ALONSO, M.L., MAGUREGUI, M.I. y EZCURRA, M., 2018. DATUVINK pilot study: A potential non-invasive methodology for dating ballpoint pen inks using multivariate chemometrics based on their UV-vis-NIR reflectance spectra. *Microchemical Journal*, vol. 140, no. October 2017, pp. 158-166. ISSN 0026265X. DOI 10.1016/j.microc.2018.04.019.
- PARK, S., BAKER, J.O., HIMMEL, M.E., PARILLA, P.A. y JOHNSON, D.K., 2010. Cellulose crystallinity index: Measurement techniques and their impact on interpreting cellulase performance. *Biotechnology for Biofuels*, vol. 3, no. May. ISSN 17546834. DOI 10.1186/1754-6834-3-10.
- PURDY, D.C., 2010. *Document Analysis/ Document Dating*. 1ª. Canadá: s.n.
- RICHARD L. BRUNELLE, M.S., 1985. *Forensic examination of ink and paper*. 1º. USA: Charles C Thomas.
- SAMANIDOU, V.F. 1., NIKOLAIDOU, K.I. 1. y PAPADOYANNIS, I.N. 1., 2004. Development and Validation of a Gradient-HPLC-PDAD Method for the Identification of Ballpoint Pen Ink Components: Study of Their Decomposition on Aging for Forensic Science Applications. *Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies*, vol. 27, no. 2, pp. 215-235. ISSN 1082-6076. DOI 10.1081/JLC-120027097.
- SAN ROMÁN, I., BARTOLOMÉ, L., ALONSO, M.L., ALONSO, R.M. y EZCURRA, M., 2015. DATINK pilot study: An effective methodology for ballpoint pen ink dating in questioned documents. *Analytica Chimica Acta*, vol. 892, pp. 105-114. ISSN 00032670. DOI 10.1016/j.aca.2015.08.038.
- SIEGEL, J., ALLISON, J., MOHR, D. y DUNN, J., 2005. The use of laser desorption/ionization mass spectrometry in the analysis of inks on questioned documents. *Journal of forensic sciences*, vol. 46, no. 6, pp. 425-429.
- STARRS, J.E., 1994. Forensic Science in law enforcement - ink analysis. *The Scientific sleuthing newsletter*, vol. 18, no. 4, pp. 11.
- STERWART, L.F., 1985. Ballpoint ink age determination by volatile components comparison a preliminary study. *Journal of forensic sciences*, vol. 30, no. 2, pp. 405-411.
- WANG, X.F., YU, J., XIE, M.X., YAO, Y.T. y HAN, J., 2008. Identification and dating of the fountain pen ink entries on documents by ion-pairing high-performance liquid chromatography. *Forensic*

Science International, vol. 180, no. 1, pp. 43-49. ISSN 03790738. DOI 10.1016/j.forsciint.2008.06.008.

WEYERMANN, C., ALMOG, J., BÜGLER, J. y CANTU, A.A., 2011. Minimum requirements for application of ink dating methods based on solvent analysis in casework. *Forensic Science International*, vol. 210, no. 1-3, pp. 52-62. ISSN 03790738. DOI 10.1016/j.forsciint.2011.01.034.

WEYERMANN, C., KIRSCH, D., COSTA VERA, C. y SPENGLER, B., 2007. A GC-MS study of the drying of ball point pen ink on paper. *Forensic Science International*, vol. 168, no. 2-3, pp. 119-127.

WEYERMANN, C., KIRSCH, D. y SPENGLER, B., 2007. A GC/MS study of the drying of ballpoint pen ink on paper. *Forensic Science International*, vol. 168, no. 2-3, pp. 119-127.

XU, Y., WANG, J. y YAO, L., 2006. Dating the writing age of black roller and gel ink by gas chromatography and UV-vis spectrophotometer. *Forensic Science International*, vol. 162, no. (1-3), pp. 140-143.