



T.C.
Uludağ Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü

**KISA NAMLULU SİLAH İLE ATIŞ
MESAFESİNİN AÇIK HAVA
KOŞULLARINDA ET-AAS İLE
İNCELENMESİ**

Yüksek Lisans Tezi

**KISA NAMLULU SİLAH İLE ATIŞ MESAFESİNİN AÇIK
HAVA KOŞULLARINDA ET-AAS İLE İNCELENMESİ**

Onur KAYMAK



T.C.
BURSA ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KISA NAMLULU SİLAH İLE ATIŞ MESAFESİNİN AÇIK HAVA
KOŞULLARINDA ET-AAS İLE İNCELENMESİ

Onur KAYMAK
0000-0002-2916-3909

Prof. Dr. Ali KARA
(Danışman)
0000-0003-2457-6314

YÜKSEK LİSANS
KRİMİNALİSTİK ANABİLİM DALI

BURSA – 2023
Her Hakkı Saklıdır

TEZ ONAYI

Onur KAYMAK tarafından hazırlanan “KISA NAMLULU SİLAH İLE ATIŞ MESAFESİNİN AÇIK KOŞULLARINDA ET-AAS İLE İNCELENMESİ” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Bursa Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kriminalistik Anabilim Dalı’nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Ali KARA

- Başkan** : Prof. Dr. Ali KARA İmza
0000-0003-2457-6314
Bursa Uludağ Üniversitesi,
Fen-Edebiyat Fakültesi,
Kimya Bölümü
- Üye** : Prof. Dr. Belgin İZGİ İmza
0000-0002-1074-3612
Bursa Uludağ Üniversitesi
Fen-Edebiyat Fakültesi,
Kimya Bölümü
- Üye** : Prof. Dr. Ece Ünür YILMAZ İmza
0000-0001-5807-633X
Bursa Teknik Üniversitesi
Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi
Kimya Bölümü

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Prof. Dr. Hüseyin Aksel EREN
Enstitü Müdürü
.././ 2023

B.U.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

06/02/2023

Onur KAYMAK

TEZ YAYINLANMA FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI BEYANI

Enstitü tarafından onaylanan lisansüstü tezin/raporun tamamını veya herhangi bir kısmını, basılı (kâğıt) ve elektronik formatta arşivleme ve aşağıda verilen koşullarla kullanıma açma izni Bursa Uludağ Üniversitesi'ne aittir. Bu izinle Üniversiteye verilen kullanım hakları dışındaki tüm fikri mülkiyet hakları ile tezin tamamının ya da bir bölümünün gelecekteki çalışmalarda (makale, kitap, lisans ve patent vb.) kullanım hakları tarafımıza ait olacaktır. Tezde yer alan telif hakkı bulunan ve sahiplerinden yazılı izin alınarak kullanılması zorunlu metinlerin yazılı izin alınarak kullandığımı ve istenildiğinde suretlerini Üniversiteye teslim etmeyi taahhüt ederiz.

Yükseköğretim Kurulu tarafından yayınlanan “**Lisansüstü Tezlerin Elektronik Ortamda Toplanması, Düzenlenmesi ve Erişime Açılmasına İlişkin Yönerge**” kapsamında, yönerge tarafından belirtilen kısıtlamalar olmadığı takdirde tezin YÖK Ulusal Tez Merkezi / B.U.Ü. Kütüphanesi Açık Erişim Sistemi ve üye olunan diğer veri tabanlarının (Proquest veri tabanı gibi) erişimine açılması uygundur.

Prof. Dr. Ali KARA
06/02/2023

Onur KAYMAK
06/02/2023

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

KISA NAMLULU SİLAH İLE ATIŞ MESAFESİNİN AÇIK HAVA KOŞULLARINDA ET-AAS İLE İNCELENMESİ

Onur KAYMAK

Bursa Uludağ Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kriminalistik Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ali KARA

Atış artıklarında ateşli silahlar tercih edildiğinde farklı yüzeylerde mermi çekirdeği giriş deliği görülmektedir. Atış yapılan alanlardaki atış artıkları ile bahse konu olayda kullanılan ateşli silah çapı, çeşidi ve atış mesafesi tespit edilirse olayın oluş şekli ve aydınlatılması için büyük önem taşımaktadır. Atış artıkları analizi, intihar, kaza, cinayet, ateşli silahla yaralama ve öldürme, meskûn mahalde ateş eden faillerinin bulunmasında kullanılan önemli bir metottür. Atış artıkları analizlerinde; Baryum (Ba), Antimon(Sb) ve Kurşun (Pb) elementleri üzerinde çalışma yapılmaktadır. Özellikle Antimon (Sb), doğal yollarla elimize bulaşması zor, kullanım alanının kısıtlı, maliyetinin düşük ve atış artıklarındaki belirleyici özelliğinden dolayı daha çok tercih edilmektedir. Atış mesafesi tayini ise elbise, giysi ve farklı yüzeylerdeki kurşun giriş deliğinin şekli, kalan ateşli silah artıklarının çokluğu ve yüzey üzerinde dağılışı şekli veya yokluğu bize atış mesafesi tayininde yardımcı olur. Bu sebeplerle, atış artığı ve atış mesafesi inceleme teknikleri, olayların oluş şeklini açıklamakta olan önemli bir yöntemdir.

Bu çalışmamızda Canik marka TP9 SFX model yarı otomatik kısa namlulu silah ile 9x19mm parabellum fişek açık hava şartlarında (poligonda) benzer türdeki bez kumaşlar üzerine farklı mesafelerden (5m, 10m, 15m, 20m, 25m, 30m) atışlar yapılmıştır. Kumaş yüzeydeki oluşan mermi delikleri etrafında bulunan atış artıklarının dağılım yüzeyi sodyum rodizonat renklendirme yöntemiyle analizlenerek atış mesafesini tespit edilmeye çalışılmıştır. Kumaş yüzeyinde bulunan delik çevresinin 10cm çapındaki bölgesinden flaster kullanılarak svap alınmış olup Atomik Absorpsiyon Spektrometresi (AAS) cihazında analize tabi tutulmak suretiyle Antimon (Sb) kalıntılarının mesafelere bağlı incelemeleri yapılmıştır.

Atış artıkları analizleri için Antimon (Sb) ppb değerleri, Atış mesafesi analizleri için Sodyum Rodizonat Reaktif kullanılarak Baryum (Ba) ve Kurşun (Pb) renk testleri sonuçları ayrı ayrı kendi içlerinde karşılaştırılarak yöntem verimlilikleri hesaplanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Antimon, kurşun, baryum, aas, sodyum rodizonat, atış mesafesi, atış artıkları.

2023, xiv + 85 sayfa.

ABSTRACT

MSc Thesis

INVESTIGATION OF SHOT DISTANCE WITH A SHORT BARREL WEAPON WITH ET-AAS IN OPEN AIR CONDITIONS

Onur KAYMAK

Bursa Uludağ University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Criminalistics

Supervisor: Prof. Dr. Ali KARA

When firearms are used, bullet entry holes are seen on many different surfaces. If the diameter, type and firing distance of the firearm used in the incident are determined with the findings of the gunshot residue on the surfaces, it is of great importance for the occurrence and illumination of the incident. Shot residue analysis is an important method used to find perpetrators of suicide, accident, murder, wounding and killing with a firearm, and shooting in residential areas. In the analysis of shot residues; Studies are carried out on the elements Barium (Ba), Antimony (Sb) and Lead (Pb). Especially Antimony (Sb) is preferred more because it is difficult to get on our hands by natural means, its usage area is limited, its cost is low and it has a determining feature in shot residues. On the other hand, the shape of the bullet entry hole on clothes, clothing and different surfaces, the abundance of remaining firearm residues and the way or absence of distribution on the surface help us in determining the shooting distance. For these reasons, shot residue and shot distance analysis techniques are an important method in explaining the way events occur.

In this study, shots were fired from different distances (5m, 10m, 15m, 20m, 25m, 30m) with the Canik brand TP9 SFX model semi-automatic short-barreled gun and 9x19mm parabellum cartridges on the same fabric cloth in open air conditions (in the shooting range). The distribution diameter of the shot residues around the bullet hole on the fabric surface was determined by the sodium rhizonate coloring method and tried to determine the shooting distance. Antimony (Sb) amounts were examined according to distance by taking swab with a plaster from the area with a diameter of 10 cm around the hole on the fabric surface, and examining it in the Atomic Absorption Spectrometer (AAS) device.

Antimony (Sb) ppb values for shot residue analysis, and Barium (Ba) and Lead (Pb) color tests results were calculated separately by using Sodium Rhodizonate Reagent for shot distance analysis, and method efficiencies were calculated.

Key words: Antimony, lead, barium, aas, sodium rhodizonate, shot distance, shot residues.

2023, xiv + 85 pages.

TEŞEKKÜR

Yüksek Lisans çalışmalarım esnasında vermiş olduğu destek ve sağladığı imkanlar için, geçmiş dönem Bursa Bölge Kriminal Laboratuvarı Müdürlerimiz Sayın Recep GÜNDÜZ ve Sayın Ebru KOÇ'a,

Çalışmalarında bilgi, tecrübesi ve yardımları için değerli hocam, danışmanım Sayın Prof. Dr. Ali KARA'ya ve bölümümün diğer bütün öğretim üyelerine,

Tez çalışmam sırasında yardımlarını ve desteklerini esirgemeyen Bursa Bölge Kriminal Laboratuvarı Kimyasal İnceleme Şube Müdürlüğü personeline,

Hayatımın her anında yanımda olan, beni her zaman destekleyen ve bu süre zarfında bana hep anlayışlı davranan sevgili eşim Büşra KAYMAK'a ve nefesini her an kalbimde hissettiğim oğlum Asil Uras KAYMAK' a en içten duygularıyla teşekkür ederim.

Onur KAYMAK
06/02/2023

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	vii
ABSTRACT	viii
TEŞEKKÜR	ix
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	xiii
ŞEKİLLER DİZİNİ	xivv
ÇİZELGELER DİZİNİ	xvii
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ARAŞTIRMASI.....	3
2.1. Silahlar	3
2.2.Silahların Sınıflandırılması.....	3
2.3. Fişekler... ..	5
2.3.1. Tabanca Fişekleri	5
2.3.2. Av Tüfeği Fişekleri	8
2.4.Atış Artıkları.....	9
2.4.1. Atış Artıklarının İncelenmesi.....	10
2.4.2.Atış Artıkları Silah İlişkisi.....	12
2.4.3. Atış Artıklarının Bulaşma Mesafesi	13
2.4.4. Neden Antimon?	13
2.5. Atış Artıklarının Toplanılma Yöntemleri.....	14
2.6. Atış Artıkları Analiz Yöntemleri	17
2.7. Atış Mesafesi Tespiti.....	23
2.7.1. Atış Mesafesi Çeşitleri	24
2.7.2. Atış Mesafesini Etkileyen Faktörler.....	25
2.7.3. Atış Mesafesinde Giysi İncelenmesi	27
2.7.4. Atış Mesafesi Tespit Yöntemleri	28
2.7.5. Atış Mesafesinin Belirlenmesinde Kimyasal Yöntemler	28
3. MATERYAL ve YÖNTEM	31
3.1.Materyal.....	31
3.1.1.Analizlerde Kullanılan Aletler, Gereçler ve Sarf Malzemeler	31
3.1.2.Çalışmada Kullanılan Kimyasallar ve Çözeltiler.....	34
3.1.3.Silah.....	36
3.1.4. Fişek.....	37
3.1.5. Hedef Materyal	38
3.1.6. Atış Yapılan Alan ve Hava Durumu	38
3.2.Yöntem.....	38
3.2.1.Atomik Absorbsiyon Spektroskopisi.....	38
3.2.2.Atomik Absorbsiyon Spektrometresi Temel Prensibleri.....	39
4. BULGULAR	61
4.1. Sodyum Rodizonat Reaktifi Kullanılarak Atış Mesfesinin Belirlenmesi	61
4.2. Atış Artıklarının AAS Cihazı ile Analizi	61
4.3. Metot Bilgileri.....	62
4.4. Kalibrasyon Grafiğininin Oluşturulması ve LOD-LOQ Değerlerinin Hesaplanması	63

5. TARTIŞMA ve SONUÇ	77
KAYNAKLAR.....	81
ÖZGEÇMİŞ	85

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler	Açıklama
Al	Alüminyum
Ba	Baryum
Cr	Krom
Cu	Bakır
DNT	Dinitrotoluen
DPA	Diphenylamin
HNO ₃	Nitrik Asit
H ₃ BO ₃	Borik Asit
IPA	İzopropil Alkol
KNO ₃	Potasyum Nitrat
mg	Miligram
ml	Mililitre
NC	Nitro Selüloz
NG	Nitrogliserin
nm	Nanometre
°C	Santigrat Derece
PA	Pikrik Asit
Pb	Kurşun
ppb	Mikrogram/Litre
PVA	Polivinil alkol
R	Korelasyon katsayısı
Sb	Antimon
Sn	Kalay
Ti	Titanyum
TNT	Trinitrotoluen
μ	Mikron
σ	Standart Sapma
NaRH	Sodyum Rodizonat

Kısaltmalar	Açıklama
A	Absorbans
AAS	Atomik Absorpsiyon Spektrofotometre
ASAA	Ateşli Silah Atış Artıkları
EDXRF	X-ışını Floresan Spektrometresi
ET-AAS	Elektrotermal Atomik Absorpsiyon Spektrometresi
FAAS	Alevli Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi
GC	Gaz kromatografisi (Gas chromatography)
GSR	Atış artıkları
HPLC	Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi
MS	Kütle Spektrometresi
NAA	Nötron Aktivasyon Analizi
N.B.C.	Nükleer, Biyolojik, Kimyasal

OKL	Oyuk Katot Lambası
%RSD	Bağıl Standart Sapma
LOD	Tayin sınırı
LOQ	Tayin miktarı
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
ss	Standart Sapma
MKE	Makine ve Kimya Endüstrisi

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1. Bir fişeğin yapısı	5
Şekil 2.2. Ateş edilen A) Mermi Çekirdeği ve B) Yiv- Set Çekirdek Üzerinde Bıraktığı İz	6
Şekil 2.3. Çevresel (kenar) vuruşlu mermi ve Merkezi vuruşlu mermi	8
Şekil 2.4. Av tüfeği fişeğin bölümleri A) İri kurşunlu B) Sayısız kurşunlu	9
Şekil 2.5. Ateş edildikten sonra açığa çıkan atış artıkları	10
Şekil 2.6. Atış Artıklarının Toplandığı Yüzeyler A) El B) Saç C) Yüz D) Burun E) Giysi	12
Şekil 2.7. Svap alma işlemi	15
Şekil 2.8. Flaster bant	16
Şekil 2.9. Atomik absorpsiyon spektrometresi	19
Şekil 2.10. SEM/EDS cihazının başlıca kısımları	20
Şekil 2.11. SEM/EDS cihazının taslak şekli	21
Şekil 2.12. Elektron demeti ile numune etkileşimi	23
Şekil 3.1. ET-AAS Cihazı	31
Şekil 3.2. Svap alma seti	33
Şekil 3.3. Hidrolik pres makinası.....	34
Şekil 3.4. Canik marka TP9 SFX model yarı otomatik silah	36
Şekil 3.5. MKE 9x19 mm parabellum fişek.....	37
Şekil 3.6. Atomik absorpsiyon spektrometresinin genel şeması	41
Şekil 3.7. Oyuk katot lambası A) Yan kesiti B) Orjinal hali.....	42
Şekil 3.8. Elektrotsuz boşalım lambaları A) Yan kesiti B) Orjinal hali.....	44
Şekil 3.9. Ksenon ark lamba	46
Şekil 3.10. AAS'de atomlaştırma sırasında oluşan süreçler	47
Şekil 3.11. Alevli AAS cihazının akış şeması ve çalışma prensibi	48
Şekil 3.12. Grafit Tüp A) Orijinal hali B) Yan kesiti	50
Şekil 3.13. Zeeman etkisini kullanan bir Elektrotermal Atomik Absorpsiyon Cihazı.....	59
Şekil 4.1. Kalibrasyon Grafiği	64
Şekil 4.2. 5 m mesafeden atılan 1. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	66
Şekil 4.3. 5 m mesafeden atılan 2. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	67
Şekil 4.4. 5 m mesafeden atılan 3. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	67
Şekil 4.5. 10 m mesafeden atılan 1. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	68
Şekil 4.6. 10 m mesafeden atılan 2. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	68
Şekil 4.7. 10 m mesafeden atılan 3. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	69
Şekil 4.8. 15 m mesafeden atılan 1. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	69
Şekil 4.9. 15 m mesafeden atılan 2. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	70

Şekil 4.10.	15 m mesafeden atılan 3. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	70
Şekil 4.11.	20 m mesafeden atılan 1. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	71
Şekil 4.12.	20 m mesafeden atılan 2. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	71
Şekil 4.13.	20 m mesafeden atılan 3. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	72
Şekil 4.14.	25 m mesafeden atılan 1. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	72
Şekil 4.15.	25 m mesafeden atılan 2. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	73
Şekil 4.16.	25 m mesafeden atılan 3. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	73
Şekil 4.17.	30 m mesafeden atılan 1. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	74
Şekil 4.18.	30 m mesafeden atılan 2. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	74
Şekil 4.19.	30 m mesafeden atılan 3. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu	75

ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa
Çizelge 3.1. Canik marka TP9 SFX tabancanın teknik özellikleri	36
Çizelge 3.2. 9x19 mm çapında fişğin teknik özellikleri.....	37
Çizelge 3.3. AAS'de kullanılan bir takım yakıcı ve yanıcı gaz çeşitleri ve bunların oluşturduğu alevlerin en yüksek sıcaklıkları	49
Çizelge 4.1. Antimon elementinin analizinde kullanılan metot parametreleri.	62
Çizelge 4.2. Antimon elementinin analizinde kullanılan metot parametreleri.	63
Çizelge 4.3. Derişime karşılık gelen Absorbans değeri	64
Çizelge 4.4. Belirtilen veriler kullanılarak aşağıdaki denklemlere göre standart sapma belirlenmiştir.....	65
Çizelge 4.5. Atış mesafesine karşılık gelen renklendirme sonuçları	75
Çizelge 4.6. 5,10,15,20,25,30 metreden 1 adet fişek kullanılarak ve 3 kez yapılan atışlar sonucu oluşan ortalama derişim ve standart sapma	76

1. GİRİŞ

Tüm silahların geçmişi insanlık yaşam sürecinin başına dayanmaktadır. Tarih süresince insanlar ulusların gelişimine bağlı olarak aynı oranda silahların da değişimine katkı sağlamıştır. (Üner ve Çakır, 2007).

İlk zamanlarda kendini müdafaa amacıyla sopa, taş, ok, mızrak, kılıç vb. kullanmaya başlayan insanoğlu barutun bulunmasıyla aynı zamanda ateşli silahlara evrilmişlerdir. Gelişen süreç içerisinde ileri teknoloji sayesinde silah çeşitleri artmış, bununla beraber silah aitliği arzusu genel olarak artmıştır. Şu an ki dönemde silah kullanımı o kadar artmıştır ki ateşli silah yaralanmaları “epidemi”, “bir hastalık” ve “önlenebilir bir halk sağlığı sorunu” olarak adledilmektedir (Özcebe, 1996).

Atış artıklarındaki eser elementlerin analizi, intihar, ateşli silahla öldürme ve yaralama, meskûn mahalde ateş eden failin belirlenmesinde, delillerden sanığa ulaşmayı sağlayan önemli bir araçtır. Fişegin infilak etmesiyle oluşan toz bulutundaki metal parçacıkları, yanan ve yanmayan barut kalıntıları, kovan atma boşluğuna en yakın bölgelerde dışa vurulmaktadır. Söz konusu elementler “Atış Artıkları (GSR)” şeklinde adlandırılmaktadır (Akbaş, 1994). Bahse konu atış artıkları yüksek miktarda kurşun, baryum ve antimon maddeleri yanı sıra bakır, demir, klor, alüminyum, nikel, fosfor, potasyum, kalsiyum, magnezyum, kükürt, çinko gibi elementlere de yoğunlukla denk gelmektedir. Özellikle Antimon, kullanım alanlarının sınırlı oluşu, maliyetinin az olması ve atış artıklarında belirleyici özelliği sebebiyle sıkça tercih edilebilmektedir (Newton, 1981).

Son dönemlerde AAS cihazı ile analiz yapan adli laboratuvarlarca tercih edilen numune alma yöntemi “bantla çekme” (tape-lifting)’dir. Bu yöntem ile atışı gerçekleştiren şüphelinin ellerinden, tek taraflı kullanılarak flaster bantlar ile (bantla çekme) atış artıkları bir araya getirilmektedir. Numune olarak alınan bantlar uzman tarafından derişimi hazırlanan ilgili asit çözeltisine muamele edildikten sonra var olduğu tahmin edilen elementler daha sonra çözelti ortamına geçirilerek ET-AAS ile incelemelere başlanır. Atış artıkları bulguları, seyreltik asitle ıslatılmış pamuklu çubuklarla sıyırma

metoduyla ya da ellerin seyreltik asit içerisine yıkanmasıyla da toplanması yapılabilmektedir (Ramolo ve Margot 2001). Ateş edildiğinde namlu ucunda olduğu varsayılan toz bulutunun çıkması ile merminin isabet ettiği hedef arasındaki uzaklık “Atış Mesafesi” olarak tanımlanır. Olay sonrasında ateşli silah ile oluşan yaralanmalarda atışın hangi uzaklıktan yapıldığının tespit edilmesi büyük önem adleder (Di Maio, 1999).

Atış mesafesi, giriş deliği etrafındaki cilt üzerinde veya yara oluşumunda kıyafet üzerinde ateşli silahın namlusundan çıkan parçaların bulunmasıyla veya cilt ve doku yüzeylerindeki dağılımına göre tespit edilir.

Çalışmamızda atış yapılan silah, Canik marka TP9 SFX model yarı otomatik tabanadır. Bu çalışmada kullanılan mermi MKE 9X19 mm Parabellum tipi tabanca mermisidir. 36 adet fişek kullanılarak atışlar yapılmıştır.

Bu tez çalışması ise iki bölümden oluşmaktadır. Birinci bölümde 5,10,15,20,25,30 metre mesafeden 1 adet fişek kullanılarak ve 3 kez tekrar eden atışlar sonuncunda yapılmıştır. Hedef materyalde(kumaş) oluşan delik üzerinde ve etrafındaki atış artıklarının dağılım yoğunluğuna göre sodyum rodizonat reaktifi kullanılarak renklendirme yöntemi (kurşun ve baryum için) ile mesafe tayini yapılmıştır. İkinci bölümde ise; hedef materyalde(kumaş) oluşan delik üzerinde ve etrafındaki atış artıkları flaster bant ile transfer edildikten sonra AAS cihazı ile kullanılarak antimon elementinin nicel analizleri yapılmıştır. Tespit edilen antimon miktarları ile değişen atış mesafesi uzunlukları arasında değerlendirmeler yapılmıştır.

Atış artıkları ve atış mesafesi analizlerin sonuçları ayrı ayrı kendi içlerinde karşılaştırılarak yöntem verimlilikleri hesaplanmıştır.

2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1. Silahlar

Silah; saldırmak ya da savunmak maksadıyla tercih edilen materyal şeklinde adlandırılabilir. “6136 Sayılı Ateşli Silahlar Ve Bıçaklar İle Diğer Aletler Hakkındaki Kanun ”da ise “canlıları yaralayan öldürebilen, etkisiz hale getiren, canlı organizmayı hasta edip, cansızları parçalayan ya da yok eden ruhsata tabi olan alet ve araçların tümü” şeklinde tanımlanmaktadır. Silahlar ateşli, ateşsiz ve N.B.C. (biyolojik, nükleer, kimyasal) olarak da sınıflandırılabilirler (Kaya, 1992).

2.2.Silahların Sınıflandırılması

Silahın pek çok alanda farklı sınıflandırılması yapılabilmektedir. Çalışmamız süresince genelde bilinen ve günümüzde tercih edilen silah çeşitlerini sınıflandıracaktır. Buna göre silahlar; Ateşli silahlar, Ateşsiz silahlar, Kimyasal silahlar, Biyolojik silahlar ve Nükleer silahlar şeklinde sınıflandırabiliriz.

Ateşli silahlar; ağır ateşli silahlar ve hafif ateşli silahlar olmak üzere iki gruba ayrılırlar. Adli olaylarda daha çok karşılaşılanlar hafif ateşli silahlardır.

Ağır ateşli silahlar; bu silahlar ordu içerisinde bulunurlar. Birden çok kişi tarafından ve çeşitli araçların desteği ile ağır ve tahrip gücü yüksek olan uzun menzilli silahlardır. Örneğin; uçaksavar, top, tank, roket ve buna benzer silahlar.

Hafif ateşli silahlar; silahların namlu uzunluklarına göre kısa namlulu ve uzun namlulu olmak üzere sınıflandırılırlar.

Kısa namlulu ateşli silahlar; tek atışlı, toplu, otomatik ve makineli türleri bulunmaktadır.

Tek atışlı silahlar: Bu silahlar atışa başlanmadan ağız bölümünden doldurulup ya da tek fişek atacak şekilde üretilen eski tip tabancalardır (Özdemir ve diğerleri, 2005).

Toplu silahlar: Bu tipler ise top bölümünün yan tarafa açılanı, top bölümünden dolanı ve namlunun üst bölümünden kırılanı gibi farklı türleri olun tabancalardır. Top bölümü silindir şekilli kısımda 5, 6, 7 ya da daha fazla mermi kapasitesi olan yuvalar bulunabilmektedir (Özdemir ve diğerleri, 2005). Bu özelliklerdeki silahların tek ve çift hareketli olanları da bulunabilmektedir. Tek hareketli türlerde ateşi gerçekleştirmeden önce horoz elle geri de kurulmalıdır. Oluşan bu hareketlenmeyle top bölümünün dolaşarak merminin namluyla tek rotaya getirmesini hazırlamaktadır. Çift hareketli silahlarda ise sadece tetik kullanıldığında horoz doğrudan kurularak, silindir dönmekte ve horozun düşmesiyle ateşleme işlemi gerçekleşmiş olmaktadır (Soysal ve diğerleri, 1999). Smith-Wesson, Nagant gibi modelleri bulunmaktadır.

Otomatik silahlar: Tam ve yarı otomatik türleri mevcuttur. Yarı otomatikte tetiğe her basıldığında bir mermi atarken, tam otomatik çeşidinde tetik basılı olduğu sürece şarjördeki mermiler bitene kadar atış yapılmaktadır. Ceska, Walter, Browning, Kırıkkale, Parabellum gibi modeli mevcuttur.

Makineli silahlar: Atışları yarı otomatik ve tam otomatik şekilde yapabilen, şarjörlerinin kapasitesi başka tabancalara göre daha fazla olan tabancalardır (Özdemir ve diğerleri, 2005).

Uzun namlulu ateşli silahlar ise savaş ve av silahları olarak iki sınıfta incelenir.

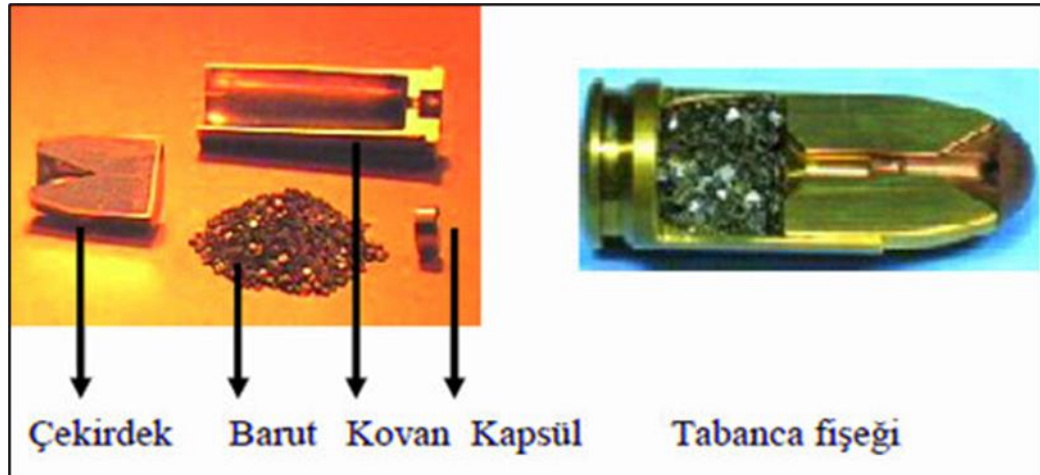
Harp (savaş) silahları: Bu tür tüfeklerin namlularında yiv ve setleri mevcut, güçleri yüksek seviyede bulunan, erimleri 2 km olan silahlardır. Hava direncini kırmak amacıyla sivri uçlu ve konik şekilde mermileri bulunmaktadır. Söz konusu silahlarla ilgili olarak, 75-85 cm aralığında değişiklik gösterebilen namlu uzunluklarına sahiptirler.

Av silahları: Av tüfeklerinin ekseriyetle birbirine bitişik olarak iki namlusu bulunmaktadır. Çok az bir bölümlerde tek namlu yer almaktadır. İlk başlarda ağız kısmından doldurmalı av tüfekleri kullanılıyorken ilerleyen süreçte kuyruk kısmından

doldurulma av tüfekleri üretilmeye başlanmıştır. Güncel olarak ise daha çağdaş ve mermi kabiliyetleri yüksek olan değişik türlerde av tüfeklerin yapımı artırılmıştır (Özdemir diğerleri, 2005).

2.3. Fişekler

Ateşli silahlarda bulunan, canlı ya da cansız hedeflerde tahribata neden olan, barut (itici madde), çekirdek, kovan ve kapsülden kısımlarından oluşan akşamlara genel tabirle “fişek” denir. Fişek kullanımına ait ateşli silahtan atıldığında beklenen mesafede, seçilen avı öldürmek ya da en az zararla yaralamak için gereken enerjiyle merminin hedefe ulaşması için tasarlanmıştır. Silahın çeşidine, çapına uygun farklı çap, tür ve sistemlerde mermilerin üretimi artmaktadır. Tabanca ve tüfeklerde kullanılan fişekler hafif silah fişekleridir (Sarıbey, 2008).



Şekil 2.1. Bir fişegin yapısı

2.3.1. Tabanca Fişekleri

Tabanca fişekleri; mermi çekirdeği, barut, kovan ve kapsül kısımlarından oluşur.

Mermi çekirdeği: Silahın ateş edilmesiyle beraber kovan bölümünden çıkarak, namludan ayrıldıktan sonra hedefte tahribata yol açan, hedefe atış artıklarının taşınmasında etkili olan, genelde kurşun içerikli bir parçadır.

Çekirdek türleri gömlekli ve gömleksiz olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Sadece kurşundan (Pb) oluşan “gömleksiz çekirdekler” namluyu çabuk kirlettiği için daha az tercih edilmektedir. Bunun yerine kurşun kütleinin dışının daha sert yapıdaki Bakır/Çinko, Bakır/Nikel veya Bakır içeren çelik alaşımları ile kaplanması ile üretilen gömlekli çekirdekler daha çok kullanılmaktadır (Özdemir ve diğerleri, 2005).



A

B

Şekil 2.2. Ateş edilen A) Mermi Çekirdeği ve B) Yiv- Set Çekirdek Üzerinde Bıraktığı İz

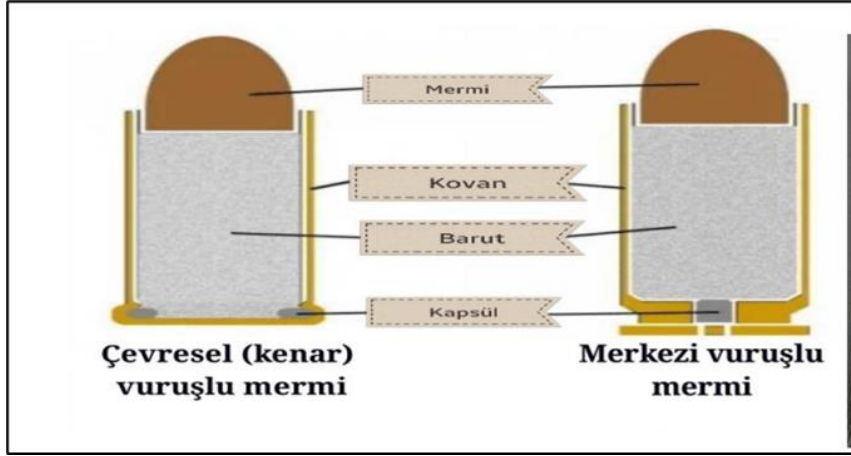
Barut: Kovanın içindeki çekirdek ile kapsül arasında bulunmaktadır. Barut, alev alarak mermi çekirdeğinin silaha ait namlu içinde itilenmesini, otomatik silahlarda ise ilave olarak silahların çalışmasına olanak sağlayacak olan basınca sebep olan, kovan içerisine konulmuş patlayıcı maddelerdir. Çok kısa sürede hızlıca yanarak mümkün olan en yüksek basınca sahip bir gaza dönüşür (Sarıbey, 2008).

Kara barut ve dumansız barut olmak üzere iki farklı türü bulunmaktadır. Kara barut, 3/4 ü potasyum nitrattan %15'i kömür ve geri kalanı kükürttten oluşmaktadır (Schubert, 2002:49). Günümüzde kara barut fazlaca seçilmemekte olup genellikle avcılıkta ve elle doldurulan fişeklerde kullanılmaktadır.

Dumansız barut, kara barutun icadından sonra mermi büyüklüklerinin artması ile barut içeriği geliştirilmiştir. Savaş ve çatışmalarda mühimmat gereksinimi artmasıyla daha çok tahribat etkisi oluşturmak için büyük kalibreli mermiler kullanılmıştır. Dumansız barutun kullanılmasıyla büyük kalibreli mermilerde de ateşleme veriminin artmasının yanı sıra ateşleme anında is ve iz oluşumu azalmıştır. (Berger ve diğerleri, 2019:218). İçeriği bakımından tek ve çift bazlı olarak sınıflandırılmaktadırlar. Tek bazlı olanlar olarak adlandırılanların ana bileşeni nitroselüloz, çift bazlı olarak adlandırılanların bileşenleri ise nitrogliserin ve nitroselülozdur (Di Maio, 1985).

Kapsül: Ateşli silahın tetiğine basıldığında silahta bulunan ateşleme iğnesinin ilk şiddet uyguladığı noktadır. İçerisinde başlatıcılar adı verilen kimyasal karışımlar mevcuttur.

Ateşli silah tetiği elle çekildiğinde tetik kapsüle vurarak darbe açısından hassas olan maddelerin alevlenmesine sebep olur. Alev kanalından oluşan ve baruta sıçrayan ilk kıvılcım barutun ateşleyerek ve ateşlenme sonucunda yüksek basınç mevcut mermi çekirdeğinin fişekten koparak ayrılmasını ve namluda serbest hareketlenmesini oluşturur. Şu an ki dönem de fişekler kenar vuruşlu ve merkezi vuruşlu olmak üzere iki farklı şekilde üretilmektedir. Kenar vuruşlu olanlarda başlatıcı malzemeler fişek kenarında oluşturulmuş oyuk içerisine konurlar ve ateşleme iğnesinin oyuğa vurması ile meydana gelen kıvılcımlar, fişekte bulunan barutun yanmasına neden olur ve meydana gelen basınç sayesinde mermi çekirdeğinin hareket etmesi sağlanır. Çoğunlukla 22 kalibre mermilerin üretimi bu şekilde olmaktadır. Fakat, merkez vuruşlu mermiler çoğunlukla tercih edilmektedir. Merkez vuruşlu fişek türlerinde ise başlatıcı maddeler kovan yapısındaki kapsül cebinde yığılıdır. Ateşleme iğnesi bu kısma darbe uygulayarak başlatıcıları hareketlendirir ve bu hareketlilik barutun yanmasına neden olarak başlayan işlemin zincirleme olarak devamına olanak sağlar. (Leidenheim, 1996).

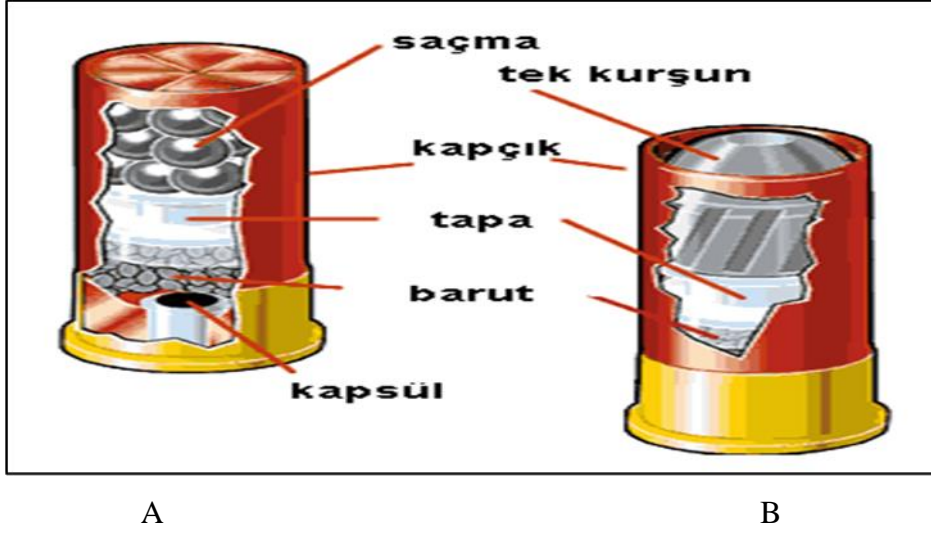


Şekil 2.3. Çevresel (kenar) vuruşlu mermi ve Merkezi vuruşlu mermi

Kovan: Barut, kapsül ve mermi çekirdeğini yapısında barındıran ve silahın ateşlenmesiyle mekanizmanın dışarıya attığı bölüme kovan adı verilir. Çoğunlukla çinko ve bakır alaşımı olan pirinç, alüminyum ya da çelik gibi metallere üretilir (Sarıbey, 2008).

2.3.2. Av Tüfeği Fişekleri

Çoğunlukla yivsiz av tüfeklerinde beğenilen fişekler yapısal olarak barut ve kapsülden oluşurken, tabanca fişeklerinde bulunan çekirdek olarak bütün halinde iri bir kurşun bilye ya da küçük kalibreli sayısız kurşun bilye yer almaktadır (Tekin, 2021).



Şekil 2.4. Av tüfeği fişeğın bölümleri A) İri kurşunlu B) Sayısız kurşunlu

2.4. Atış Artıkları

Silah tetiğine basıldığında, fişek kapsülüne serbest kalan ateşleme iğnesi kapsül içindeki patlayıcı elementleri patlatır. Ortaya çıkan alev aracılığıyla fişek kovanındaki barut ateşlenmektedir. Hızlıca yanan barut, kovan içinde gaz basıncı ve yüksek ısı oluşturur. Oluşan basınç yardımıyla mermi çekirdeği fırlatarak namludan, boş kovan ise kovan çıkış deliğinden dışarıya atılır. Ateşli silahlarda kullanılan fişeklerin kapsülünde; antimon sülfür, kurşun stefinat ve baryum nitrat bileşenlerinden oluşan dolgu maddesi bulunmaktadır. Fişeğın, bir ateşli silah kullanılarak patlatılması sırasında meydana gelen toz bulutunda, kullanılmış olan fişek kapsülü içindeki patlayıcı maddenin artıkları, kovan, mermi ve kapsül çekirdeğine ait olan metal parçacıklarla yanan ve yanmayan barut artığı kovanın çıkış deliğine yakın bölgede adsorbe olur. Bu maddeler, atış artığı olarak tanımlanır (Akbas, 1994).

Meydana gelen gaz basıncı ve oluşan maksimum sıcaklık tesiri ile Pb (kurşun), Sb (antimon), Ba (baryum) maddeleri ve oksitleri veya bu maddelerin ve oksitlerinin karışımıyla bir araya gelen, 60 mikron çapa kadar varan, çoğunlukla yuvarlak şeklinde, doku ile kimyasal etkileşmeye uğramayan, parçacık yapısında ayrıcalıklı biçimsel sistemler meydana gelir. Bu biçimsel sistemin literatürde karakteristik özelliklerinden dolayı sadece atış artıkları elementlerine ait olduğu belirtilmektedir (Romolo ve Margot, 2001).

Atış artıkları analizleri, inceleme konumuz olan atış mesafesinin, silahtan ayrılan mermi çekirdeğinin meydana getirdiği giriş-çıkış deliklerinin ve şüpheli şahsın bahse konu silahı ateşleyip ateşlemediğinin tespit edilmesinde kullanılır (Meng ve Caddy, 1997). Boş alanda silahın ateşlenmesi, yaralama olayı, cinayet ve kendini öldürme girişimi benzeri durumlarda, vukuata dahil olan ya da ateş ettiği varsayılan şüpheli şahısların kıyafetleri üzerinde var olduğu sayılan ve şüphelilerden kısa süre içerisinde transfer edilen el ve yüz bölgelerine ait svaplar üzerinde bulunan atış artıklarının tespit edilmesi bu ve benzeri vakıaların çözüme kavuşmasında hayati deliller olarak benimsenmektedir (Sarıbey ve Tarımcı, 2006). Bu sebeple ateşli silahlarla işlenmiş suç olaylarında atış artıkları karakteristik özelliklerinden dolayı, işlenen suçların ortaya çıkarılmasında son derece önemlidir.



Şekil 2.5. Ateş edildikten sonra açığa çıkan atış artıkları

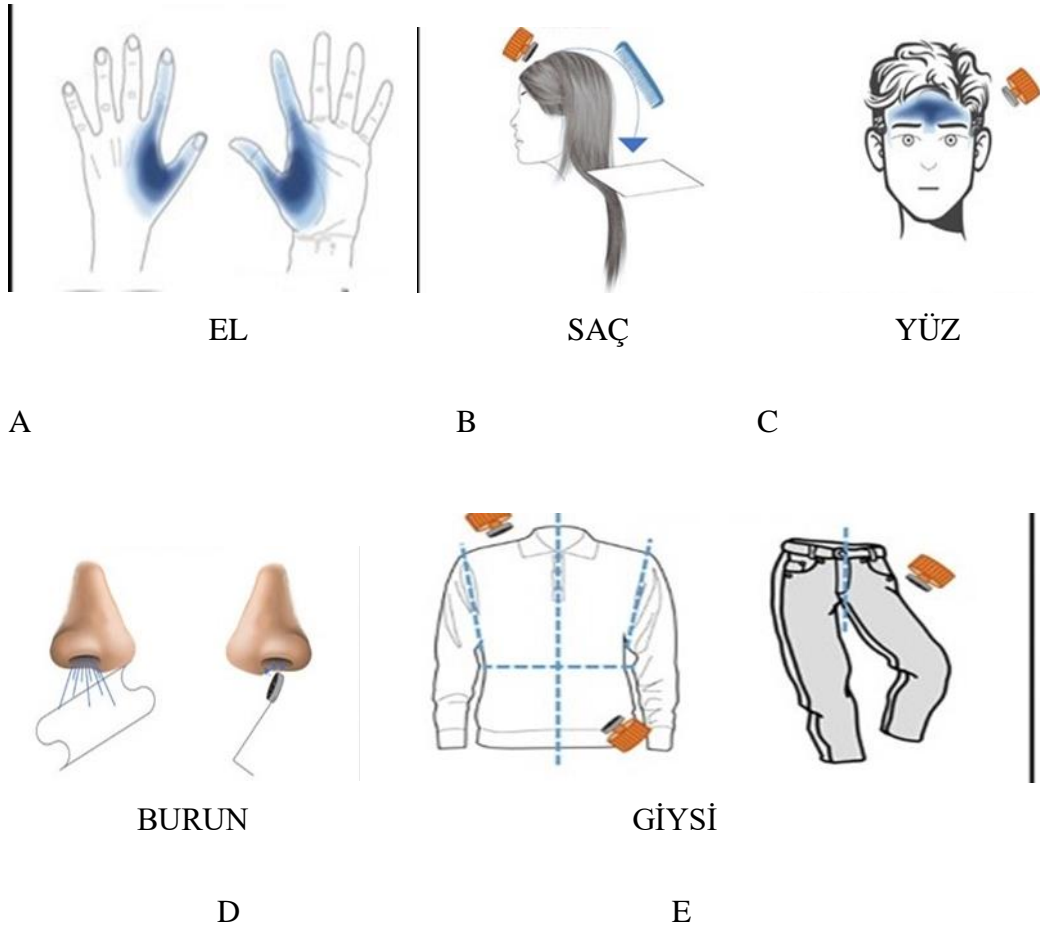
2.4.1. Atış Artıklarının İncelenmesi

Ateşli bir silahla meydana gelen suç oluştuğunda en çok akla gelen soru "silahı kimin ateşlediği" ve ya intihar olayında "Gerçekten kurbanın kendisi mi silahı ateşledi?"ğidir. Bu sorulara ancak ve sadece olay yerinde bulunan delilleri düzgün ve disiplinli bir yöntemle toplamak ve elde edilen numuneleri doğru analizlemek usulü ile bulunabilir.

Bundan dolayı atış artıklarının (GSR) ne biçimde muhafaza edildiği, hangi yöntemle toplandığı, sürekliliği ve uygulama metotlarını doğru biçimde olması önemlidir (Edson ve diğerleri, 2003).

Ateşli silahlarda atış artıkları, silahın ateşlenmesinden sonra atım yatağının çevresinde oluşan düzeneğe ait deliklerden ve kullanılan silahların namlusundan çıkan gazlarla beraber atışı gerçekleştiren sanığın saçlarına, ellerine ve giydiği kıyafetlere sirayet eder. Şüpheli şahısların ellerinden toplanan svaplar ile kıyafetlerinden alınan atış artığı delilleri analiz yapılarak hangi şahsın ateş ettiği tespit edilebilir. (Andrasko ve Peterson, 1991).

Silahı ateşleyen elin tespit etmek için yapılan incelemelerde; ateş eden kişinin elinden yapışkan bant, pamuk, özel svap alma kiti vb. materyaller yardımıyla toplanan örnekler çeşitli metotlar uygulanarak araştırılmıştır. Bununla ilgili yapılan araştırmalar 1930' lu yıllarda yapılan dermal nitrat ya da parafin testidir. Silahı ateşleyen elin belirlenmesi amacıyla tercih edilen metotta atış artıkları bulguları el üzerinden parafin sürülerek birleştirilmiştir. Nitrit ve nitratlara sülfürik asit içindeki difenilaminin renklendirme tepkimesine karşılık gerçekleşen bu tahlil, baruttan çıkan nitrat kaynaklarına pozitif netice vermesine rağmen idrar, gübre, ağır metal oksitleri gibi bileşiklere de hatalı sonuç netice çıktığından önemini kaybetmiştir (Meng ve Caddy, 1997). Nötron aktivasyon incelemesi, tercih edilen farklı bir metottur. Reaktöre yerleştirilerek radyoaktif başkalaşan nesnelere çeşitli enerji düzeylerinde sayımları tamamlanarak içerisindeki maddelerin biçimi belirlenir. Kurşun tespit edilemediği için, nötron kaynağı gerektirdiğinden uygulamalarda tercih edilmemiştir (Krishnan, 1971). Alevsiz Atomik Absorbsiyon spektrometresi, sıvı kromatografi, gaz kromatografi benzeri farklı metot da kullanılabilir. Elektron taramalı-enerji dağılımlı X-ışınları spektrometresi (SEM/EDX) ise parçacıkların yapı biliminde ve madde incelemesi çalışılmasında tercih edilen bir deneydir. Atomik Absorbsiyon Spektrometresi (AAS) ise metal artıklarının nitelik ve niceliklerin belirlenmesinde, hassas olması ve daha rahat inceleme olanaklarını oluşturduğundan son dönemlerde genellikle tercih edilmektedir. Şekil 2.6.'da atış artıklarının toplandığı yüzeyler gösterilmektedir.



Şekil 2.6. Atış Artıklarının Toplandığı Yüzeyler A) El B) Saç C) Yüz D) Burun E) Giysi

2.4.2. Atış Artıkları Silah İlişkisi

Atış artıklarının oluşumlarına ve çevreye yayılmalarına etkisi olan faktörlerden birisi de kullanılan silahların yapılarıdır. Bu bağlamda silahların kısa ya da uzun namlulu oluşu, toplu tabanca ya da yarı-otomatik oluşu, kovan atma boşluklarının sol tarafta ya da sağda olması gibi etkenler analizler sonucunda elde edilen neticeleri değiştirebilmektedir. Olay yeri inceleme birimleri tarafından yukarıda belirtildiği üzere, silahın yapısı göz önünde bulundurularak şüpheli ya da şüphelilerden svap alma işlemleri yapılmaktadır. Gerekli görülmesi halinde şüpheli ya da şüphelilerin el

svaplarına ek olarak boyun, alın, yüz ve bilek gibi bölgelerden de svaplar alınabilmektedir (Çigilli, 2022).

2.4.3. Atış Artıklarının Bulaşma Mesafesi

Ateşli silahlarla işlenen suçun aydınlatılması sırasında atış artıklarının analizi çok önemlidir. Ateşli bir silahın ateşlenmesiyle birlikte gazlar, silahın namlusundan, kovan atma boşluğundan ve diğer boşluklardan dışarı çıkarak atışı yapan şahsın giysilerine, saçlarına, yüzüne ve ellerine bulaşabilmektedir. Bulaşmış olan atış artıkları, şüpheli şahsın giysilerinden ya da ellerinden svap alma yöntemiyle elde edilen bulgular incelenerek, şüphelinin ateş edip etmediği tespit edilebilir. Suç ile ilgisi olup olmadıklarını belirleyen ya da olay mahallinde bulunup bulunmadığını belirten şahısların üzerinde atış artıklarının saptanması ve bunun analizi de soruşturmanın seyrini değiştirebilmektedir. Nebahat TÜRKDOĞAN yaptığı çalışmasında Antimon elementi için flaster bantla svap alma metodunu kullanarak ET-AAS cihazıyla atış artıklarının analizini yapmıştır. Ateş eden şahsın yakınındakilerin üzerinde; kullanılan silahın cinsine ve atış sayısına bağlı olarak, 1 m mesafeye kadar atış artıkları kalabileceğini tespit etmiştir (Türkdoğan, 2018).

2.4.4. Neden Antimon?

Ateşli silah ile meydana gelen olaylarda sanık kişilerden alınan numunelerden, atış artıkları incelemesi yapılarak yalnızca metal düzeylerinin tanımlanması nitelikli bilgiyi ulaşılmadığı belirtilmektedir. Çünkü, antimon dışında kalan elementlerin ortamdan bulaşma ihtimali nispeten daha çok olduğu fark edilmiştir. Atış artığı incelemelerinde, antimon maddesinin analizi; ortamdan bulaşma ihtimali minimum olmasından tercih edilmektedir. Bununla beraber antimon, çoğunlukla kurşunla beraber olmak üzere birçok karışımlar içerisinde görünmektedir. Antimonun oksitli bileşikleri, pamuk ve polyester birbirine karıştırılması liflerde yangın geciktirici olarak kullanılmaktadır. Bunların dışında elektrikçi, oto tamircileri ve inşaat işçilerinin yaptığı mesleklerden ellerinde antimon elementinin rastlanabileceği kaynaklarda belirtilmiştir. Bu sebeple, atış artığı numunesi alınacak şüphelilerin, yapmış olduğu mesleklerde araştırılarak olayın doğruluğunun belirlenmesinde son derece önemlidir (Ramolo ve Margot, 2001).

2.5. Atış Artıklarının Toplanılma Yöntemleri

Ateşli silahların kullanımının artmasıyla birlikte, cinayet, intihar, yaralama ve ölümlerle sonuçlanan durumlarda, atış artıklarının hedef üzerinde ve ateş edilen elin belirlenmesi sonuca ulaşmada büyük önem taşımaktadır.

Atış artıkları transfer yöntemleri şu şekilde sıralayabiliriz;

Parafin ile çekme

Bir boya fırçasıyla şüpheli şahıs veya şahısların ellerinin üzerine parafin veya sıcak balmumu eritilerek damlatılır. Parafin donduktan sonra kalıp şeklinde çıkarılır. Kalıbın iç yüzeyine uygulanmış olan, difenilamin testiyle renk değişimleri analiz edilmektedir. Nitratların belirlenmesi ile ilgili olarak, mavi renk meydana gelmesi atış artığının varlığına bir işaret olarak kabul edilir. (Akbaş, 1994).

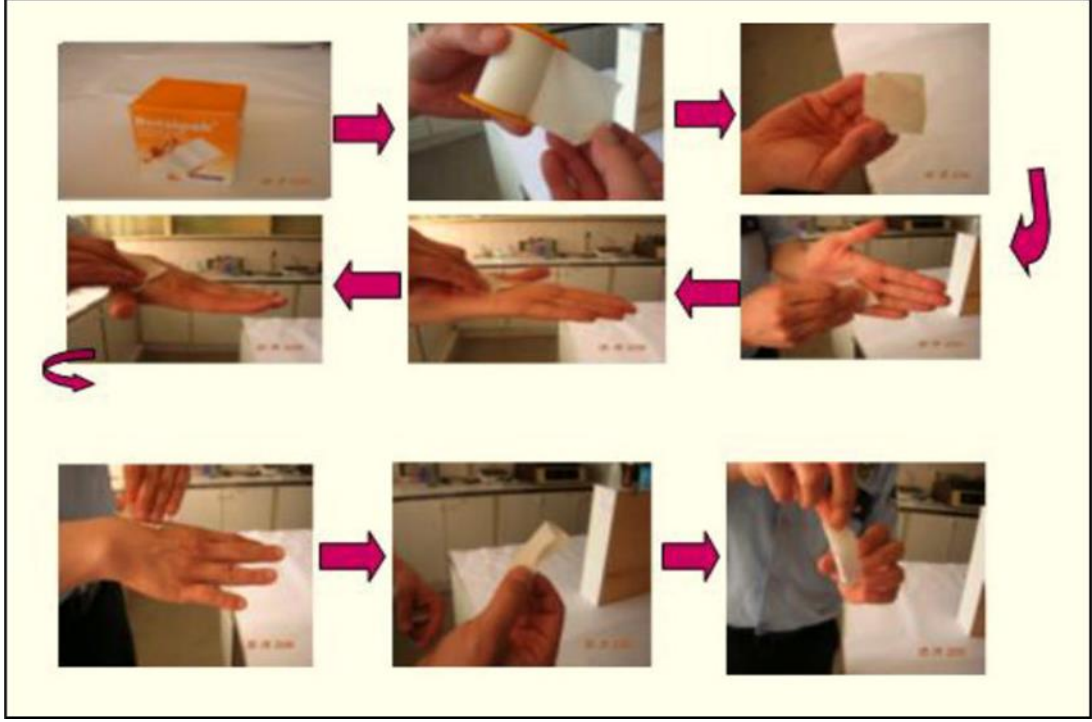
Polivinil alkol (PVA) ile çekme

Fırçayla beraber, elin iç kısmına ve dış kısmına sürülür, sonrasında kurutucu ile kurutulur. Bu yöntem bir kere daha tekrar edilir. Son olarak PVA sürüldükten sonra kurutma işlemi yapılmadan ellerin üzeri gazlı bez ile sarılır. Son kez PVA sürülür. 30 dakika bekletildikten sonra kuruyan PVA ekipmanları ellerden dikkatlice çekilir. PVA malzemeleri üzerine sodyum rodizonat reaktifi sıkılır, kırmızı renk tespit edilmesiyle hedefte atış artıklarının olduğu saptanmaktadır. Atış artıklarının, elin yüzeyinden toplanabilmesi, incelemelerden sonra renklendirme yapılarak ellerin üstündeki dağılımları saptayabilmesi gibi nedenlerden faydalı bir metot olduğunu söylenebilir. Bu metodu ile (araba sacı vb.) metal yüzeylerden de atış artıkları bulguları tespit edilebilmektedir. (Akbaş 1994).

Svap alma

Son zamanlarda Kriminal Laboratuvarlarda tercih edilen diğer bir metot da yapışkan yüzeyli bantlar yardımıyla yüzeyden örnekleme alma yöntemidir. Silahı ateşleyen

kişinin ilk olarak, ateş eden elinin yanı sıra silaha yakın olan uzuvuna silahın ateşlenmesinden sonra atış artıkları bulaşmaktadır. Çıkan atış artıkların bulaştığı düşünülen bölgelere flaster bant yapıştırılarak çıkarılması ile bant yüzeyine transferi gerçekleştirilir (Erol, 2017). Şekil 2.7.'de svap alma işlemi gösterilmiştir.



Şekil 2.7. Svap alma işlemi

Yukarıdaki şekilde svap alma yönteminin aşamaları resmedilmiştir. İlk olarak el svabı alma işlemi yapılırken; svap alan görevli kendi ellerinden bir adet numune svap alır. Daha sonrasında el svabı alınan şüphelinin kullanmadığı elinin iç yüzeyinden başlayarak sırası ile svap alınır. Türkiye de insanların %95'i sağ elini kullandığı için sol el içi, sol el üstü, sağ el içi ve sağ el üstü şeklinde bir sıralama yapılarak toplanması daha doğrudur. Başka önemli bir konu da svap alma kadar transfer edilen svabın korunma biçimidir. Düzgün şekilde transfer edilmiş bir svap uygun koşullarda saklanamazsa doğruluğunu yitirmiş olacaktır (Erol, 2017).

Çözeltiyeye daldırma

Başka bir örnek alma yöntemi ise nitrik asitle svap alma tekniğinin, %5'lik HNO₃ çözeltili plastik kap içine, atışı eden şüphelinin elleri batırılarak yıkanması metodudur. Çözeltiyeye batırma metodu yardımıyla toplanan örneklerin, bir gün sonrasında sonuca ulaşıldığı belirtilmektedir (Akbaş, 1994).

Yapışkan yüzey (flaster bant) üzerine transfer etme

Son dönemde kriminal laboratuvarlarda sıkça görülen diğer metot da yapışkan yüzeyli bantlar yardımıyla yüzeyden örnek almaktır. Atış gerçekleştikten sonra şüphelinin ellerinin üstünden yapılacak analiz için uygun bölgeyi flaster bantların yardımıyla yapıştırılıp üzerinden çekilmesi yönteminin yapışkanlık özelliğini kaybedene kadar devam edilmesidir. Bu işlemin devamında ellerin üstünden toplanan numuneler çözelti durumuna geçirilir. Bu durum da yüksek asit derişimlerine gerek duyulmaktadır. Çözelti bölgesine geçiş süresi de numune hazırlamak son derece önemli bir parametredir. Flaster bantlardan gelebilecek kontaminasyon riski çıkan sonuçların yorumlanmasında tekrarlanabilirliği etkileyeceği için inceleme laboratuvarlarında kör analizi temsilen aynı yapışkan flaster banttardan deneylerin gönderilmesi sonuçların düzgün ve güvenilir olması son derece önemlidir. Kullanılan bu yöntemle saç köklerinden de atış artığı bulguları bulunabilmektedir. Sadece kökten örnek alınması için iki taraflı yapışkan bant tutturulmuş plaklar (stab) uygulanmaktadır. Şekil 2.8.'de flaster bant gösterilmiştir.



Şekil 2.8. Flaster bant

Çelik Diskle Toplama

Yapışkan yüzeylere transferin gerçekleşmesi işleminde disklerin aralarına yerleştirilerek yapılan bu yöntemle, ayrı şekilde hazırlanmış olan çelik diskler şüphelinin ellerine pek çok sefer yapıştırılarak toplanmaktadır. Elde edilmiş olan numune katı üzerinden analizlenmek üzere karbonla kaplanıp taramalı elektron mikroskopuyla (SEM) tekniğiyle incelenmektedir. Bu inceleme neticeleri atış artıklarının bölgesel dağılımı konusunda fikir sunmaktadır (Akbaş, 1994).

2.6. Atış Artıkları Analiz Yöntemleri

Silah ile atış yapıldığı zaman, silahın namlusundan mermi nüvesiyle birlikte alev, is ve gazlar ile yanmamış ya da kısmen yanmış barut partikülleri ve kapsülden çıkan metal artıklarıyla beraber dışarı atılır. Namludan dışarı atılan barut partikülleri organik veya inorganik olabilmektedir. Kapsülden çıkan en ehemmiyetli elementler; antimon, kurşun ve baryumdur. Topraklarımızda çoğunlukla antimon varlığının belirlenmesi, atış artıkları saptanmasında nitelikli görülmektedir (Bora ve Üner, 2000).

Analiz yöntemlerini şu şekilde sıralayabiliriz;

Parafin Testi

Bir olayın sonucunun belirlenmesinde en önemli etken, ateş edilen silahın bıraktığı izlerdir. Bunun belirlenmesi için ateşli silah kullanımını yaygınlaşması ile beraber 1933 yılından itibaren gerçekleştirilen çalışmalarda “dermal nitrat” veya “difenilamin testi” özetle “parafin testi” ile kullanılmaya başlamıştır. Uygulamada ilk olarak el önce parafinle sıvanıp ve kuruması için bekletilir. Kalıp halinde çıkarılarak “Lunge Solüsyonu” olarak bilinen difenilamin asidik karışımı ile ekstrakte edilir. Lunge solüsyonu 20 ml distile suya 100 ml sülfirik asit eklenerek içine 0.5 g difenilamin eritilmesiyle ulaşılır. Ateşli silahın ateş edilmesi sonucunda baruttan dışarı atılan ve cilt yüzeyinde kalan nitrat, nitritlerin parafin üstünde mavi noktalar görülmesi ile belirlenir. Yalnız nitratın, nitritlerin gübre ve sigara külü gibi ortamda geniş şekilde görülmesinde, testin doğru sonuç vermesi durumda bile sanığın bulunmasında kesin neticelere

ulaştığını kabul etmek doğru olmamaktadır. Bu nedenle metot sistematik açıdan uygun bulunmamıştır (Ramolo ve Margot, 2001).

Kolorimetrik Tayini

1959 senesinden itibaren kullanılmaya başlanan bu metot, kurşun, antimon ve baryum niteleyici olarak belirlenmesini kullanılır. Pamuktan oluşmuş beyaz renkli kumaş, kare biçiminde kesilir, asite emdirilerek ve elin yüzeyinden svap alınır. Antimonun belirlenmesi için trifenilmetil arsoniumiyodür kullanılır, baryum ve kurşun elementlerin saptanılması için sodyum rodizonat reaktifi kullanılır. Sodyum rodizonat reaktifi eller üzerindeki kurşun ve baryum ve hedef yüzeyindeki giriş deliği çevresinde kurşunun belirlenmesi için uygulanan yöntemdir. Örnek ilk olarak %10 luk asetik asitle ısıtılır. Sonrasında sodyum rodizonat reaktifi ve Ph'ı 2.8 olan tartarik asit tamponu ile püskürtülür. Kurşun da pembe renk, baryum da ise turuncu renk gözlemlenir. Duyarlılığı belirli olmasından dolayı modern olarak tercih edilen bir metot değildir (Coşkunsu, 2015).

Nötron Aktivasyon Analizi (NAA)

Bu teknik 1960-1990 seneleri aralığında birçok olayın sonuçlanmasında uygulanmıştır. Nitrik asit bastırılmış süzgeç kâğıtları ile elin yüzeyinden toplanan svapların nötron bombardımanına girmesiyle baryum ve antimon belirlenmekte fakat kurşunun tespiti bulunamamaktadır. Uygulama maliyetli ve uzun süre kaybından dolayı farklı nükleer reaktöre gerek duyulması nedeniyle kurşun analizi için yeterli olmamasından günümüzde kullanılmamaktadır (Erol, 2017).

Atomik Absorpsiyon Spektrometresi (AAS)

Madde atomlarının özgün dalga boyundaki ışınları absorplaması temeline dayalı ve derişik madde incelemelerinde çözelti formunda tercih edilen metottur. Maddelerin nitel ve özellikle miktar incelemelerinde ayrıntılı olarak kullanılan bir uygulamadır. 1971'den bu yana uygulanmakta olan AAS metodu, elektrotermal atomik absorpsiyon

spektrometresinin (ET-AAS) geliştirilmesiyle atış artıkları incelemelerinde analiz aşamalarında gösterdiği üstün duyarlılık sebebiyle geniş ve kullanışlı olduğundan tercih edilmektedir. Bu yöntemle atış artığı deneylerinde yapışkan bant uygulaması ile kullanılmaktadır (Ramolo & Margot, 2001). ET-AAS yönteminde, programlanmış ideal çalışma dereceleri ayarlandıktan sonra ilgili maddenin incelemesi kurutma, kül etme, atomlaşma aşamalarından sonra gerçekleşir. Atomlaşma evresinde, numune içerisindeki analit maddenin miktarına bağlantılı olarak absorpsiyon sinyali oranlanır (Schwoeble ve Exline, 2000). Aşağıda Şekil 2.9. 'da atomik absorpsiyon spektrometresi cihazı gösterilmiştir.

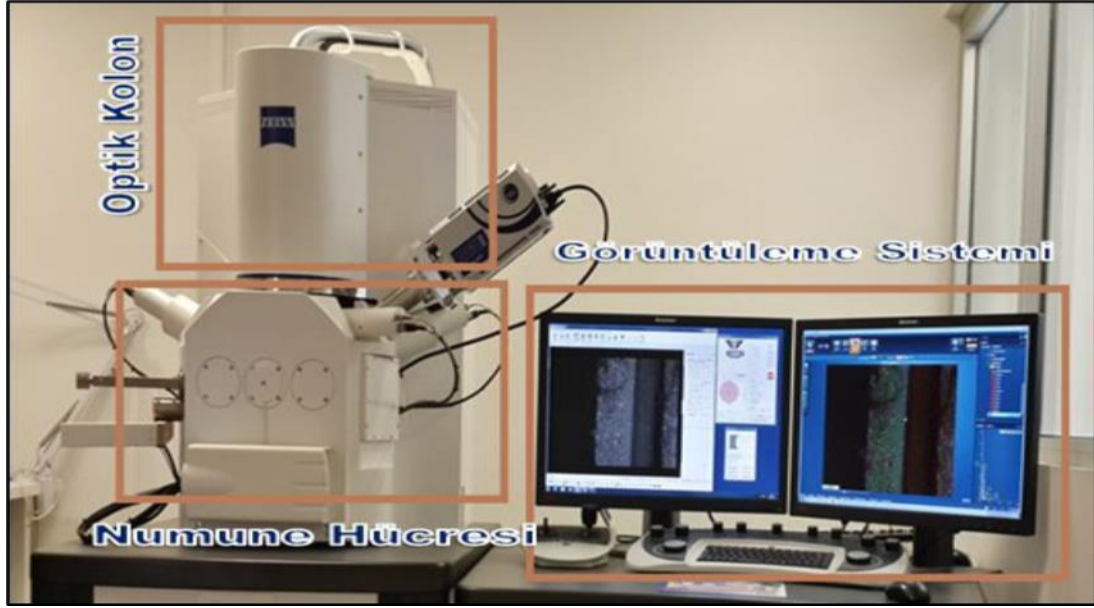


Şekil 2.9. Atomik absorpsiyon spektrometresi

Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Yapılan bu uygulamada örnekte raster düzeniyle gücü yüksek elektron demeti yardımıyla görüntülenme gerçekleştirilmektedir. Raster, bir katot ışını tüpü ya da bir televizyondaki tarama dizilişi kuralına benzeyen görüntüleme yöntemi olup, bu düzen içerisinde bir elektron demeti ile ilk olarak yüzey içinde düz bir doğrultuda (x yönünde) görüntüleme yapılır, sonradan demet ilk haline geri döner ve sonraki aşamada ise aşağı

yönlü (y yönünde) saptanmış olan miktara göre kaydırma yapılmaktadır. Gerçekleşen uygulamada örnekte bulunan yüzey alanı tümüyle tarayıp tamamlana kadar defalarca tekrar ederek sürer. Yapılan tarama uygulamaları yüzey üzerinden (z yönü) bir uyarı alınarak görüntüye aktarılabilceği bir bilgisayar yönteminde toplanmaktadır (Skoog ve ark., 1998). Şekil 2.10.'da SEM/EDS cihazının başlıca kısımları gösterilmiştir.



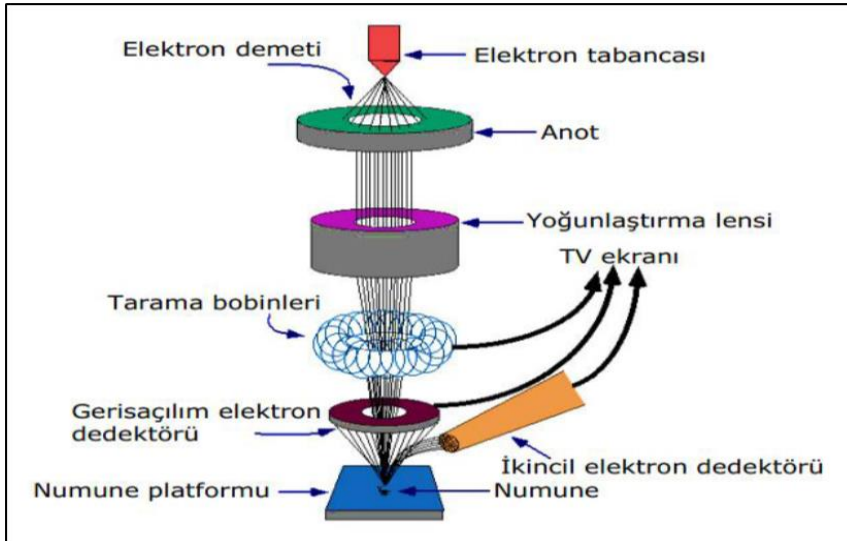
Şekil 2.10. SEM/EDS cihazının başlıca kısımları

Elektronların kullanılması ile örnek yüzeylerinden yüksek çözünürlüklü görüntüye ulaşmayı hedefleyen bu sistem, örnek yüzeylerindeki üç koordinatlı görüntülerin elde edilmesi için kullanılmaktadır.

Tüm mikroskoplar için en fark yaratan etken büyütme oranı ile elde edilen resimlerdeki netlik seviyesidir. Bu mikroskopta görüşlerin meydana gelişini sağlayan elektron demetlerinin odaklanılmasında elektromıknatıslarının tercih edildiği anlatılmaktadır. Sözü edilen elektromıknatıslar kullanıcılara daha çok büyütme düzeyinde hizmet olanağı sağlayabilmektedir. Bunun dışında elektron demetleriyle daha belirgin görüntü elde edilmektedir (Chamot, 1958).

SEM'e bir X-ışını spektrometresinin ilave edilmesi ve özgün X-ışınlarıyla bir görüntü elde edilip; istenildiğinde rastgele bir noktanın elementel incelemesi görüntülebilmektedir (Skoog ve diğerleri, 1998).

SEM'in optik kolon bölgesinde, elektron demeti sağlayıcıları diyeceğimiz elektron tabancası, elektronların örnek bölümünden doğru hızlanmasına yardımcı olan yüksek gerilimlerin uygulandığı anot plakası, demetin çap sınırlamalarında tercih edilen apertürler, demetin toplanarak yönlendirilmesi sağlayan objektif mercekler ve condenser, örnekteki yüzey incelemeleri için demetlerin elverişli şekilde sapmasını yardımcı olan tarama bobinleri bulunmaktadır. Optik kolon alt bölgesinden örnek ocağına doğru açılarak, bölgenin üç koordinatta hareket manevrası olan örnek kızıağı, demet-numune etkileşimi ile oluşmuş çeşitli sinyallere karşı duyarlılık gösteren algılayıcılar bulunur. Mikroskobun elektronik ekipmanları ise mercek akımı, flaman akımı ve uyarma gerilimini dengeli tutarken, algılayıcılardan gelen sinyali işleyerek örneğin farklı özelliklerini yansıtan görüntüler meydana gelmektedir. Şekil 2.11.'de SEM/EDS cihazının taslak şekli gösterilmiştir.

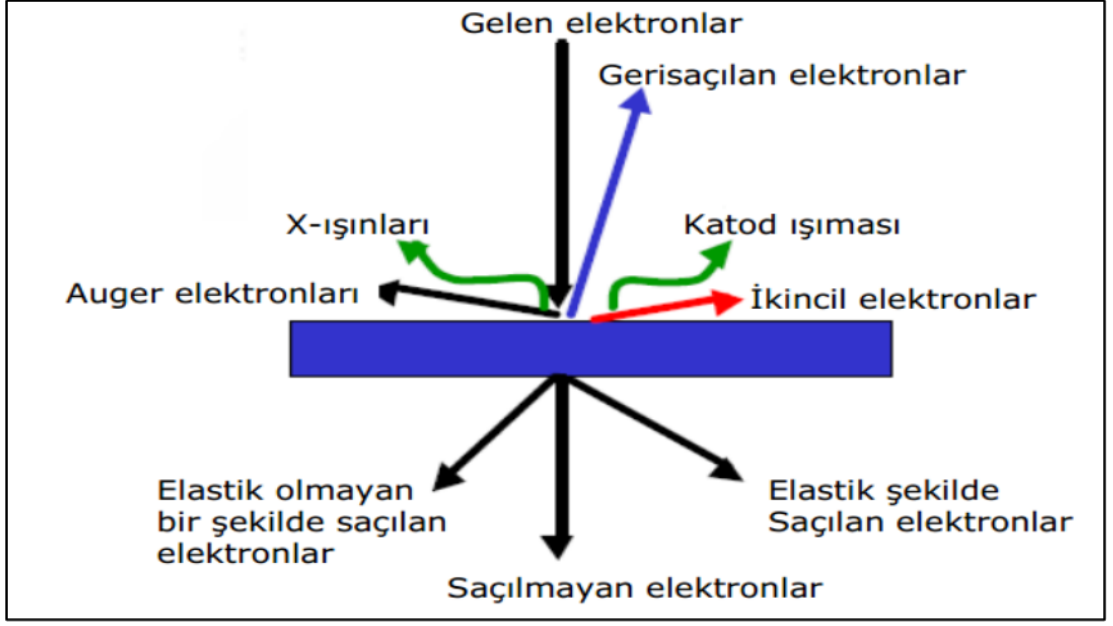


Şekil 2.11. SEM/EDS cihazının taslak şekli

Elektronlar, örnek yüzeyi veya çevresindeki atomlarla baskılamaya sokularak örnek yüzeyinin topografisi, kompozisyonu ve başka hususlarla ilgili talimatları kapsayan sinyaller çıkarmaktadır. Taramalı Elektron Mikroskobunca çoğaltılmış olan sinyaller

geri saçılan elektronları, geçen elektronları, ikincil elektronları, özgün x-ışınını ve örnek akımlarını geçen elektronları içerir. Demet halinde gelen elektronlar örnekteki atomların elektrostatik alanıyla etkileşim içinde olabilir ya da atomların yörüngesindeki elektronlarla çarpışabilirler. Elektrostatik alanlarda oluşan etkileşimler döndürme yöntemiyle gerçekleştirilebilmektedir. Bu nedenle elektron şiddetinde farklılık olmadığından elektron enerjisi benzer kalmaktadır. Bu çeşit elektronların bazıları örnek yüzeyinden tekrardan oluşabilmektedir. Enerjileri demette var bulunan elektronların enerjisine yakın bu elektronlar geriye saçılan elektronlar adını almaktadır. Örneklerdeki atomların atom numaraları yüksek seviye de ise o kadar çok geriye saçılan elektron sağlanmış olur. Geriye saçılan elektronlardaki sinyaller numunelerin atom numaralarıyla çoğunlukla ilişkili olmasından, gerideki saçılmış olan elektronlar örnekteki diğer maddeler için de talimat verebilmektedir (Özkan ve Yörücü, 1986).

Dış yörüngedeki elektronların çarpışarak atomlardan kopmalarını sağlamak için düşük düzeyde bir enerji yetebilmektedir. Çarpışarak atomdan koparılan dış yörünge elektronlar ikincil elektronlar ismini almaktadır. Bu elektronlara az enerjili olmaktadır. Dedektöre 100 ve 300 V aralığında pozitif gerilimin verilmesiyle kolayca toplanmaktadırlar. İkincil elektron görünüşünü aktarabilen SEM, 1 nm' den az değerde ayrıntı gösteren, yüksek kaliteye sahip yüzey görüntülerini gösterebilmektedir. İç yörüngedeki elektronlarla demetlerdeki elektronların çarpışması ile bu yörüngedeki elektronlar bulunduğu konumdan ayrılabilirler. Bu yüzden iç yörüngede oluşmuş olan aralıklar dış yörüngedeki elektronlarca uyarıldığında, iki bölge arasında enerji ayrımı x-ışını şeklinde yayımlanmaktadır. Elektron ışınları, örneğin iç yörüngesindeki elektronlardan birisini kopardığında yüksek enerji elektronlarından bazılarının yörüngeyi doldurmasıyla oluşmaktadır. Bu karakterize x-ışınları niteliklerini belirlemeyle örneklerdeki madde miktarlarını ölçümlerinde kullanılmaktadır (Özkan ve Yörücü, 1986). Şekil 2.12.'de elektron demeti ile numune etkileşimi gösterilmiştir.



Şekil 2.12. Elektron demeti ile numune etkileşimi

2.7. Atış Mesafesi Tespiti

Ateşli silah olaylarında aydınlatılması için önemli bir kriter olan atış mesafesi yara oluşumuna ya da yaralanma kıyafetler üzerinde ise kıyafetlere göre inceleme yapılan bir uygulamadır.

Ateş edilen silahta namludan çıkan çok yüksek hızda mermi çekirdeği, hedefteki vücutta; çekirdeğin şekli, yapısı, hızı, kıyafetin dokuma sıklığı, kalınlığı, temas ettiği yerin doku yapısı (kemik, kas, et vs.) gibi sebeplerden farklı tahribatlara neden olur.

Ateşli edilen silahtan çıkan mermi çekirdeği vücuda isabet ettiğinde ciltte bir giriş deliği oluşturarak vücuda girer. Vücut içerisinde traje ismi verilen bir yol izledikten sonra ya vücut içinde kalır ya da ciltte bir çıkış deliği oluşturarak vücuttan dışarı çıkar.

Bir suçun veya bir cinayetin işlendiğinde ateşli silahın kullanılması halinde vücut yapısında bıraktığı izlerden silahın ne kadar uzaklıktan ateş edildiğinin belirlenmesi tespit edilmektedir.

2.7.1. Atış Mesafesi Çeşitleri

Atış mesafeleri, silahın namlu ucundan hedefe olan uzaklığına göre; bitişik atış, yakın atış ve uzak atış olarak gruplandırılır.

Bitişik Atış

Tabancanın 0-3.0 cm ve uzun namlulu silahın 0-5.0 cm arasındaki atışlara denilmekte olup bitişik atışın vücut üzerindeki bıraktığı izler şunlardır:

- ❖ Namlunun vücuda dayandırılarak ateş edilmesi halinde, deri namlulun ucuna doğru kabarma gösterir ve deride parçalanma oluşur.
- ❖ Yaranın kenarlarında yanık tabakası meydana gelir.
- ❖ Yanmış veya yanmamış barut parçaları derinin altına nüfuz eder.
- ❖ Çekirdeğin vurduğu yerde ekimoz (morluklar) oluşur.
- ❖ Çekirdek namludan ayrıldığında namluda bulunan pislikleri de beraberinde götürür ve vücuda yapıştırır.

Bitişik atışta giriş deliği kendisini meydana getiren mermi çekirdeğinin çapından daha büyüktür. Bu durum mevcut basınç ile oluşur. Bitişik atışlarda elbise üzerindeki mermi giriş deliği etrafında yırtık; yıldız vari, haç, bazen de çizgi şeklinde olabilir ve giriş deliği etrafında silinti halkası olur. Namlunun cilde bastırılarak yapılan bitişik atışlarda cilt altına giren gazların dokularda oluşturduğu genişleme ile cilt, namlu ağzına doğru sürüklenir. Sonunda giriş deliğinin çevresinde namlu ağzının yapısına uyumlu biçimde iz oluşabilir. Buna da stampa izi denilmektedir.

Yakın Atış

Tabancalarda 3.0 – 30.0 cm, uzun namlulu silahlarda ise 5.0cm- 2.0m arasında olan atışlar olup belirtileri:

- ❖ Yanmış veya yanmamış barut artıklarının büyük bir kısmı derinin üzerindedir. Mermi çekirdeğinin vücuda vurduğu yerde yuvarlak veya oval biçimde bir delik oluşur.
- ❖ Çekirdeğin vücuda çarptığı yerlerde ekimozlar meydana gelir.
- ❖ Yanık tabakası delik etrafında oluşur.

Yakın atış mesafesi atış artıklarının hedefe kümeleştirme oluşturarak ulaşabildiği mesafeler olarak tanımlanabilir. Yakın atışta giriş deliği genellikle küçüktür.

Mermi isi; karbon, kir, yağ, birincil patlayıcılardan kaynaklanan karışımdır ve hedefe giderken çekirdeğin yüzeyine bulaşır. Bu artıklarda; deliğin yakın çevresinde yoğun, uzak çevresinde serpilmiş haldedir.

Uzak Atış

Tabancalarda 30.0cm den yukarı, uzun namlulu silahlarda ise 2.0m'den uzak atışlara denilmekte olup özellikleri şunlardır:

- ❖ Uzak atışta mesafe uzun olduğu için barut etrafa dağılır ve vücutta barut izine rastlanılmaz.
- ❖ Vücut üzerindeki delikte herhangi bir yanık oluşmaz.
- ❖ Ekimozlar oluşur.
- ❖ Çekirdeğin namludan ayrılırken götürdüğü namlu pislikleri olur.

Giyisilerde silinti halkası ve giriş deliğinden başka bir bulguya rastlanmadığı durumlardır. Burada kastedilen giriş deliği çevresinde kümeleşme gösterebilen atış artıklarıdır. Yani sadece deliğin çeperlerinde atış artıkları bulunur. Yani sadece deliğin çeperlerinde atış artıkları bulunur.

2.7.2. Atış Mesafesini Etkileyen Faktörler

- ❖ Yapılan atışın mesafesi

- ❖ Barutun cinsi
- ❖ Barutun yanma hızı
- ❖ Namlu uzunluğu
- ❖ Silahın çapı
- ❖ Kapsülün türü ve içeriği
- ❖ Namlu hedef açısı
- ❖ Barutun ağırlığı
- ❖ Barutun nemi
- ❖ Ortamın fiziksel durumu (giysinin yapısı, nem, rüzgar ve sıcaklık)
- ❖ Araya giren cisimler (ara hedef)
- ❖ Hedef nitelikleri (dokuların özelliği, çürüme, kan bulaşığı vs.) (Üner H.B., 1991).

Bu faktörler arasında adli otopsiler açısından çürümenin özel bir önemi bulunmaktadır. Çürümüş cesetlerde atış artıklarının yakın ya da uzak atışa bağlı olduğunun araştırılmasında zorluklar bulunmaktadır. Parçalanma sonucunda deri ve subkutanöz dokuda siyahımsı renk değişimleri olabilmekte ve bu durum ise benzer görünüm oluşturmaktadır. Epidemisin sıyrılması is ve baruta bağlı tatuajın kaybına yol açabilmektedir. Yaranın etrafında oluşan pıhtı, kan ve kabuk oluşumu, barut yanığı andırabilir. Bunlara ek olarak insekt aktiviteleri de yanlış değerlendirmelere neden olabilir. Kurtlar ve böcekler giriş deliği etrafındaki kan artıklarını istila ederek barut ve isi gizleyebilmektedir. İnsektler deriyi oyarak ateşli silah yarasını andıran sirküler defektler oluşturabilmektedir. Bu defektlerin etrafında kuruma söz konusu ise küçük kalibreli silah yaralarını andıran görünümlemler ile karıştırılabilmektedir. (Dimasio V.J.M., 1999).

Ateşli silahlara bağlı olarak oluşan yaraların çevresinde oluşan kurumuş kan ve diğer artefaktlar yara incelenmesinde zorluklara neden olabilmektedir. Bu durumda %3' lük hidrojen peroksit ile yaranın yıkanması, barut kalıntıları ve vurma halkasında herhangi bir değişiklik yapmadan yaranın incelenmesini kolaylaştırmaktadır. Kdrojen peroksit ile yıkanan yara 2-3 dakika sonra su ile yıkanır. Bu uygulama, uygulanacak daha ileri incelemeleri etkilememektedir (Copenald A.R., 1981).

Susturucu kullanılan atış yaralarında silinti halkasının ya görünürlüğü azalır ya da kaybolur. Ateşli silahla oluşmuş yaralar incelenirken susturucu kullanılma olasılığ göz önünde bulundurulmalıdır (Missliwetz J. ve ark., 1991).

2.7.3. Atış Mesafesinde Giysi İncelenmesi

Ateşli silah yaralanmalarında vücudun araştırılması kadar, giysinin de tetkik edilmesi büyük önem taşımaktadır. Namlu ile giysi arasında kalan mesafeye göre atış artıkları değişmektedir. Giysiler, is ya da barut artıklarının deriye ulaşmalarını ve dağılımını kısmen ya da tamamen etkilemektedir. Tam bitişik atışlarda, barut artıkları cilt ya da giysi üzerinde kalmayıp deri üzerine ya da giysi katmanları arasına dağılmakta, böylece tam bitişik ve bitişige yakın atışlarda birbirinden farklı görünüşler ortaya çıkmaktadır. Bitişige yakın atışlarda, giysiler hem is absorbe etmekte hem de derinin sıcak gazlarla kavrulmasını azaltmaktadır. Yakın atışlarda is ve barut giysi tarafından tam olarak absorbe olmaktadır. Barutun fiziksel yapısına ve giysinin sayısına bağlı olarak barut, giysileri delerek deride iz bırakabilmektedir. Küresel barutlar bir hatta iki kat ve çok ince yapıdaki giysileri delerek alttaki deride tatuaja yol açabilmektedir. Buna karşın pul şeklindeki barutlarda, bir ya da iki tabaka çok ince nitelikte giysiyi geçebilme, çok yakın mesafeden atış söz konusu değilse mümkün olamamaktadır (Dimaio V.J.M., 1999).

Küresel barutlar biçimi dolayısıyla giysiyi kolayca deler ve deride tatuaja yol açar. Her ne kadar barut çıplak gözle giysi üzerinde yokmuş gibi gözükse de mikroskop kullanıldığında az miktarda materyal göze çarpacaktır. Ban durumlarda, giysilerin otopside farklı zaman ve mekanlarda incelenmesi sonucunda, cilt bulguları ile çelişen, farklı kamlara varılabilmektedir. Bu sebeple giysi incelemesinin otopsinin bir parçası olduğu bilinmelidir. Giysideki bir ya da iki barut artığının varlığı yakın atış anlamına gelmemelidir (Dimaio V.J.M., 1999).

Barut artıkları uzun namlulu silah ve yüksek güçte mühimmat kullanıldığında namlu ucundan giysiye yaklaşık 6 metre mesafeye kadar ulaşabilmektedir. Mesafe tahmini

dışında giysiler, kişinin vuruluş anındaki pozisyonu ile giriş ve çıkış delikleri hakkında da bilgi vermektedir. Vücuttaki yaranın biçimi, barut gazına bağlı olarak farklılık gösterebileceği gibi giysideki mermi deliğinin görünümü de değişebilmektedir. Büyük ve orta kalibreli silahlarda giysinin yırtılması sadece tam bitişik atışlarda değil aynı zamanda bitişğe yakın atışlarda da olabilmektedir (Dimaio, 1999).

2.7.4. Atış Mesafesi Tespit Yöntemleri

Ateşli silah atış artıklarında barut içerisinden çıkan partiküller, kapsülden oluşan artıklar, mermi, kovan ve silaha bağlı birleşimlerden meydana gelmektedir. Ateşli silah atış artıklarının araştırılıp ve sonuca ulaşmada genel olarak araştırılan konular:

- ❖ Sanık kişi ya da kişilerin silahın ateşleyip ateşlenmediğini soruşturulması,
- ❖ Fişek giriş ve çıkış delinmesinin saptanmasına yönelik inceleme,
- ❖ Atış uzaklığının yorumlanmasına ilişkin çalışmalar (Romolo ve Margot, 2001).

Ateşli silah atış artıklarının tespit edilmesi için gerçekleşen incelemelerde, partiküllerin biçimsel ve elementel karakteristikleri araştırılmaktadır. Delillerden toplanan partiküllerin incelemesi yapılırken ulaşılan bilgilerin kesin olarak gerçekleşen olayda kullanılan merminin özelliklerine göre yapılması gerekmektedir. Ateşli silah atış artıklarının sanık veya sanıklarının silahlarından ateşlenip veya ateşlenmediği balistik incelemelerde sorun teşkil edebilmektedir (Romolo ve Margot, 2001). Ateşli silahların şüphe içeren durumlarda, boşalmasından çıkan atış artıklarının saptanması ve belirlenmesi, doğru ve kesin sonuca ulaşmada son derece önemli bir araştırma bilgisi oluşturmaktadır.

2.7.5. Atış Mesafesinin Belirlenmesinde Kimyasal Yöntemler

Lunge Testi

Giysilere ve vücuda isabet eden mermi giriş ve çıkış deliklerin etrafında barut artıklarının tespit edilmesinde kullanılır. 0.50 mg Diphenilamine, 20 mL saf su ilave edilir, sonradan karışıma üzerine 100 mL sülfürik asit ilave edilir. Delik tespiti edilen

bölge porselen kap içinde damıtık su ile yıkanır, olması beklenen kısmen yanmış veya yanmamış barut parçacıkları yıkama suyuna geçilir (mermi çekirdeği geçişi ile şüphelenen delik çevresinde giysinin, cilt ve cilt altı parçacıklarında da işlemin tekrarı yapılır). Yıkama suyu belirli bir süre dinlendirilip parçacıkların dibе çökmesi gözlemlendikten sonra, su da bulanık renkli (ör. Islak ve kanlı) ise dipteki parçacıkların tekrar süzülme işlemi yapılır ve kaba tekrardan damıtık su ilave edilir. Uygulamaya kabın içerisindeki su belirginleşene kadar tekrar Oedilir. Şayet kabın dibindeki parçacıklar barut nedeniyle ise koyu mavi tonlu noktalar görülür. Kabın bir tarafı eğrileşirse, zıt tarafa doğru noktalardan çıkan koyu mavi renkli kuyruklar tespit edilir. Fakat bu test bütün nitrat ve nitritlerle de tepkime oluşturmaktadır. Böylece sigara külü, suni gübre gibi birçok element ile temas eden numunelerden yanlış pozitif sonuçlar da çıkabilmektedir (Sarıbey, 2002).

Modifiye Griess Testi

Ateşli silah atış artıklarının yapısında bulunan nitrit artıklarının nicel olarak Griess ayırıcı ile gösterilmesidir (Schwoeble, 2000). Yapılan bu işlem, barutun yanmasıyla oluşan nitrit bileşiklerinin incelenmesi için geliştirilmiştir (Can, 2003; Schwoeble, 2000). İncelemede bulunanlar aynı silah ve aynı tip fişekle uzaklığı bilinen ve aynı ekipmanlarla mesafe tayininde bir standart oluşturmayı amaçlamışlardır. Yapılan yöntem, giysiye yapılan atışlarda yaklaşık mesafenin tespit edilmesinde uygulanmaktadır (Steinberg M, 1984; Copenald,1981). Bu metot giderek sayısız değişime tabi tutulmuştur. Reaktifin hazırlanış şekli; %3'lük fosforik asit içerisine %1'lik sülfanilamid ve %5'lik N-(1- naftil) etilendiamin konarak çözünür. Hidroliz ayırıcı olarak 100 mL etanolde çözülmüş 8 g potasyum hidroksit kullanılır (Üner, 1991) Merminin giriş kısmını kapsayan kıyafete hidroliz ayırıcı püskürtülür ve fişegin parçaladığı kısım üst tarafta olacak biçimde ütü masasına getirilir. Süzgeç kağıdına Griess Ayırıcı püskürtülüp giriş kısmını alacak şekilde kapatılır kumaş üzerine örtülür ve üzerine temiz süzgeç kağıtları konulur. Daha sonra, süzgeç kağıdı kuruyuncaya kadar ütülenir. Kumaşa aktarılan süzgeç kağıdı çıkarıldığında barut parçalarının olduğundan pembe-mor renkler tespit edilir (Dillon, 1990).

Sodyum Rodizonat Testi

Sodyum rodizonat reaktifini küçük bir cam tüp içerisine az miktarda konularak kahverengini oluşturduğu gözlemlenene kadar üzerine distile su eklenir ve yavaş yavaş karıştırılır. Çökelti olduğu gözlemlendiğin de doygunluğu tespit edilmiştir. %15' lik asetik asit ve 85 ml distile su üzerine ilave edilerek asetik asit çözeltisi hazırlanır. Hazırlanan çözelti ile daha önce ıslatılmış özel filtre kağıtları, şüpheli mermi deliklerinin etrafına yerleştirilir ve hidrolik pres makinasında 15 dakika bekletilir. Yapılan uygulama ile atış artıklarının yapısında bulunan kimyasal elementler özel filtre kağıdına geçişi sağlanmış olur. Özel filtre kağıdına aktarılan atış artıkları, doymuş sulu sodyum rodizonat reaktifi yardımıyla püskürtülür. Yapılan yöntem sonucunda atış artıkları yapısında olan antimon, baryum ve kurşun elementleri özel filtre kağıdında sarı fon üzerinde koyu kırmızı renkler olduğu tespit edilir. Şüpheli giriş ve çıkış deliklerinin şekli ve fiziksel özellikleri de dikkate alınarak, renk farklılıklarının giriş deliği çevresinde yoğun bir şekilde tespit edilmesi bitişik atış, renk değişimlerinin giriş deliklerinin uzağında dağınık halde yer yer görülmesi yakın atış, renk değişiminin çok az görülmesi ise uzak atış olduğu sonucuna varılır. Renklendirme sonrası herhangi bir atış artığı ve dolayısıyla dağılım gözlenmez ise atış uzaklığı konusunda herhangi bir sonuca varılamaz (Sarıbey, 2008).

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal

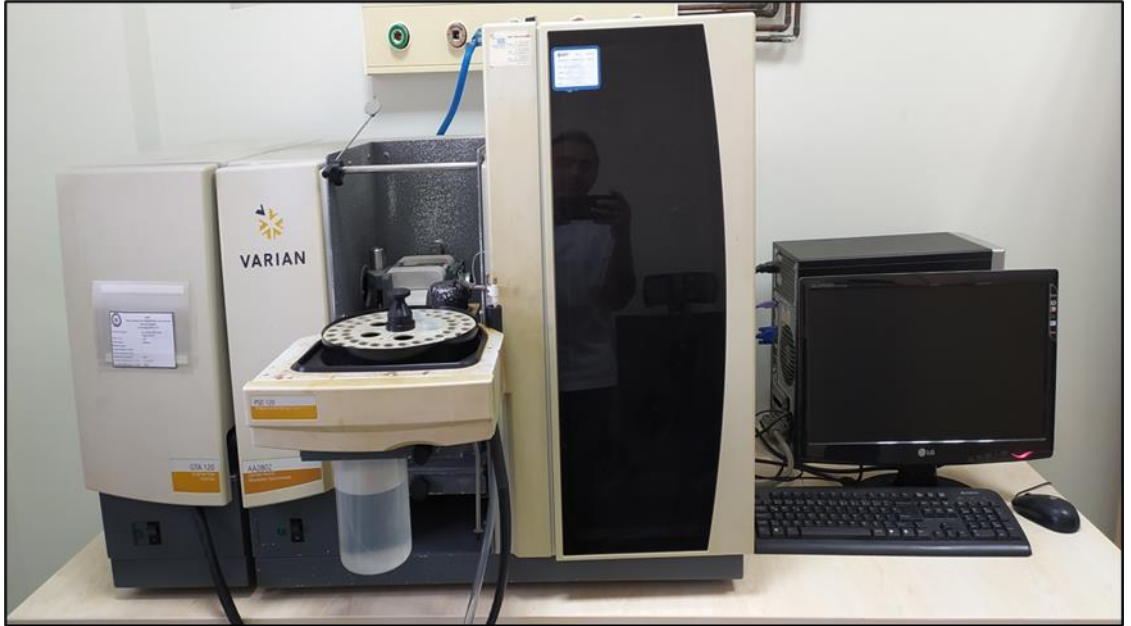
3.1.1. Analizlerde Kullanılan Aletler, Gereçler ve Sarf Malzemeler

Elektro Termal Atomik Absorpsiyon Spektrometresi

Antimon analizleri; Varian Marka GTA 120 model AA280Z Zeeman Zemin Düzeltmeli ET-AAS kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Işık kaynağı olarak, antimona ait oyuk katot lambası (Dalga boyu: 231,2 nm, Slit aralığı: 0,5 nm) kullanılmıştır.

Analizlerde pirolitik kaplama grafit karbon tüpler ve yüksek saflıkta (% 99,9) Argon gazı kullanılmıştır.

Çalışmamızda kullandığımız ET-AAS cihazı aşağıda gösterilmiştir.



Şekil 3.1. ET-AAS Cihazı

Su Arıtma Cihazı

Çalışmalarımızda kullanılan çözeltilerin hazırlanması esnasında kullanılan su, Milipak Marka Ultra Type (1) Water model su arıtma cihazı kullanılarak arıtılarak deiyonze edilmiştir.

Çalkalayıcı

Örnek hazırlama sırasında; GFL-3015 model çalkalayıcı kullanılmıştır.

Mezür ve Balon Joje

Çalışmalar esnasında gerekli olan çözeltilerin hazırlanması esnasında 10 ml-100 ml ölçekli mezürler ile 100 ml-1000 ml ölçekli balon jöjeler kullanılmıştır.

Dispenser

Analizlerde 2 adet dispenser kullanılmıştır. Birinci dispenser, svap numunelerinde %8 lik 5 ml HNO₃ çözeltilerinin eklenilmesi işlemlerinde, diğer dispenser ise svap numunelerine 4 ml metanolün eklenilmesi işlemlerinde kullanılmıştır. 2 dispenser de 1-10 ml aralığında çalışmaktadır. Birinci dispenser 5 ml ultra saf suyla şekil 3.32'deki terazinin kullanılmasıyla kalibrasyonu yapılmıştır. Ölçümler neticesinde net ağırlığı 4,999 g olarak saptanmıştır. İkinci dispenser ise 4 ml ultra saf su ve şekil 3.32'deki terazinin kullanılmasıyla kalibrasyonu yapılmıştır. Ölçümler neticesinde net ağırlığı 4,001 g olarak saptanmıştır.

Polietilen Vialler

Çalışmamızda Agilent marka 2 ml hacminde polietilen vialler kullanılmıştır.

Pamuklu ve Pamuksuz Tahta Çubuk

Çalışmamızda her svap numunesinde tahta çubuk kullanılmaktadır. ET-AAS cihazlarının atomlaştırıcı ünitesindeki grafit tüplerinin konulmuş olduğu workhead bölgelerinin temizlenilmesi sırasında IPA ile nemlendirilen pamuklu çubuk kullanılmıştır.

Svap Alma Seti

Çalışmamızda olay yeri inceleme birimlerinin kullandığı svap alma setleri kullanılmıştır. Söz konusu svap alma setleri içerisinde 5 adet flaster bant, 5 adet kapaklı plastik svap alma kutusu ve 5 adet etiket bulunmaktadır. Svap alma seti şekil 3.2’de gösterilmiştir.



Şekil 3.2. Svap alma seti

Hidrolik Pres Makinası

Düz ve sert bir zemin üzerine (tahta blok vb.) uygun büyüklükteki keçe bezi ve onun da üstüne tek kullanımlık polietilen plastik (naylon) parçası konur. Delik giriş tarafı üstte kalacak ve naylonun ortasına gelecek şekilde yerleştirilir. Deliğin olduğu bölgenin üzerine %2’lik tartarik asit çözeltisi emdirilmiş $(25 \times 25) \pm 5$ cm boyutlarında süzgeç kağıdı konur.

Süzgeç kağıdı üzerine sırasıyla naylon, keçe ve tahta blok yerleştirilir. Tahta bloklar pres makinasıyla 15 dakika süreyle sıkıştırılır. 15 dakika sonra hidrolik pres makinası açılır, süzgeç kağıdı kurutma makinası yardımıyla kurutulur. Şekil 3.3.'de hidrolik pres makinası gösterilmiştir.



Şekil 3.3. Hidrolik pres makinası

3.1.2.Çalışmada Kullanılan Kimyasallar ve Çözeltiler

Analitik Saflıktaki Kimyasallar

Merck, Der. Nitrik Asit: HNO_3 , (M)=63,01 g/mol

-CPAchem, Sb, 0,1 mg/mL in/(100ppb), Matrix=%0,5 HNO_3

-ISO LAB İzopropil Alkol: $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$ (M)=60,1 g/mol

Tartarik Asit: Merck, $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ (M) = 150,09 g/mol

Rodizonik Asit Disodyum Tuzu: Merck, $\text{C}_6\text{Na}_2\text{O}_6$ (M) = 214,04 g/mol

HPLC Grade Saf Su

Çözeltiler

% 8 (v/v)'lik Nitrik Asit Çözeltisi: Derişik nitrik asit çözeltisinden 123 ml, uygun bir ölçülü silindir vasıtasıyla 1000 ml'lik bir ölçülü balona aktarılır. Ölçülü balonun yaklaşık yarısına kadar damıtık su ilave edilerek karıştırılır sonra ölçülü balon işaret çizgisine kadar damıtık su ile doldurulur ve tekrar çalkalanır.

% 1 (v/v)'lik Nitrik Asit Çözeltisi (Seyreltme Çözeltisi): Derişik nitrik asit çözeltisinden 15,5 ml uygun bir ölçülü silindir vasıtasıyla 1000 mL'lik bir ölçülü balona aktarılır. Ölçülü balonun yaklaşık yarısına kadar damıtık su ilave edilerek karıştırılır, sonra ölçülü balon işaret çizgisine kadar damıtık su ile doldurulur ve tekrar çalkalanır.

% 0,1 (v/v)'lik Nitrik Asit Çözeltisi (Yıkama Çözeltisi): Derişik nitrik asit çözeltisinden 1,55 ml uygun bir ölçülü silindir vasıtasıyla 1000 mL'lik bir ölçülü balona aktarılır. Ölçülü balonun yaklaşık yarısına kadar damıtık su ilave edilerek karıştırılır, sonra ölçülü balon işaret çizgisine kadar damıtık su ile doldurulur ve tekrar çalkalanır.

100 pbb lik Antimon Standart Çözeltisi: 100 ppb'lik standart antimon standart çözeltisinden kullanılmıştır.

Doğun Sodyum Rodizonat Çözeltisi: Püskürtme işlemi için kullanılan erlene uygun bir ölçülü silindir vasıtasıyla yaklaşık 20 mL damıtık su konur. Erlene azar azar katı rodizonik asit disodyum tuzu ilave edilerek, her ilaveden sonra çalkalanır. Rodizonik asit disodyum tuzu çözünmeyinceye kadar bu işlem tekrarlanır. Bu çözelti kullanımdan hemen önce taze olarak hazırlanır.

% 2 (m/v)'lik Tartarik Asit Çözeltisi: Analitik saflıkta katı tartarik asitten 20 g analitik terazide tartılır, 1000 mL'lik bir ölçülü balona aktarılır. Ölçülü balonun yaklaşık yarısına kadar damıtık su ilave edilerek tartarik asitin tamamı çözününceye kadar karıştırılır, sonra ölçülü balon işaret çizgisine kadar damıtık su ile doldurulur ve tekrar çalkalanır.

3.1.3.Silah

Atış yapılan silah, Türkiye yapısı Canik marka TP9 SFX model 9x19 mm çap ve tipinde fişek istimal eden yarı otomatik tabancadır.



Şekil 3.4. Canik marka TP9 SFX model yarı otomatik silah

Çizelge 3.1. Canik marka TP9 SFX tabancanın teknik özellikleri

Kalibre	9x19 mm
Ağırlığı (Boş)	845 gr
Uzunluğu	210,5 mm
Tesirli Menzil	80-100 m
Azami Menzil	300-400 m
Yiv Set Adeti	6
Şarjör Kapasitesi	15 fişek

3.1.4. Fişek

Bu çalışmada kullanılan mermi MKE 9X19 mm Parabellum tipi tabanca mermisidir. Yapılan atışlarda toplam olarak 36 adet mermi kullanılmıştır.



Şekil 3.5. MKE 9x19 mm parabellum fişek

Çizelge 3.2. 9x19 mm çapında fişegin teknik özellikleri

Çap	9x19 mm
Kovan Çapı	9.82 mm
Çekirdek Çapı	8.98 mm
Çekirdek Ağırlığı	7,45 g
Enerji	396J
İlk hız	420 m/s

3.1.5. Hedef Materyal

Çalışmamızda hedef olarak 40x40cm ebatlarında kesilmiş kumaş kullanıldı. Araştırmalar da özellikle giysi üstündeki atış artıkları önem taşımaktadır. Bu sebeple çalışmalarımızda kumaş kullanılmıştır. Tercih edilen kumaş ham bez ya da Amerikan bez kumaş olarak ifade edilen bir türdür. Pamuk ve pamuk polyester karışımı da olan kumaşlar kalite gram yoğunluğuna göre değişebilmektedir. Gram yoğunluğu m² ye düşen ağırlığı ile hesaplanır. Hedefe yapılan her atıştan sonra ayrı ayrı yakın çekimleri yapılmıştır,

3.1.6. Atış Yapılan Alan ve Hava Durumu

Atışlar yukarıda özellikleri belirtilen materyaller kullanılarak açık alanda Bursa Özel Harekat Şube Müdürlüğü poligonunda yapılmıştır. 5,10,15,20,25,30 metre mesafelerden 1 adet fişek kullanılarak ve 3 kez tekrarlanarak yapılmıştır.

Atışlar sodyum rodizanat çözeltisi kullanılarak atış mesafesinin tayini ve ET-AAS cihazı kullanılarak atış artığı analizleri olmak üzere 2 tur şeklinde yapılmıştır.

Atış yapıldığı sırada 31.05.2022 günü saat 16.00' da hava durumu Yenişehir Meteoroloji İstasyon Müdürlüğünden alınan veriler ile 29 °C ve rüzgar hızı 24,12 km/s 'dir.

3.2.Yöntem

3.2.1.Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi

- ❖ Absorpsiyon; Atomların ışık enerjisini soğurması olayıdır. Işımanın tanecik özelliğinden ileri gelir ve madde (atom, molekül, iyon) ile etkileşimi sonucudur.
- ❖ Absorplanan fotonun dalga boyu deseni (absorpsiyon spektrumu) absorplayan atom veya molekülün karakteristiğidir.
- ❖ Spektroskopi; Numunedeki atom, molekül veya iyonların bir enerji seviyesinden başka bir enerji seviyesine geçişlerinde absorplanan ya da yayılan elektromanyetik ışışmanın, ölçülmesi ve yorumlanmasının yapıldığı cihazlara denir.

- ❖ Atomik absorpsiyon spektroskopisi (AAS), ışığın gaz durumundaki atomlar aracılığıyla absorpsiyonunun ölçümü kuralına dayanmaktadır. Işığı absorplayabilen atomlar, ilk enerji seviyesinden kararsız uyarılmış enerji seviyesine geçmekte ve absorpsiyon seviyesi, temel düzeyde olan atom sayılarına bağlıdır.
- ❖ Atomik absorpsiyon spektroskopisi 70 kadar metal ve yarı metalin eser miktarının analizlerinde kullanılmakta olan elektromanyetik ışınların atomlar tarafından absorplanması ilkesine dayalı bir yöntemdir. Ppb (Mikrogram/Litre) seviyesinde yüksek hassasiyette ölçümler yapılabilmekte ve günümüzde geniş bir kullanım alanına sahiptir (<https://www.wikiwand.com>).
- ❖ Teorik temeli 19. yüzyıldan bu yana bilindiği halde atomik absorpsiyon spektroskopisinin, eser miktarındaki metallerin nicel analizi için etkin bir uygulama olarak tercih edilmesi 1955'te, ilgilenilen elementlerin adına has dalga boyutunda ışık kaynaklarının olmasından sonra kullanılmaya başlanılmıştır.
- ❖ Avustralya'da, 1955 yılında oyuk katot lambalarının Wash tarafından bulunmasıyla analitik amaçlar için atomik absorpsiyon spektrofotometresinin kullanımına geçilmiştir. Hollanda'da aynı yıl içerisinde; eser miktarda elementlerin analizi için uygulanabilir bir metot olduğu, Alkemade ve Milatz tarafından belirlenmiştir. 1960'ta ticari aletleri ortaya çıkmış olup atomlaştırıcı kaynakları alevdir. Elektrotermal atomlaştırıcının keşfi ile AAS kullanım alanları genişlemiştir.
- ❖ Kimyasal laboratuvar incelemelerinde kullanılmakla birlikte, günlük yaşamda su kirliliği, hava kirliliği ve toprak kirliliğine neden olan elementlerin sınır değerleri yönünde uyumluluk analizlerini yapmakta da tercih edilmektedir.

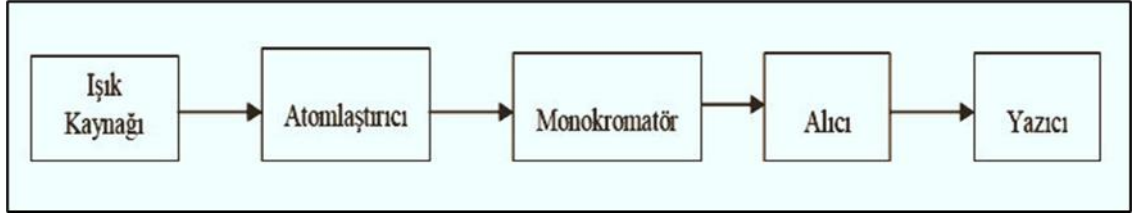
3.2.2. Atomik Absorpsiyon Spektrometresi Temel Prensipleri

- ❖ Işın kaynaklarından çıkıp elektromanyetik dalganın gaz hâlinde olan atomlarca absorpsiyon sonucunda ışığın şiddetindeki düşüşün ölçümü yöntemine dayanmaktadır. Absorplanmış olan elektromanyetik ışınlar yaygın olarak ultraviyole ve görünür olan ışıklardır.

- ❖ Bir elementte AAS ile analizini gerçekleştirmek için o elementin öncelikle nötral duruma, sonrasında buhar hususana getirilmesi, takibinde de bir kaynaktan gelmekte olan elektromanyetik ışın demetlerinin yoluna dağılımı gerekmektedir.
- ❖ Bu işlev, elementleri bileşik olarak kapsayan çözeltilerin sis şekilde yüksek sıcaklıkta olan alevin içerisine püskürtmesi veya elementi karışık biçimde kapsayan örneğin (katı ya da çözelti) karbon numune kabına konularak kabın elektrik arkı ile akkor haline getirilmesiyle gerçekleştirilebilmektedir (<http://www.megep.meb.gov.tr>).
- ❖ AAS genelde eser miktarlardaki metallerin nicel analizlerinde kullanılan bir metottur.
- ❖ Numune de bulunan toplam metal miktarıyla ilgilenir.
- ❖ Ancak metallerin numune de bulunan molekül formu ile ilgilenmemektedir.
- ❖ Numunenin, su analizinde toplam sodyum tayini sırasında sodyum elementinin herhangi molekül formunda olması önemsizdir.
- ❖ Metot çok duyarlıdır. Dolayısıyla elementlerin derişimini olabildiğince düşük seviyelerde, genelde 1 ppm'in altında tayin yapılabilir.
- ❖ Diğer elementlerin yanında da analizlerinin yapılabilmesi metodun avantajlarından. Bu özellik, numunelerdeki analiz elementlerini diğer elementlerden ayrı tutma zorunluluğunu ortadan kaldırmıştır (Ercan, 2008).

Atomik Absorpsiyon Spektrometresi Bölümleri

- ❖ Analizi yapılacak elementlerin absorblayacağı ışığı yayan bir ışın kaynağı,
- Numunelerin atomuna ayrılabilirdiği atomlaştırıcı,
- ❖ Çalışılmakta olan dalga boylarını diğer dalga boyundan ayırabilen bir monokromatör (dalga boyu seçici),
- ❖ Işın şiddetlerinin ölçülmüş olduğu dedektör ve yazıcı bölümlerinden oluşmaktadır (<http://www.megep.meb.gov.tr>). Şekil 3.6.'da şema gösterilmiştir.



Şekil 3.6. Atomik absorpsiyon spektrometresinin genel şeması

AAS ölçümünde öncelikle örnekte olan elementler, atomlaştırıcılarda buhar şeklinde dönüştürülür. Nötr şekildeki temel enerji düzeyindeki atomik buharlar, ışık kaynaklarından gelmekte olan ışınları absorbe ederek, sinyal yerine absorpsiyon değeri ölçülür (Kamalak, 2006).

Atomik Absorpsiyon Spektrometresinde kullanılan ışın kaynakları

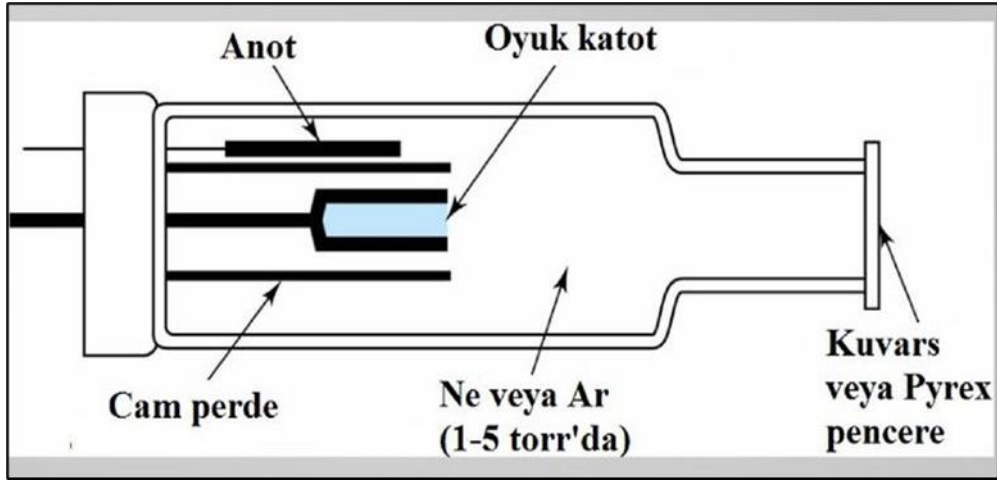
Işık kaynaklarının amacı; örnekteki atomların absorplayacağı dalga boyundaki ışınları göndermektir. Analizi yapılan elementin absorpsiyon hat genişliğinde daha sınırlı emisyon spektrumu yayan ışın kaynağı tercih edilmelidir. Bunun nedeni ise; sıkışık çizgiler spektrumların aynı noktada kesişmesinden oluşan girişimi azaltır. Başka türlü duyarlılığı azaltan başarısız absorpsiyon sonuçları elde edilebilir. AAS’de kullanılmakta olan ışın kaynakları:

- ❖ Oyuk katot lambası
- ❖ Elektrotsuz boşalım lambaları
- ❖ Yüksek ışımalı lambalar
- ❖ Sürekli ışın kaynakları

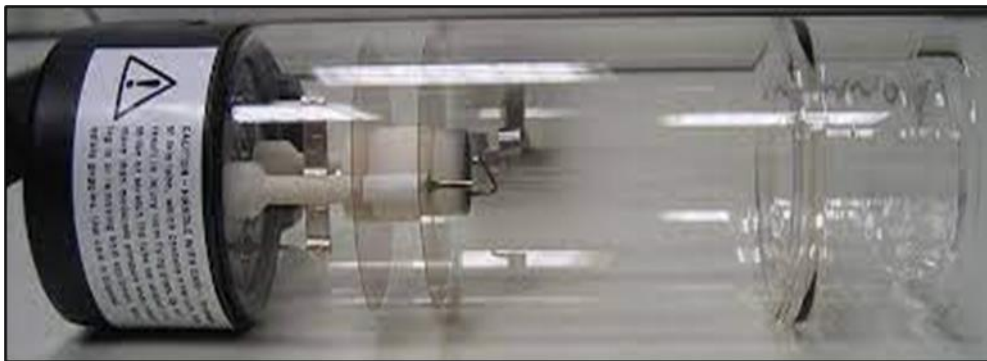
Oyuk katot lambası:

Atomik absorpsiyon spektrofotometresinde en fazla tercih edilen ışın kaynağı oyuk katot lambalarıdır. 1916 senesinde Paschen aracılığıyla proje olarak sunulmuştur. Atomik absorpsiyonda uygulamaya başlanmasıyla beraber Walsh ve yardımcıları aracılığıyla ilerletilerek kolay bir hale dönüştürülmüştür (Gündüz,1990).

- ❖ Oyuk katot lambaları farklı torr basınç altında inert bir gaz (argon ya da neon) ile doldurulan 3-4 cm çapındaki 8-10 cm boyunda anot ve katot kapsayan bir cam silindirden meydana gelmektedir.
- ❖ Katot (-) yaygın şekilde oyuk silindir biçiminde olarak, inceleme elementlerinden yapılmakta ya da analiz elementiyle kaplanmaktadır. Katodun çapı 3-5 mm'dir.
- ❖ Anot (+) ise tantal, nikel, tungsten ya da zirkonyumdan yapılmaktadır. Katodun tamamen zıt tarafında UV ve görünür bölge ışınlarını geçiren kuartz veya camdan yapılmış bir pencere bulunur. Şekil 3.7.'de gösterilmiştir.



A



B

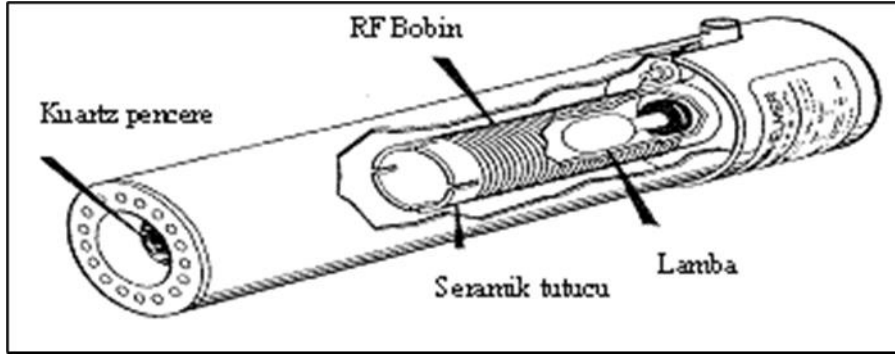
Şekil 3.7. Oyuk katot lambası A) Yan kesiti B) Orijinal hali

- ❖ Anot ile katot arasına 100-400 volt deęerinde voltaj uygulandıęı zaman lamba ierisindeki asal gaz atomları iyonlařmaktadır. Gerekleřen iyonlar katoda arpıřarak yzeyde bulunan metal atomunu kopararak uyarılmaktadırlar.
- ❖ Uyarılmıř olan atomlar temel enerji seviyesine dnnce katot elementine has dalga boyunda olan ıřımayı yaymaktadırlar (<http://www.megep.meb.gov.tr>).
- ❖ AAS prosedr de her bir madde iin o maddeye zel bir oyuk katot lambasının spektrofotometreye iřlemesi gerekmektedir. Bu atomik absorpsiyon analizindeki aleyhte durum olmaktadır. Bu sebepten fazla maddeli oyuk katot lambaları tercih edilmiřtir.
- ❖ Bu ama ile yararlanılacak ekipmanların uygun, katot alařımlar, metalik bileřikler veya toz řekline getirilen metal karıřımından oluřur.
- ❖ Fazla unsurlu lambalar kullanıřlı olduęu halde her bir elementteki emisyon řiddetleri tekli lambaya gre zayıf olmaktadır. Bunun sonucunda ise sinyal grlt dzeyi artar kesinlięi ve gzlenebilme sınırlarını olumsuz etkileyebilmektedir (Tokman, 2007).

Elektrotsuz Bořalım Lambaları:

- ❖ Elektrotsuz bořalım lambasının ıřın řiddetleri oyuk katot lambasına nazaran daha yksektir. Bunun yanı sıra daha ucuz řekilde ulařılabilir.
- ❖ 8-10 cm uzunluęunda, 0,5 -1 cm apında, deęiřik mg belirlenmiř olan elementleri kapsayan ve farklı mm Hg basıncında argonla doldurulan kapalı kuartz tpten oluřur.
- ❖ Tp byk frekanslı bir jeneratrn sarım aralarına yerleřiktir. Dřk wattan 200 wata kadar bir gle uyarılmaktadır.
- ❖ OKL den daha fazla ıřık řiddeti meydana getirirler. Bu trdeki lambalar elektrot iermez, analit maddelerini ve farklı torr basınta argon aynı inert gazı kapsayan kapalı kuvars bir tptr.
- ❖ Radyo frekansı veya mikrodalga ıřını ile lambanın iindeki atomlarca uyarılır. İlk olarak argon atomları iyonlařır, sonra bu iyonlar, analit atomlarına tepkimeye girerek onları uyarılmaktadır.

- ❖ Bu türdeki lambaların fiyatlarının daha uygun olması önemli bir kazanımken; verim olarak değerlendirildiğinde oyuk katot lambalarının gerisinde kalmaktadırlar. Şekil 3.8.'de elektrotsuz boşalım lambaları gösterilmiştir.



A



B

Şekil 3.8. Elektrotsuz boşalım lambaları A) Yan kesiti B) Orjinal hali

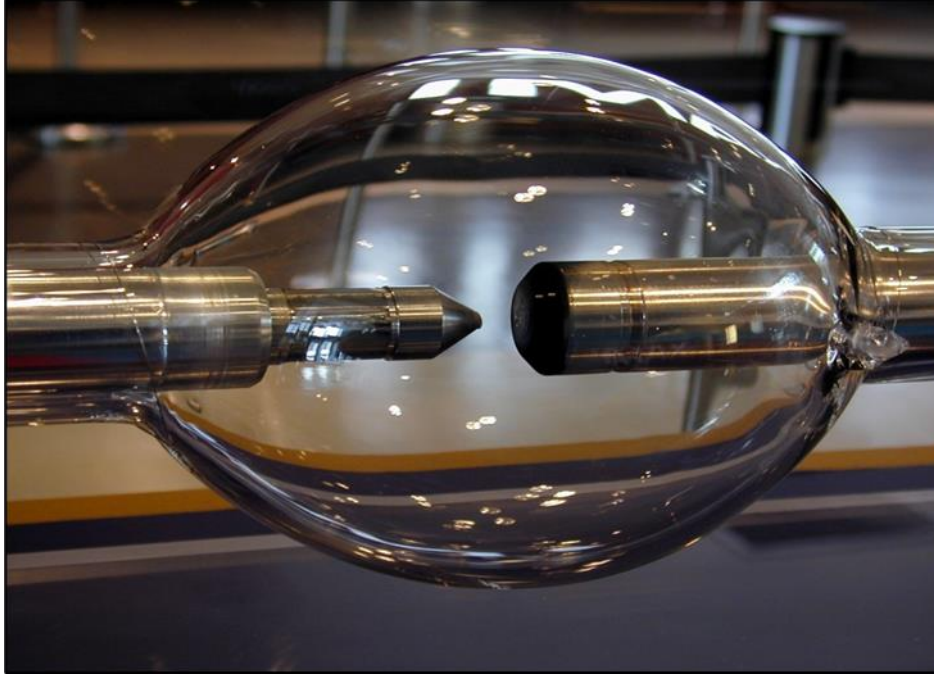
- ❖ Elektrotsuz boşalım lambası vakum UV bölgesinde önemli avantajlara sahip olmaktadır. Bu nedenle bölgede analiz yapılan elementler için yeterli ışın kaynağı bulunmamaktadır.
- ❖ İlaveten bu bölgelerde alev, hava ve merceklerdeki absorpsiyon ve aynanın düşük yansımaya özelliği sebebiyle yüksek ışımaya şiddetleri olabildiğince önemlidir. Bu gibi ortak özellikleri olan lambalardaki en önemli sorun ömrünün kısa olmasıdır (Lajunen,1992).

Yüksek Işımalı Lambalar:

- ❖ Walsh ve Sullivan aracılığıyla düzenlenmiş olan yüksek ışmalı lambalardaki klasik oyuklar katot dışında farklı çift yardımcı elektrotlar bulunur.
- ❖ Standart oyuk katot lambasında katotlarda kurulmuş atomların hepsi uyarılmaz. Ancak uyarılmış olan atomlar ışımaya yapabilecekleri maksadıyla yardımcı elektrotların hedefi geride kalan başlangıç düzeyindeki atomları canlandırmak için gereken ikinci akımı taşımaktadır.
- ❖ Böylelikle ışın şiddetindeki oyuk katot lambası için 50-100 derece artış görülmektedir.
- ❖ Bununla beraber yüksek ışmalı lambalardaki yapıların karışıklığı ve ikinci bir güç kaynağı ihtiyacı duyulmasıyla spesiyal faaliyetler haricinde fazla kullanılmamaktadır.

Sürekli Işın Kaynakları:

- ❖ Büyük parlaklıktaki ışımaya gerçekleştiren ışın kaynağı ilk görüşte çeşitli sebeplere göre daha verimli görünebilirler.
- ❖ Özellikle emisyonu kararlı olup, birden fazla elementlerin incelenmesinde daha ucuz ve kullanışlıdır.
- ❖ Dayanıklı ışın kaynaklarının emilim hatlarının sıkı olması, üstün nitelikli bir monokromatörle dahi analitik doğrusalıktan sapmalar oluştuğundan yüksek absorbanlarla kullanmak verimli sonuçlar elde edilmediğinden kısaca bir süreye kadar bu lambalar AAS' de tercih edilmiyordu.
- ❖ Son dönemlerde CCD (charge coupled device) dedektörü kullanılarak düzenli şekilde ışın kaynağının kullanıldığı AAS'ler geliştirilebilmiştir. Bu yardımıyla birçok sayıda maddenin neredeyse aynı zamanda incelenerek AAS'deki herbir madde için lamba değiştirme dezavantajları da sonlanmıştır.

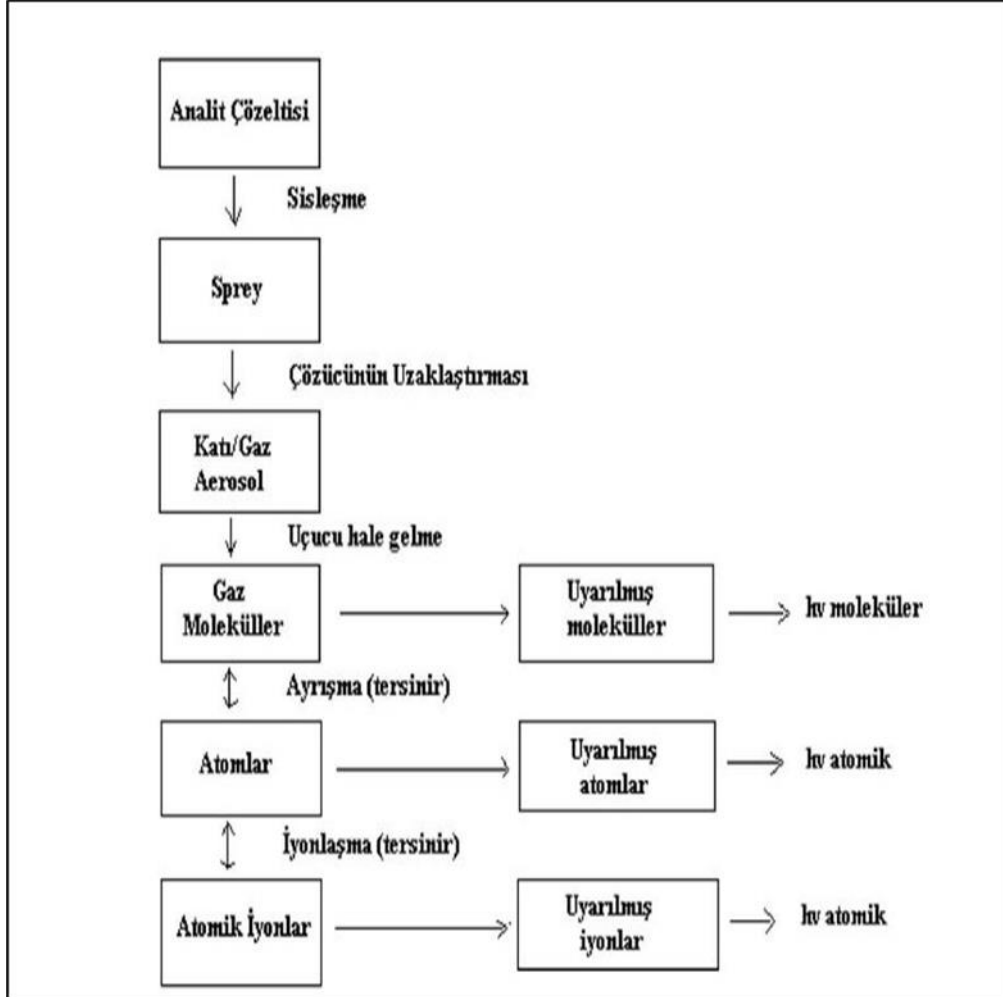


Şekil 3.9. Ksenon ark lamba

Atomlaştırıcılar

- ❖ Absorpsiyon hücresi olarak bilinen atomlaştırıcının fonksiyonu, numunedeki molekül ve iyonlardan, inceleme tabii tutulacak elementlerin temel seviyedeki atom buharlarının oluşturulduğu bölmedir. İncelenmesi istenen elementlerin atom buharını oluşturması faaliyetine “atomizasyon” denir ve numunenin alevle püskürtülmesiyle oluşur.
- ❖ Atomlaştırıcının asıl amacı, incelemedeki molekül ya da iyonlardan temel haldeki element atomlarını oluşturmaktır. Gerçekleşen; bu işlem diğer atomik absorpsiyon incelemelerinde en hassas çalışmadır. Yapılan çalışmanın başarılı veya başarısız olması atom verimliğine ilişkilidir; analizin hassasiyeti çalışılan maddenin atomlaşma derecesi ile doğru orantılıdır. Tercih edilen atomlaştırıcıları; alevli ve alevsiz (elektro termal) atomlaştırıcılar olarak iki kısımda inceleyebiliriz. (<http://www.megep.meb.gov.tr>).
- ❖ 1970’li yıllara kadar örnek atomların ayrışması amacıyla atomik absorpsiyon spektrofotometrisinde çözelti alevle püskürtülmüştü. Sonrasında ise alevsiz (elektro termal) atomlaştırıcılar (soğuk buhar teknikleri, hidrür tekniği ve grafit

fırın teknikleri) eser elementleri ya da ultra eser element analizlerinde önem kazanmıştır(Tokman, 2007). Şekil 3.10.'da atomlaştırma süreçleri gösterilmiştir.

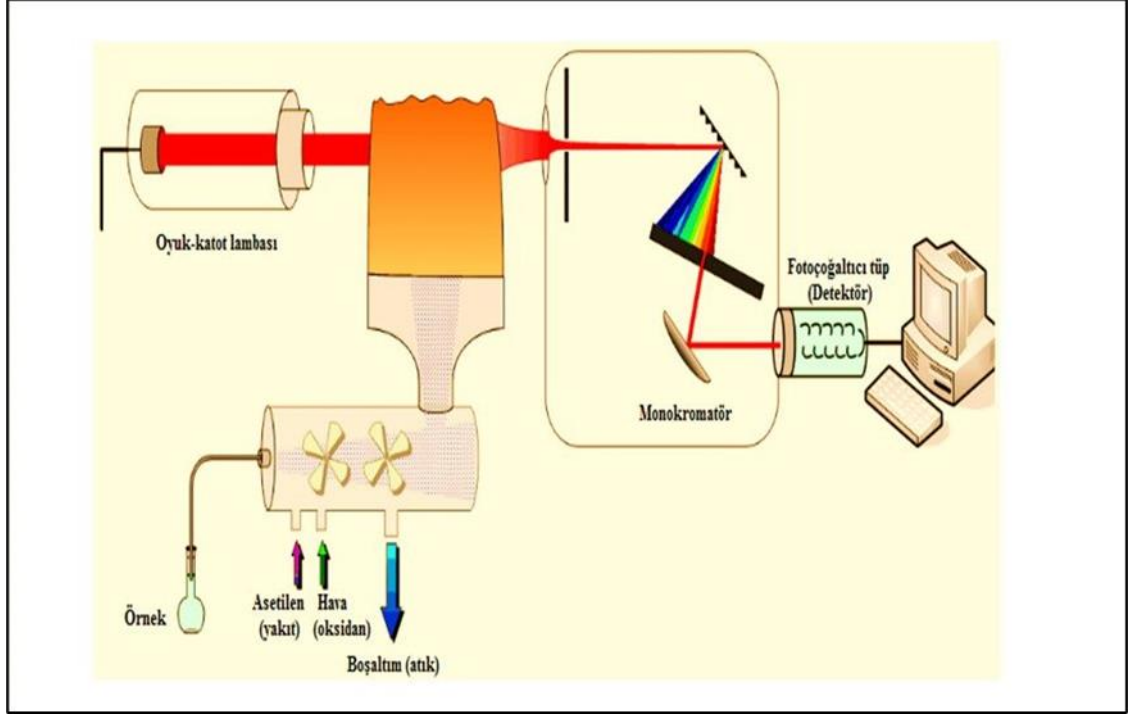


Şekil 3.10. AAS'de atomlaştırma sırasında oluşan süreçler

Alevli Atomlaştırıcılar:

- ❖ Atomlaştırma amacıyla alevin içine analiz çözeltisi bir yanıcı-yükseltgen gaz karışımıyla çekilir ve püskürtülür.
- ❖ Püskürtme sonrasında örnekteki çözücü buharlaşma sonucu ayrılır ve moleküler bir aerosol oluşur.

- ❖ Bu aerosol moleküllerinin büyük bölümü ayrışarak atomik bir gaz oluşur. Bu şekilde oluşan atomların çoğunlukla iyonlaşarak katyon ve anyonları meydana getirirler.



Şekil 3.11. Alevli AAS cihazının akış şeması ve çalışma prensibi

- ❖ Çizelge 3.3'te alev spektroskopide tercih edilen yanıcı ve yükseltgen gazlar ile bu gaz çözeltileri kullanılarak varılabilen maksimum dereceler verilmiştir. (<http://www.megep.meb.gov.tr>).

Çizelge 3.3. AAS’de kullanılan bir takım yakıcı ve yanıcı gaz çeşitleri ve bunların oluşturduğu alevlerin en yüksek sıcaklıkları

Yanıcı Gaz	Yakıcı Gaz	Maksimum sıcaklık, °C
Doğal gaz	Hava	1800
Propan	Hava	1900
Hidrojen	Hava	2000
Asetilen	Hava	2300
Hidrojen	Oksijen	2700
Hidrojen	Azotprotoksit	2650
Propan	Azotprotoksit	2650
Asetilen	Azotprotoksit	2800
Asetilen	Oksijen	3100

Elektrotermal Atomlaştırıcılar:

- ❖ Elektrotermal atomlaştırıcı, gaz olarak serbest metal atomlarını oluşturabilmek için elektrik ile ısıtılmış olan grafit tüpler, metal şeritler, grafit çubuklar ve metal bobinlerdir.
- ❖ Sıkça tercih edilen elektrotermal atomlaştırıcılar, direnç ile ısıtılmış grafit tüplerdir. Bu tür atomlaştırıcılar grafit fırınlı AAS şeklinde isimlendirilirler.
- ❖ Fırınlarda içerisinde numunenin grafit tüpe işlendiği küçük bir delik bulunmaktadır. Bu şekilde kaynaktan gelen ışın tüpün içerisinden geçmektedir.
- ❖ Fırınlardaki örneklerin atomla ilgili çeşitlerinin fırın duvarına difüzyonunu engellemek amacıyla genelde pirolitik grafitle sarılmaktadır.
- ❖ Pirolitik grafit, karbonun inert atmosferde ısıtılması ile hazırlanmaktadır. Bunun yanı sıra fırın oksidasyonuna karşılık Ar veya N₂ ile korunmaktadır.
- ❖ Elektrotermal atomlaştırıcılar dezavantajları, küçük numune hacminde, alışıktan olmayan çok fazla duyarlılık avantajı sergilemektedir. Nitelik olarak, 0,5 ve 10 µL’lik örnek hacmini kullanılmaktadır.

- ❖ Fırın yöntemi yavaş olup, element başına tipik olarak birkaç dakika gerekmektedir (Tokman, 2007).
- ❖ Avantajları ise; bu atomlaştırıcılarda küçük numune hacimleri tercih edilir.
- ❖ Alevde sisleştirmesi güç olan viskoz sıvılarla rahatlıkla çalışılabilir.
- ❖ Daha düşük sınıırı değerleri gözlenilebilir.
- ❖ Atomik buharın kimyasal ve ısıl yapısı daha iyi netice alınabilir.
- ❖ Buharlaşma ve atomlaşma kazançları alevli atomlaştırıcılara nazaran etkili alanı daha elverişlidir.
- ❖ Hassasiyeti daha fazladır. Katı numunelerin doğrudan incelemesi yapılabilmektedir.



A

B

Şekil 3.12. Grafit Tüp A) Orijinal hali B) Yan kesiti

Elektrotermal Atomlaştırıcılarda Kullanılan Isıtma Programı:

1- Kurutma Basamağı: İlk olarak bu aşamada çözücü buharlaştırılır. Bunun içinde fırın 30 saniye süre ile çözücünün kaynama noktasının üzerinde bir derecede tutulmaktadır. Sulu çözeltilerde genelde 110 °C kadar ısıtma işlemi yapılmaktadır. Sıçramaları engel olmak amacıyla kurutma aşamasında sıcaklık yeterli derecede tutulmalıdır.

2- Küllenme Basamağı: Küllenme aşaması incelenen elementin buharlaştırılmadan uçucu matrikslerin koparıldığı aşama olup numune içerisindeki bütün uçucu bileşenleri uzaklaştırmayı gerçekleştirecek kadar uzun sürmelidir. Özgün olarak bu kademedeki

derece 350-1200 °C aralığında deęişmektedir. Ön atomlaşma aşamasında organik ve uçucu inorganik bileşikler koparılır ve incelemedeki matriks bileşenleri parçalanır.

3- Atomlaşma Basamağı: Bu adımda ise sıcaklık analiz maddelerinin gaz atomlarının oluşturduğu seviyeye çıkabilirler. İncelemesi yapılan elementlere göre derecesi (yaklaşık 5 s) 2000-3000 °C arasındadır. Örnekte bulunan elementin absorpladığı ışık bu aşamada ölçülmektedir. Sinyaller genel olarak bir yazıcı tarafında alınır, görüntülenecek olan sinyal pik düzeyindedir. Kolay atomlaşan elementler için çok az sıcaklık tercih etmek ve atomlaşma süresi şeklinde de uygun olan en kısa süreyi belirlemek grafit tüplerin ömürleri bakımından önem taşımaktadır.

4- Temizleme Basamağı: Tüp maksimum derecelere yükseltilerek kalıcı veya az uçucu matriksler bölgeden koparılır.

5- Soğutma Basamağı: Son adımda ise oda derecesine kadar fırın soğumaya alınır. Her bir aşama gerekli durumlarda birkaç sıcaklık planı oluşturularak en uygun hale getirilmelidir.

Monokromatörler:

- ❖ Spektroskopik metotların birçoğunda cihazın üstünlükleri monokromatörün ayırıcılıklarına mecbur olmasına rağmen, AAS içinse pek önem arz etmemektedir.
- ❖ AAS beğenilen monokromatörde ayırt edicilik ve ışın miktarındaki bağlantılar dikkat edilmesi gerekmektedir. AAS'nin elementi ayırma ve spektral engelleme kabiliyeti monokromatöre zorunlu olmayıp oyuk katot lambalarının yaymış olduğu emisyon hattının ve incelenen elementlerinin absorpsiyon hattının genişliklerine bağlı olmaktadır.
- ❖ Monokromatörün asıl görevi tayin elementlerinin rezonans hatlarını, oyuk katot lambalarının yaymış olduğu başka hatlardan ayırt etmektir.
- ❖ İki boşluk (bir giriş ve çıkış), dalga boylarının ayırma bileşenleri ve destekçi optik bileşenlerinden oluşmaktadır.

- ❖ Giriş ve çıkış boşlukları, ışın kaynaklarından çıkıp monokromatöre giren ve dedektör yüzeyine düşen ışın düzeylerine hakim olmaktadır.
- ❖ Büyük giriş yarıkları kullanıldığında ışın enerjilerinin geniş bir bölümü dedektörlere göndermektedir. Bu durumdaki parçalanma, sinyale göre küçüldüğü için sinyal kararlı ve kesin olduğundan az miktarda derişimler bile belirlenebilmektedir (Welz,1985).

Dedektörler:

- ❖ AAS' de ışık sinyalinin elektriksel sinyallere dönüşümü için detektörlerden yardım alınır.
- ❖ Işığa hassas bir katot, sıralı dizilmiş bir dizi dinot ve sonunda kullanılan bir anottan oluşan foto çoğaltıcılar tercih edilir.
- ❖ Monokromatörden gelen bir foton katot yüzeyine vurarak elektron parçalayıp ve bu elektron birinci dinoda vurarak buradan elektronu uzaklaştırır.
- ❖ Bu yöntem, başka dinodlar üstünde elektron sayısı yayılarak ilerler.
- ❖ Sonuç olarak; foton sinyali genişliği hayli yüksek olan elektronik sinyale dönüşmektedir (Tunçeli, 1998).

Atomik Spektrum Hat Genişlemesi

Atomik absorbsiyon hatları monokromatik olmayıp, belli bir hat genişliği bulunmaktadır. Atomik hatların genişliği atomik spektroskopide oldukça önem arz eder. Dar çizgiler daha çok tercih edilmektedir. Bunun sebebi ise spektrumların örtüşmesinden kaynaklanan girişim ihtimalini düşürür.

Atomik absorbsiyon hatlarının genişlemesinde etkili olan unsurlar şunlardır:

- ❖ Tabii hat genişlemesi
- ❖ Doppler genişlemesi
- ❖ Basınç genişlemesi

Tabii hat genişlemesi:

- ❖ Kuantum mekaniğinden anlaşıldığı üzere bir atomun enerji düzeyleri belli bir seviyede görülmeyip E_1-E_2 geçişine bağlı enerji düzeyleri ΔE_1 ve ΔE_2 gibi enerji genişliği bulunmaktadır. Bu hususda uyarılma neticesinde bir tek enerji yerine iki enerji terimindeki belirsizliklerin toplamı ($\Delta E_1 + \Delta E_2$) safhasında hatın genişlemesi görülmektedir.

Doppler genişlemesi:

- ❖ Doppler genişlemesi atomların ısısal hareketinden kaynaklanmaktadır.
- ❖ Absorbsiyon frekansları, absorblama yapan atomun ışın kaynağına uygun olarak hareketine ile ilişkilidir.
- ❖ Şayet eylem kaynaklara uygun ise absorbsiyon frekansı düşer, tersine ise artmaktadır.
- ❖ Kökenine bağlı olarak hızı olmayan atomlar ise doppler genişlemesinden etkilenmemektedirler. Absorbsiyon hat genişlikleri diğer bir genişletici etken bulunmuyorsa tabii hat genişliğindedir.

Basınç genişlemesi:

- ❖ Absorbsiyon hattının genişleme gerekçelerinden biri de absorbsiyon yapan atomların ortamdaki yabancı gaz atomu veya molekülleri ile çarpışmasıdır. Bu çarpışma neticesinde absorbsiyon hattı genişler hat maksimuma kayarak, hat profillerinin simetrisi bozulmaktadır.
- ❖ Basınç genliği farklı gazın molekül ağırlığına absorblama yapan atomun ağırlığına ve ortamın derecesiyle ilişkilidir.
- ❖ Uygulamalı olarak yabancı gazın basıncı yükseldikçe, hat genliğinin, hat maksimumundaki kaymanın ve hat profilinin asimetrisinin arttığı tespit edilmiştir (Tokman, 2007).

Atomik Absorbsiyon Spektroskopisinde Görülen Girişimler

- ❖ ASS'de nicel analizler referans maddeyle karşılaştırma yöntemiyle yapıldığı için, örneğin referans maddelerine göre herhangi bir davranışı engellemeye sebep olacaktır.
- ❖ Bir örneğin sinyalindeki yöntemsel bir arızaya, dolayısıyla neticelerin hatalı olmasına sebep olan etkiye girişim adı verilir.
- ❖ Girişimler pozitif ya da negatif hataya sebep olabilir.
- ❖ Girişimler kaynağına göre spektral, fiziksel, kimyasal, iyonlaşma ve zemin girişimler biçiminde sınıflandırılabilir.
- ❖ Kimyasal ve Fiziksel girişimler temel durumdaki atom sayılarına etkisi olurken, spektral ve zemin girişimler direk sinyale etkiler.

Kimyasal Girişimler:

Atomlaştırıcılarda oluşan kimyasal reaksiyonların sonucudur. Kimyasal girişim, maddenin kantitatif olarak atomlaşmasını engel olan rastgele bir bileşik oluşumu olarak açıklanır. Kimyasal girişimlerin oluşmasının öncelikle iki sebebi vardır;

Kolay erimeyen veya buharlaşan tuz oluşup ve oluşan moleküller tam anlamıyla bölünmezler veya serbest atomlar bölgede bulunan farklı atom veya radikallerle tepkime oluşturarak absorpsiyon için kabiliyetlerini yitirirler. Pek çok kimyasal girişim, alev derecesinin yukarı çıkarılması ya da kimyasal ortamının farklılaştırılması ile koparılır.

Bu aşamalar sonucunda istenilen bilgilere ulaşamıyorsa aşağıdaki metotlar geçilebilir;

- ❖ Girişim gerçekleşen iyon, standart çözeltiye ilave edilir. Analit bölgesi ve Standard çözeltiler karşılıklı olarak taklit edilir,
- ❖ Girişimde bulunan anyon, inceleme çözeltisine fazla eklenen farklı bir katyonla eşlenir,

- ❖ Analiz yapılacak madde, ayırma yöntemleri kullanılarak örnek bölgesinden uzaklaşır,
- ❖ Standard ekleme metodu ile devam edilir.

Alevsiz atomlaştırıcılarda inert ve indirgen bir durum olması halinde alevin özelliklerinden dolayı kaynaklanan kimi kimyasal girişimler tespit edilemez (Aydın, 2009).

Fiziksel Girişimler:

- ❖ Çözeltilerin akıcılığı, yüzey gerilimleri ve kısmi ağırlıkları benzeri fiziksel niteliklerinin numune ve standart çözeltilerde çeşitli olmasından ortaya çıkar.
- ❖ Öyle ki bu hususlar sisleşme sonuçlarını etkilemektedir.
- ❖ Örnek olarak çözeltinin akıcılığı, yüksek ölçüde tuz eklenmesiyle yükselirse, daha az örnek emilerek damlacıklar artar, aleve ulaşmış olan örnek miktarları düşer.
Fiziksel girişimler, numune ve standart çözeltilerin fiziksel özelliği birbirlerine benzetilmesi ile giderilmektedir.
- ❖ Bu ya incelemenin seyreltilmesi veya standart çözeltinin aynı matrikste hazırlanması ile sağlanabilmektedir.
- ❖ Standart ekleme uygulaması bu girişimleri ortadan kaldırmanın en iyi çözümlerinden birisidir.

İyonlaşma Girişimi:

- ❖ Atomlaştırıcılardaki elementler sıcaklıklara ilişkili şekilde iyonlaşmaktadır.
- ❖ İyonlaşmanın sonucunda temel düzeydeki atom sayıları düşeceği için ve iyonların spektral hattı atomların spektral hatlarıyla benzer dalga boyunda olmadığı için iyonlaşma, ölçülmesi gereken absorbansdan daha az değer sağlanmasına neden olur.
- ❖ İyonlaşma genelde atomlaştırıcı sıcaklıklarının çokça olduğu durumda gerçekleşir.

- ❖ Atomlaştırıcı sıcaklıklarının azaltılmasıyla iyonlaşma bir oranda önlenebilir.
- ❖ Alevli atomlaştırıcıda, propan-hava alevi kullanılmak suretiyle iyonlaşmanın analize etkileri düşürülebilir.
- ❖ Atomlaştırıcı sıcaklıklarının azaltılması, çok fazla elementin tam olarak atomlaşmasını da önleyebileceğinden mutlak çözüm olmamaktadır.
- ❖ İyonlaşma engelleme oranının düşürülebilmesi için kullanılmakta olan bir diğer teknikte, standart ve inceleme çözeltilisine, iyonlaşma enerjisi zayıf farklı maddenin yerleştirilmesidir.

Spektral Girişimler:

- ❖ Bu girişimler, atomlaştırıcıdaki iki maddenin ya da bir madde ile fazla atomlu bir çeşidin benzer dalga boyundaki ışığın emilimi ya da yaymasıyla meydana gelir.
- ❖ İncelemede çıkan farklı bir maddenin absorpsiyon hattı ile işlemi alınacak analizin absorpsiyon hatlarının örtüşmesi neticesinde görülür.
- ❖ Bu işlemlere engel olmak önlemek için numunenin diğer bir hattı varsa o hat üzerinden ölçüm gerçekleşir,
- ❖ Veyahut zeeman etkileşimiyle zemin düzeltmesi gerçekleşir (Skoog ve ark.,1998).

Zemin Girişimi:

- ❖ Zemin girişimi, incelenen karışımda oluşan çok atomlu çeşitlerin ışığı absorplamasıyla ortaya çıkar.
- ❖ İnceleme maddenin ölçüm yapıldığı dalga boyunda atomlaştırıcıda oluşabilecek molekül ve radikaller, oyuk katot lambasından yayılan ışığın belirli bölümünü absorplamaları sonucunda oluşur.
Bu girişimler neticesinde absorbans ölçümleri biraz daha yükselir ve inceleme sonuçları hatalı oluşturulur.
- ❖ Matrikste bulunan madde, alev gazıyla etkileşmesiyle oksit molekülleri ya da hidroksit radikelleri oluşturabilir.

- ❖ Analizi yapılan madde ile molekülün benzer dalga boyunda absorpsiyon yapması neticesinde moleküler absorpsiyon girişimi tespit edilir.
- ❖ Yüksek tuz derişimli numune tercih edildiğinde parçacıkların difüzyonu rastlanır.
- ❖ Bu sonuca GFAAS' de daha çok görülür. Bu sebeple GFAAS ile yapılan analizlerde zemin düzeltme daha önemlidir.
- ❖ Bu girişimi engel olmak için, dalga boyu tercihin ve gaz ölçülerine önem verilmeli, ek olarak zemin düzeltmesi ile tamamlanmalıdır (Weldon, 1999).

Zemin girişiminin düzeltilmesinde kullanılan metotlar;

- ❖ Sürekli ışın kaynağı kullanılması yöntemi
- ❖ Çift hat uygulaması
- ❖ Zeeman uygulaması
- ❖ Smith – Hieftje yöntemidir.

Çift Hat Uygulaması:

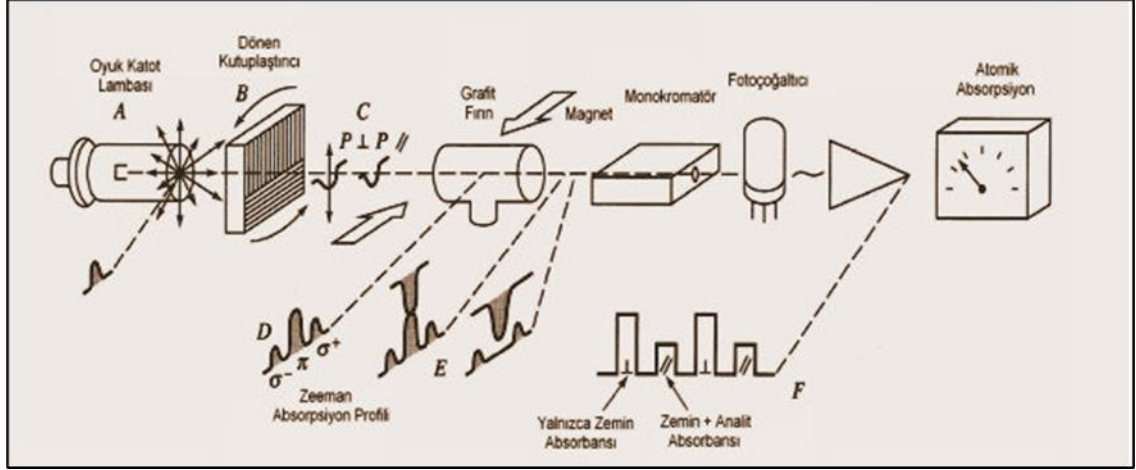
- ❖ Uygulamada, absorbansın iki değişik dalga boyunda iki kez ölçülmesi ile oluşur.
- ❖ İlk olarak incelemeye bağlı dalga boyunda uygulanır. Sonrasında ise bu hatta çok yakın olan başka bir hat üzerinde yapılır.
- ❖ İnceleme hattında gerçekleşen ölçümler neticesinde meydana gelen absorbans, örnek atomlarının absorbansı ile zemin girişimine yol açan farklı tiplerin absorbanslarının toplamına aynıdır.
İkinci hatta oluşan absorbans, zemin engellemesine oluşturan tiplerin neden olduğu absorbanstır.
- ❖ İki absorbans ölçümlerin sonuncundaki ayırım inceleme atomlarına bağlı absorbansı oluşturur (Aydın, 2008).

Sürekli Işın Kaynağı Yönetimi:

- ❖ AAS' de en fazla kullanılan zemin düzeltme yöntemidir.
- ❖ Oyuk katot lambası ile beraber bir referans ışığın tercih edildiği metottur.
- ❖ Bu nedenle sürekli ışık kaynağı olan döteryum (D2) lambası tercih edilir.
- ❖ D2 ve oyuk katot lambasından saçılan ışın, bir dilici desteğiyle atomlaştırıcıya peş peşe ulaştırılır.
- ❖ Oyuk katot lambasından saçılan ışık, inceleme atomları ve zemin girişimine sebep olan tipler aracılığıyla absorplanırken, sürekli ışık kaynağından yayılan ışın zemin girişimine sebep olan moleküller ve farklı çeşitler neticesinde absorplanır.
- ❖ İki sinyal sonucunda oluşan farktan inceleme atomlarına bağlı absorbands verisine ulaşılır (Aydın, 2008).

Zeeman Yönetimi:

- ❖ Manyetik alan metodunda spektral hatlar üç şekilde oluşur. Gerçekleşen işleme Zeeman etkisi denir.
- ❖ Manyetik alanın etkisinden hatlar π , $\sigma +$ ve $\sigma -$ öğelerine ayrışır.
- ❖ Bu ayrışmada, merkez π bileşeni magnetik alana paralel düzlemde gerçek dalga boyunda, σ bileşenleri ise dik düzlemde merkez bileşenin iki yanında eşit dalga boyu mesafelerince dizilir.
- ❖ Işık kaynağının saçtığı π ve σ bileşenleri dedektöre ulaşmadan hemen önce dönen bir polarizörden geçerek birbirine dik olan iki bileşenlerine ayrılır.
- ❖ Bu bileşenler atomlaştırıcıdan geçerken π bileşeni analitin atomları ve zemin girişimine sebep olan cinsler aracılığıyla absorplanır.
- ❖ σ bileşenleri ise sadece zemin girişimine sebep olan çeşitler kanalıyla absorplanır.
- ❖ π ve σ bileşenlerinin problem olduğu absorbandsların farkı ölçülerek analite ait absorbands değeri hesaplanır (Yıldız ve Genç, 1993).



Şekil 3.13. Zeeman etkisini kullanan bir Elektrotermal Atomik Absorpsiyon Cihazı

Smith-Hieftje Yöntemi:

- ❖ OyuK katot lambası standart akımda çalıştığında, ilgili dalga boyunda yalnızca tek pik görülür. Şayet akım seviyesi daha yukarı çıkartılırsa fazlasıyla pik yayılır ve iki parça halinde bölünür.
- ❖ Uygun akımlarda zemin absorbansı ve analit absorbansı bütün şekilde ölçülmektedir.
- ❖ Aşırı akımlarda sadece zemin absorbansı ölçülmektedir.
- ❖ Aradaki ayırım düzeltilen, analit absorbansıdır. Teknik olarak bu akım modülasyonu olarak da bilinmektedir (Ercan, 2008).

Atomik Absorpsiyon Spektrometresi ile Analiz Yöntemleri:

- ❖ Farklı örneklerde kalıntı düzeyindeki metallerin AAS ile analizleri, 1950'den sonra seçicilikleri, kolaylığı ve basitliğinden ötürü en çok kullanılan tekniklerden biri olmuştur.
- ❖ AAS atmosferik, jeolojik, metalurjik, çimento, biyolojik numuneler, yağ, farmakolojik, cam vb. örneklerdeki eser metal incelemelerinde sürekli tercih edilmektedir.

- ❖ Periyodik cetvelin VIA, VA ve IVA gruplarındaki elementlerin oluşturmuş olduğu uçucu hidrürlerden yararlanılarak bu gruptaki maddelerin Atomik Absorpsiyon Spektrometresi metoduyla incelemesi yapılabilmektedir.
- ❖ AAS'de elementlerin sayısal analizleri tespit etmek amacıyla, standart ekleme ve kalibrasyon eğrisi metodu kullanılmaktadır.

Kalibrasyon Eğrisi Yöntemi:

- ❖ AAS'de nicel uygulamalar Lambert-Beer yasasına dayalı yapılmaktadır. Absorplanan ışın miktarları ya da emilim, derişim ve atomlaştırıcıda katettiği mesafe ile orantılı olmaktadır.
- ❖ Derişimleri bilinen standart çözeltinin ölçülen absorbans değeri, derişimine karşı çizelgeye geçirilip uyumlu kalibrasyon eğrisi sağlanabilir.
- ❖ Sonrasında analizin absorbansı ölçülür ve çizelge yardımı ile örneği gerçekleşen elementlerin derişimleri bulunmaktadır.

Standart Ekleme Yöntemi:

- ❖ İncelemenin gerçekleştiği yapıdan (matriksten) kaynaklı kimyasal ve fiziksel girişimler neticeleri etkileyebilir.
- ❖ Numunenin yapısının tespit edilemediği durumlarda bu yöntem kullanılmaktadır.
- ❖ Bu sebeple numune en az üç bölüme ayrılmaktadır.
- ❖ İlk olarak belirli bir hacme kadar saf suyla tamamlanmaktadır.
- ❖ Daha sonra diğer bölümlere ise artan miktarda standart çözeltilerden ilave edilerek hacmi ilk değerle aynı seviyeye gelinceye kadar saf suyla tamamlanmaktadır.
- ❖ Her bir çözeltinin absorbansı değerleri ölçülüp ve eklenen madde derişimine karşı okunan absorbans değeri çizelgeye eklenir.
- ❖ Kalibrasyon eğrisinin yatay eksenini kestiği noktanın ters işaretlisi çözeltideki fark edilmeyen derişimini çıkarır (<http://www.megep.meb.gov.tr>).

4. BULGULAR

4.1. Sodyum Rodizonat Reaktifi Kullanılarak Atış Mesfesinin Belirlenmesi

İlk olarak kumaş üzerinde fiziksel inceleme yapılır. Şüpheli delik üzerine göz ve stereo mikroskopla bakılır. Muhtemel giriş ve çıkış delikleri tahmin edilir. Daha sonra kimyasal incelemeye geçilir.

Giysiler üzerinde mermi giriş ve çıkış deliği tespiti ve atış mesafesi tayininde kullanılmakta olan yöntem Sodyum Rodizonat Testidir (Dillon, 1990).

Sodyum rodizonat reaktifini düzenlemek için cam tüp içerisine düşük oranda konulup kahverengi gözlemlene kadar üzerine distile su eklenerek, belirli bir süre karıştırıldı. Çökelti oluştuğu gözlemlendiğinde doymuş olduğu anlaşıldı. Taze olarak deney için yeterli miktarda hazırlandı. %15' lik asetik asit, 85 ml distile su içerisine eklenerek asetik asit çözeltisi oluşturuldu. Yapılan çözelti ile ıslatılmış özel filtre kağıtları, mermi deliklerinin oluşturduğu düşünüldüğü bölgelere yerleştirilip hidrolik pres makinası ile sıkıştırıldı ve 15 dk bu şekilde bekletildi. Yapılan işlemler sonucunda atış artıklarının bünyesinde görülen kimyasal elementler özel ıslatılmış filtre kağıdına transferi gerçekleşti. Filtre kağıdına geçirilen atış artıkları elementleri, doymuş sulu sodyum rodizonat reaktifi ile sprey uygulamasıyla püskürtüldü. Gerçekleşen işlem sonucunda atış artıklarının da bulunan antimon, baryum, kurşun gibi metal elementlerin varlığını gösterir.

4.2. Atış Artıklarının AAS Cihazı ile Analizi

Çalışmamızın ikinci bölümünde; 5,10,15,20,25,30 metre mesafeden 1 adet fişek kullanılarak ayrı ayrı 3 defa olmak üzere toplamda 18 adet fişek kullanılarak atışlar yapılmıştır. En iyi atış artığı toplama yönteminin nitrik asitle svaplama olduğu ve antimonu %60-70 arasında çözebildiği belirtilmiştir (Koons, 1993). Atışlar sonrasında hedef materyalden flaster bant kullanılarak svaplar alınmıştır. Toplamda 18 adedi kumaş üzerinden alınan svap numunesi ve 1 adedi flaster bant kontrol numunesi olmak üzere toplamda 19 adet svap alınarak svap kutularına etiketlenerek konulmuştur. Ayrıca

svap kutuları numaralandırılarak analiz için liste hazırlanmıştır. Svap kutuları tezgah üzerine dizilerek, kapakları açılmıştır. Her bir kutu svap kutusu içine tek kullanımlık tahta çubuk konulmuştur. Svap kutusu içindeki svap, tahta çubuk yardımıyla kutunun dibinde kalabilmesi için bastırılarak, üzerine 5 ml % 8 (v/v)'lik HNO₃ ilâve edilmiştir. Svabın çözelti içinde kalması için tekrar tahta çubuk yardımıyla bastırılmıştır. İşlemin sonunda tahta çubuklar atılarak svap kutusunun kapağı kapatılmıştır. Bu işlem diğer svap numuneleri için de aynı şekilde tekrarlanmıştır. Bir tepsiye alınan svap kutuları çalkalayıcıda, oda sıcaklığında 30 dakika boyunca 200 rpm (devir/dakika) hız ile çalkalanmıştır. Çalkalama işlemi neticesinde svap çözeltileri 2 ml'lik AAS oto örnekleyici viallerine dolmaya yakın olacak miktarda aktarılmıştır. Söz konusu vialler tambur olarak adlandırılan oto örnekleyici bölmesindeki yerine konulmuştur.

4.3. Metot Bilgileri

AAS cihazında Atış Artıklarından Antimon elementinin analizi için kullanılan metot parametreleri aşağıdaki çizelgelerde gösterilmiştir.

Çizelge 4.1. Antimon elementinin analizinde kullanılan metot parametreleri

Element	Sb
Cihaz Tipi	Zeeman
Derişim Birimleri	µg/L
Cihaz Modu	Absorbans
Ölçüm Modu	Pik Yüksekliği
Standart Okuma Sayısı	3
Numune Okuma Sayısı	1
Dalga Boyu	217,6 nm
Slit Aralığı	0,2 nm
Arka Zemin Düzeltmesi	Var
STANDART 1	5 µg/L
STANDART 2	10 µg/L
STANDART 3	20 µg/L
STANDART 4	40 µg/L
STANDART 5	80 µg/L
Kalibrasyon Eğrisi	Lineer
Toplam Hacim	15 µL
Numune Hacmi	10 µL
Standart Derişimi	100,0 µg/L (100 ppb)

Çizelge 4.2. Antimon elementinin analizinde kullanılan metot parametreleri

Basamak	Sıcaklık (C°)	Süre (s)	Argon Gazı Akış Hızı (L/dk)	Okuma	Sinyal Kaydı
1	65	2,0	0,3	--	--
2	95	20,0	0,3	--	--
3	120	15,0	0,3	--	--
4	350	10,0	0,3	--	--
5	700	10,0	0,3	--	--
6	700	1,0	0,3	--	--
7	700	2,0	0,0	--	--
8	2700	1,0	0,0	Pozitif	Pozitif
9	2700	0,6	0,0	Pozitif	Pozitif
10	2700	3,0	0,3	--	--

Metot; kurutma, külleme, atomlaştırma ve temizleme olmak üzere 4 basamaktan oluşmaktadır. Metotta görüldüğü üzere sıcaklık, çok kısa sürede artmakta ve yine çok kısa sürede soğutulmaktadır. Soğutma için ise cihazda entegre su soğutucu bulunmaktadır. Her numune için analiz süresi yaklaşık olarak 65 saniyedir. Yapılan çalışmalar neticesinde, Adli Laboratuvarlarda AAS cihazı kullanılarak yapılan atış artıkları analizlerinde Sb derişiminin 10 µg/L'lik (10ppb) derişim sınırı üzerinde sonuçlar pozitif (atış artığı var) olarak değerlendirilmektedir.

4.4. Kalibrasyon Grafiğinin Oluşturulması ve LOD-LOQ Değerlerinin Hesaplanması

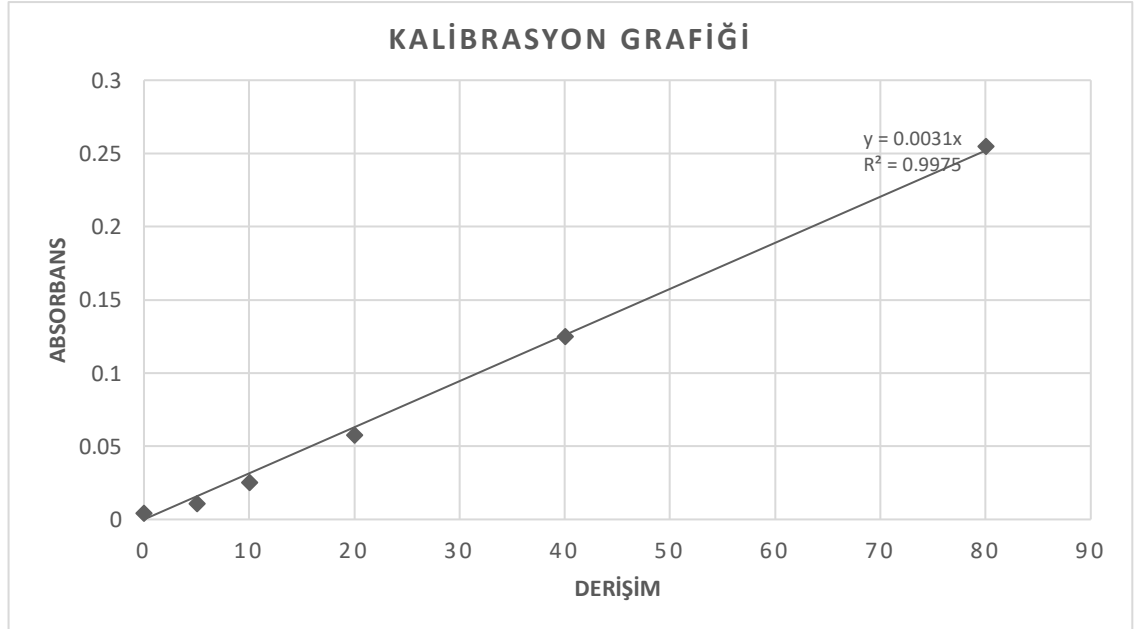
Cihazımızın ayarları yapıldıktan sonra 100 ppb lik standart Sb çözeltisi ve %1 lik HNO₃ çözeltisi oto örnekleyicide ilgili yerlere yerleştirilerek kalibrasyon işlemlerine başlanmıştır. Kalibrasyon işlemleri, Calzero (%1 lik HNO₃) ve 5-10-20-40-80 ppb lik 5 farklı derişimde Sb standart çözeltisi kullanılarak yapılmıştır. Kalibrasyon esnasında

Calzero (kör numune) ve standartlar 3 defa analiz edilmiştir. Derişime karşılık gelen absorbans değerleri aşağıdaki açıklanmıştır.

Çizelge 4.3. Derişime karşılık gelen Absorbans değeri

Standart Sb Derişimi (Ppb)	Absorbans Değeri
0	0,0044
5 ppb	0,0108
10 ppb	0,0254
20 ppb	0,0579
40 ppb	0,1249
80 ppb	0,2548

Kalibrasyon işlemlerinde, Calzero <0,01 (absorbans değeri) ve korelasyon katsayısı olarak bilinen R değeri > 0,99 parametreleri göz önünde bulundurulmuştur. Derişime (X Eksen) karşılık Absorbans (Y Eksen) değerlerine göre oluşturulan Kalibrasyon grafiği şekil 4.1.'de gösterilmiştir.



Şekil 4.1. Kalibrasyon Grafiği

Tayin sınırı olarak adlandırılan (LOD) ve Tayin miktarı miktarı olarak adlandırılan (LOQ) değerleri; IUPAC standartlarına göre belirlenmiştir. 5 ppb lik Sb standartı 10 kez analiz edilerek sonuçlar aşağıda çizelgede 3.7.' de gösterilmiştir

Çizelge 4.4. Belirtilen veriler kullanılarak aşağıdaki denklemlere göre standart sapma belirlenmiştir.

Standart Sb derişimi (ppb)	Analiz	Absorbans değeri
5 ppb	1.Analiz	0,0154
5 ppb	2.Analiz	0,0139
5 ppb	3.Analiz	0,0160
5 ppb	4.Analiz	0,0136
5 ppb	5.Analiz	0,0140
5 ppb	6.Analiz	0,0152
5 ppb	7.Analiz	0,0147
5 ppb	8.Analiz	0,0161
5 ppb	9.Analiz	0,0147
5 ppb	10.Analiz	0,0150

$$\bar{X}_{ort} = (X_1 + X_2 + \dots + X_N) / N$$

$$i = 1, 2, 3, \dots, N$$

$$N = \text{Ölçüm Sayısı}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N - 1}}$$

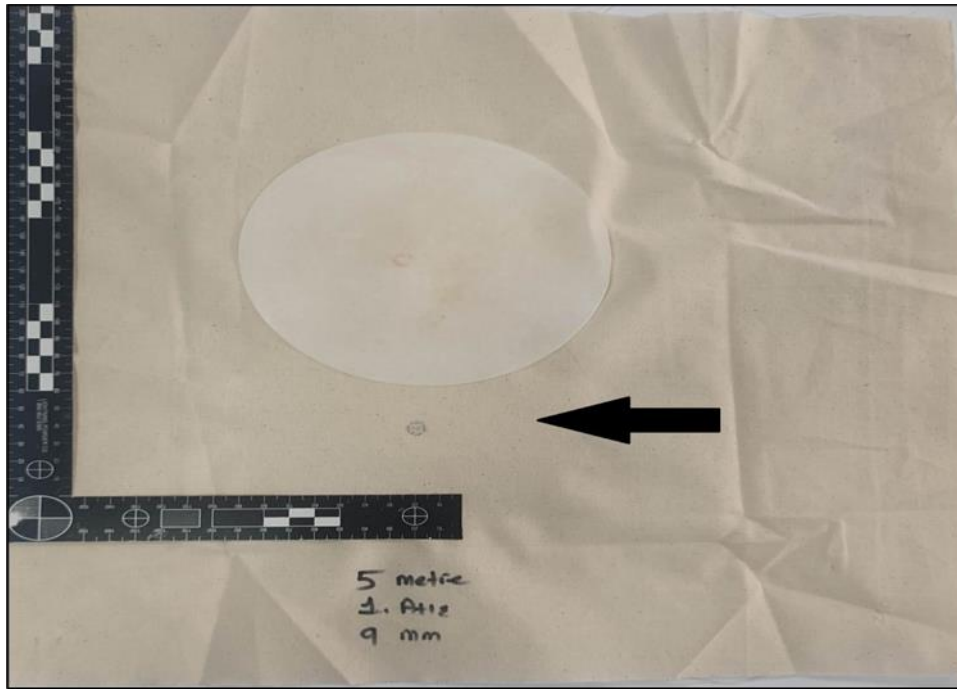
$$\sigma = \text{Standart Sapma}$$

$\sigma = 0,00085$ olarak hesaplanmıştır.

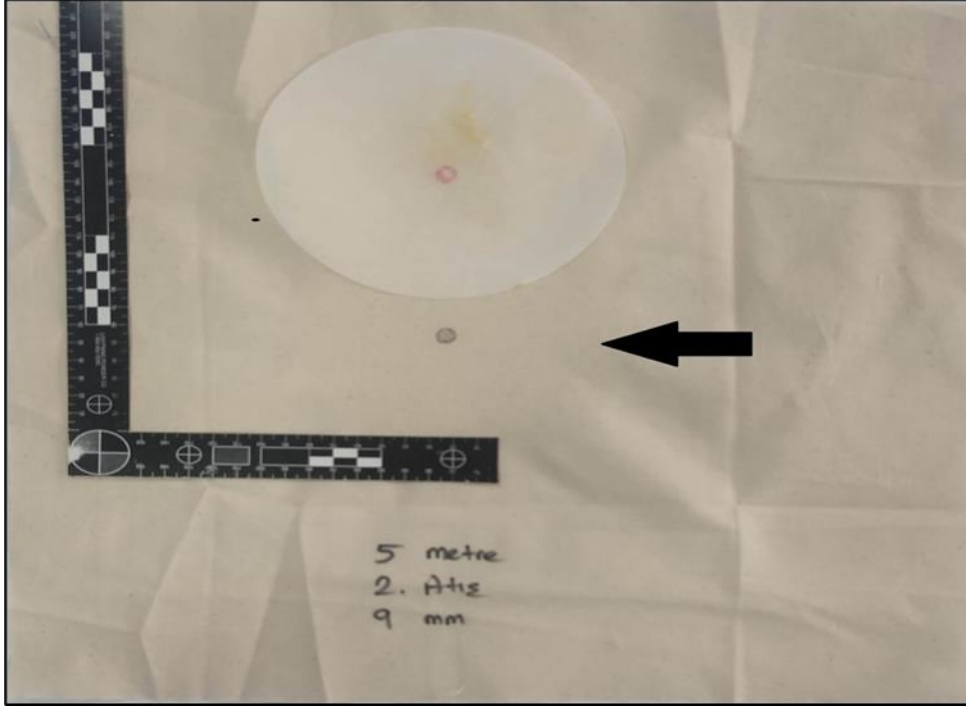
IUPAC standartlarında gerçekleşen tayin sınırı (LOD) ve tayin miktarı (LOQ) değerleri LOD; ölçümün standart sapmasının üç (3) katı alınarak kalibrasyon eğrisinin eğim değerine bölünerek ve LOQ; ölçümün standart sapmasının on (10) katı alınarak kalibrasyon eğrisinin eğim değerine bölünerek hesaplanmaktadır. Sırasıyla 0,83 ve 2,76 $\mu\text{g/L}$ olarak hesaplanmıştır.

Çalışmamız iki bölümden oluşmaktadır. Birinci bölümde 5,10,15,20,25,30 metre mesafeden atışlar yapılmıştır. Hedef materyalde(kumaş) oluşan delik üzerinde ve etrafındaki atış artıklarının dağılım yoğunluğuna göre sodyum rodizonat reaktifi kullanılarak renklendirme yöntemi (kurşun ve baryum için) ile mesafe tayini yapılmıştır. İkinci bölümde ise; 5,10,15,20,25,30 metre mesafeden aynı şekilde atışlar yapılmıştır. Hedef materyalde(kumaş) oluşan delik üzerinde ve etrafındaki atış artıkları flaster bant ile transfer edildikten sonra AAS cihazı ile kullanılarak antimon elementinin nicel analizleri yapılmıştır. Tespit edilen antimon miktarları ile değişen atış mesafesi uzunlukları arasında değerlendirmeler yapılmıştır.

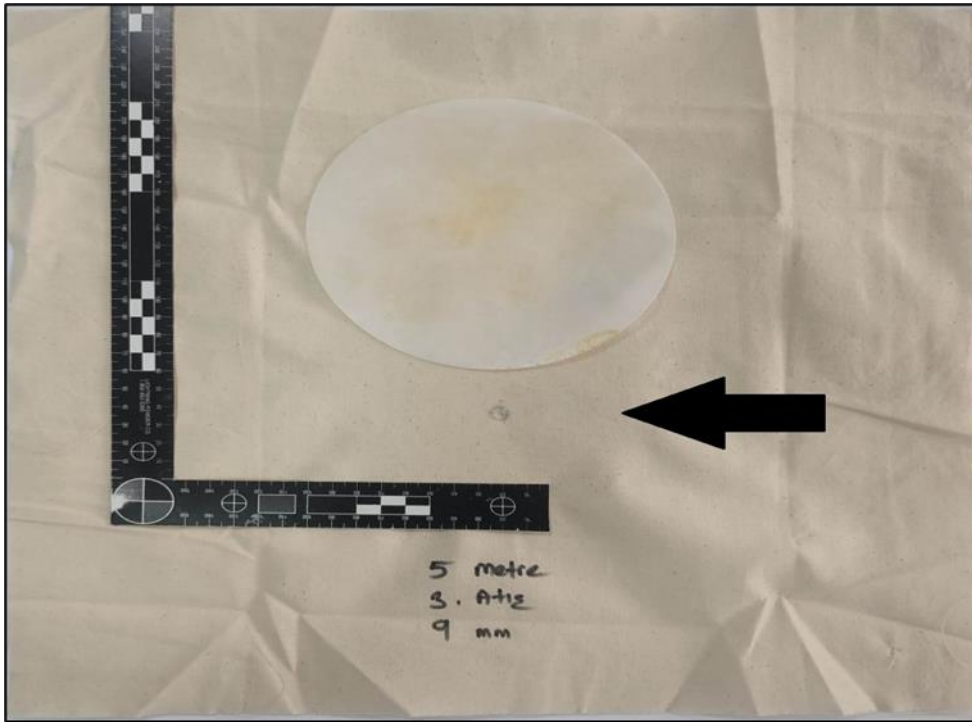
Birinci bölümdeki çalışmamızda 5,10,15,20,25,30 metreden 1 adet fişek kullanılarak ve 3 kez yapılan atışlar sonucunda sodyum rodizonat reaktifi kullanılarak kumaşta oluşan renklendirmeler sırası ile aşağıdaki şekillerde gösterilmiştir.



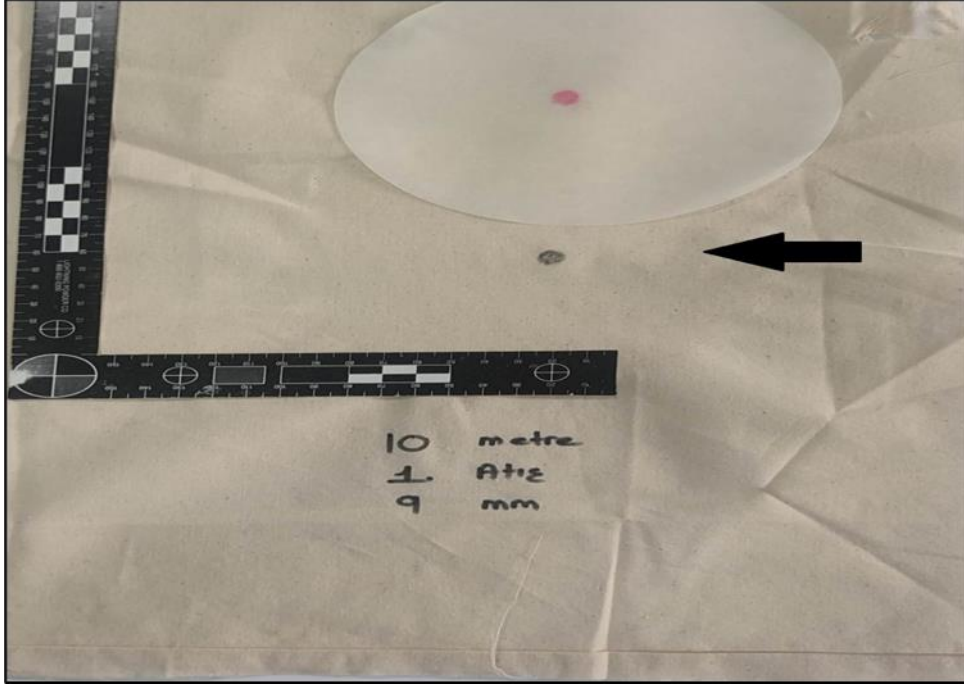
Şekil 4.2. 5 m mesafeden atılan 1. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



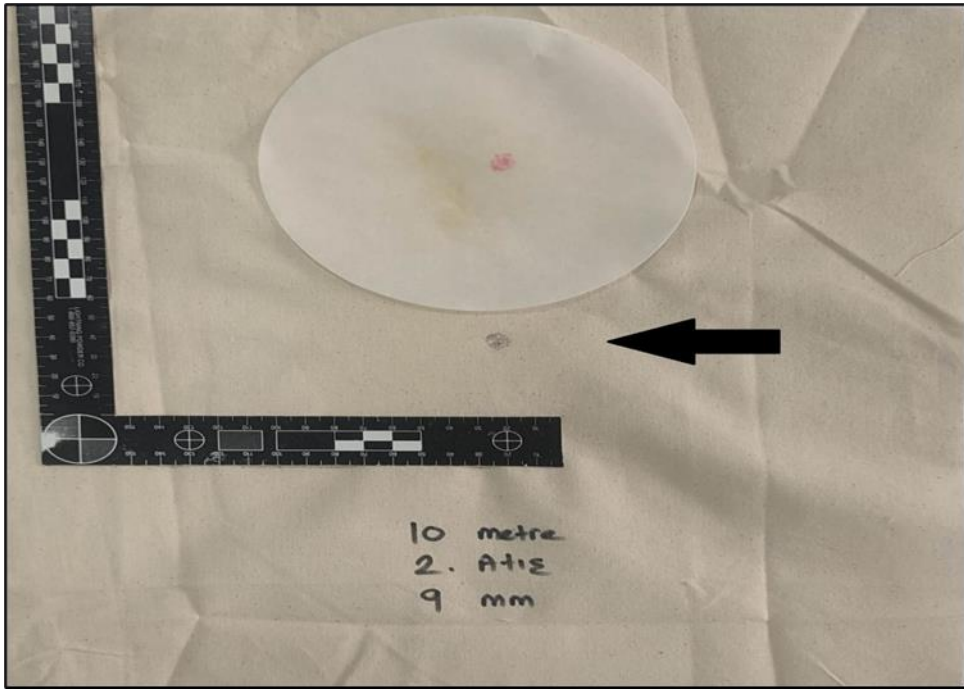
Şekil 4.3. 5 m mesafeden atılan 2. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



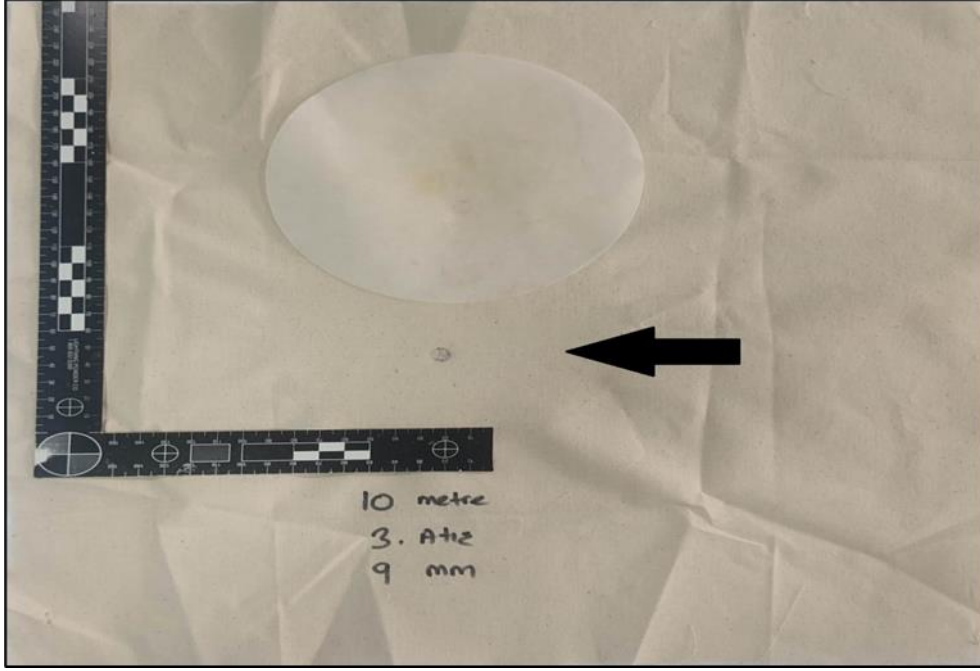
Şekil 4.4. 5 m mesafeden atılan 3. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



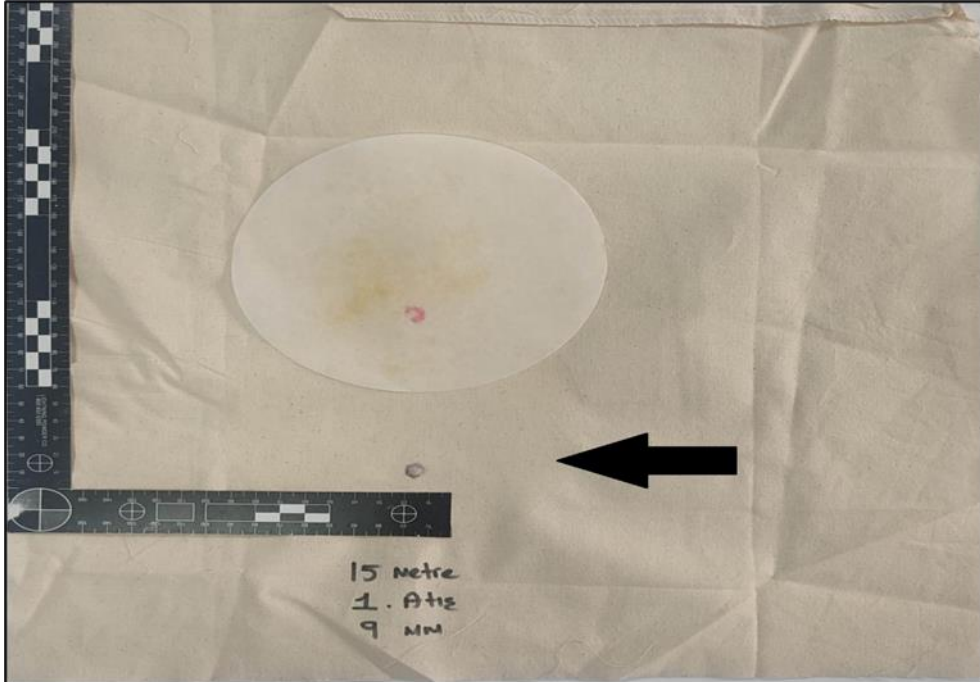
Şekil 4.5. 10 m mesafeden atılan 1. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



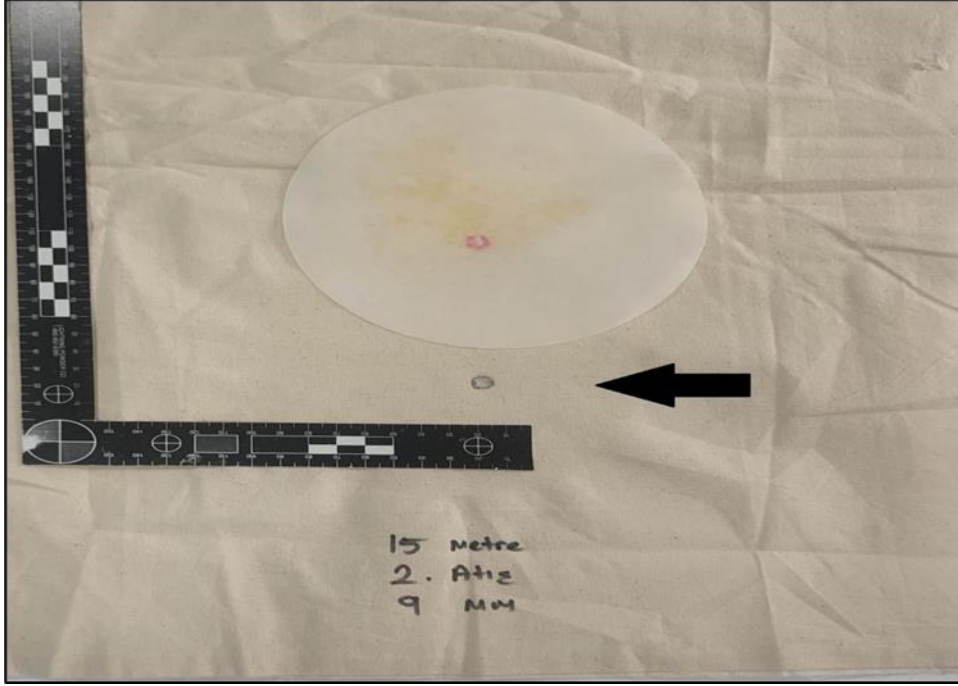
Şekil 4.6. 10 m mesafeden atılan 2. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



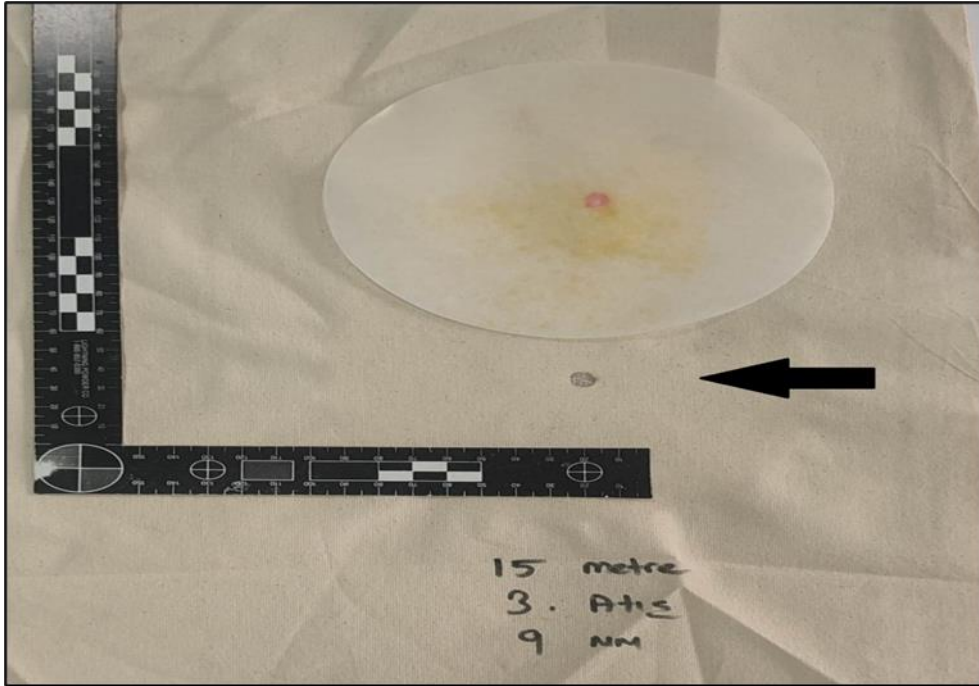
Şekil 4.7. 10 m mesafeden atılan 3. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



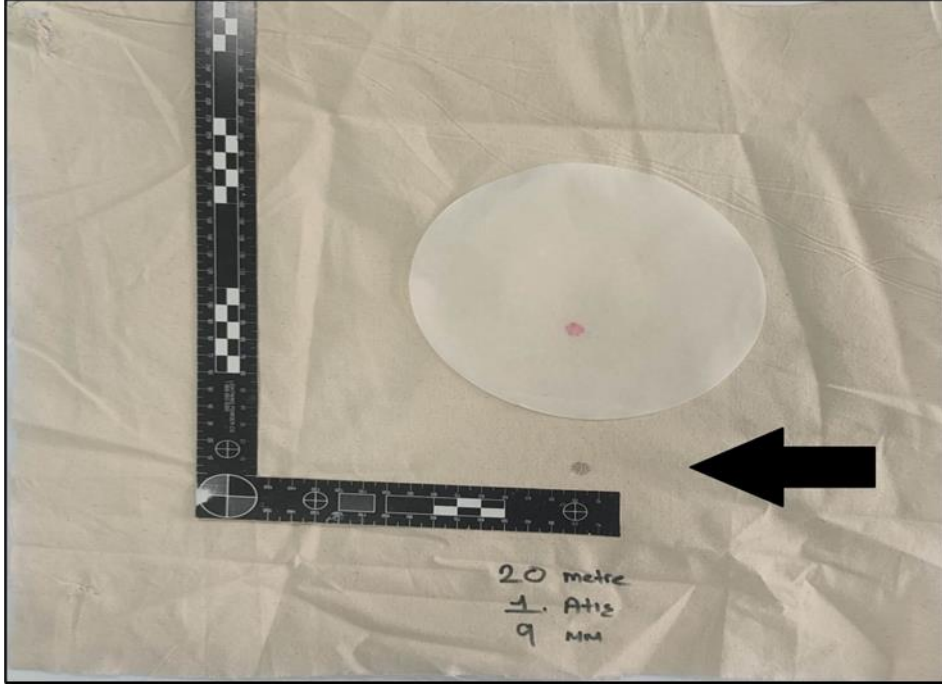
Şekil 4.8. 15 m mesafeden atılan 1. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



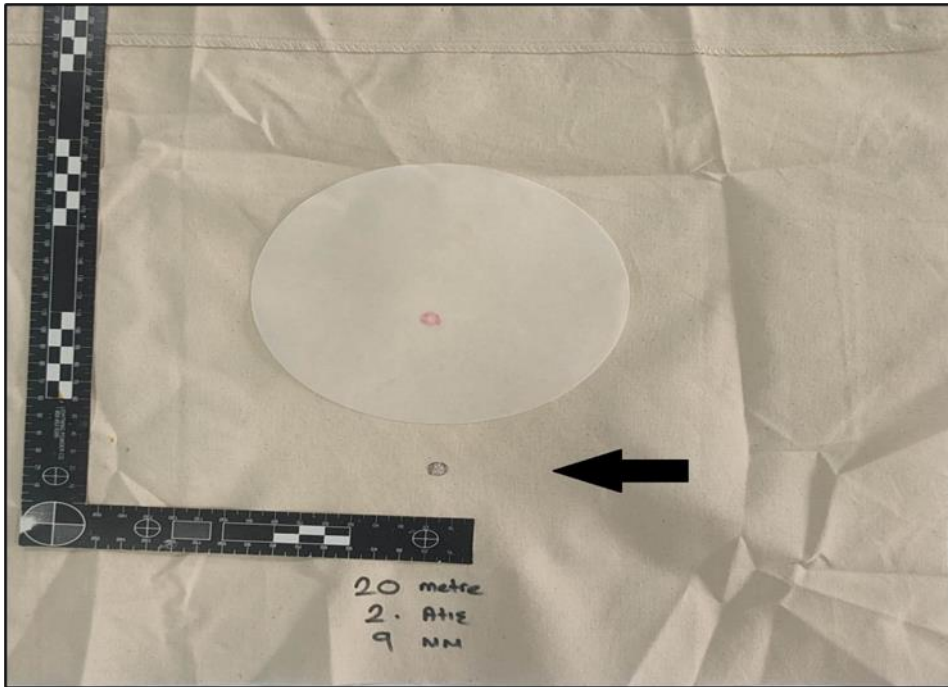
Şekil 4.9. 15 m mesafeden atılan 2. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



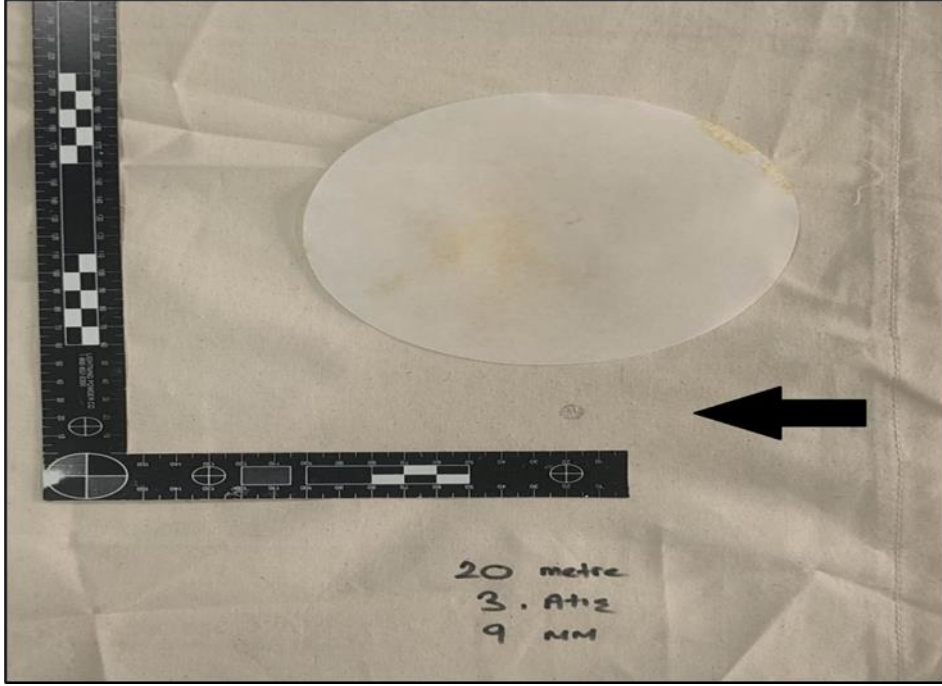
Şekil 4.10. 15 m mesafeden atılan 3. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



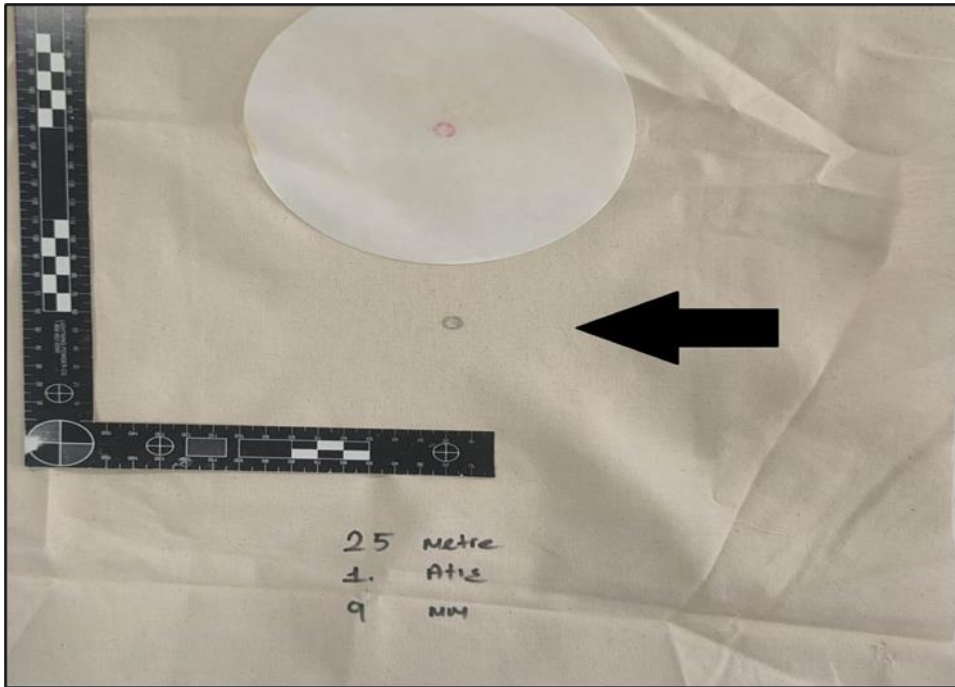
Şekil 4.11. 20 m mesafeden atılan 1. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



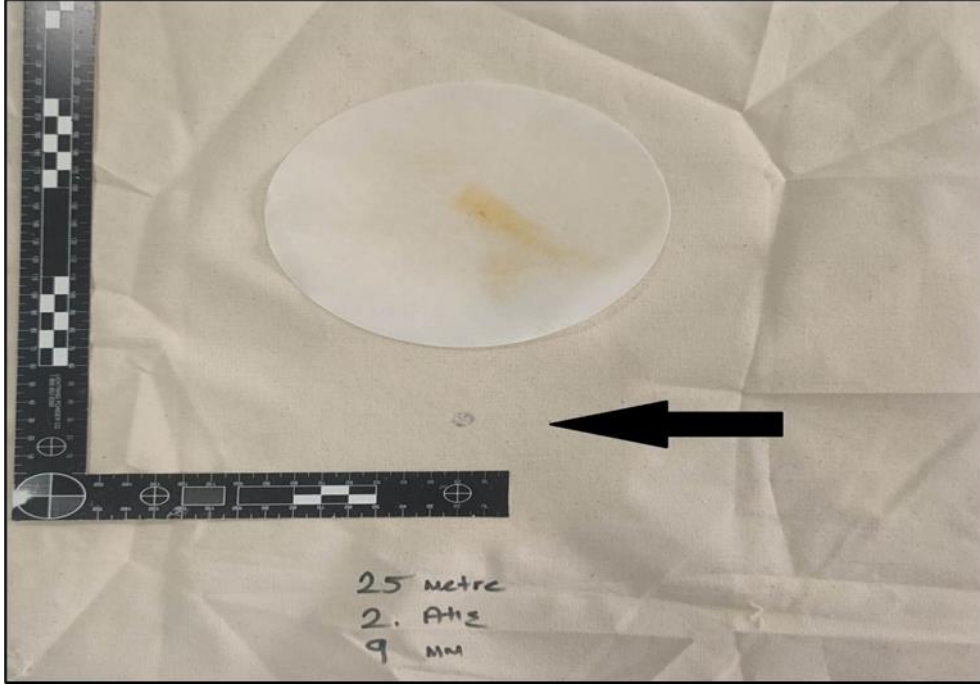
Şekil 4.12. 20 m mesafeden atılan 2. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



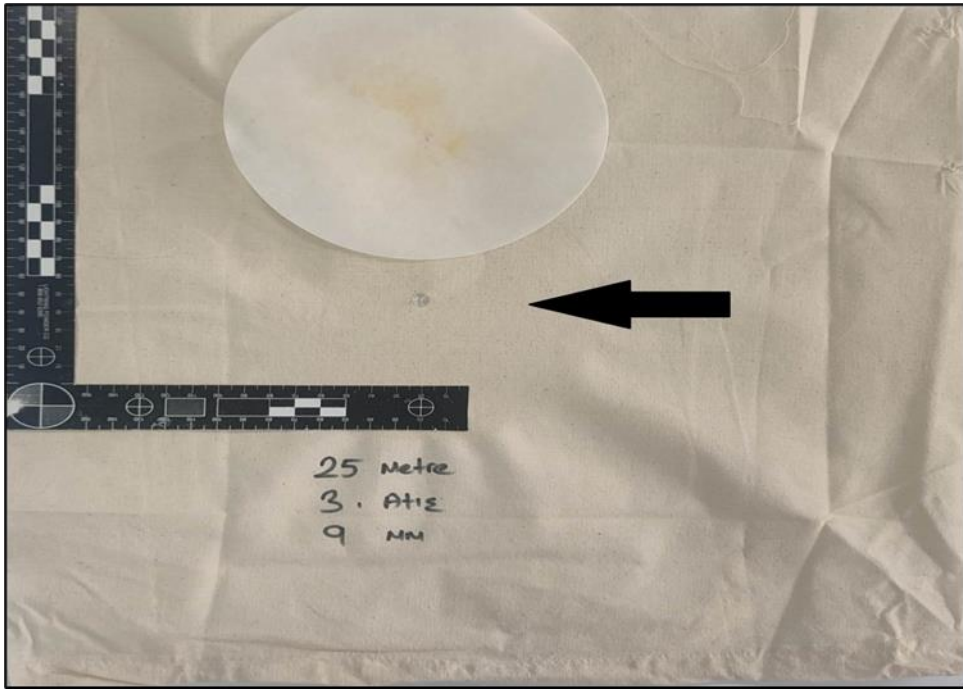
Şekil 4.13. 20 m mesafeden atılan 3. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



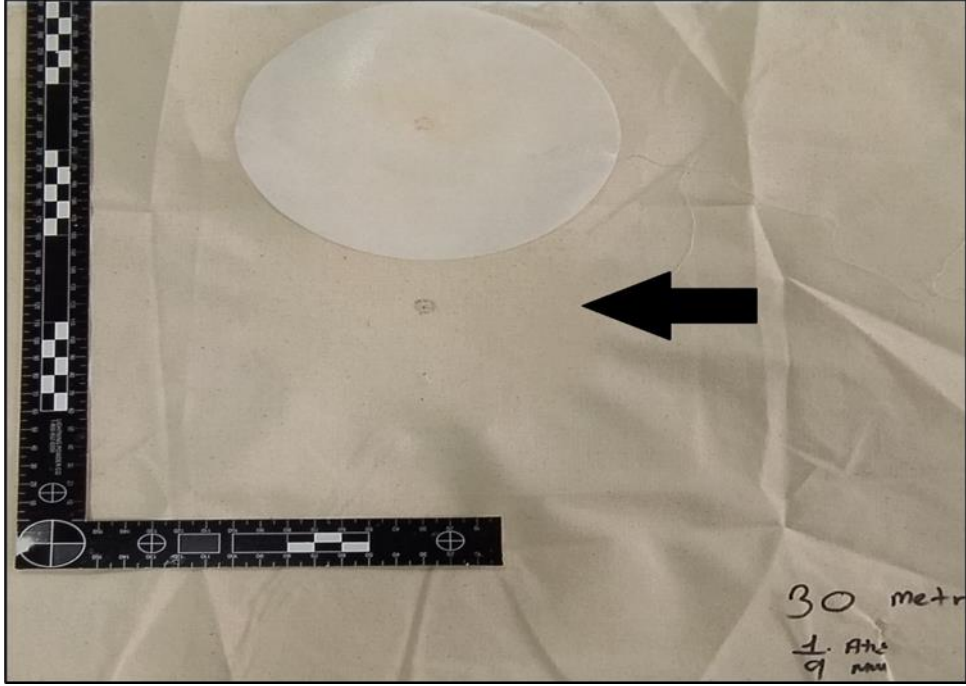
Şekil 4.14. 25 m mesafeden atılan 1. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



Şekil 4.15. 25 m mesafeden atılan 2. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



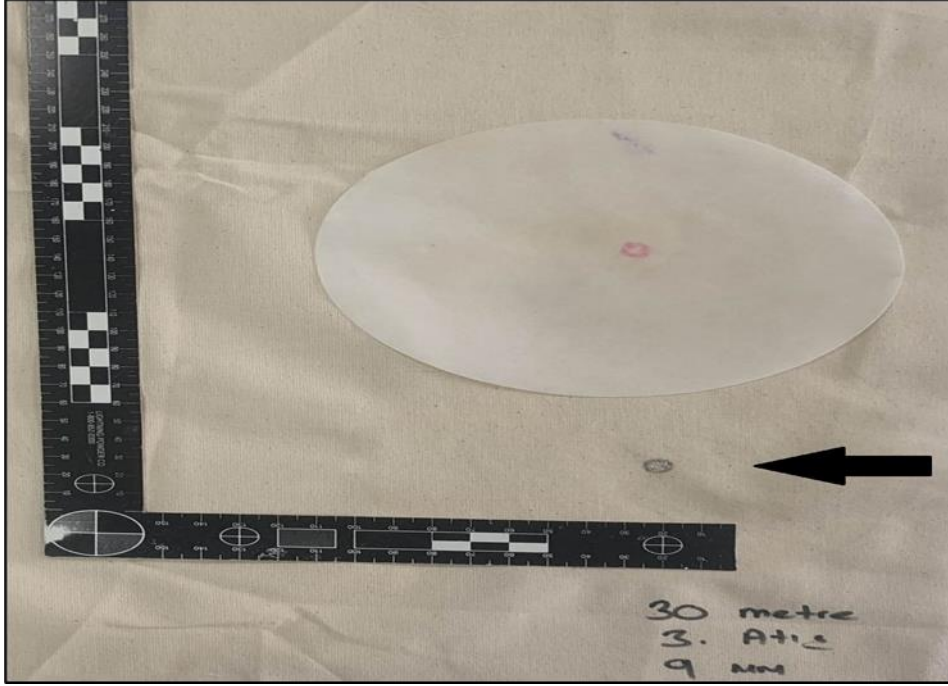
Şekil 4.16. 25 m mesafeden atılan 3. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



Şekil 4.17. 30 m mesafeden atılan 1. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



Şekil 4.18. 30 m mesafeden atılan 2. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu



Şekil 4.19. 30 m mesafeden atılan 3. atışın kumaş yüzeydeki genel görüntüsü ve yapılan atışın renklendirme sonucu

Yukarıda şekillerde gösterilen atış mesafesine karşılık gelen renklendirme sonuçları pozitif (+) ve negatif (-) şeklinde simgelen dirilerek aşağıdaki çizelgede sunulmuştur.

Çizelge 4.5. Atış mesafesine karşılık gelen renklendirme sonuçları

MESAFE	RENKLENDİRME SONUÇLARI		
	1. Atış	2. Atış	3. Atış
5 metre	+	+	-
10 metre	+	+	-
15 metre	+	+	+
20 metre	+	+	-
25 metre	+	-	-
30 metre	+	+	+

İkinci bölümdeki çalışmamızda 5,10,15,20,25,30 metreden 1 adet fişek kullanılarak ve 3 kez yapılan atışlar sonucunda kumaşta oluşan delik etrafında flaster bant kullanılarak alınan svapların, AAS cihazı ile Atış artıkları antimon (Sb) analizleri yapılmıştır.

Analiz sonuçları, aritmetik ortalamaları ve standart sapmaları aşağıdaki çizelgede gösterilmiştir.

Çizelge 4.6. 5,10,15,20,25,30 metreden 1 adet fişek kullanılarak ve 3 kez yapılan atışlar sonucu oluşan ortalama derişim ve standart sapma

Svap Adı	1. ATIŞ Derişim ppb	2. ATIŞ Derişim ppb	3.ATIŞ Derişim ppb	Ortalama Derişim ppb	Std Sapma ppb	Sonuç ppb
Kontrol Svabı	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	---	<LOQ
5 metre	13,12	8,65	4,61	8,79	4,26	8,79±4,26
10 metre	73,88	77,40	8,85	53,38	38,60	53,38±38,60
15 metre	9,78	7,85	5,46	7,70	2,16	7,70±2,16
20 metre	24,04	38,05	19,47	27,19	9,68	27,19±9,68
25 metre	22,94	40,47	15,21	26,21	12,94	26,21±12,94
30 metre	<LOQ	12,63	7,43	10,03	3,68	10,03±3,68
LOQ=2,76						

5. TARTIŞMA ve SONUÇ

Ateşli silahların yaygınlaşması, ateşli silah kullanılarak işlenen suçların artmasına neden olmuştur. Atış artığı analizleri; intihar, ateşli silahla öldürme ve yaralama, meskûn mahalde ateş etme gibi olaylarda suçlu ya da suçluların tespit edilmesinde delillerden sanığa ulaşmayı sağlayan önemli bir yöntemdir. Atış artıklarının bulunduğu varsayılan bulut kullanılan silahın cinsi ve yapısına göre değişmekle birlikte namludan dışarıya çıkmaktadır. Atış artıkları analizleri, Adli Laboratuvarlarda “El Svabı Analizi” ve “Atış Mesafesi Analizi” olmak üzere iki başlık altında çalışılmaktadır. Bu çalışmalarda farklı yöntem ve çeşitli materyaller kullanılmaktadır.

Atış mesafesi analizleri, materyal üzerinde oluşan delik etrafındaki olduğu var sayılan atış artıklarının farklı reaktifler kullanılarak renklendirilmesiyle tespit edilmektedir. El svabı analizleri AAS cihazı ve SEM-EDX cihazları kullanılarak yapılmaktadır.

Genel olarak bilinen araştırmalarda atış mesafesi ile ilgili yapılan çalışmalar; kısa namlulu silahlarda bitişik atış (0 cm ile başlar) ve yakın atış (3 cm ile başlar) olarak belirtilmektedir. Yapılan bu tez çalışmasında araştırmalara farklı bir bakış kazandırmak için uzak atış (30 cm ile başlar) için belirtilen mesafeden çalışmalar başlatılmış ortam koşullarının müsaade ettiği oranda mesafeler arttırılmıştır. Çalışma ilk olarak 5.0 metre ile başlamış ardından 5.0 m aralıklarla arttırılmış ve 30.0 metrede atışlar tamamlanmıştır. 30 metreden sonraki atışlar için uygun şartlar sağlanamamıştır.

Tüm atış çalışmaları açık alanda ve rüzgarlı hava şartlarında gerçekleştirilmiştir. Atış atış mesafesi analizi ve atış artıkları analizleri için ayrı ayrı atışlar yapılmış olup her atış arası 1 dakika bekleme süresi verilmiştir.

Çalışmamız iki bölüm halinde gerçekleştirilmiştir. Yapmış olduğumuz çalışmamızın birinci bölümünde uzak atış mesafesinden (5,10,15,20,25 ve 30 metre) hedef kumaşa 1 adet atış yapılmış olup, bu işlem 3 defa tekrarlanmıştır. Her atış için ayrı ayrı olmak üzere hedef kumaşa oluşan delik etrafında olduğu varsayılan “Baryum” ve “Kurşun” artıkları, atış mesafesi analizinde kullanıldığı tarafımızca belirtilen “Sodyum

Rozidonat” reaktifi ile renklendirilmiş ve atış artıkları dağılım yoğunluğu tespit edilmiştir. Yapmış olduğumuz çalışmamızın ikinci bölümünde uzak atış mesafesinden (5,10,15,20,25 ve 30 metre) hedef kumaşa 1 adet atış yapılmış olup, bu işlem 3 defa tekrarlanmıştır. Hedefte bulunan kumaş yüzey üzerinde oluşan delik etrafında olduğu varsayılan “Antimon” artıkları, flaster bant yardımı ile svap alınmak suretiyle bant yüzeyine transfer edilmiştir. Elde edilen atış artıklarının transfer edildiği varsayılan flaster bant numuneleri “ET-AAS” cihazı kullanılarak analize tabi tutulmuştur. Analiz esnasında “ppb” seviyesinde artıkların bulunduğu tespit edilmiş ateş edilen mesafelere göre değerlendirmeler gerçekleştirilmiştir. Yapılan bu tez çalışmasının temelinde uygulanan her iki analiz yöntemi alınan veriler kapsamında kendi aralarında ayrı ayrı mukayese edilmiştir.

Atış artıkları analizinde kullanılan “ET-AAS” cihazından elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde laboratuvarımız da uygulanan metoda uygun değerler sonucunda atış artıklarının varlığının onaylanması için gerekli alt limit “10 ppb” olarak kabul edilmiştir.

Birinci bölümde yapılan atışlar neticesinde kumaşlar üzerinde oluşan delik etrafındaki atış artıklarının dağılım yoğunluğu renk testleri kullanılarak belirlenmiş olup, aynı şartlarda yapılan atışlar neticesinde kumaşlar üzerinde oluşan delik etrafındaki atış artıklarının dağılım yoğunluğunun belirlenmesinde ikinci çalışmamız için referans oluşturmuştur. Bu bilgiler ışığında her iki bölümdeki çalışmamızla ilgili genel bir değerlendirme yapıldığında;

Tüm bu çalışmalar değerlendirildiğinde, tarafımızca alınan kontrol numunelerinde atış artıklarına rastlanılmamış olup analizeci tarafından kontaminasyonun olmadığı tespit edilmiştir.

Her atışın kendine özgü dinamikleri bulunmaktadır. Atış mesafesi arttıkça, hedefe ulaşan atış artıkları miktarının azaldığı bilinmektedir. Hedefe ulaşan atış artıkları miktarında; hava şartları, kullanılan silah, fişegin özellikleri, kumaşın özellikleri, bez

üzerine bulaşan kan ve atış yapıldıktan sonra geçen süre gibi parametreler önem adletmektedir.

Yapmış olduğumuz çalışmamızın her iki bölümünde uzak atış mesafesinden (5,10,15,20,25 ve 30 metre) hedef kumaşa 1 adet atış yapılmış olup, bu işlem 3 defa tekrarlanmıştır. Her iki çalışmanın analiz sonuçları değerlendirildiğinde;

Çalışmamızın birinci bölümünde; 6 değişik mesafeden her birinden 3 adet tekrarlanabilirlik olmak üzere 18 adet atış mesafesi çalışması “Sodyum Rodizonat” reaktifi renklendirme yöntemi kullanılarak yapılmıştır. 13 adet çalışma sonucunda uzak atış mesafesinde “Kurşun ve Baryum” tespit edilmiştir. Şekil 4.4. , Şekil 4.7. , Şekil 4.13. , Şekil 4.15. ve Şekil 4.16. ‘da olmak üzere 5 adet çalışmada delik etrafında atış artıklarına rastlanmamıştır. Atış artıklarının çıkmaması; Atışın dinamik bir kavram olması yani her atışın kendine özgü olması, atışların açık poligonda olması ve hava şartlarından etkilenebileceği düşünülmektedir.

Çalışmamızın ikinci bölümünde; 6 değişik mesafeden her birinden 3 adet tekrarlanabilirlik olmak üzere 18 adet atış mesafesi çalışması yapılmıştır. Her atış için ayrı ayrı hedef kumaşta oluşan delik etrafından flaster bant kullanılarak svap numuneleri alınmıştır. Svap numunelerinin analizleri atış artıkları içerisinde bulunan “Antimon” elementi için ET-AAS cihazı kullanılarak tespit edilmiştir. Yaptığımız atışlar sonucu oluşan ortalama derişim, standart sapma değerleri hesaplanmıştır. 17 adet çalışmamızdan LOQ: 2,76 µg/L olan değerimizden büyük değerler bulunmuş olup, sadece 30 metre de 1. atışımızdan LOQ değerinden küçük değer bulunmuştur. Atışların açık poligonda olması ve hava şartlarından etkilenebileceği düşünülmektedir. 30 metre mesafesinin kritik mesafe olduğu ve atış artıkları miktarında azalmanın olduğu görülmüştür.

Yapmış olduğumuz bu tez çalışmasında, uzak atış mesafesi olarak seçilen 5 metre’den atışlara başlanılmış olup 30 metreye kadar farklı mesafelerde atışlar yapılmıştır. Tespiti yapılmış olan atış artıkları ve atış mesafesi analizleri beklenen sonuçları vermiş olup her iki analiz türünde de birbirini doğrulayan sonuçlar elde edilmiştir.

Kısa namlulu silahlar ile yapılan atışların sonuçları, hem uzak mesafelerde hem de birbirinden farklı şartlara sahip açık hava koşullarında birbirleri içinde uyum göstermiş ve tespiti olumlu sonuçlar ortaya çıkmıştır.

Ateşli silahla işlenen suçların aydınlatılmasında tercih edilen “Atış Artıkları Analizi” ve “Atış Mesafesi Analizi” için uygulanan metotlar; gerek atış mesafesi gerekse atış artığı analizlerinde farklı hava koşullarının ve numuneler üzerinden swap alma yöntemi gerçekleştirilirken geçen artık toplanma süresinin mümkün olan en kısa sürede gerçekleşmesi gerektiği kanaat ile sabitlenmiş ve bu başlıkların ne kadar önemli olduğunu bir kez daha ortaya çıkarmıştır. Bu çalışma literatüre ve adli vaka araştırmalarına katkı sağlayacak nitelikte sonuçların elde edilmesine imkan vermektedir.

KAYNAKLAR

Akbař, O. (1994). *Genel Bilgiler ve Kriminal Laboratuvar Kimya Bölümü Pratik Uygulamaları*, İstanbul Üniversitesi, Adli Tıp Enstitüsü, Fen Bilimleri Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul.

Andrasko, J. and Petterson, S. 1991. A simple method for collection of gunshot residue from clothing, *Journal of Forensic Science*, 321-330.

Aydın, F., 2008. Birlikte Çöktürme ve Katı Faz Özütleme ile Bazı Ağır Metal İyonlarının Zenginleştirilmeleri. (Doktora Tezi), Erciyes Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, Kayseri.

Aydın, Z., 2009. Çeşitli Örneklerde Vanadyumun HPLC-AAS ile Türlemesi ve Arsenik Tayini. (Doktora Tezi), Erciyes Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, Kayseri.

Berg SO.: The forensic ballistic laboratory. Eds.: Tedeschi CG, Eckert WC, Tedeschi LC.: *Forensic Medicine*. W.B. Saunders Philadelphia. 1986:526-569.

Berger, J.; Upton, C. ve Springer, E., (2018), —Evaluation Of Total Nitrite Pattern Visualization As An Improved Method For Gunshot Residue Detection And Its Application To Casework Samples, *Journal Of Forensic Sciences*, 13802.

Bora, T., Üner, H. B., 2000. Giysi Üzerinde Atış Mesafesi Tayininde Kullanılan Kimyasal Analiz Yöntemleri , XIV Ulusal Kimya Kongresi, Diyarbakır, 9.

Can M. MKEK yapımı tabanca mermileriyle yapılan atışlarda el üzerinde kalan atış artıklarının alevsiz atomik absorpsiyon spektrofotometri (AAAS) yöntemi ile tespiti. Uzmanlık Tezi. Adli Tıp Kurumu. İstanbul. 2003.

Chamot, E.M. , Mason, C.W. 1958. *Handbook of Chemical Microscopy*, Wiley & Sons Inc. , 258-269. USA.

Copenald AR.: An Improved of Gunshot Wound Examination *Journal of Forensic Sciences*. 1981;26(3):552-553.

Coşkunsu, E., 2015. X-Ray Analizörlü Enerji Dağılımlı Taramalı Elektron Mikroskobu (Sem/Eds) İle Enfsı/Gsr (European Network Forensic Science Institute/ Gun Shot Residue Proficiency Test) Numunesinde Elementel Atış Artıklarının Analizi Ve Optimizasyonu, Ankara Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Disiplinlerarası Adli Bilimler Adli Kimya Ve Adli Toksikoloji Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Ankara, 17,80-84.

Çerkezoğlu A. Sodyum Rodizonat Testi: Giysilerdeki Atış Artıklarından Atış Mesafesi Tayini. Uzmanlık Tezi. Adli Tıp Kurumu. İstanbul, 1995.

Çigilli,O. 2022. Numune Alma Yöntemi Geliştirilerek, İnorganik Atış Artıklarının (Antimon) Elektro Termal Atomik Absorbsiyon Spektrometresi İle Nicel Analizi Ve Yöntem Verimliliği. Bursa Üniversitesi, Fen-Bilimleri Enstitüsü, Kriminilastik Ana Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Bursa.

Di Maio, V.J.M. (1985). *Gunshot Wounds: Practical Aspects of Firearms, Ballistics and Forensic Techniques*, New York, Amsterdam, Oxford.

Dillon JH. The Sodium Rhodizonate Test: A Chemically Specific Chromophoric Test For Lead in Gunshot Residues. AFTE Journal, 1990;22:251-256.

Dillon, J.H. (1990) “The Sodium Rhodizonate Test”, A Chemically Specific Choromopharic Test For Lead in Gunshot Residues, pp. 1.9, Forensic Science Reseoreh and Training Unit, FBI Academy, Quantica, Virginia.

Dimaio VJM. : *Gunshot Wounds , Practikal Aspects of Firearms, Ballistics and Forensic Tecniques . CRC Press. LCL, 1999.*

Edson, L. T., Reis, B. S., Jorge, E., Souza, S., Osvaldo, N., Neto, P., Claudio, R., Maurício, H., Kakazu, M., and Sônia, V., 2003. A New Method for Collection and Identification of Gunshot Residues from the Hands of Shooters, J Forensic Sci, Vol. 48(6) , 1.

Ercan, Ö. (2008). *Bakır II İyonunun Katı Faz Ekstraksiyonu- AAS Kombinasyonu İle Tayini*, Erciyes Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Analitik Kimya Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Kayseri.

Erol, Ö. Ö. (2017). *Atış artıklarında iyon belirleme çalışması*, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Samsun.

Feeney, W.; Pyl, C.; Bella, S. ve Trejos, T., (2020), —Trends İn Composition, Collection, Persistence, And Analysis Of IGSR And OGSR: A Review, Forensic Chemistry 19 100250.

Gündüz, T., 1990. *İnstrumental Analiz*, Bilge Yayıncılık, Ankara.

http://megep.meb.gov.tr/mte_program_modul/moduller_pdf/Atomik%20Absorpsiyon%20Spektrofotometresi.pdf

<http://www.wikiwand.com./ Atomik Absorbsiyon Spektroskopisi>

<https://www.quora.com/What-is-a-center-fire-pistol> (Son erişim tarihi 31.03.2019).

Kamalak, F. (2006). *Kahramanmaraş Bölgesindeki Akarsu Ve Kaynak Sularındaki Kurşun, Kadmiyum Ve Bakırın Birlikte Çöktürme/Önzenleştirme Ve Alev Atomik Absorpsiyon Spektrometresiyle Tayini*, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek lisans tezi.

- Kaya, M. 1992. Silah bilgisi ve atış, Bilim Yayıncılık, Ankara, 1,210.
- Koons, R.D. (1993). Flameless Atomic Absorption Spectrophotometric Determination of Antimony and Barium in Gunshot, Residue Collection Svabs: A Collaborative Study. *Crime Laboratory Digest Department of Justice, Federal Bureau of Investigation*, 19-23.
- Krishnan, S. 1971. Rapid detection of firearms discharge residues by atomic absorption and neutron activation analysis, *J. Forensic Sci.*, 16, 144-151.
- Ladenheim, J.C. and Ladenheim, E.D. 1996. Firearms and ballistics for physicians, Attorney Statio Publications, Bogoto, P:1,39,215-219.
- Lajunen, J.L.H.J., 1992. Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption and Emission, The Royal Society of Chemistry, Cambridge.
- Meng, H.H. and Caddy, B. 1997. Gunshot residue analysis: A Review, *J. Forensic Sci.*, 42 553-570.
- Missliwetz J, Denk W, Wieser I. : Shots Fired with Silencers- A Report on Four Cases and Experimental Testing *Journal of Forensic Sciences*. 1991;36(5): 1387-139.
- Newton, J.T. (1981). Rapid Determination of Antimony, Barium, and Lead in Gunshot Residue Via Atomic Absorption Spectrophotometry, *Journal of Forensic Sciences*, 26(2), 302-312.
- Özcebe, H. 1996. Türkiye’de ateşli silah yaralanma ve ölümleri ne boyutta, Hacettepe Üniversitesi Tıp Fakültesi Halk Sağlığı Anabilim Dalı.
- Özdemir, A. , Yavuz, M. , Göktepe, F. , Candemir, E. 2005. Silah & Atış. Başkent Klişe Matbaacılık, 47, 41, 42, 43, 39, 40, 79, 81, Ankara.
- Özkan, T.O. ve Yörücü, H., 1986. Taramalı Elektron Mikroskobu Laboratuvar Çalışmaları, TÜBİTAK-MAM.
- Romolo, F. and Margot, P. 2001. Identification of gunshot residue: a critical review, *Forensic Sci. Int.*, 119, 195-211.
- Sarıbey E. Türkiye’de üretilen ve seri numaraları ardışık olan silahlarda balistik izlerin karşılaştırılması. 2002. Yüksek Lisans Tezi. Ankara.
- Sarıbey, A. Y. 2008. Ateşli Silahlar İle Yapılan Atışlar Sonrası Hedef Yüzeyler Üzerinde Oluşan Atış Artıklarının İncelenmesi. Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara Üniversitesi.
- Sarıbey, A.Y., Tarımcı Ç. 2006. Ses tabancaları ve atış artıkları, 5. Anadolu Adli Bilimler Kongresi Kitapçığı, Sözel Bildiri, Samsun.

Schubert, H., (2002), —Ullmann's Encyclopedia Of Industrial Chemistry, 6. Baskı, Wileyvch, Electronic Release.

Schwoeble A J & Exline D L (2000). Current Methods in Forensic Gunshot Residue Analysis, CRC Press LLC, Chapter 1,2.

Schwoeble AJ, Current Methods in Forensic Gunshot Residue Analysis, Exline, DL.CRC Press, 2000, Florida.

Skoog, D.A. , Holler, F.J. , Nieman, T.A. 1998. Principles of Instrumental Analysis, Brooks/Cole, 272-296. California.

Skoog, D.A., Holler, F.J., Nieman, T.A., 1998. Principles of Instrumental Analysis, Harcourt Brace Company, Orlando, Florida.

Steinberg M, Leist Y, Goldschmidt P, Tassa M. Spectrophometric determinaton of nitrites in gunpowder residue on shooters' hands. J. Forensic Sci. 1984: 29,464-470.

Steinberg M, Leist Y, Tassa M. A New Field for Bullet Hole Identification. Journal of Forensic Sciences, 1984;29(1):169-176.

Tokman, N. (2007). *Grafit Fırınılı Atomik Absorbsiyon Spektrometresinde Bizmut ve Demir Üzerine Bazı İnorganik Tuzların Girişim Etkilerinin Araştırılması*, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, İstanbul.

Türkdoğan, N. (2018). *Ateş Eden Kişi İle Yanında Duran Veya Silahla Temas Eden Kişiler Üzerindeki Atış Artıklarının Tespiti*, Atatürk Üniversitesi, Fen-Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Proses ve Reaktör Tasarımı Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Erzurum.

URL-14:<http://turksilahtar.blogspot.com/2016/09/mermi-ve-fisek-nedir-aralarindaki.html> Erişim Tarihi: 20.05.2021.

Üner HB. Ateşli silah atış artıkları. Adli Tıp Dergisi. 9(1-9) 83-89.

Üner HB., Çakır İ. Adli Balistik. (2007), s.2-5, 36-42, 87-88, 106-109. Arıkan Basımevi, İstanbul.

Üner HB: Elbiseden Atış Mesafesi Tayininde Etkili Bir Yöntem Geliştirilmiş Griess Yöntemi Ayracı. Doktora Tezi. İstanbul,1991.

Weldon, F., 1999. Atomic Spectroscopy and Related Topics, Semester 1.

Welz, B., 1985. Atomic Absorption Spectrometry, 2nd Ed., Federal Republic of Germany, Weinheim.

Yıldız, A. ve Genç, Ö., 1993. Enstrumental Analiz. Hacettepe Üniversitesi Yayını, Ankara.

ÖZGEÇMİŞ

- Adı Soyadı : Onur KAYMAK
Doğum Yeri ve Tarihi : Bakırköy- 03.11.1991
Yabancı Dil : İngilizce
- Eğitim Durumu
Lise : Karşıyaka Lisesi (2005-2009)
Lisans : Giresun Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi
Kimya Bölümü (2010-2014)
Yüksek Lisans : Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Kriminalistik (2020-...)
- Çalıştığı Kurum/Kurumlar : Bursa Narkotik Suçlarla Mücadele Şube Müdürlüğü
(2018-2020)
Emniyet Genel Müdürlüğü Bursa Bölge Kriminal Polis
Laboratuvarı Müdürlüğü (2020-...)
- İletişim (e-posta) : onurkaymak5528@gmail.com
- Yayımları : HODJA AKHMET YASSAWI 5th International
Conference on Scientific Research
Kasım 5-6, 2021 / Nakhchivan State University,
Azerbaijan

Hodja Akhmet Yassawi Özet Kitabı (s.197)