



SABER, arte y técnica

Minerva. Saber, arte y técnica

AÑO VI • VOL. 1 • JUNIO 2022-DICIEMBRE 2022

Dossier Documentoscopia

ISSN en línea 2545-6245

ISSN impreso 2591-3840

Nuevos retos EN LA ETAPA DE MADUREZ del método DATINK*

LUIS BARTOLOMÉ MORO**

Servicios Generales de Investigación (SGIker),
Servicio Central de Análisis de Bizkaia (SCAB)
Universidad del País Vasco (UPV/EHU), España
luis.bartolome@ehu.eus

RECIBIDO: 2 de abril de 2022

ACEPTADO: 9 de mayo de 2022

Resumen El método de datación DATINK para documentos manuscritos cumple siete años en 2022. Durante este tiempo ha sido aplicado a numerosos casos reales a la vez que era revisado por otros científicos en la materia. Esta experiencia ha enriquecido enormemente al propio método, ratificando las ventajas obtenidas hasta el momento y conociendo simultáneamente nuestros ámbitos de mejora. DATINK ha posibilitado la datación de documentos manuscritos con tinta viscosa al estimar la fecha de la deposición de la tinta combinando una técnica de microextracción en fase sólida con una detección mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC/MS), utilizando una mínima porción de muestra. DATINK se basa en el estudio de uno de los compuestos volátiles más habituales y utilizados de las tintas viscosas (2-fenoxietanol). Hasta el momento hay varios ejemplos de aplicaciones de la metodología DATINK sobre documentos reales, los que obtuvieron resultados aceptables con errores asociados (%RSD) de entre un 5-25% y dataron documentos de hasta cinco años de antigüedad. La potencialidad de esta técnica desarrollada por SGIker permite ser optimistas a la hora de la búsqueda de nuevas soluciones a los problemas habituales y/o nuevas problemáticas en la no fácil tarea de la datación de documentos.

Palabras clave DATINK; datación de documentos; espectrometría de masas; tintas viscosas

New Challenges in the Maturity Stage of the DATINK Method

Abstract The dating DATINK method for manuscripts documents turns seven in 2022. During this time, the method has been applied for a numerous real cases while being reviewed by other scientists in the field. This experience has enormously enriched the method ratifying the advantages obtained so far and simultaneously learning about our areas for improvement. DATINK has made possible the dating of handwritten documents with viscous ink by estimating the date of ink deposition by combining a solid-phase microextraction technique with gas chromatographic detection coupled to mass spectrometry (GC/MS), using a minimal sample portion. DATINK is based on the analysis of one of the most common and widely used solvents of ballpoint inks (2-phenoxyethanol). So far there are several examples of applications of the DATINK methodology on real documents, which obtained acceptable results with associated errors (%RSD) between 5-25% and dated documents up to five years old. The potential of this technique developed by the SGIker allows to be optimistic in the search of new solutions for usual and/or new problems in the not easy task of document dating.

Keywords DATINK; dating documents; mass spectrometry; viscous ink

I. Introducción A comienzo de la década del 2010, el estudio forense documental seguía ganando gran importancia. En el momento de la publicación de nuestro método de datación DATINK (San Roman *et al.*, 2015), las estadísticas recogidas por la policía científica en Finlandia demostraban que, del total de los casos judiciales en los que estaba involucrado un estudio documentoscópico, en el 40% de ellos este estudio fue determinante para llegar a una sentencia firme (Rönkä, 2015). Estos números avalaban el trabajo pulcro y cada vez más minucioso que los peritos grafólogos realizaban en cada uno de sus informes.

Dentro de estos informes periciales, la datación del documento continuaba siendo un reto de máxima importancia. Desde los años 1990 existen distintas metodologías analíticas que intentan datar documentos respondiendo a las continuas demandas de esta sociedad cambiante (Calcerrada y García-Ruiz, 2015). Hasta 2015, más del 60% de las metodologías analíticas que posibilitan datar un documento están relacionadas con el estudio de las tintas depositadas sobre el papel. De este grueso de métodos, el 60% basan sus métodos en el estudio del comportamiento de los compuestos volátiles que conforman los disolventes de las tintas viscosas (2-fenoxietanol, alcohol bencílico, etilenglicol, polietilenglicol, etc.). El resto de las metodologías usan otras familias de componentes de las tintas (resinas y/o colorantes en la mayor parte de los casos) o estudian otras partes del documento (papel, impresiones o cruzamientos).

De la totalidad de los métodos recogidos en estos años, solo el 30% tiene como objetivo datar, entendiendo datar como intentar asignar un tiempo de edición discreto a un documento. El resto hace una datación por diferenciación o contraste con respecto a otros componentes o partes del documento. Este dato, recogido por Calcerrada y colaboradores, da una idea de la dificultad analítica que entraña la metodología que está detrás del estudio documental (Calcerrada y García-Ruiz, 2015). Aunque el desarrollo de nuevas metodologías no cesa (Figura N° 1) (Díaz-Santana *et al.*, 2017; Ortiz-Herrero *et al.*, 2020), se aprecia un pequeño estancamiento en el desarrollo de nuevas metodologías de datación para el caso de bolígrafos de tinta viscosa (94 artículos en los últimos siete años).

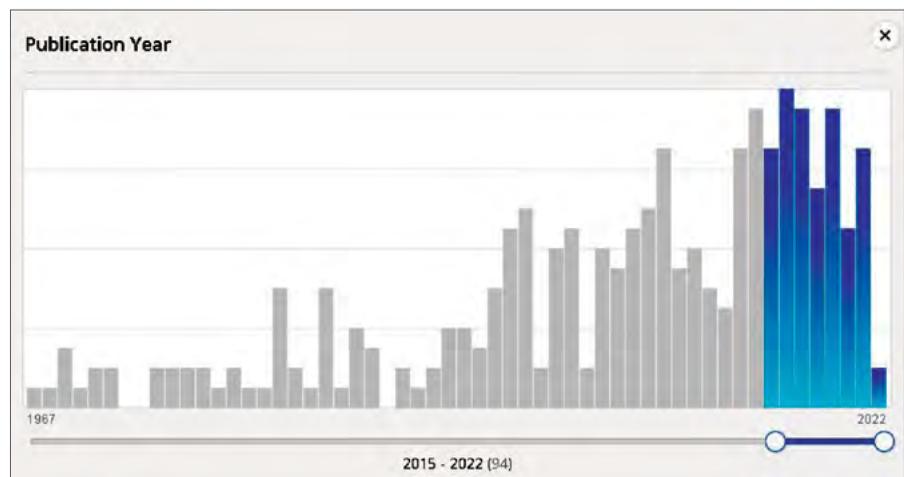


Figura N° 1. Gráfico con el número de publicaciones en revistas científicas (Scifinder® Scholar®, Búsqueda: ballpoint ink dating documents). En azul las publicaciones desde la aparición del método DATINK, 2015-2022).

Uno de los problemas más recurrentes, y que sigue motivando el desarrollo de nuevos métodos de datación, es que muchos de los métodos normalizados y aceptados a nivel internacional no pueden analizar la fecha de documentos con una antigüedad de más de seis meses (Aginisky, 1996; 1998). Esto sucede, básicamente, porque están directamente relacionados con la cuantificación de los compuestos volátiles que conforman las tintas viscosas. La cinética de degradación exponencial de este tipo de compuestos ha sido ampliamente estudiada (Ezcurra *et al.*, 2010; Weyermann *et al.*, 2011). La mayor parte de la pérdida de concentración de compuestos volátiles ocurre en las primeras etapas (<1 mes), encontrando únicamente concentraciones residuales en bajas concentraciones a partir de ese momento (a nivel de ppb o ppt). Desafortunadamente este problema se agudiza debido a que la mayor parte de los documentos cuestionados terminan habitualmente en litigios judiciales. Si se tiene en cuenta que puede pasar mucho tiempo hasta que se admiten a trámite las pruebas periciales, los métodos de datación no son suficientes. Poder ampliar esos rangos de tiempo mediante el estudio de compuestos volátiles exige el uso de técnicas analíticas muy sensibles que permitan determinar esos compuestos a bajos niveles de concentración.

Otro de los inconvenientes más habituales es la toma de muestra. Debido a la importancia inherente de los documentos cuestionados, en algunas ocasiones no es posible realizar la toma por la sensibilidad del documento. Esto hace que los métodos con una destrucción parcial o total de la muestra no estén bien vistos e intenten ser superados por nuevas metodologías no invasivas (Braz *et al.*, 2013). Además, en la mayor parte de los casos, aunque esté permitida la toma de muestra, la cantidad disponible puede ser muy pequeña. Habitualmente, el trazo manuscrito potencial a muestrear tiene pocos centímetros de extensión, y parte de ellos pueden no ser hábiles debido a cruzamientos o a posibles contaminaciones cruzadas (Braz *et al.*, 2013). Este inconveniente se agrava de forma significativa si se intentan analizar trazos antiguos en que los compuestos residuales volátiles que se trata de determinar están en concentraciones muy pequeñas, o no se dispone de métodos analíticos optimizados y validados con instrumentación de análisis sensible y robusta.

Por último, existe una falta de metodologías de datación que puedan ser de uso universal para los peritos calígrafos. Como ya se ha visto, la mayor parte de los métodos de datación se basan en el análisis de las tintas. Las empresas que comercializan las diferentes tintas de bolígrafos y útiles de escritura guardan con celo los secretos de la composición de sus respectivos productos de cara a poder obtener bolígrafos más comerciales y con mejores propiedades que la competencia. Esto hace que exista una gran cantidad de familias de compuestos distintos y es muy complicado encontrar métodos de datación de uso general. Un ejemplo claro de esta limitación son los métodos de datación a partir de la desaparición del 2-fenoxietanol (Stewart, 1985; Aginsky, 1996; Lociciro *et al.*, 2004; Wang *et al.*, 2006; Koenig *et al.*, 2015). Este disolvente está presente en el 80% de los bolígrafos de tinta viscosa actuales (Ezcurra *et al.*, 2010) imposibilitando la datación de otro tipo de tintas libres de este compuesto.

Junto con estos inconvenientes mayoritarios, existen otros no menos importantes, como la relevancia de las distintas formas de almacenamiento/conservación del documento, la influencia del soporte papel en el que se realiza el análisis o la cantidad de tinta depositada en el trazo (Weyermann *et al.*, 2011).

En los últimos años, los métodos desarrollados están focalizados en superar algunos de los inconvenientes descritos. El uso de técnicas microscópicas no invasivas (Sharma y Kumar, 2017), la combinación y el tratamiento posterior de los datos mediante algoritmos de predicción de tipo Inteligencia artificial (AI) (Valderrama y Valderrama, 2016) y la ampliación de modelos de referencia (Ortiz-Herrero *et al.*, 2020) están desembocando en métodos de datación robustos de aplicación internacional y con una confianza muy alta en los resultados obtenidos. Aun así, métodos de datación como el DATINK siguen siendo una herramienta útil para la datación de documentos manuscritos.

II. Método DATINK. ¿Es posible datar documentos de hasta 5 años?

Tal y como hemos descrito anteriormente, el método DATINK es una metodología basada en un análisis cromatográfico asociada a la detección por medio de la espectrometría de masas (GC/MS) que nos permite conocer el tiempo que un trazo de tinta lleva depositado sobre un documento tipo papel. A diferencia de otras metodologías desarrolladas en los últimos años y de forma completamente novedosa, este método ha logrado determinar el tiempo que lleva depositada una tinta, no por saber la cantidad residual de algunos de sus componentes, sino “cuantificando” la facilidad con la que un disolvente orgánico (2-fenoxietanol), muy frecuente en las tintas viscosas, se evapora de la matriz sólida papel-tinta en la que se encuentra una vez que ha sido depositada.

Debido a esto, para la aplicación de esta metodología, partimos de algunas premisas mínimas que el documento cuestionado debe cumplir (Tabla N° 1). En primer lugar, solo puede utilizarse para documentos manuscritos con tintas viscosas. Tal y como es conocido en el mercado, existe una gran cantidad de útiles de escritura en base a disolvente acuoso (bolígrafos tipo gel) u otro tipo de útiles que no disponen de disolventes orgánicos en su composición. El método DATINK no puede aplicarse en este tipo de documentos. En segundo lugar, aunque el documento cuestionado haya sido escrito mediante un bolígrafo con tinta viscosa, este debe tener en su formulación el componente 2-fenoxietanol. Tal y como podemos conocer de un estudio de mercado realizado en los últimos años, la cantidad de útiles de escritura de tinta viscosa que no poseen 2-fenoxietanol en su composición ronda el 30% (Salkim *et al.*, 2020). En tercer lugar, el documento soporte debe estar formado por material celulósico tipo papel. El método ha demostrado capacidad de adaptación y

buenos resultados con papeles de diversas categorías y gramajes (es posible aplicar la metodología entre densidades de 60-110 g/cc), aunque la probabilidad de no obtener resultados concluyentes aumenta considerablemente si superamos la barrera de los 110 g/cm³ densidad en el soporte. La verdad es que la mayor parte de los papeles utilizados en el ámbito administrativo suelen encontrarse dentro de los gramajes en los que la metodología no encuentra problema de aplicabilidad.

Condiciones de aplicación de la metodología DATINK	
Tipo de tinta a la que realizar análisis	Tinta viscosa con disolvente 2-fenoxyetanol
Tipo de papel	Cualquier papel de oficina de cualquier formato/densidad (60-110 g/cc).
Cantidad de trazo de escritura requerida para la analítica	3 porciones de 3.14 mm ²
Tipo de muestreo	Presencial realizado personalmente con toma de muestra blanco
Rango máximo de antigüedad del documento donde aplicar DATINK	5 años
Error de datación asociado	20%
Tiempo medio de respuesta de análisis	5-8 días laborables por muestra analizada

Tabla N° 1. Parámetros y condiciones para la datación mediante el método DATINK. Fuente propia.

Aunque a primera vista puede parecer un método más, basado en el estudio y la determinación de los restos de 2-fenoxyetanol, DATINK tiene algunas diferencias importantes que se enumeran a continuación, estas le confieren unas características novedosas frente a la metodología de datación contemporánea:

En primer lugar, el método DATINK utiliza una metodología de extracción automática denominada microextracción en fase sólida (SPME, por sus iniciales en inglés, Solid Phase MicroExtraction). Brevemente, esta técnica consiste en realizar una extracción de los compuestos previamente volatilizados mediante una microfibra expuesta al espacio de cabeza de un vial cerrado. Los compuestos volátiles que se encontraban en la tinta, concretamente el compuesto 2-fenoxyetanol, entre otros, se desplazan por calentamiento suave a la fase gas donde son absorbidos por el material absorbente. La alta afinidad de la fibra y su poder de concentrar gran cantidad de compuesto en una mínima cantidad de sorbente hace posible la detección de concentraciones de ultra trazas (ppb o ppt). No hay que olvidar que habitualmente la concentración de este tipo de componentes en un trazo depositado de tinta es muy pequeña y que, progresivamente, debido a su volatilidad, esa concentración disminuye significativamente con el tiempo (Cantú, 2017). Gracias a la posibilidad

de detectar muy bajas concentraciones, esta técnica permitió rebajar considerablemente el número de trozos de trazo de línea que debíamos muestrear. En el caso de la metodología DATINK, solo fue necesario el uso de una única porción de papel de 1.2 mm de diámetro para realizar el análisis.

Es verdad que, como muestra la Tabla 1, en el ámbito de la de aplicación real tomamos 3 porciones, ya que hacemos el análisis por triplicado para poder aseverar la reproducibilidad del resultado. Esto ha supuesto una ventaja notable con respecto a muchos de los métodos actuales de datación que necesitan de 6 a 10 pequeños trozos de muestra para poder efectuar el análisis (Díaz-Santana *et al.*, 2018) o el doble en los casos en los que se realiza una comparación con un análisis directo frente a uno con degradación previa (Aginsky, 1996; Aginsky, 1998). Por esta razón, la técnica de SPME supera la extracción tradicional sólido/líquido llevada a cabo en muchas de las metodologías de datación usadas hasta el momento, ligadas a mayores errores sistemáticos y límites de detección (LOD) y cuantificación (LOQ) más altos. Además, este tipo de técnica de extracción evita los problemas de contaminación cruzada.

Como se ha comentado anteriormente, el proceso de extracción con la fibra se realiza en el espacio de cabeza (*headspace*) que existe en un vial en el que se ha depositado previamente el trozo de papel con el trazo de tinta a analizar. A este espacio únicamente pasan aquellos compuestos que pueden ser volatilizados a temperaturas suaves, como disolventes. Las grandes familias de los otros compuestos que conforman las tintas comerciales (resinas, colorantes, modificadores químicos, etc.), debido a sus altos pesos moleculares y estructuras químicas con gran polaridad, no pueden vaporizarse y, por tanto, no son extraídos por la fibra. Este hecho hace que la inyección de la muestra en el cromatógrafo sea mucho más limpia, lo que evita que el resto de los componentes de la tinta no volátiles (colorantes y resinas, entre otros), así como los compuestos que componen el papel (celulosas, surfactantes y blanqueantes), no interfieran en la medida cromatográfica posterior. La sensibilidad de esta técnica ha posibilitado también que se hayan podido detectar trazas de este disolvente a muy bajas concentraciones, de forma que se han podido datar documentos en un rango de hasta cinco años desde su edición.

Hasta el momento, DATINK es una de las pocas metodologías analíticas que ha permitido la datación de documentos hasta un máximo de cinco años de antigüedad (San Roman *et al.*, 2015; Cantú, 2016). En la actualidad, cada vez es más común ver cómo otras metodologías intentan llegar a este tipo de límites (Lydzba-Kopczynska *et al.*, 2021). Por el momento, el método DATINK está a la vanguardia en cuanto al rango de aplicación para la datación de documentos manuscritos. Además, el hecho de que este tipo de extracción pueda estar totalmente automatizada mediante un robot inyector (CTC Analytics AG, Zwingen, Suiza) ha revertido directamente en la rapidez de respuesta y en la mejora de la exactitud y precisión obtenidas. Nuestra experiencia en el análisis de documentos mediante esta metodología ha demostrado que la mayor parte de los casos ha dado resultados en los siguientes ocho días laborables una vez que se han recibido las muestras en el laboratorio o el documento ha sido muestreado en nuestras instalaciones. La potencialidad de la instrumentación automatizada permite que este tipo de analíticas puedan realizarse incluso cuando la jornada laboral en el laboratorio ha acabado. Hay que resaltar que, aunque la metodología automatizada ahorra en tiempos y obtiene resultados más representativos y reproducibles, la metodología DATINK también puede llevarse a cabo mediante una extracción en fibra a modo manual. Existen para ello portafibras que permiten la extracción y posterior inyección en cromatógrafos sin robots muestreadores.

A estas alturas, puede realizarse la siguiente pregunta: si la metodología DATINK no cuantifica el resto de disolvente que queda en el trazo de escritura, sino que “cuantifica” la dificultad con la que ese disolvente se evapora... ¿cómo lo logra? ¿Cómo es capaz de tabular y asignar un valor a la dificultad que un disolvente depositado en un trazo va adquiriendo según pasa el tiempo de secado de la tinta? La respuesta se halla en el modo en el que se realiza esta micro-extracción en fase sólida. En vez de efectuar una única extracción, DATINK está vinculado a un modo de extracción denominado extracciones múltiples sucesivas (MHE, Multiple Headspace Extraction). Este tipo de extracción ha sido ampliamente utilizado para la cuantificación de compuestos volátiles y semivolátiles en distintas matrices sólidas en el área de la alimentación.

Las extracciones sucesivas consisten en realizar una serie de extracciones consecutivas sobre la misma muestra (Figura N° 2).

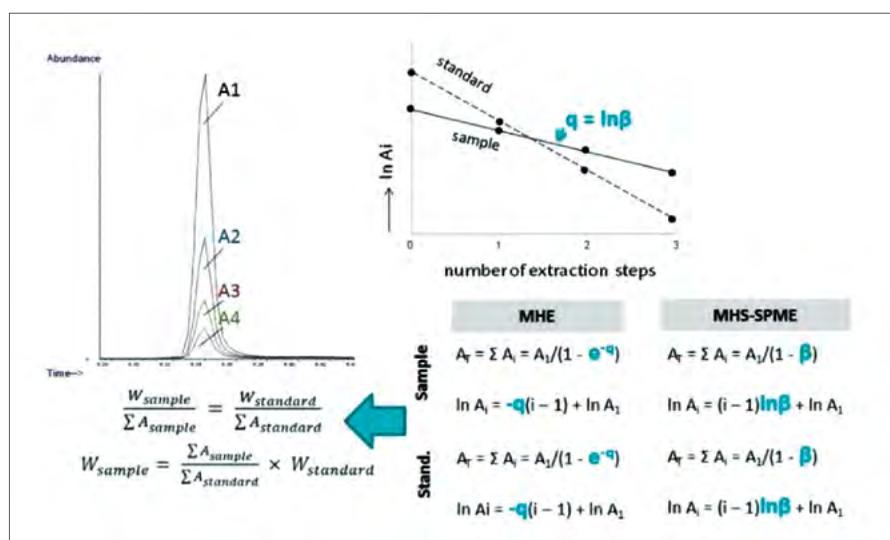


Figura N° 2. Resumen del método de MHE. Variación de las áreas cromatográficas de las etapas de la técnica MHE-SPME (izquierda). Cálculos matemáticos necesarios para la cuantificación de un compuesto, en función de la pendiente de la recta de obtenida de las extracciones sucesivas (derecha). Fuente propia.

Recogiendo las áreas cromatográficas sucesivas, y mediante un algoritmo matemático sencillo, puede relacionarse el área cromatográfica total obtenida ($\sum A_{\text{sample}}$) de las extracciones sucesivas con la cantidad de compuesto extraído. En el caso del método DATINK, las extracciones sucesivas no son usadas para calcular la cantidad remanente en el documento de 2-fenoxietanol, sino que únicamente se utiliza la pendiente de la recta obtenida de las extracciones sucesivas ($\ln \beta$) (Figura N° 2). Este parámetro β es característico del compuesto estudiado (2-fenoxietanol) y está directamente relacionado con la matriz (tinta-papel). En el caso de la tinta depositada sobre papel, se ha comprobado cómo este parámetro β va variando a medida que la matriz tinta-papel varía con el tiempo (Figura N° 3).

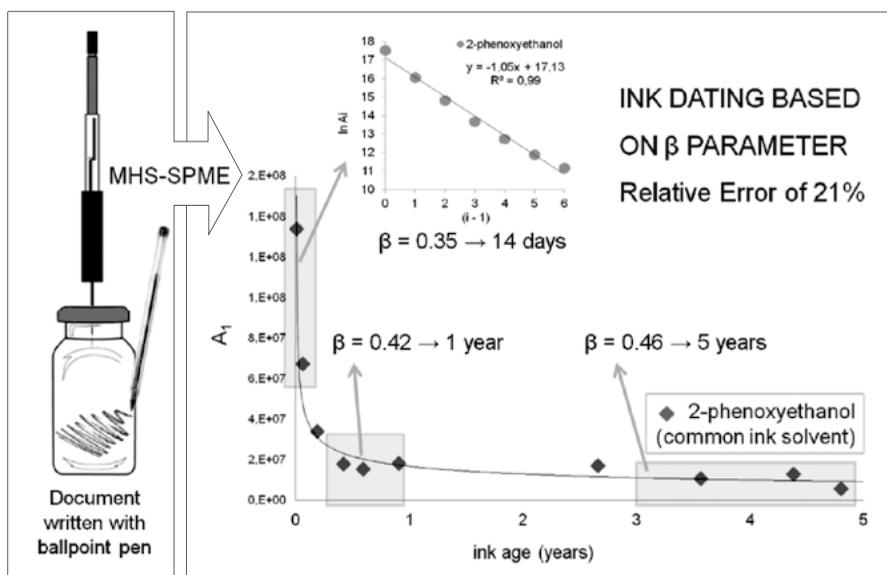


Figura N° 3. Resumen gráfico del método de datación DATINK. Procedimiento experimental de la técnica de SPME (izquierda). Variación del parámetro β a medida que la matriz tinta-papel varía con el tiempo (derecha). Fuente propia.



Figura N° 4. Representación gráfica del efecto de la polimerización de las resinas que componen las tintas con el paso del tiempo. Fuente propia.

Con el fin de estimar la fecha de documentos, se realizó una correlación entre los distintos valores del parámetro β obtenidos en documentos envejecidos naturalmente desde unos pocos días hasta cinco años en condiciones controladas. En concreto, se tomaron 10 documentos distintos para poder realizar una recta de regresión tal y como se muestra en la Figura N° 4. El análisis de cada uno de estos documentos que poseía un trazo depositado entre un intervalo de tiempo entre 0 y 5 años fue analizado y determinado su β . Una vez determinado, se obtuvo una recta de regresión relacionando el tiempo de depósito del trazo y su β . Este parámetro, según el propio investigador que desarrolló esa técnica de extracción, está directamente relacionado con la matriz de la que se está extrayendo.

En este caso concreto, aunque la matriz sea la misma (papel-tinta), se comporta totalmente diferente, porque a nivel macromolecular la conformación de la matriz va variando con el tiempo. El paso del tiempo hace que los distintos procesos de curado y secado de las resinas provoquen que la estructura macroscópica de sus redes sea diferente. Este efecto, principalmente, es el que provoca que, según transcurre el tiempo, la dificultad que tiene el disolvente para evaporarse cada vez es mayor (Figura N° 4). En los primeros estadios del depósito de la tinta, la evaporación del solvente es rápida. Esta velocidad disminuye drásticamente según pasa el tiempo y las resinas van polimerizándose más, debido a que aumenta la dificultad para que el disolvente se evapore. Este efecto ha sido claramente visualizado en las pruebas realizadas en el método DATINK (San Román *et al.*, 2015).

Este tratamiento matemático nos ha permitido asignar una fecha concreta con un rango de error entre un 5 y un 21%. Este logro ha sido un gran avance, ya que permite diferenciar un rango de edición de un documento cuestionado de hasta cinco años de antigüedad. Además, se ha podido comprobar matemáticamente como la correlación que existe entre el parámetro β y el tiempo no es lineal más allá de cinco años, volviéndose asíntótica e imposibilitando obtener estimaciones de tiempo (Cantú, 2017). En este sentido, la búsqueda de métodos de datación con un rango más amplio (>5 años hasta 30 años) es posible que implique el uso de otro tipo de metodologías que ya estamos valorado (Ortiz-Herrero *et al.*, 2018a).

Finalmente, debido a una pequeña modificación en la extracción múltiple (adicción de agua), se ha trasladado el equilibrio químico sólido-gas a un equilibrio líquido-gas que ha minimizado sensiblemente la influencia del tipo de papel a estudio, de forma que se han obtenido resultados aceptables (dentro del error asociado a la técnica) con papeles de distintas propiedades físico-químicas (San Román *et al.*, 2015). Sin embargo, se ha comprobado que cuando se analizan casos extremos, como papeles de muy baja o muy alta densidad, aún se observan procesos de adsorción/absorción.

III. Método DATINK. Presente y futuro

Desde el año 2015, DATINK se ha aplicado a un total de 22 casos reales, se han obtenido resultados concluyentes en más del 50% de ellos, en un tiempo de respuesta de 5-8 días, parámetro a tener en cuenta ya que normalmente la actividad judicial exige una respuesta relativamente rápida. Hay que resaltar que, en ningún caso, la cantidad de muestra ha sido un problema, ya que se pudo analizar todos los casos, incluso en ocasiones en los que el muestreo se reducía únicamente a un símbolo (€). Los principales problemas encontrados hasta el momento han sido causados principalmente por diferencias significativas entre nuestro modelo y los documentos cuestionados analizados. Hasta el momento no se ha encontrado una solución a estos problemas (15% del total de casos estudiados) y no se ha podido asignar una estimación concluyente.

El resto de los problemas (35% el total de los casos estudiados) que se han encontrado se han debido a la contaminación cruzada provocada posiblemente en el periodo de conservación/almacenamiento de la muestra. La metodología DATINK permite fácilmente apreciar si ha habido contaminación cruzada en el documento de una forma sencilla, ya que se observan desviaciones importantes en la primera extracción realizada. Debido a que junto con el muestreo del trazo en el documento también efectuamos el análisis de una muestra blanco (trozo de papel soporte sin tinta depositada), este tipo de problemas normalmente han sido solventados gracias a correcciones matemáticas de los modelos.

Es cierto que esta metodología todavía tiene algunos puntos de mejora muy importantes: es una técnica que sigue siendo invasiva y que necesita parte del documento para poder llevarse a cabo. Tampoco se puede aplicar a todo tipo de útiles de escritura ni permite determinar la fecha de documentos con más de cinco años de antigüedad. Es posible que otras técnicas basadas en metodologías no invasivas y combinadas con tratamientos posteriores multivariantes puedan responder los inconvenientes que DATINK no podrá llegar (Ortiz-Herrero *et al.*, 2018a; 2018b; 2018c; 2020). Aun así, DATINK seguirá siendo una metodología efectiva para una gran cantidad de casuística a la vez que servirá como método de contraanálisis en multitud de casos que hayan sido datados mediante métodos menos exactos.

IV. Bibliografía

Aginsky, V. N. (1996). Accelerated aging-its use in methods for dating ink. *International Forensic Documents Examiners*, 2, 179-181.

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*, 4, 214-230.

Braz, A.; López-López, M. y García-Ruiz, C. (2013). Raman spectroscopy for forensic analysis of inks in questioned documents. *Forensic Science International*, 232, 206-212.

Calcerrada, M. y García-Ruiz, C. (2015). Analysis of questioned documents: A review. *Analytica Chimica Acta*, 853, 143-166.

Cantú, A. A. (2016). Comments on the multiple headspace-solid phase microextraction (MHS-SPME) technique for dating inks. *Forensic Chemistry*, 3, 14-20.

Cantú, A. A. (2017). On the behavior of certain ink aging curves. *Forensic Science International*, 278, 269-279.

Díaz-Santana, O.; Vega-Moreno, D.; 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*, 1515, 187-195.

Ezcurra, M.; Góngora G. J. M.; Maguregi, I. y Alonso, R. (2010). Analytical methods for dating modern writings instruments inks on paper. *Forensic Science International*, 197, 1-20.

Koenig, A.; Bügler J. B.; Kirsch, D.; Kholer, F. y Weyermann, C. (2015). Ink dating using thermal desorption and gas chromatography/mass spectrometry: A comparison. *Journal Forensic Science*, 60, 152-161.

Locicero, S.; Dojourdy, L.; Mazella, W. y Margot, P. (2004). Dynamic of the ageing of ballpoint pen inks: Quantification of phenoxylethanol by GC-MS. *Science & Justice*, 44(3), 165-171.

Lydzba-Kopczynska, B.; Czaja, T.; Ciesla, R. y Rusek, G. (2021). Application of chemometric methods for the determination of fading and age determination of blue ballpoint inks. *Journal of Raman Spectroscopy*, 52(1), 159-169.

Ortiz-Herrero, L.; Blanco, M. E.; García-Ruiz, C. y Bartolomé, L. (2018a). Direct and indirect approaches based on paper analysis by Py-GC/MS for estimating the age of documents. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 131, 9-16.

Ortiz-Herrero, L.; Alonso, M. L. y Maguregui, I. (2018b) E-Poster presentation. New approaches for DATINK methodology. 8th European Academy of Forensic Science Conference, Paris.

Ortiz-Herrero, L.; Bartolomé, L.; Duran, I.; Velasco, I.; Alonso, M. L.; Maguregui, M. I. y Ezcurra, M. (2018c). 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*, 140, 158-166.

Ortiz-Herrero, L.; De Almeida Assis, A.; Bartolomé, L. y Alonso M. L.; Maguregui, M. I., Alonso, R. M. y Seixas de Melo, J. M. (2020). A novel, non-invasive, multi-purpose and comprehensive method to date inks in real handwritten documents based on the monitoring of the dye ageing processes. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 207, 104187.

Rönkä, E. (2015). The effectiveness of handwriting examinations on police investigation and the court system (Oral communication). 7th European Academy of Forensic Sciences Conference, EAFS, Praga.

San Roman, I.; Bartolomé, L.; Alonso, M.; Alonso, R. M. y Ezcurra, M. (2015). DATINK pilot study: An effective methodology for ballpoint pen ink dating in questioned documents. *Analytica Chimica Acta*, 892, 105-114.

Salkim Islek, D.; Isat, E.; Cengiz, S. (2020). Determination of Changes in Crystal Violet and Phenoxyethanol (Dating Ink). *Journal of Forensic Sciences*, 65(2), 661-663. <https://doi.org/10.1111/1556-4029.14211>

Sharma, V. y Kumar, R. (2017). Fourier transform infrared spectroscopy and high performance thin layer chromatography for characterization and multivariate discrimination of blue ballpoint pen ink for forensic applications. *Vibrational Spectroscopy*, 92, 96-104.

Stewart, L. F. (1985). Ballpoint ink age determination by volatile component comparison: a preliminary study. *Journal Forensic Science*, 30(2), 405-411.

Valderrama, L. y Valderrama, P. (2016). Nondestructive identification of blue pen inks for documentoscopy purpose using iPhone and digital image analysis including an approach for interval confidence estimation in PLS-DA models validation. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 156, 188-195.

Wang, Y.; Yao, L.; Zhao, J.; Wang, Y. y Wang, Y. (2006). Determining the relative age of blue ballpoint ink by gas chromatography. *Frontiers Chemistry China*, 1(2), 223-226.

Weyermann, C.; Almog, J.; Bugler, J. y Cantú, A. A. (2011). Minimum requirements for application of ink dating methods based on solvent analysis in casework. *Forensic Science International*, 210, 52-62.

Cita sugerida: Bartolomé Moro, L. (2022). Nuevos retos en la etapa de madurez del método DATINK. *Minerva. Saber, arte y técnica*, VI(1), junio 2022-diciembre 2022. Instituto Universitario de la Policía Federal Argentina (IUPFA), pp. 6-16.

**** BARTOLOMÉ MORO, LUIS**

PhD con mención internacional en Química por la Universidad del País Vasco (UPV/EHU) y la Universidad de Lund. Técnico responsable del Servicio Central de Análisis de Bizkaia (SCAB/SGIker) en la Universidad del País Vasco (UPV/EHU). Asesor científico y socio fundador de la empresa forense IKERKUDE S.L

* El presente artículo es una reformulación y ampliación de la ponencia presentada en el Congreso Sidpo 2021.