

## **Kurzzusammenfassung**

Das Ziel der vorliegenden Arbeit bestand darin, ein kalibrierbares, wellenlängendispersives Spektrometer zu entwickeln, welches Strahlung im Energiebereich von 2,3 keV bis 18 keV hochaufgelöst detektieren kann. Durch den Einsatz von zwei dispersiven Vollzylinderoptiken im Strahlengang, wurde die Sensitivität und Effizienz des Spektrometers erhöht und so der Zugang zu hochauflösender Röntgenemissionsspektrometrie (XES) an nanoskaligen Materialien leichter Elemente und Übergangsmetallen ermöglicht. Zusätzlich konnten mithilfe der beiden integrierten Optiken ein kompaktes Design und vier verschiedene Betriebsmodi des Spektrometers realisiert werden.

Zur Standardisierung der Optikjustage wurde eine Grundversion einer automatisierten Prozedur, die auf der Auswertung und Validierung von spektralen Bildern basiert, erstellt und beschrieben. Die Prozedur stellt noch keinen kompletten Algorithmus dar, bietet aber relevante Strukturelemente für weiterführende Entwicklungen.

Röntgenemissionsmessungen an Batterieelektroden zeigten, dass die Diskriminierung von Satellitenlinien und die chemische Speziation bereits bei der Nutzung von einer einzelnen Dispersionsoptik mit geringem Justageaufwand gut möglich sind. Für die Vanadium-K $\alpha$ -Linien konnte ein Auflösungsvermögen von  $E/\Delta E > 2500$  gemessen werden. Im Vergleich zu den aktuell existierenden wellenlängendispersiven Spektrometern, die nicht auf perfekten Kristallen basieren, wurde damit ein recht hohes Auflösungsvermögen erreicht. Zusätzlich wurde ein kompaktes Design mit einem sehr großen Raumwinkel realisiert und alle Voraussetzungen für eine Kalibrierung im Hinblick auf relevante Größen wie das Ansprechverhalten und die Nachweiseffizienz geschaffen.

## **Abstract**

The aim of the present work has been the development of a calibratable wavelength-dispersive spectrometer that can detect X-ray radiation in the photon energy range between 2.3 keV and 18 keV. By using two dispersive full-cylindrical optics in the beam path, the sensitivity and efficiency of the spectrometer has been increased, and so access to high-resolution X-Ray Emission Spectrometry (XES) in nanoscaled materials, consisting of light elements and transition metals was enabled. Furthermore, due to both integrated optics, a compact design and four different operation modes have been realized.

To standardize the optic alignment, a basic version of an automated procedure, which is based on the analysis and validation of spectral images, has been developed and characterized. The program does not present a complete algorithm, but provides relevant structural elements for pursuing developments.

X-ray emission measurements on battery electrodes have already shown that using one single dispersive optic with low alignment effort allows for discrimination of satellite lines and for chemical speciation. For vanadium  $K\alpha$  lines a spectral resolution of  $E/\Delta E > 2500$  has been determined. In comparison to current existing wavelength-dispersive spectrometers, which are not based on perfect crystals, a rather high resolving power has been achieved. Additionally, a compact design with a high solid angle has been realized, and all requirements for calibration have been met with regard to relevant parameters such as responsivity and detection efficiency.