



Araştırma Makalesi

Atış sayısına bağlı olarak namluda biriken atış artığının atomik absorpsiyon spektrometre yöntemi ile kantitatif analizi

İlker KARA

Hacettepe Üniversitesi, Bilgisayar Mühendisliği, Bilişim Enstitüsü, 06800, Beytepe, Ankara, Türkiye

Ö Z E T**Anahtar kelimeler:**Adli Bilimler,
Kantitatif Analiz,
Atış Artıkları,
GFAAS

Ateş ettiği şüphelenilen kişilerin tespit edilmesi ve atış sayısının belirlenmesi, olayın kaynağının (intihar, cinayet, kaza) aydınlatılmasında önemli bir ipucudur. Bu nedenle atış artıklarının incelenmesi adli bilimler açısından zorunlu hale gelmiştir. Bu çalışmada farklı tip mühimmatlar kullanılarak, silah namlusu içinden toplanan atış artıklarının kantitatif analizine yer verilmiştir. Örnekler, atış sonrası silah namlusunun banyo içinde çalkalama yöntemi ile toplanmış ve Grafit Fırınlı Atomik Absorpsiyon Spektrometri (GFAAS) yöntemi kullanılarak elementel analiz ile elde edildi. Sarsılmaz Marka Mega 2000 Kılınc marka silah ile 9 mm Parabellum tipi Libra, Winchester, Fiocchi marka fişekler kullanılarak atış sonrası namlu içinde oluşan atış artıklarında bulunan antimon, baryum ve kurşun elementlerinin atış sayısına bağlı olarak GFAAS yöntemi kullanılarak kantitatif analizi yapıldı. İncelenen mühimmat türlerine göre atış sonrası namlu içinde kalan atış artıklarının kantitatif analizi yapılarak fişek sayısına bağlı olarak atış sayısının tespit edilebileceği bir yöntem önerildi.

EN

Quantitative analysis of gunshot residue deposited in the gun barrel depending on number of shots by atomic absorption spectrometry

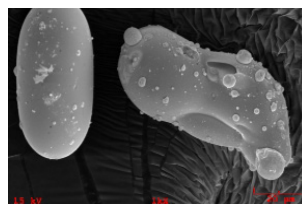
ABSTRACT**Keywords:**Forensic Sciences,
Quantitative Analysis,
Gunshot Residues,
GFAAS

Identifying the shooter suspects and determining the number of shots is an important clue in the elucidation of the nature of the incident (suicide, murder, accident). Therefore, analysis of gunshot residue has become a requirement for the forensic sciences. This study quantitatively analyzes the gunshot residues collected from a gun barrel using different types of ammunition. The samples were collected by shaking the gun barrel after the shot in a bath and elemental analysis was carried out using the Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GFAAS) method. Quantitative analysis was carried out using Sarsılmaz Mega 2000 Kılınc brand gun and 9 mm Parabellum type Libra, Winchester, Fiocchi brand ammunition by the GFAAS method to analyze the amounts of antimony, barium and lead elements deposited in the gun barrel depending on the number of shots fired. According to the ammunition types, a quantitative analysis of the gunshot residues remaining in the barrel after the shots was made, and a method was proposed to determine the number of shots depending on the types of ammunition.

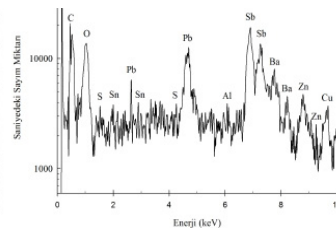
1. Giriş

Günümüzde kimyasal analiz adli bilimler açısından son derece önemli hale gelmiştir. Kimyasal analiz yardımıyla adli deliller incelenerek olay hakkında kesin raporlar düzenlenebilmektedir. Atış artığında bulunan eser elementlerin {antimon (Sb), baryum (Ba) ve kurşun (Pb)} tespit edilmesi şüpheliyi veya kurbanı bulmak için çok değerli bilgiler vermektedir (Kara, 2015). Ateşli silah ile ateş edildiğinde gaz ve metal parçacıklar silahtan etrafa yayılır, yanmamış ve kısmen yanmış barut artıklarının (genel olarak antimon, baryum ve kurşun) gibi parçacıklar} oluşturduğu bu toz bulutuna ateşli silah atış artıkları denir (Zeichner, 2004; Fojtasek, 2005; Dalby, 2010). Ateş etme esnasında silahın namlu ucundan, kovan atma boşluğundan ve mekanik boşluklardan hızla etrafa yayılan atış artıkları, silahı tutan el veya ellerin üstüne bulaşabilmektedir. Oluşan gaz basıncı ve yüksek ısı etkisi ile antimon, baryum ve kurşun elementleri ve oksitleri ya da bu

elementlerin ve oksitlerinin karışımından oluşan, 100 mikron çapa kadar ulaşabilen, genellikle küresel yapıda, doku ile hiçbir kimyasal etkileşmeye girmeyen, parçacık halinde özel morfolojik yapılar oluşur. Bu morfolojik yapının literatürde belirleyici özellik taşıdığı ve yalnız atış artıklarına ait olduğu belirtilmektedir (Zeichner, 1997; Gialamas, 1995; Garofano, 1999; Rijnders, 2010; Kara, 2017).



(a)



(b)

Şekil 1. a) Atış artığının Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) görüntüsü, b) Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometri (EDS) Spektrumu.

Şekil 1'de karakteristik atış artığının morfolojisini ve kimyasal içeriğini göstermektedir. Atış artığının kimyasal içeriği üretim firmasına bağlı olarak değişmekle birlikte antimon, baryum ve

*Corresponding author: karaikab@gmail.comCitation: Kara, İ., Atış sayısına bağlı olarak namluda biriken atış artığının atomik absorpsiyon spektrometre yöntemi ile kantitatif analizi (Quantitative analysis of gunshot residue deposited in the gun barrel depending on number of shots by atomic absorption spectrometry), *Karadeniz Chem. Sci. Tech.* 2018, 03, XX-XX.DOI:
ISSN: 2636-8560

kurşun elementleri yaygın olarak tüm fişek üreten markalarda görülmektedir. Ateşli silah ile işlenen suçlarda ateş eden kişinin kimliğinin tespiti ve olayın oluş şeklinin (intihar, cinayet ya da kaza) anlaşılmasından dolayı çok önemlidir (Kara, 2016; Andrasko, 1980). Atış artıklarının kimyasal analiz çalışmaları günümüze ışık tutmuş ve bilim insanlarını yönlendirerek adli olayların çözümüne katkı sağlamıştır.

Atış artığı, SEM, Atomik Absorbsiyon Spektrometri (AAS) ve Nötron Aktivasyon Analizi (NAA) gibi çeşitli yöntemlerle analiz edilebilmektedir. Grafit Fırınlı Atomik Absorbsiyon Spektrometri yöntemi diğer yöntemlere göre maliyetinin oldukça ucuz olması ve cihaz kullanımında çok özel yetiştirilmiş uzmanlara gerek duyulmaması gibi nedenlerden dolayı yaygın olarak kullanılmaktadır (Schlesinger, 1970). GFAAS yöntemiyle yapılan analizler sonucunda, şüphelinin ateşli silah kullanıp kullanmadığı kesin olarak belirlenebilir.

Atış artığı analizlerinde şüpheliden alınan örneklerde sadece metal düzeylerinin belirlenmesi tek başına yeterli değildir. Antimon, baryum ve kurşun dışındaki elementlerin çevreden bulaşma riskinin oldukça yüksek olduğu bilinmektedir. Analizlerde antimon, baryum ve kurşun elementlerinin incelenmesi; bu elementin çevreden bulaşma imkânının çok çok az olmasından kaynaklanmaktadır. Buna rağmen antimon, genellikle kurşunla birlikte olmak üzere çeşitli alaşımlar içinde bulunmaktadır. Bazı meslek gruplarındaki (oto tamircileri, elektrik tesisatçıları ve inşaat işçileri gibi) çalışanların ellerinde de antimon, baryum ve kurşun elementleri bulunabilmektedir (Romolo, 2010). Bu nedenle adli olay incelemelerinde şüphelinin mesleği ve hobilerinin bilinmesi önemlidir.

Atış artıklarının kimyasal analiz konusunda günümüzde birçok araştırma olmasına rağmen ateşli silahla kaç defa ateş edildiğinin tespiti hususunda günümüzde geçerli bir metod bulunmamaktadır. Bu çalışmada fişek sayısına bağlı olarak atış sayısının tespitini nicelik olarak açıklayan bir model önerilmektedir. Bu amaçla, atış sonrası silah namlusu içinde biriken kalıntılarda eser elementlerin (antimon, baryum ve kurşun) kantitatif analizi yapılarak, atışta kullanılan fişek sayısına göre namlu içinde biriken atış artığı konsantrasyon arasında ilişki incelendi.

2. Malzeme ve Yöntem

2.1. Atış artıkları materyali

Bu çalışmanın amacı fişek sayısına bağlı olarak namlu içinde biriken atış artığındaki antimon, baryum ve kurşun konsantrasyonunun değişimini incelemektir. Bu amaçla, analiz adımları için bir model önerilmiş olup, önerilen model algoritması uygulandı (Şekil 2). Her atıştan sonra namlu silahtan dikkatli şekilde söküldü. Namlu, içinde kalan atış artığının toplanabilmesi için içerisinde % 5'lik (a/a) nitrik asit bulunan çözelti banyosu içerisinde 1 saat bekletildi. Böylece atış sonucu namluda biriken atış artıklarının çözeltiye (100 mL) geçmesi sağlandı. Her atış için bu prosedür tekrarlandı.

Elde edilen çözeltilerdeki kimyasal elementlerin konsantrasyonunu belirlemek için GFAAS yöntemi kullanılarak analiz yapıldı. Atış sonrası namlu içinde biriken atış artığındaki elementler ppm seviyesinde olduğundan analizlerde GFAAS yöntemi tercih edilmiştir.



Şekil 2. Fişek sayısına bağlı olarak namlu içinde biriken atış artığındaki elementlerin konsantrasyonunu belirlemek için izlenen adımların şeması.

Bu deneysel çalışmadaki atış testleri Ankara Kriminal Polis Laboratuvarında (KPL) bulunan atış odasında gerçekleştirilmiştir. Testlerde, dünyada ve ülkemizde yaygın olarak kullanılan Libra (Çekya üretimi), Winchester (A.B.D. üretimi), Fiocchi (İtalya üretimi) üretimi fişek markaları tercih edildi. Atış testlerinde Sarsılmaz marka Mega 2000 Kılıç model yarı-otomatik 9 mm silah kullanılmıştır. Test atışlarından önce silah ve namlu titizlikle temizlendi. Temizlik prosedürü mekanik temizlikle başlamaktadır. Daha sonra namlu ultrasonik banyoda iyonize su içerisinde yıkanmış ve son olarak namlu kuru azot gazı ile kurutulmuştur. Namlunun tam anlamıyla temiz olduğundan emin olmak için bu işlemler birkaç kez tekrarlanmıştır. Deneysel her marka fişek için beş kez tekrarlandı. Elde edilen veriler incelenen antimon, baryum ve kurşun elementleri konsantrasyonu için ortalama değer (\bar{x}) ve standart sapma (s) değerleri hesaplandı. Atış sayısına bağlı olarak namlu içinde biriken atış artıklarındaki elementlerin konsantrasyonunun nasıl değiştiği araştırıldı.

2.2. Grafit Fırınlı Atomik Absorbsiyon Cihazı ve Çalışma Şartları

Atış artıkları numune analizleri; Gazi Üniversitesi Kimya Bölümü Uygulama ve Araştırma Laboratuvarında bulunan Varian AA240FS Atomik Absorbsiyon Spektrometri (Palo Alto, CA, USA) kullanıldı. Hedef elementler için; antimon elementi antimon oyuk katot lambası, kurşun elementi için (Co-Mo-Pb-Zn) çoklu oyuk katot lambası ve baryum elementi için de cihaz emisyon modunda çalıştırılarak ölçümler gerçekleştirildi.

Spektrofotometrede çalışılan elementlere uygulanan dalga boyu, lamba akımı, slit aralığı ve asetilen akış hızı sırasıyla; antimon için 217.6 nm, 10 mA, 0.2 nm ve 2 L/dak ve kurşun için 217.0 nm, 10 mA, 1.0 nm ve 2 L/dak, baryum için 553.6 nm, lambasız, 0.2 nm ve 2.15 L/dak idi.

2.3. Yöntem

Bu çalışmada, atış sayısına bağlı olarak namluda biriken atış artığındaki elementlerin konsantrasyonunun değişiminin belirlenmesi için GFAAS yöntemi ile analizi amaçlandı. Şüpheli kişilerin kaç defa ateş ettiğinin tespiti olayın aydınlatılmasında önemli bir ipucudur. Günümüze kadar olan çalışmalarda şüpheli kişilerin kaç defa ateş ettiğinin tespiti yönelik çeşitli çalışmalar yapılmış olmakla birlikte henüz ne teorik ne de deneysel olarak bir ilişki kurulamadı. Bu amaçla metal iyonların Atomik Absorbsiyon spektrometre yöntemi ile tayin için optimum deneysel koşulları (dalga boyu, lamba akımı, aralık genişliği ve asetilen akış hızı) belirlenerek, atış sayısına bağlı olarak namluda biriken atış artığı numunelerinde antimon, baryum ve kurşun elementlerinin konsantrasyonlarının atış sayısına göre nasıl değiştiği belirlendi.

Elde edilen antimon, baryum ve kurşun konsantrasyonları Tablo 1'de verildi. Tablo 1'de veriler arasındaki ilişkiyi incelemek için Şekil 2, Şekil 3 ve Şekil 4'de detaylı olarak verildi.

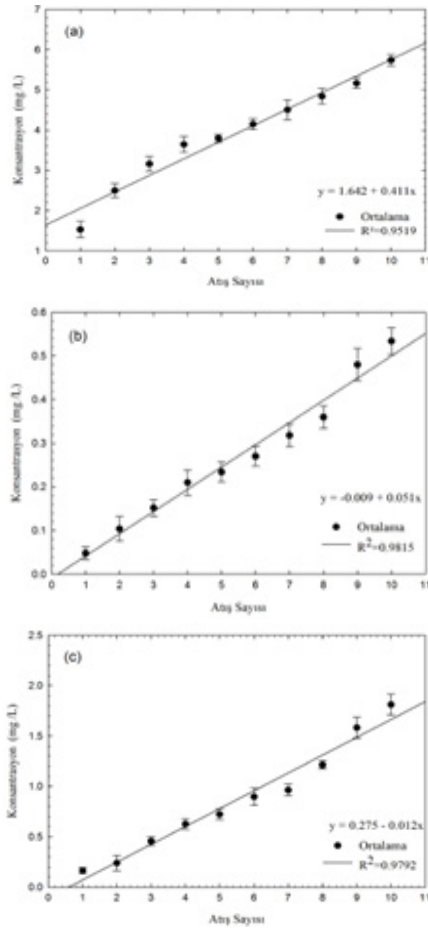
Atış sayısına bağlı olarak namlu içerisinde biriken atış artığındaki antimon, baryum ve kurşun konsantrasyonları, incelenen fişek markalarına göre değişmekle birlikte genel olarak lineer şekilde artma davranışı gösterdi. Yapılan analizlerde onuncu atışa kadar lineer davranış gösterirken onuncu atıştan sonra atış sayısı artsa da namlu içinde biriken artıktaki element konsantrasyonu doyuma ulaşarak sabitleme eğilimini gösterdi. Bu nedenle değerlendirme onuncu atışa kadar incelendi.

Şekil 3'de görüleceği gibi atış sayısına bağlı olarak namlu içinde biriken antimon konsantrasyonu onuncu atış sayısına kadar lineer olarak artma eğilimi göstermektedir. Libra marka fişeklerinde antimon değerlerinin Winchester marka fişeklerine göre on kat, Fiocchi marka fişeklerine göre üç kat daha yüksek konsantrasyonda olması dikkat çekicidir. $R^2=0.9815$ değeri ile en iyi fit eğrisi Winchester marka fişeklerde görülmüştür.

Şekil 4'de görüleceği gibi atış sayısına bağlı olarak namlu içinde biriken baryum konsantrasyonu onuncu atış sayısına kadar lineer olarak artma eğilimi göstermektedir. İncelenen farklı marka üç fişek türü içinde atış konsantrasyonuna bağlı olarak namlu içinde biriken

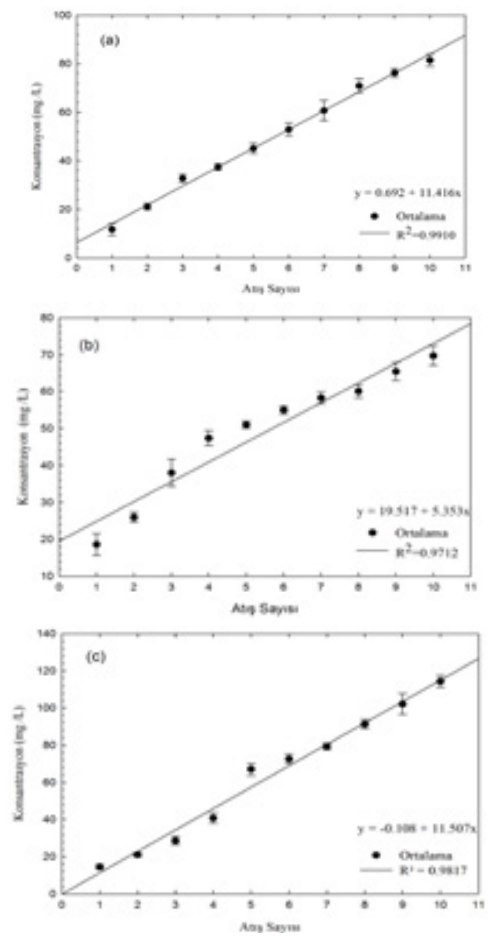
Tablo 1. Atış atıklarında belirlenen antimon, baryum ve kurşun konsantrasyonları

		Atış Sayısı									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Antimon(mg/L)	Libra	1,533	2,500	3,162	3,646	3,800	4,150	4,506	4,842	5,168	5,740
	Winchester	0,048	0,104	0,142	0,200	0,224	0,260	0,308	0,350	0,448	0,500
	Fiocchi	0,164	0,240	0,457	0,623	0,724	0,898	0,965	1,214	1,584	1,813
Baryum(mg/L)	Libra	11,760	21,108	32,808	37,474	45,080	52,912	60,684	70,864	76,164	81,426
	Winchester	17,670	32,482	35,140	39,654	42,298	44,260	51,546	53,448	61,224	75,044
	Fiocchi	17,580	20,120	24,660	45,840	67,040	72,560	79,260	91,340	10,100	114,320

**Şekil 3.** Atış sayısına bağlı olarak namluda biriken antimon konsantrasyonunun ortalama değeri (γ) ve hata değerinin regresyon analizi. (a) Libra (Çekya üretimi), (b) Winchester (A.B.D. üretimi), (c) Fiocchi (İtalya üretimi) fişeklerini göstermektedir.

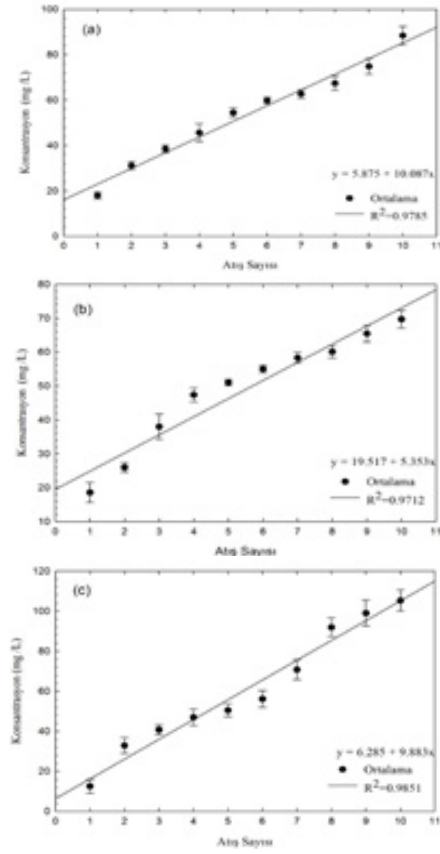
baryum konsantrasyonunun birbirlerine uyumlu olduğu ve en yüksek $R^2=0.9910$ değeri ile en iyi fit eğrisi Libra marka fişeklerde görüldü.

Şekil 5'te görüleceği gibi atış sayısına bağlı olarak namlu içinde biriken kurşun konsantrasyonu onuncu atış sayısına kadar lineer olarak artma eğilimi göstermektedir. İncelenen farklı marka üç fişek türü içinde atış konsantrasyonuna bağlı olarak namlu içinde biriken kurşun konsantrasyonunun birbirlerine uyumlu olduğu ve en yüksek değeri $R^2=0.9851$ değeri ile en iyi fit eğrisi Fiocchi marka fişeklerde görüldü. Sonuçlar incelendiğinde namlu içinde biriken miktarlar için baryum-kurşun konsantrasyonunun benzer olduğu, antimon konsantrasyonunun ise markaya göre değiştiği görüldü.

**Şekil 4.** Atış sayısına bağlı olarak namluda biriken baryum konsantrasyonunun ortalama değeri (γ) ve hata değerinin regresyon analizi. (a) Libra (Çekya üretimi), (b) Winchester (A.B.D. üretimi), (c) Fiocchi (İtalya üretimi) fişeklerini göstermektedir.

4. Sonuçlar

Ateşli silahlarla işlenen adli olayların kesin olarak aydınlatılmasında, atış artığı analizlerinde kriminal laboratuvarları yaygın olarak kullanılmaya devam etmektedir. Olayın intihar mı, kaza mı yoksa cinayet mi olduğu ciltte, şüphelinin giysisinde ya da çevre üzerinde kalan atış artıklarının saptanmasıyla anlaşılabilir. Bazı olaylarda şüphelinin ateşli silah ile kaç defa ateş ettiğinin bilinmesi olayı kesin olarak çözebilmektedir. Bu amaçla şüphelinin ateşli silah ile kaç defa ateş ettiğinin tespiti için çalışmalar yapılmakla birlikte kriminal laboratuvarlarında uygulanan herhangi bir teorik veya deneysel yöntem bulunmamaktadır.



Şekil 5. Atış sayısına bağlı olarak namluda biriken kurşun konsantrasyonunun (χ) ortalama değeri ve hata değerinin regresyon analizi. (a) Libra (Çekya üretimi), (b) Winchester (A.B.D. üretimi), (c) Fiocchi (İtalya üretimi) fişeklerini göstermektedir.

Bu çalışmada, atış sayısına bağlı olarak namlu içerisinde biriken atış artıklarında bulunan hedef elementlerin (antimon, baryum ve kurşun) konsantrasyonunun değişimi GFAAS yöntemi kullanılarak incelendi. Yapılan testlerin aynı koşullarda tekrarlanabilir olması için her adım beş kez tekrarlandı. Elde edilen sonuçlar % 95 güven seviyesinde ortalama değer (χ) ve standart sapma (s) değerleri olarak hesaplandı.

Atış sayısına bağlı olarak namlu içinde biriken antimon, baryum ve kurşun konsantrasyonu onuncu atışa kadar lineer artma eğilimi gösterdi. Onuncu atıştan sonra atış sayısı artsa da namlu içinde biriken antimon, baryum ve kurşun konsantrasyonu doyuma ulaşarak sabitlenme eğilimi gösterdi. Bu nedenle çalışmada anlamlı olan onuncu atışa kadar olan bölüm değerlendirmeye alınmıştır.

Çalışma sonuçlarından atış sayısına bağlı olarak namlu içinde biriken hedef elementler olan antimon, baryum ve kurşun konsantrasyon oranlarının atış sayısına göre anlamlı değişiklikler gösterdiği görülmüştür. İncelenen fişek markalarına göre ise antimon elementinin daha belirleyici özellik gösterdiği, baryum-kurşun konsantrasyonunun ise markalara göre birbirine benzer olduğu görüldü. Önerilen analiz modelinden yola çıkılarak oluşturulacak sistematik veriler ile olası adli olayların çözümünde kullanılabileceği düşünülmektedir.

Bu çalışmada önerilen modelin optimum koşullar altında uygulanarak şüpheli silah ile kaç defa ateş ettiğinin tespit edilebileceği görüldü. Ancak, burada önerilen modelin farklı mühimmatlardan elde edilen numuneler ile desteklenmesi gereklidir.

Kaynaklar

1. Andrasko J, Maehly AC. Detection of gunshot residue on hands by scanning electron microscopy. J Forensic Sci 1977;22:279-87. analysis of gunshot residues. Forensic Sci Int 1980;16:53-62.
2. Dalby, O., Butler, D., Birkett, J.W. (2010). Analysis of gunshot residue

and associated materials. A review. J. Forensic Sci. 55, 924–943.

3. Fojtasek, L., Kmjec, T. (2005). Energy dispersive X-ray analysis of bullets commonly encountered in Taiwan. Forensic Sci. Int. 153, 132.
4. Garofano, L., Capra, M., Ferrari, F., Bizzaro, G.P., DiTullio, D., Dell'Olio, M., Ghitti A. (1999). Gunshot residue further studies on particles of environmental and occupation origin, Forensic Sci Int. 103, 1.
5. Gialamas, D.M., Rhodes, E., Sugarman, F., (1995). LAOfficers, their weapons and their hands. An empirical study of GSR on the hands of non-shooting police officers. J Forensic Sci. 40, 1086.
6. Kara, I., Lisesivdin, S. B., Kasap, M., Er, E., & Uzek, U. (2015). The relationship between the surface morphology and chemical composition of gunshot residue particles. Journal of forensic sciences, 60(4), 1030-1033.
7. Kara, L., Sarikavak, Y., Lisesivdin, S. B., & Kasap, M. (2016). Evaluation of morphological and chemical differences of gunshot residues in different ammunitions using SEM/EDS technique. Environmental Forensics, 17(1), 68-79.
8. Kara, İ. (2017). The influence of different skin types on GSR sampling by tape lifting for SEM analysis. Microscopy research and technique, 80(12), 1310-1314.
9. Romolo, F. S., Margot, P. (2001). Identification of gunshot residue: a critical review. Forensic Sci. Int. 119, 195.
10. Rijnders, M.R., Stamouli, A., Bolck, A. (2010). Comparison of GSR composition occurring at different locations around the firing position. J Forensic Sci. 55, 616.
11. Schlesinger, H.L., Lukens, H.R., Guinn, V.P., Hackleman, R.P., and Korts, R.P., "Special Report on Gunshot Residue Measured by Neutron Activation Analysis," U.S. Atomic Energy Commission Report GA 9829, Nation Science and Technology Information Service, U.S. Department of Commerce, Springfield, V.A., 1970.
12. Zeichner, A., Eldar, B. (2004). A novel method for extraction and analysis of gunpowder residues on double-side adhesive coated stubs. J. Forensic Sci. 49, 1194.
13. Zeichner, A., Levin, N. (1997). More on uniqueness of GSR particles, J Forensic Sci. 42, 102.

Note: This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution regulations with the licence type "Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivs (CC BY-NC-ND 4.0)", which, for non-commercial purposes, lets others distribute and copy the article, and include in a collective work (such as an anthology), as long as they credit the author(s) and provided they do not alter or modify the article.