

## ELECTRON MICROSCOPY CONTRIBUTIONS TO FORENSIC INVESTIGATIONS. A CASE STUDY.

### APORTES DE LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA A LAS INVESTIGACIONES FORENSES. PRESENTACIÓN DE UN CASO TESTIGO.

José Félix Vilá<sup>1</sup> & Guillermina A. Fagúndez<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Laboratorio de Microscopía Electrónica "Dr. Domingo S. Liotta" – CICYTTP (CONICET/Prov. ER/UADER)

<sup>2</sup> Laboratorio de Actuopalinología - CICYTTP

Materi 149, (E3105BWA) Diamante, Entre Ríos, República Argentina

jfvila@cicyttp.org.ar; guillermina\_fagundez@yahoo.com.ar

**ABSTRACT.** Electron microscopy can make important contributions for the clarification of cases in forensic practice. In this article a brief introduction to some general aspects of the discipline is made. The use of microscopy as a work tool for the forensic investigator is discussed and the most important characteristics of the scanning electron microscope are mentioned, making a comparison with the optical microscope. Some of the possible applications of this technique are pointed out, highlighting the possibilities it offers. Finally, the case of an oil pipeline that underwent an act of vandalism is presented, showing how the use of an electron microscope helped to obtain enough information to clarify the fact.

**KEY WORDS.** Electron Microscope. SEM. TEM. X-Ray Microanalysis.

**RESUMEN.** La microscopía electrónica puede realizar importantes aportes para el esclarecimiento de casos en la práctica forense. En este artículo se hace una breve introducción a algunos aspectos generales de la disciplina. Se comenta el uso de la microscopía como herramienta de trabajo para el investigador forense y se mencionan las características más importantes del microscopio electrónico de barrido, haciendo una comparación con el microscopio óptico. Se señalan algunas de las posibles aplicaciones de esta técnica, destacando las posibilidades que brinda. Finalmente se presenta el caso de una tubería conductora de petróleo que sufrió un acto de vandalismo, donde el uso de un microscopio electrónico permitió obtener información suficiente para aclarar el hecho.

**PALABRAS CLAVES.** Microscopios electrónicos. MEB. MET. Microanálisis de Rayos X.

Recibido: 10 de marzo de 2019  
Aceptado: 29 de mayo de 2019

#### Datos de Contacto

Responsable del Laboratorio: Ing. José Félix Vilá  
microscopia@cicyttp.org.ar - jfvila@cicyttp.org.ar  
<http://www.cicyttp.santafe-conicet.gov.ar/microscopia/>

## INTRODUCCIÓN

*"En toda investigación criminal el tiempo que pasa es la verdad que huye".*

Edmond Locard, 1935.

### La evidencia científica

Según el Diccionario de la Real Academia Española, evidencia es “una certeza clara y manifiesta de la que no se puede dudar”, y desde el punto de vista moral es la “certidumbre de algo, de modo que el sentir o juzgar lo contrario sea tenido por temeridad” (RAE, 2019).

En el campo de la ciencia se ha puesto un especial énfasis en el trabajo basado en evidencias, lo cual asegura mayor solidez en las consideraciones y mayor calidad en la labor del científico. En algunas disciplinas, como la medicina basada en la evidencia, se ha puesto cuidado en la clasificación de la misma en diferentes niveles, lo cual genera a su vez diferentes grados de recomendaciones (Cerdá, 2009).

En el ámbito de la justicia es deseable que las pruebas aportadas por las partes cuenten con el mayor grado de evidencia, de modo que los magistrados tengan la máxima certeza o certidumbre. Es decir, que los hechos sean tan claros y manifiestos que el juicio resultante sea indudable. Esto nos pone en la senda de la “demostración”, o sea la ejecución de un trabajo investigativo que, a requerimiento de los letrados, y a través de prácticas periciales, arroje luz sobre los hechos de la manera más evidente posible (Cerdá, 2009).

### La pericia y el trabajo de los peritos

*“La pericia o experticia (como también se la suele llamar en términos jurídicos), es la elaboración de un dictamen por parte de expertos en temas relacionados con hechos que implican una litis, mediante una explicación en términos entendibles por legos en esa/s incumbencias, que permitan clarificar y objetivar los mismos, para que el juzgador resuelva (sentencie) con la mayor equidad posible para las partes (sentencia sustancialmente justa basada en hechos verdaderos)”* (Verbic, 2008).

Los peritajes se impulsan dentro del proceso de investigación en razón de que tanto el juez como los demás profesionales del derecho interviniéntes no cuentan con los conocimientos de otras disciplinas que les resultan ajenas. Los peritos judiciales o peritos forenses son profesionales con conocimientos especializados y reconocidos en un arte o ciencia que suministran información u opinión fundada

## INTRODUCTION

*“In all criminal investigation, the passing of time is the fleeing of truth”.*

Edmond Locard, 1935.

### Scientific evidence

According to the Royal Spanish Academy Dictionary, evidence is “a clear and manifest certainty what cannot be doubted”, and from a moral standpoint it is the “certitude of something (having occurred), and the sensing or judging of the contrary being taken for fear” (RAE, 2019).

In the field of science, a special emphasis has been placed on work based on evidence, which assures greater solidity in the considerations and higher quality in the work of the scientist. In some disciplines, such as evidence-based medicine, care is taken in the classification of the same at different levels and this in turn generates different grades of recommendations (Cerdá, 2009).

In the field of justice it is desirable that the proof available for the parties can count on the highest amount of evidence in such a way that the magistrates have the highest certainty or certitude. This means that the facts must be so clear and manifest that the resulting judgement leaves no place for doubt. This places us on the path of “demonstration” or the execution of a piece of investigation that, by the requirement of the lawyers and through the work of experts sheds light on the facts in the most evident manner possible. (Cerdá, 2009).

### Forensic expertise or the work of forensic experts

*“The work of forensic experts or forensic expertise (as it is also called in judicial terms), is the elaboration of a report on the part of experts in themes related to facts that imply a litis through an explanation, in terms comprehensible by laymen (legos) in that/s incumbencies, that allows the clarification and objectification of the same, so that the judge resolve (or sentence) with the utmost equity towards all the parties (sentence substantially just based on true facts)”* (Veric, 2008).

The work of forensic experts progresses within an investigation process that is opened by a judge as well as other professionals of the law who intervene without knowledge of other disciplines that, to them, are alien. Judicial and forensic experts are professionals with specialised knowledge and recognized in an art or science that offers information or opinions based to the tribunals of justice on litigated points that happen to be material or part of a discipline in which they are

a los tribunales de justicia sobre puntos litigiosos que son materia o parte de la disciplina en la que se encuentran capacitados. Estos peritos deben ser capaces de aplicar técnicas y recursos propios de la disciplina de su incumbencia, en forma científica, para administrar requerimientos propios de una investigación judicial como recolección, aseguramiento y preservación de las pruebas, manejo de la cadena de custodia, etc. (Carreras Espallardo, 2013). La conclusión de esos trabajos se expresa en un dictamen pericial que se incorpora al proceso. Su propósito es informar al juez, aportando el mayor grado posible de evidencia a las pruebas, para darle seguridad a éste acerca de la justicia objetiva de su fallo. Cuanto mayor sea el grado o nivel de evidencia de lo asesorado por el perito en su informe pericial, menores serán las posibilidades de pedidos de ampliaciones, explicaciones y/o impugnaciones que se produzcan a posteriori (Cerdá, 2009).

Al irse incorporando cada vez más a los procesos investigativos la participación de peritos en diversas áreas del conocimiento, se hace tanto más importante establecer con claridad normas y procedimientos para la recepción y preservación de las muestras, y los manejos administrativos y técnicos de las mismas. Es deseable la elaboración de Guías y/o Protocolos en todos los tramos del trabajo investigativo, de modo que las muestras que puedan convertirse en evidencia lleguen al perito con las mayores garantías de inalterabilidad y en las mejores condiciones para ser estudiadas. Esto aporta seriedad y responsabilidad al trabajo pericial (Cerdá, 2009).

### LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA EN LAS CIENCIAS FORENSES

*“Los restos microscópicos que cubren nuestra ropa y nuestros cuerpos son testigos mudos, seguros y fieles, de nuestros movimientos y de nuestros encuentros”*

Edmond Locard (en Noriega, 2013)

Un principio esencial aplicable al trabajo de los microscopistas forenses de todo el mundo es el llamado Principio de Intercambio de Locard: “Siempre que dos objetos entran en contacto transfieren parte del material que incorporan al otro objeto”. En realidad Locard hizo la observación de que “es imposible que un criminal actúe, especialmente en la tensión de la acción criminal, sin dejar rastros de su presencia” (Noriega, 2013). Este principio ha

capacitado. These experts have to be able to apply techniques and resources belonging to a discipline of their incumbency in a scientific way to administer requirements pertaining to a judicial investigation as recollection, assurance and preservation of the proofs, management of the chain of custody, etc. (Carreras Espallardo, 2013). The conclusions of these reports are expressed in an expert opinion that is incorporated into the process. Its aim is to inform the judge, by contributing the highest possible level of evidence regarding all the relevant proof so that there might be objectivity in justice and avoidance of judicial failure. The greater the grade or level of evidence of what is assessed by the expert in his report, the less there will be of demands for the amplifying or further explanations that can be called for a posteriori (Cerdá, 2009).

When going deeper into the investigative process with the participation of experts in diverse areas of knowledge it becomes increasingly important to establish norms and procedures with clarity for the reception and preservation of the samples and the administrative and technical management of the same. The elaboration of guidelines and/or protocols is desirable in all of the stages of the investigative work in such a way that the samples that can be converted in evidence are given to the expert with the highest guarantee of inalterability and in the best conditions to be studied. This provides seriousness and responsibility to the work of the expert (Cerdá, 2009).

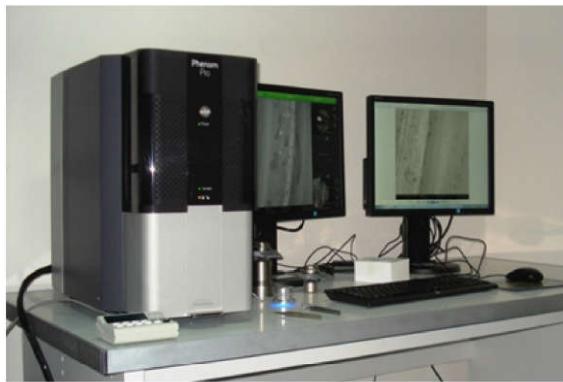
### THE ELECTRON MICROSCOPE IN FORENSIC SCIENCES

*“The microscopic leftovers that cover our clothing and our bodies are silent witnesses, sure and faithful, of our movements and our meetings”*

Edmond Locard (en Noriega, 2013)

An essential principle, applicable to the work of forensic microscopists all over the world, is called the Locard's Exchange Principle: “Whenever two objects enter into contact a part of the material that is on one of them is transferred to incorporate the other object”. In reality, Locard observed that it “is impossible that a criminal to act, especially with the tension of the criminal action, without leaving signs of his presence” (Noriega, 2013). This principle has allowed the obtaining of relevant indications in numerous places, from footprints in the mud or its rest in tires and footwear to fingerprints or remains on finger nails (Forensic Science, 2019).

The eagerness to extract the greatest quantity of



**Figure 1.** Scanning electron microscope (SEM) Phenom Pro of the Electron Microscopy Laboratory of the CICYTTP, Diamante, E.R. (Photo: J.F.Vilá)

**Figura 1.** Microscopio electrónico de barrido (MEB) marca Phenom Pro del Laboratorio de Microscopía Electrónica del CICYTTP, Diamante, E.R. (Foto: J.F.Vilá).

permitido obtener indicios relevantes en numerosos lugares, desde huellas en el barro o sus restos en neumáticos y calzado, hasta huellas dactilares o restos en las uñas (Forensic Science, 2019).

El afán por extraer de una muestra la mayor cantidad de datos que ésta pueda aportar como prueba, ya sea para esclarecer las circunstancias de un evento o establecer los orígenes o el devenir histórico de un objeto, ha hecho querer observarla con más claridad y mayores detalles. Este interés por observar con más detalle, tanto en ésta como en otras muy diversas áreas del conocimiento, condujo al desarrollo de lupas y microscopios que permitieran la observación y la toma de fotografías con aumentos cada vez mayores.

Ese mismo interés ha convertido a la microscopía en una herramienta muy poderosa y útil en manos de peritos que son capaces de observar en las muestras cosas que de otro modo hubieran pasado inadvertidas.

Desde el comienzo de los estudios forenses, el instrumento óptico más usado después de la lupa misma ha sido el microscopio óptico. La facilidad de operación de este instrumento así como el gran desarrollo de diversas técnicas de preparación de las muestras han convertido a la microscopía óptica en una herramienta invaluable para el investigador forense.

Podemos señalar algunos aspectos que caracterizan a esta técnica:

*Magnificación:* es la posibilidad de aumentar en forma virtual el tamaño del objeto observado.

*Resolución:* es la capacidad de apreciar detalles

data from a sample so that this data can be used as proof, whether it be to clarify the circumstances of an event or to establish the origins or the history behind an object, makes for the importance of observing the sample with greater clarity and more details. This interest to observe with greater details, in such an instance as well as in other more diverse areas of knowledge, led to the development of magnifying glasses and microscopes that allow the observation and taking of photographs with ever greater detail.

This same interest has converted the microscope in a very powerful and useful tool in the hands of experts who are capable of observing details that would have otherwise passed unseen in the samples.

From the beginning of forensic studies, the most used optical instrument after the magnifying glass has been the optical microscope. The ease of operation of this instrument as well as the notable development in diverse techniques of preparation of the samples has converted optical microscopy in an invaluable tool for the forensic investigator.

We could signal some aspects that characterize this technique:

*Magnification:* is the possibility of virtually enlarging the size of the observed object.

*Resolution:* is the capacity of appreciating details when they are magnified; it is not only useful to enlarge the size of an object virtually, it is also necessary to be able to observe more details in the magnified object.

*Field depth:* is the capacity of an optic system to focus not only on the desired plane of the object but also on planes from upfront and behind this same area.

### The electron microscope

In the beginning of the 20th Century Ernst Ruska, under the tutelage of Max Knoll, carried out theoretical and experimental studies that led to the construction of the first electron microscope (Fresquet Febrer, 2014). The development of these instruments continues to date and leads to the making of equipment with greater potential and permits the study of material with an amazing range of details. There are basically two types of electron microscopes: the transmission electron microscope (TEM) and the scanning electron microscope (SEM). In turn, there are variants of these instruments that make them specialised for different areas of work (Vilá, 2017). For the ease with which samples are prepared for observation, the scanning electron microscope is most useful in forensic studies (obs. pers.). Compared with the optic microscope, the SEM presents a greater capacity for enlargement or

cuando se magnifica; no resulta útil la sola posibilidad de aumentar virtualmente el tamaño de un objeto, es también necesario poder observar más detalles en el objeto magnificado.

**Profundidad de campo:** es la capacidad de un sistema óptico de mostrar en foco no sólo el plano deseado del objeto sino también planos por delante y por detrás del mismo.

### El microscopio electrónico

A principios del siglo XX Ernst Ruska, bajo la tutela de Max Knoll, realizó los estudios teóricos y experimentales que condujeron a la construcción del primer microscopio electrónico (Fresquet Febrer, 2014). El desarrollo de estos instrumentos continúa hasta el presente dando origen a equipos con crecientes capacidades que permiten el estudio de la materia con un nivel de detalle asombroso. Hay básicamente dos tipos de microscopios electrónicos: el microscopio electrónico de transmisión (MET) y el microscopio electrónico de barrido (MEB). A su vez hay variantes en estos instrumentos que los hacen especializados para diferentes áreas de trabajo (Vilá, 2017). Por la facilidad con que se preparan las muestras para su observación resulta muy útil en los estudios forenses el microscopio electrónico de barrido (obs. pers.). Comparado con el microscopio óptico, el MEB presenta mayor capacidad de aumento o magnificación, mejor resolución y mayor profundidad de campo (Vilá, 2017).

El Laboratorio de Microscopía Electrónica del CICYTTP cuenta con un microscopio electrónico de barrido Phenom Pro, un tipo de microscopio llamado MEB de escritorio (Fig. 1). Algunas ventajas que ofrece este tipo de instrumento son: costo mucho más accesible que un modelo tradicional de piso; menor tamaño, lo cual lo hace relativamente portátil y permite usarlo en espacios de trabajo reducidos; menores tiempos de instalación y mantenimiento que un modelo convencional; interfaz simplificada, hace sencilla la operación incluso para personal con habilidades básicas de laboratorio; operación más rápida, reduce los tiempos de carga de la muestra hasta un 80%. Es importante destacar la posibilidad de estudiar la muestra sin necesidad de metalizarla (sputtering), lo cual evita su contaminación con el material aportado por el metalizado, evitando alterarla o dañarla; esto es posible gracias a algunas características del equipo que permiten realizar imágenes de alta calidad en muestras no conductoras: se usan voltajes de aceleración bajos,

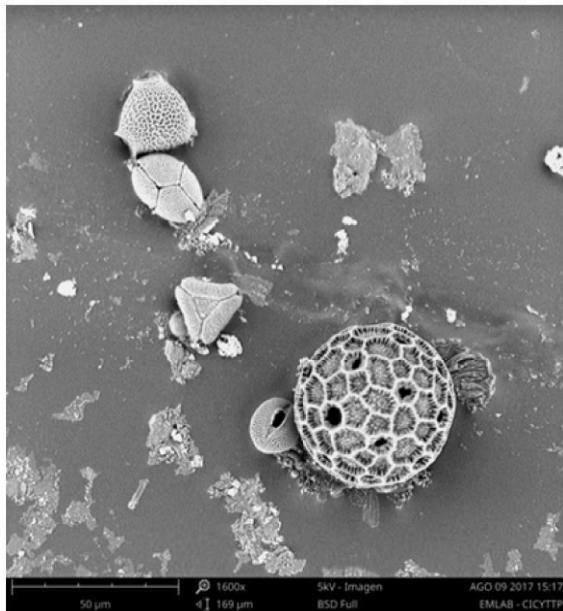
magnification, and also better resolution and greater field depth (Vilá, 2017).

The Electron Microscopy Laboratory of the CICYTTP has a SEM Phenom Pro, which is a desktop type of scanning electron microscope (Fig. 1). Some advantages offered by this sort of instrument are: a much more accessible cost than a traditional floor model; smaller size which makes it relatively portable and allows one to use it in reduced work spaces; less installation time and maintenance than a conventional model; simplified interface, makes operation simple even for personnel with basic laboratory skills; faster operation, reduction of time in charging the sample of up to 80%. It is important to highlight the possibility of studying the sample without the need of sputtering which avoids contamination with the material contributed, and thus avoids alteration and damage; this is possible thanks to some characteristics of the equipment that permit images of high quality in non conductive samples; lower acceleration voltages are used, lower beam currents and small work distances; furthermore it is possible to work with low vacuum levels using special specimen holders (Vilá & di Pasquo, 2018). This possibility is important in forensic sciences given that on many occasions the sample is unique and this demands its perfect conservation as an element of proof and for use in eventual future studies (obs. pers.). There are also, however, some disadvantages: reduced volume of the sample chamber, fewer possibilities of selection of the conditions of observation and lower resolution in relation with other electron microscopes; but these potential difficulties are not significant drawbacks in practice (Vilá & di Pasquo, 2018).

Associated with the scanning electron microscope and also applicable to that of transmission, there is a very useful technique to determine the chemical composition of a sample, the Electron Probe X-Ray Microanalysis (Hren et al., 1979). With this technique, you can study the composition of a sample of size as small as a few microns, differentiate small regions of different composition within a greater sample area, or obtain distribution maps of particular chemical elements in the sample (Vilá, 2017; Arroyo, 2018).

### Applications of the scanning electron microscope

**Palynology:** Is the science that studies pollen and the spores of plants and vegetal and animal microfossils. Its content is circumscribed by its techniques more than by the unity of the materials studied (Jansonius & McGregor, 1996). In the decade of the 1940's

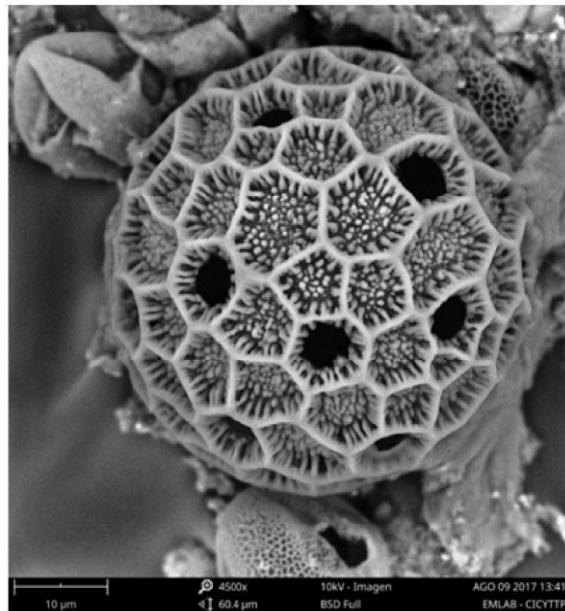


**Figure 2.** Pollen grains extracted from a honey sample produced in the Paraná River Delta (Argentina). (SEM Phenom Pro, 5 KV, 1600x). (Photo: Paola Soñez – CICYTTP)

**Figura 2.** Granos de polen extraídos de una muestra de miel producida en el Delta del Paraná (Argentina). (MEB Phenom Pro, 5 KV, 1600x) (Foto: Paola Soñez – CICYTTP).

corrientes de haz menores y distancias de trabajo pequeñas; además es posible trabajar con bajos niveles de vacío usando portamuestras especiales (Vilá & di Pasquo, 2018). Esta posibilidad es importante en las ciencias forenses, dado que en muchas ocasiones la muestra es única y esto exige su perfecta conservación como elemento probatorio y para eventuales futuros estudios (obs. pers.). Aparecen, sin embargo, algunas posibles desventajas: reducido volumen de la cámara de muestra, menos posibilidades de elección de las condiciones de observación y menor resolución en relación a otros microscopios electrónicos; pero estas potenciales dificultades en la práctica no suelen ser significativas (Vilá & di Pasquo, 2018).

Asociada al microscopio electrónico de barrido, y también aplicable al de transmisión, aparece una técnica muy útil para determinar la composición química de una muestra, el Microanálisis de Rayos X por Sonda de Electrones (Hren et al., 1979). Con esta técnica se puede estudiar la composición de una muestra de tamaño tan pequeño como algunos micrones, diferenciar regiones pequeñas de diferente composición en una muestra mayor, u obtener mapas de la distribución de elementos químicos particulares en la muestra (Vilá, 2017; Arroyo, 2018).



**Figure 3.** *Polygonum* pollen grain. (SEM Phenom Pro, 10 KV, 4500x). (Photo: Paola Soñez – CICYTTP)

**Figura 3.** Grano de polen de *Polygonum*. (MEB Phenom Pro, 10 KV, 4500x). (Foto: Paola Soñez – CICYTTP)

palynology simply referred to the study of pollen and spores but then, other microscopic acid resistant specimens that were referred to as “non pollinic palynomorphs” (NPP) began to be studied, thus including fungal spores and small fructifications, polychaete jaws , the extinct chitinozoans, animal and vegetable tissue fragments and algal cysts (van Geel, 2002; Cugny et al., 2010).

Until approximately 1960 this science used optical microscopy as its principal tool but the arrival of electron microscopes facilitated a great advancement: the enormous resolution power of the TEM was the basis for obtaining new information close to the ultrastructure and development in the pollen grain, and the introduction of the SEM in the second half of the 70's was a key innovation for the study of fine outlines of the surface of pollen. The advances in SEM include methods of preparation that are relatively simple and reveal an intensity and overwhelming power (Hesse et al., 2009). In figures 2 and 3 the possibility offered by this equipment to observation can be appreciated when viewing the amount of details of the pollen grains in addition to allowing a rigorous determination of the same. According to Blackmore (1992) the scanning electron microscope has given a greater impulse to palynology than any other technique developed in the history of the matter has done.

Forensic palynology deals with the examination

### Aplicaciones del microscopio electrónico de barrido

**Palinología:** Es la ciencia que estudia el polen y las esporas de las plantas y microfósiles vegetales y animales. Su contenido está circunscripto por sus técnicas más que por la unidad de los materiales estudiados (Jansonius & McGregor, 1996). En la década de 1940 la palinología se refería simplemente al estudio de polen y esporas, pero después empezaron a ser estudiados otros especímenes microscópicos ácidos resistentes que pueden ser referidos como "palinomorfos no polínicos" (NPP, por su sigla en inglés) como esporas y pequeñas fructificaciones de hongos, mandíbulas de poliquetos, quitinozoos extintos, fragmentos de tejidos vegetales y animales, y quistes algales (van Geel, 2002; Cugny et al., 2010).

Hasta aproximadamente 1960 esta ciencia usó como su principal herramienta el microscopio óptico, pero el advenimiento de los microscopios electrónicos facilitó el gran avance: el enorme poder de resolución del MET fue la base para obtener nueva información acerca de la ultraestructura y desarrollo en el grano de polen, y la introducción del MEB en la segunda mitad de los años 70 fue una innovación clave para el estudio del relieve fino de la superficie del polen. Los avances en MEB incluyen métodos de preparación relativamente simples y rápidos, y una insuperable profundidad de campo que revela una intensidad y poder abrumadores (Hesse et al., 2009). En las Figuras 2 y 3 se puede apreciar la posibilidad que brindan estos equipos de observar con gran detalle la morfología de granos de polen y permitir una rigurosa determinación de los mismos. Según Blackmore (1992) el microscopio electrónico de barrido ha provisto a la palinología un impulso mayor que ninguna otra técnica desarrollada durante la historia de la materia.

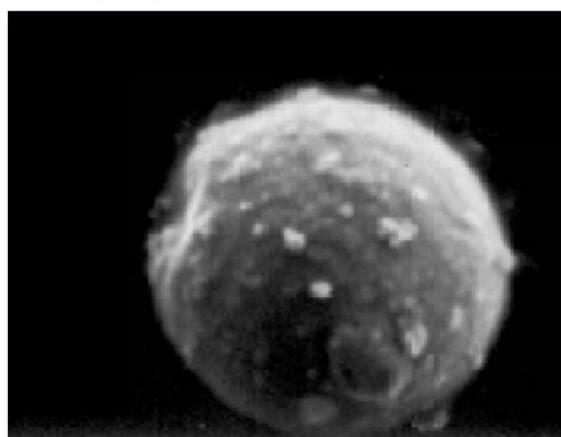
La palinología forense abarca el examen de palinomorfos recuperados de personas, objetos y lugares asociados con un delito. La combinación especial de estos elementos (palinomorfos recuperados) se denomina "huella polínica" y puede ser utilizada para identificar y reconstruir una historia. Como los palinomorfos pueden quedar atrapados en las fibras de la ropa u otros materiales, su recuperación puede vincular a las personas con el lugar de un hecho. Por lo tanto la palinología forense puede ser aplicada por ejemplo para descubrir el lugar donde ha sido cometido un delito, relacio-

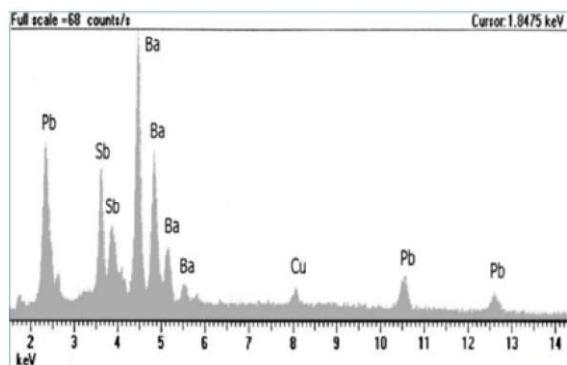
of palynomorphs that have been found on persons, objects and in places associated with crime. The special combination of these elements (recovered palynomorphs) is called a "pollinic trail" and can be used to identify and reconstruct a history. As the palynomorphs can remain trapped in the fibre of clothes or other materials, their recuperation can link persons with the place relating to the facts. Thus forensic palynology can be applied, for example, to discover the place where a crime has been committed and determine if there have been post mortum movement and prove or refute alibis, reduce the list of suspects, determine the history of movements of objects and products, contribute information on the geographical origin of an object or product, facilitate the localisation of clandestine tombs and human remains and reveal and clarify the peri mortem circumstances of a victim (Breglia, 2015).

**Gunshot residues from firearms:** When firing with a firearm, some residues composed of gunpowder, remains of projectile material, sheath or fulminant can be deposited on the body of the firearm user and its surrounding environment. The type of residue varies as much as the characteristics of the deposits depending, among other things, on the type of firearm and the ammunition used (Guía de Procedimientos del Instituto de Investigación Criminal..., 2019). The analysis of the gunshot residues (GSR) tries to determine, on the body or the clothing of a person suspected of having fired a gun, the presence of particles of lead, barium and antimony that are the component materials used in projectiles (Bolmaro, R. en Franco, 2019). Sometimes it is also useful to take samples from other surfaces

**Figure 4.** SEM image of residue produced by a firearm shot. (Photo: adapted from Soria Hernando, 2012)

**Figura 4.** Imagen en el MEB de un residuo producido por el disparo de un arma de fuego. (Foto: adaptada de Soria Hernando, 2012)





**Figure 5.** X Ray Microanalysis of residue produced by firearm shot. It can be observed that it contains lead, barium, antimony and copper (Pb, Ba, Sb and Cu). (Photo: adapted from Soria Hernando, 2012)

**Figura 5.** Microanálisis de Rayos X de un residuo producido por el disparo de un arma de fuego. Se puede observar que contiene plomo, bario, antimonio y cobre (Pb, Ba, Sb y Cu).

(Foto: adaptada de Soria Hernando, 2012)

nar a un sospechoso o un objeto con la escena de un crimen, determinar si ha habido traslados post mortem, probar o refutar coartadas, reducir la lista de sospechosos, determinar la historia de viaje de objetos y productos, aportar información sobre el origen geográfico de un objeto o producto, facilitar la localización de tumbas clandestinas y restos humanos, conocer y aclarar las circunstancias peri mortem de una víctima (Breglia, 2015).

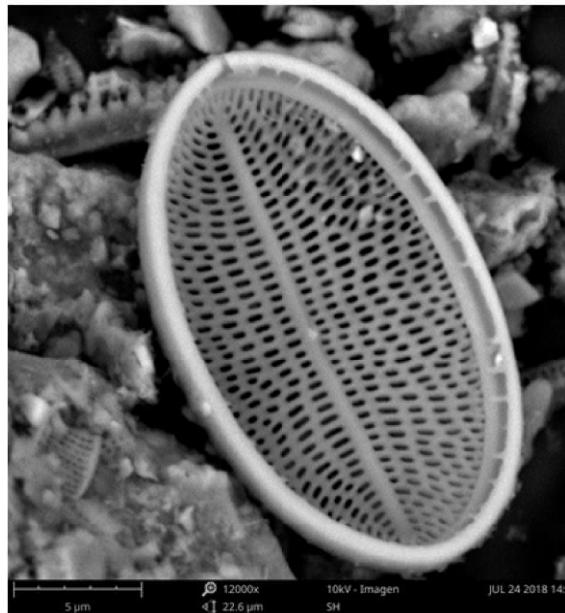
**Residuos de disparo con armas de fuego:** Al efectuar un disparo con arma de fuego, algunos residuos compuestos por pólvora, restos de material del proyectil, de la vaina o del fulminante pueden depositarse sobre el cuerpo del tirador y su entorno cercano. Tanto el tipo de residuo como las características de la deposición varían, entre otras cosas, con el tipo de arma y la munición utilizada (Guía de Procedimientos del Instituto de Investigación Criminal..., 2019). El análisis de Residuos de Disparo (GSR por sus siglas en inglés, Gunshot Residue) intenta determinar, en el cuerpo o las prendas de una persona sospechosa de haber disparado un arma de fuego, la presencia de partículas de plomo, bario y antimonio, que son componentes del material utilizado en los proyectiles (Bolmaro, R. en Franco, 2019). A veces es útil también hacer levantamiento de muestras de otras superficies vinculadas al hecho para poder esclarecer las circunstancias en que se efectuó el disparo (Forensic Science, 2019).

Para determinar la composición química de las muestras encontradas se pueden usar diferentes técnicas: la espectrometría de fluorescencia de Rayos X (XRF), el análisis de activación de neutrones

linked to the fact to clarify the circumstances in which the gun was fired (Forensic Science, 2019).

To determine the chemical composition of the samples found, different techniques can be used: the X-Ray fluorescence spectrometry (XRF), the neutron activation analysis (NAA), the inductively coupled plasma mass spectrometry (ICPMS) and the atomic absorption spectrometry (AAS) (Giorgeri, S. en Amaya, 2015; Guía de Procedimientos del Instituto de Investigación Criminal..., 2019; Soria Hernando, 2012). However, in the majority of cases the preferred instrument is the scanning electron microscope because, in addition, it offers a high definition image to study the form and the size of the grains found. To take samples, adhesive elements are used, in general made of carbon, which are applied on the surface to examine; if there are residues, they will remain stuck to these adhesive supports. This leads to the SEM where the presence of grains or particles that are morphologically compatible with GSR is studied. Then their chemical composition is determined with X-Ray microanalysis (Giorgeri, S. en Amaya, 2015). In Figure 4 a particle of GSR photographed with a SEM can be seen with the corresponding microanalysis in Figure 5 (adapted by Soria Hernando, 2012).

**Phycology:** Is the science that studies algae. It can contribute data for the resolution of certain cases of death by drowning and determine the presence of a suspicious in the scene of the happening (Maidana, 2018). Submersion is a type of drowning that can result in death because of the violent entry of water in the airways. In cases of death by submersion, death could have been caused by an accident – such as a thermic shock, a beating before falling into the water, a heart attack, etc. – or the fall might have been intentional. Diatoms are a group of unicellular microscopic algae that present immense diversity, around twenty thousand species, and that adapt to very diverse environments either fresh or hypersaline water; they function as perfect allies for investigating judicial causes and doubtful deaths by drowning. Based on the exam of the diatoms that remain impregnated in the bone medulla, large bones or the heart, it is possible to distinguish whether the body was in a river, a lake or stream; if there was little or much water; the velocity at which it flowed; if the corpse was close to the shore or in the centre; and also the acidity or salinity in the water, among other aspects (Maidana, en Esteban, 2018). Given the microscopic size of the diatoms, the way of studying them is with the electron microscope where morphology can be studied and classified

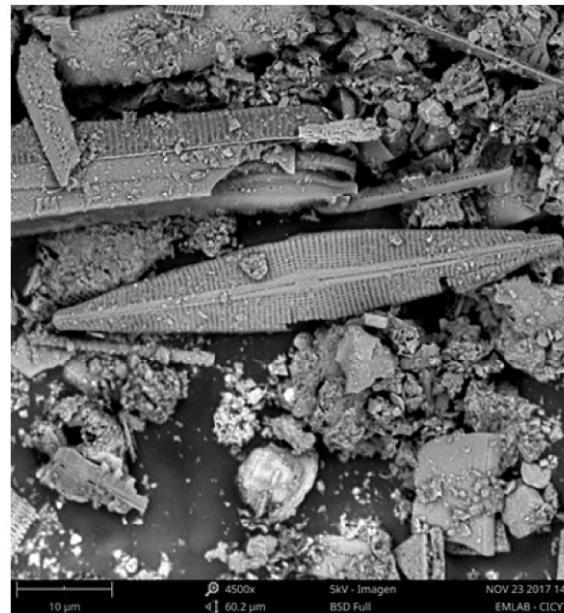


**Figure 6.** Valvar view of the internal face of *Cocconeis placentula*, Diatom from the Holocene in Entre Ríos with extant representatives. (SEM Phenom Pro, 10 KV, 12000x). (Photo: Pérez Pincheira et al., 2018)

**Figura 6.** Vista valvar de la cara interna de *Cocconeis placentula*, diatomea del Holoceno de Entre Ríos con representantes en la actualidad. (MEB Phenom Pro, 10 KV, 12000x) (Foto: Pérez Pincheira et al., 2018)

(NAA), la espectrometría de masa con plasma acoplado inductivamente (ICPMS) y la espectrometría de absorción atómica (AAS) (Giorgeri, S. en Amaya, 2015; Guía de Procedimientos del Instituto de Investigación Criminal, 2019; Soria Hernando, 2012). Sin embargo, en la mayoría de los casos el instrumento preferido es el microscopio electrónico de barrido porque permite además tener una imagen de muy buena definición para estudiar la forma y el tamaño de los granos que se encuentran. Para tomar las muestras se utilizan elementos adhesivos, en general de carbono, que se colocan sobre la superficie a examinar; si hay residuos, quedarán adheridos a esos soportes. Estos se llevan al MEB donde se estudia la presencia de granos o partículas morfológicamente compatibles con GSR. Luego se determina su composición química por medio del microanálisis de Rayos X (Giorgeri, S. en Amaya, 2015). En la Figura 4 se aprecia una partícula de GSR fotografiada con el MEB y en la Figura 5 el microanálisis correspondiente (adaptadas de Soria Hernando, 2012).

**Ficología:** Es la ciencia que estudia las algas. Puede aportar datos para la resolución de ciertos casos de muerte por ahogamiento y para deter-



**Figure 7.** Valvar view of *Navicula peregrina*, diatom from the Holocene in Entre Ríos with extant representatives. (SEM Phenom Pro, 5 KV, 4500x). (Photo: Pérez Pincheira et al., 2018)

**Figura 7.** Vista valvar de *Navicula peregrina*, diatomea del Holoceno de Entre Ríos con representantes en la actualidad. (MEB Phenom Pro, 5 KV, 4500x). (Foto: Pérez Pincheira et al., 2018)

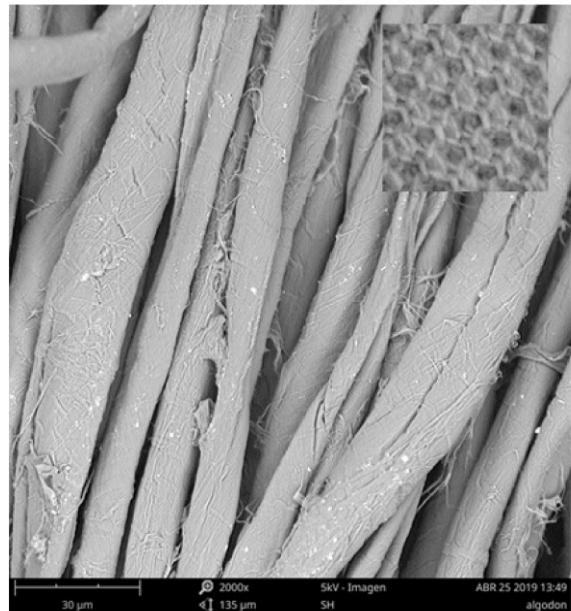
appropriately. In figures 6 and 7 diatoms from fluvial terraces in the province of Entre Ríos seen with a SEM can be observed and size and structure of these organisms can be viewed.

**Soil:** It is known that particles of ground cover can provide useful information about the connecting link of a person with the scene of a crime by the characteristics of the surface of the earth and by its diversity of properties (Dávila Villegas, 2009). In a great quantity of cases the identification of earth particles in the form of dust or mud on the shoes of a suspect is extremely useful. These analyses can establish the passing of this person in determined places allowing the incrimination of a suspect or confirming an alibi. Soil particles can be analysed from different points of view considering their origin, the different sorts of ground cover, their physical characteristics or chemical characteristics (Dávila Villegas, 2009). But moreover, the observation of this material under an electron microscope can reveal the presence of crystals, mineral remains, organic material or micro-organisms, elements that are characteristic of the locations with different sorts of soil; in this sense the SEM is an indispensable tool to characterise so much from the morphological as well as chemical point of view in considering the

minar la presencia de un sospechoso en el lugar del hecho (Maidana, 2018). La sumersión es un tipo de ahogamiento que ocasiona la muerte por el ingreso violento de agua en las vías aéreas. En casos de muertes por sumersión, el deceso puede haber sido causado por un accidente – como sufrir un shock térmico, un golpe antes de caer al agua, un infarto, etc. – o intencional. Las diatomeas son un grupo de algas unicelulares microscópicas que presentan una inmensa diversidad, alrededor de veinte mil especies, y se adaptan a muy diversos ambientes, ya sea aguas dulces como hipersalinas; funcionan como aliadas perfectas para investigar causas judiciales y decesos dudosos por ahogamiento. A partir del examen de las diatomeas que quedaron impregnadas en la médula ósea, huesos largos o el corazón es posible distinguir si el cuerpo estuvo en un río, un lago o un arroyo; si había mucha o poca agua; la velocidad a la que corría; si el cadáver se encontraba cerca de la orilla o en el centro; así como también la acidez y la salinidad, entre otros aspectos (Maidana, en Esteban, 2018). Dado el tamaño microscópico de las diatomeas, la forma de estudiarlas es por medio del microscopio electrónico, donde se puede analizar su morfología y clasificarlas apropiadamente. En las Figuras 6 y 7 se pueden observar diatomeas provenientes de terrazas fluviales de la provincia de Entre Ríos vistas al

**Figure 8.** Cotton tissue at 2000x. In the right hand corner is a view of the same at 20x. (SEM Phenom Pro, 5 KV) (Foto: J. F. Vilá)

**Figura 8.** Tejido de algodón a 2000x. En el ángulo superior derecho una vista a 20x. (MEB Phenom Pro, 5 KV) (Foto: J. F. Vilá)



encountered elements, owing to its magnifying power, its high resolution and potential use of the X-Rays microanalysis.

**Dust:** Dust samples carried by a person can indicate the places where he/she has passed or what she/he has been doing. Samples of dust can be obtained in general from clothes, pockets, shoes, skin, hair and the objects that are on a person (such as accessories, work utensils, firearms, etc.). Dust can be of different origins and this fact gives rise to different study techniques. It can be said that there is dust related to the profession of a person, metallic dusts, organic waste, etc. (Forensic Science, 2019). On occasion this material can be studied and characterised morphologically with an optic microscope. But there are some particles that escape the characterization with this instrument for their reduced size; in this case the most appropriate equipment happens to be the scanning electron microscope. Furthermore, if it is necessary to specify the chemical composition of a particle, the X-Ray microanalysis technique can be resorted to.

**Tool marks:** The study of the marks made by the tools used to commit a crime can be of special interest. Tools, when used, leave marks that make up a characteristic footprint that lead to the individualization of the object in particular. For example cutting instruments, even those that are new, have grooves caused by the production or sharpening process; these grooves

**Figure 9.** Synthetic tissue at 2000x. At the right hand corner is a view of the same at 20x. (SEM Phenom Pro, 5 KV) (Photo: J. F. Vilá)

**Figura 9.** Tejido sintético a 2000x. En el ángulo superior derecho una vista a 20x. (MEB Phenom Pro, 5 KV) (Foto: J. F. Vilá)



MEB en las que se aprecia el tamaño y la estructura de esos organismos.

**Suelos:** Se sabe que el suelo puede proveer información útil acerca del vínculo de una persona con la escena de un crimen por las características de la superficie de la tierra y por su diversidad de propiedades (Dávila Villegas, 2009). En una gran cantidad de casos la identificación de restos de suelo, en forma de polvo o barro en los zapatos de un sospechoso, es de extrema utilidad. Estos análisis pueden establecer el paso de la persona por determinados lugares, permitiendo incriminar a un sospechoso o confirmar una coartada. Los restos de suelo pueden ser analizados desde diferentes puntos de vista, considerando su origen, los diferentes tipos de suelo, sus características físicas o sus características químicas (Dávila Villegas, 2009). Pero además, la observación al microscopio electrónico de este material puede revelar la presencia de cristales, restos minerales, materia orgánica o microorganismos, elementos que resultan característicos de la ubicación de los diferentes suelos; en este sentido el MEB es una herramienta indispensable para caracterizar tanto desde el punto de vista morfológico como químico los elementos encontrados, debido a su poder de magnificación, su alta resolución, y el potencial uso del microanálisis de Rayos X.

**Polvo:** Las muestras de polvo que porta una persona pueden indicar el lugar por donde pasó o lo que estaba haciendo. Se puede obtener muestras de la ropa en general, de los bolsillos, de los zapatos, de la piel, del pelo, de los objetos que la persona porta (como adornos, útiles de trabajo, armas, etc.). El polvo puede ser de diferentes orígenes lo cual da lugar a diferentes técnicas de estudio. Se puede citar polvo relacionado con la profesión de la persona, polvos metálicos, desechos orgánicos, etc. (Forensic Science, 2019). En ocasiones este material puede ser estudiado y caracterizado morfológicamente por medio de un microscopio óptico. Pero hay algunas partículas que por su reducido tamaño escapan a la caracterización con este instrumento; en este caso el equipo más apropiado resulta ser el microscopio electrónico de barrido. Además, si resulta necesario precisar la composición química de una partícula, se puede usar la técnica de microanálisis de Rayos X.

**Marcas de herramientas:** El estudio de las marcas de herramientas usadas para cometer un delito suele ser de especial interés. Estas herramientas,

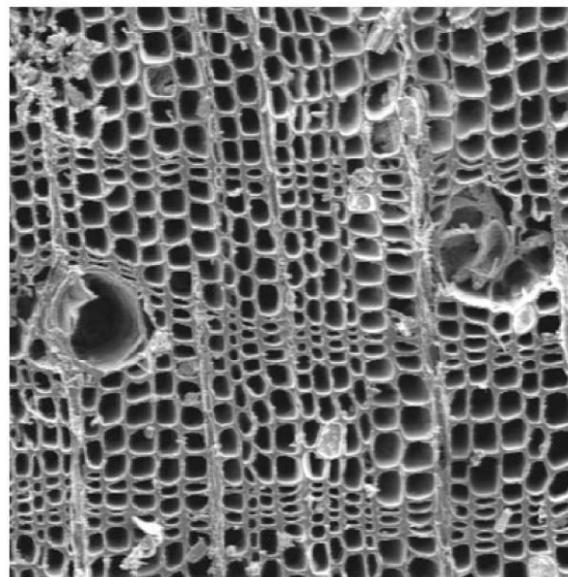


Figure 10. Carbonised Wood. Xylem of scotch pine. (SEM Hitachi S-1400, 150x). (Photo: adapted from Badal, 2005)

Figura 10. Madera carbonizada. Xilema de pino tipo albar. (MEB Hitachi S-1400, 150x). (Foto: adaptada de Badal, 2005)

become deeper with use and leave their mark on the scene of a crime and this can be invaluable in the search for proof (Forensic Science, 2019). For the analysis of these indentations or marks in situ a magnifying glass can be a very useful element; but when the object in question can be taken to a microscope, the conclusions can be very much more ample. The scanning electron microscope is a valuable tool in this type of study; some SEM allow for the placing of large samples that even weigh various kilos so that they can be studied.

**Hair:** Is one of the most important forensic resources and often provides valuable clues on the identity of one or more aggressor/s. (Álvarez Menéndez & Mateos Martín, 2010). It is very useful to study hairs found both in the scene of a crime as on the body of a victim or a supposed aggressor. The morphological characteristics of hair have been amply studied in such a way that today it can pave the way to many conclusions, from knowing if the hair is of human or animal origin and even to deduce from which bodily zone it comes from; it is usually differentiated the condition in which it is found, the aspect from the root to the extremity, type, diameter, pigmentation, scale pattern, distance between layers, etc. (Forensic Science, 2019; Álvarez Menéndez & Mateos Martín, 2010). The analysis of the samples is made with a microscope, comparing the hair studied with hair of known origin. *Its proof value is related to the variability of the characteristics of hair between different individuals in a*

al emplearlas, dejan marcas que conforman una huella característica que puede llevar a la individualización del objeto en particular. Por ejemplo las herramientas de corte, incluso nuevas, tienen muescas debidas al proceso de fabricación o de afilado, muescas que se acentúan con el uso; éstas dejan marcas en la escena de un delito que pueden resultar de gran valor probatorio (Forensic Science, 2019). Para el análisis de estas marcas *in situ* una lupa puede ser un elemento muy útil; pero cuando el objeto en cuestión puede ser llevado a un microscopio, las conclusiones pueden ser mucho más amplias. El microscopio electrónico de barrido es una herramienta valiosa para este tipo de estudios; algunos MEB permiten colocar muestras de gran tamaño y hasta varios kilos de peso para ser estudiadas.

**Pelos:** Son uno de los más importantes recursos forenses y con frecuencia proporcionan valiosas pistas sobre la identidad de un agresor o agresores (Álvarez Menéndez & Mateos Martín, 2010). Resulta muy útil el estudio de pelos encontrados tanto en la escena misma de un delito, como en el cuerpo de una víctima o de un supuesto agresor. Las características morfológicas del pelo han sido ampliamente estudiadas, de modo que hoy se puede extraer muchas conclusiones de su observación, desde saber si es de origen humano o animal, hasta deducir de qué región del cuerpo procede; se suele diferenciar la condición en que se encuentra, el aspecto desde la raíz hasta el extremo, tipo, diámetro, pigmentación, patrón de las escamas, distancia entre capas, etc. (Forensic Science, 2019; Álvarez Menéndez & Mateos Martín, 2010). El análisis de las muestras se hace por microscopía, comparando el pelo en estudio con pelos de origen conocido. “*El valor probatorio se relaciona con la variabilidad de las características del pelo entre distintos individuos de una población. Hay muchos factores que influyen en la fiabilidad de una asociación, incluida la experiencia y formación del perito, las limitaciones de las normas conocidas de pelo y la adecuación de los equipos. La morfología básica de pelos humanos se comparte en todos los individuos de una población, pero el orden, la distribución y el aspecto microscópico de las diferentes regiones del pelo tienen distintas características, lo que habitualmente permite que personal cualificado pueda diferenciar entre pelos de distintas personas*” (Álvarez Menéndez & Mateos Martín, 2010: 201-202). El microscopio electrónico, con su extraordinaria profundidad de campo y su

*population. There are many factors that influence the certainty of an association including the experience and formation of the expert, the limitation of the known norms of hair and the quality of the equipment. The basic morphology of human hair is shared by all of the individuals of a population but the order, distribution, and microscopic aspect of the different regions of hair have different characteristics which usually allows qualified personnel to be able to differentiate the hair of different persons”* (Álvarez Menéndez & Mateos Martín, 2010: 201-202). The electron microscope with its extraordinary depth of field and high resolution power allows the carrying out of these studies with much reliability.

**Paint:** Is a coloured substance or liquid that is applied in thin layers on a surface and that, when dry, leaves a solid film that protects and embellishes the covered area. The forensic study of paint helps in many cases, for example: the falsification of works of art can be discovered by studying the paintings that were done; in the act of committing a crime, the guilty party can brush past painted walls or furniture and his/her clothes would conserve traces of painting in the form of patches or powder; in the case of automobile accidents the vehicles leave traces of painting, one against the other. Studies can be made by comparing painted elements and the patches, powder or traces encountered, or by trying to identify the characteristics and composition of the base of the paint as well as the pigments (Forensic Science, 2019). Various methods are used to carry out analyses: optic microscopy, specific chemical reactions, UV spectroscopy, FTIR spectroscopy, chromatography and others (Arias Londoño, 2009). When it is necessary to carry out comparisons between samples, the SEM helps the expert with its characteristics of high magnification and high resolution which permit comparative morphological studies in great detail. X-Ray microanalysis helps analyse the elemental composition of the different mixtures of pigment used.

**Cloth:** The majority of cloth types transfers some fibres in contact situations. These fibres can represent the proof of the presence of a person in a certain place and thus their analysis has great forensic value. Despite the ample spectre of fibres produced by the textile industry, the regularity of its production and dependable quality confer characteristics to products that facilitate identification. These can be analysed to identify the material as well as the dyes that were used on it. On the other hand, it is important to distinguish if the material dealt with is of textile origin and to differentiate these from natural fibres which are of animal or vegetal origin (Forensic Science, 2019).

gran poder de resolución, permite realizar todos estos estudios con mayor confiabilidad.

**Pinturas:** Son sustancias o líquidos con color que se aplican en capas delgadas sobre una superficie y que al secar dejan una película sólida que protege y embellece el área cubierta. El estudio forense de las pinturas ayuda en numerosos casos, por ejemplo: la falsificación de obras de arte puede descubrirse estudiando las pinturas con que fue realizada; en el acto de cometer un delito el culpable puede rozar con paredes o muebles pintados y su ropa conservará rastros de la pintura en forma de manchas o polvo; en casos de accidentes automovilísticos los vehículos dejan rastros de pintura de uno en el otro. Los estudios se pueden efectuar por comparación entre los elementos pintados y las manchas, polvo o rastros encontrados, o tratar de identificar las características y composición tanto de la base de las pinturas como de los pigmentos (Forensic Science, 2019). Se utilizan varios métodos para realizar estos análisis: microscopía óptica, reacciones químicas específicas, espectroscopía UV, espectrofotometría FTIR, cromatografía y otros (Arias Londoño, 2009). Cuando es necesario realizar comparaciones entre muestras, el MEB ayuda al perito con sus características de gran aumento y alta resolución, lo cual permite estudios morfológicos comparativos con gran detalle. Se puede usar microanálisis de Rayos X para analizar la composición elemental de las diferentes mezclas de pigmentos usadas.

**Telas:** La mayoría de las telas transfieren algunas fibras cuando hay situaciones de contacto. Estas fibras pueden representar la prueba de la presencia de una persona en un cierto lugar por lo que su análisis tiene gran valor forense. A pesar del amplio espectro de fibras que produce la industria textil, la regularidad de su producción y la constancia en la calidad le confieren a los productos características que facilitan su identificación. Éstas se pueden analizar para identificar tanto el material como las tinturas a las que fue sometido. Por otro lado, es importante diferenciar si se trata de fibras de origen textil y diferenciarlas de fibras naturales, de origen animal o vegetal (Forensic Science, 2019). El microscopio óptico resulta limitado en muchos casos para resolver estas situaciones, haciéndose imprescindible el aporte dado por la microscopía electrónica de barrido. Como ejemplo se observan muestras de tejido de algodón y sintético vistas al MEB; gracias a la excelente resolución se puede apreciar con detalle las diferencias morfológicas de

The optic microscope is limiting in many cases to resolve these situations, making the contribution of the scanning electron microscope indispensable. As an example, it is observed samples of cotton and synthetic fabric seen at the SEM; details of the different morphologies of the fibres can be seen, thanks to its excellent resolution (Fig. 8 - 9).

**Analysis of wood and carbons:** Antracología es una rama de la arqueobotánica que surgió en el principio del siglo XX para la identificación botánica de los carbones prehistóricos. En los últimos años, este tipo de análisis se está aplicando a materiales que no son solo arqueológicos, como la documentación histórica, pruebas expertas y uso en la restauración de objetos patrimoniales. La identificación botánica se basa en la estructura anatómica del madera; el rango de identificación puede ser desde el grupo hasta la especie, dependiendo de las características anatómicas propias, del estado de conservación de los restos y su tamaño (Badal, 2005). Es también posible asociar determinadas especies vegetales con lugares particulares donde crecen y se reproducen. Los restos de madera se pueden encontrar en el escenario de un crimen, y en los elementos utilizados para cometer el crimen y en la ropa de las personas. Por lo tanto, la identificación botánica de estos tipos de restos de madera es de gran importancia dentro del marco de la investigación. El protocolo seguido para el análisis es la observación del tejido vegetal bajo un microscopio con luz reflejada y con un microscopio de escaneo (Badal, 2005). Como ejemplo, la observación en SEM de la sección de una pieza de madera (Fig. 10) extraída del keelson de un barco hundido presentado; ésta es una llaç de Cataluña construida en 1897 y había interés en saber qué madera se usó en su construcción; esta muestra estaba contaminada con pinturas, pero fue posible diferenciar la especie de pino, pino montañés evidentemente, y porque de la tradición de tala se deduce que es el pino escocés (Badal, 2005).

#### A CASE STUDY: DETECTION OF AN ACT OF VANDALISM IN AN OLEODUCT

Pipelines are the preferred mode of long distance transportation of liquids and gas. This is so, in counter position to the lorry or the train, for various reasons: they are less harmful for the environment, less susceptible to be stolen and more economical, sure, convenient and dependable. For over hundreds of years pipelines have been constructed in different parts of the world to transport water, be it for drinking or for agricultural watering. Around the year 400 BC,

las fibras (Fig. 8 - 9).

*Análisis de maderas y carbones:* La antracología es una rama de la arqueobotánica que surgió a principios del siglo XX para hacer la identificación botánica de los carbones prehistóricos. En los últimos años, este tipo de análisis está siendo aplicado a materiales que no son arqueológicos, como documentación histórica, pruebas periciales y aplicaciones en restauración de bienes patrimoniales. La identificación botánica se basa en la estructura anatómica de la madera; el rango de identificación puede ser desde el grupo hasta la especie, dependiendo de las propias características anatómicas, del estado de conservación de los restos y de su tamaño (Badal, 2005). También es posible asociar determinadas especies vegetales a lugares particulares donde las mismas crecen y se reproducen. Restos de maderas pueden ser encontrados en el lugar donde se cometió un delito, en los elementos utilizados para cometerlo, y también en la ropa de las personas. Por lo tanto la identificación botánica de esos restos de maderas puede ser de gran importancia en el marco de una investigación. El protocolo seguido para el análisis es la observación de los tejidos vegetales en el microscopio de luz reflejada y en el microscopio electrónico de barrido (Badal, 2005). Como ejemplo se presenta la observación al MEB del corte de un trozo de madera (Fig. 10) extraído de la sobrequilla de una embarcación hundida; se trata de un llagut catalán construido en 1897 del cual se quería conocer las maderas utilizadas en su construcción; esta muestra estaba contaminada con pinturas, pero se pudo diferenciar la especie de pino, evidentemente pino de montaña, y por la tradición maderera se puede deducir que se trata del pino albar (Badal, 2005).

### CASO TESTIGO: DETECCIÓN DE UN ACTO DE VANDALISMO EN UN OLEODUCTO

Las tuberías son el modo preferido para el transporte a grandes distancias de líquidos y gas. Esto es así, en contraposición al camión o el ferrocarril, por varias razones: son menos dañinas para el ambiente, menos susceptibles de robo y más económicas, seguras, convenientes y confiables. Durante cientos de años se han construido tuberías en diferentes partes del mundo para transportar agua ya sea para beber o para riego. Alrededor del año 400 a. C. los chinos utilizaban tubos de bambú para transportar gas natural hacia Pekín; en el siglo XVIII se comenzaron a usar comercialmente tubos de

the Chinese used pipes of bamboo to transport natural gas to Peking; in the 18th Century pipes of melted iron began to be used and in the 19th Century the development of high resistance steel pipes enabled the long distance transport of natural gas and petroleum (Encyclopaedia Britannica, 2019).

Oleoducts are pipelines used in the transport of crude oil or its derivatives. Some transport crude oil to the refineries, others transport refined by-products such as petrol, kerosene or combustible for heating for consumers. For this purpose, almost exclusively steel pipelines are used, without internal coating but with an external coating and cathodic protection to minimise corrosion. The majority of countries have an extensive network of pipelines; however the contribution to transport and importance for the economy of these pipelines are often not recognised by the public in general because they are usually out of sight (Encyclopaedia Britannica, 2019).

In different places around the world, reports have been made of serious damage to oleoducts, sometimes produced by acts of vandalism with large oil spills and always resulting in disastrous consequences, both economic and environmental, and even causing the loss of lives. Some examples that can be mentioned are the damage to a pipeline provoked in Costa Rica in September 2018 by striking workers who caused a spill of approximately 1000 gallons of diesel on a highway (Arrieta, 2018), and also perforations to an oleoduct carried out in the capital of Nigeria in order to rob petroleum in December 2006 that provoked an explosion causing the deaths of over two hundred persons (El País, 2006).

A study made by the principal author of this article as Head of a Laboratory and operator of the electron microscope in the Electron Microscopy Laboratory of the Universidad Nacional de Mar del Plata provides a good example of the use of the SEM in these cases.

A petroleum conduit in the north of our country suffered grave damage and the administration of the company responsible for the transport of the fluid and the maintenance of the oleoduct suspected that the flaw had been deliberately provoked. To clarify this case, a special consultant in the transport of flammable fluids was taken which in turn required the services of the Electron Microscopy Laboratory.

The petroleum company was asked to send the damaged pipe sector and this in turn was cut the fault area to allow observation with the electron microscope. The analysed sample in the Laboratory consisted of a piece of pipe of approximately 10 cm in length and

hierro fundido y en el siglo XIX el desarrollo de tuberías de acero de alta resistencia hizo posible el transporte de gas natural y petróleo a largas distancias (Encyclopaedia Britannica, 2019).

Los oleoductos son tuberías destinadas al transporte de petróleo crudo o sus derivados. Algunos transportan crudo hacia las refinerías, otros transportan productos refinados como naftas, queroseno o combustible para calefacción hacia los consumidores. Para esto se utilizan casi exclusivamente tuberías de acero sin revestimiento interno pero con un revestimiento externo y protección catódica para minimizar la corrosión. La mayoría de los países tienen una extensa red de tuberías; sin embargo su contribución al transporte y su importancia para la economía a menudo no son reconocidas por el público en general debido a que usualmente están fuera de la vista (Encyclopaedia Britannica, 2019).

En diversos lugares del mundo se registran reportes de daños importantes en oleoductos, a veces producidos por actos de vandalismo, con grandes derrames de líquidos, siempre con desastrosas consecuencias tanto económicas como para el medioambiente, inclusive con pérdidas de vidas humanas. Como ejemplos se pueden citar el daño a una cañería provocado en Costa Rica en setiembre de 2018 por trabajadores en huelga que provocó el derrame de aproximadamente 1000 galones de combustible diesel sobre una carretera (Arrieta, 2018), y perforaciones realizadas con el fin de robar combustible a un oleoducto cerca de la capital de Nigeria en diciembre de 2006 que provocaron una explosión en la que murieron más de doscientas personas (El País, 2006).

Un trabajo realizado por el primer autor cuando se desempeñaba como director del laboratorio y operador del microscopio electrónico en el Laboratorio de Microscopía Electrónica de la Universidad Nacional de Mar del Plata resulta un buen ejemplo del uso del MEB en estos casos.

Una cañería conductora de petróleo en el norte de nuestro país sufrió un daño importante y los directivos de la empresa responsable del transporte del fluido y del mantenimiento del oleoducto sospecharon que la falla había sido provocada deliberadamente. Para esclarecer este hecho recurrieron a la asistencia de una Consultora especializada en el transporte de fluidos, la cual a su vez requirió los servicios del Laboratorio de Microscopía Electrónica.

around 0,5 kg in weight, in which you could see with the naked eye a sector where the damage to the duct had occurred.

With the electron microscope it was possible to clearly observe the imprint of cutting tools with characteristic marks produced by the rotating element in the form of well defined lines of circular pattern, with evident signs of a process of advancing from outside towards inside the pipe, denoted by the aspect of successive "waves" attacking the material (obs. pers.). The resulting photographs were also studied by a materials engineer with extensive experience in degradation processes of pipes subjected to corrosion, who confirmed that it was not a process of this type.

The conclusions arrived at were made possible thanks to the high magnification and high resolution, typical of an electron microscope, that allowed for the obtaining of photographs of a high quality and high level of detail (obs. pers.).

For the managing directors of the petroleum company who commissioned this study, the report and the photographs were sufficient proof of a deliberate act of pipeline destruction and this led to the adoption of new oleoduct protection policies.

#### **LABORATORY OF ELECTRON MICROSCOPY OF THE CICYTTP**

This laboratory provides services and technical assistance to the scientific and academic community, to provincial and national institutions and to private companies.

Develops activities linked to organisation-public relationship management, through High Level Technological Services (Servicios Tecnológicos de Alto Nivel - STAN). These activities are normalised in the Resolution No.1873/11 of CONICET.

Adheres to the National Microscopy System (Sistema Nacional de Microscopía - SNM), in the area of the Science, Technology and Productive Innovation Secretary of Argentina (Secretaría de Ciencia, Tecnología e Innovación Productiva de la Nación) together with the Inter-institutional Council of Science and Technology (Consejo Interinstitucional de Ciencia y Tecnología - CICyT), within the Important Instruments and Data Bases Programme (Programa de Grandes Instrumentos y Bases de Datos).

Se solicitó a la empresa petrolera el envío del sector de cañería dañado, del cual a su vez se efectuó un recorte del área de falla para permitir su observación en el microscopio electrónico. La muestra analizada en el Laboratorio consistió en un trozo de cañería de aproximadamente 10 cm de largo y alrededor de 0,5 kg de peso, en el cual se podía ver a simple vista un sector donde se había producido el daño al conducto.

Con el microscopio electrónico se pudo observar con claridad la huella de herramientas de corte, con marcas características producidas por el elemento rotante en forma de líneas muy definidas de dibujo circular, con evidentes muestras de un proceso de avance de afuera hacia dentro del tubo, denotadas por el aspecto de "ondas" sucesivas de ataque al material (obs. pers.). Las fotografías resultantes fueron también estudiadas por un ingeniero en materiales de amplia experiencia en procesos de degradación de conductos sometidos a corrosión que confirmó que no se trataba de un proceso de este tipo.

Las conclusiones a las que se arribó fueron posibles gracias a la gran magnificación y alta resolución - propias de un microscopio electrónico - que permiten obtener fotografías de alta calidad y elevado nivel de detalle (obs. pers.).

Para los directivos de la empresa petrolera que encargó el estudio, el informe y las fotografías resultaron suficientes pruebas de un acto deliberado de destrucción de la cañería, lo cual condujo a adoptar nuevas políticas de protección del oleoducto.

### **LABORATORIO DE MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DEL CICYTTP**

Brinda servicios y asistencia técnica a la comunidad científica y académica, a instituciones del estado nacional y provincial, y a empresas privadas.

Desarrolla sus actividades de servicio por medio de un instrumento de gestión de la vinculación, los Servicios Tecnológicos de Alto Nivel (STAN). Estas actividades están normadas por la Resolución No.1873/11 del CONICET.

Está adherido al Sistema Nacional de Microscopía (SNM), en el ámbito de la Secretaría de Ciencia, Tecnología e Innovación Productiva de la Nación conjuntamente con el Consejo Interinstitucional de Ciencia y Tecnología (CICyT), dentro del Programa de Grandes Instrumentos y Bases de Datos.

### **REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- Álvarez Menéndez, M.D. & Mateos Martín, J. 2010. Estudio forense de pelos. En: Manual de criminalística y ciencias forenses. Técnicas forenses aplicadas a la investigación criminal. Editorial Tébar, Madrid. 196-216 pp.
- Amaya, S. 2015. Cómo es la técnica para determinar si hay residuos de un disparo en la mano de una persona. Diario La Nación. Buenos Aires, Argentina, 20 de enero de 2015. <https://www.lanacion.com.ar/seguridad/alberto-nisman-pericia-polvora-arma-nid1761620>
- Arias Londoño, J.F. 2009. Análisis forense de pinturas como evidencia traza. Curso para el Diplomado en Ciencias Forenses. Universidad de Antioquia. <https://es.slideshare.net/ipforenses/qcq-forense-pinturas>
- Arrieta, E. 2018. Saboteadores usaron taladro para dañar oleoducto de Recope. Diario La República. San José, Costa Rica, 17 de setiembre de 2018. <https://www.larepublica.net/noticia/saboteadores-usaron-taladro-para-danar-oleoducto-de-recope>
- Arroyo, M.C. 2018. Ciencia aplicada a la conservación del patrimonio cultural. Libro de Resúmenes Extendidos. VII Congreso Nacional de Arqueometría. Materialidad, Arqueología y Patrimonio. Tucumán, Argentina. 276-279 pp.
- Badal, E. 2005. Nuevas aplicaciones de la Antracología o de la identificación botánica del carbón y la madera. Avances en Arqueometría 2005. Actas del VI Congreso Ibérico de Arqueometría. Girona, España. 37-44 pp.
- Blackmore, S. 1992. Scanning electron microscopy in palynology. En: Nilsson, S. & Praglowski, J. (eds). Erdtman's Handbook of Palynology. 2nd ed. Munksgaard, Copenhagen. 403-431 pp.
- Breglia, G. 2015. Palinología Forense. Curso de Capacitación en Ciencias Forenses. Cátedra de Medicina Legal, Universidad Nacional de La Plata.
- Carreras Espallardo, J.A. 2013. Actividad pericial y responsabilidad de los peritos. Revista TEMA'S Revista Digital de Criminología y Seguridad. Año II, 12: 146-185.
- Cerdá, R.J. 2009. La pericia basada en la evidencia. Un cambio basado en la reflexión y análisis científico de la labor pericial. Revista APAPBA 2: 4-7.
- Cugny, C.; Mazier, F. & Galop, D. 2010. Modern and fossil non-pollen palynomorphs from the Basque mountains (western Pyrenees, France): the use of coprophilous fungi to reconstruct pastoral activity. Vegetation History and Archaeobotany 19: 391-408.
- Dávila Villegas, M.J. 2009. Procedimientos de análisis de suelos en una investigación criminal. Revista Electrónica de la Facultad de Ingeniería, Universidad Rafael Landívar, Guatemala 14: 82-98.
- El País. 2006. La explosión de un oleoducto saqueado en Nigeria causa cientos de muertos. Diario El País. Madrid, España, 27 de diciembre de 2006. [https://elpais.com/diario/2006/12/27/internacional/1167174004\\_850215.html](https://elpais.com/diario/2006/12/27/internacional/1167174004_850215.html)
- Encyclopaedia Britannica. 2019. <https://www.britannica.com/>

- Esteban, P. 2018. Algas para revelar misterios. Entrevista a la Dra. Nora Maidana. Diario Página/12, Sección Ciencia. Buenos Aires, Argentina, 25 de abril de 2018.  
<https://www.pagina12.com.ar/110497-algas-para-revelar-misterios>
- Forensic Science. 2019. Modern Microscopy. Publicación en línea de The McCrone Group.  
<https://www.mccrone.com/category/modern-microscopy/forensic-science/>
- Franco, C.E. 2019. Usos forenses de la microscopía electrónica de barrido. Entrevista al Dr. Raúl Bolmalo. Área de Prensa, Difusión y Comunicación Institucional, IFIR, CONICET. <https://www.ifir-conicet.gov.ar/index.php/es/index.php/es/noticias-institucionales/301-usos-forenses-de-la-microscopia-electronica-de-barrido>
- Fresquet Febrer, J.L. 2014. Historia de la Medicina. Instituto de Historia de la Medicina y de la Ciencia López Piñero. Universitat de València-CSIC.
- Guía de Procedimientos del Instituto de Investigación Criminal y Ciencias Forenses – La Plata – relativa a la recepción, tratamiento, custodia, archivo, egreso y destrucción de muestras, efectos y demás elementos de prueba. 2019. Procuración General de la Suprema Corte de Justicia – Secretaría de Política Criminal, Coordinación Fiscal e Instrucción Penal – Provincia de Buenos Aires.  
<https://www.mpba.gov.ar/secretariadepoliciacriminal#guias>
- Hesse, M.; Halbritter, H.; Zetter, R.; Weber, M.; Buchner, R.; Frosch-Radivo, A. & Ulrich, S. 2009. Pollen terminology. An Illustrated handbook. Springer Wien New York. 261 pp.
- Hren, J.J.; Goldstein, J.I. & Joy, D.C. 1979. Introduction to Analytical Electron Microscopy. Plenum Press, New York.
- Jansonius, J. & McGregor, D.C. 1996. Introduction. En: Jansonius, J. & McGregor, D.C. (eds). Palynology: principles and applications. American Association of Stratigraphic Palynologists Foundation. 1: 1-10.
- Locard, E. 1935. Manual de Técnica Policial. José Montesó Editor. Barcelona.
- Maidana, N. 2018. El aporte de la Ficología a las Ciencias Forenses. 1er. Seminario de Biología Forense. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad de Buenos Aires.
- Noriega, L.H. 2013. El ADN de Locard. Genética forense y criminalística. Editorial Reus S.A. Madrid.
- Pérez Pincheira, E.; Muñoz, N.; Carrevedo, M.L.; Nuñez Otaño, N.; Peralta, M. & Ferrero, B. 2018. Diatomeas en terrazas fluviales Holocenas del Sudoeste de Entre Ríos, Argentina. XVII Simposio Argentino de Paleobotánica y Palinología. Boletín de la ALPP 18: 104-105.
- RAE. 2019. Diccionario de la Lengua Española, Real Academia Española.  
<https://dle.rae.es/?w=diccionario>
- Soria Hernando, S. 2012. Determinación de metales en residuos de disparo por espectroscopía de absorción atómica. Trabajo Final de Grado en Química. Departamento de Química, Área de Química Analítica, Universidad de Burgos. España.
- van Geel, B. 2002. Non-Pollen Palynomorphs. Developments in Paleoenvironmental Research. 99-119 pp.
- Verbic, F. 2008. La Prueba Científica en el Proceso Judicial. Ed. Rubinzal Culzoni, Santa Fe.
- Vilá, J.F. 2017. Introducción a la Microscopía Electrónica. Curso de posgrado, aprobado por Resolución No. 203/17 del Consejo Superior de la UADER. Centro de Investigaciones Científicas y Transferencia de Tecnología a la Producción – CICYTTP. Diamante, Argentina.
- Vilá, J.F. & di Pasquo, M. 2018. Ventajas del uso de un microscopio electrónico de escritorio. XVII Simposio Argentino de Paleobotánica y Palinología. Boletín de la ALPP 18: 135-136.