

**T.C.
ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANA BİLİM DALI**



TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU KULLANARAK KAPSÜL VE ATIŞ ARTIKLARININ KARŞILAŞTIRMALI ANALİZİ

Yüksek Lisans Tezi

Selma BULUT

Danışman
Prof. Dr. Ömer ANDAÇ

SAMSUN
2023

TEZ KABUL VE ONAYI

Selma BULUT tarafından, **Prof. Dr. Ömer ANDAÇ** danışmanlığında hazırlanan “**TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU KULLANARAK KAPSÜL VE ATIŞ ARTIKLARININ KARŞILAŞTIRMALI ANALİZİ**” başlıklı bu çalışma, jürimiz tarafından 14.09.2023 tarihinde yapılan sınav sonucunda oy birliği ile başarılı bulunarak Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

	Unvanı Adı Soyadı Üniversitesi Ana Bilim/Ana Sanat Dalı	Sonuç
Başkan	Prof. Dr. Yıldıray TOPCU Ondokuz Mayıs Üniversitesi Kimya Mühendisliği Ana Bilim Dalı	☒ Kabul ☐ Ret
Üye	Prof. Dr. Ömer ANDAÇ Ondokuz Mayıs Üniversitesi Kimya Ana Bilim Dalı	☒ Kabul ☐ Ret
Üye	Doç. Dr. Bayram YÜKSEL Giresun Üniversitesi Mülkiyet Koruma ve Güvenlik Ana Bilim Dalı	☒ Kabul ☐ Ret

Bu tez, Enstitü Yönetim Kurulunca belirlenen ve yukarıda adları yazılı jüri üyeleri tarafından uygun görülmüştür.

Prof. Dr. Ahmet TABAK
Enstitü Müdürü

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK BEYANI

Hazırladığım Yüksek Lisans tezinin bütün aşamalarında bilimsel etiğe ve akademik kurallara riayet ettiğimi, çalışmada doğrudan veya dolaylı olarak kullandığım her alıntıya kaynak gösterdiğimi ve yararlandığım eserlerin Kaynaklar'da gösterilenlerden oluştuğunu, her unsurun enstitü yazım kılavuzuna uygun yazıldığını ve TÜBİTAK Araştırma ve Yayın Etiği Kurulu Yönetmeliği'nin 3. bölüm 9. maddesinde belirtilen durumlara aykırı davranılmadığını taahhüt ve beyan ederim.

Etik Kurul Gerekli mi ?

Evet ☐ (Gerekli ise ekler kısmına ekleyiniz)

Hayır ☒

26/06/2023
Selma BULUT

TEZ ÇALIŞMASI ÖZGÜNLÜK RAPORU BEYANI

Tez Başlığı : TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU KULLANARAK KAPSÜL VE ATIŞ ARTIKLARININ KARŞILAŞTIRMALI ANALİZİ

Yukarıda başlığı belirtilen tez çalışması için şahsım tarafından 26/06/2023.tarihinde intihal tespit programından alınmış olan özgünlük raporu sonucunda;

Benzerlik oranı : % 18

Tek kaynak oranı : % 3 çıkmıştır.

07/07/2023
Prof. Dr. Ömer ANDAÇ

ÖZET

TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU KULLANARAK KAPSÜL VE ATIŞ ARTIKLARININ KARŞILAŞTIRMALI ANALİZİ

Selma BULUT
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı
Yüksek Lisans, Temmuz/2023
Danışman: Prof. Dr. Ömer ANDAÇ

Atış artığı (GSR), bir ateşli silahın atış yapması sırasında üretilen parçacıklardır. Bir ateşli silahta bir mermi ateşlendiğinde hem kapsülden hem de itici gazdan gelen yanma ürünleri aynı anda salınır. Ateşli silah kalıntıları, yanmamış ve kısmen yanmış itici barut, mühimmat kapsülünden parçacıklar, duman, gres, yağlayıcılar ve kartuşun yanı sıra silahın kendisinden gelen metallere oluşur. Organik bileşikler esas olarak yanmamış ve kısmen yanmış barut parçacıkları, bunların bazı dönüşüm ürünleri ve hidrokarbonlar şeklini alan itici gaz ve ateşli silah yağlayıcılarından kaynaklanır. Nitratlar, nitritler ve metalik parçacıklar gibi inorganik kalıntılar, mermi kovani, mermi kılıfı veya çekirdeği ve silah namlusunun kendisinden olduğu kadar, kapsül ve itici gazdan da kaynaklanır. Ateşleme iğnesi kapsül kapağına çarptığında, kapsül karışımı ateşlenir ve kartuş içinde hızlı sıcaklık ve basınç artışları ortamı yaratır. Sıcaklıktaki bu artış kapsül karışımını eritir ve birkaç milisaniye içinde kurşun (Pb), baryum (Ba) ve antimonun (Sb) buharlaşma noktaları aşılar. Yalnızca kapsülden (primer GSR) kaynaklanan partiküllerin itici gaz ateşlenmeden önce oluştuğunu gösteren kanıtlar vardır.

Taramalı elektron mikroskobu/enerji saçılımlı X-ışınları spektrometresi (SEM/EDS) kullanılarak GSR analizi kapsamlı bir şekilde çalışılmış olmasına rağmen, farklı marka mermilerin ve yalnızca kapsüllerin atış artığının SEM/EDS analizine ilişkin herhangi bir literatür bildirilmemiştir. Mevcut çalışmada 7 farklı marka mermi çekirdekli ve çekirdeği çıkarılarak kağıda ve asetat kağıdına yakın atış yapıldı ve atış artıkları yapışkan/iletken bant bulunduran stub üzerine toplandı. SEM ikincil elektron (SE) ve geri saçılan elektron (BSE) görüntüsü ile beraber EDS görüntüleri toplandı. SEM/SE görüntüleri GSR partiküllerinin morfolojilerinin belirlenmesinde, SEM/BSE görüntüleri kompozisyon görüntüleri özellikle ağır metal içeren GSR partiküllerinin belirlenmesinde ve SEM/EDS haritaları ve analizleri ile partiküllerin bileşimleri belirlendi.

Sadece kapsül ateşlenmesi ile elde daha fazla partikül toplandı ve partiküllerin belirli bir morfolojisinin olmadığı gözlemlendi. Çekirdek varlığında barut etkisinin de olması sebebi ile GSR partiküllerinin daha küçük ve küresel oldukları gözlemlendi. GSR örneklerinin SEM/SE, SEM/BSE ve SEM/EDS ile inorganik analizi ve morfolojik değerlendirmeler, GSR analizi için daha ideal bir yaklaşım olarak kabul edilebilir.

Anahtar Sözcükler: Atış artığı, Taramalı elektron mikroskobu, Enerji saçılımlı X-ışınları spektrometresi

ABSTRACT

COMPERATATIVE ANALYSIS OF PRIMER AND GUNSHOT RESIDUES USING SCANNING ELECTRON MICROSCOPY

Selma BULUT

Ondokuz Mayıs University

Institute of Graduate Studies

Department of Chemistry

Master, July/2023

Supervisor:Prof. Dr. Ömer ANDAÇ

Gunshot residues (GSR) are the particles that arise during the firing of a firearm. When a bullet is discharged, both the primer and propellant ignite, resulting in the simultaneous release of combustion byproducts. These residues encompass various components, including unburned and partially burned propellant powder, particles from the ammunition primer, smoke, lubricants, grease, and metals from the cartridge and gun itself. The organic compounds found in GSR primarily originate from unburned and partially burned gunpowder particles, as well as propellants and firearm lubricants, manifesting as hydrocarbons. Inorganic residues such as nitrates, nitrites, and metallic particles mainly come from the primers, propellant, shell or core, and the gun barrel. It is important to note that primary GSR particles are formed from the primer before the propellant is ignited, while secondary GSR particles are produced as the propellant burns and the bullet is propelled out of the firearm. Analyzing GSR can aid forensic investigations by determining whether a firearm has been discharged and providing evidence to link a suspect to a shooting incident.

Although GSR analysis using scanning electron microscopy/energy dispersive X-ray spectrometry (SEM/EDS) has been extensively studied, no literature has been reported on SEM/EDS GSR analysis of 7 different brands of bullets and capsules alone. In the current study, three different brands of bullets were close shot to the paper and the acetate paper directly and by removing the bullet core. GSR particles were collected on a stub containing adhesive/conductive tape. EDS images were collected along with SEM secondary electron (SE) and backscattered electron (BSE) images. SEM/SE images were used to determine the morphology of the GSR particles, SEM/BSE images were used to determine the composition of the GSR particles containing heavy metals, and the compositions of the particles were determined by SEM/EDS maps and analysis results.

More particles were collected from primer firings. It was observed that particles of primer firings did not have a certain morphology. However the GSR particles of bullets were smaller and spherical due to the gunpowder effect. Inorganic analysis and morphological evaluations of GSR samples with SEM/SE, SEM/BSE and SEM/EDS can be considered as a more ideal approach for GSR analysis.

Keywords: Gunshot residues, Scanning electron microscopy, Energy dispersive X-ray spectrometry

ÖN SÖZ VE TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasında farklı silahlar ve farklı fişekler kullanılarak yapılan atışlarda toplanan atış artıklarının SEM/EDS analizi yapılarak incelenmek istenmiştir.

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesinde, değerli bilgilerini benimle paylaşan, danışman hocam Prof. Dr. Ömer ANDAÇ hocama, desteğini ve yardımlarını esirgemeyen Samsun Bölge Kriminal Polis Laboratuvarı Bölge Müdürüm 2. Sınıf Emniyet Müdürü Adnan ERİŞEK'e, laboratuvar atış odasında görevli abilerime ve çalışma arkadaşlarıma sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca çalışmamda desteklerini hiçbir zaman eksik etmeyen, arkadaşlarım ve bana olan güvenlerini hiç kaybetmeyen aileme teşekkür ederim.

Selma BULUT

İÇİNDEKİLER

TEZ KABUL VE ONAYI.....	i
BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK BEYANI.....	ii
TEZ ÇALIŞMASI ÖZGÜNLÜK RAPORU BEYANI.....	ii
ÖZET	iii
ABSTRACT.....	iv
ÖN SÖZ VE TEŞEKKÜR.....	v
İÇİNDEKİLER.....	vi
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
TABLolar DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Ateşsiz Silahlar.....	1
1.2. Ateşli Silahlar	1
1.2.1. Kısa Namlulu Silahlar (Tabancalar)	2
1.3. Uzun Namlulu Silahlar	3
1.4. Fişek ve Fişegin Yapısı	3
1.4.1. Kovan.....	3
1.4.2. Barut	4
1.4.3. Kapsül	4
2. ATEŞLİ SİLAH KALINTISI (GSR).....	5
2.1. Atış Artıkları Nedir?.....	5
2.2. GSR Nasıl Oluşur?	6
2.3. GSR Parçacıklarının Morfolojisi, Şekli ve Yapısı	9
2.4. Çevresel ve Mesleki Kaynaklı GSR Benzeri Parçacıklar.....	11
2.5. GSR Analizi.....	12
2.6. Ateşli Silahların Kalıntı Analizinde Kullanılan Cihazlar	15
2.6.1. Taramalı Elektron Mikroskobu.....	15
2.6.2. Atomik Absorbsiyon Spektroskopisi	19
2.6.3. Endüktif Olarak Eşleştirilmiş Plazma Spektroskopisi (ICP)	19
3. KULLANILAN ARAÇ VE GEREÇLER.....	20
3.1. Atış Alanı.....	20
3.2. Kullanılan Silah ve Mermiler	20
3.3. Taramalı Elektron Mikroskobu	21
3.4. EDS.....	22
3.5. ICP-MS.....	22
4. DENEYSEL SONUÇLAR.....	24
4.1. ICP-MS Sonuçları	24
4.1. SEM/EDS Sonuçları	25
4.1.1. OZK765Ç Analizleri	26
4.1.2. OZK765K Analizleri	32
4.1.3. GEKO765Ç Analizleri.....	34
4.1.4. GEKO765K Analizleri.....	42
4.1.5. MKE765Ç Analizleri.....	46
4.1.6. MKE765K Analizleri.....	50
4.1.7. MKE9PÇ Analizleri.....	54
4.1.8. MKE9PK Analizleri	57
4.1.9. OZK9Ç Analizleri	60
4.1.10. OZK9K Analizleri	63
4.1.11. YVX9PÇ Analizleri.....	65

4.1.12. YVX9PK Analizleri.....	68
4.1.13. FIO12D Analizleri.....	71
4.1.14. FIO12K Analizleri.....	74
4.1.15. NOB12D Analizleri.....	78
4.1.16. NOB12K Analizleri.....	81
4.1.17. GFS12D Analizleri.....	84
4.1.18. GFS12K Analizleri.....	87
5. SONUÇ	91



SİMGELER VE KISALTMALAR

AAS	: Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi
CDR	: Fişek Atış Kalıntısı
EDS	: Enerji Saçınımlı Spektroskopi
FDR	: Ateşli Silah Atış Kalıntısı
GSR	: Atış Artığı
ICP-MS	: Endüktif Olarak Eşleştirilmiş Plazma- Kütle Spektroskopisi
IGSR	: Anorganik Atış Artıkları
LIBS	: Lazer İletilen Bölünme spektroskopisi
OES	: Optik Emisyon Spektroskopisi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	: Geçirgen Elektron Mikroskobu
XPS	: X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi
WDX	: Dalgaboyu Saçınımlı Spektroskopi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Ateşsiz silahlar (Alamy, 2023).....	1
Şekil 1.2. Ateşli silahlar	2
Şekil 1.3. Tabanca yapısı (savunma, 2023).....	2
Şekil 1.4. Uzun namlulu silah(MKE, 2023)	3
Şekil 1.5. Fişegin Yapısı (Yiğitler vd., 2016).....	3
Şekil 2.1. Kurşun stifnat (Lead styphnate)	6
Şekil 2.2. Ateşli silah ateşlendiği zaman (Tutkun, 2023)	6
Şekil 2.3. Seramik bir substrat üzerinde doğrudan biriktirilen GSR katmanının BSE görüntüsü.(Schwoeble vd., 2011).....	10
Şekil 2.4. Yüzeyinde küçük parçacıklar bulunan tipik bir GSR parçacığının ikincil elektron görüntüsü (Schwoeble vd., 2011).....	11
Şekil 2.5. Bir GSR parçacığının ve karbon grid üzerinde dağılmış daha küçük parçacıkların parlak alanlı STEM (BF-STEM) görüntüleri(Schwoeble vd., 2011).....	11
Şekil 2.6. Elektron-numune etkileşimi (Thermofisher, 2023)	16
Şekil 2.7. GSR analizi için kullanılan taramalı elektron mikroskobu	17
Şekil 2.8.Elektron-örnek etkileşimi	18
Şekil 2.9. Atomda enerji düzeyleri.....	18
Şekil 2.10. Endüktif olarak eşleştirilmiş plazma spektroskopisi.....	19
Şekil 3.1. JEOL 7001F Taramalı elektron mikroskobu	21
Şekil 3.2.OXFORD X-Max80 dedektörlü	22
Şekil 3.3. NexION 2000 B Perkin Elmer ICP-MS	23
Şekil 4.1. OZK765Ç numunesi GSR olmayan parçacık.....	26
Şekil 4.2. OZK765Ç numunesinde Si, Na, Al, S, Fe, Mg, K, Ca ve P elementleri içeren partikülün BSE görüntüsü ve element haritası	27
Şekil 4.3. OZK765Ç numunesinde Si, Na, Al, S, Fe, Mg, K, Ca ve P elementleri içeren partikülün EDS spektrumu.....	27
Şekil 4.4.OZK765Ç numesi Ca içeren partikülün BSE görüntüsü ve EDS spektrumu.....	28
Şekil 4.5. OZK765Ç Numunesi Ba içeren partikül	28
Şekil 4.6. OZK765Ç Numunesi Ca içeren partiküller	29
Şekil 4.7. OZK765Ç numunesi Ba yanı sıra P ve Ca elementlerini içeren partiküle ait BSE görüntüsü ve EDS spektrumu	29
Şekil 4.8. OZK765Ç numunesi Pb içeren düzensiz partikül.....	30
Şekil 4.9. OZK765Ç numunesi spektrum 14 partikülü EDS spektrumu.....	30
Şekil 4.10. OZK765Ç numunesi element haritası	31
Şekil 4.11. OZK765K numunesine ait Pb içeren düzensiz partikül ve EDS spektrumu	32
Şekil 4.12. OZK765K Numunesi spektrum 9 partikülü EDS spektrumu.....	32
Şekil 4.13. Ba ve P içeren OZK765K numunesi	33
Şekil 4.14. Düzensiz OZK765K partikülleri	33

Şekil 4.15. Ba, Ca, Si, Na, Pb,S, Fe ve Cu içeren GECO765Ç partikülü	34
Şekil 4.16. GECO765Ç partikülleri Ca, Si ve Ba element haritaları	35
Şekil 4.17. GECO765Ç parlak partikülü EDS spektrumu	35
Şekil 4.18. Dizensiz Pb partikülü ve EDS spektrumu	36
Şekil 4.19. Büyük Pb partikülü ve EDS spektrumu.....	36
Şekil 4.20. Büyük Pb partikülü ve EDS spektrumu.....	37
Şekil 4.21. Ba içeren düzensiz partikül ve EDS spektrumu	39
Şekil 4.22. Homojen olmayan Ba içeriği zengin GSR partikülü ve EDS spektrumu.....	41
Şekil 4.23. Si içeren partikül	42
Şekil 4.24. Düzensiz GECO765K partikülleri ve haritalamaya ait EDS spektrumu.....	43
Şekil 4.25.GECO765K partikülleri element haritaları.....	43
Şekil 4.26.GECO765K partiküllerine ait SE, BSE ve element haritaları.....	44
Şekil 4.27.MKE765Ç numunesinde EI3 BSE görüntüsü ve EDS spektrumu.....	46
Şekil 4.28. MKE765Ç numunesinde EI4 BSE görüntüsü ve EDS spektrumu.....	46
Şekil 4.29. MKE765Ç numunesinde EI5 BSE görüntüsü ve EDS spektrumu.....	47
Şekil 4.30. Cu-Pb elenleri içeren MKE765Ç partikülü	47
Şekil 4.31. Tipik karakteristik GSR partikülü	48
Şekil 4.32. MKE765K Numunesi EM1 görüntüsü ve element haritasının EDS spektrumu ..	50
Şekil 4.33. MKE765K Numunesi EM2 görüntüsü ve element haritası	51
Şekil 4.34. MKE765K Numunesi EI3 görüntüsü ve element haritaları.....	52
Şekil 4.35. MKE9PÇ Numunesi EI1 görüntüsü ve spektrum 1 EDS spektrumu	54
Şekil 4.36. MKE9PÇ Numunesi EI2 görüntüsü ve spektrum 30 EDS spektrumu	55
Şekil 4.37. MKE9PÇ Numunesi EI7 görüntüsü ve spektrum 1 EDS spektrumu	55
Şekil 4.38. MKE9PK numunesi EI1 ve haritalamaya ait EDS spektrumu.....	57
Şekil 4.39. MKE9PK numunesi EI1 görüntüsü ve element haritaları.....	58
Şekil 4.40. OZK9Ç Electron image 1 ve spectrum 2 EDS sonuçları.....	60
Şekil 4.41. EI3 ve EI4, SE ve BSE görüntüleri	60
Şekil 4.42. OZK9Ç EI7 BSE görüntüsü ve spectrum 60 EDS spectrumu	61
Şekil 4.43. OZK9Ç EI8 BSE görüntüsü ve spectrum 76 EDS spectrumu	61
Şekil 4.44. OZK9K EI1 BSE görüntüsü ve spectrum 1 karakteristik EDS spectrumu	63
Şekil 4.45. OZK9K Element haritası ve EDS spektrumu.....	63
Şekil 4.46. YVX9PÇ EI1 BSE görüntüsü ve spectrum 1 prtikülü EDS spektrumu	65
Şekil 4.47. YVX9PÇ Numunesi karakteristik partikül element haritası ve EDS spektrumu ..	66
Şekil 4.48. YVX9PÇ Numunesi GSR partikülü detaylı analizi	66
Şekil 4.49. YVX9PK Electron image 1 ve spectrum 1 EDS spektrumu.....	68
Şekil 4.50. YVX9PK Tüm elementleri içeren tabakalı element haritası ve EDS spektrumu ..	68
Şekil 4.51. YVX9PK Numunesi element haritası ve EDS spektrumu	69

Şekil 4.52. FIO12D EI1 ve spectrum 1 partikülü EDS spektrumu	71
Şekil 4.53. FIO12D EI2 ve spectrum 21 partikülü EDS spektrumu	72
Şekil 4.54. FIO12D Element haritası ve EDS spektrumu.....	72
Şekil 4.55. FIO12K EI1 Element haritaları ve EDS spektrumu	74
Şekil 4.56. FIO12K EI2 Element haritaları ve EDS spektrumu	75
Şekil 4.57. FIO12K EI2 Element haritaları ve EDS spektrumu	75
Şekil 4.58. FIO12K Elektron image 1 ve 2	76
Şekil 4.59. NOB12D EI2 BSE, element haritaları ve EDS spektrumu	78
Şekil 4.60. NOB12D EI4 BSE, element haritaları ve EDS spektrumu	78
Şekil 4.61. NOB12D EI1, EI2, EI3 ve EI4 BSE görüntüleri	79
Şekil 4.62. NOB12 EI1'e ilişkin element hartası ve EDS spektrumu.....	81
Şekil 4.63. NOB12 EI2'e ilişkin element hartası ve EDS spektrumu.....	82
Şekil 4.64. NOB12 EI1, EI2 ve EI3 BSE görüntüleri.....	82
Şekil 4.65. GFS12D BSE görüntüsü ve element haritası.....	84
Şekil 4.66. GFS12D EI2, EI3, EI4 ve EI5 BSE haritaları.....	85
Şekil 4.67. GFS12K EI1 BSE görüntüsüne ilişkin eElement haritaları ve EDS spektrumu ..	87
Şekil 4.68. GFS12K EI2 BSE görüntüsüne ilişkin eElement haritaları ve EDS spektrumu ..	88
Şekil 4.69. GFS12K EI3 BSE görüntüsüne ilişkin eElement haritaları ve EDS spektrumu ..	89
Şekil 4.70. GFS12K EI1, EI2, EI3 ve EI4 BSE görüntüleri	89
Şekil 5.1. Periyodik tablo (Wikipedia, 2023)	94

TABLÖLER DİZİNİ

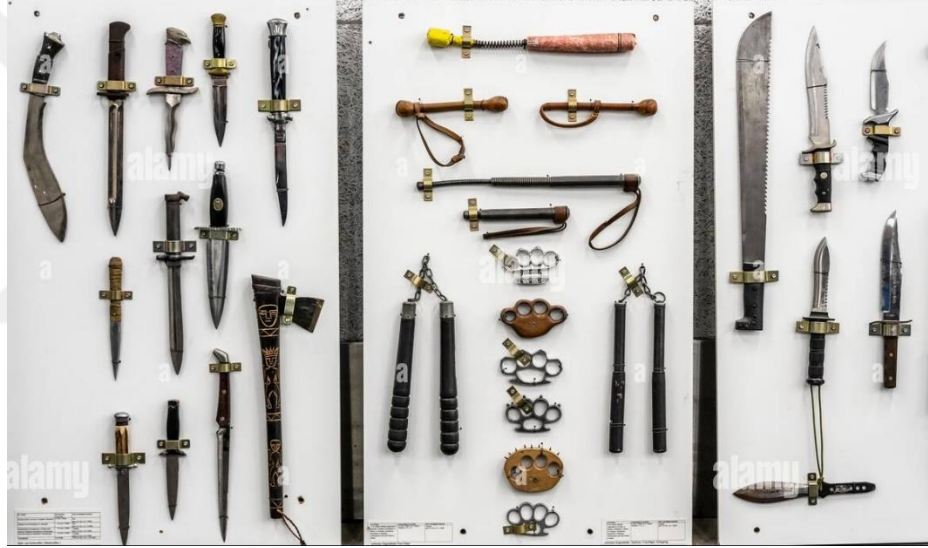
Tablo 3.1 Örnekler ve kodları	20
Tablo 4.1. Bazı kapsüllerin atış sonrası kütle taraması, ppb.....	25
Tablo 4.2. GEKO765Ç partikülleri EDS spektrumları sonuçları.....	38
Tablo 4.3. Elektron görüntüsü 8 de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları.....	40
Tablo 4.4. Elektron görüntüsü 8 de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları.....	41
Tablo 4.5. GEKO765K Elektron imajında yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları	45
Tablo 4.6. MKE765Ç Elektron görüntüsü 3, 4 ve 5’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları.....	49
Tablo 4.7. MKE765K Elektron görüntüsü 1, 2 ve 3’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları.....	53
Tablo 4.8. MKE9PÇ Elektron görüntüsü 1 ve 2’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları	56
Tablo 4.9. MKE9K Elektron görüntüsü 1’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları	59
Tablo 4.10. OZK9Ç Elektron görüntüsü 2, 7 ve 8’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları.....	62
Tablo 4.11. OZK9K Elektron görüntüsü 1’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları	64
Tablo 4.12. YVX9PÇ Elektron görüntüsü 1 ve 3’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları	67
Tablo 4.13. YVX9PK Elektron görüntüsü 1 ve 2’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları	70
Tablo 4.14. FIO12D Elektron görüntüsü 1 ve 2’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları	73
Tablo 4.15. FIO12D Elektron görüntüsü 1 ve 2’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları	77
Tablo 4.16. NOB12D Elektron görüntüsü 1 ve 2’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları	80
Tablo 4.17. NOB12K Elektron görüntüsü 1, 2 ve 3’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları.....	83
Tablo 4.18. GFS12D Elektron görüntüsü 2, 3, 4 ve 5’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları.....	86
Tablo 4.19. GFS12K Elektron görüntüsü 1, 2, 3 ve 4’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları.....	90
Tablo 5.1. Literatürde yer alan kapsül analizi (Gökdemir vd., 1999)	95

1. GİRİŞ

Silah, tanımıyla, ruhsat gerektiren araç ve aletlerin hepsini kapsayan bir yapıdır. Bu araçlar ve aletler, uzaktan veya yakından canlıları öldürebilme, yaralayabilme, etkisiz hale getirebilme, canlı organizmaları hasta edebilme, cansız nesneleri parçalayabilme veya yok edebilme yeteneğine sahiptir (Kıldan ve Akdemir, 2016). Silahlar ateşsiz ve ateşli silahlar olmak üzere temelde ikiye ayrılır.

1.1. Ateşsiz Silahlar

Hançer, Kama, Pala, Söğü, kılıç, jop, topuz, muşta, kasatura, mızrak ve kamçı vb. el silahları, uzaktan öldürmek veya etkisiz hale getirmek için tasarlanmış ateşsiz silahlardır, Şekil 1.1.



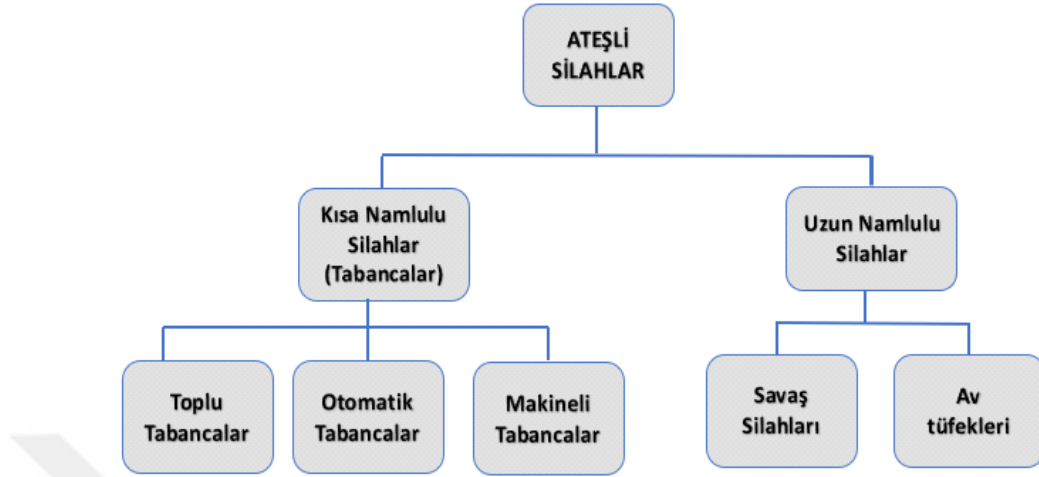
Şekil 1.1. Ateşsiz silahlar (Alamy, 2023)

1.2. Ateşli Silahlar

Ateşli silahlar, barut gazının itici gücüyle mermi fırlatan tüm silahların genel bir terimidir. Ateşli silahlar hakkında konuşulduğunda, genellikle bireyler tarafından taşınabilen küçük çaplı silahlar akla gelir, ancak ateşli silahlar kategorisi, büyük topçulardan tüfeklere, av tüfeklerine ve tabancalara kadar her tür ve boyuttaki silahları içerir (Wikipedia, 2022). Ateşli silahlar Şekil 1.2’de görüldüğü gibi kısa namlulu ve uzun namlulu silahlar olarak ikiye ayrılmaktadır (Üzüm, 1995).

Tabancalar arasında revolverler ve tabancalar bulunurken, omuz ateşli silahları daha çeşitlidir ve tüfekler, pompalı tüfekler, makineli tüfekler ve hafif makineli tüfekleri kapsar. Ateşli silahların çeşitli türleri, markaları, modelleri ve tarzları

hakkında geniş bilgi ve aşinalık, başarılı bir adli ateşli silah bilimcisi olmak için çok önemlidir (Houck ve Siegel, 2015).



Şekil 1.2. Ateşli silahlar

1.2.1. Kısa Namlulu Silahlar (Tabancalar)

Namlu uzunluğu 30 cm'den küçük olan veya tüm uzunluğu 60 cm'yi aşmayan silahlardır (Köken, 2018). Tabanca yapısı Şekil 1.3'de yer almaktadır. Tabancada namlu, horoz, ateşleme iğnesi, şarjör, fişek, kabza, tetik koruma çerçevesi, tetik, tutma parçası ve kızak takımı yer almaktadır.



Şekil 1.3. Tabanca yapısı (savunma, 2023)

1.3. Uzun Namlulu Silahlar

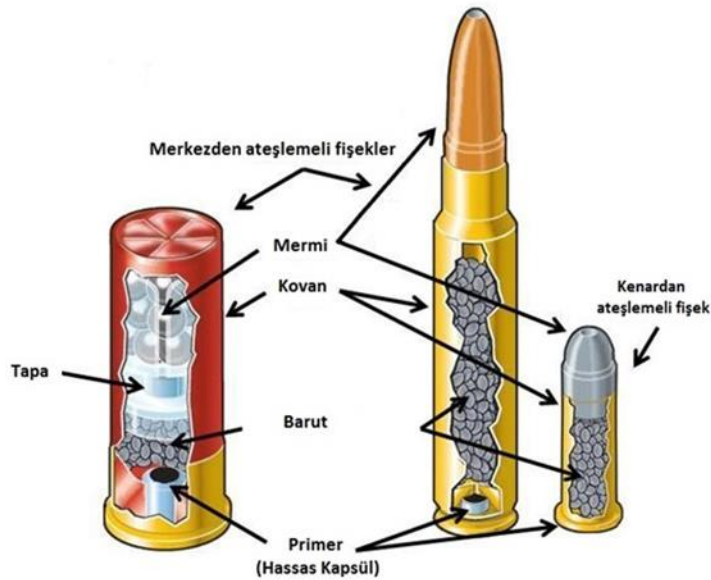
6136 sayılı Ateşli Silahlar ve Bıçaklar ile Diğer Aletler Hakkındaki Kanuna göre uzun namlulu silah; “fişek yatağı hariç namlu boyları 30cm’den uzun olan ve toplam uzunlukları 50cm’den uzun olan silah” olarak tanımlanabilir.



Şekil 1.4. Uzun namlulu silah(MKE, 2023)

1.4. Fişek ve Fişegin Yapısı

Fişek; barut, kapsül, kovan ve çekirdek içeren cephanedir, Şekil 1.5. Fişek kovanının arka ucunda kapsül tetik çekilince patlayarak barutun ateşlenmesini sağlar. Kovanın patlaması sürtünme ve termal şok oluşturur (Nunziata ve Morin, 2017).



Şekil 1.5. Fişegin Yapısı (Yiğitler vd., 2016)

1.4.1. Kovan

Fişeye ait barut, çekirdek ve kapsülü bir arada tutan ve ayrıca barutu ve kapsülü dış etkilerden koruyan parçadır.

1.4.2. Barut

Kapsülden gelen alevle yanarak meydana çıkan basınçla çekirdeğin uzak mesafelere atılmasını sağlar. Kara barut ve dumansız barut olarak ikiye ayrılır.

Kara barut (dumanlı barut) kömür, kükürt ve güherçile karışımından oluşan kara barut Çinliler tarafından havai fişeklerde kullanılmaktadır. Yandığında hacminin 300 katı kadar gaz oluşturur. Fazla duman ve katı artık bırakır.

Beyaz barut (dumansız barut) yandığında hacminin 1000 katı kadar bir gaz oluşturur. Katı artıkları; nitritler, nitratlar, klorürler ve karbon. Gaz artıkları ise karbondioksit, karbonmonoksit, su buharı, hidrojen ve azottur.

1.4.3. Kapsül

Genellikle ince tabaka halinde pirinç, bakır ve nikelden yapılmaktadır. Boxer tipi kapsül: Bu kapsülü diğerlerinden ayıran özellik örs parçasının kapsüle bitişik olmasıdır. Berdan tipi kapsül: Bu kapsül standart ve merkezden kanallı olmak üzere ikiye ayrılmıştır.

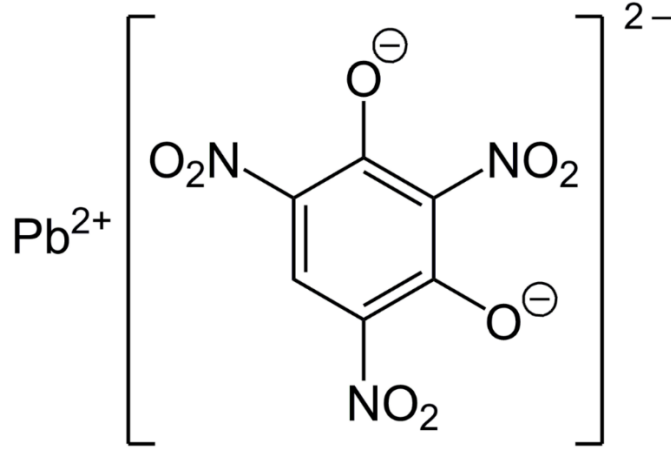
2. ATEŞLİ SİLAH KALINTISI (GSR)

GSR analizinin geçmişi, Joseph Kluchsky'nin 1933 yılında yazdığı 'Silahı ateşleyen ellerin bulunması' başlıklı makalesine kadar uzanmaktadır. Ancak, bu tür nitrat testi zamanla sofistike uygulamalarla değiştirilmiştir. Adli laboratuvar ortamlarında, GSR analizi için çok sayıda modern analitik analiz kullanılmıştır (Mistek vd., 2019; Yüksel vd., 2023)

Ateşli silah kalıntısı (GSR) terimi, daha az sıklıkla kullanılan ateşli silah atış kalıntısı (FDR) ve fişek atış kalıntısı (CDR) terimleriyle aynı anlamda kullanılmaktadır. GSR, "fiziksel iz" veya "parçacık iz" adli kanıt kategorisine girer. Ateşli silahın patlaması sırasında üretilir. GSR kanıtları, ateşli silahlarla ilgili suçların soruşturulmasında, özellikle de bir ateşli silah ateşlendiğinde sıklıkla kullanılır (French, 2013).

2.1. Atış Artıkları Nedir?

Bir silâhın ateşlenmesi, öncelikle kapsülün yanmasından dolayı havada partikül atış bulutu oluşturur. Kapsülde kurşun stifnat (başlatıcı), antimon sülfür (yakıt) ve baryum nitrat (oksitleyici) olmak üzere üç ana bileşen bulunur. GSR genel olarak bu malzemelerin yanma ürünlerinden oluşur. Söz konusu partiküller değişen oranlarda Kurşun (Pb), Antimon (Sb) ve Baryum (Ba)'dan ve kapsülün diğer bileşenlerinden oluşmaktadır. Pb, Sb ve Ba yaygın GSR bileşenleridir (Molina vd., 2007). Bu metal taneciklerinin yanı sıra da çeşitli metaller ve iyonlar da içerir. Bunlar kurşun, cıva, baryum, alüminyum, antimon, bakır, kalay, demir, çinko, sülfat, titanyum, silikon, magnezyum ve potasyumdur. Bu inorganik bileşenlere ek olarak, kapsül ve barutta, birçok organik bileşen bulunmaktadır (Schwoeble vd., 2011). Atış artıklarına halk arasında barut gazı da denilmektedir. Şekil 2.1'da kurşun stifnat yapısı görülmektedir.



Şekil 2.1. Kurşun stifnat (Lead styphnate)

2.2. GSR Nasıl Oluşur?

GSR, bir tabanca Şekil 2.2’de görüldüğü gibi ateşlendiğinde üretilir ve mermi, kartuş ve ateşli silahtan gelen bileşiklerle birlikte katı 'kısmen yanmış ve yanmamış itici gaz parçacıkları ve ateşleme bileşiminden yanma ürünlerini içerir (Heard, 2008). GSR parçacıklarının bileşimi, yüksek sıcaklık ve basınç nedeniyle buharlaşan ve ateşli silahtan genleşme dumanının bir parçası olarak kaçan ve soğuyup yoğunlaşarak parçacıklar oluşturan mermi ve mermi türevi bileşiklerin bir kombinasyonudur (Nag ve Sinha, 1992). Bu parçacıklar silahı atan üzerinde ve duman çıkış yakınındaki yüzeylerde birikir. GSR partiküllerinin cilt veya elbiselerin üzerinde saptanması, atış mesafesi tayini, silahı tutan ya da temas eden kişinin belirlenmesi ve dolayısıyla adli olayların orijinine ulaşılması açısından büyük önem taşımaktadır.



Şekil 2.2. Ateşli silah ateşlendiği zaman (Tutkun, 2023)

Mühimmat mermi, kovan, itici ve kapsülden oluşur. Ateşli silah atışından yayılan GSR, temel olarak, kapsülün bileşimi ile ilişkilidir. Birçok mühimmat kapsülünde kurşun stıfnat, baryum nitrat ve antimon sülfür bulunmaktadır (Molina vd., 2007). Bu nedenle kurşun, antimon ve baryum (Pb-Sb-Ba) kombinasyonu içeren parçacıklar GSR'nin "klasik" bileşimini oluşturur. Cıva (Hg) gibi farklı bileşikler içeren kapsüller de cıva ve antimon (Hg-Sb) gibi element kombinasyonları verecektir. Cıva fulminat, potasyum klorat ve antimon sülfid içeren kapsüller ve ilgili GSR parçacıkları bildirilmektedir (Brožek-Mucha, 2011). Ayrıca alternatif kurşunsuz, toksik olmayan ve ağır metal içermeyen kapsüller de bulunmaktadır (Martiny vd., 2008). Kapsül karışımı analizinin yapıldığı çalışmada, başlatıcı olarak kurşun stıfnat, oksitleyici olarak baryum nitrat ve yakıt olarak en sık olarak antimon sülfür içeren aşındırıcı olmayan astar kullanan on sekiz çeşit kartuşun incelendi. Bu primer karışımlarının hepsinde Ba, Sb, Pb ve kükürt (S) element bileşimi tespit edilmiştir. Kurşun stıfnat varlığı, SEM tarafından üretilen ikincil elektron görüntüsü yoluyla kendine özgü altıgen kristallerinin gözlemlenmesiyle daha da doğrulandı. Kurşunun tespit edilmediği kurşunsuz primerler kullanan kartuşlar da vardır. Kurşunsuz kapsülde kurşun stıfnat yerine geçen en yaygın madde, SEM/EDS tarafından tanımlanamayan organik bir bileşik olan Diazodinitrofenol'dür (DDNP). Baryum nitrat ve antimon sülfid de altı kurşunsuz kapslden dördünde ağır metal içermeyen bileşiklerle ikame edildi. Böylece Ba, Sb ve Pb gibi karakteristik GSR elementlerinden hiçbirisi bu primerlerde tespit edilememiştir. Berdan tipi primer içeren S&B kartuşu için, primer karışımının primisyonu ve geri kazanımındaki zorluk nedeniyle primer karışımı analiz edilmedi, ancak test ateşlemelerinden alınan GSR numuneleri yukarıda açıklanan analitik yöntemle analiz edildi (Hsien-Hui vd., 2003).

Pb-Sb-Ba içeren üç bileşenli parçacık pozitif bir GSR tespiti için temel kriterdir ve bu kombinasyon literatürde en çok atıfta bulunulan kombinasyondur (French, 2013). Mühimmat araştırmalarında, bu temel bileşime sahip GSR parçacıkları, bazı primerlerin yaygınlığından dolayı geniş çapta rapor edilmektedir (Gökdemir vd., 1999). Buna göre, SEM/EDS ile Ateşli Silah Kalıntı Analizi için ASTM Standart Kılavuzunda, E1588-20, bu parçacık bileşimi GSR'nin "karakteristiği" olarak kabul edilmektedir (ASTM, 2020). "Karakteristik" bileşimler, başka bir kaynağın aksine, ateşli silah atışından kaynaklanmış olma olasılığı en yüksek olan bileşimlerdir. ASTM E1588-20 standardında, başka elementlerin izlerinin bu üç bileşenli parçacıklarla

ilişkili olabileceği gerçeğini açıklar. Bunlar, bunlarla sınırlı olmamak üzere alüminyum, silikon, fosfor, kükürt (eser), klor, potasyum, kalsiyum, demir (eser), nikel, bakır, çinko, zirkonyum ve kalay elementlerinden birini veya birkaçını içerir (ASTM, 2020)

"Karakteristik" parçacıklar nadir olarak bulunurlar. Genelde diğer bileşikler ile beraber bulunurlar. Bu parçacıklar, kurşun, antimon ve baryum elementlerinden bir veya ikisini ve bunun yanında diğer birçok başka elementi de içerebilir. Bu nedenle, bir dizi başka parçacık bileşiminin GSR ile tutarlı olduğu kabul edilir. Bu temel bileşimlere sahip parçacıklar, ateşli silah atışlarından kaynaklanabilir, ancak diğer ilgisiz kaynaklardan da kaynaklanabilir. ASTM E1588-20 standardına göre "Tutarlı" kompozisyonlar şunları içerir:

GSR ile tutarlı olarak sınıflandırılan parçacıklar, aşağıdaki temel bileşimlerden birine sahip olacaktır:

- Kurşun, baryum, kalsiyum, silisyum
- Baryum, kalsiyum, silisyum
- Antimon, baryum
- Kurşun, antimon
- Baryum, alüminyum
- Kurşun, baryum

Genel olarak GSR ile ilişkili olarak sınıflandırılan parçacıklar, aşağıdaki temel bileşimlerden birine sahip olacaktır:

- Antimon
- Baryum

“Kurşunsuz/toksik olmayan” kapsüle sahip farklı mühimmat türlerinden aşağıdaki bileşimler gözlemlenmiştir. GSR'nin bir bileşim özelliğine sahip olan parçacıklar, aşağıdaki temel bileşimlerden birine sahip olacaktır:

- Gadolinyum, titanyum, çinko
- Galyum, bakır, kalay

Farklı "kurşunsuz veya toksik olmayan" mühimmat türlerinden GSR ile tutarlı bileşimlere sahip parçacıklar, aşağıdaki bileşimlerden birine sahip olacaktır:

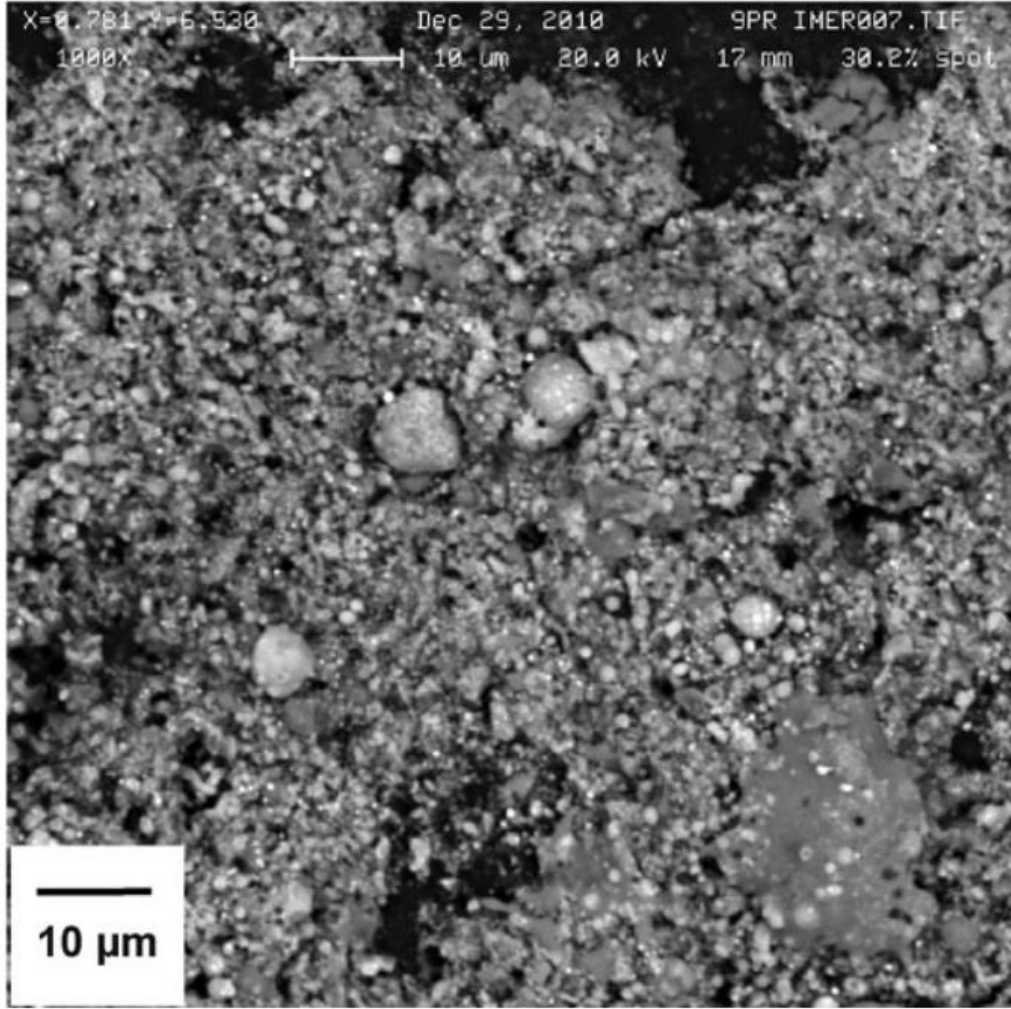
- Titanyum, çinko
- Stronsiyum

İlave elementlerin bu sınıfların parçacıklarına edilmesi yaygındır. Bu tür parçacıklar, bunlarla sınırlı olmamak üzere, bir veya daha fazla element içerebilir: Alüminyum, silisyum, fosfor, kükürt, klor, potasyum, kalsiyum, demir, nikel, bakır, çinko, zirkonyum ve kalay yaygın bulunan elementlerdir. Kurşunsuz baryum içeren sınıflandırılmış parçacıklarda kükürt varlığı dikkatle incelenmelidir, çünkü baryum sülfat ateşli silahla ilgili olmayan birçok uygulamada kullanılır. Nadiren de olsa, bu parçacıklar fren tozuyla ilişkilendirilebileceğinden, demirin varlığına dikkatle bakılmalıdır. Zirkonyumun varlığı, hava yastıklarıyla ilişkilendirilebileceğinden dikkatle incelenmelidir (ASTM, 2020).

Belirli bir tür mühimmatın ateşlenmesi sonucunda oluşan GSR popülasyonu içindeki parçacıkların temel bileşimi homojen olmayacaktır. Aksine, bir popülasyon karakteristik, tutarlı ve çevresel parçacıkların bir karışımını içerecektir. Ek olarak, bireysel parçacıkların analizi, element bileşiminin aynı parçacığın farklı bölgelerinde değişebileceğini göstermiştir (Andrasko ve Maehly, 1977). Matricardi ve Kilty (1977) yaptıkları araştırmada baryum, kalsiyum ve antimon kütlesini kaplayan kurşun dış yüzeyli parçacıkları gözlemledi (Matricardi ve Kilty, 1977).

2.3. GSR Parçacıklarının Morfolojisi, Şekli ve Yapısı

GSR parçacıklarının temel bileşimi, kullanılan mühimmata bağlı olarak değişebilir. Ancak parçacık oluşum mekanizması genel olarak kabul edilmektedir. GSR parçacıkları, birincil bileşenlerin yüksek sıcaklıkta yanmasını takiben buharlaşan Pb, Sb ve Ba'un hızla soğumasıyla oluşur. Bu nedenle, GSR parçacıkları karakteristik şekillerde yer alırlar. Örneğin, GSR parçacıkları genellikle küre şeklindedir; bununla birlikte, düzensiz şekilli parçacıklar da sıklıkla bulunur. Parçacık boyutları genellikle 1 ila 10 µm arasında değişir, ancak daha büyük ve daha küçük parçacıklar da oluşur. GSR parçacıkları genellikle Sb ve Ba'dan oluşan bir iç çekirdeği çevreleyen bir Pb dış katmanına sahiptir (Schwoeble vd., 2011). Şekil 2.3'de GSR parçacıkları yer almaktadır.

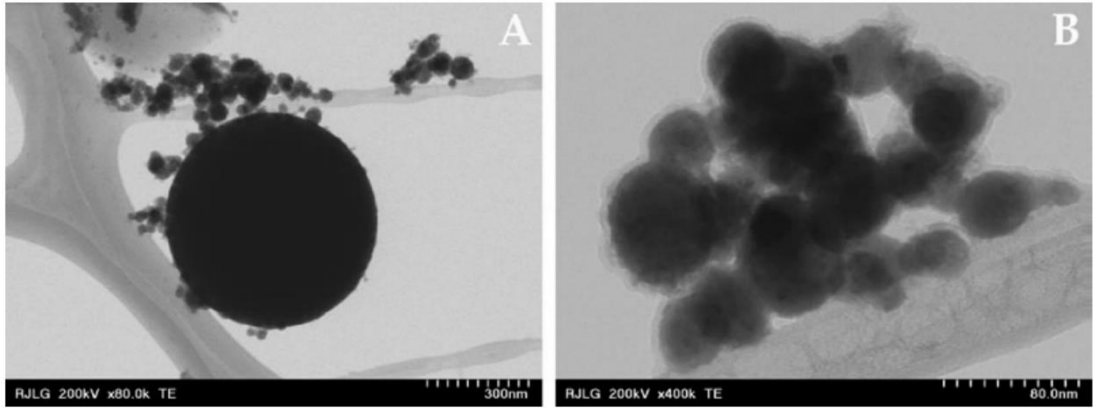


Şekil 2.3. Seramik bir substrat üzerinde doğrudan biriktirilen GSR katmanının BSE görüntüsü.(Schwoeble vd., 2011)

GSR parçacıkları yüzeyinde daha küçük parçacıkları da yer alabilmektedir. Yüzeyinde küçük parçacıklar bulunan tipik bir GSR parçacığının ikincil elektron görüntüsü Şekil 2.4’de yer almaktadır. Şekil 2.5’de yer alan 200 nm’lik büyük parçacık standart GSR parçacığı olarak tanımlandı, ancak daha küçük parçacıkların Pb açısından zengin olduğu bulundu (Schwoeble vd., 2011)



Şekil 2.4. Yüzeyinde küçük parçacıklar bulunan tipik bir GSR parçacığının ikincil elektron görüntüsü (Schwoeble vd., 2011)



Şekil 2.5. Bir GSR parçacığının ve karbon grid üzerinde dağılmış daha küçük parçacıkların parlak alanlı STEM (BF-STEM) görüntüleri(Schwoeble vd., 2011)

2.4. Çevresel ve Mesleki Kaynaklı GSR Benzeri Parçacıklar

GSR sonuçlarının yorumlanması, GSR'nin kontaminasyonu, dağıtımı ve transferiyle ilgili konuları da içerecek şekilde değerlendirilir. Literatürde GSR benzeri parçacıkların gizli kaynakları ile ilgili potansiyel problemler bildirilmiştir. Örneğin, çevresel ve mesleki kaynaklardan gelen parçacıkların GSR'ye benzer kimyasal ve morfolojik özellikler sergiledikleri vurgulanmıştır. Bu bulgular, örneklerin yorumlanması bağlamında önemlidir. Kalıntı örneklerinin hem inorganik hem de organik bileşimlerinin yanı sıra morfolojik değerlendirmelerin analizi, mümkün olan her yerde GSR analizi için daha ideal bir yaklaşım olarak kabul edilir.

2.5. GSR Analizi

Suç mahallinde ateşli silahlarla ilgili bileşenler ve toplanan deliller, “adli tıp uzmanlarına ölümün şekli hakkında bilgi sağlar. Ateşli silah kalıntısı (GSR) analizi olayın nasıl, kaza mı, meşru müdafaa mı, intihar mı olduğu gibi bilgiler sağlar. Olay yeri incelemesinde, ateşli silahların karıştığı vakaların büyük çoğunluğunda mermi, kovan, mermi parçaları ve ateşli silah atış artıklarından elde edilen deliller toplanır. Bu kanıtlar, değerli soruşturma bilgileri sağlamak için adli tıp laboratuvarlarında analiz edilir: potansiyel bir tetikçiyi belirlemek, atış mesafelerini belirlemek veya diğerlerinin yanı sıra potansiyel bir cinayet, intihar veya kazara ateş etme arasında bir fark yaratmak. Bu kanıtların yüksek bir yüzdesi GSR ile ilgilidir (Stoney ve Stoney, 2015).

Bir kartuş ateşlendiğinde, ateşli silahın yanı sıra merminin kendisinden de çok sayıda malzeme fırlatılır. GSR, fişek fişeğinden çıkan yanmış ve yanmamış parçacıklardan, fişek itici gazından (barut), mermi kovanından çıkan küçük parçalardan, merminin yüzeyinden ve ateşli silahlarda kullanılan yağlayıcılardan oluşur. Bu nedenle inorganik ve organik bileşenler bulabiliriz (Saverio Romolo ve Margot, 2001).

Anorganik atış artıklarının (IGSR) elemental bileşimi, atomik absorpsiyon spektroskopisi (AAS) (Yüksel vd., 2016), kütle spektrometresi (ICP-MS) (Boracchi vd., 2018) veya optik emisyon spektroskopisi (OES) (Vanini vd., 2015) kullanılarak, lazer iletilen bölünme spektrosu (LIBS) (Pyl vd., 2019; Trejos vd., 2018), lazer ablasyonu iletkenle eşleştirilmiş plazma kütleli spektrometri (LA-ICPMS) (Vander Pyl vd., 2021) ve X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) ile incelenmiştir (Yüksel vd., 2023).

Organik kalıntılar (OGSR) barut, patlayıcılar (nitrogliserin ve/veya nitroselüloz) ve katkı maddelerinden (grafit, difenilamin vb.) kaynaklanmaktadır. Ayrıca, eş zamanlı olarak, astarın bileşimine (Kurşun stifnat, Baryum nitrat ve Antimon sülfür) göre ve itici yükün gazlar ve ısı ile birleşerek yanmasından farklı inorganik parçacıklar (IGSR) üretilir. Bu çeşitli kombinasyon arasında karakteristik, tutarlı ve yaygın olarak barut kalıntısı ile ilişkili parçacıklar bulunabilir (ASTM, 2020).

Organik atış artıklarının (OGSR) kimyasal bileşimi, MS ve titreşim spektroskopik yöntemlerle donatılmış sıvı kromatografisi (LC) kullanılarak

belirlenebilir (Álvarez ve Yáñez, 2020; Bell ve Feeney, 2019; Bonnar vd., 2020; Doty ve Lednev, 2018). Şimdiki ASTM 1588-20 standartında önerilen tarama elektron mikroskopi/enerji dağılımı X-ray spektroskopisi (SEM-EDS) morfolojisi, elemental içeriği ve bireysel GSR parçacıklarının boyutlarını ölçme için mevcut altın standarttır.

Karakteristik parçacıkların ortalama boyutu 0,5 ila 10 mikron arasındadır (ASTM, 2020; Brožek-Mucha, 2011). Enerji dağılımlı X-ışını mikroanalizine (SEM/EDS) bağlı taramalı elektron mikroskobu, numuneler üzerinde inorganik GSR'nin tanımlanması için tercih edilen yöntemdir. Bu teknik, klasik bileşimli primerlerden kaynaklanan Kurşun, Baryum ve Antimon gibi ağır metaller içeren küçük partiküllerin (0,5 mm'ye kadar) tespiti için çok uygundur. Ayrıca, GSR'nin karakteristiği olarak kabul edilen Kurşun, Baryum ve Antimondan oluşan bireysel partiküllerin morfolojisi ve kimyasal bileşimi arasındaki korelasyonun belirlenmesine olanak tanır. Ancak atomik absorpsiyon spektrometrisi veya optik emisyon spektrometrisi gibi spektrometrik teknikler, partiküllerin morfolojik bilgisinin olmamasına rağmen, yüksek hassasiyetleri, hızları ve kullanım kolaylıkları nedeniyle bazı adli laboratuvarlarda hala kullanılmaktadır (Salles vd., 2012).

Brožek-Mucha (2011) ateş eden kişinin ellerinden, yüzünden, saçından ve kıyafetlerinden eş zamanlı olarak toplanan atış artıklarının kalıcılığını incelediği çalışmada dokuz zaman aralığında beş atıcıdan, Luger 9 mm tabanca ile tek atıştan sonra 0-4 saat aralığında numuneler almış ve taramalı elektron mikroskobu ve enerji dağılımlı X-ışını spektrometresi ile incelemiştir. Parçacık sayıları, parçacıkların belirli bileşimlerinin meydana gelme sıklıkları ve zaman aralıklarının fonksiyonu olarak büyüklükleri incelendiğinde en fazla sayıda parçacık, atıştan hemen sonra ellerden alınan örneklerde gözlemlendi, ancak zamanla hızla azaldığı gözlemlendi. Yüzden toplanan örneklerde başlangıçta daha az sayıda parçacık bulundu, ancak bunlar benzer bir seviyede daha uzun sürdü. Parçacıkların tahmini yarı ömür süreleri elden alınan numuneler için 1 saatten az, giysiler için 1 saatten fazla ve yüz için yaklaşık 2-3 saattir. Atıştan sonra daha uzun aralıklarla toplanan numunelerde, küçük boyutlarda ve düzensiz şekillerde parçacıklar mevcuttu. Sonuçlar, şüphelinin soruşturulan olaydan hemen sonra yakalanmadığı durumlarda, şüphelinin yüzünden ve saçından toplanan kanıtların dâhil edilmesinin GSR'nin tespit edilme olasılığını artırabileceğini göstermektedir (Brožek-Mucha, 2011).

Brożek-Mucha (2007) çalışmasında atıcının ellerinden ve atış deneyinde kullanılan aynı fişğin içinden toplanan barut artığının özelliklerinin karşılaştırmalı bir çalışması yapıldı. Üç tip popüler Luger 9 mm mühimmat, farklı fünye türlerine dayalı primer karışımlarıyla seçildi: cıva fulminat, kurşun stifnat veya kurşun azid ve bir organik, örn. diazodinitrofenol. Bakır ve kalay kaplı mermilerle kurşunsuz mühimmatın iki modifikasyonu kullanıldı. GSR numuneleri, taramalı elektron mikroskobu ve enerji dağılımlı X-ışını spektrometrisi aracılığıyla incelenmiştir. Ateş eden kişinin ellerinden ve uygun kovandan temin edilen GSR'nin kimyasal bileşimi ve morfolojisinde hem benzerlikler hem de farklılıklar gözlemlendi. Kapsülden kaynaklanan karakteristik ateşli silah parçacıklarının kimyasal bileşimi, mermi kovanının diğer parçalarının, özellikle merminin çekirdeği ve kılıfının kimyasal bileşiminden etkilenebilir. Bu nedenle, GSR'deki kimyasal elementlerin dağılımı, büyük ölçüde, mermi kovanının altına yerleştirilmiş ateşleme kabında başlayan, kovan boyunca hareket eden ve mermi namlu ağzından ayrıldığında biten reaksiyon yolunun yönüne büyük ölçüde bağlıdır. Havadaki kalıntıların adli amaçlarla kovandan alınanlarla güvenilir bir şekilde karşılaştırılması, kontrollü koşullar altında gerçekleştirilen laboratuvar deneylerine dayalı bir miktar deneyim gerektirir (Brożek-Mucha, 2007).

Salles vd. (2012) tarafından yapılan çalışmada Ateşli silah kalıntılarının elektrokimyasal kurşun analizleri, klorür iyonlarının mevcudiyetinde çıplak altın mikroelettrotlu asidik bir çözelti kullanılarak yapıldı. Dört farklı silahtan (0,38 inç tabanca, 12 kalibrelik pompalı av tüfeği, 0,38 tekrarlayan tüfek ve 0,22 kalibrelik yarı otomatik tüfek) ve altı farklı mühimmat türünden (CleanRange®, normal, yarı ceketli, özel 24g®) GSR'ler , 3T®, CBC® ve Eley®) analiz edildi. Önerilen metodoloji ile elde edilen sonuçlar, atomik absorpsiyon spektrometrisi analizinden elde edilen sonuçlarla karşılaştırıldı ve eşleştirilmiş Student t-testi, %95 güven düzeyinde aralarında önemli bir fark olmadığını gösterdi (Salles vd., 2012).

Kara (2008) tarafından yapılan çalışmada farklı mühimmat türleri kullanılarak bir silah namlusundan toplanan atış artıklarını kantitatif olarak analiz edildi. Banyoda atış sonrası namlu sallanarak numuneler toplandı ve grafit fırın atomik absorpsiyon spektrometresi (GFAAS) yöntemi kullanılarak element analizi yapıldı. Sarsılmaz Mega 2000 Kılınç marka tabanca ve 9 mm Parabellum tipi Libra, Winchester, Fiocchi marka mühimmat kullanılarak, atış sayısına bağlı olarak silah namlusunda biriken

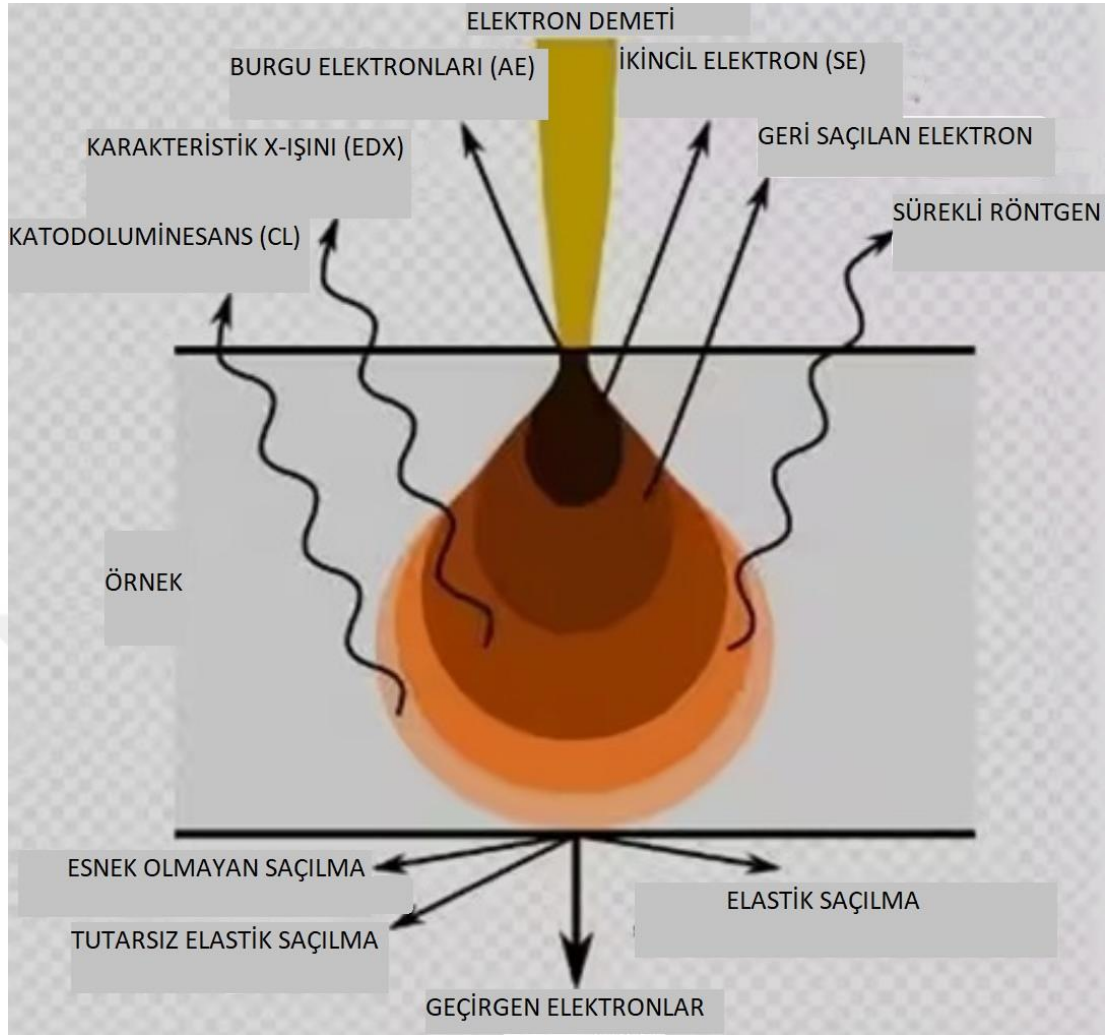
antimon, baryum ve kurşun element miktarlarının GFAAS yöntemi ile kantitatif analizi yapılmıştır. Mühimmat türlerine göre, atışlar sonrasında namluda kalan atış artıklarının kantitatif analizi yapılmış ve mühimmat türlerine göre atış sayılarının belirlenmesi için bir yöntem önerilmiştir. Atış sayısına bağlı olarak namlu içinde biriken antimon, baryum ve kurşun konsantrasyonu onuncu atışa kadar lineer artma eğilimi gösterdiği, onuncu atıştan sonra atış sayısı artsada namlu içinde biriken antimon, baryum ve kurşun konsantrasyonu doyuma ulaştığı ve sabitlendiği bildirildi (İ. Kara, 2018).

2.6. Ateşli Silahların Kalıntı Analizinde Kullanılan Cihazlar

Ateşli silahların analizinde taramalı elektron mikroskobu (SEM), atomik absorpsiyon spektroskopisi (AAS) ve endüktif olarak eşleştirilmiş plazma spektroskopisi (ICP) yaygın olarak kullanılmaktadır.

2.6.1. Taramalı Elektron Mikroskobu

Elektron Mikroskobunda elektron tabancasından çıkan elektron demeti analizi yapılacak olan numuneye çarptığında atomlarının elektronları ile çarpışır ve elektron madde ile etkileşir, Şekil 2.6. Etkileşim sonucunda elde edilen sinyaller kullanılarak farklı analizler yapılır. Elektron-numune etkileşimi ile elde edilen sinyaller kullanılarak farklı analizler yapılır (Thermofisher, 2023).



Şekil 2.6. Elektron-numune etkileşimi (Thermofisher, 2023)

Elektron mikroskobu, geçirgen elektron mikroskobu (TEM) ve SEM olarak iki temel gruba ayrılmaktadır. SEM ve TEM arasındaki temel fark, SEM'in yansıyan veya koparılan elektronları tespit ederek bir görüntü oluşturması, TEM'in ise bir görüntü oluşturmak için numunenin içinden geçen elektronları kullanmasıdır. TEM adından da anlaşılacağı gibi, elektronlar analizi yapılacak numuneden geçer ve maddenin iç yapısı hakkında bilgi verir. SEM'de ise, tipik olarak iki tip elektron tespit edilir: geri saçılan elektronlar (BSE'ler) ve ikincil elektronlar (SE'ler). Yaygın olarak ikincil elektron ile morfoloji ve geri yansımali elektron ile belirlenir (Ma vd., 2006; Thermofisher, 2023).

SEM Bir numunenin yüzeyi üzerinde enerjik bir elektron ışını tarayarak görüntüler üreten bir mikroskoptur (Wells, 2001). GSR analizi için yaygın olarak kullanılan cihaz Şekil 2.7'de görülmektedir.

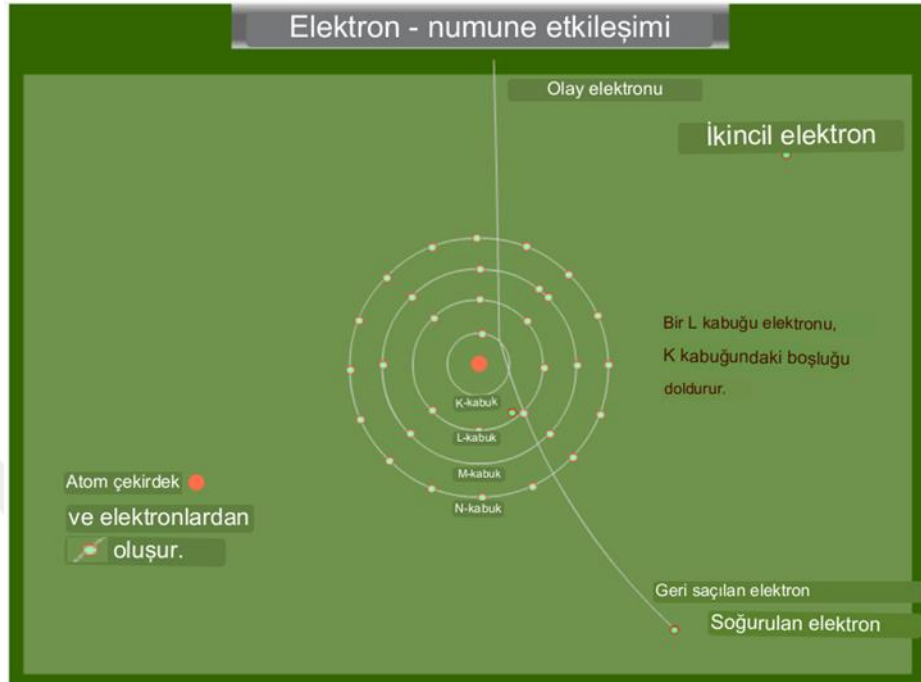


Şekil 2.7. GSR analizi için kullanılan taramalı elektron mikroskobu

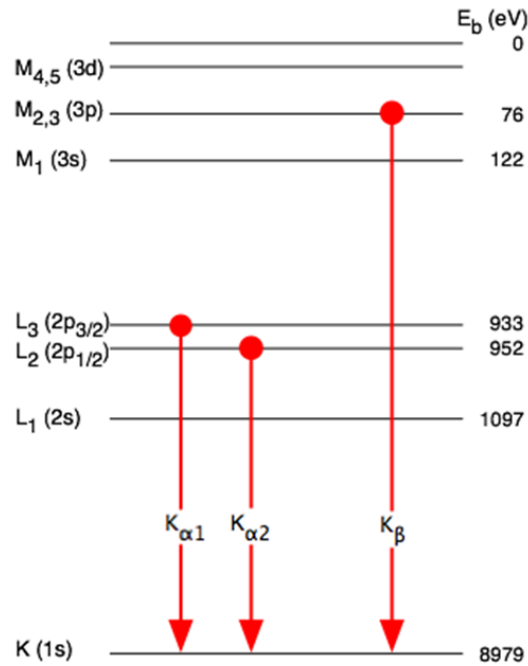
Numune elektron ile etkileştiğinde yörüngedeki elektronlara çarparak onları yörüngeden uzaklaştırır. Şekil 2.8’de görüldüğü gibi gelen elektron K yörüngesinde bir elektrona çarpmış ve elektron boşluğu oluşturmuştur. Bu sırada kopan elektrondan dolayı SE ve gelen (birincil) elektronların elastik saçılmasıyla yayılan geri saçılan (yansıyan) elektronlardan BSE oluşur (Jeol, 2023). L seviyesinden bir elektron K seviyesine geçer iken atoma özgü karakteristik X-Işını oluşturur. Bu ışına K_{α} adı verilir. Aynı şekilde L tabakası da bir üstteki tabakadan elektron ile doldurulur ve L_{α} X-Işını oluşur.

Geri saçılan bir elektron görüntüsü, bir numunedeki bileşim farkını (ortalama atom numarasındaki fark) ortaya çıkarır. Çözünürlüğü, ikincil elektron görüntüsüne kıyasla düşüktür. İkincil elektron görüntüsünde görünen kenar kontrastı oluşmaz. Geri saçılan elektron görüntüsü, numune yüzeyindeki elektrik yükünden ikincil elektron görüntüsüne göre daha az etkilenir çünkü geri saçılan elektronlar yüksek enerjiye sahiptir.

Karakteristik X-ışını, boşluğun meydana geldiği kabuğa ve bu boşluğu doldurmak için bir elektronun geldiği kabuğa göre adlandırılır. Şekil 2.9'da $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$ ve K_{β} oluşumu gösterilmektedir (Uo vd., 2014).



Şekil 2.8.Elektron-örnek etkileşimi



Şekil 2.9. Atomda enerji düzeyleri

2.6.2. Atomik Absorbsiyon Spektroskopisi

Spektroskopik teknik, spesifik elektromanyetik radyasyon ve GSR numunesi arasındaki etkileşimle ilgilenir. Bu teknik, konsantrasyonu tahmin eder ve GSR örneğinin temel bileşimi (örneğin, Pb, Ba ve Sb) hakkında bilgi verir (Abedi vd., 2021). Atomik absorpsiyon spektrometrisi (AAS), eser elementlerin analizi için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Ateşlenen ateşli silahların GSR'sinin morfolojik ve temel özellikleri analiz edilemez. Atışların patlamasına atfedilebilen ürün kalıntılarının analizi, söz konusu kişinin o ateşli silahla ateş edip etmediğini belirlemek için büyük önem taşımaktadır. Bu parçacıkların tümü ayrıca bol miktarda veya eser miktarda alüminyum, kalsiyum, kükürt ve silikon gibi elementler içerebilir; eser miktarda klor, bakır, demir, potasyum ve çinko ile eser miktarda magnezyum, sodyum ve fosfor (I. Kara ve Yalçinkaya, 2017)

2.6.3. Endüktif Olarak Eşleştirilmiş Plazma Spektroskopisi (ICP)

Endüktif olarak birleştirilmiş plazma kütle spektroskopisi (ICP-MS), metaller ve 7-250 arasında atomik kütleye sahip ametaller dâhil olmak üzere numunelerin elementel bileşimini belirlemek ve ölçmek için hassas bir analitik tekniktir. ICP-MS, atomik absorpsiyon spektroskopisinden (AAS) daha hassastır, aynı anda birden fazla analitin nicelleştirilmesi için daha fazla esnekliğe, daha yüksek iş hacmine sahiptir ve daha küçük hacimli numuneleri barındırır. ICP-MS algılama limitleri genellikle birçok element için trilyon başına parça (ppt) veya hatta katrilyon başına parça (ppq) aralığındadır. Eş-kirleticiler veya plazma etkileşimleri girişim etkilerine yol açarsa, ölçümün hassasiyeti azalabilir (Ammann, 2007).



Şekil 2.10. Endüktif olarak eşleştirilmiş plazma spektroskopisi

3. KULLANILAN ARAÇ VE GEREÇLER

3.1. Atış Alanı

Atışlar Samsun kriminal bölge müdürlüğünde yapıldı.

3.2. Kullanılan Silah ve Mermiler

Atışlar yakın mesafe olarak yapıldı. Tabanca atışlarında 7,65 mm mühimmatlar için (OZK-7,65, GECO-7,65 ve MKE-7,65) Beretta 70 model ve 9,19 mm mühimmatlar için (MKE-9P, OZK-9mm-2 ve YVX9P-16) Sarsılmaz Sar 9 mete kullanıldı. Uzun namlulu atışlar ise (FIOCCHI-12-ITALY, NOBEL-12-SPORT ve GFS-12) Gold Astro yarı otomatik av tüfeği kullanılarak yapıldı. Atış öncesi ve sonrası silah bakım ve temizliği yapıldı Namlu dış kısmı, icra yayı ve mili temizleme fırçası ile hafif bir şekilde ETS-967 silah yağı ile yağlandı. Silahın tüm parçaları kuru ve temiz bir bez ile temizlendi.

Numune kodları, kullanılan mühimmatlar ve atış şekli Tablo 3.1’de yer almaktadır.

Tablo 3.1 Örnekler ve kodları

Numune Kodu	Mermi	Atış şekli
OZK765Ç	OZK-7,65	Çekirdekli atış
OZK765K	OZK-7,65	Kapsül atışı
GECO765Ç	GECO-7,65	Çekirdekli atış
GECO765K	GECO-7,65	Kapsül atışı
MKE765Ç	MKE-7,65	Çekirdekli atış
MKE765K	MKE-7,65	Kapsül atışı
MKE9PÇ	MKE-9P	Çekirdekli atış
MKE9PK	MKE-9P	Kapsül atışı
OZK9Ç	OZK-9mm-21	Çekirdekli atış
OZK9K	OZK-9mm-21	Kapsül atışı
YVX9PÇ	YAVEX 9P-16	Çekirdekli atış
YVX9PK	YAVEX 9P-16	Kapsül atışı
FIO12D	FIOCCHI-12-ITALY	Dolu atış
FIO12K	FIOCCHI-12-ITALY	Kapsül atışı
NOB12D	NOBEL-12-SPORT	Dolu atış
NOM12K	NOBEL-12-SPORT	Kapsül atışı
GFS12D	GFS-12	Dolu atış
GFS12K	GFS-12	Kapsül atışı

3.3. Taramalı Elektron Mikroskobu

SEM çalışmalarında JEOL JSM-7001F taramalı elektron mikroskobu kullanıldı. Geri saçılan Elektron Görüntüleri (BSE), GSR parçacıklarının SEM'de yerinin bulunmasını kolaylaştırdı. Tarama ile parlak partiküller belirlendikten sonra, elementel analiz EDS ile gerçekleştirildi. Fe, Cu, Zn, Ni, S, K, Al, Si gibi parlak görüntüler veren GSR olmayan yüksek atom numaralı elementler de EDS analizi ile ortaya konuldu. Belirlenen her bir GSR parçacığının SE görüntüleri alınarak küresel şekilleri gözlemlendi ve fotoğrafları çekildi. GSR parçacıklarının EDS spektrumları elde edildi.

BSE dedektörleri genellikle bir SEM cihazına entegre edilir. Bunlar tipik olarak gelen ışına göre saçılma geometrisine bağlı olarak numune odasındaki numunenin üzerine yerleştirilir. Daha büyük atomların (atom numarası daha büyük olan Z), daha büyük kesit alanlarından dolayı elastik bir çarpışma üretme olasılıkları daha yüksektir. Sonuç olarak, bir BSE dedektörüne ulaşan geri saçılan elektronların sayısı, numunenin ortalama atom numarasıyla orantılıdır. Bu nedenle, "daha parlak" partikül yada alan numunedeki daha büyük ortalama atom numarası ile ilişkilidir ve "karanlık" alanlar daha düşük ortalama atom numarasına sahiptir.



Şekil 3.1. JEOL 7001F Taramalı elektron mikroskobu

3.4. EDS

JEOL 7001F SEM üzerinde OXFORD X-Max80 dedektörlü Advanced Aztec Energy EDS sistemi bulunmaktadır. 80 mm² aktif alana sahip olan dedektör kısa zaman içinde haritalama yapmaya ve hızlı analiz yapmaya imkân tanımaktadır.



Şekil 3.2.OXFORD X-Max80 dedektörlü

3.5. ICP-MS

İndüktif olarak eşleşmiş plazma kütle spektrometresi (ICP-MS), birçok örnekdeki eser seviyelerdeki elementleri ölçmek için kullanılabilen analitik bir tekniktir. Her ne kadar atomik absorpsiyon ve atomik emisyon gibi eski teknikler bazı laboratuvarlar tarafından hala kullanılıyor olsa da, özellikle son on yılda ICP-MS'e doğru yavaş bir geçiş olmuştur.

Sıvı numuneler ilk önce numune yerleştirme sisteminde nebulize edilir ve daha sonra argon plazmasına aktarılan ince bir aerosol oluşturulur. Yüksek sıcaklıktaki plazma, numuneyi atomize edip iyonize ederek iyonlar üretir ve bunlar daha sonra arayüz bölgesinden iyon optiği adı verilen bir dizi elektrostatik mercek içerisine çıkarılır. İyon optiği, iyon ışınını dört kutuplu kütle analizörüne odaklar ve yönlendirir. Kütle analizörü iyonları kütle-yük oranlarına (m/z) göre ayırır ve bu iyonlar dedektörde ölçülür.(Ammann, 2007; Wilschefski ve Baxter, 2019).

Çalışmalarda Pamukkale Üniversitesi ILTAM bünyesinde yer alan NexION 2000 B Perkin Elmer ICP-MS cihazı hizmet alımı yolu ile kullanıldı.



Şekil 3.3. NexION 2000 B Perkin Elmer ICP-MS

4. DENEYSEL SONUÇLAR

Bu çalışmada, farklı silah ve mühimmat ile çekirdekli ve sadece kapsül ile yapılan atışlarda atış artıklarında bulunan hedef elementlerin (kalsiyum, silisyum, antimon, baryum ve kurşun) konsantrasyon oranlarının değişimi SEM/EDS ve ICP-MS yöntemleri kullanılarak incelendi.

4.1. ICP-MS Sonuçları

Sadece kapsül atışları ICP-MS ile incelendi. Asetat kağıdına yapılan atış sonrasında 1 cm² alan kesilerek %5'lik HNO₃ çözeltisinde ultrasonik banyo kullanılarak çözünürleştirme yapılarak kütle taraması yapıldı. Kütle taraması sonuçları elde edilen şiddet verileri Tablo 4.1'de yer almaktadır. Her atış sonrası eşdeğer miktarda numune almak mümkün olmadığı için element oranlarına göre karşılaştırma yapılmaktadır.

MKE9PK kodlu MKE-9P kapsül atışı sonuçları diğer kapsüllerde yer almayan Li ve Mg elementinin varlığını ortaya koymaktadır. Ayrıca yüksek oranda Sr, Bi ve Ag elementi varlığı diğer markalardan farklılığı ortaya koymaktadır. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 1,5, 7,75 ve 5,15 bulundu.

OZK9K kodlu OZK-9mm-21 Kapsül atışı ICP-MS sonuçlarına göre 3 ppb Mg ve 174 ppb Al bulundu. Ca, Zn ve yüksek miktarda Fe elementi içermesi ise diğer kapsüllerden ayrılmaktadır. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 1,10, 35,52 ve 32,23 bulundu.

YVX9PK kodlu YAVEX 9P Kapsül atışı sonuçları S elementi miktarının nispeten yüksek olduğunu ortaya koydu. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 1,48, 18,05 ve 12,24 bulundu.

FIO12K kodlu FIOCCHI-12-ITALY Kapsül atışı sonuçlarında Ba, Pb ve Sb elementi harici elementlerin derişimleri oldukça düşük. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 2,78, 18,24 ve 6,54.

NOB12K kodlu NOBEL-12-SPORT Kapsül atışı sonuçlarında Cu elementi yer almamaktadır. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 1,78, 13,88 ve 7,25.

GFS12K kodlu GFS-12 Kapsül atışı sonuçlarına göre en yüksek oranda Al içermektedir. As miktarı kısmen yüksektir. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 5,22, 7,46 ve 1,42.

Tablo 4.1. Bazı kapsüllerin atış sonrası kütle taraması, ppb

Element/Numune	MKE9PK	OZK9K	YVX9PK	FIO12K	NOM12K	GFS12K
Ba	61,19	4334,38	1498,06	967,22	69,40	2260,51
Pb	40,70	3932,49	1016,62	347,12	38,78	433,45
Sb	7,90	122,99	83,71	53,77	5,35	303,70
Li	1,98					
Mg	309,94	3,33				
Al		174,40				1098,28
Si		0,01	0,01			
S	0,922		1,744	0,80	1,05	
Ca		11,63				
Cr	0,690	0,18				
Mn	1,71	0,83				0,13
Fe		75,58	9,44			
Co	0,74					0,06
Ni	1,03	0,82				0,62
Cu	5,96	0,55	1,17	1,55		4,84
Zn		53,30				
As		4,21	0,70	0,15		2,10
Br			0,31			
Ga	0,78					
Sr	1,44	0,54				
Zr	0,08	0,05	0,23	0,07	0,06	
Mo	0,18	0,47	0,32	0,26	0,45	0,17
Ag	2,29	0,07				
Cd	1,05					0,02
In	0,53					
Sn	0,15	0,57	0,21	0,69	0,01	0,84
Bi	13,12		0,75	0,49		0,04

4.1. SEM/EDS Sonuçları

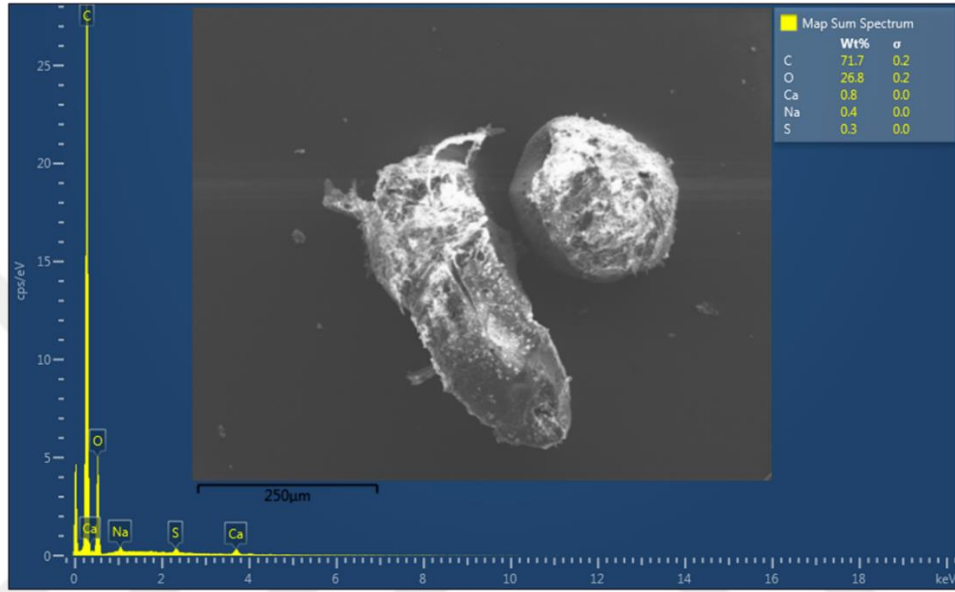
Temiz A4 kâğıt ve A4 asetat kâğıdı üzerine yakın mesafe atışları yapıldı ve üzerinde yapışkan iletken bant bulunan stub kullanılarak örnekler toplandı. Analizi yapılacak olan bölge SEM/BSE ile seçildikten sonra EDS ile element haritalandırması yapıldı ve parçacıkların kimyasal bileşimi analiz edildi.

BSE görüntüsünde kontrast ve parlaklık tüm partiküller görünecek şekilde ayarlandı. Bu nedenle GSR olmayan partiküllerde görüntüde yer almaktadır.

Numune analizi sırasında düzensiz küresel GSR parçacıkları yanı sıra GSR ile karakteristik olmayan GSR parçaları da tespit edildi. Kapsül atışları ile elde edilen GSR partiküllerinin çatlaklar ve yarıklar sergilediği görüldü.

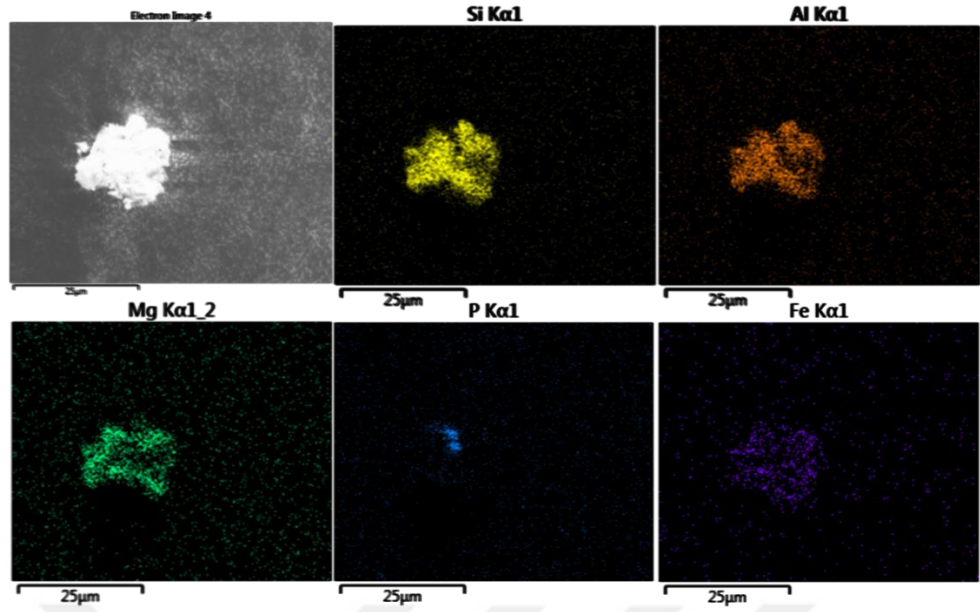
4.1.1. OZK765Ç Analizleri

OZK765Ç numunesinde daha ziyade karbon ve oksijen içeren partikülün az miktarda kalsiyum, sodyum ve kükürt elementleri de içerdiği görüldü. Şekil 4.1’de SEM/SE görüntüsü ile birlikte SEM/EDS spektrumu yer almaktadır. Benzer partikül sayısının oldukça fazla olması ve bazılarının görüntü olarak standart GSR parçacıklarına benzemesi ilgi çekicidir.

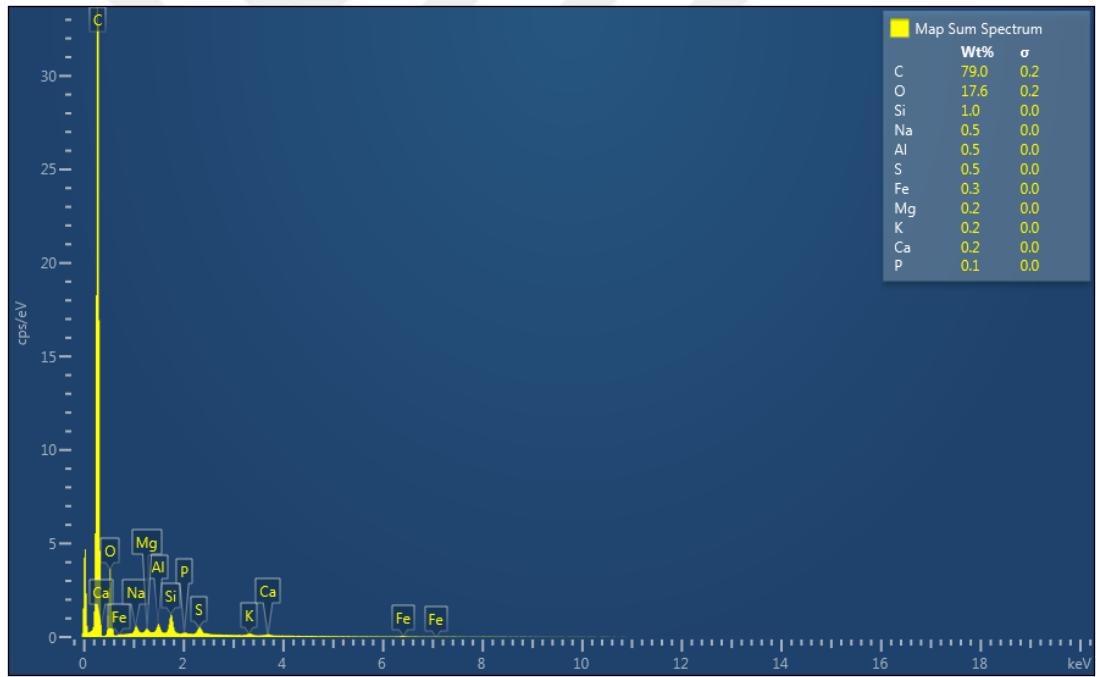


Şekil 4.1. OZK765Ç numunesi GSR olmayan parçacık

OZK765Ç numunesinde Si, Na, Al, S, Fe, Mg, K, Ca ve P elementleri içeren partikülün BSE görüntüsü ve element haritası Şekil 4.2’de yer almaktadır. BSE görüntüsüne göre düzensiz görüntüde olan parçacığın 20 µm boyutlarında olduğu görüldü. Şekil 4.3’de yer alan SEM/EDS sonuçlarına göre Si, Na, Al, S, Fe, Mg, K, Ca ve P elementlerinin kütlece %1 civarında olduğu bulundu. Partikülde daha ziyade karbon içeriği bulunmaktadır.

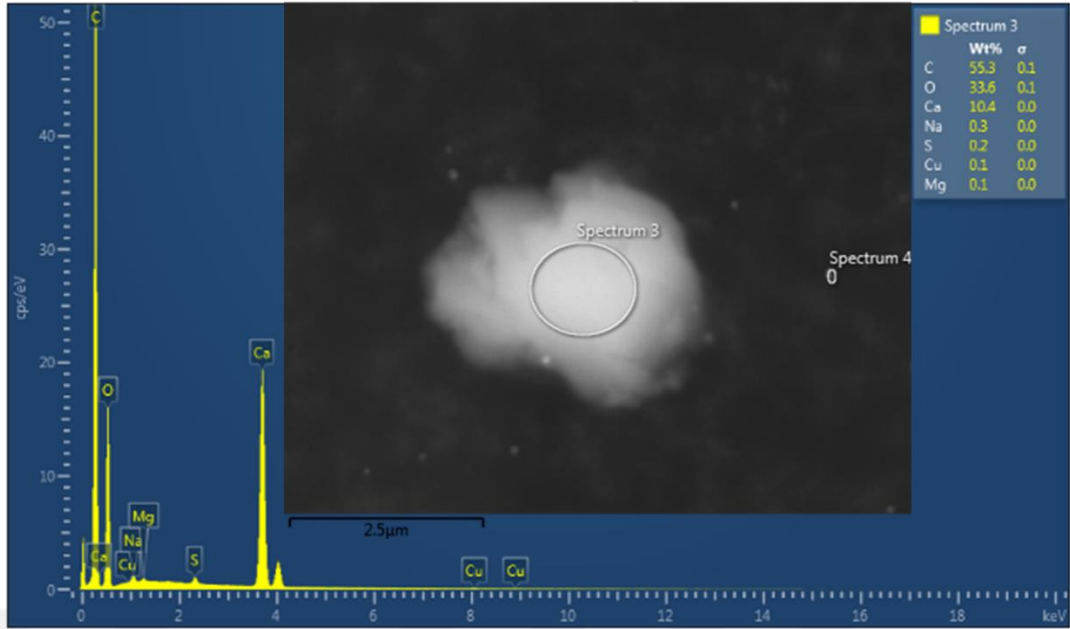


Şekil 4.2. OZK765Ç numunesinde Si, Na, Al, S, Fe, Mg, K, Ca ve P elementleri içeren partikülün BSE görüntüsü ve element haritası



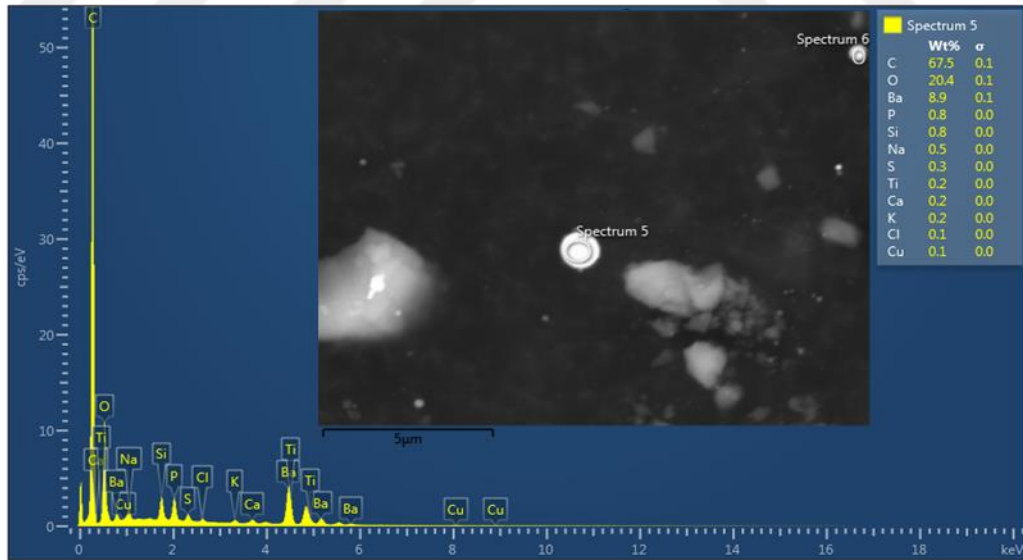
Şekil 4.3. OZK765Ç numunesinde Si, Na, Al, S, Fe, Mg, K, Ca ve P elementleri içeren partikülün EDS spektrumu

Şekil 4.4’de yer alan OZK765Ç numunesinde yüksek oranda Ca içeren parçacık yer almaktadır. Parçacığın tipik GSR partikülü olmadığı görülmektedir.

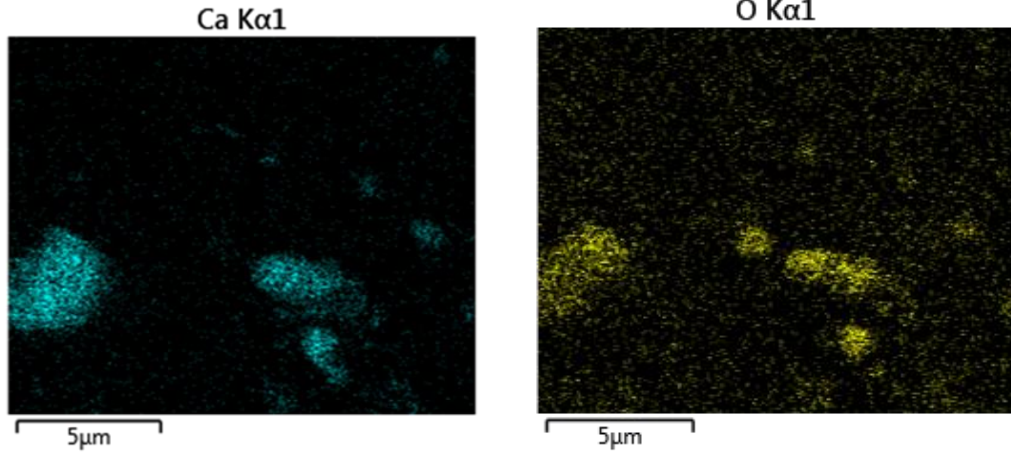


Şekil 4.4.OZK765Ç numesi Ca içeren partikülün BSE görüntüsü ve EDS spektrumu

Şekil 4.5’de BSE ve EDS görüntüsü yer alan OZK765Ç numunesi kütlece yaklaşık %9 oranında Ba içeren küresel GSR parçacığı bulunmaktadır. Küresel olmayan diğer parçacıkların element haritasına göre Ca içerdiği görülmektedir, Şekil 4.6.

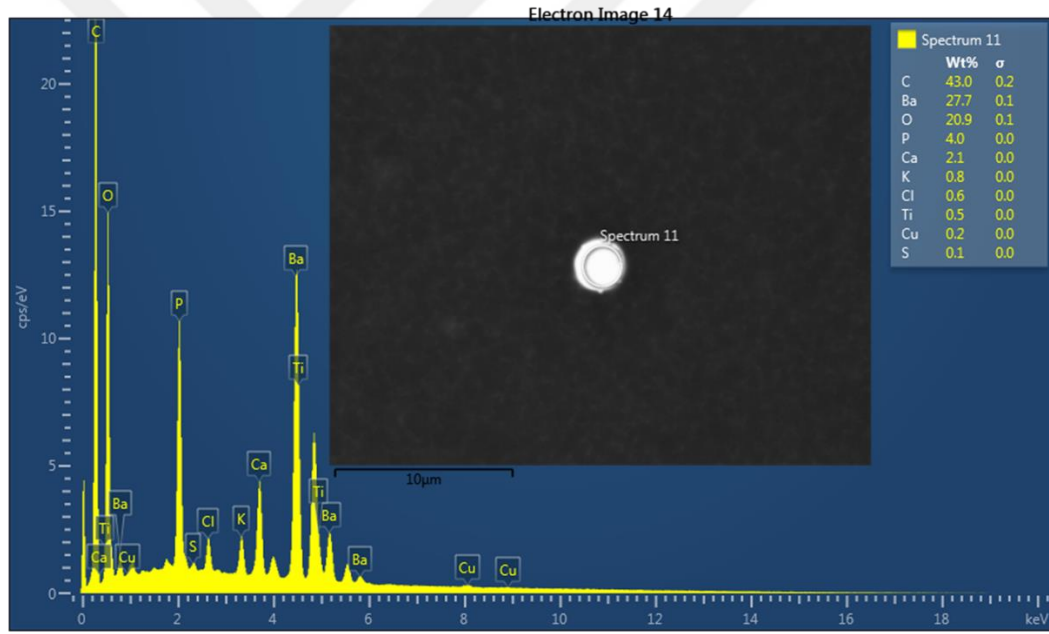


Şekil 4.5. OZK765Ç Numunesi Ba içeren partikül



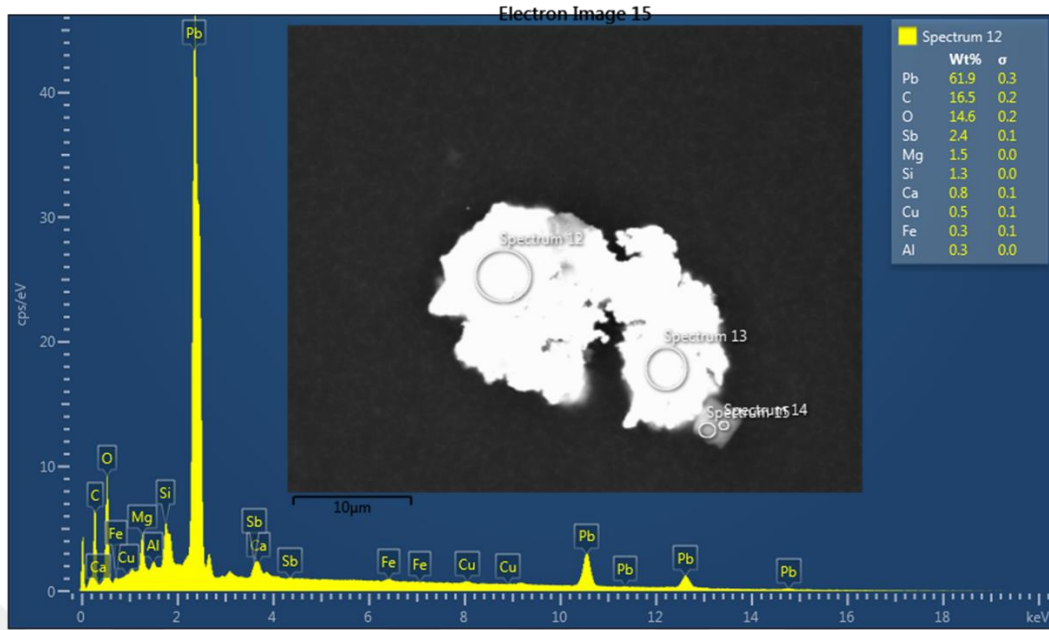
Şekil 4.6. OZK765Ç Numunesi Ca içeren partiküller

OZK765Ç numunesi Ba içeren başka bir partikülün Ba yanı sıra P ve Ca elementlerini de içerdiği görüldü.

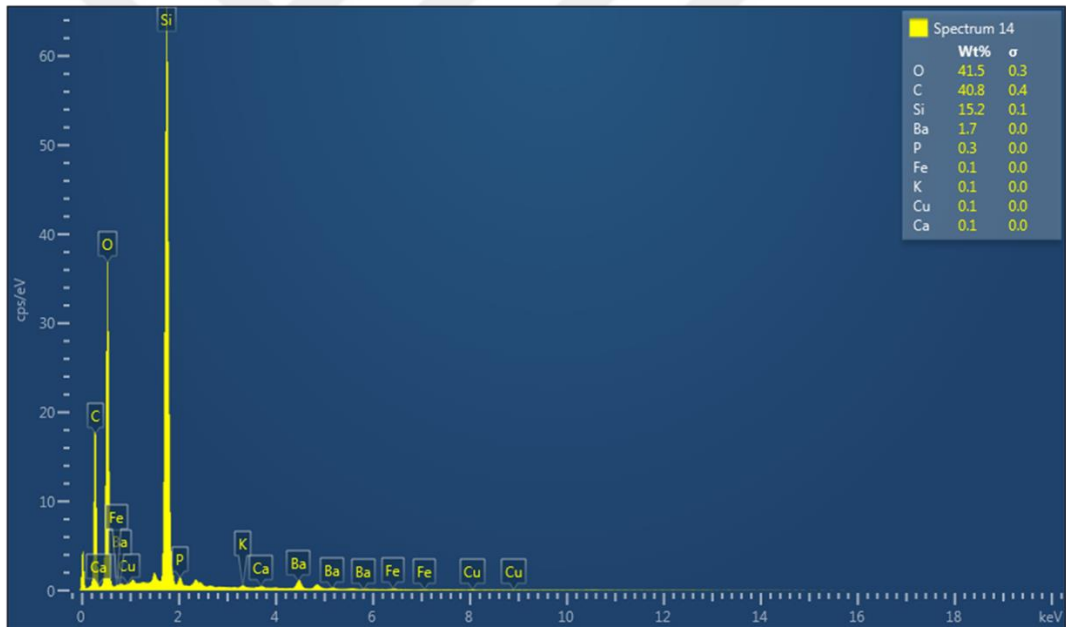


Şekil 4.7. OZK765Ç numunesi Ba yanı sıra P ve Ca elementlerini içeren partiküle ait BSE görüntüsü ve EDS spekturumu

OZK765Ç numunesi Pb içeren partikülün düzensiz ve büyük olduğu görüldü. 20 μm'den daha büyük olan partikülün düzensiz ve Pb yanı sıra Sb, Mg, Si, Ca, Cu, Fe, ve Al içerdiği görüldü, Şekil 4.8. Büyük partikülün sağ alt köşesinde yer alan daha gri partikülün analizinde ise Pb elementinin yer almadığı ancak Sb elementinin yanı sıra Mg, Si ve Ca içerdiği görüldü, Şekil 4.9.

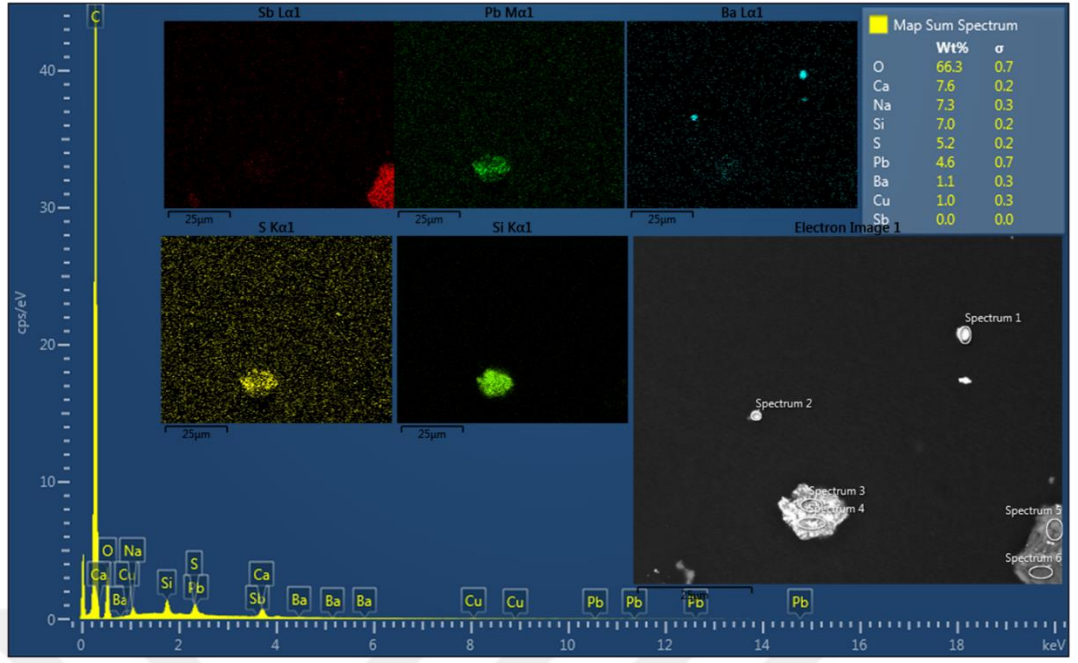


Şekil 4.8. OZK765Ç numunesi Pb içeren düzensiz partikül



Şekil 4.9. OZK765Ç numunesi spektrum 14 partikülü EDS spektrumu

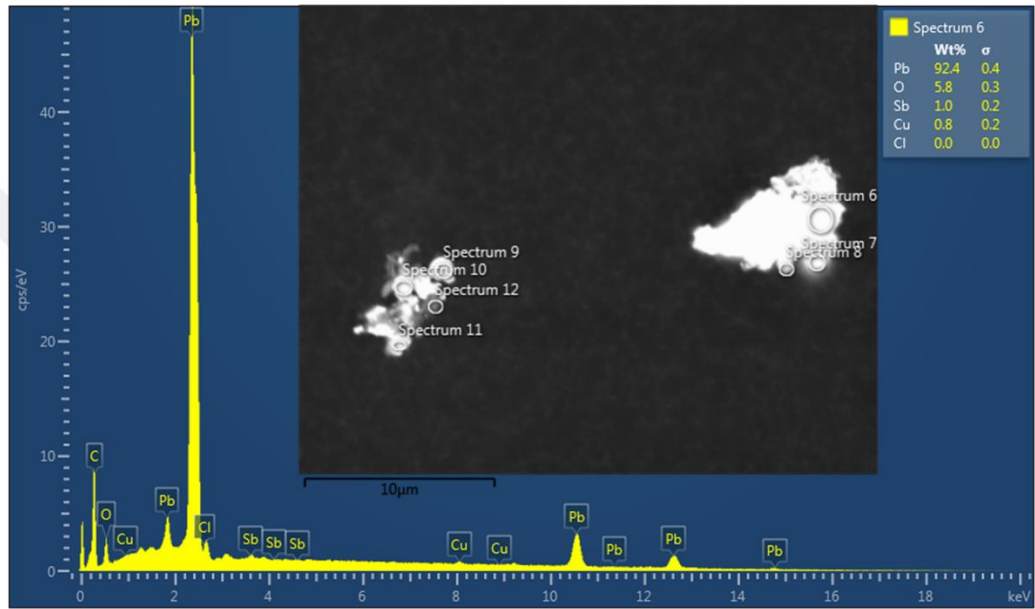
Bir alanda yapılan element haritalamasında Ba, Pb ve Sb içeren partiküller yer almaktadır. Şekil 4.10'da yer alan partiküllerin EDS analizinde spectrum 1 ve 2 olarak etiketlenen partiküllerin %50-60 oranında Ba, spectrum 3 ve 4 olarak etiketlenen partikülün ise yüksek oranda Pb ve Si, spectrum 5 ve 6 olarak etiketlenen büyük partikülün ise Ca içerdiği gözlemlendi.



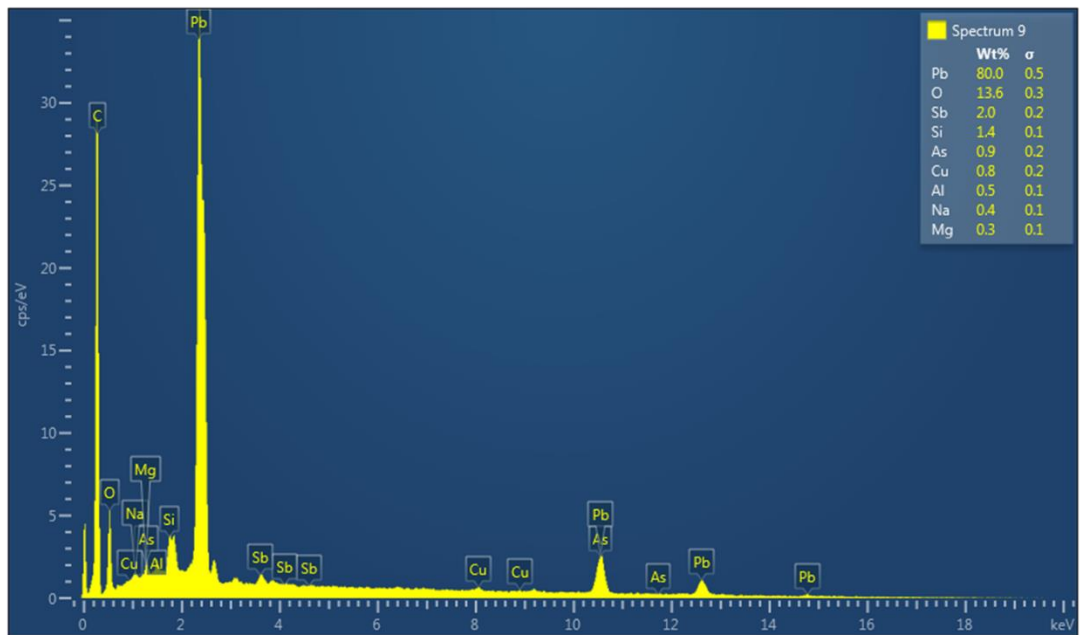
Şekil 4.10. OZK765Ç numunesi element haritası

4.1.2. OZK765K Analizleri

Mermi çekirdeğinin ve barutun çıkarılması sonrasında yapılan atışla sadece kapsülden kaynaklanan artıkların ortaya konulması için yapılan çalışmada düzensiz büyük atış artıkları elde edildi. OZK765K numunesine ait Pb içeren düzensiz partikül incelendiğinde Pb yanı sıra kütlece %1 oranında Sb ve %0,8 oranında Cu içerdiği görüldü, Şekil 4.11. BSE görüntüsünün sol tarafında yer alan partiküller analiz edildiğinde spektrum 9-12 verilerine göre Pb yanı sıra Sb ve Ca içerdikleri gözlemlendi.

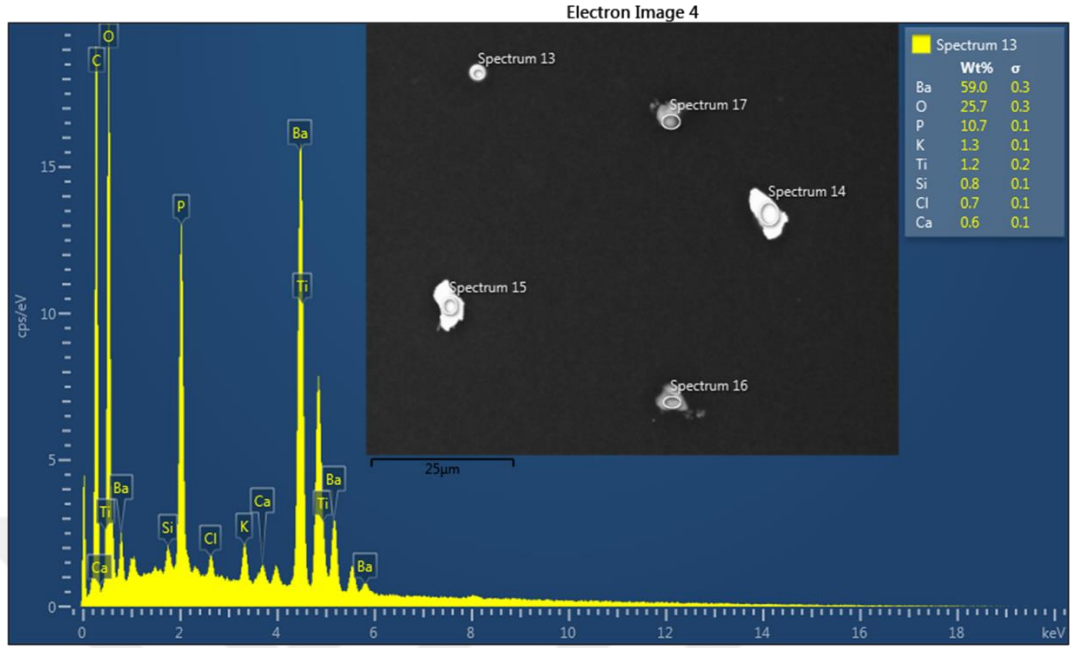


Şekil 4.11. OZK765K numunesine ait Pb içeren düzensiz partikül ve EDS spektrumu



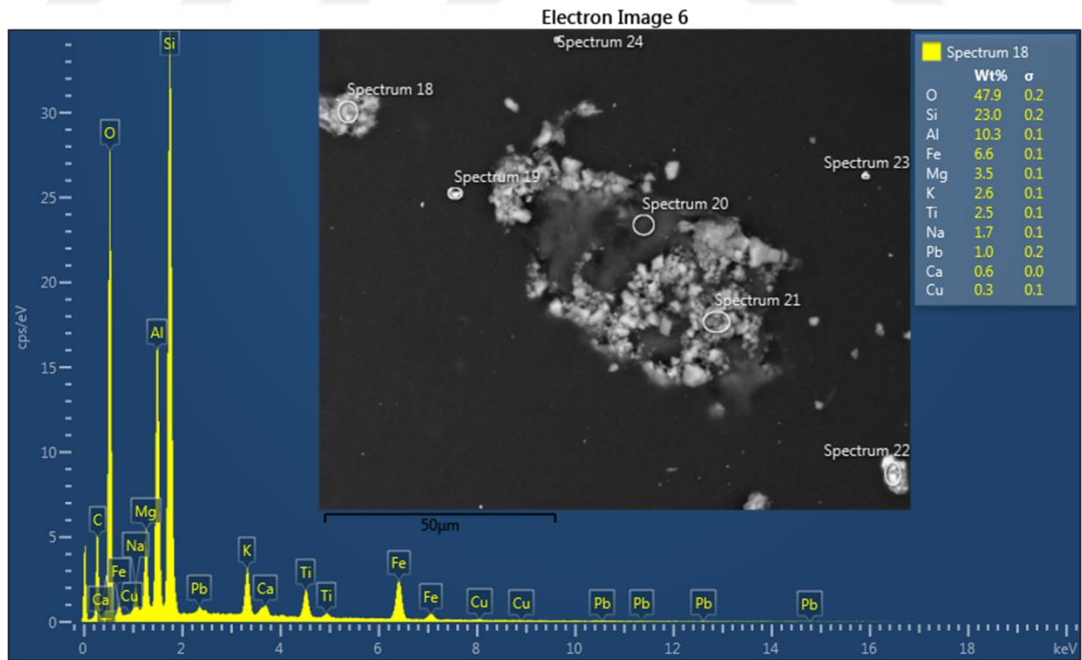
Şekil 4.12. OZK765K Numunesi spektrum 9 partikülü EDS spektrumu

Şekil 4.13’de Ba içeren partiküllerin küresel olduğu gözlemlendi.



Şekil 4.13. Ba ve P içeren OZK765K numunesi

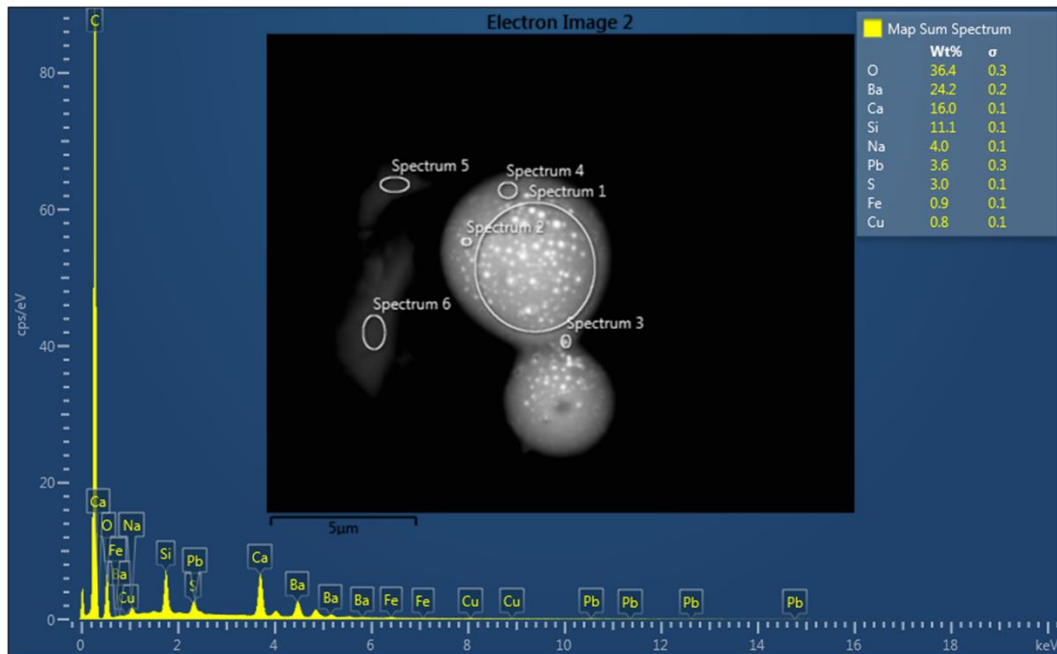
Düzensiz OZK765K partiküllerinin detaylı analizleri incelendiğinde Si ve Al yanı sıra Pb ve Ca elementini içerdiği gözlemlendi.



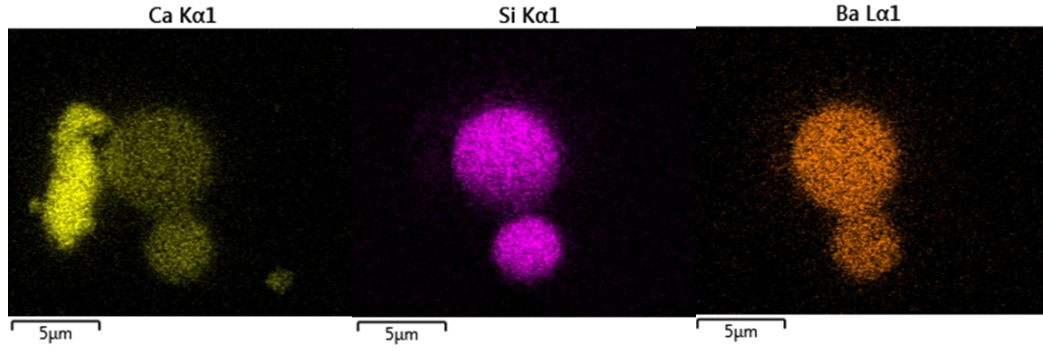
Şekil 4.14. Düzensiz OZK765K partikülleri

4.1.3. GECO765Ç Analizleri

Ba, Ca, Si, Na, Pb, S, Fe ve Cu içeren OZK765K partikülleri Şekil 4.15’de yer almaktadır. Tüm alanın analizinin yapıldığı haritaya ait EDS spektrumuna göre partiküllerde Sb yer almamaktadır. Şekil 4.16’de yer alan element haritasına göre parlak partikülün Ba oranının yüksek ve küresel olmayan parçacıkların ise Ca ve Si elementlerini içerdiği görülmektedir. 5 µm ve 3 µm çapında bölgelerden oluşan partikülde nanometre çapında çok parlak bölgeler yer almaktadır. Bu bölgelerin nm skalasında olmasından dolayı EDS ile analizi mümkün olmamaktadır. Genel olarak EDS ile 1 µm ve üzeri partiküllerin analizi yapılabilir. Ancak bir fikir vermesi açısından farklı bölgelerin analizi yapılarak element oranları karşılaştırıldı. BSE görüntülerinde atom numarası arttıkça parlaklık artmaktadır. Bu nedenle çok parlak bölgelerin çok fazla Pb içerdiği düşünülebilir. Tablo 4.2’de yer alan spektrum 1-4 incelendiğinde farklı bölgelerde Pb oranının %5 civarında olduğu ve Ba oranının spektrum 1 ve spektrum 3’de kütlece %40 üzerinde yer aldığı görülmektedir. BSE görüntüsünde ortalama atom numarasına göre parlaklık arttığı için partikül üzerinde yer alan parlak küçük alanların Pb olduğu söylenebilir. Ancak Pb element haritası çözünürlüğü yeterli olmadığı için nm boyuttaki parlak bölgelerin Pb içerip içermediği belirsizdir. Spectrum 1-4 olarak etiketlenen bölgelerin EDS spektrumuna göre de Pb miktarı çok farklı değildir, Tablo 4.2.

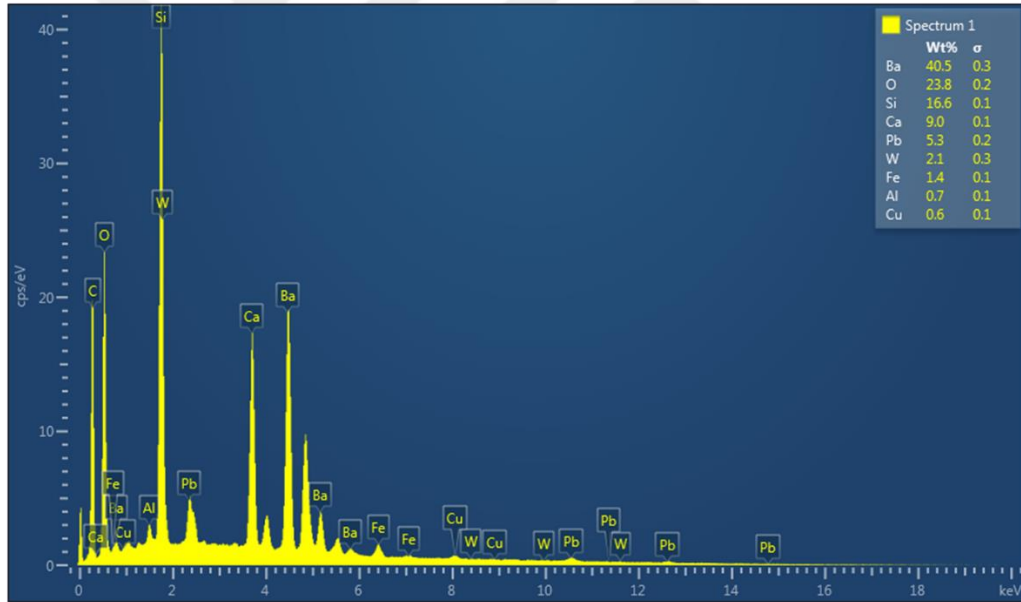


Şekil 4.15. Ba, Ca, Si, Na, Pb, S, Fe ve Cu içeren GECO765Ç partikülü



Şekil 4.16. GECO765Ç partikülleri Ca, Si ve Ba element haritaları

Parlak partikül üzerinde yapılan EDS alan analizi Spectrum 1 sonuçlarına göre %40 civarında Ba içeren partikülün kütlece %16 Si, %9 Ca, %5 Pb ve %1,7 Fe içerdiği görüldü. Partikülde Sb yer almamaktadır. ASTM standardına göre partikül uyumlu bir partiküldür (ASTM, 2020).

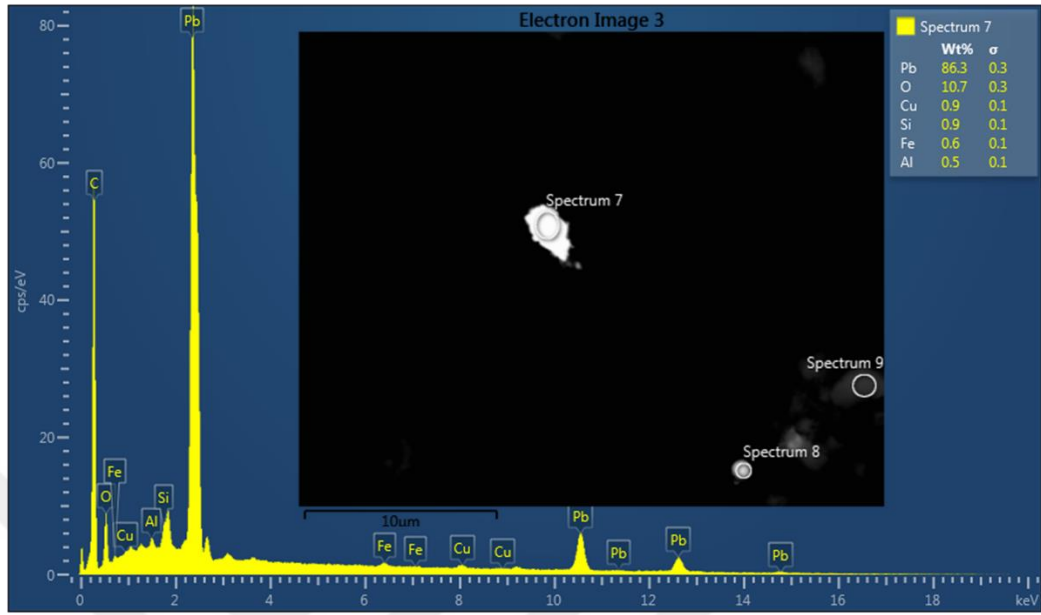


Şekil 4.17. GECO765Ç parlak partikülü EDS spektrumu

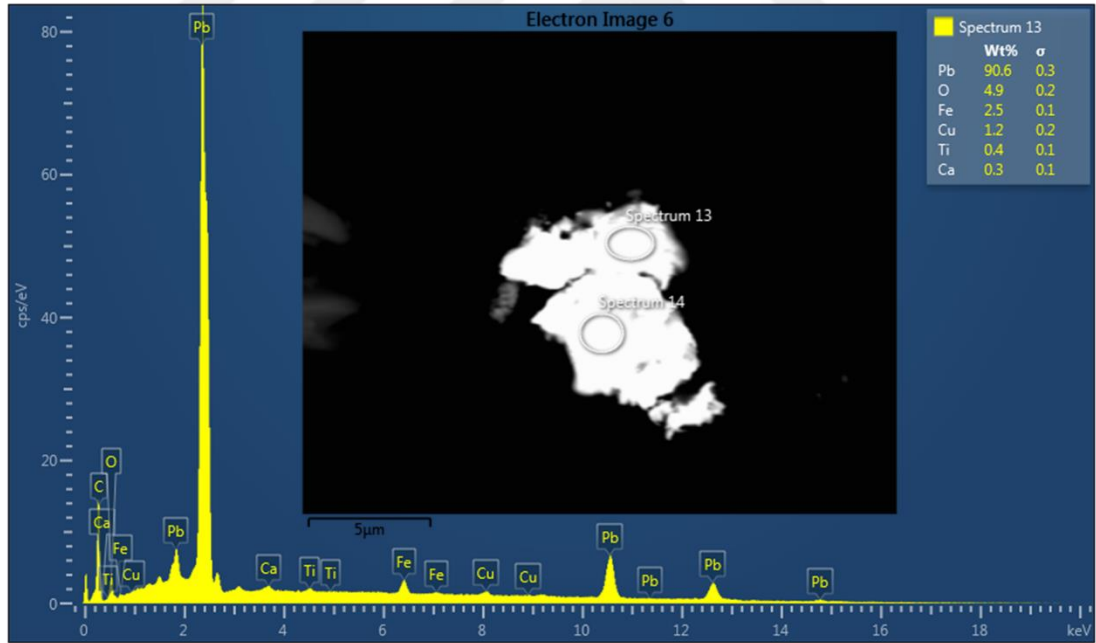
Daha koyu olan ve EDS sonuçları spektrum 5 ve 6'da yer alan partiküllerin yüksek oranda Ca elementi içerdiği ve Pb içermediği gözlemlendi. Ancak daha koyu olan partiküllerden biri çok az miktarda Ba içermektedir.

Düzensiz partiküllerin yer aldığı Şekil 4.18, Şekil 4.19 ve Şekil 4.20'de EDS analizleri düzensiz partiküllerin Pb olduğunu göstermektedir. Şekil 4.18'de yer alan BSE resminde spectrum 8 olarak etiketlenen partikülün EDS spektrumu

incelendiğinde partikül %49,74 Cu %19,03 Ni ve %7,86 Zn yanı sıra %1,70 Ba ve %3,73 Pb içermektedir.



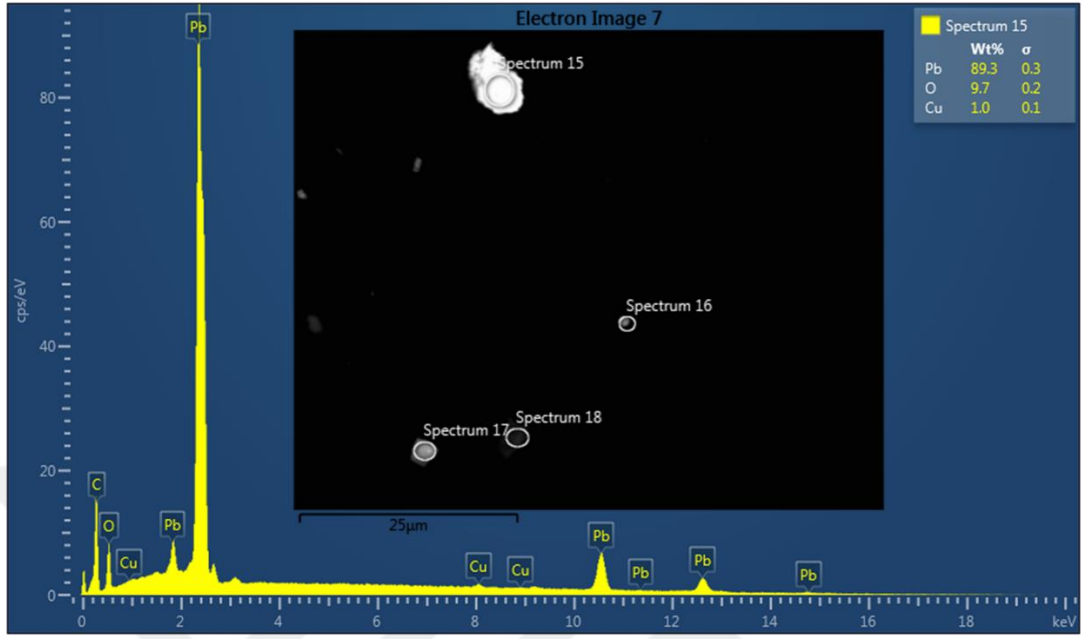
Şekil 4.18. Dizensiz Pb partikülü ve EDS spektrumu



Şekil 4.19. Büyük Pb partikülü ve EDS spektrumu

Şekil 4.20’da yer alan ve spectrum 15 olarak etiketlenen partikül %90 oranında Pb içermektedir. Spectrum 16 olarak etiketlenen partikülün Tablo 4.2’de yer alan EDS sonuçlarına göre Pb-Sb-Ba içeren üç bileşenli parçacık pozitif bir GSR tespiti için temel kriterdir. Küresel olan ve yaklaşık 1 µm çapa sahip olan parçacık nadir olarak bulunmaktadır. Spektrum 17 olarak etiketlenen parçacığın EDS spektrumuna göre Ba

ve Pb içermektedir. Tutarlı parçacıktır. Spectrum 18 olarak etiketlenen parçacık Pb, Ba, Pb yada Sb içermemektedir.

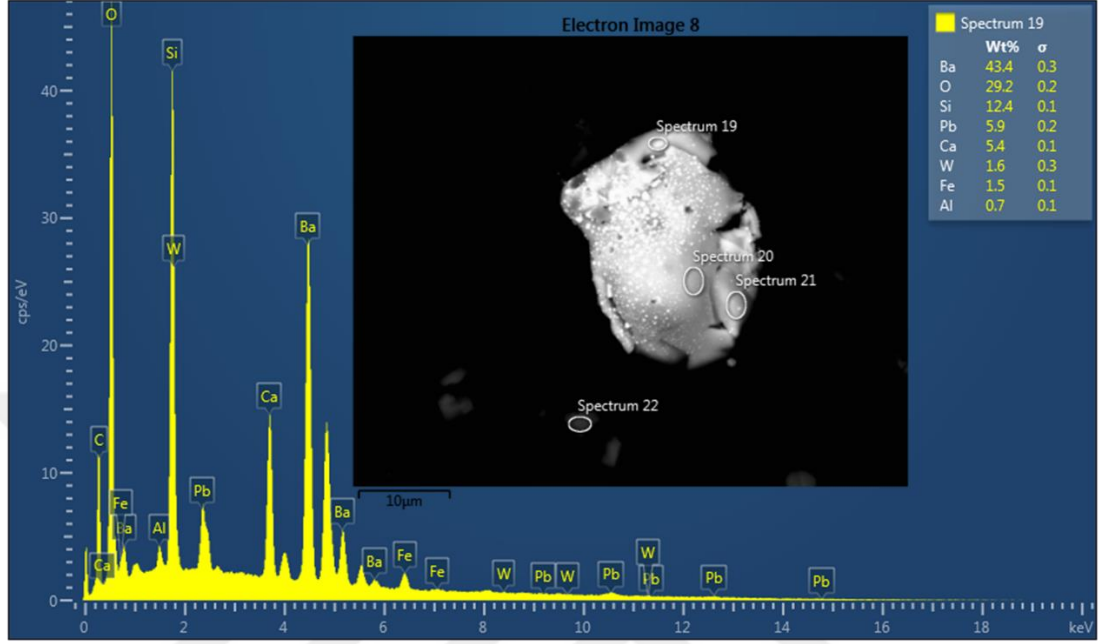


Şekil 4.20. Büyük Pb partikülü ve EDS spektrumu

Tablo 4.2. GECO765Ç partikülleri EDS spektrumları sonuçları

Element	Spectrum 1 %kütle	Spectrum 2 %kütle	Spectrum 3 %kütle	Spectrum 4 %kütle	Spectrum 5 %kütle	Spectrum 6 %kütle	Spectrum 7 %kütle	Spectrum 8 %kütle	Spectrum 9 %kütle	Spectrum 13 %kütle	Spectrum 14 %kütle	Spectrum 15 %kütle	Spectrum 16 %kütle	Spectrum 17 %kütle	Spectrum 18 %kütle
Ba	40,49	33,59	42,56	30,30	3,72			1,70					30,40	40,41	
Pb	5,33	5,11	5,50	5,34			86,95	3,73		90,65	84,65	89,29	2,39	3,93	
Sb													3,14		
Ca	9,00	8,29	12,24	7,36	31,92	49,17		2,24	33,92	0,32				5,29	0,25
Mg					0,17				0,33		0,41				
Si	16,62	16,20	14,88	17,74	2,02	0,39	0,90		0,10		2,13		0,67	13,23	32,0
S			0,41		0,28	0,24		1,82	0,30				4,87	1,25	0,75
Fe	1,44	1,23	1,92	1,16			0,62	1,45		2,50			0,76	0,77	
Cu	0,61	0,69	0,96	0,58		0,35	0,92	49,74		1,19	1,02	0,98	1,69	0,55	0,29
Al	0,69	0,67	0,56	0,92	0,14		0,51				0,85			0,65	10,36
W	2,06	1,88	1,73												
Na			0,87		0,77	0,49			0,72		0,31		7,09		9,27
Cr			0,99												
Ni								19,03					0,92		
Zn								7,86							
P													8,67		
Cl													3,27		
K													4,39		
O	23,76	32,15	16,85	36,60	60,98	49,37	10,69	12,43	64,62	4,93	10,65	9,73	31,75	33,91	47,09

Şekil 4.21’de %43 Ba içeren partikül ve EDS sonuçları yer almaktadır. Partikülün farklı bölgelerinde yapılan EDS spektrumu farklı miktarda Ba içerdiği göstermektedir.



Şekil 4.21. Ba içeren düzensiz partikül ve EDS spektrumu

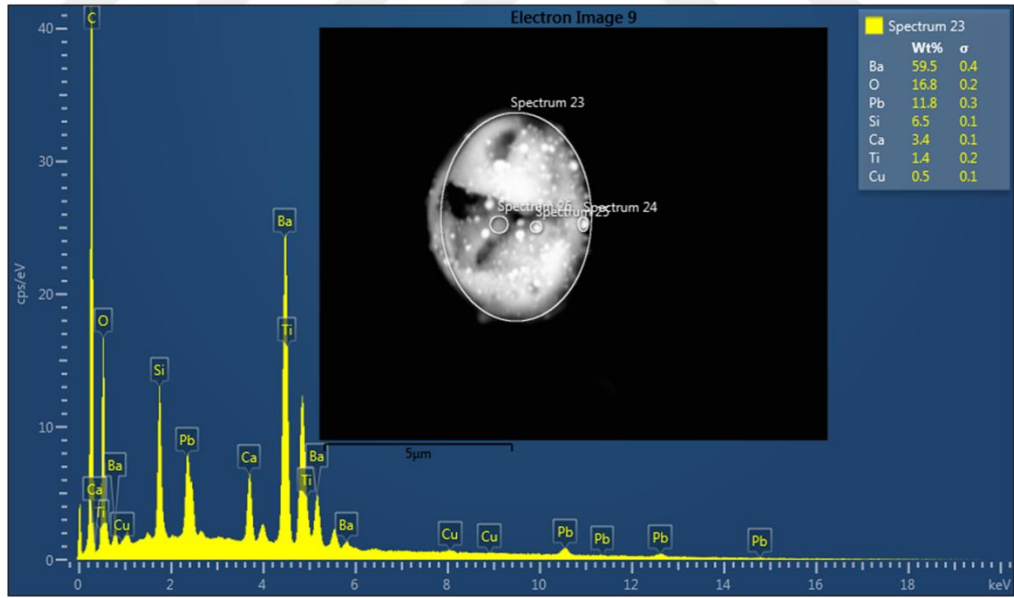
Tablo 4.3. Elektron görüntüsü 8 de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

Element	Spectrum 19 %kütle	Spectrum 20 %kütle	Spectrum 21 %kütle	Spectrum 22 %kütle
Ba	43,39	54,28	59,33	
Pb	5,93	3,22	5,06	
Sb				
Ca	5,35	5,62	5,84	47,26
Mg				
Si	12,38	10,98	9,67	0,17
S				0,66
Fe	1,49	1,35	1,80	
Cu		0,44	0,66	
Al	0,67	0,50	0,43	
W	1,62	1,32		
Na				0,99
Cr				
Ni				
Zn				
P				
Cl				
K				
O	29,16	22,30	17,21	50,92

Homojen olmayan ve Ba içeriği yüksek olan partül Şekil 4.22’de yer almaktadır. Spectrum 23 tüm partükülün analizini içermektedir. Ancak Spectrum 24, 25 ve 26 partikülün farklı bölgelerinden alınan EDS sonuçlarıdır. Spectrum 24 olarak etiketlenen en parlak bölge analizi %44 Ba ve %33 Pb içerdiğini göstermektedir. Partiküldeki parlak bölgelerin Pb zengin bölgeler olduğu söylenebilir.

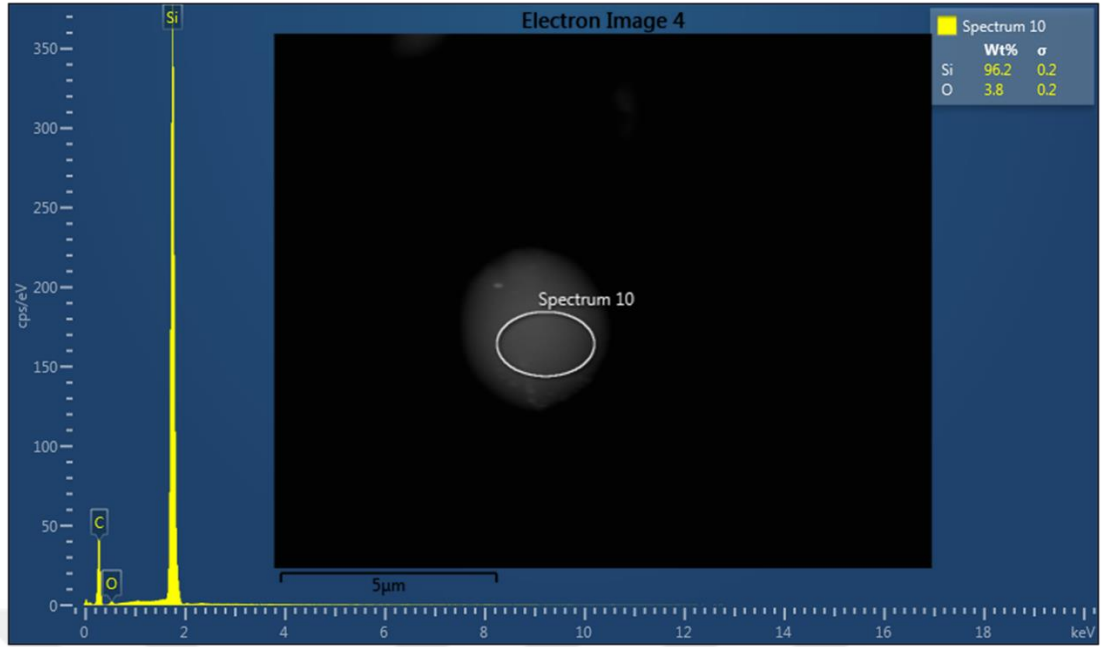
Tablo 4.4. Elektron görüntüsü 8 de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

Element	Spectrum 23 %kütle	Spectrum 24 %kütle	Spectrum 25 %kütle	Spectrum 26 %kütle
Ba	59,47	44,36	70,31	73,67
Pb	11,83	33,42	13,15	8,32
Sb				
Ca	3,44	2,79	3,69	3,82
Mg				
Si	6,48	3,87	4,80	5,80
S				
Fe				
Cu	0,54	0,92	1,03	0,86
Al				
W				
Na		1,48		
Cr				
Ni				
Zn				
P				
Cl				
K				
Ti	1,41	1,16		
O	16,82	12,00	7,02	7,54



Şekil 4.22. Homojen olmayan Ba içeriği zengin GSR partikülü ve EDS spektrumu

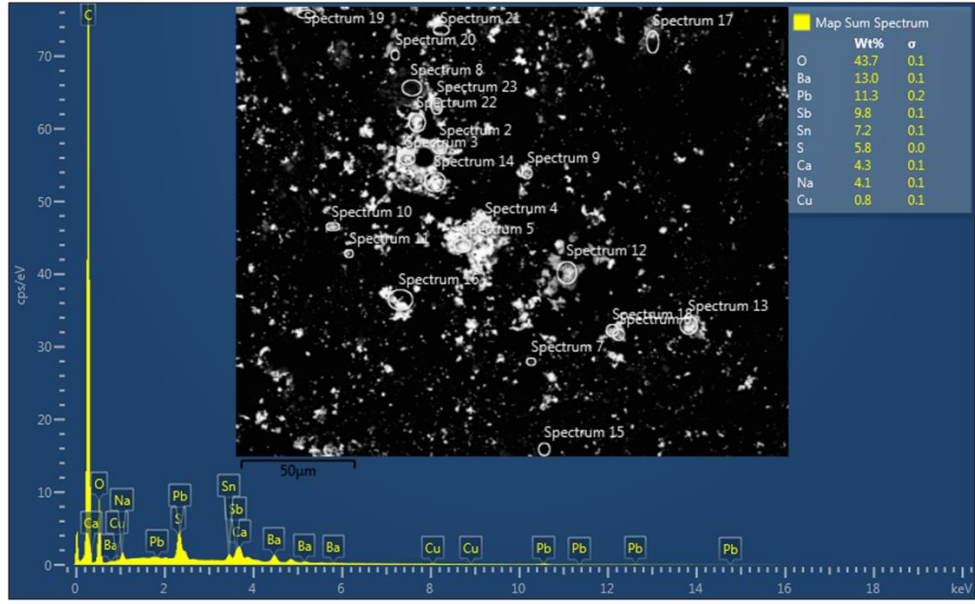
Şekil 4.23’de spektrum 8 olarak etiketlenen partikül tipik GSR partikülüne benzemektedir. Yaklaşık 4 µm çapa sahip partikülün Si olduğu görüldü.



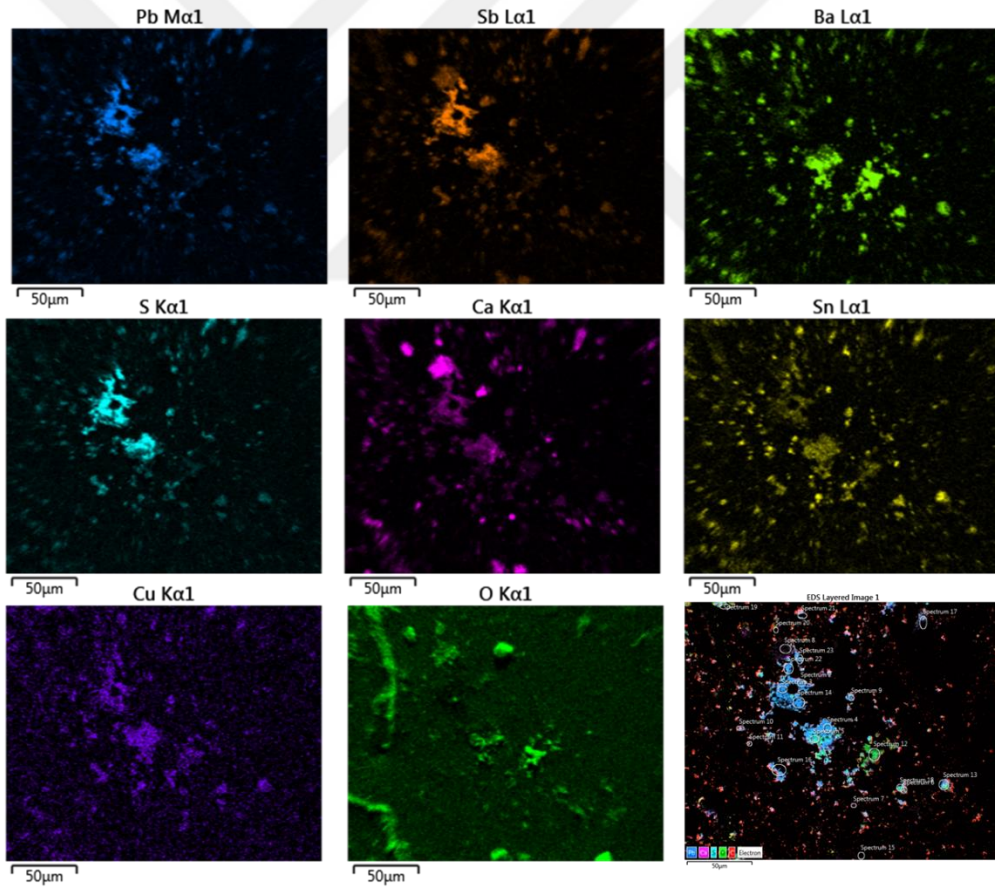
Şekil 4.23. Si içeren partikül

4.1.4. GECO765K Analizleri

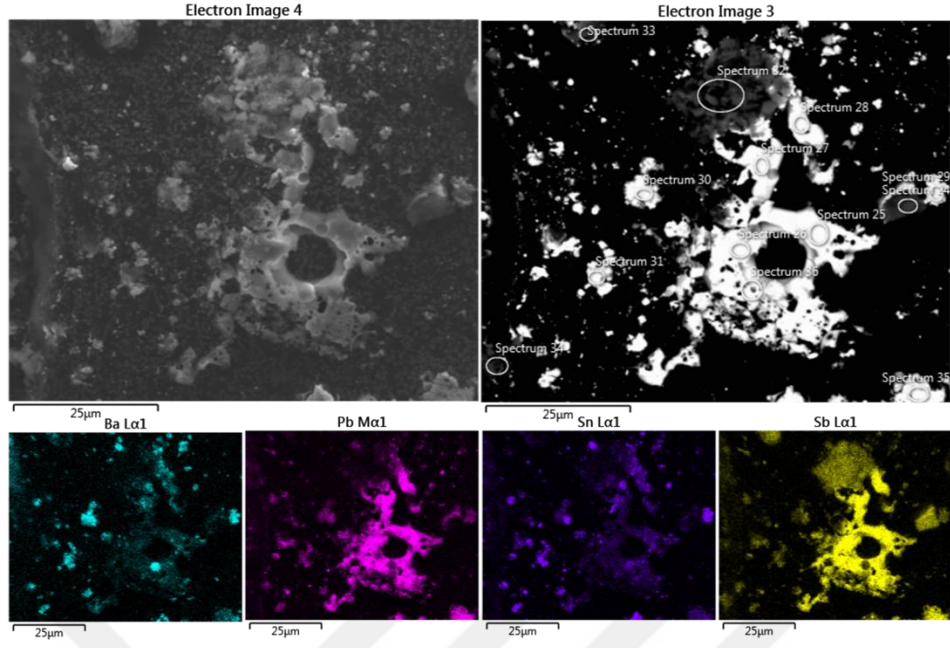
GECO 7,65 kapsül atışı olan GECO765K kodlu numune sonuçları incelendiğinde yoğun düzensiz şekilli atış artığı sonuçları yer almaktadır. Şekil 4.24’de düzensiz atış artıkları ve EDS spektrumu yer almaktadır. Tablo 4.5’de yer alan EDS sonuçları karşılaştırıldığında partiküllerin çoğunluğunun Ba, Pb ve Sn içerdiği görülmektedir. Spectrum 7 ve 15 olarak etiketlenen partiküllerin yüksek Ca ve O elementi içerdiği ve CaO olduğu değerlendirilmektedir. Element haritalarının yer aldığı Şekil 4.25 ve Şekil 4.26 incelendiğinde Pb ve Sb elementlerinin aynı bölgede yer aldığı görülmektedir. S elementi haritası da Pb ve Sn element haritalarına benzerdir. Ayrıca Ba ve Sn elementlerinin aynı bölgede yer alması da ilgi çekicidir. Kapsül atışı partiküllerinde büyük düzensiz ve yüksek oranda kurşun içeren partiküller yer almamaktadır.



Şekil 4.24. Düzensiz GECO765K partikülleri ve haritalamaya ait EDS spektrumu



Şekil 4.25. GECO765K partikülleri element haritaları



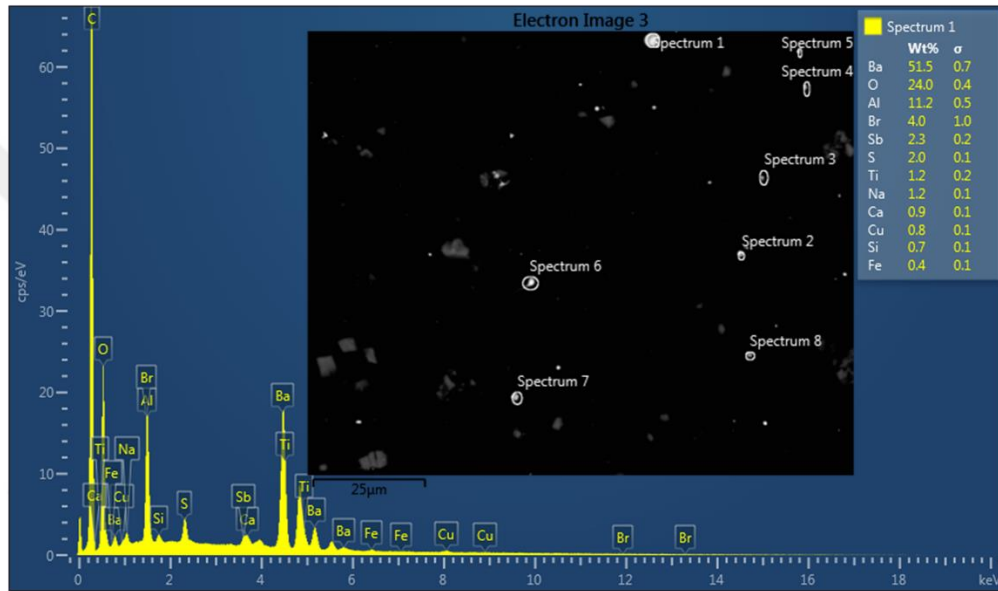
Şekil 4.26.GECO765K partiküllerine ait SE, BSE ve element haritaları

Tablo 4.5. GECO765K Elektron imajında yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

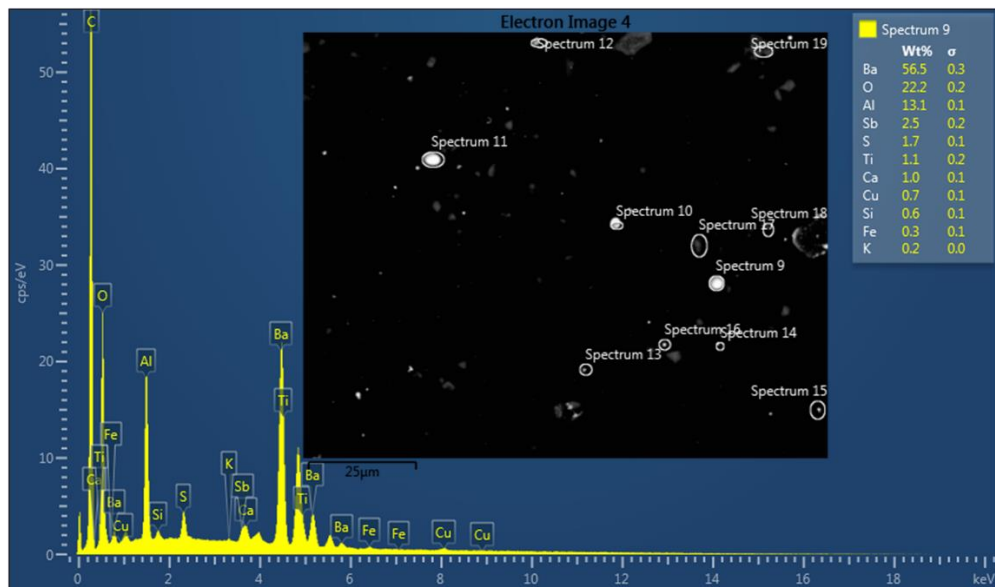
Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 3 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 5 % Kütle	Spectrum 6 % Kütle	Spectrum 7 % Kütle	Spectrum 8 % Kütle	Spectrum 9 % Kütle	Spectrum 10 % Kütle	Spectrum 12 % Kütle	Spectrum 14 % Kütle	Spectrum 15 % Kütle	Spectrum 22 % Kütle	Spectrum 23 % Kütle
Ba	11,65	4,28	2,47	16,29	45,65	34,60	3,87	1,86	24,76	14,69	49,11	6,19		6,94	7,92
Pb	10,89	5,99	4,54	11,79	14,13	11,50		5,06	19,21	24,29	8,00	7,08	3,82	9,99	9,95
Sb	8,22	58,25	63,56	41,66	9,93	4,89			19,61	7,28	3,08	57,45		47,59	48,67
Sn	6,16	4,49	3,43	7,87	9,87	18,03		1,65	18,68	19,84	5,53	5,18		8,10	7,84
Ca	4,01						15,27			3,87	0,41		41,91		
Mg								0,14							
Si								0,17							
Fe															
Cu	0,78	0,72	0,61	0,77	0,51	0,79			0,87	1,29	0,39		0,47		0,61
Al								0,31							
W															
Na	3,78	0,45				2,19	11,43	0,49		3,31			0,50	0,74	
Cr															
Ni															
Zn															
Cl															
K															
Ti											1,14				
P															
S	5,28	22,16	23,33	15,89	2,56	3,62	14,05	0,37	6,90	4,15	0,71	20,39	0,57	18,70	19,38
O	49,24	3,66	2,05	5,73	17,35	24,40	55,39	54,53	9,96	21,28	28,84	3,01	52,61	7,94	5,64

4.1.5. MKE765Ç Analizleri

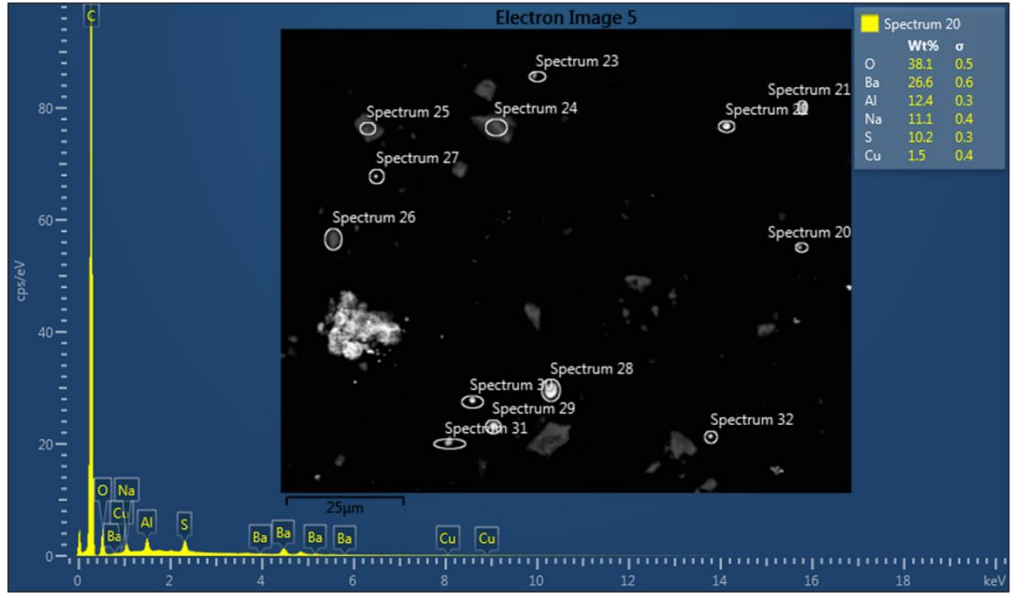
MKE-7,65 çekirdekli atış örneği olan MKE765Ç küçük partiküller içermektedir. Şekil 4.27, Şekil 4.28 ve Şekil 4.29’de yer alan electron image (EI) 3, EI4 ve EI5 BSE imajları ve Tablo 4.6’de yer alan ilgili EDS analizleri partiküllerin oldukça küçük olduğunu, çok sayıda Ba zengin partiküllerin varlığını göstermektedir. Ba-Pb-Sn içeren karakteristik partiküllerin yanı sıra Ca-Si, Ba-Ca-Si ve Pb-Sb gibi tutarlı partiküller de yer almaktadır. Yapılan tüm incelemelere rağmen sadece Pb içeren düzensiz partikül yer almamaktadır



Şekil 4.27.MKE765Ç numunesinde EI3 BSE görüntüsü ve EDS spektrumu

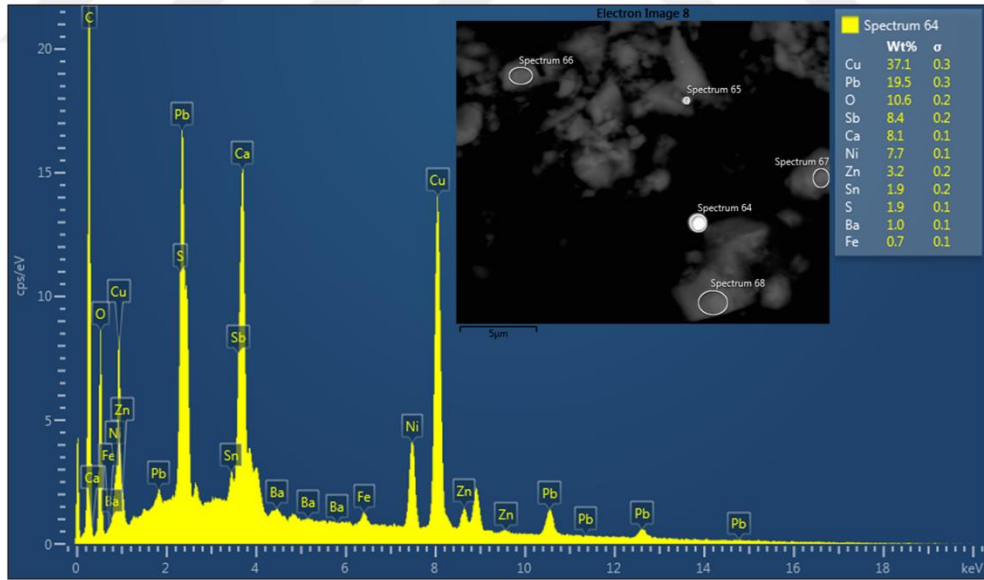


Şekil 4.28. MKE765Ç numunesinde EI4 BSE görüntüsü ve EDS spektrumu



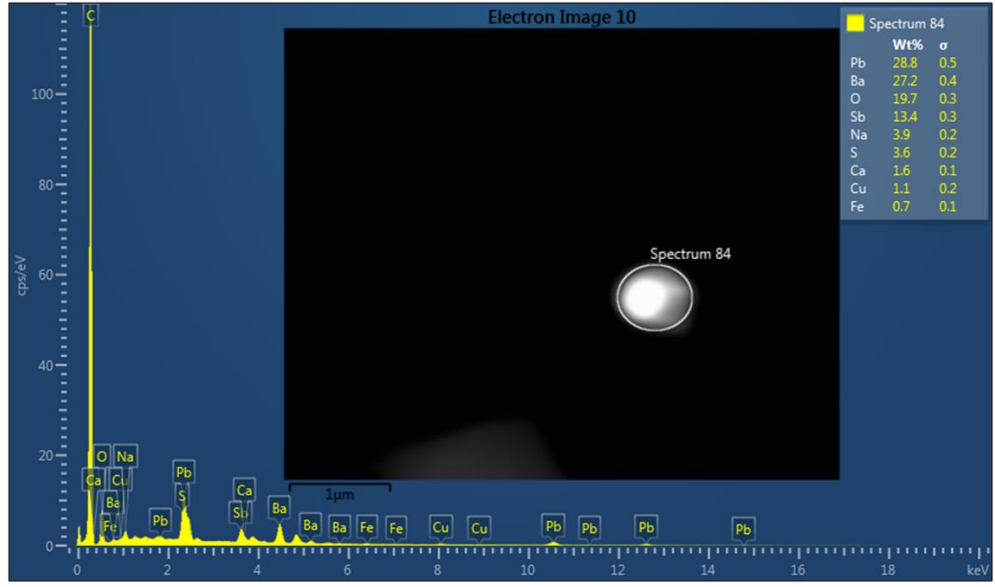
Şekil 4.29. MKE765Ç numunesinde EI5 BSE görüntüsü ve EDS spektrumu

Şekil 4.30'da yer alan ve spectrum 64 olarak etiketlenen partikülün EDS spektrumuna göre yüksek oranda Pb ve Cu elementleri içeren partikül yer almaktadır. Partikül küreseldir ve tipik GSR partikülü olarak görünmektedir. Partikül Pb ve Cu yanı sıra Sb, Ca ve Ni elementlerini de içermektedir.



Şekil 4.30. Cu-Pb elenleri içeren MKE765Ç partikülü

MKE765Ç numunesinde tipik karakteristik GSR partikülü Şekil 4.31'da yer almaktadır. Partikül Pb-Ba-Sb elemenleri yanı sıra Na, Ca, Cu ve Fe elemenlerini de içermektedir.



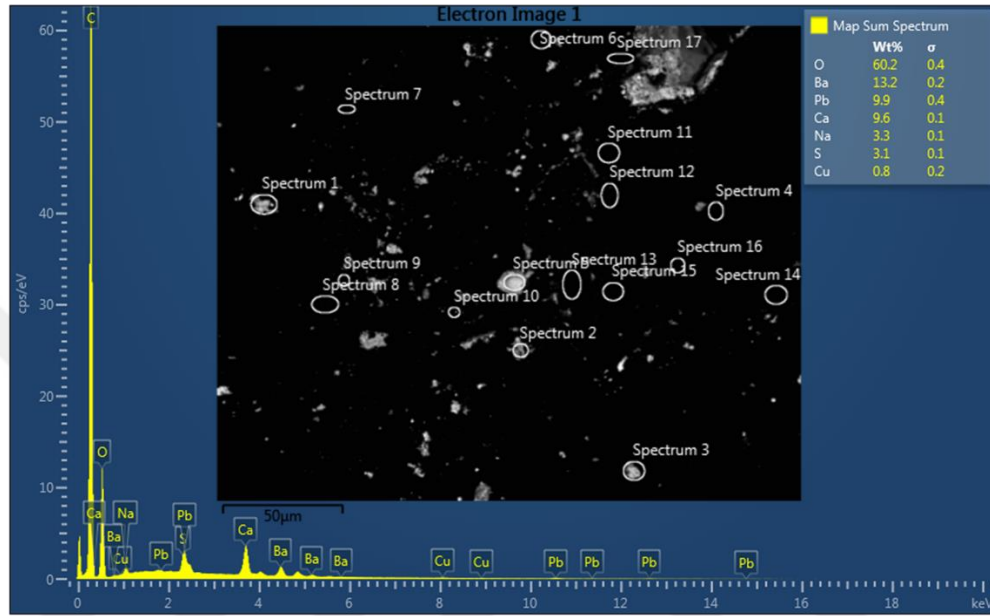
Şekil 4.31. Tipik karakteristik GSR partikülü

Tablo 4.6. MKE765Ç Elektron görüntüsü 3, 4 ve 5’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 3 % Kütle	Spectrum 6 % Kütle	Spectrum 7 % Kütle	Spectrum 8 % Kütle	Spectrum 9 % Kütle	Spectrum 10 % Kütle	Spectrum 11 % Kütle	Spectrum 12 % Kütle	Spectrum 13 % Kütle	Spectrum 20 % Kütle	Spectrum 21 % Kütle	Spectrum 22 % Kütle	Spectrum 30 % Kütle
Ba	51,47			42,5	44,06	26,80	56,50	53,68	53,74		15,19	26,60	17,70		
Pb		8,25						2,30		2,20			21,96	52,80	35,07
Sb	2,28	2,02		1,76	5,04		2,52	2,85	2,81		2,66		4,95	9,85	18,20
Sn											7,15		10,12	2,65	
Ca	0,89		2,10	0,94			1,05	0,30	0,94					2,24	
Mg															
Si	0,71		1,42			1,27	0,60		0,30	1,21			0,83		
Fe	0,40	1,19					0,34			42,42				0,84	
Cu	0,76	55,49	11,76	1,58	1,65		0,73	0,83	0,75	1,30	1,68	1,53	1,99	2,05	6,24
Zn		10,36													
Al	11,18			16,56	7,64	5,69	13,11	14,88	12,86			12,42			
W															
Na	1,16	5,55	17,93	4,50	5,31	12,07			1,31	15,26	15,47	11,12	5,43	4,10	8,34
Cr															
Ni															
Zn			2,70												
Cl															
K							0,15						0,86		
Ti	1,20			0,88			1,15	1,24	1,14						
P			1,42			1,28			0,33	1,29			0,63		
Br	3,97								3,84						
S	1,98	3,97	14,00	4,24	6,76	12,24	1,68	1,89	1,54	8,41	12,39	10,21	6,28	3,27	6,37
O	24,00	13,16	48,67	27,49	29,54	40,65	22,17	22,03	20,44	27,91	45,37	38,11	29,25	22,10	25,78

4.1.6. MKE765K Analizleri

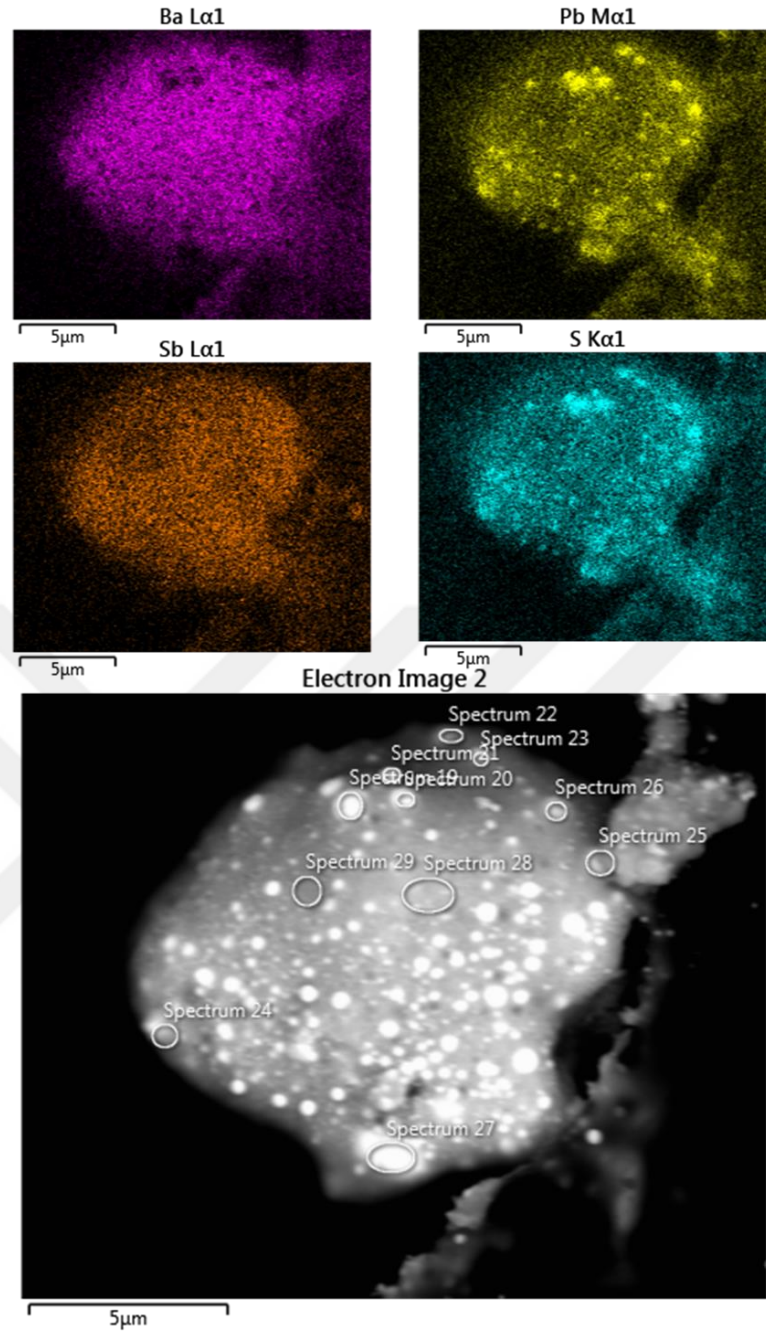
MKE765K numunesi partiküllerinin analizinde Ca içeren partikül sayısının fazla olması dikkat çekicidir. Şekil 4.32, Şekil 4.33 ve Şekil 4.34’de 3 farklı MKE765K görüntüsü yer almaktadır. Etiketlenen partiküllerin bazılarının EDS analizi sonuçları Tablo 4.7’de yer almaktadır.



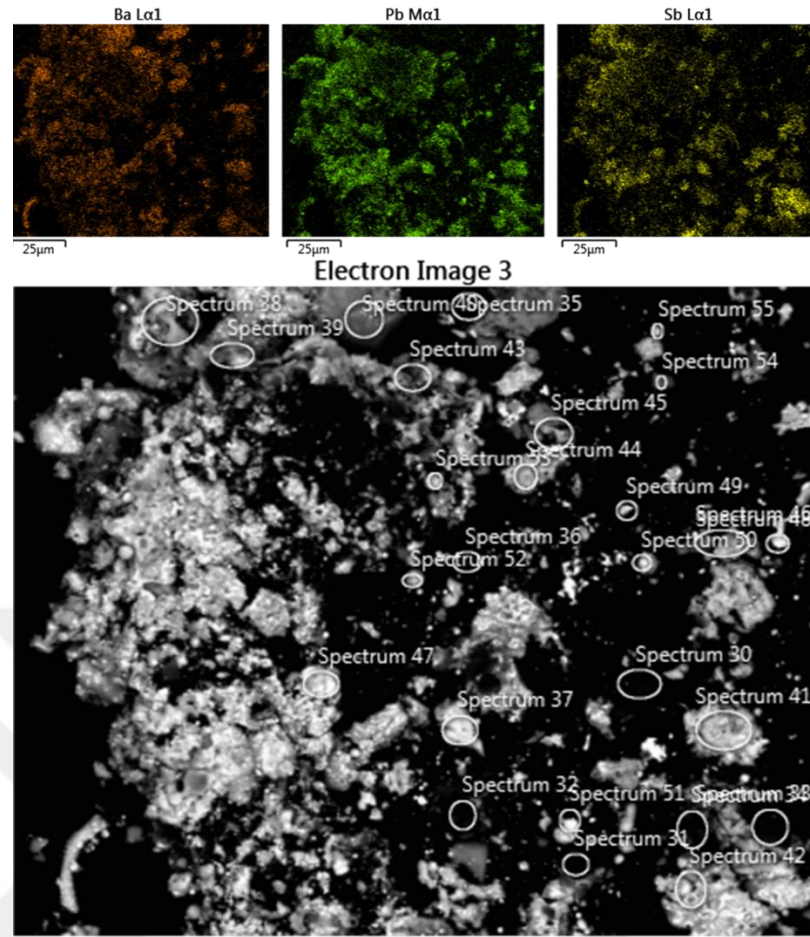
Şekil 4.32. MKE765K Numunesi EM1 görüntüsü ve element haritasının EDS spektrumu

Şekil 4.32’de yer alan element haritasına göre 10 μ m boyuta sahip partikül Ba, Pb ve Sb elementleri içermektedir. Pb element haritasına göre BSE görüntüsündeki parlak bölgeler yüksek oranda Pb içermektedir.

Tablo 4.7 verilerine göre çok sayıda karakteristik partikül yer almaktadır. Genel olarak tüm GSR partikülleri %1 oranında Cu elementi de bulundurmaktadır. Karakteristik partiküller yüksek oranda S elementi de ihtiva etmektedir.



Şekil 4.33. MKE765K Numunesi EM2 görüntüsü ve element haritası



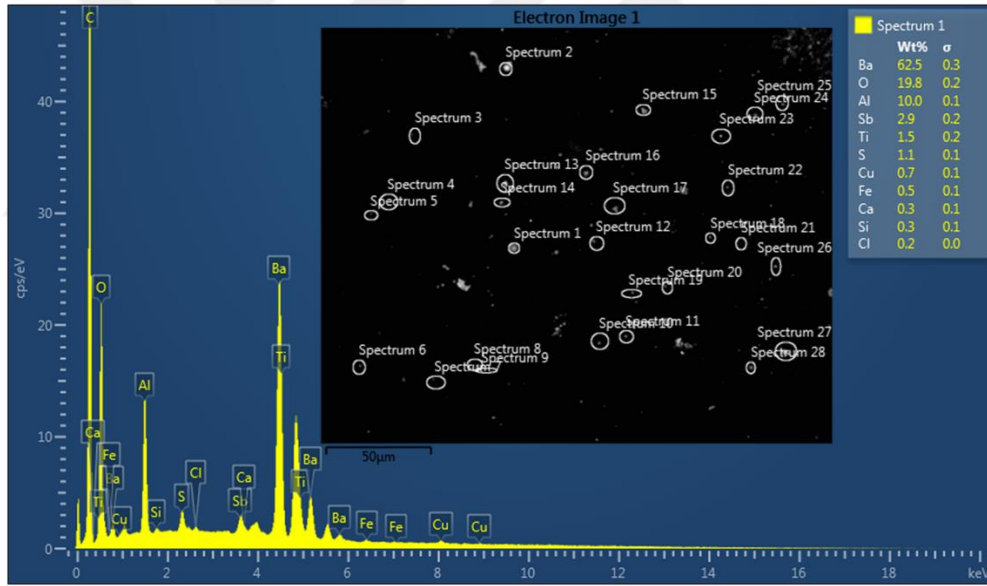
Şekil 4.34. MKE765K Numunesi EI3 görüntüsü ve element haritaları

Tablo 4.7. MKE765K Elektron görüntüsü 1, 2 ve 3’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

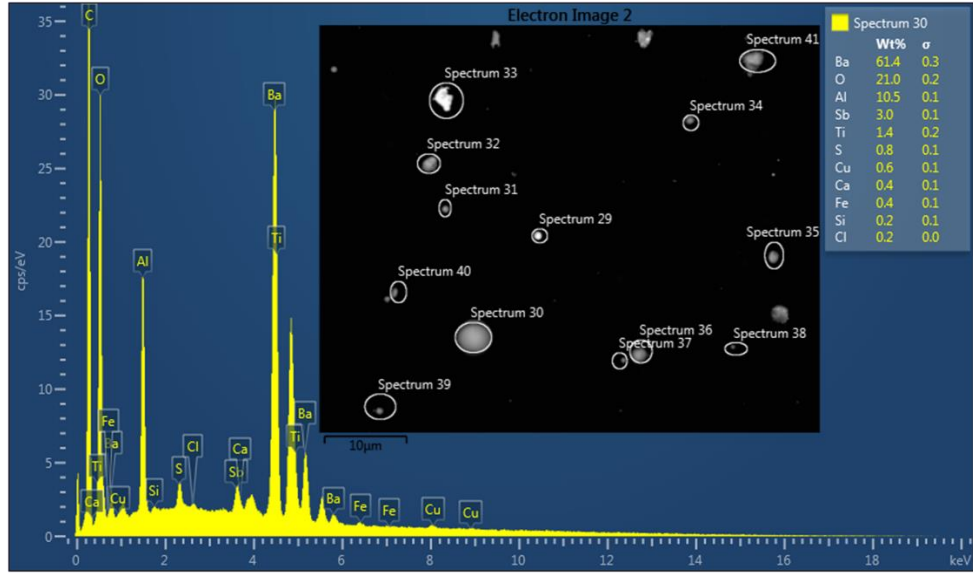
Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 3 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 5 % Kütle	Spectrum 6 % Kütle	Spectrum 7 % Kütle	Spectrum 8 % Kütle	Spectrum 19 % Kütle	Spectrum 20 % Kütle	Spectrum 37 % Kütle	Spectrum 38 % Kütle	Spectrum 45 % Kütle	Spectrum 46 % Kütle	Spectrum 47 % Kütle
Ba	34,67	26,74	32,48	23,82	43,35				11,72	14,15	12,89	18,51	48,51	34,43	26,10
Pb	27,64	36,78	35,17	16,14	20,18	0,56	0,95		64,10	61,07	26,52	22,97	14,24	30,07	39,30
Sb	14,83	8,24	10,95	28,21	14,55				9,0	8,08	39,70	36,04	3,04	10,27	15,28
Sn															
Ca		8,06				44,46	37,22	44,81					0,34		2,43
Mg						0,33	0,40	0,33							
Si								0,12							
Fe											1,29				
Cu	0,81	0,82	1,20	0,99	0,78			0,27	0,75	0,87	0,74	0,73	0,51	0,56	0,43
Zn															
Al					3,79				2,03	2,12					
W															
Na			1,36	1,07		0,18	0,62	0,40							
Cr															
Ni															
Zn															
Cl															
K															
Ti													0,93		
P															
Br															
S	6,23	2,27	3,85	10,36	3,39	0,13	0,32	0,30			15,71	12,52	1,49	4,27	4,93
O	15,82	17,08	14,99	19,42	13,97	54,33	60,49	53,77	12,40	13,71	3,14	9,24	27,59	20,21	11,53

4.1.7. MKE9PÇ Analizleri

MKE-9P Çekirdekli atış sonuçları Şekil 4.35 ve Şekil 4.36’de yer almaktadır. Şekil 4.35’de yer alan spectrum 1 olarak etiketlenen partikülün EDS analizine göre partikül büyük oranda Ba içermekte olup az miktarda da Sb içermektedir. Partikülde Pb bulunmamaktadır. %67,17 Sb içeren spectrum 2 olarak etiketlenen parçacık %19,19 oranında da Ba içermektedir. Spectrum 3, 4 ve 5 olarak etiketlenen partiküllerin yüksek oranda Cu içerdiği görülmektedir. Spectrum 6 olarak etiketlenen partikül ise yüksek Na elementi yanı sıra Ba ve Sb’de içermektedir. Spectrum 9 olarak etiketlenen partikül Na, Ca ve Pb içermektedir. Spectrum 15 ve 16 olarak etiketlenen partiküllerin analizi ise Cu ve Zn elementlerinin yanı sıra Pb, Sb ve Ba elementlerinin varlığını ortaya koydu. MKE9PÇ atışında Cu, Zn ve Pb elementlerinin oranının yüksek olması dikkat çekicidir. Yüksek Pb içeren spectrum 29 ve 33 %2 oranında Sb içermektedir.

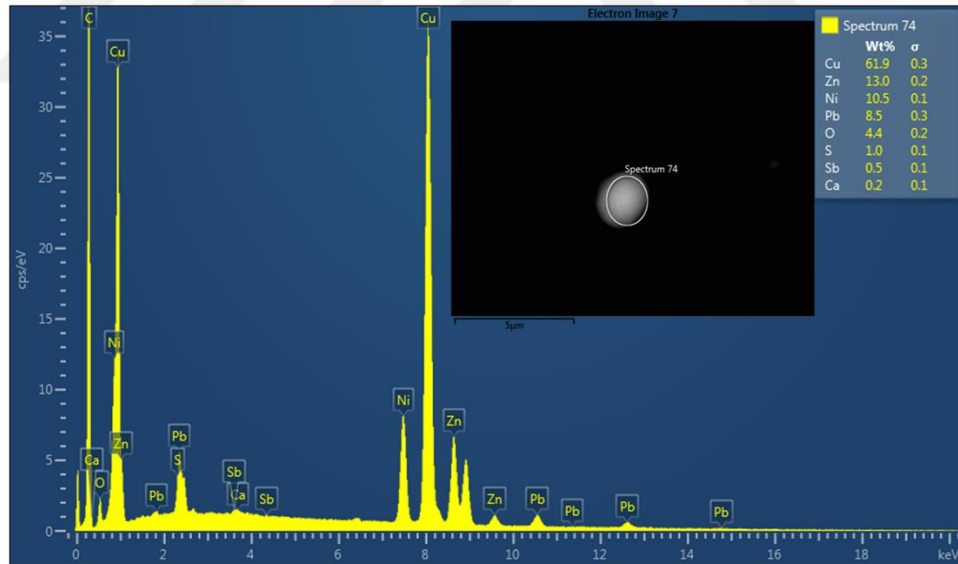


Şekil 4.35. MKE9PÇ Numunesi EI1 görüntüsü ve spektrum 1 EDS spektrumu



Şekil 4.36. MKE9PÇ Numunesi EI2 görüntüsü ve spektrum 30 EDS spektrumu

Şekil 4.37’da yer alan EI7 imajında yer alan spectrum 74 olarak etiketlenen partikül tipik atış artığına benzemektedir. Ancak %63 Cu, %13 Zn %10 Ni ve %8 Pb içermektedir. Yüksek oranda Cu içeren partikülün küresel olması ilgi çekicidir.



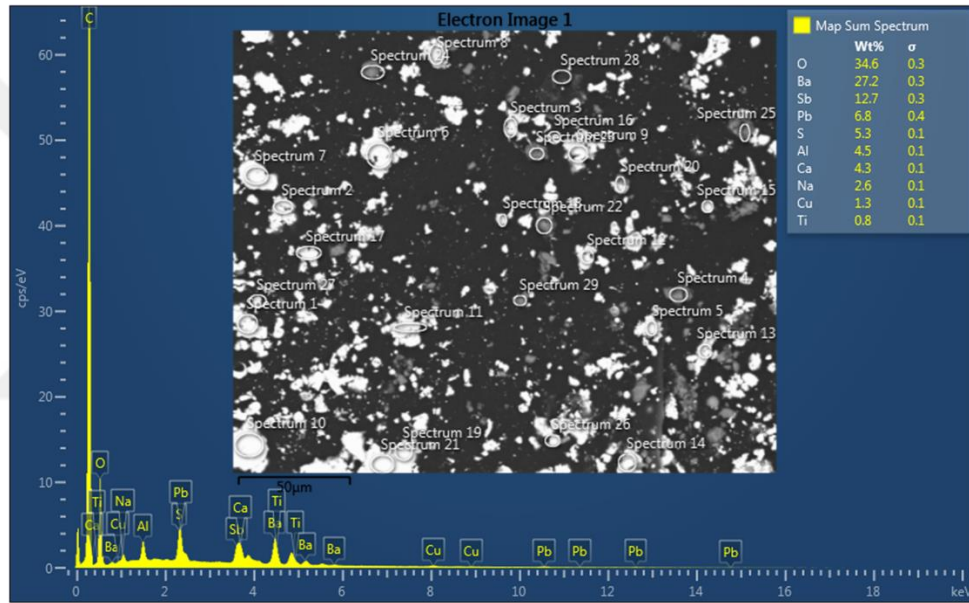
Şekil 4.37. MKE9PÇ Numunesi EI7 görüntüsü ve spektrum 1 EDS spektrumu

Tablo 4.8. MKE9PÇ Elektron görüntüsü 1 ve 2’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

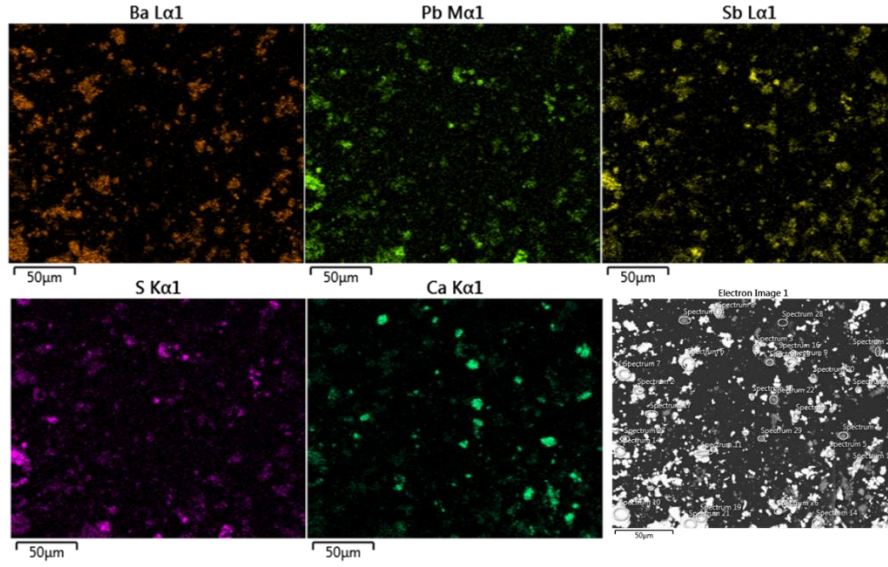
Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 3 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 5 % Kütle	Spectrum 6 % Kütle	Spectrum 9 % Kütle	Spectrum 12 % Kütle	Spectrum 13 % Kütle	Spectrum 15 % Kütle	Spectrum 16 % Kütle	Spectrum 29 % Kütle	Spectrum 30 % Kütle	Spectrum 33 % Kütle	Spectrum 47 % Kütle
Ba	62,55	19,19				16,82		35,92			3,81		61,44		
Pb							21,18	8,57	45,55	11,64	19,63	73,69		71,82	8,00
Sb	2,95	67,17				2,82		4,47	1,94	2,29		2,01	3,00	2,00	0,79
Sn															
Ca	0,35				6,90		12,38		1,36	2,65	2,77		0,42	0,99	0,22
Mg															
Si	0,29			1,06	1,34	1,57			1,26		3,24			1,25	
Fe	0,47	0,45											0,41	0,63	
Cu	0,68	0,90	16,05	15,77	17,83	2,35	1,59	1,21	1,38	43,41	24,09	2,02	0,61	1,28	63,96
Zn				6,51	8,60					13,84	6,47				13,35
Al	10,01	1,51			0,88	4,92		7,53			1,64		10,49		
W															
Na		1,58	19,30	17,14	11,60	14,02	8,02	7,80	7,44	5,10	4,69	2,84		3,00	
Cr															
Ni							2,01			3,02					10,56
Zn			7,31												
Cl	0,24														
K															
Ti	1,54												1,45		
P				1,75	1,06	1,73									
Br															
S	1,08	1,80	14,57	13,75	8,03	13,89	7,59	7,49	5,30	3,92	5,02		0,84		0,63
O	19,84	7,32	42,77	44,30	43,75	41,89	47,23	27,00	35,77	14,15	27,71	19,45	20,96	17,88	2,48

4.1.8. MKE9PK Analizleri

MKE-9P Kapsül atışı sonuçları düzensiz partiküllerin varlığını göstermektedir, Şekil 4.38. Ba, Pb, Sb, S ve Ca element haritaları Şekil 4.39’de yer almaktadır. Element haritalarına göre partiküllerin Ba, Pb ve Sb üçlüsünü içerdiği görülmektedir. Pb, Sb ve S element haritaları benzer görünüme sahiptir. Element haritalarında benzer görünüm aynı fazda yer aldıklarının göstergesidir. Tablo 4.9’de yer alan EDS spektrumları incelendiğinde Ba, Pb ve Sb zengin parçacıklar yer almaktadır. Ba elementinin kütlece yüzde değerleri Pb ve Sb’a göre görece yüksektir. Element haritasına ait EDS spektrumunda da Ba miktarı yüksektir. Ayrıca CaO olduğu düşünülen parçacıklar da bulunmaktadır.



Şekil 4.38. MKE9PK numunesi EI1 ve haritalamaya ait EDS spektrumu



Şekil 4.39. MKE9PK numunesi Eİ1 görüntüsü ve element haritaları

Haritalama sırasında elde edilen EDS spektrumu verilerinden Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 4,0, 2,14 ve 0,53 bulundu. Bu oranlar ICP-MS sonuçları (Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 1,5, 7,75 ve 5,15) ile karşılaştırıldığında uyumsuz oldukları görüldü. Farklılığın sebebi ICP-MS örneklerinin çözünürleştirilmesinden kaynaklanabilir.

Tablo 4.9’da yer alan EDS spektrumu sonuçları çok sayıda karakteristik partikülün olduğunu göstermektedir. Partiküllerin genelinde %1-2 oranında Al ve Cu elementleri de yer almaktadır.

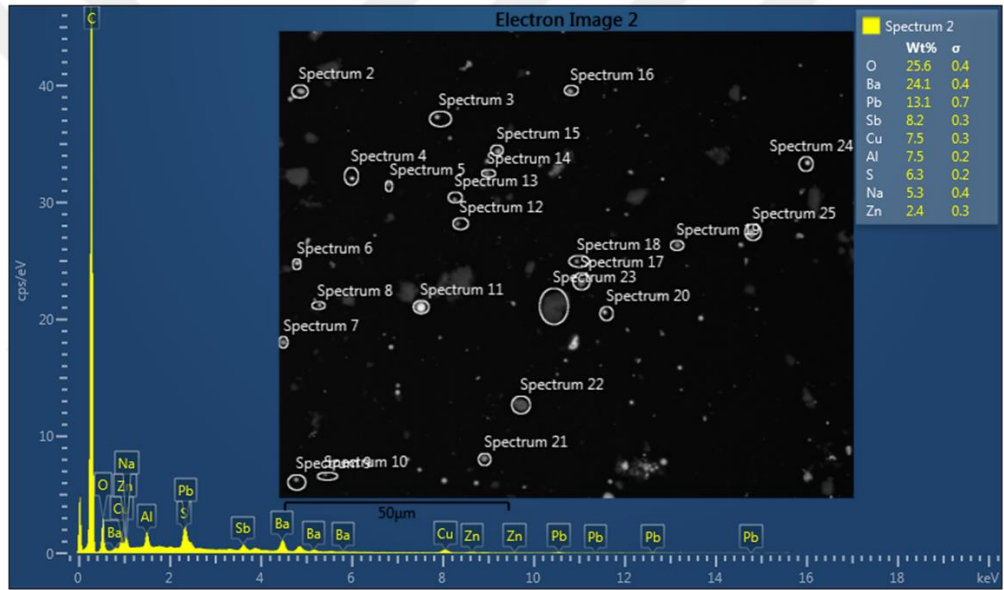
Tablo 4.9. MKE9K Elektron görüntüsü 1’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 3 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 5 % Kütle	Spectrum 6 % Kütle	Spectrum 7 % Kütle	Spectrum 8 % Kütle	Spectrum 9 % Kütle	Spectrum 10 % Kütle	Spectrum 11 % Kütle	Spectrum 12 % Kütle	Spectrum 14 % Kütle	Spectrum 20 % Kütle	Spectrum 22 % Kütle
Ba	9,42	34,18	10,89		38,54	49,49	43,68	47,95	56,48	50,84	47,85	53,78	3,81	13,70	
Pb	8,54	5,40	4,84		10,65	6,68	13,11	4,75	3,41	13,20	6,94	9,58	48,42	4,26	
Sb	53,02	24,07	55,97		16,86	18,88	4,39	11,25	15,80	11,16	10,17	13,32	8,10	13,96	
Sn															
Ca		6,76		39,38									1,97	24,82	50,80
Mg				0,40									0,61		0,30
Si													5,10		
Fe	0,39												2,62	0,49	
Cu	1,89	0,89	0,78	0,21	4,76	1,94	0,78	1,02	1,57	0,70	2,46	1,28	0,62	0,58	
Zn					1,25	0,63					0,56				
Al	1,51	3,23	1,31		8,06	6,10	4,61	7,87	7,13	1,89	9,48	2,74	3,67	0,84	0,13
W															
Na													1,03		0,24
Cr															
Ni															
Zn															
Cl															
K															
Ti													0,40		
P															
Br															
S	19,82	6,58	20,41	0,11	4,01	3,12	4,21	2,29	2,29	3,58	2,27	3,59		3,85	0,23
O	5,42	18,89	5,80	59,90	15,87	13,16	19,22	19,88	13,32	18,64	20,27	15,70	23,66	37,50	48,30

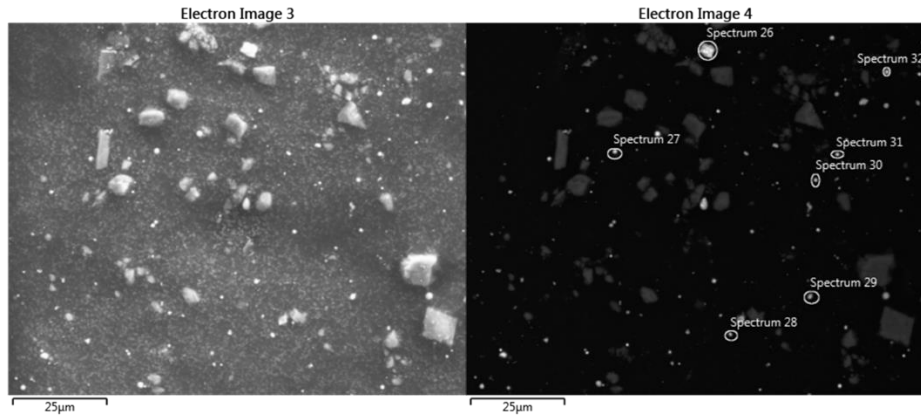
4.1.9. OZK9Ç Analizleri

OZK-9mm Çekirdekli atış sonuçları incelendiğinde çok sayıda Ba-Pb-Sb içeren karakteristik partikül varlığı dikkat çekmektedir. Normalde az bulunan karakteristik partiküllerin Cu elementi de içermesi dikkat çekicidir.

Şekil 4.40'da yer alan EI2 BSE görüntüsü ve spectrum 2 olarak etiketlenen partikülün EDs spektrumu yer almaktadır. Küçük parlak yüksek atom numaralı elementlerden oluşan partiküllerin yanı sıra gri tonda daha düşük atomlardan oluşan partiküller de görünmektedir. Şekil 4.41'de SE ve BSE görüntüleri yer almaktadır. SE görüntüsünde bütün partiküller aynı tonda ve 3D görüntüye sahiptir. Ancak BSE görüntüsünde 2D görüntü yer almaktadır.

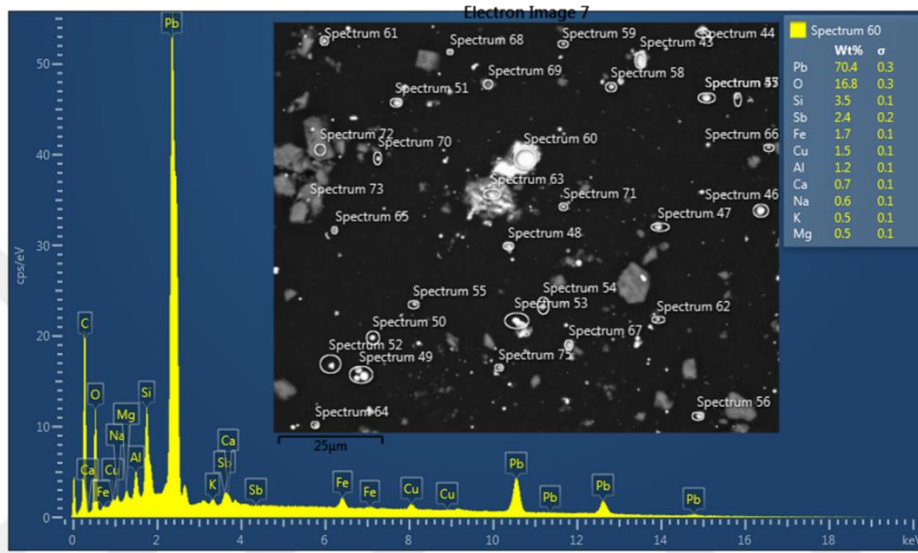


Şekil 4.40. OZK9Ç Electron image 1 ve spectrum 2 EDS sonuçları



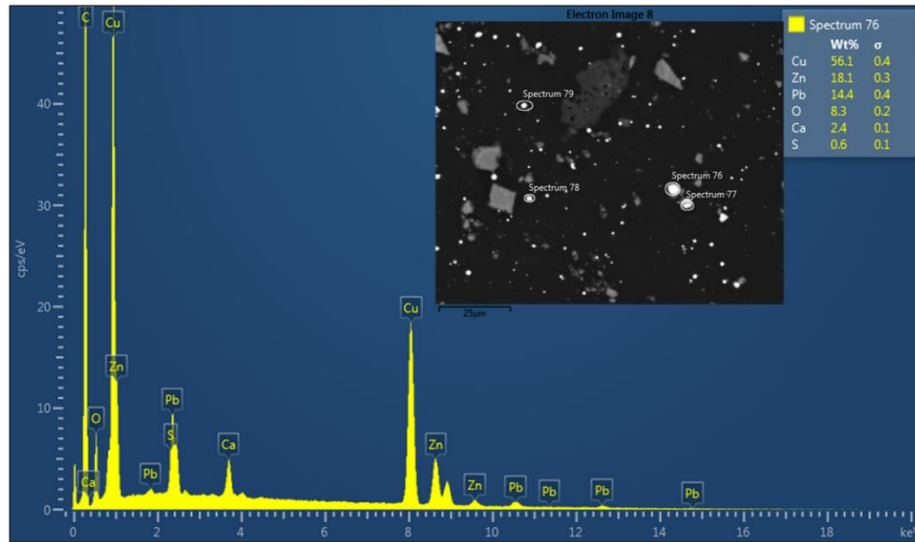
Şekil 4.41. EI3 ve EI4, SE ve BSE görüntüleri

Spectrum 46 olarak etiketlenen partikül boyut ve şekil açısından tipik bir GSR partikülüne benzemektedir. Ancak Pb yanı sıra yüksek oranda Cu ve Zn elementi içermektedir. Spectrum 47 ise EDS analizi sonuçlarına göre karakteristik GSR partikülüdür. Fakat yüksek oranda Cu ve Zn elementi de içermektedir. OZK9Ç numunesinde Ba, Pb ve Sb yanı sıra yüksek oranda Cu ve Zn içeren partikül bulundu (Spectrum 47, 48, 49, 50, 51, 76, 77, 78). Ba oranı yüksek partikül sayısının varlığı dikkati çekmektedir.



Şekil 4.42. OZK9Ç EI7 BSE görüntüsü ve spectrum 60 EDS spectrumu

Şekil 4.43’de tipik bir GSR partikülü olarak görünen spectrum 76-79 olarak etiketlenen partiküllerin yüksek oranda Cu ve Zn içermesi ilgi çekicidir. Literatürde bu tür bir partiküle rastlanmamıştır.



Şekil 4.43. OZK9Ç EI8 BSE görüntüsü ve spectrum 76 EDS spectrumu

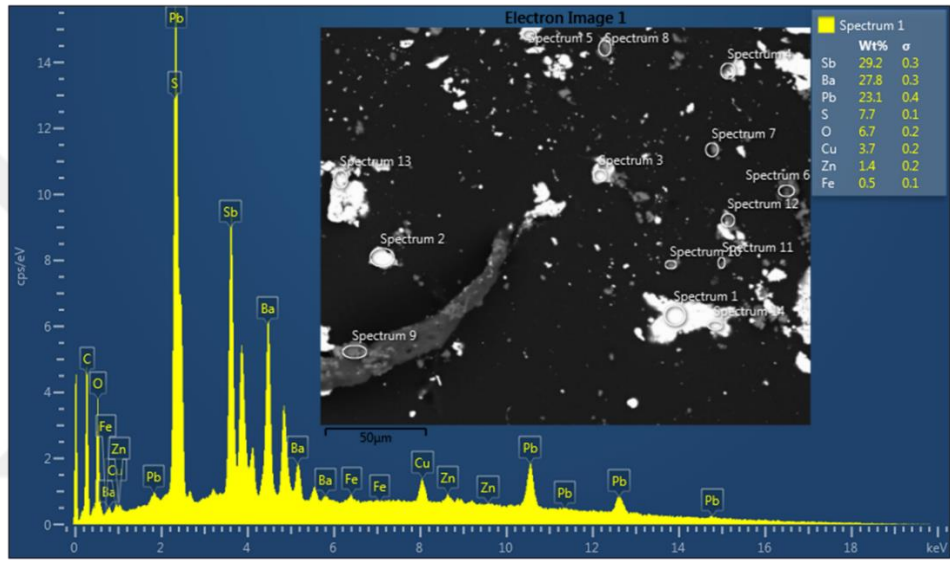
Tablo 4.10. OZK9Ç Elektron görüntüsü 2, 7 ve 8'de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

Element	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 3 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 5 % Kütle	Spectrum 6 % Kütle	Spectrum 7 % Kütle	Spectrum 8 % Kütle	Spectrum 9 % Kütle	Spectrum 43 % Kütle	Spectrum 44 % Kütle	Spectrum 46 % Kütle	Spectrum 47 % Kütle	Spectrum 53 % Kütle	Spectrum 76 % Kütle	Spectrum 77 % Kütle
Ba	24,07		3,46			7,49			1,21			12,94	52,11		1,55
Pb	13,14		38,46	9,59	4,67		6,15		63,55	9,91	10,67	11,52			5,81
Sb	8,17	24,03	2,35	1,83						1,04	0,78	2,57	4,91	14,45	2,07
Sn															
Ca					26,61		17,30		1,12				4,32	2,42	0,63
Mg					0,37				0,61						
Si						1,49			2,22						
Fe									0,60				0,51		
Cu	7,53	31,80	2,87	60,78	0,71		1,22	4,34	1,36	61,00	57,95	39,58	1,43	56,09	61,27
Zn	2,35	2,27		15,20						17,59	17,24	8,33		18,08	20,46
Al	7,49								1,22						
W															
Na	5,29	8,99	9,13		3,68	18,43	6,31	19,56	1,57			4,13	4,86		
Cr															
Ni															
Zn															
Cl															
K													0,32		
Ti													1,22		
P						2,65		2,53							
Br															
S	6,34	6,68	7,29	2,62		17,96	4,30	18,25		2,40	2,88	5,37	5,51	0,65	1,76
O	25,63	26,22	36,45	9,97	61,42	51,98	64,72	54,93	26,54	9,06	10,48	14,70	24,82	8,31	6,45

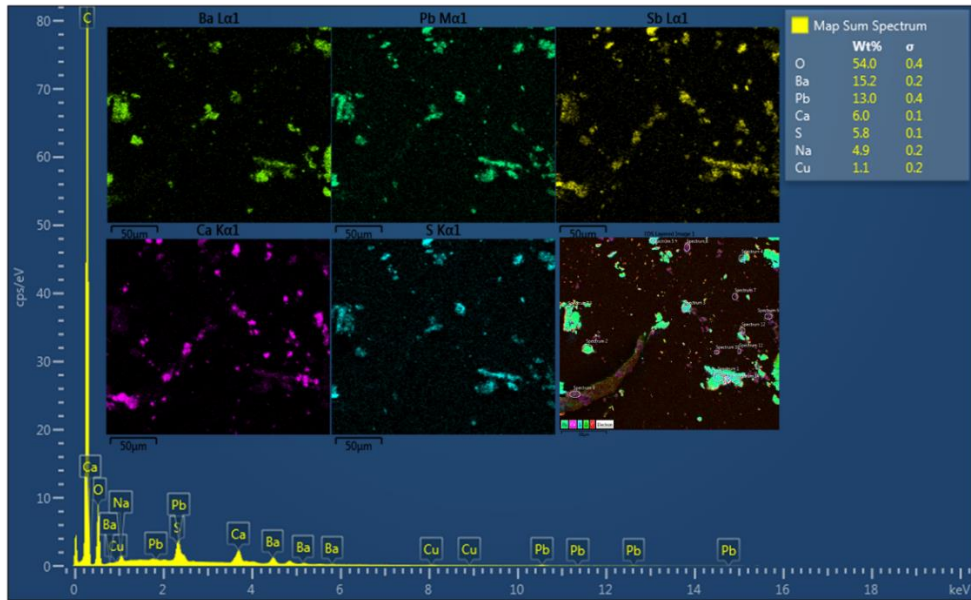
4.1.10. OZK9K Analizleri

OZK-9mm-21 Kapsül atışı sonuçları diğer kapsül atışlarına benzer şekilde düzensiz partikülleri içermektedir.

Elemen haritası ve EDS spektrumu incelendiğinde Ba, Pb, Sb ve Ca elementleri yaygın bir şekilde yer almaktadır. Genelde Sb elementi ile birlikte S elementi yer almaktadır. Ca elementinin oldukça yoğun olması da ilgi çekicidir. Spectrum 6-12 olarak etiketlenen Ca elementinin yüksek olduğu partiküllerin EDS analizi CaO olduklarını göstermektedir, Tablo 4.11.



Şekil 4.44. OZK9K EI1 BSE görüntüsü ve spectrum 1 karakteristik EDS spektrumu



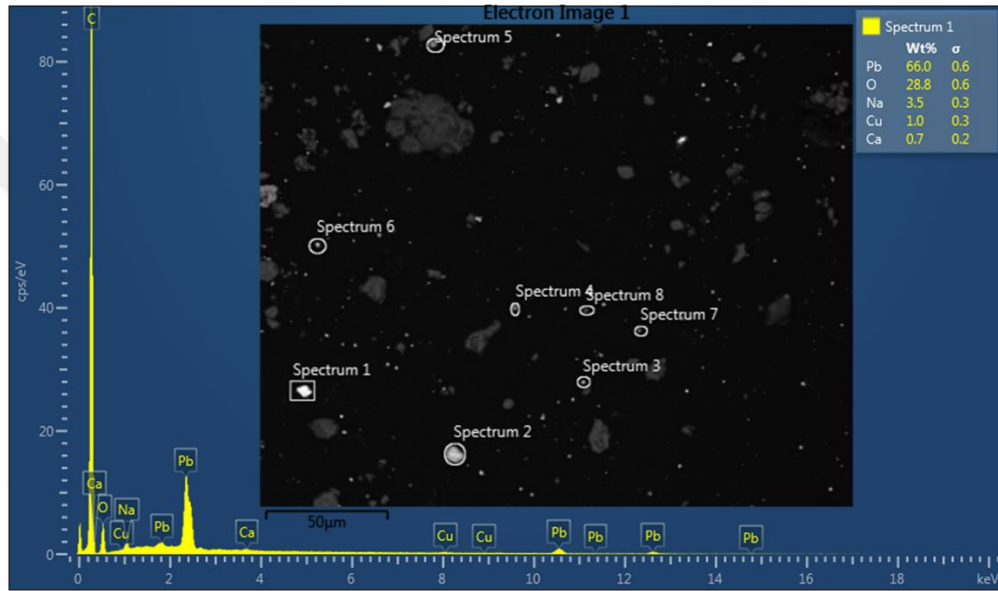
Şekil 4.45. OZK9K Element haritası ve EDS spektrumu

Tablo 4.11. OZK9K Elektron görüntüsü 1’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 3 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 5 % Kütle	Spectrum 6 % Kütle	Spectrum 7 % Kütle	Spectrum 8 % Kütle	Spectrum 9 % Kütle	Spectrum 10 % Kütle	Spectrum 11 % Kütle	Spectrum 12 % Kütle	Spectrum 13 % Kütle	Spectrum 14 % Kütle
Ba	27,78	43,78	21,97	11,25								2,29	26,99	26,77
Pb	23,06	20,35	30,49	10,89					2,06			3,01	32,22	24,11
Sb	29,17	8,01	30,72	51,45	69,64								13,06	26,12
Sn														
Ca		0,87				38,64	38,38	43,81	35,84	41,54	42,66	36,25		
Mg						0,34	0,39		0,36	0,22	0,45	0,44		
Si						0,09			0,15					
Fe	0,48		0,69											
Cu	3,68	0,78	1,90	0,67	0,63		0,37	0,38	0,27	0,29	0,29	0,34	1,54	1,95
Zn	1,40													0,72
Al														
W														
Na				0,73		0,44	0,98	0,46	0,53	0,48	0,84	1,25		
Cr														
Ni														
Zn														
Cl														
K														
Ti		0,94												
P														
Br														
S	7,74	2,34	8,72	20,31	27,19	0,27	0,76	0,69	0,52	0,40	0,61	0,79	4,88	9,17
O	6,69	22,94	5,51	4,70	2,53	60,22	59,12	54,20	60,26	57,06	55,15	55,63	21,31	11,16

4.1.11. YVX9PÇ Analizleri

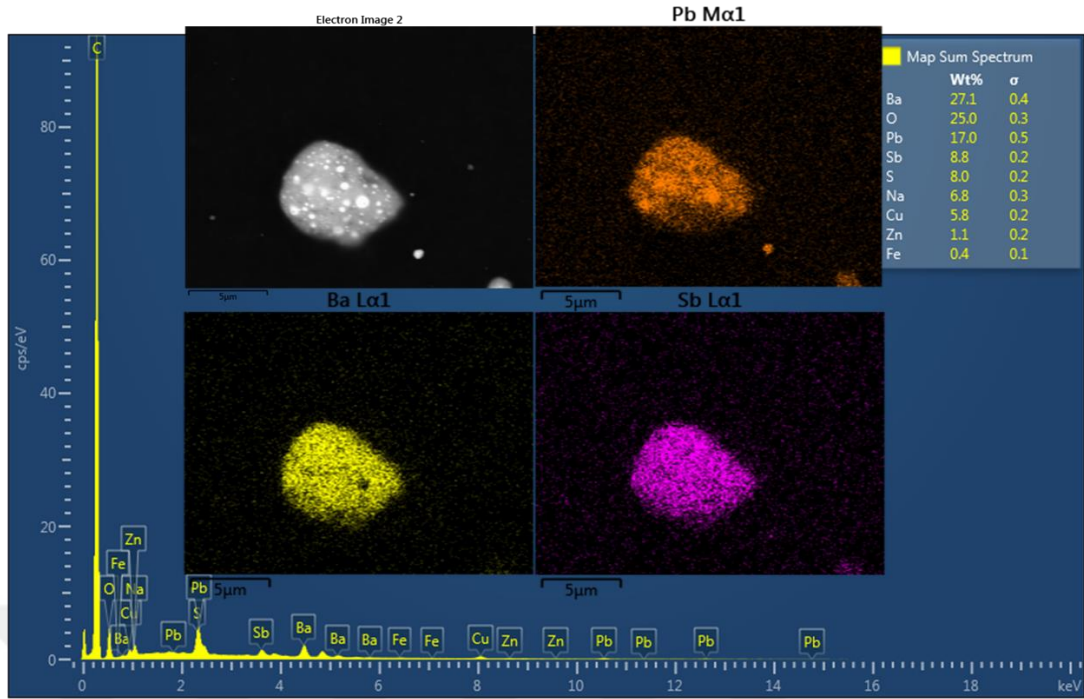
YVX9PÇ kodlu çekirdekli atış numunesi EI 1 BSE görüntüsünde yer alan spectrum 1 olarak etiketlenen düzensiz partikül yüksek oranda Pb elementi içermektedir. Spektrum 2 olarak etiketlenen partikül tipik bir GSR partikülü olarak görünmese de EDS sonuçları karakteristik GSR partikülü olduğunu göstermektedir. Spectrum 3 olarak etiketlenen ve tipik GSR partikülü olarak görünen partikül yüksek oranda Cu ve Pb içermektedir. Spectrum 7 olarak etiketlenen partikül ise karakteristik GSR partikülü olmakla birlikte Cu ve Na elementleri de içermektedir.



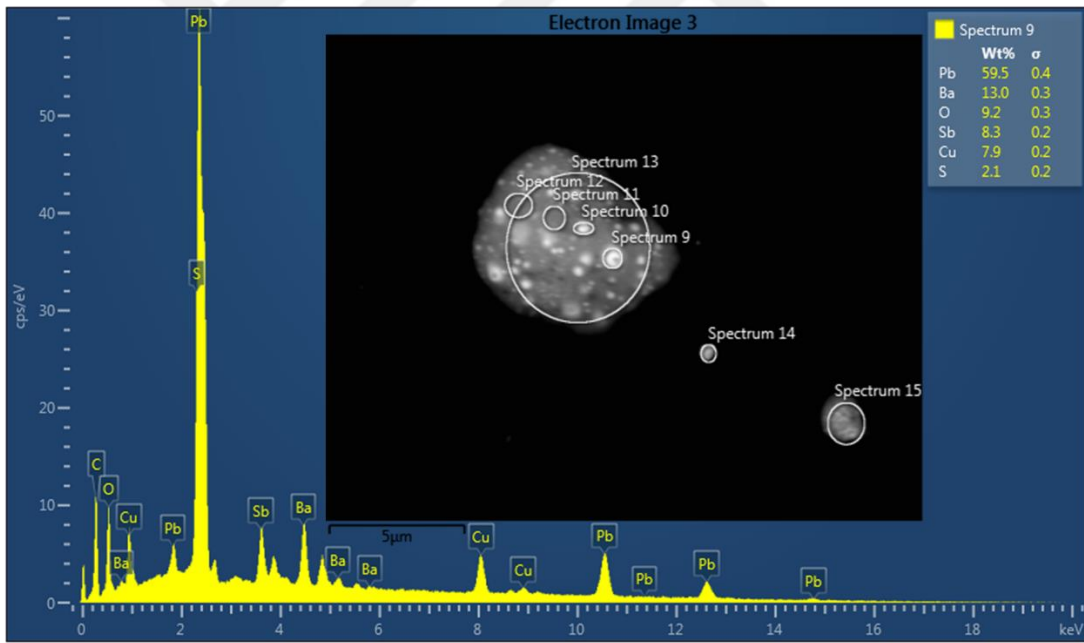
Şekil 4.46. YVX9PÇ EI1 BSE görüntüsü ve spectrum 1 partikülü EDS spektrumu

EI 1’de spectrum 2 olarak etiketlenen partikülün daha da büyütülmüş hali BSE görüntüsü ve Pb-Ba-Sb element haritaları karşılaştırıldığında BSE imajında parlak bölgelerin Pb açısından zengin olduğu görülmektedir. Karakteristik GSR partikülü Pb-Ba-Sb yanı sıra Na ve Cu elementleri de içermektedir.

EI3’de GSR partikülünün detaylı incelemesi yer almaktadır. Spectrum 9 ve 10 olarak etiketlenen parlak bölgelerin analizi Pb oranının yüksek olduğunu Spectrum 11 ve 12 olarak etiketlenen gri bölgelerin analizi ise Ba oranının yüksek olduğunu ortaya koymaktadır. Spectrum 14 partikülü %82 oranında Pb ve spectrum 15 ise %66 oranında Cu içermektedir.



Şekil 4.47. YVX9PÇ Numunesi karakteristik partikül element haritası ve EDS spektrumu



Şekil 4.48. YVX9PÇ Numunesi GSR partikülü detaylı analizi

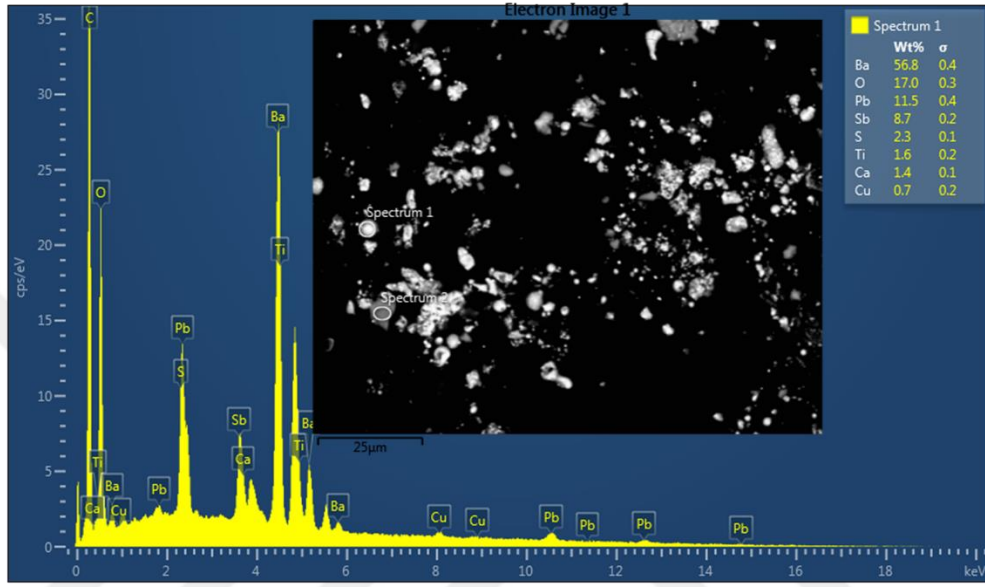
Tablo 4.12’de yer alan YVX9PÇ numuneleri EDS analizleri çok sayıda karakteristik partikül varlığını ortaya koydu. Karakteristik partiküllerin EDS spektrum sonuçlarına göre BA ve Pb elemnti oranı Sb elementine göre yüksektir. Cu elemnti yüksek olan partiküller aynı zamanda %10-20 oranında Pb içermektedir.

Tablo 4.12. YVX9PÇ Elektron görüntüsü 1 ve 3’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

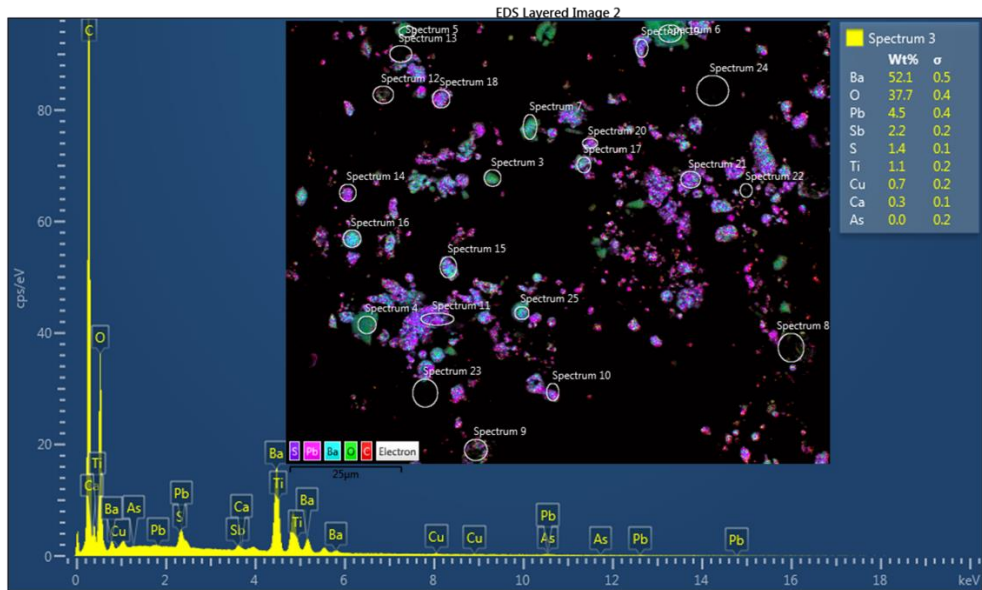
Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 3 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 5 % Kütle	Spectrum 6 % Kütle	Spectrum 7 % Kütle	Spectrum 9 % Kütle	Spectrum 10 % Kütle	Spectrum 11 % Kütle	Spectrum 12 % Kütle	Spectrum 13 % Kütle	Spectrum 14 % Kütle	Spectrum 15 % Kütle
Ba		38,57		36,18	38,89	27,32	19,83	12,95	29,73	39,46	4,75	40,60		1,62
Pb	65,95	21,71	14,69				9,68	59,53	33,54	18,56	19,03	22,55	81,76	18,43
Sb		12,70		1,74		10,91	4,41	9,29	11,92	12,73	13,26	12,93	2,31	1,35
Sn														
Ca	0,66		9,25	1,00	17,58	1,15	0,90							0,41
Mg														
Si										0,45	0,39			
Fe		0,54								0,39	0,53	0,49		
Cu	1,02	4,11	34,93	2,00	1,54	2,21	7,56	9,93	3,46	2,96	1,83	4,59	1,65	65,97
Zn		2,23					2,36		1,37	1,92	1,74	2,08		4,73
Al				20,27	1,06		3,35							
W														
Na	3,52		5,28	1,68	2,30	11,09	9,43						2,99	
Cr														
Ni														
Zn														
Cl														
K														
Ti														
P					0,57									
Br				7,89										
S		5,29	3,84	2,14	4,20	11,38	8,99	2,10	4,30	4,87	4,60	4,75		2,49
O	28,85	14,86	31,26	28,08	33,86	35,94	33,50	9,20	15,68	18,66	16,88	12,02	11,29	4,99

4.1.12. YVX9PK Analizleri

YVX9PK Numunesi SEM/BSE sonuçları Şekil 4.49ve Şekil 4.50’de yer almaktadır. EDS spektrumlarında N elementi yer almaktadır. N elementinin EDS ile kantitatif analizinin güvenli değildir. Ancak YVX9PK numunesi EDS analiz sonuçlarında N elementinin çok sayıda partikülün analizinde ortaya çıkmaktadır.



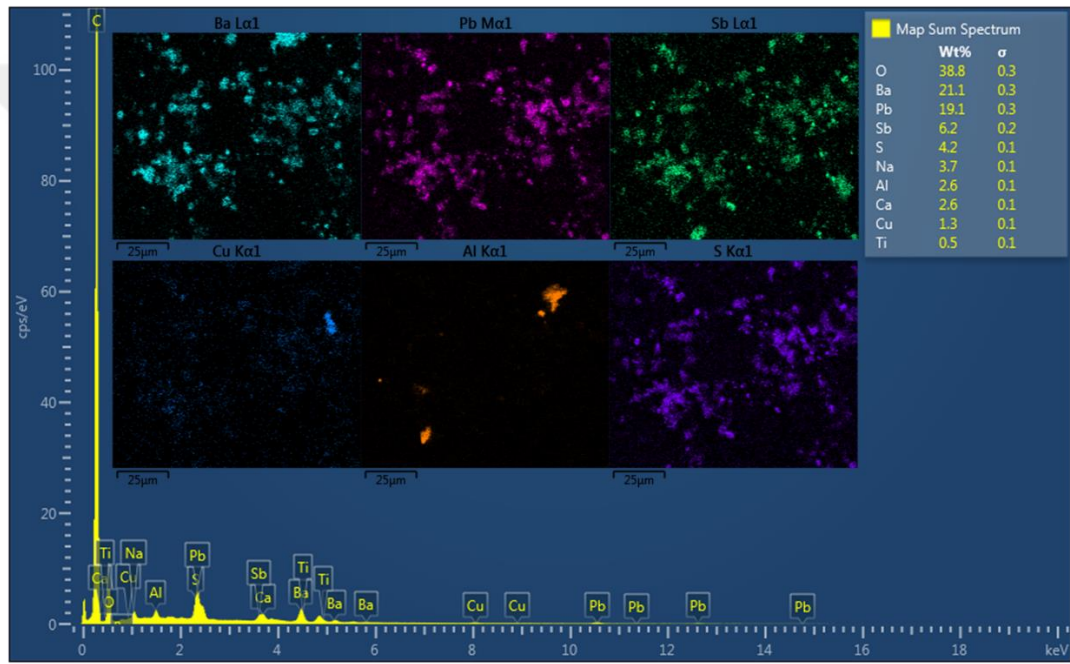
Şekil 4.49. YVX9PK Electron image 1 ve spectrum 1 EDS spektrumu



Şekil 4.50. YVX9PK Tüm elementleri içeren tabakalı element haritası ve EDS spektrumu

Şekil 4.51’de yer alan Ba, Pb, Sb ve S element haritaları benzerdir. Element haritasına ilişkin EDs spektrumuna göre Ba ve Pb miktarları birbirine yakındır. Sb miktarı ise görece düşüktür. Al element haritasına göre 20 µm çapa sahip bir partikül yer almaktadır ve Tablo 4.13’de yer alan EDS spektrumu sonuçlarına göre %70 oranında Al içermektedir. Bu partiküllerin %70 oranında Al içermesi Al₂O₃ (teorik Al % 52,9) olmadığını göstermektedir.

Tablo 4.13’de yer alan EDS spektrumu sonuçlarına göre Ba-Pb-Sb içeren karakteristik partiküller yanı sıra Ba, Ca-Ba-Pb ve BA-Pb içeren partiküller de yer almaktadır.



Şekil 4.51. YVX9PK Numunesi element haritası ve EDS spektrumu

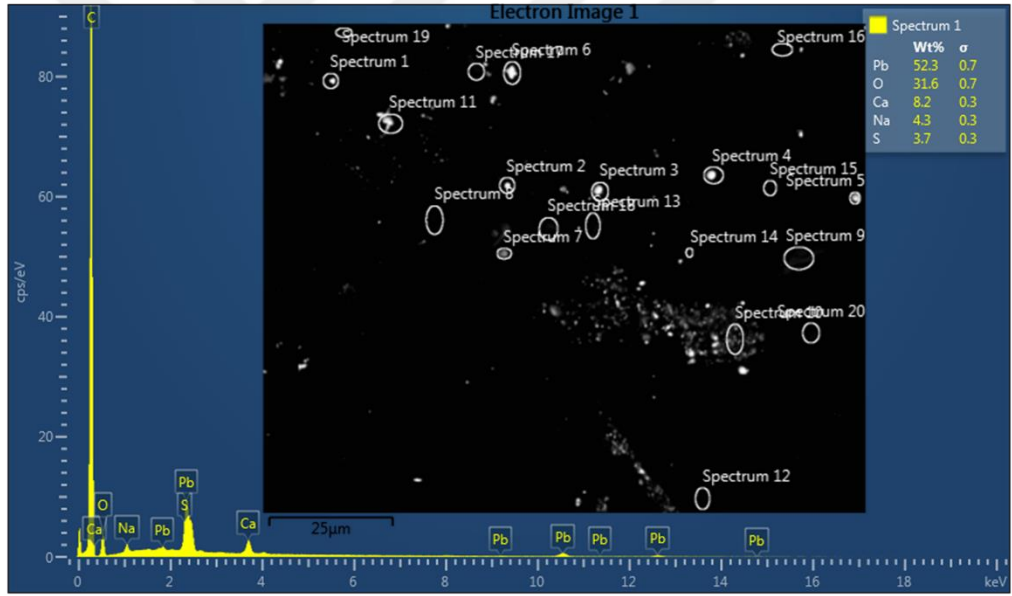
Tablo 4.13. YVX9PK Elektron görüntüsü 1 ve 2’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 3 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 5 % Kütle	Spectrum 6 % Kütle	Spectrum 7 % Kütle	Spectrum 8 % Kütle	Spectrum 9 % Kütle	Spectrum 10 % Kütle	Spectrum 11 % Kütle	Spectrum 22 % Kütle	Spectrum 14 % Kütle	Spectrum 15 % Kütle
Ba	56,77	61,91	52,06	61,23	7,22	50,99	45,56	5,44	7,22	23,46	24,68	3,98	6,11	
Pb	11,49	1,71	4,50	1,80	42,20	0,88	6,89	9,10	12,20	15,81	25,45	4,85		
Sb	8,73		2,22		0,73		2,32			36,00	26,72		1,30	
Sn														
Ca	1,37	0,30			0,37			31,54	32,33		3,85	31,10		
Mg								0,55	0,74					
Si				0,22				0,22						
Fe														
Cu	0,74		0,67	0,55	0,57			0,38			0,86		3,58	4,11
Zn														
Al													68,46	72,26
W														
Na								0,61				0,82		1,11
Cr														
Ni														
Zn														
Cl														
K														
Ti	1,60		1,11		0,83									
P														0,55
Br														
N				7,51	8,34	11,09	6,82							
S	2,26	0,32	1,43	0,49	0,81		0,66	0,83	1,13	15,65	8,91	0,89	2,11	1,62
O	17,04	28,43	37,67	28,19	38,77	37,04	36,33	51,35	46,39	9,08	9,53	58,35	18,45	20,34

4.1.13. FIO12D Analizleri

FIO12D kodlu FIOCCHI-12-ITALY dolu atış sonuçlarına ilişkin Şekil 4.52 ve Şekil 4.53’de yer alan SEM/BSE ve Tablo 4.14’de yer alan EDS sonuçları incelendiğinde tabanca atışlarına kıyasla çok sayıda Pb partikülü olduğu gözlemlendi. Uzun namlulu atışta kurşundan ibaret ve saçmalardan kaynaklı olduğu düşünülen partiküller kısa namlulu tabanca atışları sonuçlarına göre oldukça fazladır.

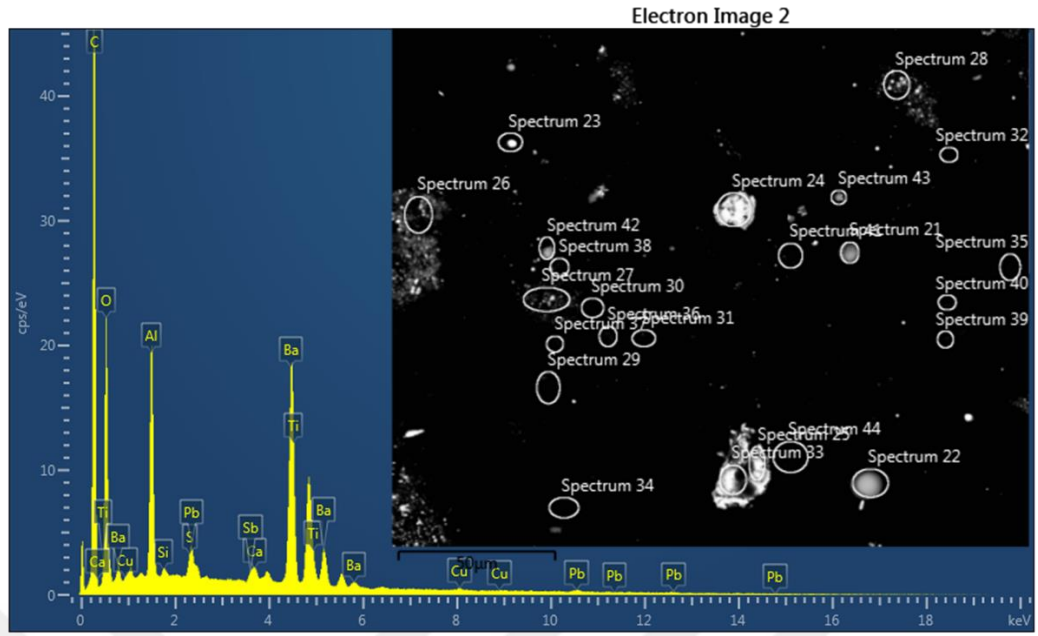
EI1’de spectrum 4 olarak etiketlenen küresel partikülün analizinde yüksek oranda Pb elementinin yanı sıra Ca elementi de yer almaktadır. Spectrum 7 partikülü ise yüksek oranda Ba elementi yanı sıra Cu elementi de içermektedir. Ca-Mg-Si-Fe içeren partikül (spectrum 9) yer almaktadır. Yüksek derişimde CA ve O elementleri içeren partikülün CaO olduğu değerlendirilmekte olup çok sayıda yer almaktadır. Kuresl olan spectrum 22 olarak etiketlenen partikül yüksek oranda Ba içermektedir.



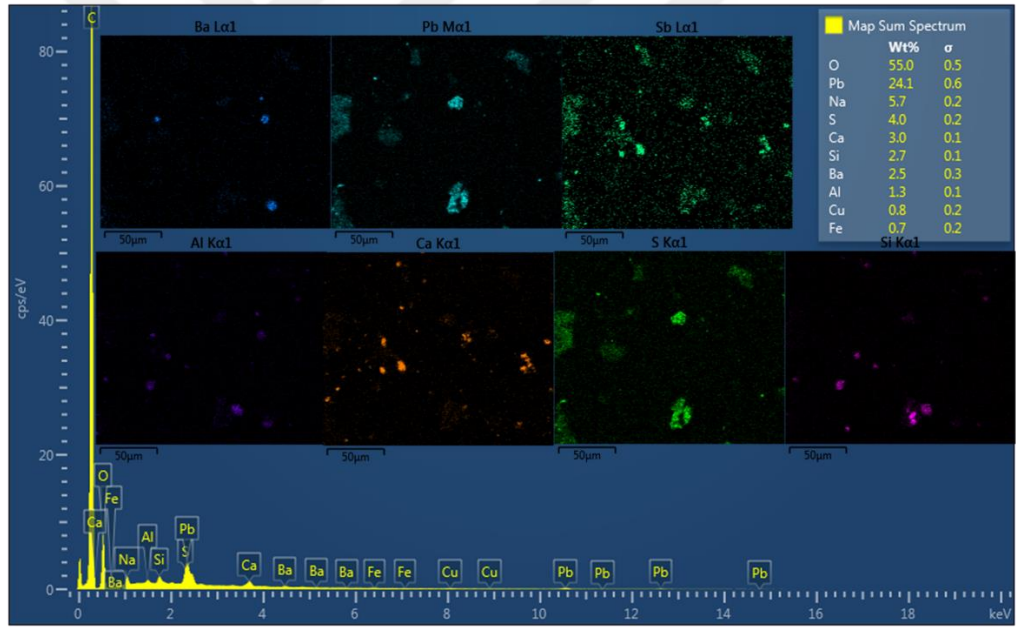
Şekil 4.52. FIO12D EI1 ve spectrum 1 partikülü EDS spektrumu

Şekil 4.53’de yer alan EI2 BSE haritasında yer alan ve spectrum 21 ve 22 olarak etiketlenen tipik GSR partikülü olarak görülen küresel gri renkli partiküllerin Ba içerdiği, Pb ve Sb içermediği bulundu.

Şekil 4.54’de yer alan element haritalarına göre Pb, Sb ve S haritaları benzerlik göstermektedir. Pb içeren partiküller 20-30 µm boyuta sahiptir.



Şekil 4.53. FIO12D EI2 ve spectrum 21 partikülü EDS spektrumu



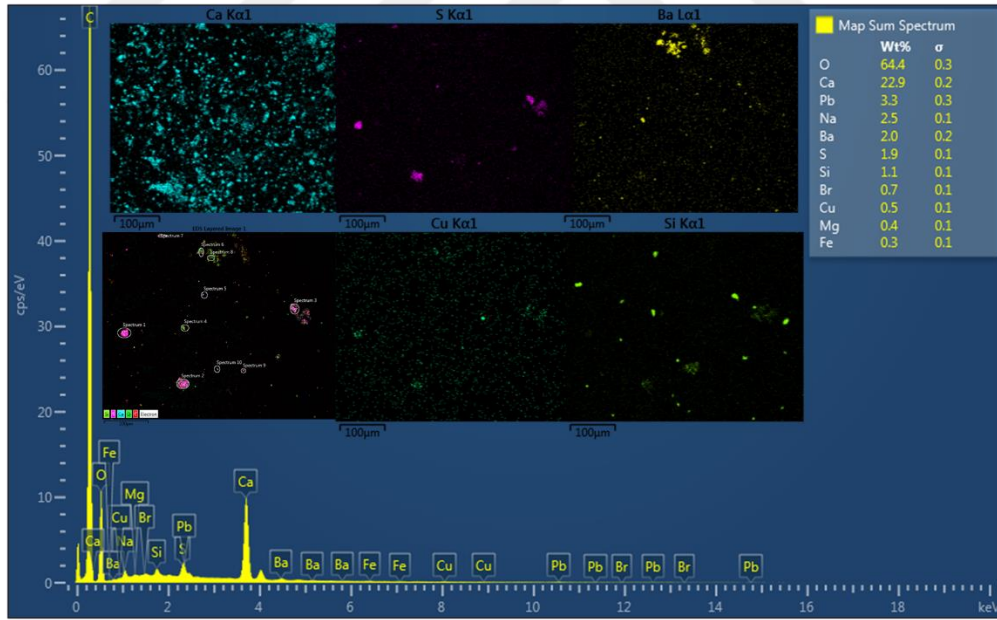
Şekil 4.54. FIO12D Element haritası ve EDS spektrumu

Tablo 4.14. FIO12D Elektron görüntüsü 1 ve 2’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

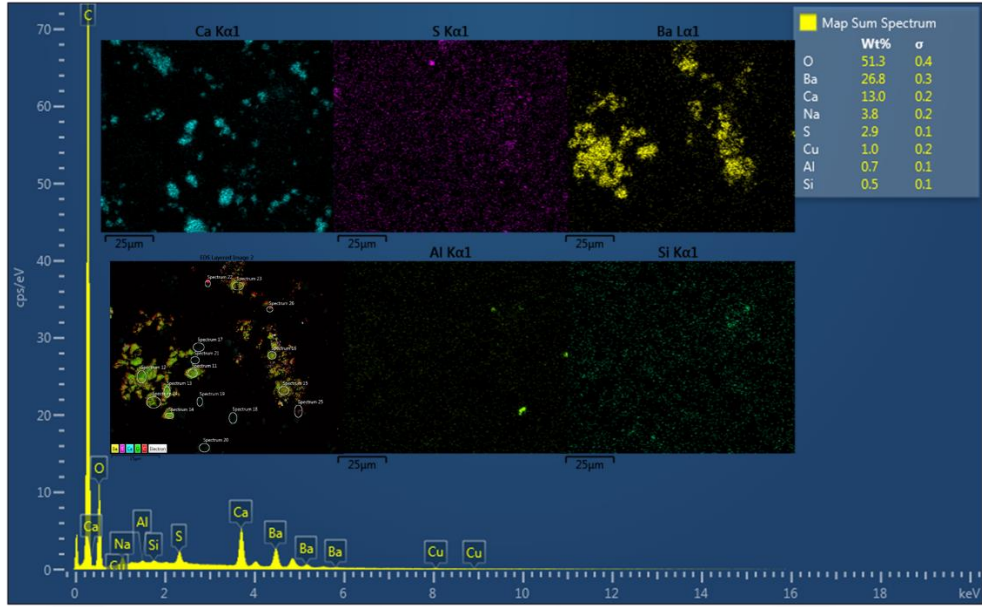
Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 6 % Kütle	Spectrum 7 % Kütle	Spectrum 9 % Kütle	Spectrum 10 % Kütle	Spectrum 12 % Kütle	Spectrum 13 % Kütle	Spectrum 22 % Kütle	Spectrum 24 % Kütle	Spectrum 26 % Kütle	Spectrum 27 % Kütle	Spectrum 28 % Kütle
Ba					49,86		2,36			56,96		3,75	4,67	3,37
Pb	52,33	67,39	47,16	73,91			42,25				76,91	65,09	62,36	65,83
Sb							6,29				2,17	10,47	11,39	9,13
Sn														
Ca	8,18		16,94	1,31	1,10	3,95		40,50	42,73	0,70	1,24			
Mg			0,65			11,08		0,43	0,63		0,51	0,35		
Si			0,64		3,31	24,84	36,22		0,14	4,44	2,01	1,36		
Fe					1,17	16,34			0,38	0,47	0,91			
Cu		1,52		1,09	0,76		0,67			0,58	0,69	0,88		0,99
Zn									0,38					
Al			0,36		17,61	1,36				12,33	0,85	1,05	2,01	
W														
Na	4,26	4,82	1,57	2,62			1,38	1,44	0,77			2,12	3,27	2,84
Cr														
Ni														
Zn														
Cl														
K										0,35				
Ti						0,24								
P									0,29					
Br														
N														
S	3,67				2,30			0,96	0,63	0,91		2,58		
O	31,56	26,27	32,68	21,08	23,89	41,58	10,83	56,67	54,04	23,36	14,71	12,35	16,30	17,83

4.1.14. FIO12K Analizleri

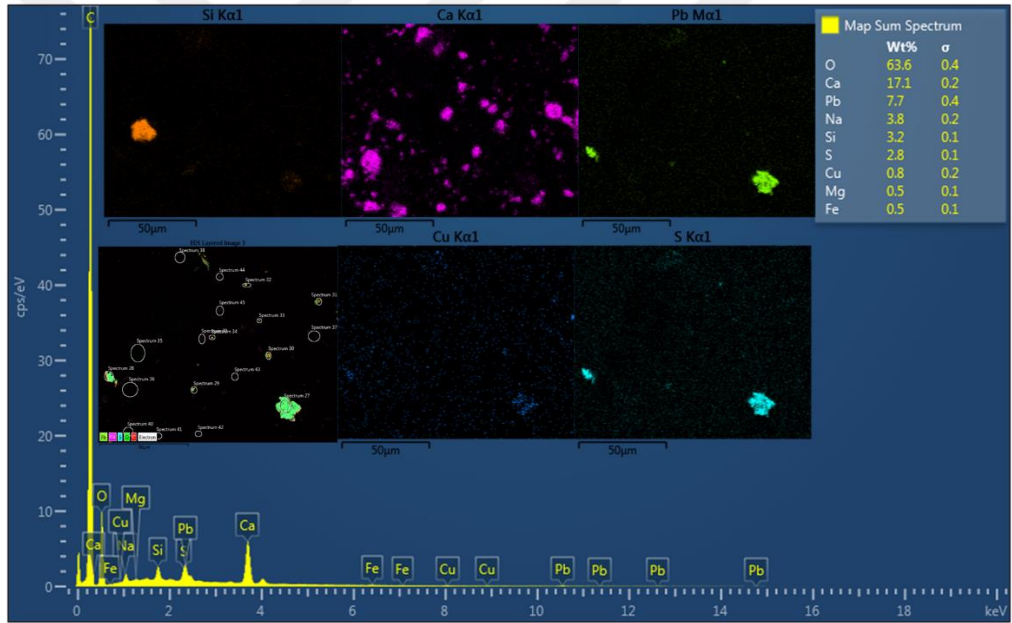
Şekil 4.55, Şekil 4.56 ve Şekil 4.57’de element haritaları ve ilgili EDS spektrumları yer almaktadır. Element haritalarında derişimin çok düşük olması sebebi ile Sb yer almamaktadır. FIO12K kodlu FIOCCHI-12-ITALY Kapsül atışı ICP-MS sonuçlarına göre Ba, Pb ve Sb elementi harici elementlerin derişimleri oldukça düşüktür. Element haritalarında düşük derişime sahip elementler otomatik olarak yer almamaktadır. Ancak haritalama ilişkin EDS spektrumları incelendiğinde Pb ve Sb olduğu görülmektedir. Element haritalarında çok miktarda Ca elementinin varlığı dikkati çekmektedir. SEM haritalamalarında büyütme oranına bağılı olarak 100-200 µm en ve boya sahip alanlar taranmaktadır. Bu nedenle tek bir element haritası numunenin tamamını temsil etmemektedir. Şekil 4.55 ve Şekil 4.56’da Pb ve Sb element haritası yer almaz iken Şekil 4.57’de yer alan element haritasında Ba ve Sb yer almamaktadır. Element haritalarında Ba ve Pb elementlerinin kümeleştiği söylenebilir. Ca elemnti ise dağılık halde her üç element haritasında da yer almaktadır. S element haritasına göre de kümeleşme bulunmaktadır.



Şekil 4.55. FIO12K EI1 Element haritaları ve EDS spektrumu



Şekil 4.56. FIO12K EI2 Element haritaları ve EDS spektrumu

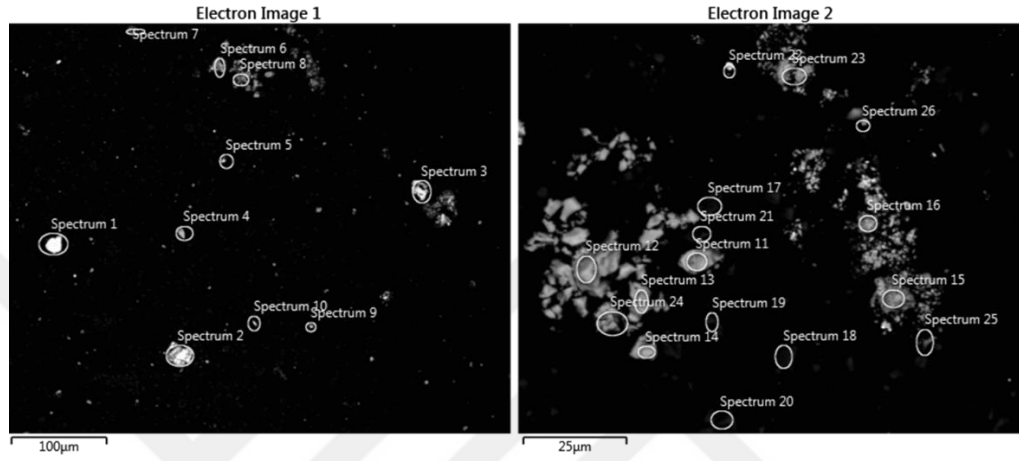


Şekil 4.57. FIO12K EI2 Element haritaları ve EDS spektrumu

Şekil 4.58’de EI1 ve EI2 BSE görüntüleri yer almaktadır. EI1 daha dağınık iken EI2 düzensiz ve kümeleşmiş partiküllerden oluşmaktadır. Partiküllerin EDS spektrumuna göre Ba-Pb-Sb içeren karakteristik partikül sayısı oldukça azdır. FIO12K numunesinde Sb oranının düşük olması sebebi ile olabilir. Ancak numunede kümeleşmelerin yaygın olması Sb elementinin analizi yapılmayan bir bölgede kümeleşmiş olarak kalmış olabileceğini de ortaya koymaktadır.

Tablo 4.15’de yer alan EDS spektrumlarına göre Pb içeren partikül sayısı oldukça fazladır. Çok az sayıda Sb içeren partiküle rastlanmıştır. ICP-MS sonuçlarına

göre Ba, Pb ve Sb elementi harici elementlerin derişimleri oldukça düşük. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 2,78, 18,24 ve 6,54. ICP-Ms sonuçları da Ba ve Pb elementlerine göre Sb elementinin daha az yer aldığını göstermektedir. Cu elemnti %0,5-1 oranında yaygın olarak yer almaktadır. Yüksek oranda Cu içeren partikül bulunamamıştır. Sb elementinin yanı sıra S elementinin de miktarının düşük olması ilgi çekicidir.



Şekil 4.58. FIO12K Elektron image 1 ve 2

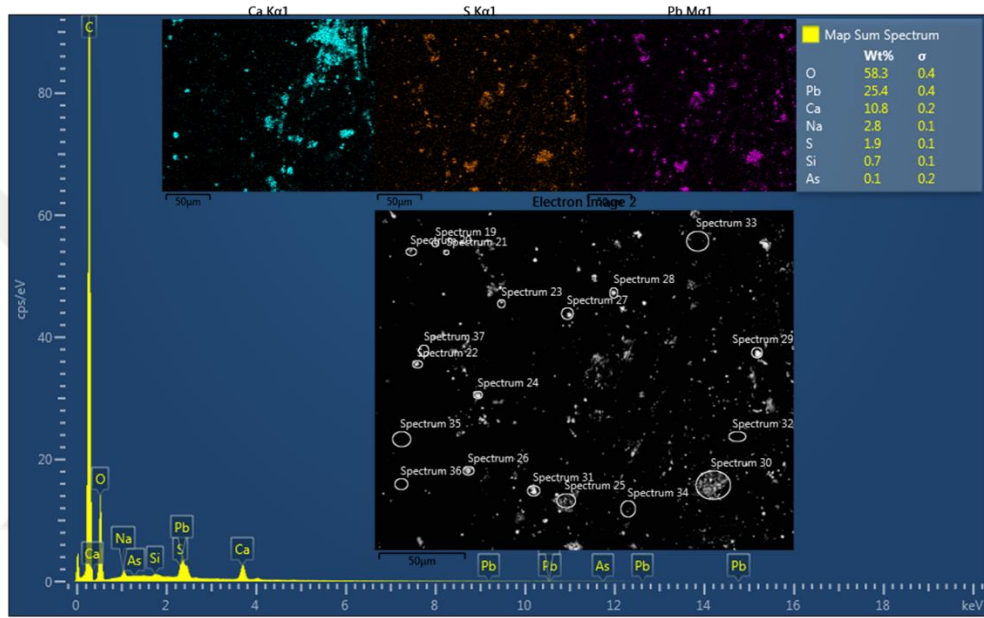
Tablo 4.15. FIO12D Elektron görüntüsü 1 ve 2’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 5 % Kütle	Spectrum 6 % Kütle	Spectrum 7 % Kütle	Spectrum 8 % Kütle	Spectrum 11 % Kütle	Spectrum 12 % Kütle	Spectrum 13 % Kütle	Spectrum 17 % Kütle	Spectrum 18 % Kütle	Spectrum 22 % Kütle	Spectrum 24 % Kütle
Ba			36,92	9,86	57,79	2,87	64,65	55,65	45,49	52,24			1,72	71,42
Pb	60,99	68,71	6,82		10,06	43,50							59,66	
Sb				25,73	4,67	9,66							2,19	
Sn														
Ca	10,71	2,97	13,13	15,24	0,73	12,15		0,40	0,23		37,98	42,90	0,76	
Mg		0,63									0,34	0,40		
Si	0,59	2,69											1,15	
Fe		0,79												
Cu	1,53	0,89	0,69	0,81	0,53	0,70	0,59	0,38	0,33	0,39	0,34			
Zn														
Al		1,11		1,87	1,33									
W														
Na	1,19	0,71	1,65	3,75		1,80					0,54		4,67	
Cr														
Ni														
Zn														
Cl														
K														
Ti					1,30			1,38	0,95					1,78
P														
Br														
N							7,17	10,91	12,39	11,08				
S			1,39	9,51	1,65	2,15					0,24		2,64	1,39
O	24,99	21,50	39,40	33,21	21,93	27,16	26,75	31,27	40,61	36,29	60,56	56,60	27,20	25,42

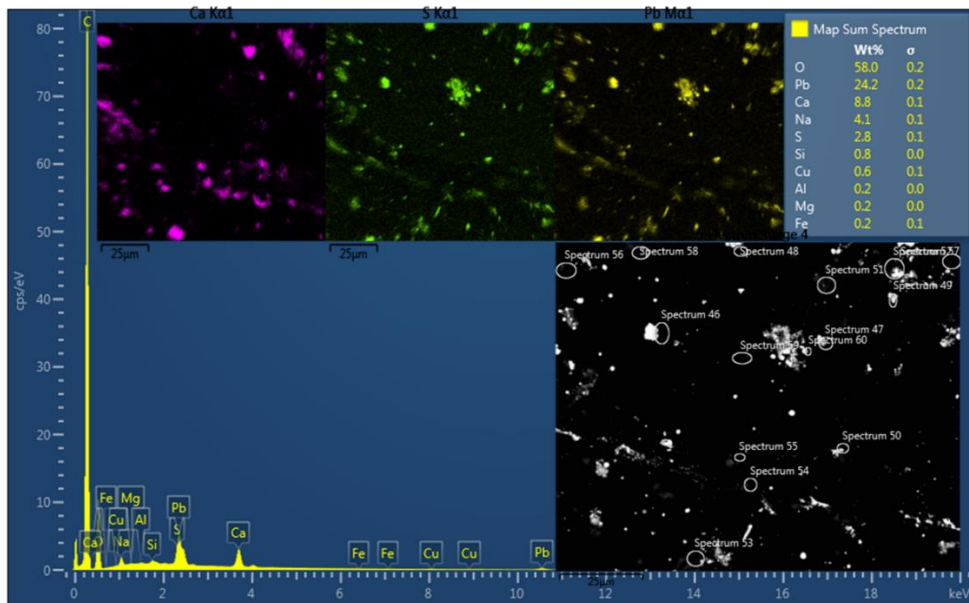
4.1.15. NOB12D Analizleri

NOB12D kodlu NOBEL-12-SPORT Kapsül atışı sonuçlarında dolu atış element haritalarında Ba ve Sb yer almamaktadır. Ancak partiküllerin analizinde

EDS analizinde çok sayıda yüksek oranda Pb ve %2 civarında Sb içeren partikül bulundu. Sadece Ba ve Sb içeren partikül yer almamaktadır. Ba-Pb-Sb içeren karakteristik partikül sayısı 1 dir. Yakın atışa rağmen uzun namlulu silahta karakteristik partikül bulmak zor olmuştur.

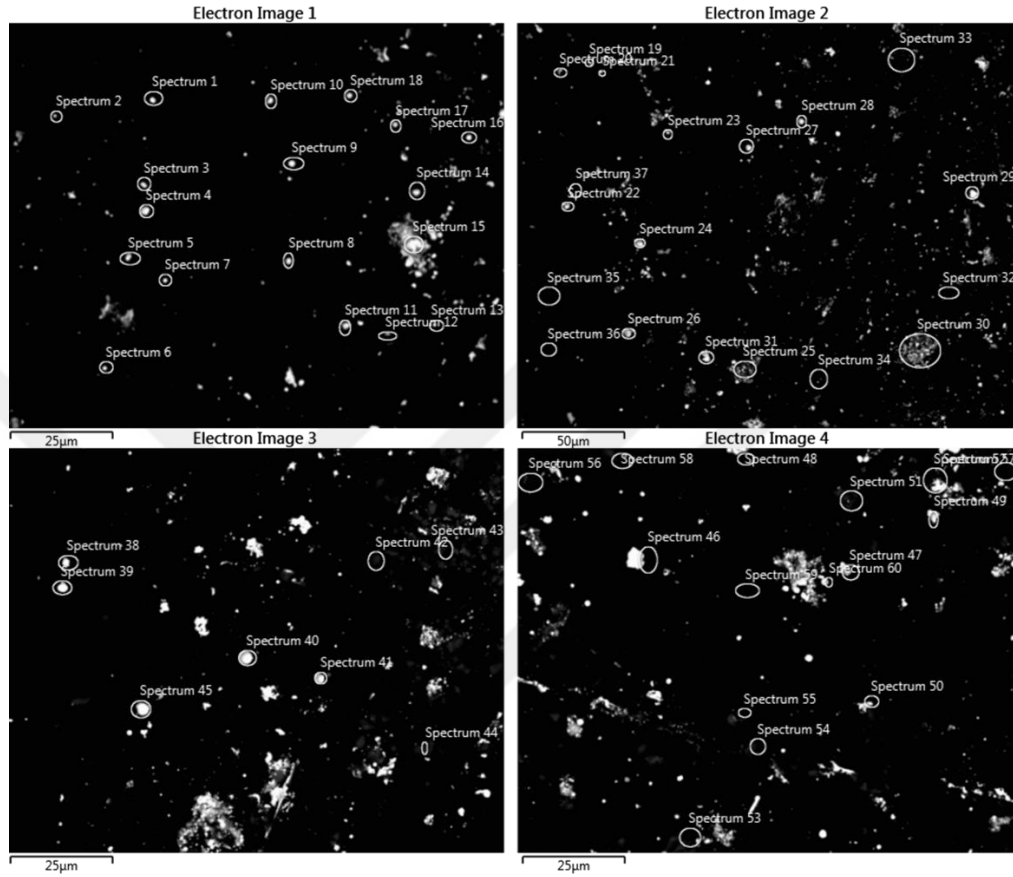


Şekil 4.59. NOB12D EI2 BSE, element haritaları ve EDS spektrumu



Şekil 4.60. NOB12D EI4 BSE, element haritaları ve EDS spektrumu

Şekil 4.61’de BSE görüntüleri ve Tablo 4.16’da EDS spektrumları yer almaktadır. BSE görüntülerine göre yer yer kümeleşmeler yer almaktadır. FIOCCHI marka mühimmata göre Ba içeren partikül sayısı oldukça az bulundu. Yüksek oranda Pb ile birlikte %1-2 oranında Sb içeren çok sayıda partikül bulunmaktadır.



Şekil 4.61. NOB12D EI1, EI2, EI3 ve EI4 BSE görüntüleri

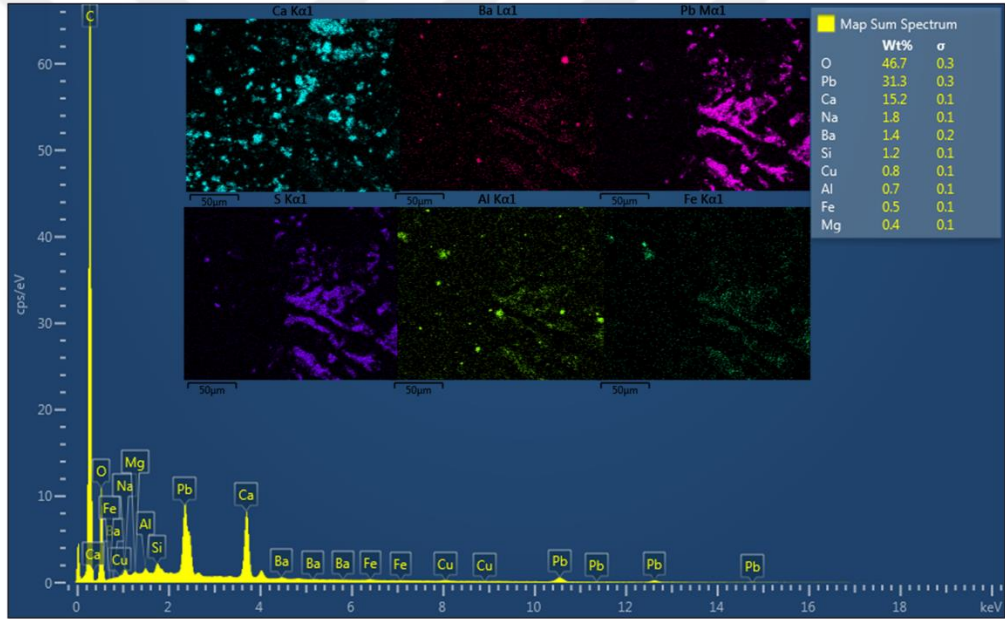
Tablo 4.16. NOB12D Elektron görüntüsü 1 ve 2’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 3 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 10 % Kütle	Spectrum 22 % Kütle	Spectrum 24 % Kütle	Spectrum 30 % Kütle	Spectrum 32 % Kütle	Spectrum 33 % Kütle	Spectrum 38 % Kütle	Spectrum 46 % Kütle	Spectrum 50 % Kütle	Spectrum 51 % Kütle
Ba					15,28			1,43						
Pb	69,69	72,03	79,52	87,75	57,33	83,95	92,35	84,23	1,35	4,24	69,03	85,80	50,37	91,16
Sb	1,78	2,80	1,54	2,74		3,19	1,70	3,51			1,53	1,43		1,86
Sn														
Ca					5,36				39,21	42,75			16,87	
Mg									0,34	0,29				
Si										0,20				
Fe														
Cu						0,21					1,43	1,04	0,75	0,73
Zn														
Al														
W														
Na	4,26	3,77	2,55	1,07	1,25	1,28		0,92			4,54	1,24	0,55	0,82
Cr														
Ni														
Zn														
Cl														
K														
Ti														
P														
Br														
N														
S	2,58													
O	21,69	21,40	16,40	8,44	20,79	11,37	5,94	9,92	59,09	52,51	23,46	10,48	31,47	5,42

4.1.16. NOB12K Analizleri

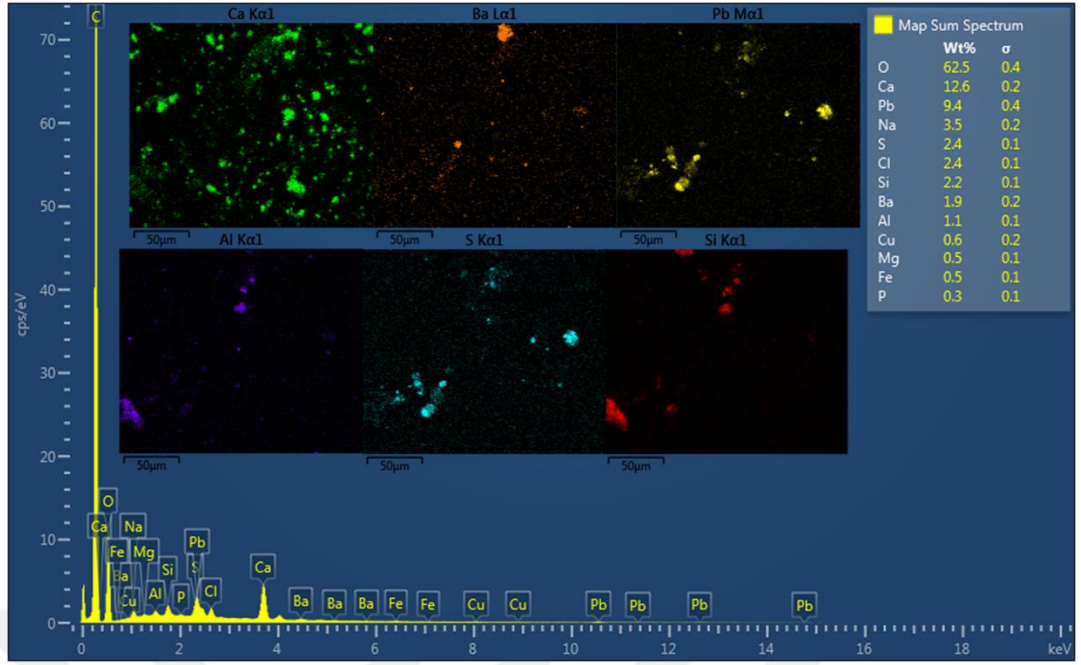
NOB12K kodlu NOBEL-12-SPORT kapsül atışı sonuçları Şekil 4.62, Şekil 4.63, Şekil 4.64 ve EDS spektrum sonuçları Tablo 4.17’de yer almaktadır. Element haritalarında Sb yer almamaktadır. ICP-MS sonuçlarına göre de Sb oranı düşüktür. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 1,78, 13,88 ve 7,25. Element haritasları EDS sonuçlarına göre %0,5 oranında Cu yer almaktadır. Ancak ICP-MS sonuçlarında Cu yer almamaktadır.

Şekil 4.62’de yer alan element haritalarına göre elementler kütle halinde yayılmış olarak bulunmaktadır. Yüksek Pb oranının dolu atışta yer alan saçmalardan kaynaklandığı söylenebilir. Ca elementi tüm alanda dağılmış halde bulunmaktadır.

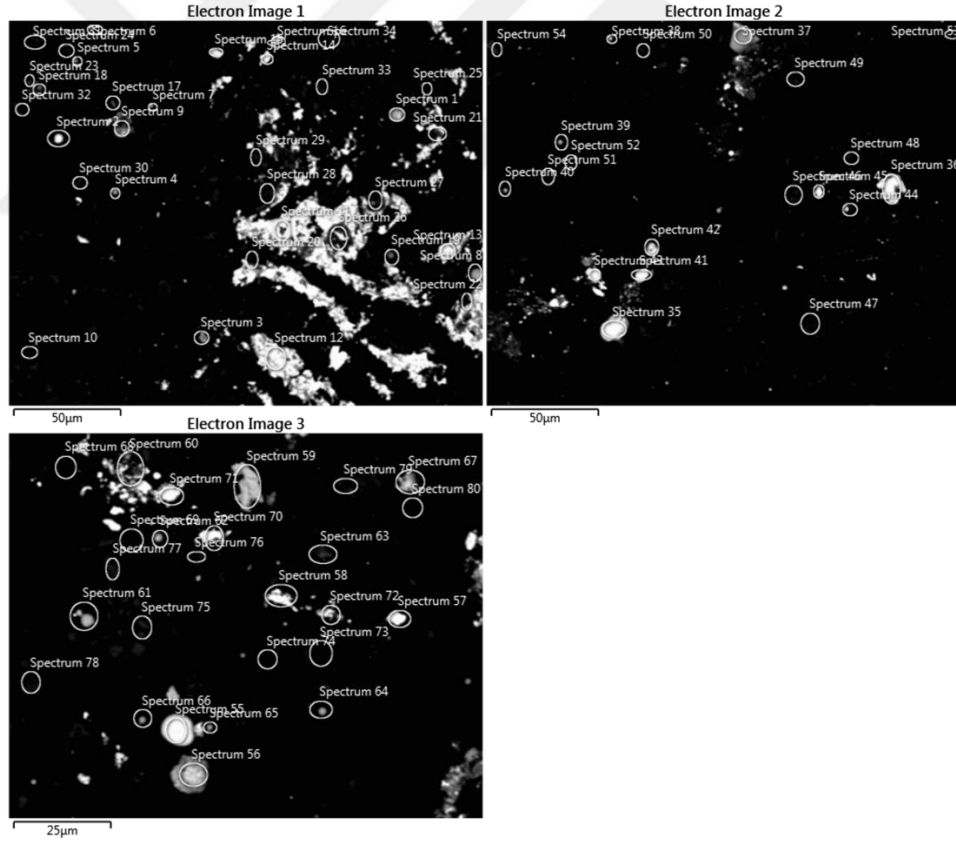


Şekil 4.62. NOB12 EI1’e ilişkin element hartası ve EDS spektrumu

Şekil 4.63’de yer alan element haritalarına göre kümeleşmiş Si parçacıkları yer almaktadır. Ca partikülleri küçük ve dağılmış halde yer almaktadır. Pb ve S element haritalarının benzer olması partiküllerde Pb ve S elementlerinin beraber yer aldığını göstermektedir.



Şekil 4.63. NOB12 EI2'e ilişkin element hartası ve EDS spektrumu



Şekil 4.64. NOB12 EI1, EI2 ve EI3 BSE görüntüleri

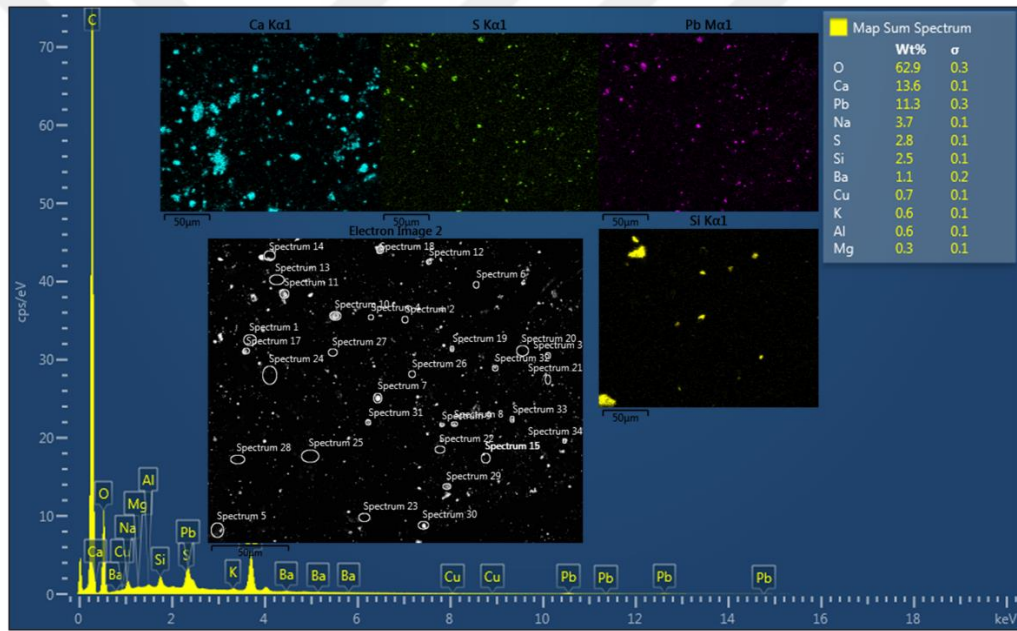
Tablo 4.17. NOB12K Elektron görüntüsü 1, 2 ve 3’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 3 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 5 % Kütle	Spectrum 6 % Kütle	Spectrum 7 % Kütle	Spectrum 8 % Kütle	Spectrum 11 % Kütle	Spectrum 37 % Kütle	Spectrum 42 % Kütle	Spectrum 50 % Kütle	Spectrum 59 % Kütle	Spectrum 64 % Kütle
Ba	45,20	4,17	33,59	33,63	51,23	33,63	48,46	40,47		71,06	50,23			22,53
Pb	9,08		8,79					9,29	70,09	5,91	18,55			
Sb	2,57	50,96	3,95				16,91	3,75			3,26			
Sn														
Ca	1,01		2,35	10,64	1,97			1,48	7,79	0,32	0,35	41,87	0,41	20,54
Mg									0,30			0,43		
Si			0,61		7,44				1,14	0,52		0,12		
Fe			0,39		1,14			7,80	0,71					
Cu			0,86	0,45	1,05			0,64	0,93	0,63	0,78		69,11	
Zn													23,84	
Al	1,62	0,83	15,35	13,05	1,02	17,20	4,92	14,02	0,38	0,79	2,46			13,43
W														
Na		3,75	2,48			3,55	4,04		0,35			0,48		
Cr														
Ni														
Zn														
Cl														
K					0,23									
Ti			0,84		1,42						1,19			
P														
Br			6,61	7,48		9,81								
N	7,79									4,18				
S	0,60	20,66	1,20	1,00	1,83	3,65	3,34			0,33	1,92	0,21	0,89	1,73
O	32,13	19,09	22,97	33,71	32,67	32,17	22,33	22,55	18,31	15,59	21,26	56,88	5,18	41,78

4.1.17. GFS12D Analizleri

GFS12D Kodlu GFS-12 dolu atışına ilişkin SEM/BSE görüntüsü ve element haritası Şekil 4.65’de ve BSE görüntüleri Şekil 4.66’da yer almaktadır. Element haritasında Ba ve Sb yer almamaktadır. Haritaya ilişkin EDS spektrumuna göre haritalanan alan %1 oranında Ba elementi içermektedir. Düşük derişimden dolayı Ba element haritası yer almamaktadır. EDS sonuçlarına göre diğer mühimmatlardan farklı olarak K içermektedir. Kapsül atışları ICP-MS sonuçlarında Sn varlığı tespit edildi. SEM/EDS sonuçlarında da Sn içeren partiküller (spectrum 9 etiketli) bulundu.

Pb element haritasına göre Pb içeren partiküller dağılmış halde bulunmaktadır. Pb ve S haratılarının benzerliği Pb ve S elementlerinin aynı partikülde bulunduklarını göstermektedir.

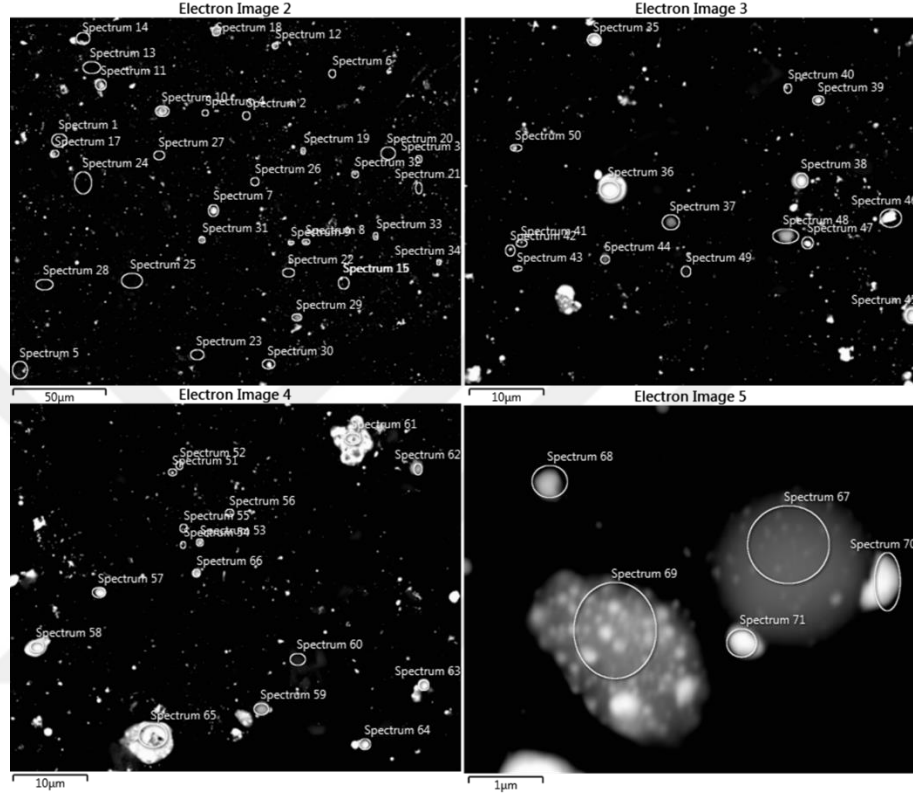


Şekil 4.65. GFS12D BSE görüntüsü ve element haritası

Şekil 4.66’de yer alan EI1 daha ziyade küçük partiküller içermektedir. EI2 ve EI3’de 5µm boyuta kadar partiküller yer almaktadır. EI4’de büyütme oranı yüksektir ve Ba partikülleri üzerindeki Pb partikülleri daha parlak şekilde görülmektedir.

BSE görüntülerinde yer alan partiküllerin EDS analizi sonuçlarına göre yüksek oranda Ca elementi içeren partikül sayısı oldukça fazladır. FIOCHI ve NOBEL marka kartuşlara göre daha yüksek miktarda Sb ve S yer almaktadır. GSR karakteristik ve tutarlı partiküllerin %1 civarında Cu elementi içerdiği görülmektedir. Tüm partiküllerde Na elementi gözlemlendi. Yüksek oranda Pb içeren partiküller küresel

haldedir. GFS12K kodlu kapsüllere ait ICP-MS sonuçlarında potasyum yer almamaktadır. Ancak dolu atış olan GFS12D EDS analizlerinde çok sayıda yüksek derişimde K içeren partikül bulundu. Tablo 4.18 incelendiğinde %8 üzerinde K içeren partiküller Ba, Pb yada Sb içermemektedir. K zengin partiküllerin barut tarafından oluşturduğu değerlendirilmektedir.



Şekil 4.66. GFS12D EI2, EI3, EI4 ve EI5 BSE haritaları

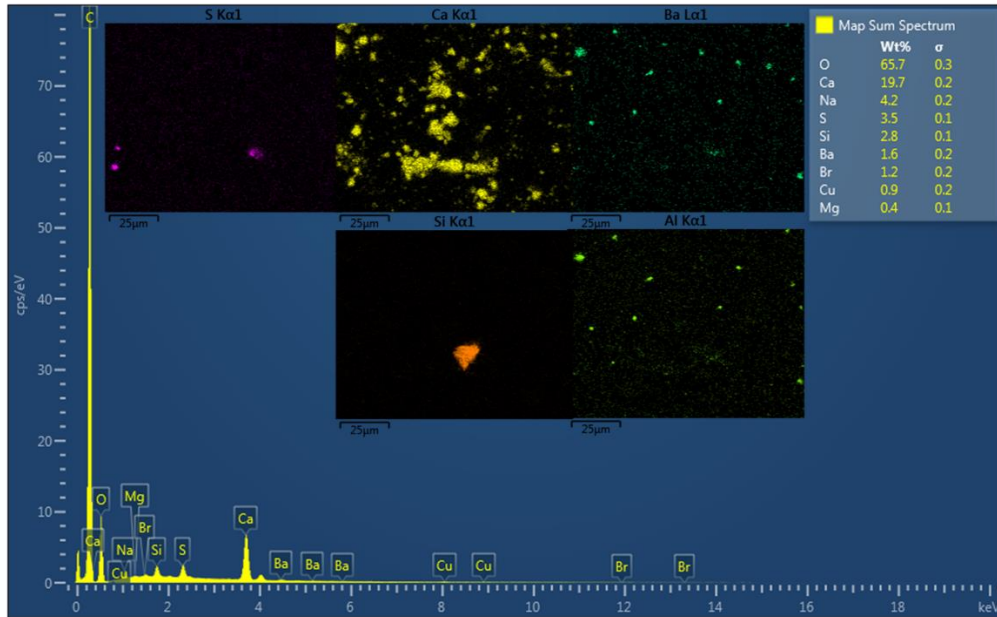
Tablo 4.18. GFS12D Elektron görüntüsü 2, 3, 4 ve 5’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 3 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 7 % Kütle	Spectrum 8 % Kütle	Spectrum 9 % Kütle	Spectrum 10 % Kütle	Spectrum 11 % Kütle	Spectrum 36 % Kütle	Spectrum 37 % Kütle	Spectrum 44 % Kütle	Spectrum 67 % Kütle	Spectrum 70 % Kütle
Ba						1,62		19,65	14,24		25,70	40,64	32,51	8,73
Pb					77,33	76,66	89,77	37,61	47,57	94,16	9,82		3,46	58,24
Sb					1,98	4,67	3,01	13,75	13,29	2,24	5,12	1,14	1,18	6,11
Sn								1,05						
Ca	29,79		15,81	11,74	0,92	1,49		2,53			4,69	1,33	1,11	1,33
Mg	0,38		0,60	0,44										
Si		0,29	0,30	0,43					2,34				0,48	
Fe												0,48	0,38	
Cu					1,25	0,88	0,93	0,52	0,97	1,08	0,84			1,03
Zn														
Al								3,32	1,91		17,95	18,26	24,39	5,15
W														
Na	1,58	1,77	1,23	3,51	1,57	1,23	0,53	1,59	2,21		2,46	2,73	4,12	2,09
Cr														
Ni														
Zn														
Cl														
K	8,86	34,91	20,35	20,55	0,95									
Ti												1,30	0,81	
P				0,44										
Br														
N														
S	1,08	1,43	0,86	2,93				3,06	4,41		3,13	2,10	0,41	
O	58,36	61,60	60,85	59,96	16,00	13,45	5,76	16,91	13,06	2,53	30,29	32,02	31,14	17,32

4.1.18. GFS12K Analizleri

GFS12K kodlu GFS-12 Kapsül atışı sonuçları Şekil 4.67, Şekil 4.68 ve Şekil 4.69'da yer almaktadır. Şekil 4.67 ve Şekil 4.68'de yer alan element haritalarında Pb yer almamaktadır. Ancak Her üç element haritasında Ba yer almaktadır. Element haritalarına ilişkin EDS spektrumları incelendiğinde Ca miktarı üç şekilde de yüksektir. Element haritaları örneğin tümünü temsil etmemektedir. EI2 200x200 µm alan içermektedir. EI1, EI3 ve EI4 ise 150x150 µm alanı kapsamaktadır. Oldukça küçük olan bu alanlarda farklı bileşimler yer almaktadır. EI1, EI2, EI3 ve EI4 aynı bileşime sahip değildir. EI2 ve EI3'de Ba ve Sb oranları yüksektir.

Şekil 4.67'de yer alan element haritalarında Ca miktarı Ba ve Sb miktarından oldukça yüksektir. Ba ve Sb haritaları benzememektedir. Ba ve Sb aynı partikül içinde yüksek oranda bulunmamaktadır. Ancak Sb ve S element haritaları kısmen benzerdir. Bazı partiküllerde Sb ile beraber yüksek oranda S yer almaktadır. 10 µm büyüklüğe sahip EI1 BSE görüntüsünde spectrum 11 olarak etiketlenen partikülün SiO₂ olduğu değerlendirilmektedir. Al içeren partiküller dağınık halde bulunmaktadır. Element haritalarına ilişkin EDS spektrumu sonuçlarında Al yer almamaktadır. Ancak ICP-MS sonuçları yüksek oranda Al içermektedir.



Şekil 4.67. GFS12K EI1 BSE görüntüsüne ilişkin eElement haritaları ve EDS spektrumu

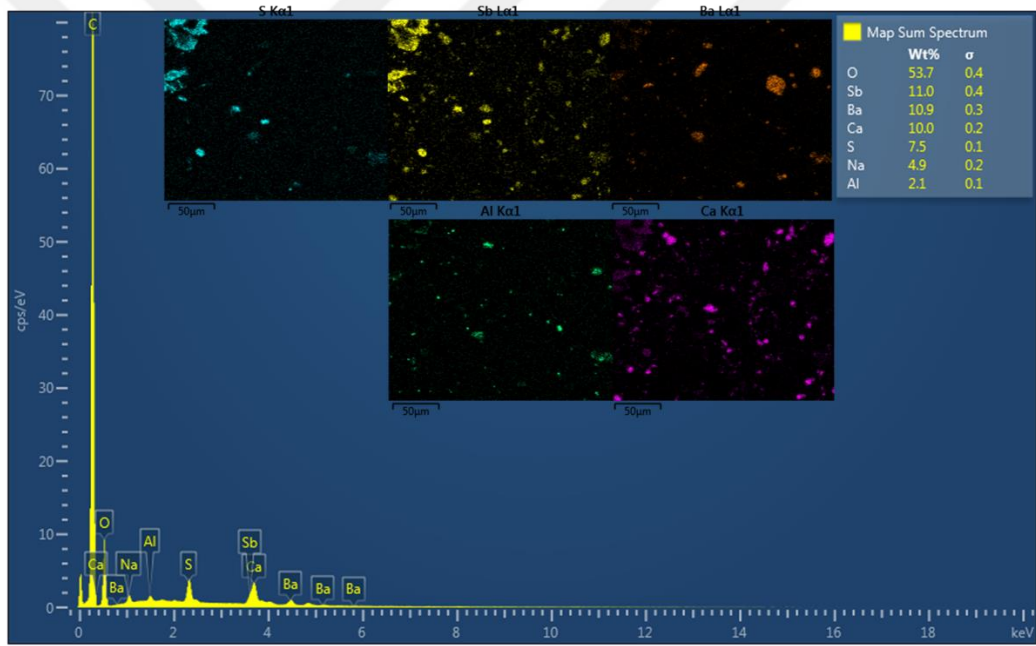
Tablo 4.19'da bazı partiküllerin EDS analiz sonuçları yer almaktadır.

Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 5,22, 7,46 ve 1,42.

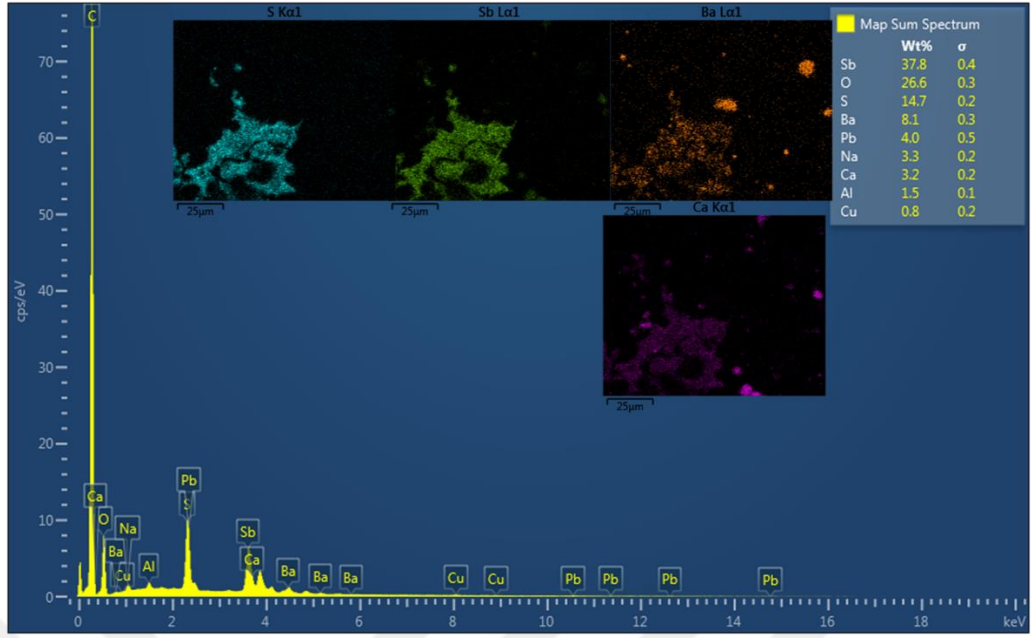
Tablo 4.19’da bazı partiküllerin EDS analiz sonuçları yer almaktadır. EDS spektrumlarına göre Ba oranı yüksek partiküller elde edildi. Pb oranı daha düşük. ICP-MS sonuçları ile karşılaştırıldığında sonuçlar uyumludur. BA en yüksek derişime sahip iken Pb ve Sb miktarı yakındır. ICP-MS sonuçlarında Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 5,22, 7,46 ve 1,42.

EDS analizleri sonucunda çok sayıda CaO olduğu düşünölen partiköl bulundu. Yüksek oranda Si içeren partikölün (spectrum 11) oksijen miktarı da düşünöldüğünde SiO₂ olduğu değeriendirilebilir. Partiköllerin bazılarında düşük miktarda Si bulunmaktadır.

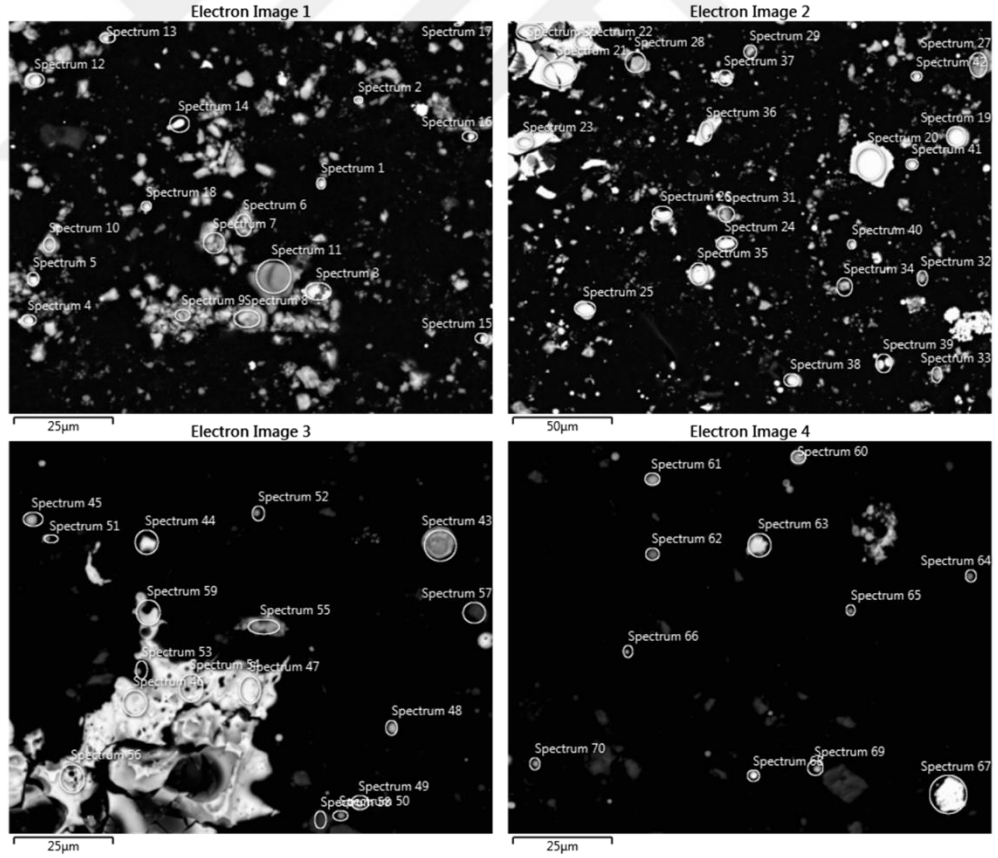
Element haritasına göre Ba ve Al haritaları örtüşmemektedir. Ancak EDS analizlerinde Ba elementi ile birlikte yüksek oranda Al varlığı tespit edildi.



Şekil 4.68. GFS12K EI2 BSE görüntüsüne ilişkin eElement haritaları ve EDS spektrumu



Şekil 4.69. GFS12K EI3 BSE görüntüsüne ilişkin eElement haritaları ve EDS spektrumu



Şekil 4.70. GFS12K EI1, EI2, EI3 ve EI4 BSE görüntüleri

Tablo 4.19. GFS12K Elektron görüntüsü 1, 2, 3 ve 4’de yer alan partiküllerin EDS spektrumları sonuçları

Element	Spectrum 1 % Kütle	Spectrum 2 % Kütle	Spectrum 3 % Kütle	Spectrum 4 % Kütle	Spectrum 5 % Kütle	Spectrum 7 % Kütle	Spectrum 11 % Kütle	Spectrum 13 % Kütle	Spectrum 14 % Kütle	Spectrum 19 % Kütle	Spectrum 20 % Kütle	Spectrum 43 % Kütle	Spectrum 47 % Kütle	Spectrum 62 % Kütle
Ba	46,88	40,14	4,91	4,65				39,14	32,24	52,49	58,51	56,01	7,22	20,93
Pb			7,38		36,35				5,89			4,97	65,75	
Sb	5,12	1,60	7,82	58,67					2,64	3,90		3,49		
Sn														
Ca	1,14	0,68	1,76		22,19	41,57	0,14		0,74	0,57				
Mg						0,47				0,36				
Si	0,40	0,86					46,28			0,26				
Fe	0,37							0,70		0,86				
Cu	0,83		1,11		0,72			1,19	1,37		0,47	0,76		0,48
Zn														
Al	14,46	24,19	1,28	1,77				25,22	19,25	12,10		6,15	1,30	29,10
W														
Na			0,93	0,73	1,36			7,11	4,05	0,86				
Cr														
Ni														
Zn														
Cl														
K														
Ti										1,12				
P														
Br	6,00									3,95				10,63
N											10,19	4,64		
S	1,51	1,71				0,19		4,13	3,46	1,31		0,60	22,96	1,27
O	23,29	30,61	11,80	9,41	39,37	57,77	53,58	22,51	30,37	22,23	30,83	23,19	2,77	37,59

5. SONUÇ

Bu tezde, ateşli silah kalıntısı bileşiminin kapsülde ve çekirdekli atışlarında nasıl değiştiği karşılaştırmalı olarak ortaya konuldu. Kısa namlulu tabanca kapsül atışlarından elde edilen sonuçlarda Ba ve Sb oranının çekirdekli atışlara göre daha yüksek olduğu bulundu. Ancak uzun namlulu atışlarda Sb oranlarının düşük olduğu gözlemlendi.

Sadece kapsül ateşlenmesi ile elde daha fazla partikül toplandı ve partiküllerin belirli bir morfolojisinin olmadığı gözlemlendi. Çekirdek varlığında barut etkisinin de olması sebebi ile GSR partiküllerinin daha küçük ve küresel oldukları gözlemlendi. GSR örneklerinin SEM/SE, SEM/BSE ve SEM/EDS ile inorganik analizi ve morfolojik değerlendirmeler, GSR analizi için daha ideal bir yaklaşım olarak kabul edilebilir.

MKE9PK kodlu MKE-9P kapsül atışı sonuçları diğer kapsüllerde yer almayan Li ve Mg elementinin varlığını ortaya koymaktadır. Ayrıca yüksek oranda Sr, Bi ve Ag elementi varlığı diğer markalardan farklılığı ortaya koymaktadır. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 1,5, 7,75 ve 5,15 bulundu.

OZK9K kodlu OZK-9mm-21 Kapsül atışı ICP-MS sonuçlarına göre 3 ppb Mg ve 174 ppb Al bulundu. Ca, Zn ve yüksek miktarda Fe elementi içermesi ise diğer kapsüllerden ayrılmaktadır. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 1,10, 35,52 ve 32,23 bulundu.

YVX9PK kodlu YAVEX 9P Kapsül atışı sonuçları S elementi miktarının nispeten yüksek olduğunu ortaya koydu. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 1,48, 18,05 ve 12,24 bulundu.

FIO12K kodlu FIOCCHI-12-ITALY Kapsül atışı sonuçlarında Ba, Pb ve Sb elementi harici elementlerin derişimleri oldukça düşük. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 2,78, 18,24 ve 6,54.

NOB12K kodlu NOBEL-12-SPORT Kapsül atışı sonuçlarında Cu elementi yer almamaktadır. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 1,78, 13,88 ve 7,25.

GFS12K kodlu GFS-12 Kapsül atışı sonuçlarına göre en yüksek oranda Al içermektedir. As miktarı kısmen yüksektir. Ba/Pb, Ba/Sb ve Pb/Sb oranları sırası ile 5,22, 7,46 ve 1,42.

OZK765K numunesi SEM/BSE ve SEM/EDS sonuçlarına göre çok sayıda Pb içeren büyük partiküller ve nispeten daha az sayıda Ba elementi içeren partiküller gözlemlendi. Yüksek oranda Sb içeren partikül bulunmadı. Element haritalarına ait EDS spektrumlarında Sb oranları oldukça düşüktür.

OZK765K Analiz sonuçları diğer kartuş analizleri ile tutarlı değildir. Çekirdekli atışa göre daha büyük düzensiz partiküller gözlemlendi. Kartuş atışında da düşük oranda Sb varlığı kullanılan Sb elementinin düşük olduğunu göstermektedir.

GECO765Ç sonuçlarına göre Çok sayıda Ba ve Pb içeren partikül yer almaktadır. Ca oranı yüksek partiküllerin oksijen de içermesi sebebi ile CaO oldukları söylenebilir. Ba-Pb-Sb içeren karakteristik partikül sayısı oldukça azdır. Çekirdekli atışta Sb içeriğinin düşük olması karakteristik partikül sayısını kısıtlamaktadır..

GECO765K SEM/BSE sonuçları partiküllerin büyük ve düzensiz olduğunu göstermektedir. Element haritalarına göre Pb ve Sb elementleri aynı bölgede yer almakta olup kükürt element haritasının da benzer görünüme sahip olması kurşun ve antimon sülfür varlığına işaret etmektedir. GECO765K numunesinde Sn varlığı dikkat çekicidir.

MKE765Ç numunesinde Ba-Pb-Sn karakteristik partiküllerinin yanı sıra Ca-Si, Ba-Ca-Si ve Pb-Sb gibi tutarlı partiküller de yer almaktadır. Yüksek oranda Cu içeren partiküller Pb ve Sb elementleri de ihtiva etmektedir.

MKE765K numunesi partiküllerinin analizinde Ca içeren partikül sayısının fazla olması dikkat çekicidir. Çok sayıda karakteristik partikül bulundu. Partiküller morfolojik olarak GSR partikülüne benzememektedir.

MKE9PÇ atışında Cu, Zn ve Pb elementlerinin oranının yüksek olması dikkat çekicidir. Yüksek oranda Cu içeren partikülün küresel olup morfolojik olarak GSR partikülüne benzemektedir. Karakteristik partikül sayısı oldukça az olup genelde Sb oranı düşüktür. Sb oranı yüksek partikül sayısı çok sınırlıdır.

MKE9PK SEM/BSE sonuçlarına göre partiküller büyük ve düzensizdir. Element haritasına ait EDS spektrumuna göre Pb miktarı çekirdekli atışa göre daha düşüktür.

OZK9Ç numunelerinde tipik bir GSR partikülü olarak görünen spectrum 76-79 olarak etiketlenen partiküllerin yüksek oranda Cu ve Zn içermesi ilgi çekicidir. Literatürde bu tür bir partiküle rastlanmamıştır. Element haritası ve EDS spektrumu

incelendiğinde Ba, Pb, Sb ve Ca elementleri yaygın bir şekilde yer almaktadır. Genelde Sb elementi ile birlikte S elementi yer almaktadır. Element haritasında CaO olduğu düşünülen partiküllerin yaygın bir şekilde olduğu görünmekte ve EDS spektrumlarında da yer almaktadır.

YVX9PÇ numuneleri EDS analizleri çok sayıda karakteristik partikül varlığını ortaya koydu. Karakteristik partiküllerin EDS spektrum sonuçlarına göre BA ve Pb elemnti oranı Sb elementine göre yüksektir.

YVX9PK numunesinde Ba, Pb, Sb ve S element haritaları benzerdir. Element haritasına ilişkin EDs spektrumuna göre Ba ve Pb miktarları birbirine yakındır. Sb miktardır ise görece düşüktür.

FIO12D kodlu FIOCCHI-12-ITALY Dolu atış sonuçlarına ilişkin SEM/BSE ve EDS sonuçları incelendiğinde tabanca atışlarına kıyasla çok sayıda Pb partikülü olduğu gözlemlendi. Uzun namlulu atışta kurşundan ibaret ve saçmalardan kaynaklı olduğu düşünülen partiküller kısa namlulu tabanca atışları sonuçlarına göre oldukça fazladır.

FIO12D kodlu numunede partiküller kümeleşmiş halde bulunmaktadır. Element haritalarında Sb yer almamaktadır. Analizlerde düşük oranda Sb bulundu.

GFS12D ve GFS12K numunelerinde diğer uzun namlulardan farklı olarak daha fazla Ba ve Sb elementi içerdiği ortaya konuldu.

Pb içermeyen kapsüllerde kurşun stifnat yerine geçen en yaygın madde, SEM/EDS tarafından tanımlanamayan organik bir bileşik olan Diazodinitrofenol'dür. Pb içermeyen numunelerin analizinde daha düşük atom numaralı BA ve Sb elementlerinin analizi önem arz etmektedir. Kapsül içerikleri ağır metal içermeyen bileşiklerle ikame edildiğinde SEM/EDS ile GSR analizi mümkün olamayacaktır.

BSE görüntülerinde partiküllerin parlaklığı partikülü oluşturan elementlerin ortalama atom numarasına göre değişmektedir. Şekil 5.1'de yer alan periyodik tabloda atom numaraları yer almaktadır. GSR elementleri içinde ^{82}Pb en yüksek atom numarasına sahip olduğu için BSE görüntülerinde en parlaktır. ^{51}Sb ve ^{56}Ba daha düşük atom numarasına sahiptir. GSR numunelerinde GSR parçacıkları yanı sıra çevreden gelen partiküller de yer almaktadır. GSR analizlerinin yapıldığı SEM cihazlarında tüm partiküllerin analizinin yapılması çok uzun süreler alacaktır. Bu nedenle sadece GSR partiküllerinin görünmeye başladığı kontrast ve parlaklık

Tablo 5.1. Literatürde yer alan kapsül analizi (Gökdemir vd., 1999)

Mühimmat tipi	Elementler
MKE MP5	Pb, Ba, Sb, S
GECO Luger	Pb, Ba, Sb, S
P Luger	Pb, Ba, Sb, S
WRA Luger	Pb, Ba, Sb, S
FC Luger	Pb, Ba, Sb, S, Si
WIN Luger	Pb, Ba, Sb, S, Si
S&B Luger	Pb, Ba, Sn, Ca, Si
FNB Luger	Pb, Ba, Ca, Si
KF 80 Luger	Sb, Hg, K, Cl, S, Si
SINTOX ACTION Luger	Ti, Zn, Cu

Belirli bir tür mühimmatın ateşlenmesi sonucunda oluşan GSR popülasyonu içindeki parçacıkların temel bileşimi homojen olmayacaktır. Aksine, bir popülasyon karakteristik, tutarlı ve çevresel parçacıkların bir karışımını içermektedir. GSR parçacıkları yüzeyinde daha küçük parçacıkları da yer alabilmektedir. Yüzeyinde küçük parçacıklar bulunan tipik bir GSR parçacığının büyük parçacık standart GSR parçacığı olarak tanımlandı, ancak daha küçük parçacıkların Pb açısından zengin olduğu bulundu (Schwoeble vd., 2011)

Kapsül atışları ile çekirdekli ve dolu atışlar karşılaştırıldığında hem morfolojik hem de bileşim açısından farklılıklar gözlemlendi. Özellikle kısa namlulu tabanca kapsül atışlarında düzensiz Ba-Pb-Sb içeren büyük partiküller gözlemlendi. Ancak uzun namlulu kapsül atışlarında daha dağınık partiküller gözlemlendi. Kapsülden kaynaklanan karakteristik ateşli silah parçacıklarının kimyasal bileşimi, mermi kovanının diğer parçalarının, özellikle merminin çekirdeği ve kılıfının kimyasal bileşiminden etkilenmesi sebebi ile çekirdekli ve dolu atışlarda yüksek oranda Pb içeren partiküller bulundu. Bu sonuçlar literatür ile benzerlik taşımaktadır (Brožek-Mucha, 2007).

ICP-MS ile element haritaları arasında sonuçlar tam olarak uyuşmamaktadır. ICP-MS numunelerinin hazırlanmasında çözünürleştirme çalışmalarının optimize edilmesi önerilir.

Daha düşük atomlu bileşiklerin varlığında BSE görüntülerinde daha fazla parlaklık vermek gerekir. Cu ile parlaklık ayarlarının yapıldığı bir çalışma önerilir.

KAYNAKLAR

- Abedi, M., Bonsu, D. O. M., Badu, I. K., Afoakwah, R., & Ahuja, P. (2021). Spectroscopic (analytical) approach to gunshot residue analysis for shooting distance estimation: a systematic review. *Egyptian Journal of Forensic Sciences*, 11(1), 34.
- Alamy (2023). *Weapons knives swords Stock Photos and Images*. <https://www.alamy.com/stock-photo/weapons-knives-swords.html>. (Erişim tarihi: 06.10.2023)
- Álvarez, Á., & Yáñez, J. (2020). Screening of Gunshot Residue in Skin Using Attenuated Total Reflection Fourier Transform Infrared (ATR FT-IR) Hyperspectral Microscopy. *Applied Spectroscopy*, 74(4), 400-407.
- Ammann, A. A. (2007). Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP MS): a versatile tool. *Journal of mass spectrometry*, 42(4), 419-427.
- Andrasko, J., & Maehly, A. C. (1977). Detection of gunshot residues on hands by scanning electron microscopy. *Journal of Forensic Sciences*, 22 2, 279-287.
- ASTM. (2020). Standard Practice for Gunshot Residue Analysis by Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-Ray Spectrometry. In *E1588-20*. ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959. United State.
- Bell, S., & Feeney, W. (2019). Single shot, single sample, single instrument detection of IGSR and OGSR using LC/MS/MS. *Forensic Science International*, 299, 215-222.
- Bonnar, C., Moule, E. C., Lucas, N., Seyfang, K. E., Dunsmore, R. P., Popelka-Filcoff, R. S., . . . Paul Kirkbride, K. (2020). Tandem detection of organic and inorganic gunshot residues using LC–MS and SEM-EDS. *Forensic Science International*, 314, 110389.
- Boracchi, M., Andreola, S., Collini, F., Gentile, G., Lucchini, G., Maciocco, F., . . . Zoja, R. (2018). Can cadaverous pollution from environmental lead misguide to false positive results in the histochemical determination of Gunshot Residues? In-depth study using ultra-sensitive ICP-MS analysis on cadaveric skin samples. *Forensic Science International*, 292, 23-26.
- Brožek-Mucha, Z. (2007). Comparison of cartridge case and airborne GSR—a study of the elemental composition and morphology by means of SEM-EDX. *X-Ray Spectrometry*, 36(6), 398-407.
- Brožek-Mucha, Z. (2011). Chemical and Morphological Study of Gunshot Residue Persisting on the Shooter by Means of Scanning Electron Microscopy and Energy Dispersive X-Ray Spectrometry. *Microscopy and microanalysis : the official journal of Microscopy Society of America, Microbeam Analysis Society, Microscopical Society of Canada*, 17, 972-982.
- Doty, K. C., & Lednev, I. K. (2018). Raman spectroscopy for forensic purposes: Recent applications for serology and gunshot residue analysis. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 103, 215-222.
- French, J. C. (2013). *Transfers of gunshot residue (GSR) to hands: an experimental study of mechanisms of transfer and deposition carried out using SEM-EDX, with explorations of the implications for forensic protocol and the application of Bayesian Networks to interpretation*. (Doctoral thesis), University College London, London. Retrieved from <https://discovery.ucl.ac.uk/id/eprint/1417086/>

- Gökdemir, K., Seven, E., & Sarıkaya, Y. (1999). The Application of a Scanning Electron Microscope With an Energy Dispersive X-Ray Analyser (SEM/EDXA) For Gunshot Residue Determination on Hands For Some Cartridges Commonly Used In Turkey. *Turkish Journal of Chemistry*., 23(1), 83-88.
- Heard, B. (2008). *Handbook of Firearms and Ballistics: Examining and Interpreting Forensic Evidence*. Chichister: Wiley.
- Houck, M. M., & Siegel, J. A. (2015). Chapter 21 - Firearms and Tool Marks. In M. M. Houck & J. A. Siegel (Eds.), *Fundamentals of Forensic Science (Third Edition)* (pp. 545-576). San Diego: Academic Press.
- Hsien-Hui, M., Hsei-Chang, L., & Yu-Liang, C. (2003, 14-16 Oct. 2003). *The analysis of primer mixtures and gunshot residues using scanning electron microscopy/energy dispersive X-ray analysis*. Paper presented at the IEEE 37th Annual 2003 International Carnahan Conference on Security Technology, 2003. Proceedings.
- Jeol (2023). *Backscattered electron image, BSE image*. <https://www.jeol.com/words/semterms/20190129.113542.php#gsc.tab=0>. (Erişim tarihi: 31.05.2023)
- Kara, İ. (2018). Atış sayısına bağlı olarak namluda biriken atış artığının atomik absorpsiyon spektrometre yöntemi ile kantitatif analizi. *Karadeniz Chemical Science and Technology*, 3, 7-11.
- Kara, I., & Yalçınkaya, Ö. (2017). Evaluation of persistence of gunshot residue (GSR) using graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS) method. *Bulgarian Chemical Communications*, 101-108.
- Kıldan, İ., & Akdemir, T. (2016). Kasten Yaralama Suçunda Silah Kavramının Yargıtay Kararları Doğrultusunda İncelenmesi. *Uyuşmazlık Mahkemesi Dergisi*, - 0(- 6), 227-246.
- Köken, E. (2018). Türk Hukukunda silah kavramı ve silah kaçakçılığı suçları.
- Ma, H., Shieh, K.-J., & Qiao, T. (2006). Study of Transmission Electron Microscopy (TEM) and Scanning Electron Microscopy (SEM). *Nat Sci*, 4.
- Martiny, A., Campos, A. P. C., Sader, M. S., & Pinto, M. A. L. (2008). SEM/EDS analysis and characterization of gunshot residues from Brazilian lead-free ammunition. *Forensic Science International*, 177(1), e9-e17.
- Matricardi, V., & Kilty, J. (1977). Detection of gunshot residue particles from the hands of a shooter. *Journal of Forensic Sciences*, 22(4), 725-738.
- Mistek, E., Fikiet, M. A., Khandasammy, S. R., & Lednev, I. K. (2019). Toward Locard's Exchange Principle: Recent Developments in Forensic Trace Evidence Analysis. *Analytical Chemistry*, 91(1), 637-654.
- MKE (2023). *MPT-76 Milli Piyade Tüfeği*. <https://urunler.mke.gov.tr/Urunler/MPT-76-Milli-Piyade-T%C3%BCfe%C4%9Fi/37/231>. (Erişim tarihi: 06.10.2023)
- Molina, D., Martinez, M., Garcia, J., & DiMaio, V. (2007). Gunshot Residue Testing in Suicides. *The American journal of forensic medicine and pathology*, 28, 187-190.
- Nag, N. K., & Sinha, P. (1992). A note on assessability of firing distance from gunshot residues. *Forensic Science International*, 56(1), 1-17.

- Nunziata, F., & Morin, M. (2017). On the Formation and On the Surface of Inorganic Lead, Barium and Antimony Based Gunshot Residues: A Thermodynamic Approach. *Journal of Forensic Science & Criminology*, 5.
- Pyl, C. V., Ovide, O., Ho, M., Yuksel, B., & Trejos, T. (2019). Spectrochemical mapping using laser induced breakdown spectroscopy as a more objective approach to shooting distance determination. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 152, 93-101.
- Salles, M. O., Naozuka, J., & Bertotti, M. (2012). A forensic study: Lead determination in gunshot residues. *Microchemical Journal*, 101, 49-53.
- Saverio Romolo, F., & Margot, P. (2001). Identification of gunshot residue: a critical review. *Forensic Science International*, 119(2), 195-211.
- savunma, O. (2023). *Tabancanın bölümleri*. <https://osmanlisavunma.com/blog/11/tabancanın-bolumleri>. (Erişim tarihi: 06.10.2023)
- Schwoeble, A., Strohmeier, B., Bunkera, K., McAllister, D., Jr, J., Piaseckia, J., & McAllister, N. (2011). Application of X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) for the Surface Characterization of Gunshot Residue (GSR). *Microscopy Today*, 19, 40-45.
- Stoney, D. A., & Stoney, P. L. (2015). Critical review of forensic trace evidence analysis and the need for a new approach. *Forensic Science International*, 251, 159-170.
- Thermofisher (2023). <https://www.thermofisher.com/blog/materials/sem-signal-types-electrons-and-the-information-they-provide/>. (Erişim tarihi: 10.01.2023)
- Trejos, T., Vander Pyl, C., Menking-Hoggatt, K., Alvarado, A. L., & Arroyo, L. E. (2018). Fast identification of inorganic and organic gunshot residues by LIBS and electrochemical methods. *Forensic Chemistry*, 8, 146-156.
- Tutkun, G. (2023). *Ateşli Silahlar ve Barut*. <https://www.bilimvetekno.com/atesli-silahlar-ve-barut/>. (Erişim tarihi: 06.10.2023)
- Uo, M., Wada, T., & Sugiyama, T. (2014). Applications of X-ray fluorescence analysis (XRF) to dental and medical specimens. *Japanese Dental Science Review*.
- Üzüm, A. R. (1995). *Ateşli Silah Kimliğinin Belirtimi*. (Yüksek Lisans), İstanbul Üniversitesi, İstanbul.
- Vander Pyl, C., Martinez-Lopez, C., Menking Hoggatt, K., & Trejos, T. (2021). Analysis of primer gunshot residue particles by laser induced breakdown spectroscopy and laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry. *Analyst*, 146(17), 5389-5402.
- Vanini, G., Souza, M. O., Carneiro, M. T. W. D., Filgueiras, P. R., Bruns, R. E., & Romão, W. (2015). Multivariate optimisation of ICP OES instrumental parameters for Pb/Ba/Sb measurement in gunshot residues. *Microchemical Journal*, 120, 58-63.
- Wells, O. C. (2001). Scanning Electron Microscopy. In K. H. J. Buschow, R. W. Cahn, M. C. Flemings, B. Ilschner, E. J. Kramer, S. Mahajan, & P. Veyssi re (Eds.), *Encyclopedia of Materials: Science and Technology* (pp. 8265-8269). Oxford: Elsevier.
- Wikipedia (2022). *Ateşli silah*. https://tr.wikipedia.org/wiki/Ate%C5%9Fli_silah. (Erişim tarihi: 8.12.2022)

- Wikipedia (2023). *Periyodik* *tablo*.
https://tr.wikipedia.org/wiki/Periyodik_tablo#/media/Dosya:Periodic_Table_Armtuk3.svg. (Eriřim tarihi: 15.09.2023)
- Wilschefski, S. C., & Baxter, M. R. (2019). Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry: Introduction to Analytical Aspects. *Clin Biochem Rev*, 40(3), 115-133.
- Yiğitler, A. Ö., Bozkurt, A., Çavuş, M., Bora, T., & Yüksel, B. (2016). Grafit Fırınlı Atomik Absorpsiyon Spektrometresi ile Atış Artıkları El Svaplarında Antimon Elementinin Belirlenmesi. *Adli Tıp Dergisi*, 30(2), 110-116.
- Yüksel, B., Ozler-Yigiter, A., Bora, T., Sen, N., Kayaalti, Z., & Spectroscopy, A. (2016). GFAAS Determination of Antimony, Barium, and Lead Levels in Gunshot Residue Swabs: An Application in Forensic Chemistry. *Atomic Spectroscopy*, 37, 164-169.
- Yüksel, B., Şen, N., Ögünç, G. I., & Erdoğan, A. (2023). Elemental profiling of toxic and modern primers using ICP-MS, SEM-EDS, and XPS: an application in firearm discharge residue investigation. *Australian Journal of Forensic Sciences*, 55(4), 529-546.

ÖZ GEÇMİŞ

Selma Bulut, Konya Karatay Lisesi'ni bitirdikten sonra Balıkesir Üniversitesi Necatibey Eğitim Fakültesi, Kimya Öğretmenliği bölümünden 15.06.2017 tarihinde mezun oldu. 2017-2020 tarihleri arasında Kimya Öğretmenliği yaptı. 2020 yılında Polis Memuru oldu. 2021 yılında OMÜ Kimya Ana Bilim Dalı Yüksek Lisans programına girdi. Samsun Bölge Kriminal Polis Laboratuvarı'nda Polis Memuru olarak görev yapan Selma Bulut, orta derecede İngilizce bilmektedir.

İletişim Bilgileri

ORCID ID : <https://orcid.org/0009-0007-4079-9709>

Yayınlar:

1. Bulut, Selma, Andaç Ömer, IGSCONG'23 Congress