



Определение летучих растворителей в штрихах реквизитов документов методом газовой хроматографии и установление давности (времени) исполнения реквизитов документов

Аннотация

Представлена методика количественного анализа летучих растворителей в штрихах реквизитов документов газовом хроматографе "Хроматэк-Кристалл 5000" с масс-спектрометрическим детектором (ГХ-МС) и пламенно-ионизационным детектором (ГХ) методом абсолютной градуировки для установления давности (времени) изготовления документа. Время анализа составляет от 15 мин.

Введение

Установление давности выполнения реквизитов документов методом газовой хроматографии - термодесорбции на основе определения содержания летучих растворителей в штрихах реквизитов документов нашло широкое распространение в судебно - экспертной практике (в настоящее время в судебно-экспертные учреждения судами Российской Федерации назначается значительное количество экспертиз для установления времени изготовления документов). Содержание летучих растворителей в штрихах реквизитов документов напрямую отражает временной период изготовления реквизитов в документе (документах). Состав растворителей в материалах письма нормируется таким образом, чтобы получить наибольшее положительное влияние на эксплуатационные свойства материалов письма в штрихах реквизитов документов при использовании пишущих и печатающих устройств (пасты для шариковых ручек, штемпельные краски, водорастворимые материалы письма (чернила для гелевых, перьевых и капиллярных ручек), чернила для струйных принтеров). В зависимости от временного периода изготовления реквизитов в документе и условий хранения документа растворитель (растворители) практически полностью испаряется (улетучивается) из штрихов реквизитов (также идет диффузия по бумаге), поэтому на данном физико - химическом свойстве (убывания) растворителя основано определение давности (времени) выполнения реквизитов в документе.

Настоящая методика устанавливает способ количественного определения индивидуальных летучих растворителей (летучих органических соединений) в диапазоне от 0,001 мкг до 1 мкг в штрихах (что находится в диапазоне содержания

растворителя (растворителей) в штрихах реквизитов документов, от реквизитов документов небольшой давностью выполнения до 1-10 дней до реквизитов документов давностью выполнения более 24-36 месяцев, в зависимости от состава используемых материалов документов).

Особенностью методики является применение современной системы термодесорбции, криогенного охлаждения (программированного крифокусирования компонентов десорбции) и прямой ввод компонентов десорбции в капиллярную колонку (без использования дополнительных соединений, кранов переключений, тройников), все это позволяет перенести все исследуемые компоненты в колонку без потерь и провести эффективное разделение компонентов. Применяемая технология значительно понижает предел обнаружения исследуемых летучих компонентов (растворителей), оборудование обеспечивает высокую точность и воспроизводимость измерений.

Методы анализа

1.Методика измерений содержания летучих растворителей в штрихах реквизитов документов методом газовой хроматографии и установление времени выполнения реквизитов документов (Свидетельство об аттестации [№88-16207-086RA.RU.310657-2018](#). Методика включена в **федеральный реестр ФР.1.31.2018.32308**). Методика разработана ЗАО СКБ Хроматэк.

2.Методика «определение давности выполнения реквизитов в документах по относительному содержанию в штрихах летучих растворителей», Э.А. Тросман, Г.С. Бежанишвили и др. Методика утверждена Научно-методическим советом ФБУ РФЦСЭ при Минюсте России 13.03.2013 г., пр. № 35.

3.Методика измерений содержания летучих растворителей в штрихах реквизитов документов, выполненных водорастворимыми материалами письма, методами хромато-масс-спектрометрии и газовой хроматографии для определения давности выполнения реквизитов документов (Свидетельство об аттестации [№88-16207-044RA.RU.310657-2021](#)). Методика включена в **федеральный реестр ФР.1.31.2021.41108**, Методика разработана ЗАО СКБ Хроматэк.

4.Методика определения состава и содержания красителей в материалах письма и штрихах реквизитов документов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (Свидетельство об аттестации [№88-16207-007-RA.RU.310657-2019](#). Методика включена в **федеральный реестр ФР.1.31.2019.34350**). Методика разработана ЗАО СКБ Хроматэк.

Оборудование и материалы

- Газовый хроматограф Хроматэк-Кристалл 5000
- Колонка CR-5 (30м × 0.25мм × 0.25мкм), Кат.№ 6.903.652 (для МСД)
- Колонка ВР-5 (30м × 0.25мм × 1.0мкм), Part.№ 054203 (для МСД - эффективное разделение)
- Колонка CR-5 (30м × 0.32мм × 0.5мкм), Кат.№ 6.903.754 (для ПИД)
- или Колонка CR-5, 30 м × 0.32мм × 1.0мкм №6.903.755 (ПИД - эффективное разделение)
- Детекторы: ПИД пламенно-ионизационный; или МСД масс-спектрометрический детектор;
- Поддув в детектор ПИД – азот (примечание: поддув в детектор ПИД – обязателен)
- Газ-носитель (г-н) – гелий или азот, допускается – гелий (марки А) с доп.очисткой, предпочтительно использование чистых газов: –гелий (высокой чистоты марки 55 (99,9995%) –гелий (высокой чистоты марки 6.0 (99,9999%) –азот (особой чистоты 1-й сорт (99,9999%)
- Испаритель пиролитический П4 в составе:
 1. Блок пиролиза (термостат испарителя П4)
 2. Блок криофокусировки (L-CO2) в составе: программируемая криоловушка и обогреваемая переходная линия
 3. Газ. арматура с подставкой (баллон 6 л);
- Для стабилизации потока газа-носителя на время смены трубки с пробой в испарителе рекомендуется: Кран 10 – портовый или Трехпозиционный клапан (для полу обратной продувки пред колонки)
- Двухпозиционный клапан (по линии сброса пробы, при использования режима split less)
- Фильтр 20.0-03 (комбинированный)
- Сорбционные кварцевые трубки (сорбент Tenax TA) для градуировки и анализа жидких проб
- Кварцевые трубки для анализа твердых проб (штрихов реквизитов)
- Программное обеспечение "Хроматэк Аналитик" 3.1

Объекты исследования:

- 1.Штрихи рукописных реквизитов, выполненные чернилами разных видов (чернила для гелевых, капиллярных, перьевых, ролевых ручек), пастами для шариковых ручек, гибридными материалами письма, материалами письма со специальными свойствами.
- 2.Штрихи оттисков печатей и штампов, выполненные штемпельными красками.

3.Штрихи печатных текстов, выполненные чернилами для струйного способа печати.

4.Основа документов – бумага офисная белая (допускается бумага разных видов на основе анализа свободных от реквизитов участков). Размеры вырезов от 3 до 10 мм в длину (возможность **исследования микро проб**, с минимальным повреждением реквизита документа для предварительной оценки возраста реквизитов в исследуемом документе **в режиме SIM для ГХ/МС**).



Режим анализа

Хроматограф	
Время анализа	15-16 мин
Колонка	
Поток газа-носителя	1-3 мл/мин. (в зависимости от диаметра колонки)
Деление потока	1:0 - 5 мин. (без деления), далее 1:20
Температура колонки	Режим №1
Изотерма 1: 50 °С	5 мин - 22 °С/мин
Изотерма 2: 270 °С	
Температура колонки для водорастворимых материалов письма	Режим №3
Изотерма 1: 150 °С	5 мин - 22 °С/мин
Изотерма 2: 270 °С	
ПИД - детектор	
расход водорода	25 мл/мин
расход воздуха	250 мл/мин
поддув в детектор	20 мл/мин
температура детектора	280 °С
МС- детектор	Хроматэк-МС
Тип сканирования	
диапазон масс	TIC (14-600 a.e.m.)
и режим выделенных ионов	SIM (см. табл.)
температура источника ионов (ионизации)	280 °С
температура переходной линии (интерфейса)	280 °С

Испаритель П4-2	Режим:термодесорбер
температура десорбции	200-220°C
время десорбции	5 мин
скорость нагрева	от 2500°C/мин
Блок криофокусировки	
температура переходной линии (нагрев)	270 °C
время охлаждения криоловушки	5 мин
температура охлаждения криоловушки	-40 °C
время нагрева к-ловушки	5 мин
температура нагрева криоловушки	280 °C
скорость нагрева	от 2500°C/мин

Экспериментальная часть

Методика включает: количественное определение содержания летучих растворителей в штрихах реквизитов документов: приготовление градуировочных смесей, градуировку хроматографа градуировочными смесями и последующее количественное определение содержания растворителей в штрихах реквизитов документов

Газовая схема анализа включает: узел ввода-испаритель пиролитический П4 (термостат испарителя П4), двухпозиционный клапан (по линии сброса пробы), блок криофокусировки (L-CO2) состоящий из обогреваемой переходной линии и программируемой криоловушки; хроматографическую капиллярную колонку; систему детектирования - детектор ПИД или МСД.

Примечание: В газовую схему испаритель П4-хроматограф, устанавливается кран 10 портовый который переключением потоков на время замены трубки с пробой позволяет исключить бросок давления в системе (с этой же целью возможно использовать схему с 3-ходовым клапаном для полу обратной продувки пред колонки).

Проба вводится в виде штриха реквизита в испаритель пиролитический П4 (термостат испарителя П4), где происходит десорбция из штриха летучих компонентов при температуре 200°C или 220°C (в зависимости от вида материалов письма), летучие продукты десорбции из исследуемого штриха направляются прямым вводом с потоком газа-носителя в хроматографическую колонку установленную в переходной линии и программируемой криоловушке блока криофокусировки. В блоке криофокусировки на фазе капиллярной колонки при температуре минус 40 или 45°C происходит криогенное фокусирование летучих компонентов десорбции (криогенное концентрирование летучих растворителей и др. компонентов продуктов десорбции пробы). Далее при быстром нагреве (со скоростью от 2500°C/мин) программируемой криоловушки до 280°C (переходная линия нагревается до 270°C) сфокусированные на узком участке капиллярной колонки летучие компоненты десорбции пробы эффективно элюируются по колонке и выходят отдельными хорошо разделенными пиками. Высокоэффективно

разделенные компоненты с выхода капиллярной колонки попадают в детектор ПИД или МСД, где происходит их регистрация (детектирование). Начальная температура программирования термостата колонки для анализа реквизитов выполненных пастами для шариковых ручек и гибридными материалами письма составляет 50 °C конечная 270 °C.

Начальная температура программирования термостата колонки для анализа реквизитов выполненных водорастворимыми материалами письма составляет 150 °C конечная 270 °C с учетом более эффективного разделения основных растворителей глицерина, гликолей и т.п. используемых в водорастворимых материалах письма при высоких температурах анализа.

Результаты и их обсуждение

Количественное определение содержания 2-феноксиэтанола, глицерина, гликолей, и других летучих растворителей осуществляется методом абсолютной градуировки. В качестве стандартов для градуировки используются растворы растворителей с содержанием растворителя в пробе 0.001 мкг, 0.01 мкг, 0.10 мкг и 1 мкг. На рисунках 1, 2 и 3 представлены хроматограммы растворителя из штрихов реквизитов, выполненных пастами для шариковых ручек.

Определяемые летучие растворители, предлагаемым методом эффективно разделяются на капиллярной колонке, разделение летучих компонентов растворителей должно быть практически полным. Высокая чувствительность метода позволяет количественно и воспроизводимо обнаруживать следовое и ультраследовое содержание растворителя (растворителей) - менее 1 нг в исследуемых штрихах. Практически всегда на хроматограмме с исследуемым летучим компонентом (растворителем) в незначительных количествах (не мешающих определению основного растворителя (растворителей)) определяются компоненты, относящиеся к технологическим рецептурным добавкам материалов письма и продуктам термодеструкции бумаги (частичная десорбция матрицы бумажной подложки). При этом растворитель и компоненты технологических добавок, практически полностью разделяются на капиллярной колонке. Незначительная часть компонентов термодеструкции бумаги выходит в значительно более позднее время по

отношению к времени выхода определяемого растворителя (растворителей) и имеет малоинформативное значение для идентификации объекта исследования в отличие от компонентов которые по времени удерживания могут выходить ранее основных растворителей. В то же время данные компоненты десорбции матрицы содержатся в незначительном количестве и не мешают определению основных летучих растворителей на хроматограмме.

Примечание: С развитием и внедрением новых технологий в экспертизу давности документов (масс-спектрометры на основе тройного квадрупольа в сочетании с методами десорбции), некоторые микрокомпоненты смогут служить дополнительными источниками информации для идентификации объекта исследования: по материалу используемому для изготовления документа и для определения давности изготовления документа.

Примечание: С применением метода ГХ-МС и высокочувствительного метода сканирования *выделенных* целевых ионов (*SIM*) в условиях, рекомендованных в методике пик глицерина однозначно определяется в документах давностью выполнения более 2-3 лет, пик растворителя 2-феноксиэтанола однозначно определяется в документах давностью выполнения более 3-4 лет, с соблюдением условий анализа, рекомендованных в методике. Контроль эффективности определения осуществляется сравнительным анализом контрольных смесей содержащих растворители из списка №1 или №2 рекомендованных в методике.

Хроматограммы

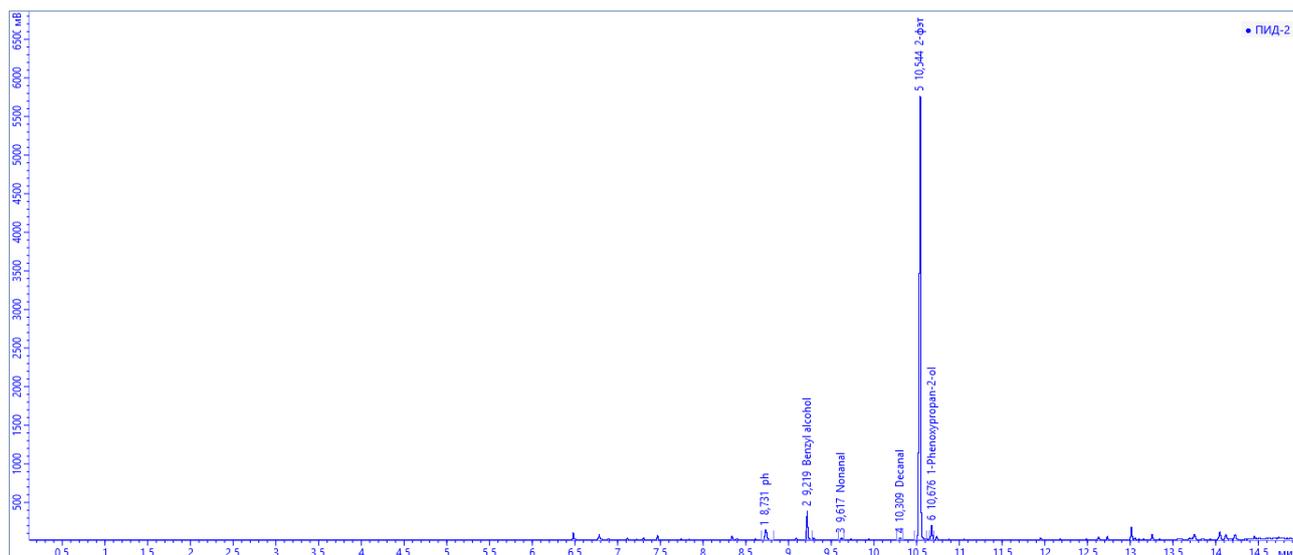


Рисунок 1 – Хроматограмма штриха, выполненного пастой для шариковых ручек Corvina 51 (черн.) от 25.02.2019, размеры штриха 8,0 x 0,4 мм, содержание 2-феноксиэтанола в штрихе 0,137 мкг. Дата проведения исследования 30.11.2020 года.

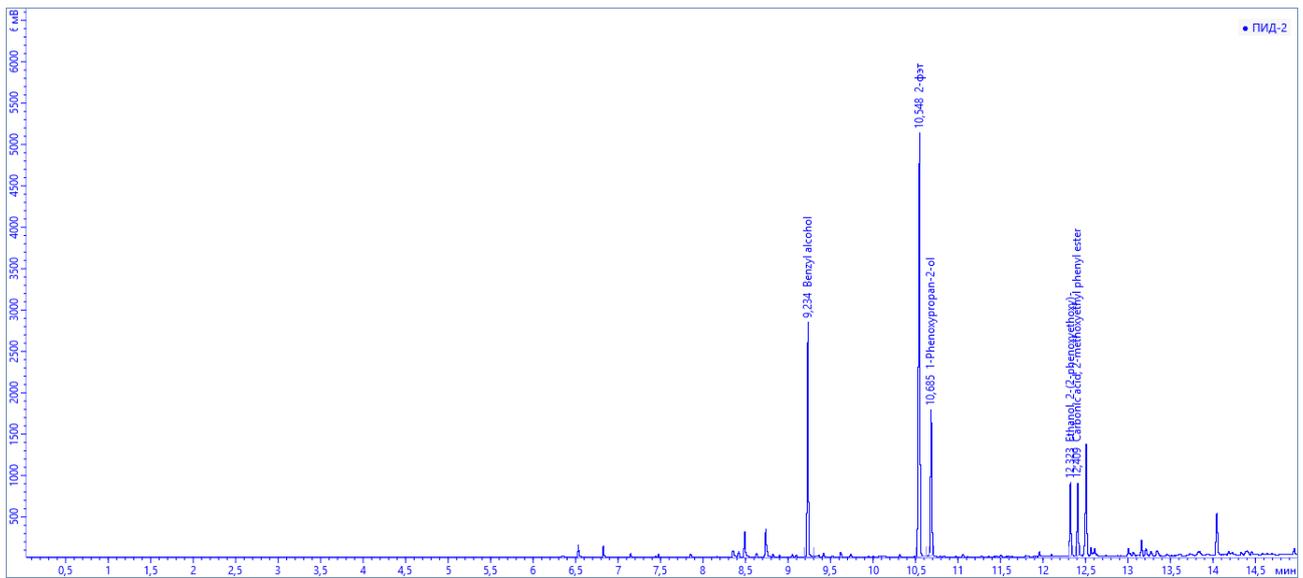


Рисунок 2 – Хроматограмма штриха, выполненного пастой для шариковых ручек WENXUAN Ball Point Pen 555A от 27.02.2019 (син.), размеры штриха 5,2 x 0,4 мм, содержание 2-феноксиэтанола в штрихе 0,116 мкг. Дата проведения исследования 13.10.2020 года.

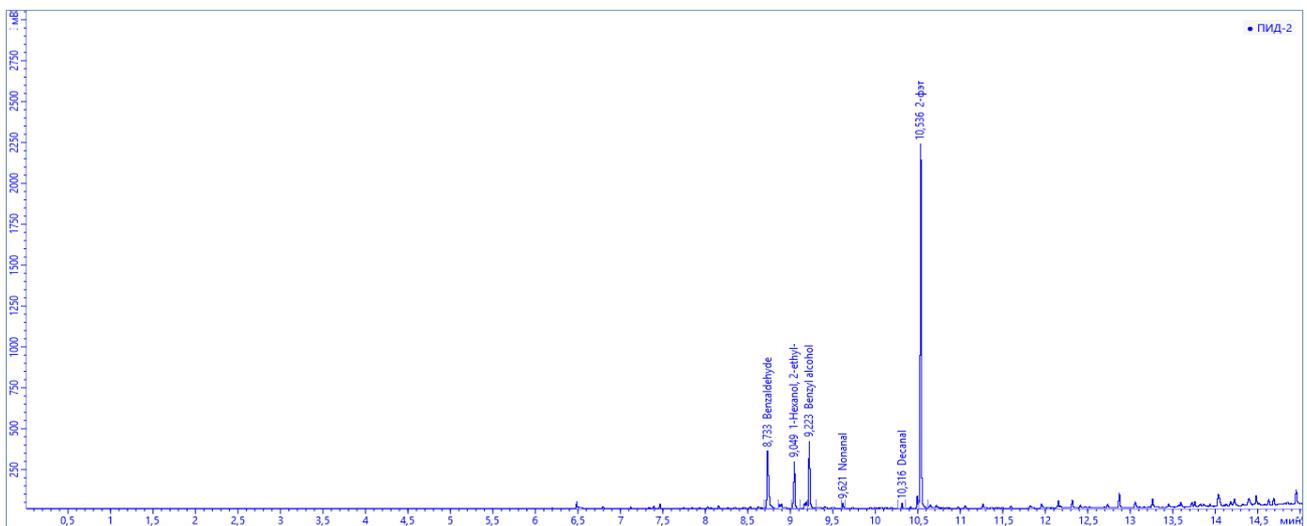


Рисунок 3 – Хроматограмма штриха, выполненного пастой для шариковых ручек Erich Krause U-18 (фиол.) от 15.12.2018, размеры штриха 8,0 x 0,4 мм, содержание 2-феноксиэтанола в штрихе 0,0431 мкг. Дата проведения исследования 03.08.2020 года.

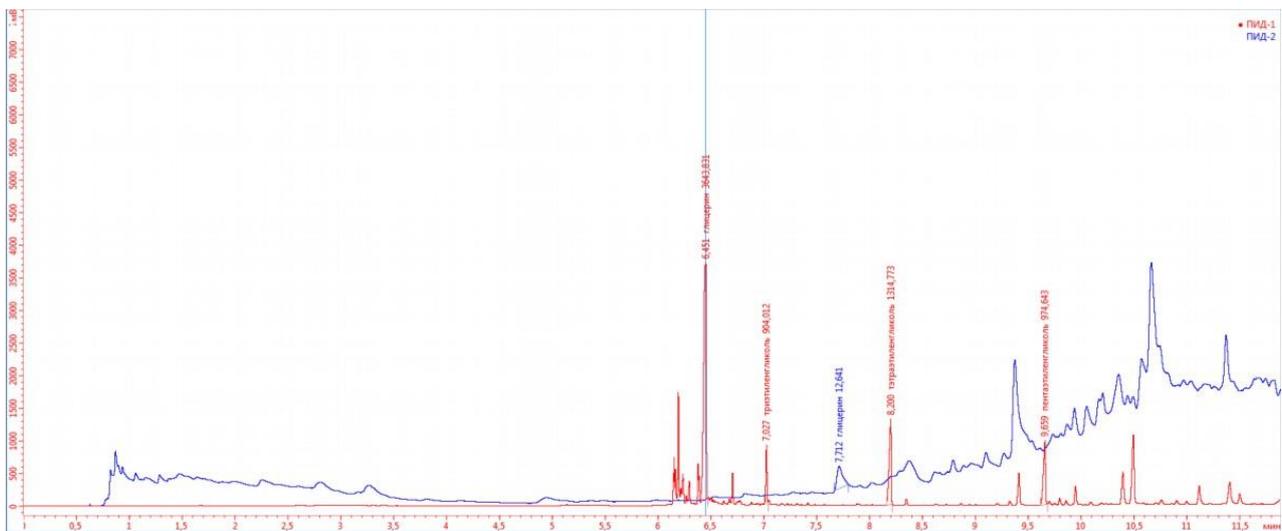


Рисунок 4 – Хроматограмма штрихов выполненных гелевой ручкой (сравнение одинаковых штрихов, штрихи из коллекции АНО «Кримиго» давность выполнения штрихов, ноябрь 2016 года (анализ проводился в лаборатории АНО "Кримиго г. Москва). Хроматограф «Хроматэк-Кристалл 5000, оснащенный Испарителем П4 и дозатором твердых проб». Дата проведения исследования 20 июня 2017 года. Штрихи размерами 10 x 0,4 мм.

Способы ввода пробы, температура десорбции, детектор:

- Детектор ПИД 1: Испаритель пиролитический П4 с модулем криофокусировки (L-CO2). Десорбция исследуемого штриха при 200°C, программируемая крифокусировка компонентов десорбции при минус 40°C;
- Колонка CR-5, 30м × 0.32мм × 0.5мкм, Кат.№ 6.903.754

- Детектор ПИД 2: Ввод исследуемого штриха в испаритель капиллярный дозатором твердых проб. Температура в капиллярном испарителе 200°C.
- Колонка ВРХ-5, 30м*0.53мм*1.5мкм, Cat.N 0541348

Результаты анализа:

Детектор ПИД 1: Глицерин – идентифицирован, высота пика – 3643 мВ; триэтиленгликоль – идентифицирован, высота пика 904 мВ; тетраэтиленгликоль – идентифицирован, высота пика 1318 мВ; пентаэтиленгликоль – идентифицирован, высота пика 974 мВ.

Детектор ПИД 2: Глицерин – идентифицирован, высота пика -14 мВ; триэтиленгликоль – не идентифицирован; тетраэтиленгликоль – не идентифицирован; пентаэтиленгликоль – не идентифицирован.

Выводы:

1. Результаты анализа образца штриха гелевой ручки (давностью со дня выполнения 8 месяцев) из коллекции лаборатории с применением термодесорбции в испарителе пиролитическом П4 с программируемой криофокусировкой компонентов десорбции, предоставляют эксперту возможность с высокой точностью идентифицировать летучие растворители и определить их содержание в штрихе. Результаты исследования представляется возможным использовать в качестве статистических данных о характере изменения содержания летучих растворителей в штрихах реквизитов выполненных чернилами для гелевых ручек аналогичного состава (что и исследуемый образец), в проверяемом временном интервале в соответствии с методикой установления давности (времени) выполнения реквизитов документов.

2. Результат параллельного анализа образца штриха гелевой ручки (давностью со дня выполнения 8 месяцев) из той же коллекции лаборатории с применением ввода пробы в обычный испаритель с помощью дозатора твердых проб (десорбция штриха в испарителе): учитывая что растворитель глицерин обнаруживается в фоновых значениях, а триэтиленгликоль, тетраэтиленгликоль, пентаэтиленгликоль в пробе не идентифицированы, то результаты анализа не представляется возможным использовать при проведении исследований в качестве статистических данных о характере изменения содержания летучих растворителей в штрихах реквизитов выполненных чернилами для гелевых ручек аналогичного состава.

Примечание: Выводы о времени выполнения реквизитов в документе формулируют на основании результатов проведенного исследования реквизитов документа и оценки их в соответствии со статистическими данными о характере изменения относительного содержания летучих растворителей в штрихах исследуемых реквизитов в проверяемом временном интервале (статистические данные - это результаты исследования коллекционных образцов, для которых установлена определенная закономерность изменения состава со временем).

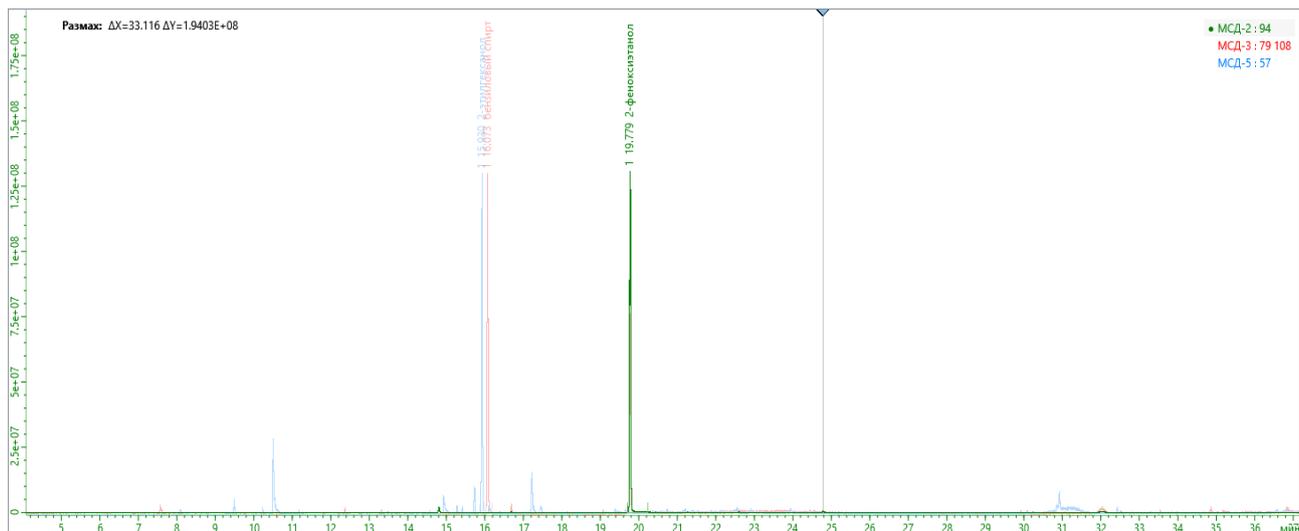


Рисунок 5 – Комплекс ГХ/МС. Хромотограмма штриха, выполненного пастой для шариковых ручек Berlingo ball point pen от 13.10.2019, размеры штриха 8,0 x 0,4 мм, содержание 2- феноксиэтанола в штрихе 0,0105 мкг. Дата проведения анализа 12.12.2021 г. Основные выделенные ионы – 94, 79, 108, 57. Колонка ВР-5, 30*0,25*1., №054203. Условия анализа приведены в методике.

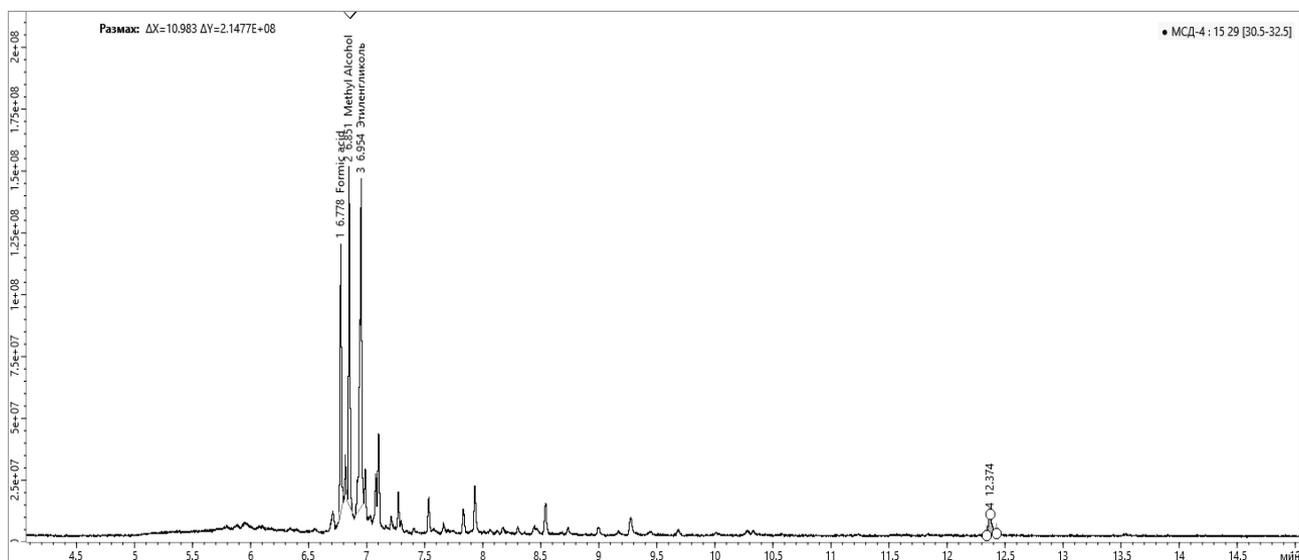


Рисунок 6 – Комплекс ГХ/МС. Хромотограмма штриха, выполненного роллером AlHAO ROLLER-TIP PEN 0,5 штрих 8,0 x 0.2 мм, штрих выполнен 23.11.2021 содержание этиленгликоля в штрихе 0,105 мкг. Дата проведения анализа 15.12.2021 г. Основные выделенные ионы – 15, 29, 31 и 32. Колонка ВР-5, 30*0,25*1., №054203

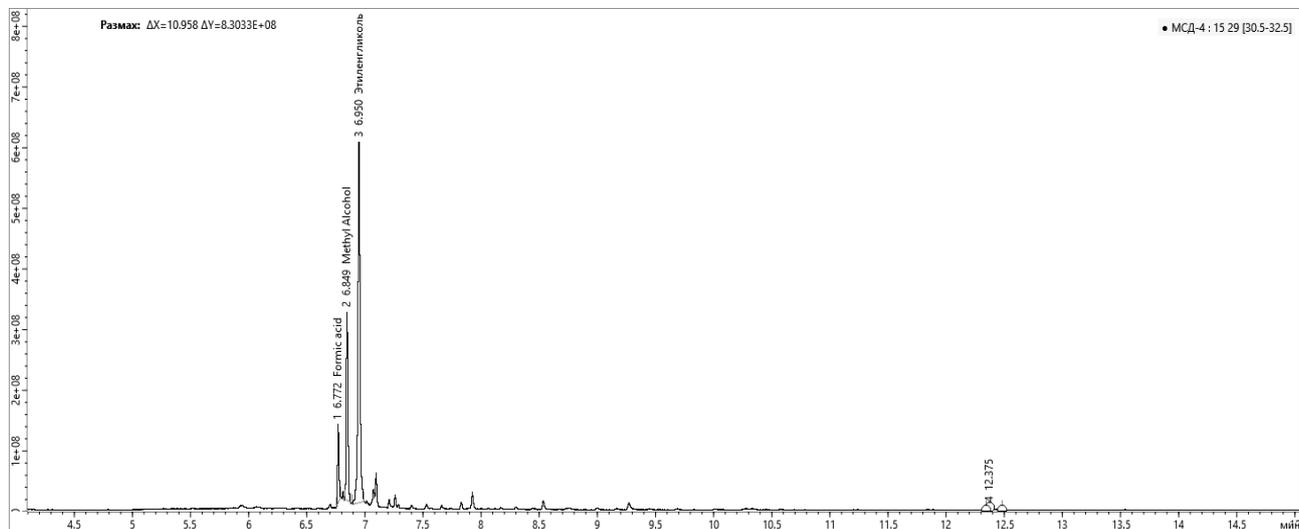


Рисунок 7 – Комплекс ГХ/МС. Хромотограмма штриха, выполненного роллером AlHAO ROLLER-TIP PEN 0,5 штрих 8,0 x 0.2 мм, штрих выполнен 23.08.2021 содержание этиленгликоля в штрихе 0,0211 мкг. Дата проведения анализа 15.12.2021 г. Основные выделенные ионы – 15, 29, 31 и 32. Колонка ВР-5, 30*0,25*1., №054203.

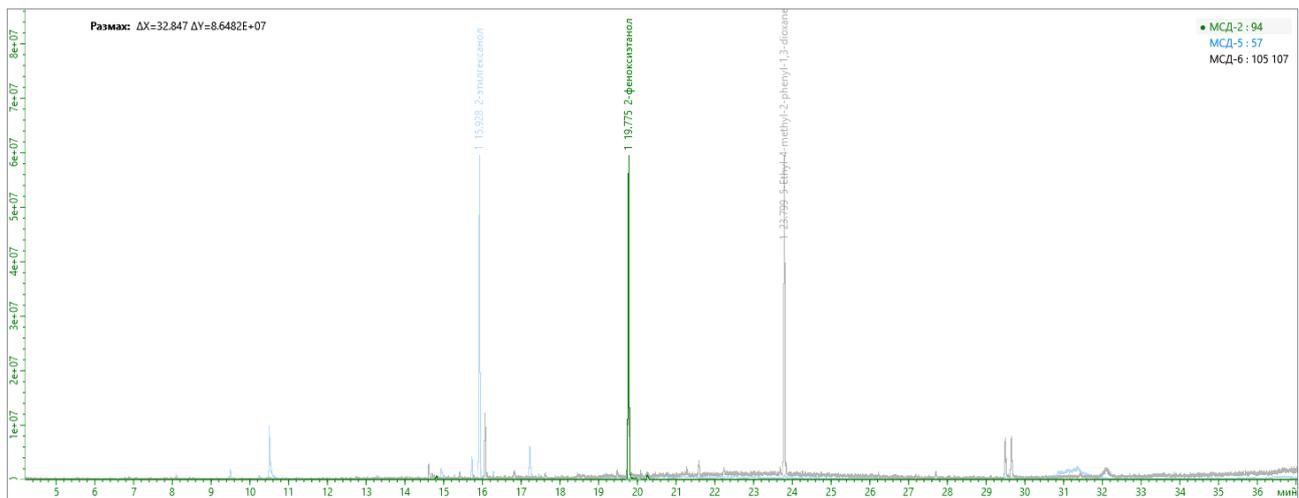


Рисунок 8 – Комплекс ГХ/МС. Хроматограмма штриха, выполненного пастой для шариковых ручек Berlingo 12.12.2020, размеры штриха 8,0 x 0,4 мм, содержание 2-феноксизанола в штрихе 0,0105 мкг. Дата проведения анализа 09.12.2021 г. Основные выделенные ионы – 94, 105, 107, 57. Колонка ВР-5, 30°0,25*1., №054203. Условия анализа приведены в методике.

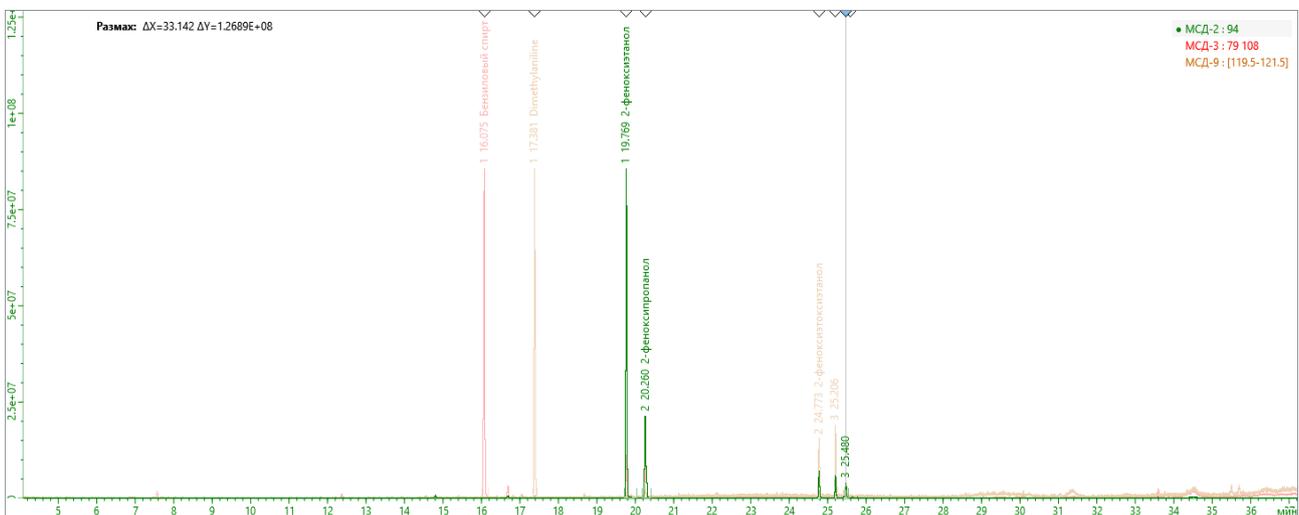


Рисунок 9 – Комплекс ГХ/МС. Хроматограмма штрих пасты для шариковых ручек WENXUAN Ball Point Pen 555A от 27.03.2019 (син.), штрих 8.0 x 0.2 мм. Выделенный ион SIM – 79, 108 пик бензиловый спирт 16.075; выделенный ион SIM – 94 пик 2-феноксизанол 19.769, и пик 2-феноксипропанола 20.260; SIM 119.5-121.5 - диметиланилин. Содержание 2-феноксизанола 0,0713 мкг. Дата проведения анализа 09.12.2021 г. Колонка ВР-5, 30°0,25*1., №054203.

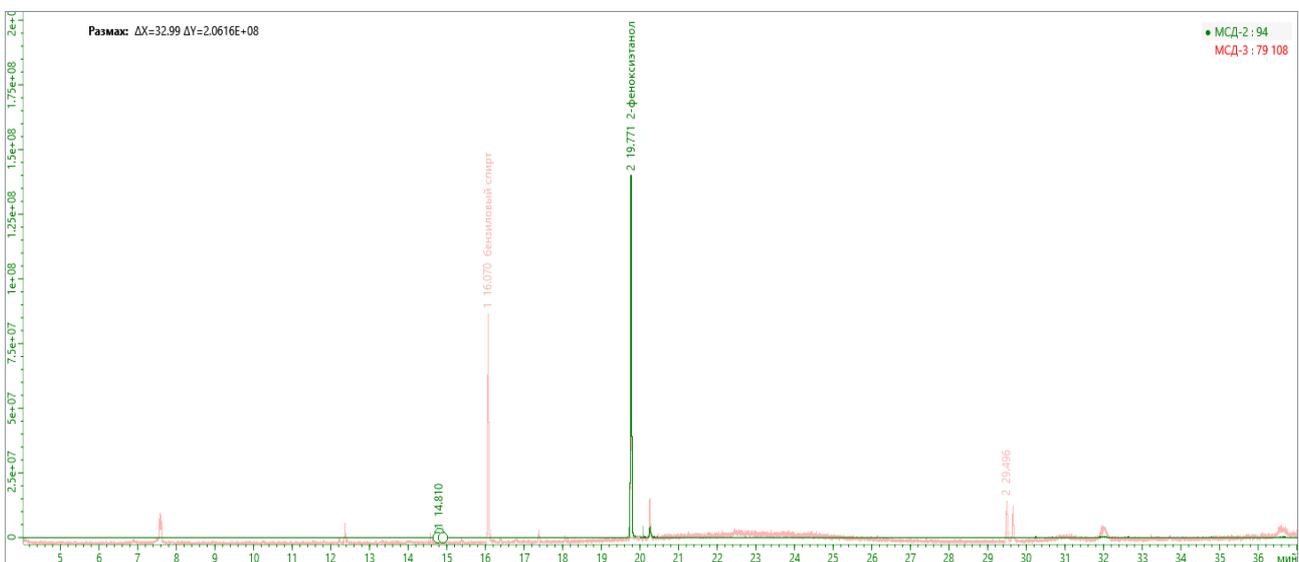


Рисунок 10 – Комплекс ГХ/МС. Хроматограмма штрих пасты для шариковых ручек Corvina 51 от 27.02.2019 (син.), штрих 8.0 x 0.2 мм. Выделенные ионы SIM – 79, 108 пик бензиловый спирт 16.070; и SIM – 94 пик 2-феноксизанол 19.771, и пик 2-феноксипропанола 20.320. Содержание 2-феноксизанола 0,0730 мкг. Дата проведения анализа 08.12.2021 г. Кол. ВР-5, 30°0,25*1., №054203. Условия анализа приведены в методике

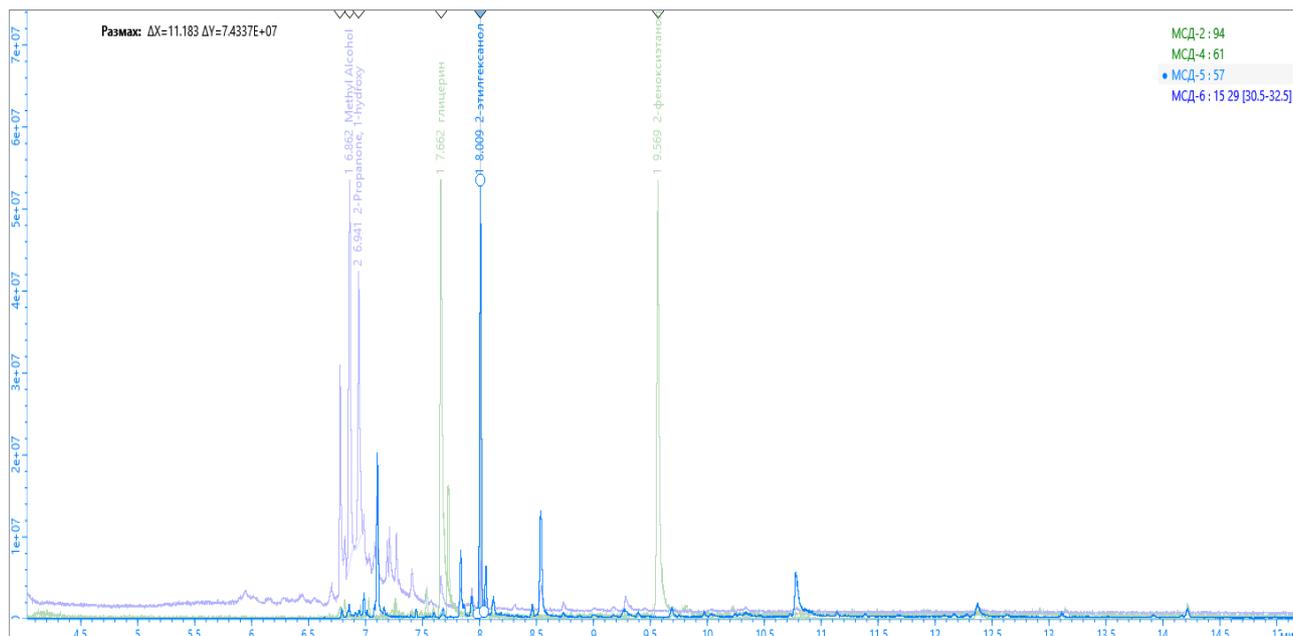


Рисунок 11 – Комплекс ГХ/МС. Хроматограмма штриха маркера Artline 250 EK – 250N от 17.12.2021 (чер.), штрих 8.0 x 0.2 мм. Выделенные ионы SIM – 15, 29, 31-32 пик метиловый спирт 6.862; SIM – 94 пик 2-феноксизтанол 9.569; SIM – 57 пик 2-этилгексанол; SIM – 61 пик глицерин. Содержание 2-этилгексанола, глицерина и 2-феноксизтанола, определяется программой согласно градуировочным характеристикам после проведения градуировки МС-детектора градуировочными смесями (условия градуировки приведены в методике). Дата проведения анализа 20.12.2021 г. Кол. ВР-5, 30*0,25*1., №054203.

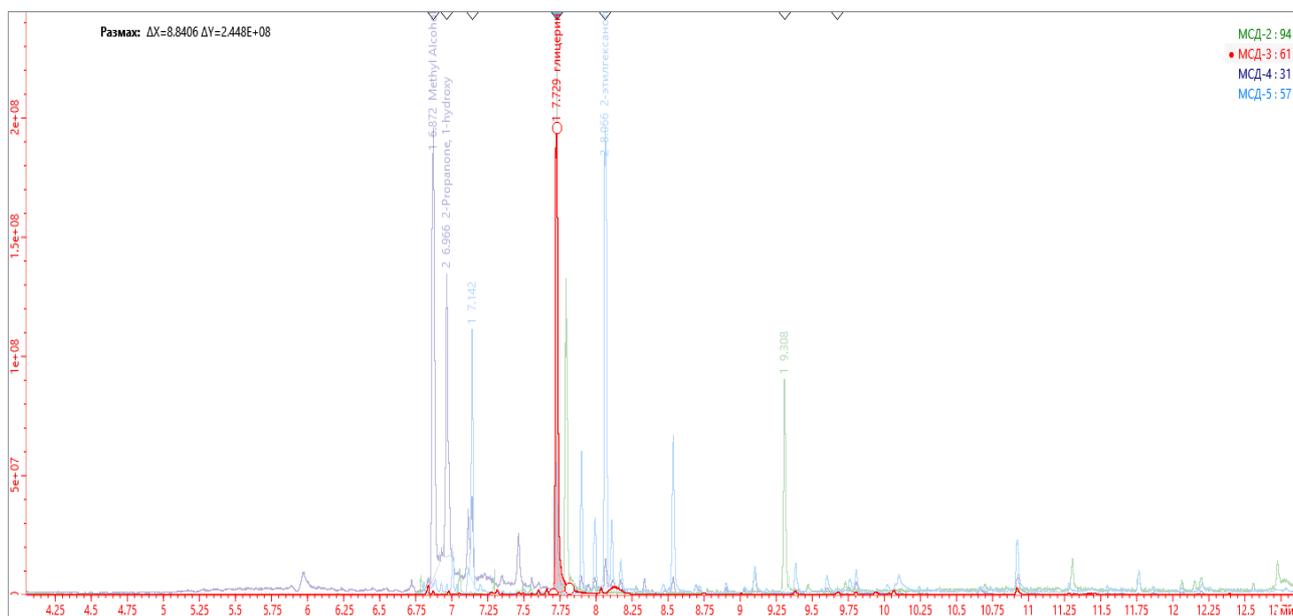


Рисунок 12 – Комплекс ГХ/МС. Хроматограмма штриха маркера Artline 250 EK – 250N от 10.11.2021 (чер.), штрих 8.0 x 0.2 мм. Выделенные ионы SIM – 31-32 пик метиловый спирт 6.862; SIM – 94 пик 2-феноксизтанол 9.569; SIM – 57 пик 2-этилгексанол; SIM – 61 пик глицерин. Содержание 2-этилгексанола, глицерина и 2-феноксизтанола, определяется программой согласно градуировочным характеристикам после проведения градуировки МС-детектора градуировочными смесями (условия градуировки приведены в методике). Дата проведения анализа 21.12.2021 г. Кол. ВР-5, 30*0,25*1., №054203.

Рисунок 13 – Спектр растворителя 2-феноксизэтанола из штриха выполненного пастой для шариковой ручки Corvina 51 (черн.) выполн. 16.01.2020 года. Дата проведения исследования 16 ноября 2021 года. Штрих размером 8,0 x 0,3 мм.

Название: Ethanol, 2-phenoxy-

Формула: C₈H₁₀O₂

Молекулярная масса: 138

CAS#: 122-99-6

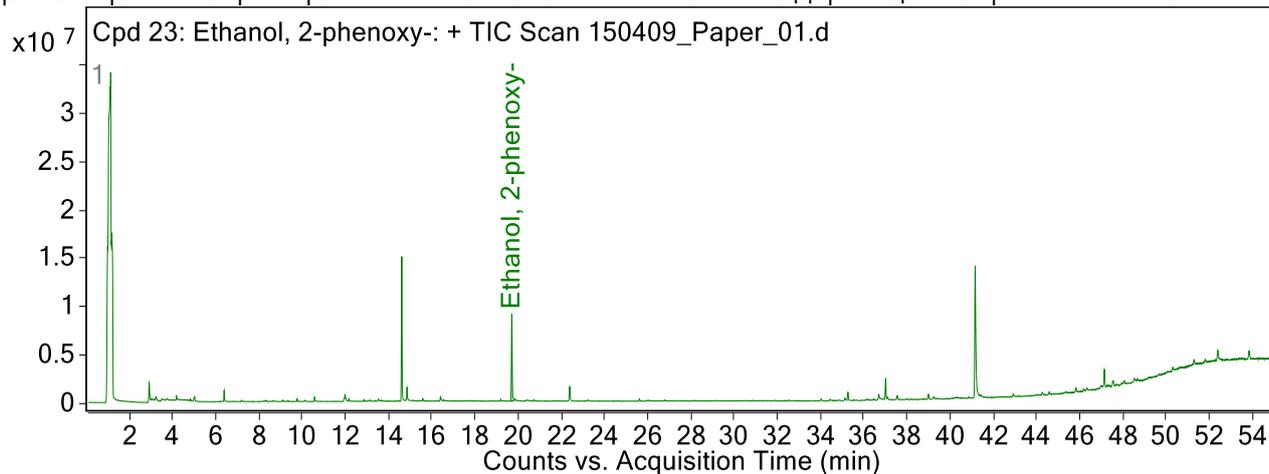
NIST#: 125386

ID#: 83606

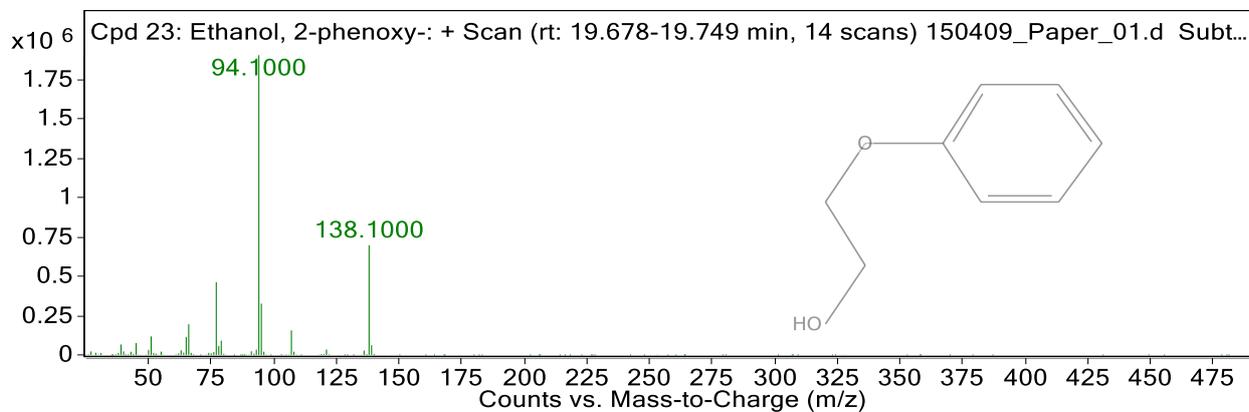
Библиотека: mainlib

Другие базы данных: Fine, TSCA, RTECS, EPA, HODOC, NIH, EINECS, IR

Хроматограмма штриха реквизита выполненного пастой и содержащего 2-феноксизэтанол



Масс-спектр 2-феноксизэтанола



Библиотечный масс-спектр

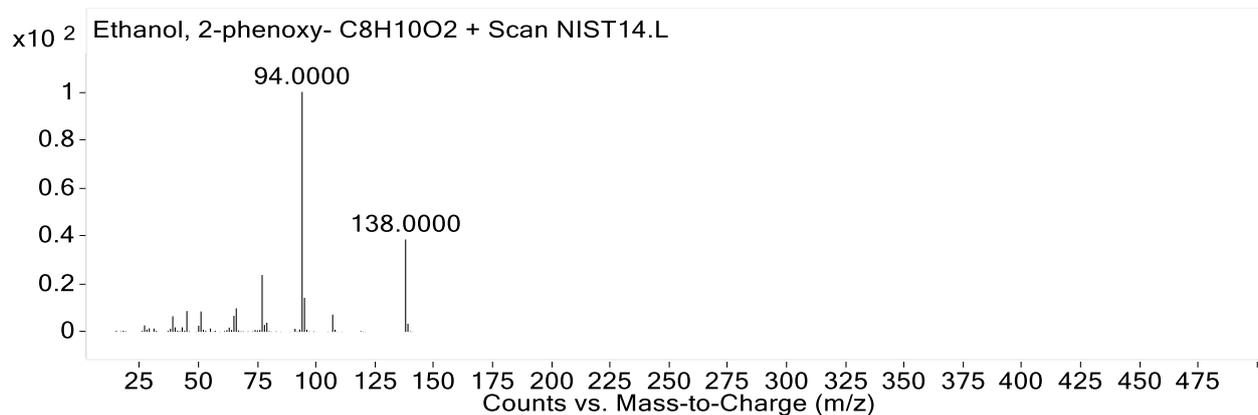


Таблица 1 – Таблица летучих компонентов (соединений) определяемых в составе штрихов паст для шариковой ручки и продуктах десорбции штриха при температуре 200°C методом хромато-масс-спектрометрии/термодесорции с применением Испарителя П4 с криогенным фокусированием продуктов десорбции штриха при температуре минус 45°C. Штрих размером 11,0 x 0,3 мм.

Примечание: Колонка. ВР-5, 30 * 0,25*1 (условия анализа указаны в методике).

Соединение (компонент)	Время удерж.	Наименование	Формула
1: Carbon dioxide	2,92	Carbon dioxide	CO ₂
2: Acetaldehyde	3,24	Acetaldehyde	
3: 3,5-Di-t-butyl-4-methoxy-1,4-dihydrobenzaldehyde	3,50	3,5-Di-t-butyl-4-methoxy-1,4-dihydrobenzaldehyde	
4: Formic acid	5,88	Formic acid	CH ₂ O ₂
5: Acetic acid	6,83	Acetic acid	C ₂ H ₄ O ₂
6: 2-Propanone, 1-hydroxy-	8,43	2-Propanone, 1-hydroxy-	C ₃ H ₆ O ₂
7: Propylene Glycol	8,84	Propylene Glycol	C ₃ H ₈ O ₂
8: Cyclotrisiloxane, hexamethyl-	9,77	Cyclotrisiloxane, hexamethyl-	C ₆ H ₁₈ O ₃ Si ₃
9: 3-Furanmethanol	10,78	3-Furanmethanol	C ₅ H ₆ O ₂
10: Dipropylene glycol	11,69	Dipropylene glycol	C ₆ H ₁₄ O ₃
11: 1-Butanol, 2-ethyl-	11,98	1-Butanol, 2-ethyl-	C ₆ H ₁₄ O
12: 1,2-Cyclopentanedione	12,16	1,2-Cyclopentanedione	C ₅ H ₆ O ₂
13: Xylose	13,14	Xylose	
14: Hexylene Glycol	13,38	Hexylene Glycol	C ₆ H ₁₄ O ₂
15: Aniline	13,54	Aniline	
16: N-Метилпириридон	14,24	N-Метилпириридон	C ₅ H ₉ N ₂ O
17: Bicyclo[2.2.1]hept-2-ene, 2,3-dimethyl-	15,59	Bicyclo[2.2.1]hept-2-ene, 2,3-dimethyl-	C ₉ H ₁₄
18: 2-Ethyl-1-hexanol	15,93	2-Ethyl-1-hexanol	C ₈ H ₁₈ O
19: Benzyl alcohol	16,07	Benzyl alcohol	C ₇ H ₈ O
20: Cyclopentanol	16,41	Cyclopentanol	
21: Nonanal	16,56	Nonanal	
22: Decanal	19,20	Decanal	C ₁₀ H ₂₀ O
23: Ethanol, 2-phenoxy-	19,71	Ethanol, 2-phenoxy-	C ₈ H ₁₀ O ₂
23: Ethanol, 2-phenoxy-	19,71	Ethanol, 2-phenoxy-	
24: 1-Phenoxypropan-2-ol	20,14	1-Phenoxypropan-2-ol	C ₉ H ₁₂ O ₂
25: 1,3-Propanediol, 2-ethyl-2-(hydroxymethyl)-	20,73	1,3-Propanediol, 2-ethyl-2-(hydroxymethyl)-	
26: 1,2-Benzenedicarboxylic acid	22,38	1,2-Benzenedicarboxylic acid	C ₈ H ₆ O ₄
27: Phenol, 3-(dimethylamino)-	23,24	Phenol, 3-(dimethylamino)-	
28: Ethanol, 2-(2-phenoxyethoxy)-	24,86	Ethanol, 2-(2-phenoxyethoxy)-	C ₁₀ H ₁₄ O ₃
29: 5-Ethyl-4-methyl-2-phenyl-1,3-dioxane	25,61	5-Ethyl-4-methyl-2-phenyl-1,3-dioxane	C ₁₃ H ₁₈ O ₂
30: Phthalic anhydride	25,88	Phthalic anhydride	C ₈ H ₄ O ₃
31: 2,5-Cyclohexadiene-1,4-dione, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-	34,03	2,5-Cyclohexadiene-1,4-dione, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-	
32: Cyclohexanone, 2-benzoyl-	34,44	Cyclohexanone, 2-benzoyl-	
33: Diethyl Phthalate	34,59	Diethyl Phthalate	C ₁₂ H ₁₄ O ₄
34: Phthalic acid, 2-cyclohexylethyl butyl ester	35,13	Phthalic acid, 2-cyclohexylethyl butyl ester	
35: .beta.-Cyclocostunolide	35,27	.beta.-Cyclocostunolide	
36: Tricyclo[7.2.2.0(3,8)]trideca-5,12-dien-2-one, 1-methoxy-4-(acetoxymethyl)-	36,18	Tricyclo[7.2.2.0(3,8)]trideca-5,12-dien-2-one, 1-methoxy-4-(acetoxymethyl)-	
37: 2-(2,5-Dimethoxyphenyl)cyclohex-2-enone	36,46	2-(2,5-Dimethoxyphenyl)cyclohex-2-enone	
38: l-(+)-Ascorbic acid 2,6-dihexadecanoate	36,70	l-(+)-Ascorbic acid 2,6-dihexadecanoate	C ₃₈ H ₆₈ O ₈

39: Phthalic acid, butyl hept-4-yl ester	37,01	Phthalic acid, butyl hept-4-yl ester	C19H28O4
40: Dibutyl phtalate	37,08	Dibutyl phtalate	C16H22O4
41: Acridine, 1,2,3,4-tetrahydro-4,9-dimethyl-	37,10	Acridine, 1,2,3,4-tetrahydro-4,9-dimethyl-	
42: Pregn-4-ene-1,20-dione, 16,17-dimethyl-	37,56	Pregn-4-ene-1,20-dione, 16,17-dimethyl-	
43: 1H-Isoindole-1,3(2H)-dione, 2-phenyl-	39,00	1H-Isoindole-1,3(2H)-dione, 2-phenyl-	C14H9NO2
44: Naphthalene, decahydro-1,1,4a-trimethyl-6-methylene-5-(3-methyl-2,4-pentadienyl)-, [4aS-(4a.alpha.,5.alpha.,8a.beta.)]-	39,24	Naphthalene, decahydro-1,1,4a-trimethyl-6-methylene-5-(3-methyl-2,4-pentadienyl)-, [4aS-(4a.alpha.,5.alpha.,8a.beta.)]-	
45: 2-[4-methyl-6-(2,6,6-trimethylcyclohex-1-enyl)hexa-1,3,5-trienyl]cyclohex-1-en-1-carboxaldehyde	40,337	2-[4-methyl-6-(2,6,6-trimethylcyclohex-1-enyl)hexa-1,3,5-trienyl]cyclohex-1-en-1-carboxaldehyde	
46: Phenol, 4,4'-(1-methylethylidene)bis-	41,166	Phenol, 4,4'-(1-methylethylidene)bis-	C15H16O2
47: Diphenylamine	41,288	Diphenylamine	C12H11N
48: Morphina-2,4,6.beta.-triol, N-formyl-	41,407	Morphina-2,4,6.beta.-triol, N-formyl-	
49: Pentacosane	42,929	Pentacosane	
50: Benzenamine, 4,4'-methylenebis[N,N-dimethyl-	44,271	Benzenamine, 4,4'-methylenebis[N,N-dimethyl-	C17H22N2
51: Pentacosane	44,593	Pentacosane	
52: 1,5-(Ethano[2,6]pyridinoethano)naphthalene	45,345	1,5-(Ethano[2,6]pyridinoethano)naphthalene	
53: Bis(2-ethylhexyl)hydrogen phosphate	45,831	Bis(2-ethylhexyl)hydrogen phosphate	
54: Heptacosane, 1-chloro-	46,191	Heptacosane, 1-chloro-	
55: Benzo(a)acridine	46,333	Benzo(a)acridine	
56: 8,14-Seco-3,19-epoxyandrostane-8,14-dione, 17-acetoxy-3.beta.-methoxy-4,4-dimethyl-	46,998	8,14-Seco-3,19-epoxyandrostane-8,14-dione, 17-acetoxy-3.beta.-methoxy-4,4-dimethyl-	
57: Phthalic acid, di(2-propylpentyl) ester	47,146	Phthalic acid, di(2-propylpentyl) ester	C24H38O4
58: 4H-Cyclopropa[5',6']benz[1',2':7,8]azuleno[5,6-b]oxiren-4-one, 8,8a-bis(acetyloxy)-2a-[(acetyloxy)methyl]-1,1a,1b,1c,2a,3,3a,6a,6b,7,8,8a-dodecahydro-6b-hydroxy-3a-methoxy-1,1,5,7-tetramethyl-, [1aR-(1a.alpha.,1b.beta.,1c.alpha.,2a.alpha.,3a.alpha.,6a.alpha.,6b.alpha.,7.alpha.,8.beta.,8a.alpha.)]-	47,277	4H-Cyclopropa[5',6']benz[1',2':7,8]azuleno[5,6-b]oxiren-4-one, 8,8a-bis(acetyloxy)-2a-[(acetyloxy)methyl]-1,1a,1b,1c,2a,3,3a,6a,6b,7,8,8a-dodecahydro-6b-hydroxy-3a-methoxy-1,1,5,7-tetramethyl-, [1aR-(1a.alpha.,1b.beta.,1c.alpha.,2a.alpha.,3a.alpha.,6a.alpha.,6b.alpha.,7.alpha.,8.beta.,8a.alpha.)]-	
59: 4H-Cyclopropa[5',6']benz[1',2':7,8]azuleno[5,6-b]oxiren-4-one, 8,8a-bis(acetyloxy)-2a-[(acetyloxy)methyl]-1,1a,1b,1c,2a,3,3a,6a,6b,7,8,8a-dodecahydro-6b-hydroxy-3a-methoxy-1,1,5,7-tetramethyl-, [1aR-(1a.alpha.,1b.beta.,1c.alpha.,2a.alpha.,3a.alpha.,6a.alpha.,6b.alpha.,7.alpha.,8.beta.,8a.alpha.)]-	47,549	4H-Cyclopropa[5',6']benz[1',2':7,8]azuleno[5,6-b]oxiren-4-one, 8,8a-bis(acetyloxy)-2a-[(acetyloxy)methyl]-1,1a,1b,1c,2a,3,3a,6a,6b,7,8,8a-dodecahydro-6b-hydroxy-3a-methoxy-1,1,5,7-tetramethyl-, [1aR-(1a.alpha.,1b.beta.,1c.alpha.,2a.alpha.,3a.alpha.,6a.alpha.,6b.alpha.,7.alpha.,8.beta.,8a.alpha.)]-	
60: Tetrapentacontane, 1,54-dibromo-	47,719	Tetrapentacontane, 1,54-dibromo-	
61: 4H-Cyclopropa[5',6']benz[1',2':7,8]azuleno[5,6-b]oxiren-4-one, 8,8a-bis(acetyloxy)-2a-[(acetyloxy)methyl]-1,1a,1b,1c,2a,3,3a,6a,6b,7,8,8a-dodecahydro-3,3a,6b-trihydroxy-1,1,5,7-tetramethyl-	47,975	4H-Cyclopropa[5',6']benz[1',2':7,8]azuleno[5,6-b]oxiren-4-one, 8,8a-bis(acetyloxy)-2a-[(acetyloxy)methyl]-1,1a,1b,1c,2a,3,3a,6a,6b,7,8,8a-dodecahydro-3,3a,6b-trihydroxy-1,1,5,7-tetramethyl-	
62: 10,13-Eicosadienoic acid, methyl ester	48,073	10,13-Eicosadienoic acid, methyl ester	
63: 7,8-Epoxylostan-11-ol, 3-acetoxy-	48,673	7,8-Epoxylostan-11-ol, 3-acetoxy-	
64: Octasiloxane, 1,1,3,3,5,5,7,7,9,9,11,11,13,13,15,15-hexadecamethyl-	50,315	Octasiloxane, 1,1,3,3,5,5,7,7,9,9,11,11,13,13,15,15-hexadecamethyl-	
65: Palmitic acid, 2-(1-octadecenyloxy)ethyl ester, (E)-	50,681	Palmitic acid, 2-(1-octadecenyloxy)ethyl ester, (E)-	
66: .psi.,.psi.-Carotene, 7,7',8,8',11,11',12,12',15,15'-decahydro-	51,292	.psi.,.psi.-Carotene, 7,7',8,8',11,11',12,12',15,15'-decahydro-	
67: Squalene	51,554	Squalene	C30H50
68: Benzenamine, 4,4'-methylenebis[N,N-dimethyl-	51,815	Benzenamine, 4,4'-methylenebis[N,N-dimethyl-	
69: Methanone, bis[4-(dimethylamino)phenyl]-	52,394	Methanone, bis[4-(dimethylamino)phenyl]-	C17H20N2O
70: Oleic acid, 2-(1-octadecenyloxy)ethyl ester, (E)-	53,845	Oleic acid, 2-(1-octadecenyloxy)ethyl ester, (E)-	

Таблица 2 – Время удерживания основных компонентов (при использовании различных хроматографических колонок и детектора ПИД), в минутах

№ п/п	Наименование	Колонка CR-5 30м x 0,32мм x 0,5мм	Колонка CR-5 ms 30м x 0,25мм x 0,25мм
1	диэтиленгликоль	5.95	6.06
2	1,2 этандиол	5.99	6.08
3	1,2 пропандиол	6.01	6.12
4	гексиленгликоль	7.87	8.09
5	2-этил-1-гексанол	8.55	9.45
6	бензиловый спирт	8.69	9.59
7	2-феноксиэтанол	10.02	10.94
8	2-феноксиэтокси пропанол	10.18	11.07
9	2-феноксиэтокси этанол	11.83	12.77
10	глицерин	6.20	6.61
11	триэтиленгликоль	6.68	6.98
12	тетраэтиленгликоль	7.66	7.85
13	пентаэтиленгликоль	8.86	8.97

Пример расчета содержания растворителя 2-феноксиэтанола в штрихах реквизита выполненного пастой для шариковых ручек ErichKrause U18 (с указанием дополнительного параметра: содержания красителей в штрихе определяемых методом ВЭЖХ в качестве внутреннего стандарта - для повышения точности измерений содержания растворителей в штрихах реквизитов документов относительно содержания красителей в данных штрихах).

Иssl. штрих № хром	Высота $h_{\text{растворителя}}$ мВ (2-фэ)	Площадь $S_{2\text{-фэ}}$ мВс	Время t - удерживания	Концентрация $C_{\text{растворителя}}$ мкг	$C_{\text{растворителя}}$ /сумма концентраций определенная методом ВЭЖХ $\Sigma C_{\text{красителей}}$ мкг	R динамика временных изменений $R = \frac{C_{\text{отн.0}}}{C_{\text{отн.t}}}$	Дата исследования - х (х + дни)
Документ 1: Исследуемый реквизит документа (пробы №1 - №6)							
№1	3045	3560	10,02	0,118	0,118/0.028 мкг		30.11.18
№2	3041	3554	10,02	0,117	0,117/0.027 мкг		30.11.18
№3	2024	2305	10,02	0,079	0,079/0.027 мкг	1,5	09.01.19
№4	2020	2299	10,02	0,078	0,078/0.027 мкг	1,5	09.01.19
№5	1050	1200	10,02	0,039	0,039/0.027 мкг	3,0	19.02.19
№6	1046	1196	10,02	0,039	0,039/0.027 мкг	3,0	19.02.19
Документ 1: Исследуемый реквизит документа (среднее значение из 2 проб)							
Ср.№1-2	3043	3557	10,02	0,1175	0,1175/0.0275 мкг		30.11.18
Ср.№3-4	2022	2302	10,02	0,0785	0,0785/0.0270 мкг	1,5	09.01.19
Ср.№5-6	1048	1198	10,02	0,0390	0,0390/0.0270 мкг	3,0	19.02.19

Градуировочные зависимости анализируемых компонентов были построены в диапазоне концентраций от 0,001 до 1 мкг (рисунки 14 и 15). Коэффициент детерминации градуировочной зависимости для 2-феноксиэтанола составил 0,99999 и 0,99999 для глицерина.

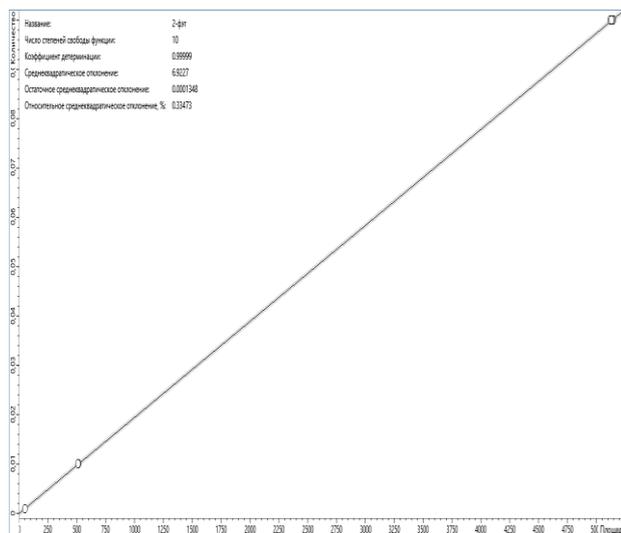


Рисунок 14 – Градуировочная зависимость растворителя 2-феноксиэтанола

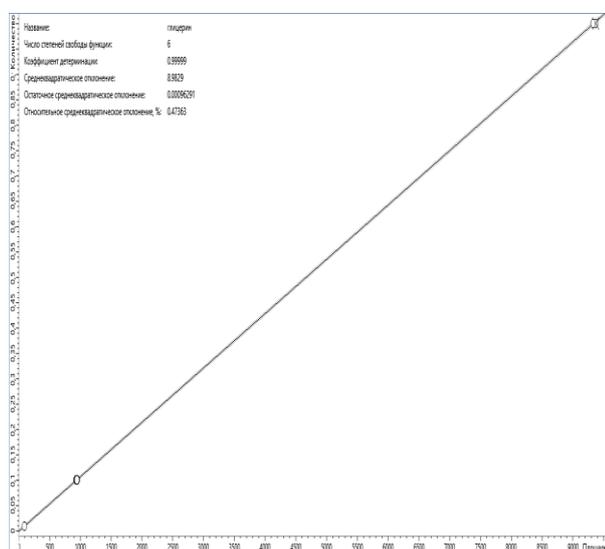


Рисунок 15 – Градуировочная зависимость растворителя глицерина

Заключение

Хроматографический комплекс позволяет получать стабильные и воспроизводимые результаты измерений в соответствии со всеми требованиями методики №88-16207-086RA.RU.310657-2018. Весь цикл анализа от подготовки до следующего ввода пробы методом термодесорбции не превышает 30 минут, это позволяет провести большое количество анализов за относительно короткий промежуток времени. В рамках разработки методики для анализируемых в составе реквизитов документов летучих растворителей определены показатели повторяемости; показатели воспроизводимости; показатели правильности; показатели точности.

Применение в схеме анализа масс-спектрометрического детектора (дополнительно к ПИД-пламенно-ионизационному детектору или в качестве основного детектора) предоставляет возможность высокоточного количественного анализа и качественной идентификации на хроматограммах пиков относящихся к летучим

растворителям материалов письма в штрихах исследуемых реквизитов документов, а также возможность изучения состава неизвестных и мало изученных летучих компонентов материалов письма в составе штрихов исследуемых реквизитов документов.

Хроматографический комплекс оснащенный испарителем П4 с блоком криофокусировки (охлаждение углекислотой) отличается широкими возможностями для исследования материалов документов, удобством и стабильностью работы оборудования. При сравнении хроматографических данных, полученных с использованием стандартного испарителя и дозатора твердых проб с данными для аналогичных материалов письма, полученных при анализах с испарителем П4 было установлено преимущество ввода пробы в хроматограф с применением десорбции пробы в испарителе П4 и криофокусировкой компонентов десорбции по следующим параметрам:

- значительно большая интенсивность пиков летучих компонентов материалов письма на хроматограммах;
- отсутствие потерь летучих компонентов материалов письма в процессе последовательной термодесорбции (особенно при низких температурах);
- высокоэффективное криофокусирование и разделение летучих компонентов (глицерин, гликоли) выходящих на хроматограмме сильно ассиметричными (хвостатыми tail) пиками.

Большая интенсивность пиков летучих компонентов материалов письма на полученных хроматограммах, по сравнению с вводом пробы в хроматограф стандартным дозатором твердых проб, позволяет сократить размеры исследуемых проб, что важно для исследуемых объектов (реквизитов) малого объема и сохранения целостности реквизитов исследуемого документа.

Отсутствие потерь летучих компонентов материалов письма при исследованиях на низкой температуре термодесорбции позволяет расширить область применения данного метода для исследования реквизитов документов, выполненных пастами для шариковых ручек, с целью установления времени их выполнения, с возможностью применения дополнительно в схеме исследования документов - метода многостадийной ГХ/МС - термодесорбции для предварительной экспресс оценки времени выполнения реквизитов документов по данным анализов полученных для трех стадий термодесорбции (при температурах 100 °С, 150 °С и 200 °С).

Применение метода многостадийной термодесорбции для одного и того же штриха исследуемого реквизита документа на основе анализа методом ГХ/МС – испаритель П4 и количественного расчета пиков компонентов с помощью высокочувствительного метода сканирования выделенных целевых ионов (SIM), для тестирования исследуемых реквизитов документов

позволяет оценить **пригодность** материала письма, которым выполнена исследуемая **запись (реквизит)**, для решения вопроса о времени ее (его) выполнения на основе изучения модели естественного его старения в течение определенного периода времени. Таким образом, сочетание метода многостадийной термодесорбции с классическим методом естественного старения штрихов в условиях (приведенных в методике) позволит повысить точность и достоверность определения времени выполнения реквизитов документов, выполненных пастами для шариковых ручек и в целом сократить время производства экспертизы определения давности изготовления документов. Высокая автоматизация анализа методом последовательной термодесорбции с применением испарителя П4 позволяет свести участие оператора в процессе анализа к минимуму, снизить до минимума ошибку ручного ввода погрешности оператора и повысить точность измерений.

Высокоэффективная криофокусировка компонентов (глицерин, гликоли) определяемых на хроматограммах штрихов выполненных чернилами для гелевых, ролевых, капиллярных и перьевых ручек (без криофокусировки продуктов десорбции пробы – пики бывают сильно асимметричными (хвостатыми tail) пиками), позволяет устанавливать реальное (объективное) содержание таких компонентов в пробе штриха реквизита и соответственно, значительно увеличить временной интервал определения таких летучих растворителей в штрихах исследуемых реквизитов документа.

Примечание: Без криофокусирования компонентов десорбции из пробы штриха, результаты количественного измерения содержания сильно асимметричных пиков глицерина и гликолей на хроматограммах могут быть неоднозначными (сильно заниженными), вплоть до НПВ (не представляется возможным определить) при достаточном (определяемом) уровне содержания растворителя в исследуемом штрихе реквизита.

Высокая чувствительность применяемого метода (низкие пределы обнаружения летучих растворителей), стабильность и воспроизводимость проводимых измерений гарантирует успешное проведение судебных экспертиз по определению давности изготовления (исполнения) документов.

Применение новых технологий в области газовой хроматографии (ГХ) и использования газовой хроматографии - масс-спектрометрии (ГХ/МС) для проведения технической экспертизы документов в составе: хроматографического комплекса К5000 с высокочувствительным масс-детектором Хроматэк-МС, оснащенный испарителем пиролитическим П4, и аттестованной методикой для установления давности (времени) изготовления документов, позволяет,

- 1) увеличить проверяемый период времени выполнения, т. е. увеличивается промежуток времени, в течение которого штрихи реквизитов пригодны для установления времени их выполнения;
- 2) стабильно, воспроизводимо определять низкие (следовые) концентрации компонентов материалов

письма, в документах имеющих значительные временные периоды выполнения;

- 3) с помощью детектирования целевых ионов хромато-масс-спектрометрическая система Хроматэк-МС позволяет детектировать ряд основных соединений летучих растворителей для контроля их остаточных количеств в штрихах реквизитов документов на уровне ниже 0,02 ppm.

- 4) настройка метода сканирования с учётом сложности матричного фона при десорбции штрихов реквизитов, а также использование эксклюзивных целевых ионов в режиме SIM позволяет достигать необходимого уровня детектирования согласно требований методики для ответа на вопросы различной сложности о возрасте реквизитов документов поставленных перед экспертом судом и различными регулирующими органами контроля исполнительной власти.

- 5) с помощью применения высокочувствительного метода сканирования выделенных целевых ионов (SIM) методика позволяет сократить объем проб необходимых для проведения анализа, что приводит к увеличению числа пригодных для исследования реквизитов и способствует сохранению внешнего вида документов;

- 6) метод ГХ/МС с применением Испарителя П4 позволяет значительно повысить точность и воспроизводимость измерений количественного содержания определяемых летучих компонентов (растворителей) в штрихах реквизитов документов.

Использование комплексного ГХ/МС-Испаритель П4 аналитического подхода к анализу остаточных количеств летучих растворителей, который традиционно применяется в ГХ анализе к реквизитам документов, позволит проводить скрининг присутствия летучих растворителей как требуемых для обязательного их определения согласно методике, так и не включённых в перечень растворителей и других летучих компонентов для обязательного определения в составе исследуемых реквизитов документов, которые могут остаться незамеченными в ходе обычных контрольных измерений методом ГХ анализа.

Таким образом, достоверная и высокоточная идентификация состава летучих компонентов в штрихах исследуемых реквизитов документов, высокая чувствительность и сверхнизкие пределы обнаружения летучих растворителей при определении давности выполнения документов на основе комплексного ГХ/МС – ИП4 подхода к исследованиям реквизитов, является веским аргументом в пользу выбора метода ГХ-масс-спектрометрии с испарителем П4 для определения давности выполнения документов.

Рекомендации к квалификации специалистов, экспертов

Рекомендации к квалификации специалистов, экспертов, выполняющих исследование реквизитов документов и формирующих окончательные выводы

о времени выполнения документов в соответствии с данной методикой исследования:

- рекомендуется привлекать к проведению исследований подготовленных специалистов (экспертов), аттестованных по экспертной специальности «Исследование материалов документов» и прошедших специальную подготовку на предприятии – изготовителе оборудования (СКБ «Хроматэк») или методическое обучение с привлечением специалистов предприятия.
- рекомендуется привлекать к проведению исследований специалистов имеющих высшее профессиональное образование по специальности «эксперт-криминалист» и/или по специальности «судебная экспертиза», имеющих объективно подтвержденные сведения о наличии специальных знаний в области рода судебной экспертизы «Техническая экспертиза (исследование) документов», лиц, прошедших профессиональную переподготовку в учебных заведениях высшего профессионального образования по специальности «Техническая экспертиза (исследование) документов» и прошедших дополнительную подготовку (обучение) на предприятии-изготовителе оборудования (СКБ «Хроматэк») или методическое обучение с привлечением специалистов предприятия.

О производстве судебно-технических экспертиз материалов документов по установлению давности исполнения документов с применением настоящей методики

Методика измерений содержания летучих растворителей в штрихах реквизитов документов методом газовой хроматографии и установление времени выполнения реквизитов документов. Является **первой аттестованной методикой** в Российской Федерации (свидетельство об аттестации №88-16207-086РА.RU.310657-2018), для определения содержания летучих растворителей в штрихах реквизитов документов и установления давности исполнения документов на основе результатов проведенных исследований. Методика включена в федеральный реестр ФР.1.31.2018.32308). Для методики определены показатели повторяемости, воспроизводимости, показатели точности и воспроизводимости. Данные показатели приведены в приложении к свидетельству об аттестации методики. Методика позволяет решать вопросы о давности выполнения реквизитов документов выполненных при помощи: рукописных записей и подписей, оттисков печатей и штампов, печатного текста и изображений выполненных с помощью струйного принтера.

С применением методики возможно проводить судебные экспертизы и исследования для решения, следующих вопросов, к примеру:

- Соответствует ли время (давность) выполнения рукописных реквизитов, подписи и нанесения оттиска печати дате, указанной в документе _____?
- Подвергался ли документ агрессивному воздействию?
- В один ли временной период выполнены реквизиты (подписи и оттиски печатей) в нескольких экземплярах документа?
- Не выполнены ли недатированные документы (документы без даты) в период _____?

В связи с тем, что в соответствии с методикой эксперту для выполнения требований п.1 ст. 85 ГПК РФ для проведения полного и всестороннего исследования необходимо произвести вырезки штрихов реквизитов для их исследования с определенным временным интервалом, эксперт в соответствии со ст. 10 Федерального закона №73-ФЗ «О государственной судебно-экспертной деятельности в Российской Федерации» должен получить от органа, назначившего судебную экспертизу, разрешение на повреждение исследуемого документа.

С целью сохранения первичного вида документа при производстве экспертизы рекомендуется тщательно фиксировать общий вид исследуемого документа до его повреждения связанного с вырезкой штрихов для исследования, также рекомендуется фиксировать общий вид реквизитов документов (оттиски, подписи, записи) подвергаемых исследованию (вырезке штрихов) т.е. общий вид реквизитов с увеличением. Полученные иллюстрации прилагаются к заключению эксперта.

Временной промежуток между вырезками штрихов для проведения исследования зависит от даты документа или проверяемой даты документа (чем старше документ, тем больше временной интервал между производством вырезок штрихов реквизита).

В зависимости от результатов промежуточных измерений проведение исследования для изучения динамики изменения количества летучих компонентов (растворителей) в исследуемых штрихах практически занимает период от 1 месяца до 2-3 месяцев (с учетом всех необходимых промежуточных измерений проводимых в период через 20-30 дней после первичных количественных измерений содержания растворителя в штрихах). Но бывают исключения для достаточно «свежих» (предполагаемый возраст штрихов реквизитов не более 3-4 месяцев) документов в сторону уменьшения сроков исследования и для более «старых» (предполагаемый возраст штрихов реквизитов более 1 года) штрихов реквизитов документов в сторону увеличения сроков исследования.

