

T.C.

ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU İLE KRİMİNOLOJİK SAÇ ANALİZİ

Bahadır KARADUMAN

Prof. Dr. Zeki Gökay KAYNAK (Danışman)

YÜKSEK LİSANS TEZİ KRİMİNALİSTİK ANABİLİM DALI

BURSA - 2017

TEZ ONAYI

Bahadır KARADUMAN tarafından hazırlanan "Taramalı Elektron Mikroskobu ile Kriminolojik Saç Analizi" adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği/oy çokluğu ile Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kriminalistik Anabilim Dalı'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Prof. Dr. Zeki Gökay KAYNAK

Başkan

: Prof. Dr. Zeki Gökay KAYNAK

Üye

: Doç. Dr. Sertan Kemal AKAY

Üye

: Yrd. Doç. Dr. İlham ERÖZ POYRAZ

2 War

Yukarıdaki sortucu onaylarım Prof. Dr. Ali BAYRAM Enstitü Müdürü 15.12. 2017

U.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında;

- 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 yararlanılması 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.

15/12/2017

Bahadır KARADUMAN

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU İLE KRİMİNOLOJİK SAÇ ANALİZİ

Bahadır KARADUMAN

Uludağ Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Kriminalistik Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Zeki Gökay KAYNAK

Adli bilimlerde, suçluyu tespit edebilmek için olay yerinden ve şüphelilerden toplanan bulgular aracılığıyla birçok delile ulaşılır. Edmond Locard'ın "Her temas bir iz bırakır." prensibinden hareketle olay yerinden alınan her örnek önem taşımaktadır. Olay yeri ve şüphelilerden kolaylıkla elde edilebilecek biyolojik örneklerden biri saçtır. Saç; kişiden kişiye farklılık gösterebilen, mikroskobik incelemelerle ayırt edilebilen bir örnektir. Bu nedenle kriminolojide önemli bir yer tutar. Saç; kütikül, korteks ve medula olmak üzere üç temel kısımdan oluşur. Saç örneğinden, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılarak yüksek büyütme değerlerinde görüntü alınabilir ve element analizi yapılabilir. Bu araştırmada, SEM yardımıyla farklı kişilerden alınan farklı saç örneklerinin enine kesit görüntüleri ayrıntılı olarak incelenmiştir. Saçın dıştaki tabakası olan kütikül üzerinde boyalı ve boyasız saç örnekleri için Enerji Dağılımlı X-ışınları Spektroskopisi (EDX) analizi yapılarak element oranlarının değişimi gözlenmiştir ve kütikül yüzeyinden alınan SEM görüntüleri karşılaştırılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Taramalı Elektron Mikroskobu, SEM, EDX, saç, kriminoloji

2017, xiii+90

ABSTRACT

MSc Thesis

CRIMINOLOGICAL HAIR ANALYSIS USING SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

Bahadır KARADUMAN

Uludağ University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Criminology

Supervisor: Prof. Dr. Zeki Gökay KAYNAK

In forensic science, several evidences can be reached through findings which are collected from the crime scene and suspects in order to identify criminal. Edmond Locard's the basic principle is "Every contact leaves a trace." Based on this principle, every finding from the crime scene is significant. Hair is one of the biological findings that can be obtained easily from the crime scene and suspects. Hair is a sample which can vary from person to person, that can be distinguished by microscopic examination, therefore hair sample is a significant finding as criminological. Hair consists of three basic parts: cuticle, cortex and medulla. Microscope images which have high magnification scales can be taken using Scanning Electron Microscope (SEM) and elementary analysis can be performed on hair samples. In this research, cross section images of varied hair samples from different people were examined in detail by SEM. Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) analysis was performed on the cuticle for unpainted and painted hair samples. In this way, variation of the element proportions were observed. SEM images which are taken from the cuticle surface were compared.

Keywords: Scanning Electron Microscope, SEM, EDX, hair, criminology

2017, xiii+90

TEŞEKKÜR

Meslek yaşantım ve yüksek lisans öğrenimim boyunca destekleri ve fikirleri ile her zaman yol gösteren, mesleğimi Uludağ Üniversitesi SEM Laboratuvarında idame etmem dolayısıyla, SEM görüntülerini bizzat tecrübe ederek almama imkan veren, değerli danışman hocam Prof. Dr. Zeki Gökay KAYNAK'a teşekkürlerimi sunarım.

Beraber büyüdüğüm, sadece bir kardeş değil, aynı zamanda en iyi arkadaşım olan ablam Av. Görkem KARADUMAN'a; kriminoloji ve ceza hukuku ilişkisi ve bunun öğretiminin önemine dair bilgilerini paylaştığı, adli bilimlere olan ilgimi artırdığı ve her zaman yanımda olduğu için çok teşekkür ederim.

Bana dürüstlüğü, iyiliği, merhameti ve insana saygıyı öğreten; her zaman yanlarımda olan, hayat mücadelesinde gereken tüm gücü onlardan aldığım ailem; aydın görüşlü, temiz kalpli, dürüst, hayatım boyunca kalbimin ve aklımın en önemli yerinde var olacak canım babam Nevzat KARADUMAN ve annem Esra KARADUMAN'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiii
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	4
2.1. Kıl	4
2.2. Kıl Türleri	4
2.2.1. Lanugo	4
2.2.2. Vellus	4
2.2.3. Terminal	5
2.3. Saç	5
2.4. Saç Kökü	5
2.5. Saç Gövdesi	6
2.5.1. Kütikül	6
2.5.1.1. Kütikül türleri	7
2.5.1.2. Kütikül yapı bozulmaları	8
2.5.2. Korteks	9
2.5.3. Medula	12
3. MATERYAL VE YÖNTEM	15
3.1. Materyal	15
3.1.1. Enine kesit yöntemi için kullanılan saç örnekleri	15
3.1.2. EDX analizi için kullanılan saç örnekleri	16
3.2. Yöntem	16
3.2.1. SEM'in tarihçesi	
3.2.2. SEM tanımı ve çalışma prensibi	
3.2.3. SEM'in genel özellikleri	19
3.2.4. SEM sistemi	19
3.2.5. Elektron tabancası	

İÇİNDEKİLER

3.2.5.1. Termiyonik elektron tabancası (Thermionic electron gun)	
3.2.5.2. Field Emisyon elektron tabancası (Field emission electron gun)	21
3.2.6. Optik sistem	
3.2.6.1. Mercekler	23
3.2.6.2. Aperture	24
3.2.6.3. Tarama bobinleri ve stigmator	
3.2.7. Örnek odası (chamber)	
3.2.8. Elektron örnek etkileşimi	
3.2.8.2. İkincil elektronlar	
3.2.8.1. Geri saçılan (backscattered) elektronlar	
3.2.10.3. Auger elektronları	
3.2.10.4. Karakteristik x-ışını	
3.2.11. EDX (Energy Dispersive X-ray Spectrometer) analizi	
3.2.12. SEM'de numune hazırlama	
3.2.12.1. SEM'de analiz edilebilecek örnek özellikleri ve teknik esaslar	
3.2.12.2. Örnek hazırlamada kullanılan araçlar	
3.2.12.3. Örnek kaplama (sputter coating)	
3.2.13. SEM analizi için saç örneklerinin hazırlanması	
3.2.13.1. Kesit görüntü alma metodu	
3.2.13.2. Yatay konumda örnek hazırlama metodu	
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	
4.1. Saç Örneğine Uygulanan Fiziksel Etkiler	
4.1.1. Kesilen saç örnekleri	
4.1.2. Koparılmış saç örnekleri	40
4.2. Boyalı ve Boyasız Saç Örneklerinde Kütikül Analizi	41
4.2.1. Boyasız saçlarda kütikül	41
4.2.2. Boyalı saçlarda kütikül	42
4.3. Saçın EDX Analizi	
4.3.1. Boyasız saçların EDX analizi	
4.3.2. Boyalı saçların EDX analizi	
4.3.3. EDX analiz sonuçlarının yorumlanması	53
4.4. Enine Kesit Saç Analizi	54

4.4.1. Kadın saçının enine kesit SEM görüntüleri	55
4.4.1.1. 20 – 30 yaş aralığı kadın saç örnekleri	55
4.4.1.2. 30 – 40 yaş aralığı kadın saç örnekleri	60
4.4.1.3. 40 yaş ve üzeri kadın saç örnekleri	65
4.4.2. Erkek saçının enine kesit SEM görüntüleri	70
4.4.2.1. 20 - 30 yaş aralığı erkek saç örnekleri	70
4.4.2.2. 30 - 40 yaş aralığı erkek saç örnekleri	75
4.4.2.3. 40 yaş ve üzeri erkek saç örnekleri	80
5. SONUÇ	85
KAYNAKLAR	87
ÖZGEÇMİŞ	90

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler	Açıklama
Au	Altın
А	Amper
Å	Angström
Ν	Azot
Be	Berilyum
eV	Elektron volt
C	Karbon
K	Kelvin
KV	Kilovolt
S	Kükürt
LaB_6	Lantanyum Hegzaborat
Li	Lityum
μm	Mikrometre
mm	Milimetre
Torr	mmHg (Milimetre Cıva)
nA	Nanoamper
nm	Nanometre
0	Oksijen
Pd	Paladyum
Ра	Pascal
°C	Santigrat Derece
Si	Silisyum

Sr	Steradyan
W	Tungsten
V	Volt

Kısaltmalar	Açıklama	
BSE	Backscattered Electron	
BSD	Backscattered Electron Dedector	
СМС	Cell Membrane Complex	
DNA	Deoksiribo Nükleik Asit	
EBSD	Electron backscatter diffraction	
EDX	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy	
FE	Field Emission	
GC/MS	Gas chromatography - mass spectrometry	
Mag.	Magnification	
РМТ	Photomultiplier	
PCR	Polymerase Chain Reaction	
RFLP	Restriction fragment length polymorphism	
SEM	Scanning Electron Microscope	
SE	Secondary Electron	
SNR	Signal-to-noise ratio	
TEM	Transmission Electron Dedector	
WD	Working Distance	

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Kıl folikülünün yapısı
Şekil 2.2. Saçın enine kesitinin SEM görüntüsü (31 yaşında erkek saçı)5
Şekil 2.3. Kopan ve kesilen saçların SEM görüntüleri (32 yaşında erkek saçı)6
Şekil 2.4. Saçın kütikülündeki pulsu yapıların (scale) meydana getirdiği tabakalaşmayı
ve yaklaşık değerlerdeki boyutları gösteren şema (Swift 1999'dan değiştirilerek
alınmıştır)7
Şekil 2.5. Farklı türdeki memelilere ait kütikül yapılarının sınıflandırılmasını gösteren
şema (Robbins 2012'den değiştirilerek alınmıştır)
Şekil 2.6. SEM'de incelenen saçın kütikül tabakasındaki fiziksel farklılıklar. Soldaki
görüntü boyasız bir saça aittir. Sağdaki görüntü ise boyalı saçın kütikülü (Robbins
2012'den değiştirilerek alınmıştır)
Şekil 2.7. 50µm çapında bir saçın korteks yapısında bulunan mikroyapılar, nanoyapılar
ve yaklaşık değerleri (Robbins 2012'den değiştirilerek alınmıştır)9
Şekil 2.8. Parçalanmış bir saç gövdesinin SEM görüntüleri (29 yaşında erkek saçı). A)
Parçalanmış bir korteks yapısı ve kopan fiberler. B) Kortikal hücrelerin çapları. C)
Kortikal hücrelerle birlikte bir makrofiber. D)Yüksek büyütme (magnification)
değerlerinde makrofiber yapısı ve içinde bulunan intermediate fibril yapısı10
Şekil 2.9. Sarmal yapıda olan 413,4 nm boyutunda makrofiber ve makrofiberin içinde
bulunan intermediate fiberin SEM görüntüsü (29 yaşında erkek saçı)11
Şekil 2.10. Medula yapılarının SEM görüntüleri ve boyutları (29 yaşında erkek saçı)12
Şekil 2.11. Medula yapısının SEM görüntüleri (31 yaşında erkek saçı)13
Şekil 2.12. Medula türleri
Şekil 3.1. Çalışmada kullanılan SEM17
Şekil 3.2. Au-Pd Sputter Coater Kaplama Cihazı
Şekil 3.3. SEM bölümleri (Xu 2010 ve Hafner 2015'den değiştirilerek alınmıştır)20
Şekil 3.4. Elektron tabancası türleri a) Tungsten filaman b) LaB ₆ elektron tabancası c)
field emission elektron tabancası
Şekil 3.5. Field Emisyon elektron tabancaları a) schottky b) cold (Wacek ve ark. 2008)
Şekil 3.6. Farklı elektron tabancalarında elektron demetinin çap ve akım ilişkisi (Wittke
2015)

Şekil 3.7. Elektron tabancasından çıkan elektronların izlediği yol	23
Şekil 3.8. Kondenser ve objektif mercekler	24
Şekil 3.9. Aparture	24
Şekil 3.10. Kondenser mercekler, tarama bobinleri, stigmator ve aparture	25
Şekil 3.11. Stigmator bobinlerinin etkisindeki elektron demeti (Wu ve ark. 2010'dan	
değiştirilerek alınmıştır)	25
Şekil 3.12. a) ve b) Astigmatizm sorunu olan SEM görüntüleri c) Astigmatizm sorun	u
ortadan kaldırılmış, obje gerçek şeklinde (Scheres ve ark. 2008)	26
Şekil 3.13. SEM örnek odası (chamber) a) Örnek odasının içten görünümü b) Örnek	
odasının dıştan görünümü	26
Şekil 3.14. Elektron - örnek etkileşimi	27
Şekil 3.15. İkincil elektron oluşumu. PE: Birincil elektronlar SE: İkincil elektronlar .	27
Şekil 3.16. İkincil Elektron Dedektörü - Evenhart-Thornley Dedektör sistemi (Xu 20	10)
	28
Şekil 3.17. Geri saçılan elektron oluşumu	28
Şekil 3.18. Backscattered Elektron Dedektörü (BSD)	29
Şekil 3.19. Al - Ni Kompozitin SE ve BSE elektronlarla alınan SEM görüntüleri	
(Sekino 2014)	30
Şekil 3.20. X-ışını oluşum şeması	30
Şekil 3.21. EDX dedektörü	31
Şekil 3.22. Çalışma mesafesi (WD)	32
Şekil 3.23. Çalışma mesafesi (WD) ve kızılötesi (infrared) kameranın SEM şemasınd	la
görünümü	33
Şekil 3.24. Örnek tutucular	33
Şekil 3.25. Farklı tipteki çift taraflı karbon yapıştırıcılar	34
Şekil 3.26. SEM'de enine kesit görüntüsü almak için kullanılan örnek tutucular	34
Şekil 3.27. Örneğin charging durumundaki SEM görüntüsü	35
Şekil 3.28. Kaplama cihazının çalışma prensibini gösteren şema (Jeol Brochure'den	
değiştirilerek alınmıştır)	36
Şekil 3.29. Saç örneklerinin enine kesit görüntülerini almak için kullanılmış örnek	
tutucular	37
Şekil 3.30. Çift taraflı karbon yapıştırıcı üzerindeki saç kıllarının SEM görüntüleri	38

Şekil 4.1. Kesilmiş saç örneklerinin SEM görüntüleri	39
Şekil 4.2. Koparılmış saç örneklerinin SEM görüntüleri	40
Şekil 4.3. Boyasız saçlarda kütikül: a) 22 yaş, kadın b) 25 yaş, erkek c) 33 yaş, kad	ın d)
41 yaş, erkek	41
Şekil 4.4. Boyalı saçlarda kütikül: a) 22 yaş, kadın b) 29 yaş, kadın c) 33 yaş, kadır	1 d)
41 yaş, kadın	42
Şekil 4. 5. 22 yaşında boyasız kadın saçının EDX analiz sonucu	43
Şekil 4.6. 24 yaşında boyasız kadın saçının EDX analiz sonucu	44
Şekil 4.7. 30 yaşında boyasız kadın saçının EDX analiz sonucu	45
Şekil 4.8. 33 yaşında boyasız kadın saçının EDX analiz sonucu	46
Şekil 4.9. 41 yaşında boyasız kadın saçının EDX analiz sonucu	47
Şekil 4.10. 24 yaşında boyalı kadın saçının EDX analiz sonucu	48
Şekil 4.11. 26 yaşında boyalı kadın saçının EDX analiz sonucu	49
Şekil 4.12. 34 yaşında boyalı kadın saçının EDX analiz sonucu	50
Şekil 4.13. 43 yaşında boyalı kadın saçının EDX analiz sonucu	51
Şekil 4.14. 52 yaşında boyalı kadın saçının EDX analiz sonucu	52
Şekil 4.15. 22 yaşında boyasız kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	55
Şekil 4.16. 24 yaşında boyasız kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	56
Şekil 4.17. 24 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	57
Şekil 4.18. 26 yaşında boyasız kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	58
Şekil 4.19. 29 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	59
Şekil 4.20. 31 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	60
Şekil 4.21. 33 yaşında boyasız kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	61
Şekil 4.22. 34 yaşında boyasız kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	62
Şekil 4.23. 35 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	63
Şekil 4.24. 36 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	64
Şekil 4.25. 41 yaşında boyasız kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	65
Şekil 4.26. 47 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	66
Şekil 4.27. 52 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	67
Şekil 4.28. 53 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	68
Şekil 4.29. 69 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri	69
Şekil 4.30. 24 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri	70

Şekil 4.31. 25 yaşında boya	sız erkek saç kıllarının	SEM görüntüleri	71
Şekil 4.32. 27 yaşında boya	sız erkek saç kıllarının	n SEM görüntüleri.	72
Şekil 4.33. 28 yaşında boya	sız erkek saç kıllarının	n SEM görüntüleri.	
Şekil 4.34. 29 yaşında boya	sız erkek saç kıllarının	n SEM görüntüleri.	74
Şekil 4.35. 31 yaşında boya	sız erkek saç kıllarının	n SEM görüntüleri.	
Şekil 4.36. 32 yaşında boya	sız erkek saç kıllarının	n SEM görüntüleri.	76
Şekil 4.37. 34 yaşında boya	sız erkek saç kıllarının	n SEM görüntüleri	77
Şekil 4.38. 35 yaşında boya	sız erkek saç kıllarının	n SEM görüntüleri	
Şekil 4.39. 37 yaşında boya	sız erkek saç kıllarının	n SEM görüntüleri	79
Şekil 4.40. 40 yaşında boya	sız erkek saç kıllarının	n SEM görüntüleri.	80
Şekil 4.41. 42 yaşında boya	sız erkek saç kıllarının	n SEM görüntüleri.	81
Şekil 4.42. 49 yaşında boya	sız erkek saç kıllarının	n SEM görüntüleri.	
Şekil 4.43. 58 yaşında boya	sız erkek saç kıllarının	n SEM görüntüleri.	
Şekil 4.44. 64 yaşında boya	sız erkek saç kıllarınır	SEM görüntüleri	

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. 20 - 30 yaş aralığındaki insanlara ait saç örnekleri	15
Çizelge 3.2. 30 - 40 yaş aralığındaki insanlara ait saç örnekleri	15
Çizelge 3.3. 40 yaş ve üstündeki insanlara ait saç örnekleri	16
Çizelge 3.4. EDX analizinde kullanılan saç örnekleri	16
Çizelge 3.5. Elektron kaynaklarının karşılaştırılması	22
Çizelge 4.1. EDX analizleri sonucunda Kükürt (S) yüzdelik oranı	54

1. GİRİŞ

Kriminoloji de yapılan çalışmalar teknolojik gelişim paralelinde artmış ve çeşitlilik kazanmıştır. Olay yerinde bulunan her örnek, kriminolojik değer taşır. Etkili bir kriminolojik inceleme ise, örneklerin kendine özgü analizleriyle gerçekleşir.

Bu çalışmada, saç örneklerinin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılarak kriminolojik incelemeleri yapılmıştır. Farklı yaş gruplarından, 15 kadın ve 15 erkekten toplanan saç örneklerinin enine kesiti alınarak SEM görüntüleri üzerinden benzerlik ve farklılıkları incelenmiştir. Ayrıca saç boyalarının, morfolojik deformasyon etkileri ve meydana gelen kimyasal değişmeler gözlenmiştir.

Saç kılları, olay yerinde kolaylıkla bulunabilen önemli bir biyolojik bulgudur. Bu bulgu üzerinde yapılan kriminolojik incelemeler, zaman içinde farklı bilimsel metotların gelişmesini sağlamıştır.

Adli bilimlerde, saç örneği ile ilgili en çok bilinen uygulamalardan birisi DNA analizleridir. Biyolojik örneklerden DNA'nın çekilmesi (extraction) prensibine dayanır (Walsh 1992). Sonrasında moleküler biyoloji kapsamında olan ileri analizlerde iki farklı metot bulunmuştur. Bunlardan ilki RFLP (Sınırlayıcı enzim parça uzunluk çeşitliliği) tekniği, diğeri PCR (Polimeraz zincir tepkimesi) olarak bilinen tekniktir.

RFLP, ilk geliştirilen ve DNA dizilerinde mevcut değişimlerden faydalanmayı amaçlayan, DNA'nın restriksiyon enzimi yoluyla parçalanması ile gerçekleştirilen bir teknik olarak kullanılmış ve güçlü bir ayırt edicilik sağlamıştır. Yüksek seviyede ayırt edici olmasının nedeni DNA örneğinin parça uzunlukları sayısına, miktarına ve boyutuna göre ayrım yapılmasıdır. Ayrıca bozulmaya uğramış DNA'lar ile kullanılamayan ve daha fazla DNA örneğine ihtiyaç duyan bir teknik olarak bilinmektedir (Reynolds ve ark. 1991). Bu nedenle, son zamanlarda ikinci metot olan PCR tekniği, RFLP tekniğinin yerini almıştır. 1985 yılında Kary Mullis tarafından bulunmuş olan PCR tekniğin avantajı ise, az miktarda DNA örneğine gereksinim duyması ve bozulmuş DNA'dan bile bilgi toplanabilmesidir (Higuchi ve ark. 1988, Walsh ve ark. 1992).

Saç üzerinde yapılan uyuşturucu madde tespitiyle ilgili çalışmalar da adli bilimler alanında önemli bir yere sahiptir. Kokain, marihuana, nikotin, eroin, amfetaminler vb. uyuşturucu ya da uyarıcı maddelerin saçtaki tespiti analitik kimyada kullanılan GC/MS (Gaz Kromatografisi - kütle spektrometresi) yöntemiyle yapılabilir. GC/MS cihazıyla gerçekleştirilen bu yöntemde, analiz edilen maddede bulunan farklı bileşiklerin ayırt edilmesi sonucunda kötü amaçlı maddeler tespit edilebilmiştir (Suzuki ve ark. 1984, Baumgartner ve ark. 1989, Graham ve ark. 1989). Ancak bu yöntem uzun dönem uyuşturucu kullanımında etkin sonuçlar vermiştir. Dolayısıyla son birkaç gün içindeki uyuşturucu kullanımı bu analizle belirlenememektedir.

Saç örnekleri ile ilgili yapılan kimyasal ve biyolojik analizler ile birlikte tüm kapsamlı mikroskobik ve makroskobik karşılaştırma analizlerinin değerlendirilmesi gerekmektedir (Gaudette ve Keeping 1974, Gaudette 1982). Renk, pigment büyüklüğü, pigment dağılımı, pigment yoğunluğu, saçta boya olup olmadığı, varsa medula tipi, maksimum ve minimum çap değeri, uç kesim tipi (kopma, kesilme) gibi tüm fiziksel özelliklerin ayrıntılı mikroskobik analizlerle tanımlanması ve karşılaştırmada bulunulması; şüphelileri suçludan hariç tutmak, şüpheli sayısını azaltmak için oldukça önemli kanıtlar sağlar. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), sahip olduğu yüksek ayırma gücü ile saç örneklerinin morfolojik analizlerinde önemli bir yere sahiptir.

Farklı popülasyonlarda bulunan insanların saçları ile ilgili yapılan çalışmalarda ise, Hardy (1973), saçın en dış tabakası olan kütikül hücrelerinin dizilimine ve hücrelerarası açıklık değerlerine göre belirli farklılıkların olduğunu belirlemiştir. Örneğin Asyalı ve Kafkasyalılar ile ilgili saçın en dış tabakası olan kütikül farklılıkları ve etnik köken tespiti hakkında çalışmalarda bulunulmuştur (Takahashi ve ark. 2006).

Mikroskopi kapsamında medula ile ilgili yapılan çalışmalar, kriminolojiye önemli katkılar sağlamıştır. Yapılan çalışmalar sonucunda saç, dört farklı medula türüne göre sınıflandırılmıştır: Medula yapısı içermeyen saçlar, kısıtlı ve yetersiz medulalı saçlar, kırıklı ve parçalanmış medulalı saçlar, sürekli medulalı saçlar (Wynkoop 1929). Bu doğrultuda geliştirilmiş mikroskobik çalışmalarla beraber, saçın çapı ve saçtaki medula oluşumu arasında pozitif bir ilişki bulunmuştur (Hardy 1973).

Bu çalışmada, fiziksel metotlarla hazırlanan saç örnekleri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile ayrıntılı olarak incelenmiş, aynı mikroskopi değerlerinde alınan görüntüler ve EDX analiz sonuçları karşılaştırılmıştır. SEM analizleri sonucunda; farklı yaş ve cinsiyetteki insanlara ait saç kılları arasındaki benzerlik ve farklılıklar ile boyalı veya boyasız saç arasındaki fiziksel ve kimyasal farklılıklar yorumlanmış ve değerlendirilmiştir.



2. GENEL BİLGİLER

2.1. Kıl

Üst derinin (epidermis) içe çökmesi ile oluşan oyuntudan, alt derideki (dermis) kesede hücrelerin toplanması ile oluşarak çıkan, ince ve keratinden oluşmuş uzun, silindir biçiminde yapılardır (Kalaycı 1986). Yapısal olarak kök ve gövdeden (korpus) oluşur (Şekil 2.1). Vücudun çoğu bölgesinde bulunur. Bulunduğu bölge, yaş, cins ve ırka göre; kalınlık (kıl çapı), uzunluk ve renk bakımından değişkenlik gösterir. Aynı zamanda kişiden kişiye farklılık gösteren karakteristik yapılardır.



Şekil 2.1. Kıl folikülünün yapısı (Robbins 2012'den değiştirilerek alınmıştır)

2.2. Kıl Türleri

Kıllar vücutta üç tipte bulunur: Lanugo, Vellus ve Terminal.

2.2.1. Lanugo

Fetusun gövdesini kaplayan ince kıllardır, anne karnında oluşur ve doğum sonrası birkaç hafta içinde dökülerek yerini vellus kıllarına bırakırlar.

2.2.2. Vellus

Renksiz, ince (~30 µm), görülmesi zor, köklerinde yağ bezesi olmayan kıllardır. Ergenlik döneminde pigmentler oluşur, çap değeri kalınlaşır ve belirginleşmeye başlayarak yerini terminal kıllara bırakır (Elçin 2012).

2.2.3. Terminal

Terminal kılların çapı, 150 - 300 µm'ye ulaşabilir (Elçin 2012). Ergenlik döneminden sonra oluşan vücudun çeşitli bölgelerinde bulunan renk pigmenti içeren kıllar (göğüs kılları, sakal vb.) ve saç, terminal kıllar olarak adlandırılır.

2.3. Saç

Saç, insan kafa derisinde bulunan terminal kıllardır. Enine kesit olarak bakıldığında gövdede kütikül, korteks ve medula olmak üzere üç katman bulunur (Şekil 2.2). Saç çapı, kişiden kişiye farklılık gösterir.





Yaş arttıkça maksimum saç uzunluğunun ve çapının azaldığı belirtilmektedir (Courtois ve ark. 1994). Ayrıca yapılan çalışmalarda, çapı 35 µm' den az olan saçlar çok ince; 35-50 µm çap aralığında olanlar ince; 51-65 µm çap aralığındaki saçlar orta kalınlıkta; 66-80 µm çap aralığındakiler kalın ve 80 µm' den fazla çap ölçüsüne sahip saçlar çok kalın olarak tanımlanmıştır (Courtois ve ark. 1994).

2.4. Saç Kökü

İki tabakalı boru şeklinde bir yapı olan kıl folikülü ile çevrelenmiştir (Şekil 2.1). Her saç kökünün etrafında dış ve iç kök kılıfı sarılıdır. Dış kök kılıfının bitiminde epidermis denilen üst deri başlar. Deriye doğru olan en alt bölüm ise kıl bulbusu denilen ampul biçiminde bir yapı oluşturur. Bu yapıda bağ dokusu kılıfın içine doğru çıkıntı oluşturur ve burada kıl papillası ile melanosit olarak adlandırılan yapılar yer alır (Şekil 2.1).

Ayrıca folikülün çevresinde ve yakınında bulunan salgı bezleri vardır. Bunlar salgıladıkları sebum adı verilen salgı bezleriyle cildi koruma görevi üstlenir. Aynı zamanda saçlara kayganlaştırıcı etkide bulunur.

2.5. Saç Gövdesi

Saç gövdesi, silindirik biçimde, ortak merkezli halka şeklinde 3 tabakadan meydana gelir. Merkezinde medula, onu çevreleyen korteks ve en dışta ise korteksi çevreleyen epidermal hücrelerden yapılı keratinden meydana gelmiş kütikül tabakası bulunur (Şekil 2.3).



Şekil 2.3. Kopan ve kesilen saçların SEM görüntüleri (32 yaşında erkek saçı)

2.5.1. Kütikül

Çekirdeksiz, tek sıra, uç bölümleri üst üste binerek oluşmuş (kiremit biçiminde) keratinize yassı hücre tabakasıdır. En dış kısımda bulunur ve incedir (Şekil 2.2 ve Şekil 2.3). Keratini korteksteki gibi sert tiptedir. Kütikül kıl yapısında, korteksi çevreleyen kimyasal olarak dirençli bir bölgedir. Enine kesitte bakıldığında 6 katmandan meydana geldiği görülür.

Şekil 2.4'de görüldüğü gibi pulları andıran kütikül hücreleri birbirlerini örterek uzar ve saç kökünden ucuna kadar en dış bölgede keratinleşmiş ve yassı hücrelerden oluşan kütikül yapısını meydana getirir.



Şekil 2.4. Saçın kütikülündeki pulsu yapıların (scale) meydana getirdiği tabakalaşmayı ve yaklaşık değerlerdeki boyutları gösteren şema (Swift 1999'dan değiştirilerek alınmıştır)

2.5.1.1. Kütikül türleri

Cinsiyet, yaş, saç tipi, coğrafi bölge ve ırk farklılıkları, saç çapında ve kütikül hücreleri arası açıklık değerlerinde değişkenliğe neden olabilir. Memelilerde, kütikülü oluşturan ve pulları andıran hücre yapılarının farklılıklarına göre yapılan analizlerde ise yapı dizilişlerine göre sınıflandırma yapılmıştır (Şekil 2.5).

Hausman, 190 memeli üzerine yaptığı çalışmalarla; kütikülü oluşturan pulları andıran yapıların (scale) dizilişlerine göre temelde 2 tip belirlemiştir: imbricate ve coronal. İmbricate tipi kütikülde, üst üste binen pullardan meydana gelen bir yapı; coronal tipi kütikülde ise taçsı bir diziliş gözlemlenmiştir. Saç, imbricate tipi kütikül sınıfına dahil edilmiştir (Hausman 1924).



Şekil 2.5. Farklı türdeki memelilere ait kütikül yapılarının sınıflandırılmasını gösteren şema (Robbins 2012'den değiştirilerek alınmıştır)

2.5.1.2. Kütikül yapı bozulmaları

Boyasız saçlara ait kütikül yapılarında pulsu hücre tabakalarının (scale) kenar kesitleri daha düzgün görünürken; boya, şampuan, renk açıcı vb. kimyasallara maruz kalmış saçlarda ise kırık yapılar ve hücrelerin bir araya geldiği bağlantı noktalarında deforme olmuş kesitler görülür (Şekil 2.6). Doğal olmayan bu uygulamalar tabakaların tamamen soyulması ya da parçalanmasıyla sonuçlanan etkileri ortaya çıkarır. Aynı zamanda; tarama, fırçalama vb. mekanik etkili hasara uğramış saçlarda kırılmalar ve bozulmuş yapılar gözlenir (Garcia 1978).

SEM'de ayrıntılı bir şekilde görülebilen bu yapı farklılıkları, doğal yapısını koruyan saçların deformasyona uğramış saçlar ile karşılaştırılmasını sağlar (Şekil 2.6).



Şekil 2.6. SEM'de incelenen saçın kütikül tabakasındaki fiziksel farklılıklar. Soldaki görüntü boyasız bir saça aittir. Sağdaki görüntü ise boyalı saçın kütikülü (Robbins 2012'den değiştirilerek alınmıştır)

2.5.2. Korteks

Kütikül ve medula katmanlarının ortasında yer alan, uzun, yassı iğ biçimli, aşırı keratinize olmuş asidofilik -asitli ortamı seven- hücrelerdir. Korteksi meydana getiren hücrelerin sitoplazmasında melanin pigmenti (deri, kıl, göz gibi yapılara renk veren hücrelerin içinde veya arasında bulunan, kahverengimsi-siyah tanecikli melanosit denilen dentritik hücreler tarafından sentezlenilen iç kaynaklı pigment) bulunur. Hücreler çok tabakalı düzendedir ve sert keratin içerirler (Kalaycı 1986).

Korteks yapısı, hücreler ve hücrelerarası bağlantı maddelerinden oluşur. Saç gövdesinin kütlece en büyük kısmıdır. Bu oran %70 - %90 arası olabildiği gibi, ince saçlarda görece daha düşük bir orana sahiptir. Hücrelerarası bağlayıcı maddeler, hücre zarı kompleksi (CMC - Cell Membrane Complex) olarak tanımlanmıştır.

Şekil 2.7'de görüldüğü gibi, korteks yapısını oluşturan kortikal hücreler; makrofiberler, orta düzey (intermediate) fibriller ve en küçük çapa sahip yapılar olan proto-fiberlerden meydana gelir. Orta düzey fibriller, proto-fiberlerden meydana gelir. Makrofiberler ise orta düzeydeki fibrillerden meydana gelmiştir. İç içe geçen ve düzenli bir dizilimle oluşan bu yapılar belirli büyüklüklere sahiptir.



Şekil 2.7. 50µm çapında bir saçın korteks yapısında bulunan mikroyapılar, nanoyapılar ve yaklaşık değerleri (Robbins 2012'den değiştirilerek alınmıştır)

SEM'in ayırma gücüne bağlı olarak mikroskobik incelemelerde bu yapılar görülebilmektedir (Şekil 2.8). Proto-fiber yapılar Å boyutlarında olduğundan SEM için uygun değildir. Korteksi meydana getiren hücreler ve hücreleri oluşturan makrofiber yapılar ise; kırılmış saç kılları üzerinde belirgin olarak gözlenebilmektedir.

Şekil 2.8'de görülen korteks hücreleri, değişiklik göstermekle birlikte yaklaşık 1-6 µm çapında olduğu tanımlanmıştır (Randebrock 1964).

Makrofiberler ise kortikal hücrelerde bulunan, 0,1 µm - 0,4 µm çapa sahip yapılardır (Şekil 2.9). Hücrelerin önemli bir bölümünü kapsar. İğ şeklinde yapılardır. Her bir makrofiber yapı; çok iyi bir ölçüde düzenlenmiş intermediate (orta düzey) fiberlerden meydana gelir (Şekil 2.7 ve Şekil 2.9). Bu orta düzey fiberler, görece daha az düzenli bir yapı olan matrikste bulunur (Randebrock 1964).



Şekil 2.8. Parçalanmış bir saç gövdesinin SEM görüntüleri (29 yaşında erkek saçı). A) Parçalanmış bir korteks yapısı ve kopan fiberler. B) Kortikal hücrelerin çapları. C) Kortikal hücrelerle birlikte bir makrofiber. D) Yüksek büyütme (magnification) değerlerinde makrofiber yapısı ve içinde bulunan intermediate fibril yapısı

Matriks yapısı, makrofiberlerde bulunan ve intermediate fiberleri ihtiva eden yapılardır (Şekil 2.7). Kükürt oranı yüksek bir yapıdır ve amorf olarak değerlendirilir. Hem insan saçı hem de yün lifleri için matriks - intermediate miktarlarının çeşitli değerlendirmeleri yapıldı. Göreli değerlendirmeler çeşitlilik gösterse de matriks - intermediate fiber oranının 1'den yüksek olduğu anlaşıldı (Gillespie ve ark. 1964).

Intermediate (orta düzeydeki) fiberler, makrofiber yapısındaki matrikste yer alır. Makrofiberler, kortikal hücrelerde spiral olarak düzenlenmiştir ve her sarmal yapının çapı yaklaşık 4000 Å (400 nm) değerindedir (Şekil 2.9). Intermediate fiberler ise bu yapının içinde yaklaşık 75 Å çap değerine sahip olarak yer alır (Johnson ve ark. 1965). Intermediate fiberleri ise, içinde sarmal protein zincirinden meydana gelir.



Şekil 2.9. Sarmal yapıda olan 413,4 nm boyutunda makrofiber ve makrofiberin içinde bulunan intermediate fiberin SEM görüntüsü (29 yaşında erkek saçı)

2.5.3. Medula

Saçın merkezinde yer alan, boşluklu ve kübik hücrelerden meydana gelmiş bir yapıdır (Şekil 2.10 ve Şekil 2.11). Sitoplazması yumuşak keratin bulunduran ve sıklıkla pigment içeren bir yapıya sahiptir. Kalın saç tiplerinde bulunur. İnsan saçının çapı ve saçtaki medula oluşumu arasında pozitif bir ilişki bulunmuş ve bu konuda çalışmalar yapılmıştır (Hardy 1973). Medula hücreleri gevşek bir şekilde doludur ve dehidrasyon oluşumu sırasında, saç ekseni boyunca bir dizi vaküol bırakırlar.



Şekil 2.10. Medula yapılarının SEM görüntüleri ve boyutları (29 yaşında erkek saçı)

İlk olarak merinos yünü gibi ince hayvan tüylerinin sadece kütikül ve korteksten oluştuğu, ancak kalınlık arttıkça, medula olarak adlandırılan üçüncü bir hücre türünün, bulunduğu ileri sürülmüştür (Fraser ve ark. 1962). At kuyruğu, yelesi veya kirpilerdeki sert dikensi tüy gibi kalın hayvan kıllarında, medula nispeten büyük bir lif kütlesinden oluşur.

Saç medulası, toplam kesitin görece daha küçük ve kişiden kişiye değişebilen boyutlara sahiptir. Saç kesitinin merkezinde bulunan medula, toplam kesite oranla küçük bir çapa sahip ve hücreler arası boşluklar vardır (Şekil 2.11).



Şekil 2.11. Medula yapısının SEM görüntüleri (31 yaşında erkek saçı)

Saçın medulası ile ilgili araştırmalarda, medulanın hiç mevcut olmadığı ya da mevcut ise, çok değişken olduğu görülmüştür (Langbein ve ark. 2010). Örneğin; saçın dikey ekseni boyunca sürekli (kesintisiz) veya süreksiz (kesintili) olabilir. Bazı durumlarda, çift veya bölünmüş medula gözlemlenebilir. Saç kıllarında, medula genellikle toplam kütlenin yalnızca küçük bir yüzdesini oluşturur. Medula türleri konusunda yapılan çalışmalarda medula ve saç kılları hakkında belirli tanımlamalar yapılmıştır. Irklara göre kütikül yapısı farklılıkları gibi, medula görülme oranında da coğrafi bölgelere göre farklılıklar vardır. Asyalıların kalın saç tiplerindeki medula oranı, Kafkas insanlarının saçlarındaki medula oranından daha fazladır (Menkart 1966).

Hindistan'da 12 farklı popülasyondaki insanlardan toplanan saçlar karşılaştırmalı olarak analiz edilerek saçın çapı ve medula ilişkisi ile ilgili yapılan çalışmalar kapsamında ortaya çıkan veriler ile medula yapısına göre üç ayrı saç tipi tanımlanmıştır: Sürekli medulalı saçlar, süreksiz medulalı saçlar ve medula içermeyen saçlar. Medula içermeyen saçlar ince saçlar, süreksiz (kesintili) medulaya sahip olan saçlar orta çapta ve sürekli (kesintisiz) bir medulaya olan saçlar ise kalın saçlar olarak belirlenmiştir (Banerjee 1962).

Benzer çalışmalarda da medula ve saç çapı ilişkisi incelenmiştir. Farklı bölgeler ve popülasyonlardan elde edilen; medula içeren ve medula içermeyen saçlar için, kişi

başından çok sayıda saç kılı örneği alınarak bir veri tabanı oluşturulmuş ve oransal bir sonuçla saç kılının çapı ve medula bulunma olasılığı arasında doğru orantı olduğu tespit edilmiştir (Banerjee 1962, Das-Chaudhuri ve ark. 1984). Sakal kıllarının saçtan daha kalın olduğu ve yüksek oranda medula içerdiği belirtilmiştir (Birbeck ve ark. 1957). Bu konuda yapılan çalışmalarda, farklı kılların medulalarını ayırmak kolay olmamıştır (Dedeurwaerden ve ark. 1964). Ancak, sakal kıllarında az sayıda da olsa kortikal hücrelere ve keratin proteinlerine rastlandığını ve medula hücrelerindeki keratin dizilişinin çok düzensiz olduğu ispatlanmıştır (Langbein ve ark 2009).

Saçtaki medula varlığının ve türünün yaşla bir ilgisi olmadığı, fakat saç çapı ile doğrudan ilgisi olduğu görülmüştür. İnce saç kıllarının medula içermediği, orta kalınlıkta çapa sahip kılların kırılmış ve bozuk bir yapıya sahip medula ya da kısıtlı ve süreksiz bir medula içerdiği, daha büyük çaptaki kıllarda ise sürekli yapıya sahip medula olduğu tespit edilmiştir (Birbeck ve ark. 1957, Das-Chaudhuri ve ark. 1984).

Dolayısıyla, saç çapı ile medula yapısı arasında oldukça güçlü bir ilişki kurulmuştur. Bu nedenle, yetişkinlere oranla daha ince çap boyutunda saçlara sahip olan çocuklarda medula yapısına rastlanmamıştır. Şekil 2.12'de görüldüğü gibi yapılan çalışmalar sonucunda saç, 4 farklı medula türüne göre sınıflandırılmıştır: Medula yapısı içermeyen saçlar, kısıtlı ve yetersiz medulalı saçlar, kırıklı ve parçalı medulalı saçlar, sürekli medulalı saçlar (Wynkoop 1929).



Sekil 2.12. Medula türleri

(http://what-when-how.com/forensic-sciences/comparison-microscopic/)

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

Farklı yaşta insanlardan alınan saç örneklerinin mikroskobik özellikleri incelenmiştir. Enine kesit metoduyla yapılan incelemelerde, Çizelge 3.1, Çizelge 3.2 ve Çizelge 3.3'de gösterildiği gibi, üç ayrı yaş aralığı belirlenmiş ve her yaş aralığından 5 erkek, 5 kadın olmak üzere toplamda 30 ayrı insandan saç örneği alınarak fiziksel yapıları karşılaştırılmıştır.

3.1.1. Enine kesit yöntemi için kullanılan saç örnekleri

Çizelge 3.1. 20 - 30 yaş aralığındaki insanlara ait saç örnekleri

	YAŞ	CINSIYET	BOYALI/BOYASIZ
1. ÖRNEK	22	KADIN	BOYASIZ
2. ÖRNEK	24	KADIN	BOYASIZ
3. ÖRNEK	24	KADIN	BOYALI
4. ÖRNEK	26	KADIN	BOYASIZ
5. ÖRNEK	29	KADIN	BOYALI
6. ÖRNEK	24	ERKEK	BOYASIZ
7. ÖRNEK	25	ERKEK	BOYASIZ
8. ÖRNEK	27	ERKEK	BOYASIZ
9. ÖRNEK	28	ERKEK	BOYASIZ
10. ÖRNEK	29	ERKEK	BOYASIZ

Çizelge 3.2. 30 - 40 yaş aralığındaki insanlara ait saç örnekleri

	YAŞ	CİNSİYET	BOYALI/BOYASIZ
11. ÖRNEK	31	KADIN	BOYALI
12. ÖRNEK	33	KADIN	BOYASIZ
13. ÖRNEK	34	KADIN	BOYASIZ
14. ÖRNEK	35	KADIN	BOYALI
15. ÖRNEK	36	KADIN	BOYALI
16. ÖRNEK	31	ERKEK	BOYASIZ
17. ÖRNEK	32	ERKEK	BOYASIZ
18. ÖRNEK	34	ERKEK	BOYASIZ
19. ÖRNEK	35	ERKEK	BOYASIZ
20. ÖRNEK	37	ERKEK	BOYASIZ

	YAŞ	CİNSİYET	BOYALI/BOYASIZ
21. ÖRNEK	41	KADIN	BOYASIZ
22. ÖRNEK	47	KADIN	BOYALI
23. ÖRNEK	52	KADIN	BOYALI
24. ÖRNEK	53	KADIN	BOYALI
25. ÖRNEK	69	KADIN	BOYALI
26. ÖRNEK	40	ERKEK	BOYASIZ
27. ÖRNEK	42	ERKEK	BOYASIZ
28. ÖRNEK	49	ERKEK	BOYASIZ
29. ÖRNEK	58	ERKEK	BOYASIZ
30. ÖRNEK	64	ERKEK	BOYASIZ

Çizelge 3.3. 40 yaş ve üstündeki insanlara ait saç örnekleri

3.1.2. EDX analizi için kullanılan saç örnekleri

Kimyasal inceleme olarak, 10 farklı kadından alınan boyalı ve boyasız saç örneklerinin EDX element analizi yapılmıştır (Çizelge 3.4).

	YAŞ	CINSIYET	BOYALI/BOYASIZ
1. ÖRNEK	22	KADIN	BOYASIZ
2. ÖRNEK	24	KADIN	BOYALI
3. ÖRNEK	24	KADIN	BOYASIZ
4. ÖRNEK	26	KADIN	BOYALI
5. ÖRNEK	30	KADIN	BOYASIZ
6. ÖRNEK	34	KADIN	BOYALI
7. ÖRNEK	33	KADIN	BOYASIZ
8. ÖRNEK	43	KADIN	BOYALI
9. ÖRNEK	41	KADIN	BOYASIZ
10. ÖRNEK	52	KADIN	BOYALI

3.2. Yöntem

Mikroskopi çalışması, Uludağ Üniversitesi Mikroskopi Laboratuvarında bulunan ZEISS EVO 40 marka Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile gerçekleştirilmiştir. Termiyonik Elektron Tabancası (tungsten filaman) kullanılan bir SEM modelidir (Şekil 3.1).

Enerji Dağınımlı X-ışınları Spektrometresi (EDX) analizlerinde ise Bruker marka xışını dedektörü kullanılmıştır.



Şekil 3.1. Çalışmada kullanılan SEM

Filamandan gönderilen elektronlar ile örnek etkileşimi sağlanarak çözünürlüğü yüksek SEM görüntüleri elde edebilmek için örnek yüzeyinin Altın-Paladyum ile kaplanması (%60 Altın - %40 Paladyum) gerekmektedir. Bu işlem için BAL-TEC SCD005 model sputter-coater kaplama cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.2).



Şekil 3.2. Au-Pd Sputter Coater Kaplama Cihazı

3.2.1. SEM'in tarihçesi

İlk geliştirilen elektron mikroskobu, Geçirimli Elektron Mikroskobudur (Transmission Electron Microscope) (TEM) (Ernst Ruska, Germany 1931). Knoll (1935) ve Ardenne (1938) tarafından TEM'e tarama bobinleri eklenerek düzenlemeler yapılmıştır.

TEM'in, Taramalı Elektron Mikroskobundan (SEM) daha önce geliştirilmiş olması bilgisayara gereksinim duymamasıydı. Mikroskopi alanında yapılan çalışmalar ve düzenlemelerle ilk Taramalı Elektron Mikroskobu 1942 yılında RCA laboratuarlarında 1 µm çözünürlük ile kullanılmaya başlandı. Oatley ve McMullan ise 1953 yılında 50 nm çözünürlüğe ulaşmayı başardı.

SEM İlk kez 1960'lı yıllarda ticarileşmeye ve teknolojinin gelişimi ile birlikte yayılmaya başladı. Günümüzde pm seviyesinde çözünürlüğe ulaşılmıştır.

3.2.2. SEM tanımı ve çalışma prensibi

SEM, yeteri kadar hızlandırılmış elektronlar ile örneğin etkileşmesi esasına dayanır. Elektron hızına bağlı olarak ayırma gücüne (resolution) sahiptir. Ayırma gücü, elektronun hızına bağlıdır. SEM, ışık mikroskoplarına kıyasla yüksek çözünürlüğe sahip, morfolojik görüntüleme yapar.

SEM'de, elektron tabancasında üretilen elektronlar anot-katot düzeneğinde uygulanan potansiyel farkı ile hızlandırılır ve optik sisteme yönlenir. Elektromanyetik mercek sistemleri ile odaklanan elektronlar, örnek atomları ile elastik ve inelastik etkilenmeler yapar. Örnek yüzeyinin 1-3 µm derininden x-ışınları açığa çıkar.

Etkileşim sonucunda saçılan elektronları ve x-ışınlarını algılayan dedektörler, aldıkları elektron veya x-ışınlarını sinyal güçlendiricilerden geçirir ve manyetik tarama bobinleri (scan coils) ile elektronları örnek yüzeyinde, görüntü ekranıyla senkronize olarak tarama işlevinde bulunur. Açığa çıkan x-ışınları, EDX dedektörüne giderek element analizi gerçekleştirilir.

3.2.3. SEM'in genel özellikleri

Işık mikroskoplarına göre ayırma gücü (resolution) ve alan derinliği (depth of field) yüksektir. Geniş büyütme (magnification) aralığına sahiptir (3x-1000000x) ve bu değerler için birçok değişken vardır. SEM'in elektron tabancası türü ve özelliği, üretimden kaynaklı değişkenlerdir. Örnek özelliklerine bağlı olarak ise; örnek iletkenliğinin güçlü ya da zayıf olması, yüzeyin eğimli ya da düz olması gibi değişkenler, ayırma gücüne ve buna bağlı olarak büyütme değerlerine etki eder.

Field Emission (Alan emisyonlu) elektron tabancalarına sahip SEM sistemleri FE-SEM olarak adlandırılır ve ayırma gücü, termiyonik elektron tabancalarına göre daha yüksektir. Morfolojik görüntü bilgisi ile beraber görüntü üzerinde ölçümler de yapılabilir.

EDX (Energy Dispersive X-ray Spectrometer) (Enerji Dağılımlı x-ışınları spektrometresi) dedektörü aracılığıyla element ve bileşiklerin göreceli miktarları yüzdelik oranlar şeklinde elde edilir ve haritalama (mapping) yöntemiyle, SEM görüntüsü üzerindeki hedef bölgede hangi elementlerin yoğunlaştığı tespit edilebilir. EBSD (Electron Backscatter Diffraction) dedektörü ile örneğin kristalografik bilgisi elde edilebilir. SEM'in farklı dedektörler ile desteklenmesi örnek hakkında elde edilecek bilgileri çeşitlendirir.

3.2.4. SEM sistemi

SEM düzeneğinde; elektron tabancası, elektron demetini toplamak ve yönlendirmek için kullanılan kondenser mercekler, elektron demetinin çapını kontrol etmek için kullanılan mekanik açıklıklar (apartür), örnek yüzeyini taraması için elektron saptırıcı tarama bobinleri bulunur.

Vakum altındaki örnek odasında (chamber), örneklerin yerleştiği tutucu (holder) ve dedektörler vardır (Şekil 3.3).



Şekil 3.3. SEM bölümleri (Xu 2010 ve Hafner 2015'den değiştirilerek alınmıştır)

3.2.5. Elektron tabancası

Elektron tabancası, filaman aracılığı ile elektron demetini üreten, uygulanan potansiyel fark ile elektron demetini örnek üzerine hızlandıran aygıttır. Üç tür elektron tabancası vardır: Tungsten Elektron Tabancası, LaB₆ (Lantanyum Hegzaborat) Elektron Tabancası ve Field Emission Elektron Tabancası (Şekil 3.4).



Şekil 3.4. Elektron tabancası türleri a) Tungsten filaman b) LaB_6 elektron tabancası c) field emission elektron tabancası.

(http://www.ammrf.org.au/myscope/sem/practice/principles/gun.php)
Elektron demeti üretmenin iki temel yolu vardır: Termiyonik yayınım, ısıtılan katot yüzeyden belirli sıcaklıklarda elektron yayınlanır. Foto yayınım ise, ışığa duyarlı katot malzeme üzerine, yönlendirilmiş bir lazer atması gönderilerek elektron yayınımı sağlanır. Bu doğrultuda SEM elektron tabancaları için iki ana elektron kaynağı türünden bahsedilir.

3.2.5.1. Termiyonik elektron tabancası (Thermionic electron gun)

Isıtılmış bir filamanın elektron yayınlaması prensibiyle (Edison etkisi) çalışan bir elektron tabancasıdır. Tungsten filamanlar ve LaB_6 türü elektron tabancası kullanılır (Şekil 3.4 a, b).

Tungsten elektron tabancası, 2700 K'in üzerindeki sıcaklıklara ısıtıldığında yeterli enerjiye sahip elektronlar filamanın ucunda birikir. Tungsten filamanın yanına pozitif yüklü bir plaka (anot) yerleştirilir. Tungsten filaman katot yapıda olduğundan, filamanın ucunda biriken elektronlar anotun çekim etkisinde kalır. Anota doğru yönlenen elektronlar, dikey doğrultuda elektron demeti oluşturur. Tungsten filaman ile anot arasına uygulanan gerilim ile elektronlar örnek yüzeyine doğru hızlandırılır.

Tungsten filaman, en ucuz ve kullanım süresi en kısa elektron tabancasıdır. Parlaklık 10^5 A/cm² sr ve kullanma süresi ise yaklaşık 30 ile 100 saat arasındadır. İstenilen vakum değeri 10^{-3} Pa'dır (10^{-5} torr). Filamanın çapı ise yaklaşık 100 µm civarındadır, V şeklindedir.

LaB₆ elektron tabancası, Tungsten filamandan daha pahalı bir termiyonik elektron tabancasıdır. Ucu tek kristal tungstenden meydana gelir (Şekil 3.4). Çalışma sıcaklığı 1800 K' nin biraz üzerindedir. Parlaklık değeri 10^6 A/cm² sr, kullanım süresi ise 200 ile 1000 saat arasında bir değer alır. İdeal vakum değeri 10^{-5} Pa (10^{-7} torr). LaB₆' ın çapı ise yaklaşık 100 µm, uzunluğu 0.5 mm' dir.

3.2.5.2. Field Emisyon elektron tabancası (Field emission electron gun)

Cold, thermal ve schottky field emission türleri kullanılır. Field Emission (FE) elektron tabancası, tek kristal tungstenin ucunun sivriltilmiş ve yeni bir şekle getirilmiş elektron tabancası türüdür (Şekil 3.5). En pahalı ve uzun ömürlü elektron tabancası türüdür (yaklaşık 1000 saatin üzerinde).

Parlaklık değeri 10⁸ A/cm² sr ve istenilen vakum değeri 10⁻⁷ Pa 'dır. (10⁻⁹ torr) Uç kısmının çapı yaklaşık 100 nm veya daha aşağıda bir değer alır.





Elektron tabancaları özellikleri bakımından farklılıklar taşır. Çizelge 3.5'de farklı türdeki elektron tabancalarının sahip olduğu çeşitli özelliklerin ayrıntılı karşılaştırılması yapılmıştır.

Emitter type	Thermionic	Thermionic	Field Emission	Field Emission
Characteristic	Tungsten	LaBe	Cold	Schotky
Operatingtemperature	2700 K	2000 K	300 K	1800 K
Cathode radius (µm)	60	10	<0.1	<1
Virtual source radius (nm)	15000	5000	2,5	15
Emission current density (A cm ⁻²⁾	3	30	17000	5300
Total Emission current (μ A)	200	80	5	200
Brightness	< 10 ⁵	< 10 ⁶	10 ⁷ - 10 ⁹	5 x 10 ⁸
Maximum beam current (nA)	1000	1000	3	300
Energy spread at cathode (eV)	0.59	0.40	0.26	0.31
Energy spread at gun exit (eV)	1.5 - 2.5	1.3 - 2.5	0.3-0.7	0.35 - 0.7
Emission current drift (%hr ⁻¹)	0.1	0.2	5	< 0.5
Vacuum requirement (Torr)	10 ⁻⁴	10 ⁻⁶	< 10 ⁻¹⁰	10 ⁻⁸ - 10 ⁻⁹
Life time	60-200 hrs	1000 hrs	<2000 hrs	< 2000 hrs
Cathode regeneration (flashing)	Not required	Not required	Every 6-8 hrs	Not required

Çizelge 3.5. Elektron tabancalarının karşılaştırılması (http://slideplayer.com/slide/4780596/)

Daha küçük çap boyutları ve akım değeri için FE elektron tabancaları kullanışlıdır. Geniş çaplarda yüksek akım elde edebilmek için termiyonik elektron tabancaları kullanılır (Şekil 3.6).



Şekil 3.6. Farklı elektron tabancalarında elektron demetinin çap ve akım ilişkisi (Wittke 2015)

3.2.6. Optik sistem

SEM optik sisteminde, elektronları odaklamak ve yönlendirmek için kullanılan dairesel kesitteki aralıklar (aperture), elektromanyetik mercekler, elektronları saptırıcı tarama bobinleri bulunur (Şekil 3.1).

3.2.6.1. Mercekler

SEM'de elektromanyetik mercekler kullanılır. Şekil 3.7' de gösterildiği gibi elektron tabancasından çıkan elektronlar, anot plakaya paralel bir konumda bulunan elektromanyetik mercekler tarafından toplanarak optik eksen doğrultusunda inceltilerek yoğunlaştırılır.



Şekil 3.7. Elektron tabancasından çıkan elektronların izlediği yol (http://www.ammrf.org.au/myscope/pdfs/sem.pdf 'den değiştirilerek alınmıştır)

Elektromanyetik mercekler, kondenser ve objektif mercekler olmak üzere ikiye ayrılır. Kondenser mercekler, SEM kolon dizaynı içindeki ilk merceklerdir ve elektron demetini yoğunlaştırıcı görevi görürler. Objektif merceğin görevi, kondenserden çıkan elektronları incelenecek örnek yüzeyine odaklamaktır (Şekil 3.8).



Şekil 3.8. Kondenser ve objektif mercekler (Sekino 2014' ten değiştirilerek alınmıştır).

3.2.6.2. Aperture

SEM kolonunda bulunan, üzerinde dairesel aralıklar bulunan metal plakalardır. Görevi, elektron demetinin çapını kontrol etmektir (Şekil 3.9).



Şekil 3.9. Aparture

3.2.6.3. Tarama bobinleri ve stigmator

SEM'de elektron demetini saptırarak örnek üzerinde tarama yapılmasını sağlar. Kondenser merceğin alt kısmında bulunur (Şekil 3.10).



Şekil 3.10. Kondenser mercekler, tarama bobinleri, stigmator ve aparture

Stigmator, 8 elektromanyetik bobinden oluşur. Elektromanyetik bobinlerin yarattığı manyetik alanlarla elektron demetinin şeklini düzeltir ve astigmatizm sorununu ortadan kaldırır (Şekil 3.11).



Şekil 3.11. Stigmator bobinlerinin etkisindeki elektron demeti (Wu ve ark. 2010'dan değiştirilerek alınmıştır)

Şekil 3.12'de astigmatizm sorunu olan elektron demeti ve stigmator düzenlendikten sonraki elektron demeti görülmektedir.



Şekil 3.12. a) ve b) Astigmatizm sorunu olan SEM görüntüleri c) Astigmatizm sorunu ortadan kaldırılmış, obje gerçek şeklinde (Scheres ve ark. 2008)

3.2.7. Örnek odası (chamber)

SEM kolon sisteminin alt kısmında bulunan, örneklerin yerleştirildiği tutucunun, dedektörlerin ve kızılötesi (infrared) kameranın olduğu bölümdür (Şekil 3.13). Örnek tutucusu farklı boyut ve şekillerde olabilir. Altında ise tutucunun yerleştiği örnek kızağı (specimen stage) vardır. Örnek kızağı, x-y-z eksenlerinde hareket ettirilebilir. Ayrıca örnek tutucusu farklı derecelik açılarda eğimli olacak şekilde yana yatırılabilir. Buna 'Tilt' ayarı denir.



Şekil 3.13. SEM örnek odası (chamber) a) Örnek odasının içten görünümü b) Örnek odasının dıştan görünümü

3.2.8. Elektron örnek etkileşimi

Elektron tabancasında üretilen ve anota uygulanan potansiyel fark ile örnek yüzeyine doğru hızlandırılan elektronlara birincil elektronlar denir. Elektronların örnek yüzeyine çarpması sonucunda farklı etkileşimler meydana gelir (Şekil 3.14).



Birincil (Primary) Elektronlar

Şekil 3.14. Elektron - örnek etkileşimi

3.2.8.2. İkincil elektronlar

Gelen elektronlar, örnek atomunun yörüngesindeki zayıf bağlı elektronlar veya valans elektronları ile etkileşime girer. Etkileşim sonucunda enerjisinin bir kısmını yörünge elektronuna verir. Verilen enerji, elektronların bağlanma enerjilerinden fazladır. Bu nedenle, onu yörüngesinden koparır ve kendisi de başka doğrultuda yoluna devam eder. Gelen elektronun, yörünge elektronları ile etkileşimi sonucunda enerjisinin bir kısmını aktardığı ve yörüngeden koparılmasını sağladığı elektronlara ikincil (secondary) elektronlar denir (Şekil 3.15).



Şekil 3.15. İkincil elektron oluşumu. PE: Birincil elektronlar SE: İkincil elektronlar

İkincil elektronlar, enerji kaybından dolayı inelastik saçılım adı altında değerlendirilir. Enerjileri, 50 - 250 Ev aralığındadır. Örnek yüzeyinin azami 50 nm derinine kadar olan bölgeden saçılıma uğrar. İkincil elektron dedektörü (Secondary electron dedector) tarafından algılanır. İkincil elektron dedektöründe, Evenhart-Thornley Dedector kullanılır (Şekil 3.16). 1960'ta geliştirilmiştir. Sintilasyon-foto-multiper tüp (photomultiplier – PMT) sisteme sahiptir. Evenhart-Thornley dedektörü, ikincil elektron (SE) sinyalini güçlendirir ve elektronlar vasıtasıyla SNR'yi (sinyal - gürültü oranı) geliştirir. Foton olarak PMT'ye aktarım yapar.



Şekil 3.16. İkincil Elektron Dedektörü - Evenhart-Thornley Dedektör sistemi (Xu 2010)

3.2.8.1. Geri saçılan (backscattered) elektronlar

Geri saçılan elektronlar, gelen elektronların örnek atomunun çekirdeği ile olan etkileşimi ile oluşur (Rutherford saçılımı). Etkileşim sonrasında, enerji kaybı çok azdır (
1 eV) (Şekil 3.17). Enerji kaybının çok küçük olduğu saçılıma, elastik saçılım denir.



Şekil 3.17. Geri saçılan elektron oluşumu

Geri saçılan elektronlar, Backscattered Elektron Dedektörü (BSD) tarafından algılanır (Şekil 3.18).



Şekil 3.18. Backscattered Elektron Dedektörü (BSD)

Geri saçılan elektronlar, örnek yüzeninin 300-500 nm derinliğinden saçılır. Geri saçılan elektronlar ile elde edilen SEM görüntüleri, incelenen örnekteki atomların atom numaraları hakkında bilgi verir. Geri saçılan elektron elde etme oranı, etkileşime girilen örnek atom numarasına (Z) bağlıdır. Örneğin atom numarası ne kadar büyük olursa, geri saçılan elektron elde etme olasılığı artar.

SEM görüntüsünde, atom numarası büyük olan elementlerin olduğu bölgeler daha parlak görünür. Metal karışımı olan örneklerin yüzeyinde, kontrast farkından dolayı yüksek atomlu elementlerin yoğun olduğu bölgeler tespit edilir.

Alüminyum - Nikel kompozit örnekten, ikincil elektron dedektörü ve geri saçılan elektron dedektörü kullanılıp iki ayrı SEM görüntüsü alınarak karşılaştırma yapıldığında, geri saçılan elektron dedektöründe (BSD) Nikel elementinin olduğu bölgeler daha parlak ve beyaz görünmektedir. Morfolojik karşılaştırma yapıldığında ise ikincil elektron dedektörü kullanılarak alınan SEM görüntüsünün, daha belirgin ve keskin hatlara sahip olduğu görünmektedir (Şekil 3.19).



Şekil 3.19. Al - Ni Kompozitin SE ve BSE elektronlarla alınan SEM görüntüleri (Sekino 2014)

3.2.10.3. Auger elektronları

Birincil elektronlar örnek yüzeyi ile etkileşime girdiğinde, atomun iç kabuğundan elektron dışarı saçılabilir. Auger elektronları, x-ışını çıkamadığı durumlarda gözlenir. X-ışını açığa çıkamaz ve enerjisini dıştaki bir elektrona aktarır ve bu elektronlar da saçılıma uğrar. Buna Auger elektronları adı verilir. Örnek hakkında daha karakteristik bilgiler taşır. X-ışınına benzer olarak atomun hangi elemente ait olduğu bilgisiyle beraber, hangi elementle kimyasal bağ yaptığı bilgisine de sahiptir. Diğer saçılım türlerine ve x-ışını oluşumuna göre daha düşük ihtimalli bir gerçekleşme durumu vardır.

3.2.10.4. Karakteristik x-ışını

Gelen elektronlar, örnek atomunun merkeze yakın yörüngesinden elektron koparır. Merkeze yakın yörüngeden elektron koparılması nedeniyle, yörüngenin kararlı hale gelmesi gerekir. Düşük enerji seviyesinde boş kalan yeri, dış yörüngedeki elektronlar doldurur. Dış yörüngedeki elektronların enerjileri içtekilerden daha yüksektir. Bu nedenle, elektronlar içteki yörüngeyi doldururken enerji farkı meydana gelir. Bu enerji farkına eşit enerjide x-ışınları açığa çıkar (Şekil 3.20).



Şekil 3.20. X-ışını oluşum şeması

X ışınları, örnek yüzeyinin 1-3 μ m (daha fazla da olabilir) altından çıkar. 0-15 keV aralığında enerjiye sahiptir.

Örnek hakkında karakteristik bilgiye sahip x-ışınları, EDX dedektörü tarafından algılanır (Şekil 3.21). Bilgisayara aktarımı yapılır ve element analizi gerçekleştirilerek örneğin içerdiği elementler hakkında yüzdelik oran bilgisi elde edilir.

Element analizi, 'Enerji Dağılımlı X-ışınları Spektroskopisi' (Energy Dispersive X-ray Spectrometer) EDX ya da EDS olarak adlandırılır.



Şekil 3.21. EDX dedektörü

3.2.11. EDX (Energy Dispersive X-ray Spectrometer) analizi

EDX sistemi, x-ışınlarını algılayan bir dedektör ve bu ışınları enerjilerine göre sınıflandıran analizör ve yazılım sisteminden oluşur. EDX analizi ile örnekte bulunan elementler hakkında bilgi elde edilir ve bölgesel tarama yapılarak elementel yüzey haritaları çıkarılabilir.

X ışını dedektörleri, yarı iletken dedektörler kapsamındadır. Bu dedektörlere, lityum çöktürülmüş silikon, ya da germanyum dedektörler de denir.

3.2.12. SEM'de numune hazırlama

Elektron örnek etkileşiminin gerçekleşmesi için SEM'de bakılacak örneklerin yanıcı ve yalıtkan olmaması gerekir. Metal olmayan örneklere kaplama (sputter coater) uygulanır. Altın (Au), Altın-Paladyum (Au-Pd) ve karbon kaplama gibi farklı kaplama çeşitleri vardır. Kaplama ile örnek yüzeyi iletken duruma gelir. Örnekler kaplandıktan sonra, hazneye yerleştirmek için bazı koşullara uygunluğu kontrol edilir.

3.2.12.1. SEM'de analiz edilebilecek örnek özellikleri ve teknik esaslar

Örnekler sıvı ya da uçucu olmamalıdır. Örneklerin tutucu üzerinde sabitlenmesi gerektiğinden bu tip örneklere kesinlikle SEM'de bakılamaz. Örnekler yabancı maddelerden arındırılmış, kirlilik faktörü ortadan kaldırılmış olmalıdır. Bunun için örnek bir süre alkolde bekletilebilir.

Yüksekliği fazla olan örneklerle çalışılması uygun değildir. Nedeni, örneklerin yüzeyiyle elektron kolonunun uç kısmı arasındaki mesafenin kısa olmasıdır. Buna çalışma mesafesi (working distance = WD) denir (Şekil 3.22 ve Şekil 3.23).



Şekil 3.22. Çalışma mesafesi (WD)

Çalışma mesafesi, örnek tutucunun z-ekseninde yukarı doğru hareket edebilme özelliği ile yakın mesafeye ayarlanabilmektedir. Dolayısıyla SEM kolonunun örneğe çarpma olasılığına karşı, SEM sistemlerine örnek haznesinin içini gösterebilen kızılötesi kamera eklenerek önlem alınır (Şekil 3.23).



Şekil 3.23. Çalışma mesafesi ve kızılötesi kameranın SEM şemasında görünümü (Wittke 2008'den değiştirilerek alınmıştır).

3.2.12.2. Örnek hazırlamada kullanılan araçlar

Örnek tutucu, örneklerin yerleştirildiği araçlardır. Örneğin farklı açılardan SEM görüntülerinin alınmasına olanak sağlaması amacıyla, farklı boyut ve şekillerde olabilir (Şekil 3.24).



Şekil 3.24. Örnek tutucular

SEM'de incelenecek örneklerin, örnek tutucu yüzeyinde sabitlenmesi gerekmektedir. Örnek sabitlemede iki tip çift taraflı karbon yapıştırıcı kullanılır. Birisi bant şeklinde olup istenilen boyutta kesilebilir (Şekil 3.25 a). Diğeri, örnek tutucu yüzeyine uygun şekilde hazırlanmış yapıştırıcılardır (Şekil 3.25 b). Çift taraflı karbon yapıştırıcılar, örnek tutucu üzerine yapıştırılır ve yapıştırıldıktan sonra üstteki ince kısım alınarak geriye kalan yapıştırıcı yüzey üzerine örnek yerleştirilir.



Şekil 3.25. Farklı tipteki çift taraflı karbon yapıştırıcılar

Örnek üzerinde enine kesit metoduyla araştırma yaparken kullanılan örnek tutucuları farklıdır ve çift taraflı karbon yapıştırıcı kullanılmaz. Örnek tutucuya yerleştirilen örnekler, vida yardımıyla sıkıştırılarak sabitlenir. Saç örneklerinin enine kesit analizi bu tip örnek tutucular yardımıyla yapılabilir (Şekil 3.26).



Şekil 3.26. SEM'de enine kesit görüntüsü almak için kullanılan örnek tutucular

3.2.12.3. Örnek kaplama (sputter coating)

İletkenliği olmayan örneklerin SEM görüntüleri; düzensiz parlamalara, bozulmuş görüntüye, kesikli bir yapıya ve düşük ayırma gücüne sahip olur. Bu durum, 'charging' olarak adlandırılır (Şekil 3.27).



Şekil 3.27. Örneğin charging durumundaki SEM görüntüsü (http://www.microscopy-analysis.com/editorials/editorial-listings/principles-and-applications-helium-ion-microscopy)

Altın - Paladyum kaplama işleminde, örneğin yapısı bozulmadan 2 nm - 30 nm aralığında bir kaplama gerçekleştirilir. Sadece Au kullanılan kaplamalarda ise bu kalınlık, en az 20 nm olmalıdır. Aksi halde örneğin kaplaması, homojen olmayan kümeleşmiş bir şekilde sonuçlanır. Bu nedenle Au-Pd kaplama daha yaygın kullanılır. Örnek kaplaması sonucunda görüntü kalitesi istenilen düzeye gelir, charging sorunu ortadan kaldırılır.

Kaplama sisteminde, sistemin üst bölmesinde açılabilen bir kapakta sabitlenmiş olarak duran hedef kaynak (Au - Pd), kaplama malzemesinin kaynağıdır.

Au - Pd Hedef kaynağı ile örnek etkileşimi için soğuk plazma oluşturulmalıdır. Bu amaçla argon gazı kullanılır. Alt kısımda ise numunelerin yerleştirildiği sabit hazne bulunmaktadır (Şekil 3.28).





Sistemde bulunan argon iyonlaşmaya ve ışıma yapmaya başlar. Soğuk plazma meydana gelir. İyonlaşan gaz molekülleri, hedef kaynaktan atom sökülmesini sağlar. Böylece hedef kaynağından kopan atomların örnek ile etkileşimi sağlanır.

3.2.13. SEM analizi için saç örneklerinin hazırlanması

Bu çalışmada, saç örnekleri iki farklı metotla hazırlanmıştır. Birinci metot, saç örneğinden enine kesit görüntüleri almak için kullanılmıştır. İkinci metotta; saç örnekleri, örnek tutucu üzerinde, Şekil 3.30'da görüldüğü gibi zemine paralel olarak yerleştirilmiş ve kütikül tabakalarının fiziksel ve kimyasal yapı incelemesi amaçlanmıştır.

3.2.13.1. Kesit görüntü alma metodu

Saç örneklerinden enine kesit görüntüleri almak için saç kıllarının yüzeye 90° derecelik açıyla konumlandırılması amaçlanmıştır. Bu amaçla vidalı örnek tutucular kullanılmıştır (Şekil 3.26). Bu örnek tutucularını kullanabilmek için; saç örneklerini yan yüzeyleri arasında sabitleyecek, eşit boyutlarda iki sert yüzey gerekli görülmüştür.

Kullanılmış olan eşit yüzeyler sert yapıda ve en fazla 1 cm yükseklikte seçilmiştir. Şekil 3.29'da görülen hazırlanmış örnekte jilet parçaları kullanılmıştır.

Ayrıca eşit boyda ve kalın olmamak şartıyla farklı metal levhalar, yeterli düzeyde sertliğe sahip ince maddeler de kullanılabilmektedir. Birincil amaç, SEM görüntüleri alınacak saç kılının, analiz süresince sabit bir konumda ve yüzeye dik açıyla durabilmesidir.



Şekil 3.29. Saç örneklerinin enine kesit görüntülerini almak için kullanılmış örnek tutucular

Saç örneğinin yüzeyler arasında sabitlenmesi için çok az miktarda yapıştırıcı kullanılmıştır. Eşit yüzeylerden birine uygulanan yapıştırıcı işlemiyle yüzeyler kapandıktan sonra bir süre bekletilmiştir ve kılların sabit bir şekilde konumlandırıldığından emin olduktan sonra kesme işlemine geçilmiştir. Örnekleri kesmek için jilet kullanılmıştır.

Kesme esnasında saç örnekleri, dairesel kesit yapısını koruyacak şekilde özenli ve tek hamleyle kesilmiştir. Kesit üzerinde ortaya çıkabilecek mekanik bozulmalar ve kalıntılar minimum düzeye indirilmeye çalışılmıştır. Sert bir zemin üzerine koyulan örnek, destek yüzeylerinin üst sınır hizası ile saç kılları aynı seviyede olacak şekilde kesilmiştir. SEM'de uygulanan yüksek voltajın saç örneklerinin statik konumunu olumsuz etkilememesi sağlanmıştır. Hazırlanan örnekler, dış ortamdan gelen yabancı maddelerden arındırılmak için, 5 - 10 saniye kadar saf alkolde tutulmuştur. Daha sonrasında kuruması için bekletilmiştir. Son olarak Au - Pd kaplama uygulandıktan sonra SEM örnek haznesine yerleştirilmiştir.

3.2.13.2. Yatay konumda örnek hazırlama metodu

EDX analizi ve kütikül tabakasındaki bozulmalar ile yapı farklılıkları hakkında karşılaştırma yapabilmek için yatay konumda örnekler hazırlanmıştır. Bunun için düz yüzeye sahip örnek tutucular kullanılmıştır (Şekil 3.24). Sonrasında tutucu yüzeyine, saç kıllarını yatay bir şekilde sabitlemek için çift taraflı karbon yapıştırıcılar kullanılmıştır. Saç kılları, karbon yapıştırıcı üzerinde yatay konumda sabitlenmiştir (Şekil 3.30).



Şekil 3.30. Çift taraflı karbon yapıştırıcı üzerindeki saç kıllarının SEM görüntüleri

Kontrastı yüksek SEM görüntüleri elde edebilmek için, yapıştırdıktan sonra örneklerin üzerine mekanik baskı uygulanmamış ve saç kıllarının karbon yapıştırıcının içerisine gömülme olasılığı engellenmiştir. Örnekler, Au - Pd ile kaplanarak SEM analizine hazır hale getirilmiştir.

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1. Saç Örneğine Uygulanan Fiziksel Etkiler

4.1.1. Kesilen saç örnekleri

Keskin bir cisimle kesilmiş saç kılında korteks hücreleri görünmemektedir (Şekil 4.1).



Şekil 4.1. Kesilmiş saç örneklerinin SEM görüntüleri (29 yaşında erkek saçı)

4.1.2. Koparılmış saç örnekleri

Koparılmış saç örneklerinde; korteks hücreleri parçalanmış ve kopmuş olarak belirgin şekilde görülmektedir (Şekil 4.2).



Şekil 4.2. Koparılmış saç örneklerinin SEM görüntüleri (29 yaşında erkek saçı)

Koparılmış ve kesilmiş saç kıllarının SEM görüntülerindeki temel farklılık, koparılmış saçlarda korteks hücrelerinin belirgin bir şekilde açığa çıkmış olmasıdır. Kriminolojik olarak değerlendirildiğinde; olay yerinde bulunan koparılmış bir saç örneğinden hareketle, fiziksel müdahale sırasında saldırgana direnç gösterilmiş olabileceğine, dolayısıyla mağdurun saçının çekilmiş olduğuyla ilgili yorumda bulunulabilir.

4.2. Boyalı ve Boyasız Saç Örneklerinde Kütikül Analizi

SEM'de, 4 farklı insana ait boyasız ve boyalı saç örnekleri 2000x büyütmede ve 11 mm çalışma mesafesinde incelenmiştir (Şekil 4.3 ve Şekil 4.4)

4.2.1. Boyasız saçlarda kütikül

Fiziksel olarak hasara uğramamış, eşit laboratuvar koşullarında hazırlanan boyasız saçlara ait kütikülün pulsu hücre tabakalarında; kırılma, soyulma, parçalanma vb. fiziksel hasarlar gözlenmemiştir (Şekil 4.3).



Şekil 4.3. Boyasız saçlarda kütikül: a) 22 yaş, kadın b) 25 yaş, erkek c) 33 yaş, kadın d) 41 yaş, erkek

4.2.2. Boyalı saçlarda kütikül

Aynı laboratuvar koşullarında hazırlanan boyalı saçlarda ise belirgin farklılıklar gözlenmiştir. Kütikül tabakasını oluşturan pulsu hücrelerde soyulma, parçalanma, kırılmalar, kalıntı birikimi ve hücre yapılarında bozulmalar görülmüştür (Şekil4.4). Örnek hazırlama aşamasındaki mekanik etkili olası hasarlar ortadan kaldırılmıştır. Bu nedenle; boyalı saçların kütikül tabakasında meydana gelen bu hasarın; boya, renk açıcı vb. kimyasallar ile ilgisi olduğu yorumunda bulunulabilir (Garcia 1978).



Şekil 4.4. Boyalı saçlarda kütikül: a) 22 yaş, kadın b) 29 yaş, kadın c) 33 yaş, kadın d) 41 yaş, kadın

4.3. Saçın EDX Analizi

4.3.1. Boyasız saçların EDX analizi



1278Date:8/16/2006 12:32:04 AMImage size:512 x 384Mag:1000xHV:20.0kV



Şekil 4. 5. 22 yaşında boyasız kadın saçının EDX analiz sonucu



1412Date:8/19/2006 12:22:32 AMImage size:512 x 384Mag:1000.00006xHV:20.0kV



Şekil 4.6. 24 yaşında boyasız kadın saçının EDX analiz sonucu



1281Date:8/16/2006 12:58:10 AMImage size:512 x 384Mag:1000xHV:20.0kV



Şekil 4.7. 30 yaşında boyasız kadın saçının EDX analiz sonucu



1419Date:8/19/2006 12:47:44 AMImage size:512 x 384Mag:1000xHV:20.0kV



Şekil 4.8. 33 yaşında boyasız kadın saçının EDX analiz sonucu



1294Date:8/16/2006 10:32:45 PMImage size:512 x 384Mag:1000xHV:20.0kV



Şekil 4.9. 41 yaşında boyasız kadın saçının EDX analiz sonucu

4.3.2. Boyalı saçların EDX analizi



1407Date:8/19/2006 12:03:50 AMImage size:512 x 384Mag:1000xHV:20.0kV



Şekil 4.10. 24 yaşında boyalı kadın saçının EDX analiz sonucu



1283Date:8/16/2006 1:08:50 AMImage size:512 x 384Mag:1000xHV:20.0kV



			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[%]
O C N S	8 6 7 16	K-series K-series K-series K-series	41.26 34.63 21.48 2.62	41.26 34.63 21.48 2.62	36.44 40.74 21.67 1.15	13.5 10.9 7.5 0.1
		Total:	100.00	100.00	100.00	

Şekil 4.11. 26 yaşında boyalı kadın saçının EDX analiz sonucu



1285Date:8/16/2006 1:39:24 AMImage size:512 x 384Mag:1000xHV:20.0kV



Şekil 4.12. 34 yaşında boyalı kadın saçının EDX analiz sonucu



1326Date:8/16/2006 5:54:12 AMImage size:512 x 384Mag:1000xHV:20.0kV



Şekil 4.13. 43 yaşında boyalı kadın saçının EDX analiz sonucu



1417Date:8/19/2006 12:36:57 AMImage size:512 x 384Mag:1000xHV:20.0kV



Şekil 4.14. 52 yaşında boyalı kadın saçının EDX analiz sonucu

4.3.3. EDX analiz sonuçlarının yorumlanması

EDX analizinde, 4 elementin (Karbon (C), Oksijen (O), Azot (N), Kükürt (S)), saçta bulunduğu yüzdelik oranlarına göre karşılaştırma yapılmıştır. Au ve Pd elementleri, kaplama yapılarak kütikül yüzeyine aynı oranda (%60 Au - %40 Pd) homojen olarak uygulandığı için karşılaştırmaya alınmamıştır. EDX analiz sonuçlarında, boyasız saçlardaki S oranının boyalı saçlardaki S oranından daha yüksek olduğu görülmüştür.

Eşit mikroskopi değerlerinde yapılan bu analizde, her kıl yapısında bulunan temel bir element olan S, saça uygulanan boya maddeleriyle kimyasal değişime uğradığı tespit edilmiştir. Bu değişim, S elementinin saçtaki yüzdelik oranının azalması şeklinde gerçekleşmiştir.

Şekil 4.5'de 22 yaşında boyasız kadın saçının kütikülünde S yüzdelik oranı 1,44 değerinde iken, Şekil 4.6'da 24 yaşında boyalı kadın saç örneğinde bu oran 1,11 olmuştur. Şekil 4.7'de ise 24 yaşında boyasız kadın saçının kütikülünde S oranı 1,87'dir.

Şekil 4.8'de 26 yaşında boyalı kadın saç örneğinde S oranının 1,15 olduğu görülmektedir. EDX analiz sonuçlarına göre 20'li yaşlarda bulunan insanların boyalı saç örneklerinde belirgin bir şekilde S oranının düştüğü görülmüştür.

Şekil 4.9 ve Şekil 4.10'da 30'lu yaşlardaki kadın saç örneklerinin S oranları karşılaştırıldığında; 30 yaşında boyasız kadın saçında S yüzdelik oranı 1,67 iken, 34 yaşındaki bir kadına ait boyalı saçta bu oran, 1,08 olmuştur.

Şekil 4.11 ve Şekil 4.13'de sırasıyla 41 ve 47 yaşlarında boyasız kadın saç örneklerinin kütikülleri üzerine yapılan EDX analiz raporlarında, 41 yaşında boyasız kadın saçında S yüzdelik oranı 2,11, 47 yaşında boyasız kadın saçında S oranı 1,38 olarak belirlenmiştir. Boyasız saçlardaki S yüzdelik oranlarında belirgin bir benzerlik olmamakla beraber, boyalı saçlardaki S oranlarından görece daha yüksektir.

Şekil 4.12'de 43 yaşında boyalı kadın saç örneğindeki S oranı 1,05 ve Şekil 4.14'de 52 yaşındaki boyalı kadın saç örneğinde bu oran 1,23 olarak belirlenmiştir.

	BOYASIZ	KÜKÜRT ORANI		BOYALI	KÜKÜRT ORANI
YAŞ	CINSIYET	1,44	YAŞ	CINSIYET	1,11
22	KADIN	1,87	24	KADIN	1,15
24	KADIN	1,67	26	KADIN	1,08
30	KADIN	2,11	34	KADIN	1,05
33	KADIN	1,38	43	KADIN	1,23
41	KADIN	Ort: ~1,69	52	KADIN	Ort: ~1,12

Çizelge 4.1. EDX analizleri sonucunda Kükürt (S) yüzdelik oranı

4.4. Enine Kesit Saç Analizi

Saç örnekleri; Çizelge 3.1, Çizelge 3.2 ve Çizelge 3.3'de gösterildiği gibi yaşlara göre gruplandırılmıştır. Bu çalışmada, 15 erkek ve 15 kadın olacak şekilde 30 ayrı insandan saç örneği toplanmıştır ve her bir kişiye ait 5 ayrı saç kılının enine kesit SEM görüntüsü alınmıştır.

SEM görüntüleri eşit mikroskopi ölçülerinde alınmıştır. Büyütme (mag.): 2500x. Çalışma mesafesi (WD): 14,5 mm. Voltaj (EHT): 20 kV.

4.4.1. Kadın saçının enine kesit SEM görüntüleri



4.4.1.1. 20 – 30 yaş aralığı kadın saç örnekleri

Şekil 4.15. 22 yaşında boyasız kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.15'de kıl çapları birbirlerine yakın büyüklüktedir. Enine kesit şekilleri oval yapıdadır. Orta kalınlıkta çaplara sahip olduğu için parçalı ve kesintili medulaya sahip olduğu söylenebilir. Bu nedenle medulalar belirgin olmamakla beraber bozuk yapılara sahiptir. Kortikal hücreler 5 kıl örneğinde de benzerdir. Kütikül tabakalarında kesilmeden dolayı oluşan mekanik hasar dışında kimyasal etkilere sahip bir hasar bulunmamaktadır.



Şekil 4.16. 24 yaşında boyasız kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.16'da, farklı saç kıllarının çapları eşittir ve enine kesitte oval şekilde görülmüştür. Boyasız saç örneği olması nedeniyle, kütikül tabakalarında kimyasal etkilerin yol açtığı soyulmalar ve çeşitli hasarlar yoktur. Şekil 4.16 A, E' de, medula tabakaları daha belirgindir. Diğer saç kıllarında medula belirgin görünmediği için, bu saç için orta kalınlıkta çaplarda (Wynkoop 1929) ve medula türü olarak, parçalı medulaya sahip olduğu yorumunda bulunulabilir. Nedeni, diğer saç kıllarına göreceli olarak medulasının görülme oranının daha düşük olmasıdır.


Şekil 4.17. 24 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.17'de görünen saç kılları aynı çap ve enine kesit şekillerine sahiptir. Şekil 4.15 ve Şekil 4.16'dan farklı olarak çapları küçüktür. Bu nedenle ince saçlar kapsamında ele alınır. İnce saçlarda medula bulunmadığı için (Wynkoop 1929), Şekil 4.17'deki SEM görüntülerinde medula görülmemektedir. Kütikül tabakalarında kimyasal etkili hasarlar mevcuttur. Boya nedeniyle kütikül pulsu yapılarında soyulmalar, deforme olmuş yapılar ve kalınlaşmalar vardır.



Şekil 4.18. 26 yaşında boyasız kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.18'deki saç kıllarının enine kesit şekli oval yapıda ve benzerdir. Kıl çapları görece daha küçük olması nedeniyle medulaya rastlanmamıştır. Kütikül tabakasının genel yapısı incedir. Kütiküldeki bazı bölgelerdeki bozulmalar, saç kılında geneli yansıtmadığı için bozulmuş yapıların kesmeden dolayı mekanik etkili hasar sonucunda oluştuğu yorumunda bulunulabilir. Bu ayrım, özellikle bazı kılların enine kesit SEM görüntülerinde daha belirgindir (Şekil 4.18 B, C, D).



Şekil 4.19. 29 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.19'daki saç kıllarının enine kesit şekilleri dairesel ve büyük ölçüde benzer bir görünüme sahiptir. Boyalı saç olduğu için kütikül tabakalarında kimyasal etkilerden dolayı kalınlaşmalar, bozulmalar ve parçalanmalar mevcuttur. Kıl çaplarının küçük olması nedeniyle medulaya rastlanmamıştır. Korteks hücrelerinin baş kısımları enine kesit görüntülerde benzer oranlarda yoğunlaşmaktadır.



4.4.1.2. 30 – 40 yaş aralığı kadın saç örnekleri

Şekil 4.20. 31 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.20'deki saç kılları benzer enine kesit şekline sahiptir. Çapları incelendiğinde, ince ya da orta kalınlıkta saç türlerine (parçalı medulalı) dahil olduğu söylenebilir. (Şekil 2.12) (Wynkoop 1929). Bu nedenle medulaya rastlanmamıştır. Şekil 4.20 E'deki kütikül yapı bozulmaları belirgin olmakla beraber diğer saç kıllarındaki kütikül tabakalarında da boyadan kaynaklı kimyasal etkili hasarlar mevcuttur. Bazı saç kıllarında bu kimyasal etki, kütikülde kalınlaşmalar olarak ortaya çıkmaktadır (Şekil 4.20 A, B, C).



Şekil 4.21. 33 yaşında boyasız kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.21'deki saç kıllarının enine kesit şekilleri benzerdir ve kıl çaplarının büyük olduğu görülmektedir. Kalın saç türlerinde medulaya rastlanma olasılığı yükseldiği için bazı saç kıllarında medula belirgin (Şekil 4.21 D, E), bazı kıllarda ise belirgin görünmese dahi medula varlığı mevcuttur (Şekil 4.21 A, B). Kütikül tabakalarında, kesimden kaynaklanan mekanik etkili hasarlar dışında; boyasız saç örneği olması nedeniyle kimyasal etkili hasarlar (kütikülde yırtılmalar, soyulmalar) mevcut değildir.



Şekil 4.22. 34 yaşında boyasız kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.22'deki saç kıllarının çapları küçük veya orta büyüklükte olduğundan, ince ya da orta kalınlıkta saç türleri kapsamında değerlendirilir. Medulaya rastlanmamıştır. Enine kesitte kütikül tabakaları ince ve hasar oranı düşük olarak görünmektedir. Sadece kesim kaynaklı mekanik hasarlar vardır ve saç kıllarının tek bir bölgesindedir. Boyasız saç olması nedeniyle kimyasal etkili hasarlar mevcut değildir.



Şekil 4.23. 35 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.23'de saç kılları enine kesit olarak aynı dairesel şekle sahiptir. İnce ya da orta kalınlıkta saç türleri kapsamında değerlendirilebilir. Bu nedenle medula görülmemektedir. Kesit üzerinde korteks hücreleri benzer dağılım göstermektedir. Kütikül tabakalarında mekanik ve kimyasal etkilerden dolayı hasar mevcuttur. Kütikül tabakaları üzerinde, boyalı saç örneği olması nedeniyle; soyulmalar, parçalanmalar ve kat kat yapılar görünmektedir.



Şekil 4.24. 36 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.24'de saç kıllarının enine kesit görüntülerde benzer oval şekilde olduğu görülmektedir. Kıl çapları küçüktür. İnce saç türlerine dahildir. Dolayısıyla medulaya rastlanmamıştır. Korteks hücrelerinin yoğunluğu benzer dağılım göstermiştir. Kütikül üzerinde beş ayrı saç kılında da, boya kaynaklı kimyasal etkili hasarlara rastlanmıştır. Kütiküldeki pulsu yapılarda parçalanmalar ve soyulmalar görülmüştür.





Şekil 4.25. 41 yaşında boyasız kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.25' deki enine kesit görüntülerde, saç kıllarının genel şekli benzerdir ve çapları büyüktür. Bu nedenle, bazı kıl örneklerinde (Şekil 4.25 B, D) daha belirgin olmak üzere, Şekil 4.25'deki beş ayrı saç kılında da medula görülmektedir.

Kütikülün kesim bölgelerindeki mekanik etkili hasarlar dışında, boyasız saç örnekleri olması nedeniyle kimyasal etkili hasarlar görülmemektedir.



Şekil 4.26. 47 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.26'de enine kesit görüntülerde saç kıllarının genel şekli benzerdir ve oval yapıdadır. Kıllar, küçük ya da orta büyüklükte çaplara sahip olduğu için medula görülmemektedir. Kütikül yapılarında ve kütiküle yakın korteks yüzeyinde kırılmalar, parçalanmalar ve soyulmalar görülmüştür. Bazı saç kıllarının kütiküllerinde kat kat olmuş yapılar mevcuttur (Şekil 4.26 B, E), bazı kılların korteks yüzeyinde ise mekanik etkili (kesme işleminde) hasarlar, kopan parçalar görülmüştür (Şekil 4.26 A, B, D).



Şekil 4.27. 52 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.27'deki saç kılları enine kesitte benzer şekle sahip, oval yapıdadır. Çapları orta büyüklükte olduğundan parçalı veya kesintili medulaya sahip olduğu söylenebilir. Bu nedenle medulaya rastlanmamıştır. Saç kıllarının yoğun düzeyde boya kaynaklı kimyasal etkilere maruz kalması nedeniyle, korteks yüzeyinde yüksek oranda hasar ve yıpranma görülmüştür.



Şekil 4.28. 53 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.28'de saç kılları enine kesitte, benzer dairesel şekle sahiptir. Kıl çapları küçüktür. Bu nedenle, ince ya da çok ince saç türleri kapsamında değerlendirilebilir. Saç kıllarında medulaya rastlanmamıştır. Boyalı saç olması sonucunda fiziksel ve kimyasal etkili hasarlar; kütikül parçalanmaları, kütikül yüzeyindeki pulsu yapılarda soyulmalar, korteks hücrelerin dağılımında düzensizlik görülmüştür.



Şekil 4.29. 69 yaşında boyalı kadın saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.29'daki saç kılları benzer enine kesitlere sahiptir. Çapları orta büyüklüktedir ve medula görülmemektedir (parçalı medulalı, Şekil 2.12). Saç kılları, boya kaynaklı yüksek oranda kimyasala maruz kaldığı ve bununla birlikte; saç örneği alınan kişinin yaşının büyük olmasından dolayı enine kesit yüzeyinde yüksek oranda yapı bozuklukları, yıpranmalar, korteks ve kütikül hasarları görülmüştür.

4.4.2. Erkek saçının enine kesit SEM görüntüleri



4.4.2.1. 20 - 30 yaş aralığı erkek saç örnekleri

Şekil 4.30. 24 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.30'da bulunan 24 yaşında erkek saç kıllarının enine kesitte genel şekilleri uzun yassı biçimdedir. Çapları, orta kalınlıkta saç türleri ile kalın saçlar arasındaki saç türlerine dahildir. Dolayısıyla medula bulunmaktadır (Şekil 4.30 A, B, C, D). Beş saç kılından yalnızca birinde (Şekil 4.30 E) medula görülmemiştir. Kesintili medulalı (Şekil 2.12 c) saç türleri adı altında ele alınır.



Şekil 4.31. 25 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.31'deki saç kıllarının enine kesit şekilleri benzerdir ve kıl çapları orta büyüklüktedir. Orta kalınlıktaki saç türleri ile kalın saç türleri arasında değerlendirilir. Bu nedenle belirgin olmamakla birlikte saç kıllarının çoğunda medula görünmektedir (Şekil 4.31 A, B, C, D). Kesintili medulalı saçlar kapsamındadır. Kütikül tabakasında kesimden dolayı oluşan deformasyonlar görülmüştür.



Şekil 4.32. 27 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.32'de görülen saç kıllarının enine kesit şekilleri benzerdir. Çapları yakın değerlerde ve küçüktür. Bu nedenle ince erkek saçı türlerine dahildir. Dolayısıyla medula bulunmamaktadır. Kütikül tabakalarında boyalı saçlara göreceli olarak az hasar bulunmaktadır. Sadece kesme aşamasındaki mekanik hasarlardır. Korteks hücreleri benzer oranda dağılım göstermiştir (Şekil 4.32 C, D, E).



Şekil 4.33. 28 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.33'de saç kılları benzer enine kesit şekline ve büyüklüğe sahiptir. Kalın telli erkek saçları kapsamında değerlendirilir. Medula bulunmaktadır. Bazı saç kıllarında medulanın belirgin görülmüş olması (Şekil 4.33 A, D, E) bazılarında fazla belirgin olmaması durumu ile; kesimden kaynaklı mekanik etkiler sonucunda medulanın kapandığı ya da Şekil 4.33'de görülen saç kıllarının kesintili medulaya sahip olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Boyasız olması nedeniyle kütikül tabakalarında kimyasal etkili hasarlar görülmemiştir.



Şekil 4.34. 29 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.34'deki saç kılları enine kesitte benzer şekilde ve oval görünümdedir. Çapları büyüktür. Bu nedenle 29 yaşında erkek saç kıllarının medulaları (Şekil 4.34 B, C)'de belirgin olarak görülmüştür. Diğer saç kıllarında (Şekil 4.34 A, D) ise kesme sırasında mekanik etkilerden dolayı oluşan hasar neticesinde medula yapısı kapanarak belirginliği azalmıştır.

4.4.2.2. 30 - 40 yaş aralığı erkek saç örnekleri



Şekil 4.35. 31 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.35'de saç kılları enine kesitte benzer, oval görünümdedir. Kıl çapları büyüktür. Orta kalınlıkta saç türleri ile kalın saç türleri arasındadır. Bu nedenle bazı saç kıllarında medula görülmüştür (Şekil 4.35 A, B, C, D). Bu durum, kesintili medulalı saçlarda görülmektedir. Boyasız saç örneği olduğundan kütikül tabakalarında kimyasal etkilerden dolayı bozulmalar, parçalanmalar yoktur.



Şekil 4.36. 32 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.36'da saç kıllarının enine kesitte benzer şekle sahip olduğu görülmüştür. Çapları, orta kalınlıktaki saçlar ile kalın saçlar arasında olduğundan saç kıllarında medula bulunmaktadır, ancak medula daha farklı görülmüştür (Şekil 4.36 A, B, D, E). Parçalı medulalı saçlar kapsamında olduğu yorumunda bulunulabilir. Kesmeden ve parçalı medula yapısından kaynaklı, Şekil 4.36'daki saç kıllarında farklı bir medula görüntüsü oluşmuştur. Kütikül tabakalarında bozulmalar, kimyasal hasarlar görülmemiştir.



Şekil 4.37. 34 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.37'de saç kıllarının enine kesit şekillerinde farklılıklar vardır. Şekil 4.37 D'deki saç kılı dairesel, Şekil 4.37 A, B, C, E' deki saç kılları ise ovaldir. Saç kıllarının ortak yanları, çaplarının büyük olmasıdır. Bu nedenle belirgin şekilde medula görünmektedir. Kesintisiz medulalı saç türlerindendir. Kütikül tabakaları ince ve düzgün yapıda görülmüştür. Kimyasal etkili hasarlar görülmemiştir. Korteks hücrelerin enine kesit yüzeyi üzerindeki dağılımı benzerdir (Şekil 4.37 A, B, C, E).



Şekil 4.38. 35 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Saç kıllarının enine kesit şekilleri, kesme esnasında oluşan fiziksel hasarların yoğun olduğu kıllar hariç (Şekil 4.38 A, B, C) benzerliğini korumuştur. 5 ayrı saç kılının çapı da küçüktür. Bu nedenle medulaya rastlanmamıştır. İnce ve yıpranmış saç kılları olması dolayısıyla, enine kesit yüzeyinde ve kütikül tabakasında fiziksel etkili deformasyon oranı yüksektir (Şekil 4.38).



Şekil 4.39. 37 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.39'da saç kıllarının enine kesit şekilleri, kesme esnasında oluşan mekanik etkili hasarlar dışında (dış çeperin ezilmesi, parçalanma vs.) benzerdir. Kıl çapları; enine kesit görüntülerinde, orta kalınlıkta saç ile kalın saç arasında görülmüştür. Ancak medulaya rastlanmamıştır. Bunun nedeni; saçın, parçalı ya da kesintili medulalı saç türüne dahil olmasından kaynaklı olarak yorumlanabilir.

4.4.2.3. 40 yaş ve üzeri erkek saç örnekleri



Şekil 4.40. 40 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Görüntüleme sırasında düzgün konumlanmış saç kıllarının enine kesit şekilleri ve çapları aynı görülmüştür (Şekil 4.40 A, B). Diğer saç kıllarında ise kesmeden kaynaklı bozulmalar, yıpranmalar mevcuttur ve örnek tutucu üzerindeki konumlarının bozulmalarından dolayı çapları farklı görülmüştür. Şekil 4.40'daki saç kıllarının ortak yanları, çaplarının ince olmasından dolayı medulalarının bulunmamasıdır.



Şekil 4.41. 42 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.41'deki saç kıllarının genel yapı itibariyle çapları incedir ve medula bulunmamaktadır Bazı saç kıllarının enine kesit görüntüleri ve genel şekilleri arasında yakın benzerlik vardır (Şekil 4.41 B, C) ve (Şekil A, D, E). Kütikül tabakalarında fiziksel etkiler dışında kimyasal etkili deformasyonlar görülmemiştir.



Şekil 4.42. 49 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.42'deki saç kıllarının enine kesit görüntülerde genel şekilleri benzerdir. Çapları incedir, dolayısıyla hiçbirinde medula bulunmamaktadır. İnce ve hassas yapılı saç örneği olması nedeniyle enine kesit yüzeyinde, korteks ve kütikül yapı deformasyonları görülmüştür. Bu durum, saçın ince ve yüksek oranda yıpranmış (Şekil 4.42 A, B, D, E) olduğunu göstermiştir.



Şekil 4.43. 58 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.43'deki bazı saç kılları arasında, enine kesit şekli ve çap değerleri bakımından yakın benzerlik görülmüştür (Şekil 4.43 B, D, E). Diğer saç kılları daha ince görünmektedir (Şekil 4.43 A, C). Saç kıllarının ortak yanları ince yapılı olmaları ve medula bulunmamasıdır. Kütikül tabakalarında kesme esnasında oluşan mekanik etkili hasarlar görülmüştür.



Şekil 4.44. 64 yaşında boyasız erkek saç kıllarının SEM görüntüleri

Şekil 4.44'deki saç kılları, enine kesit görüntülerinde benzer şekilde dairesel ve birbirine yakın çaplarda görülmüştür. Şekil 4.44'de görülen saç kıllarının çapları küçüktür, dolayısıyla ince telli erkek saçları kapsamında değerlendirilir. Hiçbir saç kılında medulaya rastlanmamıştır. Kütikül tabakalarında mekanik etkili hasarlar dışında, kimyasal kaynaklı hasarlar görülmemiştir.

5. SONUÇ

Bu çalışmada, kadın ve erkek saçı üzerine detaylı kriminolojik analizler yapılmıştır. Tezin giriş bölümünde saç kılları ile ilgili daha önceden yapılan kriminolojik araştırmalar ve bilimsel yöntemler ile ilgili bilgiler verilmiştir. Tezin ikinci bölümünde ise saç kılları hakkında ayrıntılı morfolojik bilgiler sunulmuş ve SEM görüntüleriyle bu bilgiler doğrulanmıştır. Kıl yapısının; kütikül, korteks ve medula olmak üzere 3 katmandan oluştuğu, kütikül katmanının yapısal özellikleri, hücre dizilimi ile ilgili bilgiler verilmiştir. Korteks katmanında bulunan nanometrik yapılar olan makrofiber ve intermediate fiber ile ilgili yapılan literatür arastırmaları kapsamında yapısal özellikler ve boyutları ile bilgiler verilmiştir. Makrofiber ile intermediate fiber yapılarının yüksek büyütme değerlerinde SEM görüntüleri ve görüntüler üzerinde nanometrik ölçümler alınarak bu bilgilerin geçerliliği gözlenmiştir. Medula yapısı ve saç kıllarının çapı arasındaki doğru orantılı ilişki hakkında bilgiler sunulmuş ve bu bilgiler tezin dördüncü kısmı olan 'Bulgular ve Tartışmalar' bölümünde bulunan enine kesit SEM görüntüleri üzerinde tartışılmıştır. 15 yetişkin kadın ve 15 yetişkin erkekten alınan saç örneklerinin enine kesit SEM görüntüleri üzerine yapılan tartışma ve yorumlamalarda, medula katmanının saçtaki varlığı ve türü ile saç kıllarının çapı arasındaki doğru orantılı ilişki kanıtlanmıştır. Eşit mikroskopi değerlerinde alınan görüntüler sonucunda, kalın telli saç türüne ait olan örneklerde medula yapısına rastlanmıştır. Orta kalınlıkta ya da daha kalın saç tellerinde kesintili ya da parçalı medula yapıları gözlenmiştir. İnce telli saçlarda medula gözlenmemiştir.

Enine kesit SEM görüntüleme analizlerinde kullanılan örneklere ait temel bilgiler (cinsiyet, yaş ve saçın boyalı ya da boyasız olduğu) belirtilmiştir. Aynı kişiye ait 5 ayrı saç kılının enine kesitte SEM görüntüsü alınmıştır. Bunun sonucunda bir insanda bulunan her saç kılının birbirleri ile olan morfolojik kesit benzerliği belirgin şekilde görülmüştür. Aynı zamanda saç örneği alınan kişiler hakkındaki temel bilgiler (cinsiyet, yaş, saçın boyalı ya da boyasız olduğu) üzerinden karşılaştırma yapılmıştır. İnsan yaşı arttıkça saçtaki yıpranma oranının ve incelmenin gerçekleştiği gözlenmiştir. Daha genç yaşlardaki insanlarda saç çapının arttığı ve kalın telli saç kılına rastlanma olasılığının yükseldiği görülmüştür. Boya vb. kimyasala maruz kalan saçların kütikül katmanlarındaki pulsu yapılarda bozulmalar gözlenmiştir.

85

Çalışmanın 'Bulgular ve Tartışmalar' bölümünde kesilen ve kopan saç örnekleri arasındaki morfolojik farklılıklar gözlenmiştir. Saçın kesildiği ya da koparıldığına dair kesin bilgiler, alınan SEM görüntüleriyle doğrulanmıştır.

EDX analizi için 10 ayrı yetişkin kadından saç örneği alınmıştır. Bu örneklerin beşi boyasız saçlara, diğer beşi ise boyalı saçlara aittir. EDX element analizi, 4 ayrı element üzerinden değerlendirilmiştir: Karbon (C), Azot (N), Oksijen (O) ve Kükürt (S). EDX analiz sonuçlarında; boyalı saçlarda bulunan S oranının daha düşük olduğu sonucuna varılmıştır. Boyasız saçlarda bu oran daha yüksektir.

Kriminolojik araştırmalarda, olay yerinde bulunan saç örneği ile şüpheliden alınan saç örneklerinin, Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) karşılaştırılması ve bu karşılaştırma analizlerinden en yüksek seviyede verim alabilme amacıyla oluşturulan bu tez çalışmasında, farklı metotlarda mikroskopik analiz yöntemleri ayrıntılı bir şekilde araştırılmış ve uygulanmıştır. Saç örneği hakkında teorik bilimsel veriler, SEM laboratuvarında tetkik edilmiş ve pozitif sonuçlar gözlemlenmiştir.

Suç mahalinde saç örneklerinin toplanması ile ilgili yapılan olay yeri çalışmalarının geliştirilmesi, bu örneklerin kriminolojik olarak mikroskopik karşılaştırmalı analizlerine imkan tanıması açısından son derece önemlidir. Geliştirilen kriminolojik araştırmalar ve bilimsel metotlar suçu teşhis etmede önemli faydalar sağlayacaktır.

KAYNAKLAR

Anonim, 2006. Electron Beam MicroAnalysis- Theory and Application Electron Probe MicroAnalysis - (EPMA) Electrons: Instrumentation and Theory of Electron Solid Interactions. http://slideplayer.com/slide/4859297/-(24.01.2017)

Anonim, 2006. Principles and Applications of Helium Ion Microscopy. http://www.microscopy-analysis.com/editorials/editorial-listings/principles-and-applications-helium-ion-microscopy-(05.03.2017)

Anonim, 2009. JEOL Ltd. Electron Optics Documents 2009, Scanning Electron Microscope A to Z, USA.

Anonim, 2014. Australian Microscopy and Microanalysis Research Facility, The electron gun.

http://www.ammrf.org.au/myscope/sem/practice/principles/gun.php-(11.02.2017)

Banerjee, A.R. 1962. Variations in the medullary structure of human head hair. *Proc. Nat. Inst. Sci. India*, 29(3): 306-316.

Baumgartner, W.A., Hill, V.A., Blahd, W.H. 1989. Hair analysis for drugs of abuse. *Journal of Forensic Science*, 34(6): 1433-1453.

Birbeck, M.S.C., Mercer, E.H. 1957. The electron microscopy of the human hair follicle: Part 1. introduction and the hair cortex. The Journal of Biophysical and Biochemical Cytology, 3(2): 203-214.

Courtois, M., Loussouarn, G., Hourseauet, C., Grollier, J.F. 1994. Hair cycle and alopecia. *Skin Pharmacology and Physiology*, 7: 84-89.

Cui, Z. 2017. Nanofabrication: Principles, Capabilities and Limits. Springer International Publishing, Switzerland, 97-99 s.

Das-Chaudhuri, A.B., Chopra, V.P. 1984. Variation in hair histological variables: medulla and diameter. *Human Heredity*, 34: 217-221.

Dedeurwaerden, R.A., Dobb, M.G., Sweetman, B.J. 1964. Selective extraction of a protein fraction from wool keratin. *Nature*, 203: 48-49.

Elçin, G. 2012. Lazer Epilasyon/Laser Epilation. Turkderm, 46:10.

Erkmen, Z.E. 2012. Modern Fizik Takviyeli Malzeme Karakterizasyonu ve Temel İlkeleri. Marmara Üniversitesi, Metalurji-Malzeme Mühendisliği, İstanbul, 383 s.

Fraser, R.D.B., MacRae, T.P., Rogers, G.E. 1962. Molecular organization in alphakeratin. *Nature*, 193: 1052-1055.

Garcia, M.L., Epps, J.A., Yare, R.S., Hunter, L.D. 1978. Normal cuticle wear patterns in human hair. *Journal of the Society of Cosmetic Chemists*, 29: 155-175.

Gaudette, B.D., Keeping, E.S. 1974. An attempt at determining probabilities in human scalp hair comparison. *Journal of Forensic Sciences*, 19: 599-606.

Gaudette, B.D. 1982. A supplementary discussion of probabilities and human hair comparisons. *Journal of Forensic Sciences*, 27: 279-289.

Gillespie, J.M., Reis, P.J., Schinckel, P.G. 1964. The isolation and properties of soluble proteins from wool. *Australian journal of biological sciences*, 17(2): 548-560.

Graham, K., Koren, G.M.D., Klein, J. 1989. Determination of gestational cocaine exposure by hair analysis. *JAMA*, 262(23): 3328-3330.

Hafner, B. 2015. Energy Dispersive Spectroscopy on the SEM: A Primer. Characterization Facility, University of Minnesota-Twin Cities. http://www.charfac.umn.edu/instruments/eds_on_sem_primer.pdf-(10.02.2017)

Hardy, D. 1973. Quantitative hair form variation in seven populations. *American Journal of Physical Anthropology*, 39: 7-18.

Hausman, L.H. 1924. Further studies of the relationships of the structural characters of mammalian hair. *The American Naturalist*, 58: 544-557.

Higuchi, R. Cecilia, H., Beroldingen, V., Sensabaugh, G.F., Erlich, H.A. 1988. DNA typing from single hairs. *Nature*, 332: 543-546.

Johnson, D.J., Sikorski, J. 1965. Proceedings of the 3rd international wool textile research conference, Paris, 1:53, 1965.

Kalaycı, Ş. 1986. Histoloji. Uludağ Üniversitesi, Tıp Fakültesi, Bursa, 564 s.

Karagöz, Ş. 2006. Mikroyapısal görüntüleme. Kocaeli Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Ders Notları, Kocaeli, 130 s.

Langbein, L., Yoshida, H., Praetzel-Wunder, S., Parry, D.A., Schweizer, J. 2010. The keratins of the human beard hair medulla: the riddle in the middle. *Journal of Investigative Dermatology*, 130(6): 55-73.

Menkart, J., Wolfram, L.J., Mao, I. 1966. Caucasian hair, negro hair and wool: similarities and differences. *Journal of the Society of Cosmetic Chemists*, 17: 769-787.

Randebrock, R. 1964. Neue erkenntnisse uber den morphologischen aufbau des menschlichen hares. *Journal of the Society of Cosmetic Chemists*, 15: 691-706.

Reynolds, R., Sensabaugh, G., Blake, E. 1991. Analysis of genetic markers in forensic DNA samples using the polymerase chain reaction. *Analytical Chemistry*, 63(1): 1-15.

Robbins, C.R. 2012. Chemical and Physical Behavior of Human Hair. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, USA, 724.

Scheres, S.H.W., Ramírez, R.N., Sorzano, C.O.S., Carazo, J.M., Marabini, R. 2008. Image processing for electron microscopy single-particle analysis using XMIPP. *Nature Protocols*, 3(6): 977-990. Sekino, T. 2014. Hitachi Workshop Presentation.

https://www.eng.utoledo.edu/cmsc/downloads/docs/SEM%20Workshop%20presentatio n%203.pdf-(02.03.2017)

Suzuki, O., Hattori, H., Asano, M. 1984. Detection of methamphetamine and amphetamine in a single hair by GC/MS/CI. *Journal of Forensic Sciences*, 29: 611-617.

Swiech, W., Mabon, J., Petrova, V., Marshall, M., Petrov, I. 2008. Scanning Electron Microscope (SEM). Advanced Materials Characterization Workshop, University of Illionis Board of Trustees, 2008.

Swift, J.A. 1999. Human hair cuticle: biologically conspired to the owner's advantage. *J. Cosmetic Sci.*, 50: 23-48.

Takahashi, T., Hayashi, R., Okamoto, M., Inoue, S. 2006. Morphology and properties of Asian and Caucasian hair. *Journal of Cosmetic Science*, 57: 327-338.

Walsh, P.S., Erlich, H.A., Higuchi, R. 1992. Research, PCR methods and applications. Cold Spring Harbor Laboratories, Cold Spring Harbor, 241 s.

Wittke, J.H. 2015. Electron Microanalysis Core Facility. Northern Arizona University. http://nau.edu/cefns/labs/electron-microprobe/glg-510-class-notes/instrumentation/-(17.01.2017)

Wittke, J.H. 2008. Scanning Electron Microscope overview introduction. http://saturno.fmc.uam.es/web/superficies/instrumentacion/Instrumentation.htm-(05.05.2017)

Wu, C.S., Makiuchi, Y., Chen, CD. 2010. High-energy electron beam lithography for nanoscale fabrication, Ed.: Michael Wang, InTechOpen, Croatia, 242-266.

Wynkoop, E.M. 1929. A study of the age correlations of the cuticular scales, medulla and shaft diameters of human head hair. *American Journal of Physical Anthropology*, 13(2): 177-188.

Xu, H. 2010. CAMTEC Workshop Presentation.

http://www.uvic.ca/research/advancedmicroscopy/assets/docs/camtec/2010/secondary_e lectron_detectors.pdf.-(05.01.2017)

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı	: Bahadır KARADUMAN
Doğum Yeri ve Tarihi	: 05.12.1987
Yabancı Dili	: İngilizce
Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)	
Lise	: Keçiören (Y.D.A) Lisesi / (2001 - 2005)
Lisans	: Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi
	Fizik Bölümü / (2005 - 2009)
Yüksek Lisans	: Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
	Kriminalistik Anabilim Dalı / (2014 - 2017)
Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yı	l : Uludağ Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi
	Fizik Bölümü – SEM Laboratuvarı
	(2013 - devam ediyor)
İletişim (e-posta)	: bkaraduman@uludag.edu.tr
Yayınları	: