引用格式: TAO Fen, XUE Lian, SI Shangyu, et al. Application of Synchrotron Radiation Crystal Monochromator with Higherharmonics in Optical Detection[J]. Acta Photonica Sinica, 2022, 51(5):0512002 陶芬,薛莲,司尚禹,等,同步辐射晶体单色器高次谐波在光学检测中的应用[J].光子学报,2022,51(5):0512002

# 同步辐射晶体单色器高次谐波在光学检测中的 应用

陶芬,薛莲,司尚禹,李中亮,邓彪

(中国科学院上海高等研究院上海光源科学中心,上海 201210)

摘 要:基于高次谐波的特性,在上海光源X光学测试线分别进行了吸收谱、成像和衍射相关检测实验, 拓展了在线检测中同步辐射的光谱范围和应用场景。利用元素Se的K吸收边对光子能量为12.658 keV 高次谐波进行测量,实现了Si(111)双晶单色器4.219 keV能量下限的标定;利用Si(111)晶体的光子能 量12 keV高次谐波的衍射成像,研究了晶体热形变引起的Si(333)晶格面衍射的光斑畸变现象;利用双 晶单色器出射的光子能量为60keV的高次谐波,完成了对Si(111)高能劳厄晶体摇摆曲线的测量。 关键词:晶体光学;衍射;高次谐波;同步辐射;X射线

**中图分类号:**O721 文献标识码:A

**doi**:10.3788/gzxb20225105.0512002

## 0 引言

同步辐射是相对论带电粒子在电磁场中做圆周运动时沿切线方向发出的韧致辐射。这种电磁波可以 覆盖从远红外到硬X射线的光谱范围,相较于传统的X射线光源,同步辐射具有高亮度、高准直和高纯净的 特点。在同步辐射光束线中,利用单色器等X射线光学元件,可以方便地调节光子的能量、带宽和偏振等特性,为分子原子物理、生物医药、绿色能源等领域提供一个强有力的研究工具。

同步辐射光束通常利用分光晶体的衍射,调制出实验所需的特定带宽和能量的单色X射线。然而光束的角发散、谐波效应以及晶体的动力学衍射效应会引起衍射光的能谱展宽和谐波叠加,从而降低出射光的单色性,影响科学实验的数据<sup>[1]</sup>。为解决这一问题,可通过双晶失谐、非对称切槽晶体、配置不同指数面晶体 及谐波抑制镜等方法来获得高纯的X射线<sup>[2-4]</sup>,但出射光中通常还不可避免地包含由晶体高指数面衍射的高 次谐波。高次谐波是一种具有高能量和高分辨的单色光<sup>[5-6]</sup>,可应用于谱学、成像及衍射等实验方法的检测 中<sup>[7]</sup>,实现同步辐射光束线设备及光学元件高精度的在线表征,有助于拓展同步辐射光束线站的应用范围。

随着上海光源二期线站建设工程的有序展开,对于同步辐射X射线在线检测技术提出了许多新的要求,例如中能谱学线站的低能量2keV的检测,高能劳厄单色器晶体高能30~60keV的检测,以及高分辨单 色光成像光斑均匀性检测等。因此亟需发展切实可行的在线光学检测方法解决上述问题。

本文基于上海光源 X 光学测试线<sup>[8]</sup>,将高次谐波应用于多种光束线设备及光学元件的检测中,成功解决 多种高难度的在线检测问题,按照谱学、成像及衍射三种实验方法分类:利用高次谐波元素吸收谱简便地实 现单色器低能量极限的检测;利用高次谐波高分辨成像观察单色器晶体的热变形;利用高次谐波实现晶体 高指数面劳厄衍射的在线检测。

收稿日期:2021-10-20;录用日期:2022-01-06

http://www.photon.ac.cn

基金项目:国家重点研发计划(Nos.2021YFA1600703,2021YFF0701202),国家自然科学基金(Nos.11775297,U1932205),中科院青年促进会(No.2018297)

第一作者:陶芬(1994—),女,助理研究员,硕士,研究方向为同步辐射光学检测。Email: taofen@zjlab.org.cn

通讯作者:邓彪(1981—),男,研究员,博士,研究方向为X射线成像及同步辐射应用。Email:dengbiao@zjlab.org.cn
李中亮(1982—),男,研究员,博士,研究方向为同步辐射光学工程。Email:lizhongliang@zjlab.org.cn

## 1 理论

晶体被用于同步辐射连续光谱的调制,从同步辐射光中分离出科学实验所需的单色X射线。根据晶体 X射线衍射的动力学原理,晶体衍射光束需要满足布拉格衍射方程<sup>[9]</sup>:

$$m\lambda = 2d\sin\theta_{\rm B} \tag{1}$$

式中,*m*是衍射级次,为正整数;*d*表示相邻晶面间距;*θ*<sub>B</sub>为衍射角。在相同的衍射角方向上,除*m*=1的基波 对应的晶格面满足布拉格衍射外,还夹杂着级次*m*=2,3,4,5,…对应的高指数晶格面同样满足衍射条件,其 出射波长为λ/2,λ/3,λ/4…,称之为高次谐波<sup>[10]</sup>。高次谐波与基波的比例关系为

$$I_m = \left(\frac{1}{m}\right)^2 I_1 \tag{2}$$

式中,*I*<sub>1</sub>表示基波光子通量,*I*<sub>m</sub>表示高次谐波的光子通量。根据式(2),高次谐波的光子通量与谐波级次的平 方成反比。

同步辐射常用的硅单晶是面心立方晶系,其消光规律为

$$F_{HKL}^{2} = F_{F}^{2} \left[ 2 + 2\cos\frac{\pi}{2} (H + K + L) \right] = 2F_{F}^{2} \left[ 1 + \cos\frac{\pi}{2} (H + K + L) \right]$$
(3)

当H,K,L全为偶数,而 $H+K+L \neq 4n$ ,则H+K+L=2(2n+1), $F_{HKL}^2=2F_F^2(1-1)=0$ , $F_{HKL}=0$ 。其中H,K,L为晶向指数,F为结构因子。可知,Si(111)单晶2次谐波消光,3、4、5、…次谐波包含在出射 光束中,同时考虑X光学测试线插入件的能谱特性,由于弯铁光源在高能段的光子通量较低,因此弯铁束线 通常仅考虑3次谐波的影响,忽略更高次谐波。根据式(2),衍射光束中基波与三次谐波的能量差异较大。 利用材料对不同能量X射线的吸收差异,可将出射光束中基波的通量降低至高次谐波的10%以内来获取较 为纯净的高次谐波<sup>[11]</sup>。

通常高次谐波是实验中需要抑制的部分,在X射线吸收谱学中,高次谐波会严重影响采谱质量,要求将 其抑制到10<sup>-6</sup>以上,以保证谱学实验光源的纯度<sup>[12]</sup>。但本文充分发挥高次谐波高分辨和高能量的特性,将其 应用于光束线设备及光学元件的检测中,主要解决以下三个方面的检测难题:光束线能量下限的标定;观测 单色器热变形;高能劳厄晶体的原位检测。从而拓展了X光学测试线的检测功能。

为获取高纯度的高次谐波,需使用铝片对基波进行滤除。不同能量光对不同厚度的铝片的穿透率如图 1。可知,0.12 mm与0.08 mm厚度的铝片下4 keV能量光的穿透率基本为0%,12 keV能量光的穿透率为 65% 与70% 左右。10 mm厚度的铝片下20 keV能量光的穿透率基本为0%,60 keV的能量光穿透率在 50% 左右。而通过光路中放置0.12 mm厚度或者0.08 mm厚度的铝片可将基波4 keV完全滤除,获取纯净 的三次谐波12 keV光;通过光路中放置10 mm厚度铝片可将基波20 keV完全滤除,获得纯净的三次谐波 60 keV光。



图 1 X射线对不同厚度铝片的穿透率 Fig. 1 Transmission rate for different thickness of Aluminum

单色器能量下限是一条光束线站研究能力的表现方式之一。上海光源中能谱学线站的单色器能量下限是2 keV,目前还没有比较简易的测量方法,通过单色器的高次谐波测量可以方便地标定该能量下限。同步辐射X射线传输至样品点前,需要经过大气铍窗和空气段,对于低能量的X射线吸收特别明显,如:4 keV的X射线在无气氛保护下测量KCl吸收边是非常困难的<sup>[13]</sup>,由于光束中三次谐波12 keV的比重较大,通过单色器双晶失谐来降低高次谐波的影响,会将基波的通量降低一个量级,因此对于测量元素在4 keV附近的K吸收边相对困难。利用高次谐波可简便地实现低能量的标定,如:单色器调节在4 keV附近,其三次谐波为12 keV,滤除基波,其三次谐波能量附近,元素 Se的K吸收边满足要求,因此利用 Se的K吸收边来标定单色器的4 keV的能量。

单色性能是同步辐射光束线重要指标,其中单色器晶体的热变形<sup>[14-15]</sup>是影响光束线能量带宽的主要因素,相对于Si(111)晶体的带宽5.4"@10 keV晶体的热变形1"无法测量。高次谐波具有高分辨的特性,其发生衍射的Si(333)晶向的带宽为0.37"@30 keV,该值与晶体热变形的结果在同一量级上,可用于晶体热变形的检测中。晶体热变形使相同能量的高次谐波在空间位置上发生一定的改变,可通过高次谐波曲线变化来观测晶体热变形。

上海光源二期的超硬多功能实验线站的能量范围为 30~120 keV,单色器采用劳厄衍射对光束进行调制。需调制出该范围能量的高能 X 射线,对其进行在线表征。光束线的反射镜镀膜,导致其直通光束无高能量 X 射线输出。而单色器的高次谐波可以实现高能光束输出,例如:上海光源弯铁光源在 Si(333)的晶体工作条件下,60 keV 有 1.8×10<sup>11</sup> phs/s/0.1% BW 光子通量的输出,故可用于高能劳厄晶体性能的检测。

#### 2 实验

### 2.1 线站介绍

上海光源X光学测试线(Test Beamline at Shanghai Synchrotron Radiation Facility, BL09B@SSRF)是一条专用于光束线设备、光学元件检测的弯铁光束线<sup>[8]</sup>,线站的理论光谱分布如图2。由图1可知4 keV的光通量为 $1.6 \times 10^{13}$  phs/s/0.1%BW, 12 keV的光通量为 $9.3 \times 10^{12}$  phs/s/0.1%BW, 20 keV的光通量为 $5 \times 10^{12}$  phs/s/0.1%BW, 60 keV的光通量为 $1.8 \times 10^{11}$  phs/s/0.1%BW, 可知,该线站在高能量60 keV仍保持有较高的光子通量。



图 2 测试线站(09B)的理论光谱分布 Fig.2 Theoretical spectral distribution of the 09B test beamline

09B线站的基本布局如图 3, 白光狭缝(SLIT1)位于距离光源点 18 m的位置; 双晶单色器(Double-Crystal Monochromators, DCM)位于距离光源 21 m的位置; 大气铍窗安装在单色器下游 17 m位置; 根据检 测需求的不同, 可在光学平台布局相应的设备及探测器。目前已建立了 X 射线谱学、成像及衍射等多种在 线检测方法。





图 3 测试线站的光学布局 Fig.3 Schematic of the 09B test beamline

#### 2.2 能量下限标定与晶体的热变形评价

X光学测试线(BL09B)弯铁光源的特性优化能量范围为4~30 keV,能量下限为4 keV。实验主要对4 keV的光束进行能量下限的标定,以及4 keV基波的高次谐波成像光斑来观察晶体的热形变现象。

实验光路如图4。Filter为铝片,用于滤除基波,减弱基波对实验的影响,获取纯净的高次谐波;Foil为标准元素Se吸收片,测量其吸收边来标定三次谐波12keV,进行能量校准;IC0与IC1为电离室1和电离室2,用于获取光路的光子通量,电离室IC0测量到标准片前三次谐波的光子通量,电离室IC1测量经过标准元素后三次谐波的光子通量,扫描单色器的布拉格角,通过IC1与IC0记录光束的光子通量变化,通量的比值即该元素的吸收边。探测器用于观测直通光与高次谐波的光斑形状。



图 4 实验光路 Fig.4 Experimental optical path

## 2.2.1 单色器能量下限的标定

出射光束的能量是采用元素的K吸收边来表征的,但由于空气吸收的影响,在低能量区域测量元素的 吸收边复杂且困难,因此通过三次谐波的元素吸收边来间接标定低能段的基波,从而实现单色器的能量下 限的标定。由图1可知使用0.12 mm厚度的铝片可以完全吸收4 keV基波,从而获取纯净的三次谐波 12 keV,使得Se元素的吸收边标定更为准确。

在 09B线站搭建实验光路,如图 4。实验过程如下:将单色器转动至 4.219 keV 的角度处,单色器以最小的步长在基波的工作区域转动。用 0.12 mm 厚 Al 片放置在测量的电离室 IC0 前加挡住基波的 4.2 keV 光子,将 Se 箔放在两个电离室 IC0/IC1 中间,其通过元素 Se 的吸收边检测三次谐波 12.6 keV。

2.2.2 成像用于评价单色器晶体的热变形

通过高次谐波光斑的畸变来推测晶体的热形变,其实验光路如图4,白光通过单色器单色化后,狭缝 slit 滤除杂散光,Al片滤除基波,得到较为纯净的高次谐波,探测器得到晶体高次谐波的成像光斑。由成像光斑 的畸变形状来观测到单色晶体的热形变。由图1可知使用0.088 mm厚度的Al片可完全吸收基波4 keV,获 取纯净的三次谐波12 keV。

在测试线站搭建实验光路,通过调节单色器至基波能量4 keV,通过单像素 7.4 μm/pixel的成像探测器 曝光1 s 获取直通光斑形状,作为高次谐波光斑的对照试验组;在光路中加入厚度为 0.088 mm 的铝片滤除基

波,获取纯净的高次谐波,通过单像素 7.4 μm/pixel的成像探测器曝光 0.5 s 获取三次谐波 12 keV 的光斑形状。由直通光斑与高次谐波光斑对比来观测单色器晶体热形变情况。

#### 2.3 高次谐波对劳厄晶体的检测

超硬多工程线站通常工作在 30~120 keV 的能量范围内,国际上超硬劳厄单色器均是自主研制,上海光 源开展了高能劳厄单色器的研制,该设备的研制需要在线 X 射线的检测数据,为光学元件、压弯结构的优化 提供技术支撑。

目前上海光源现有光束线均无法提供高能 X 射线,09b线站可通过调整光路,调制出高次谐波,实现部 分高能 X 射线的输出。实验原理如图 5 所示,双晶单色器调节单色光工作在 20 keV,狭缝 slit大小为 2 000 µm×500 µm,光路中放置加 10 mm 厚的铝片,滤除 20 keV 基波,利用其三次谐波 60 keV 作为检测光 束。被测劳厄晶体为厚度 300 µm 的 Si(110),利用与表面 Si(110)夹角为 90°的 Si(111)作为衍射面。检测光 束入射到劳厄晶体上,60 keV条件下衍射面与检测光束的角度为 1.88°,与表面的夹角为 88.12°,出射光束的 方向如图所示。通过晶体上电机进行角度 200步/(″)的精细扫描,在探测器上获取该劳厄晶体的高能 60 keV 的摇摆曲线。



图 5 高次谐波应用高能劳厄衍射晶体检测光学原理 Fig.5 Optical principle schematic of detection of higher-harmonics by Laue diffraction crystals

## 3 结果与讨论

## 3.1 单色器能量下限的标定

光束线能量下限的标定实验结果如图 6。图中曲线为测量得到元素 Se的K吸收边,为单色器基波 (4.219 keV)的三次谐波(12.658 keV)的扫描结果。此结果可反映单色器的 4.219 keV 的基频能量。最后, 将该结果与 Se 元素 K 边吸收谱(12.658 keV)及对应的角度位置作比较,即可实现单色器低能能量测量。

实验结果表明,通过高次谐波的元素吸收边检测可以方便地实现原先复杂的光束线能量下限标定 工作。



图 6 元素 Se 的 K 边吸收谱测量结果 Fig.6 Measurement results of K-edge absorption spectrum of element Se

#### 3.2 成像用于评价单色器晶体的热变形

成像用于评价单色器晶体的热变形的实验结果如图 7。探测器曝光1s采集4 keV的直通光斑,如图 7(a)所示,光斑较为均匀没有发生明显的弯曲。探测器曝光0.5 s采集其三次谐波12 keV的光斑如图 7(b)所示,光斑产生明显向上的弯曲。光斑的弯曲程度,可以通过将光斑曲线归一化后,观察曲线一阶导数的情况,如图 7(c)所示,直通光斑曲线的一阶导数(为图 7(c)中的黄色曲线)较为平坦,表明4 keV 直通光斑弯曲不明显,即未观察出单色器晶体的热变形;三次谐波的光斑曲线的一阶导数(为图 7(c)中的蓝色曲线)倾角度较大,表明三次谐波12 keV 的光斑弯曲程度明显高于直通光,即高次谐波下明显地观测出单色器晶体的热形变现象。





实验结果表明,高次谐波光斑相比于直通光光斑发生明显弯曲现象。高次谐波光斑弯曲是由于单色晶体的热形变产生的光斑弯曲,且在高次谐波下观察地更为显著。为此,高次谐波成像可观测单色器晶体的 热形变现象。

## 3.3 高次谐波对劳厄晶体检测

高次谐波用于劳厄晶体检测实验结果如图 8,在晶体衍射角 1.88°附近,探测器测量得到劳厄晶体的摇摆 曲线。实际测量得到劳厄晶体 60 keV 的衍射角度为 1.88°,半高全宽(Full Width at Half Maximum, FWHM)为 6.2″理论 Si(111)晶体 60 keV 的劳厄衍射角为 1.88°,FWHM 为 0.873″。实验中狭缝(slit1)的尺 寸为 2 000  $\mu$ m×500  $\mu$ m,slit1距离实验台为 23 m,故狭缝的垂直方向发散角为 $\theta = \frac{500 \,\mu\text{m}}{23 \,\text{m}} = 4.34'',狭缝发$ 散角的 FWHM 远远大于晶体理论的 FWHM=0.873″。故狭缝对于测量误差影响较大。



图 8 高次谐波 60 keV 的高能劳厄衍射摇摆曲线 Fig.8 Rocking curve of Laue diffraction crystal at higher-harmonic 60 keV

FWHM理论与实际测量值偏差的原因是由于实验中的狭缝(2000 μm×500 μm)发散角(4.34")卷积带 来FWHM的展宽,故实际测量的发散角要大于理论值。

实验结果表明,高次谐波可以为劳厄衍射实现部分的高能光束进行检测实验。

## 4 结论

基于上海光源 X 光学测试线(BL09B),利用晶体单色器的高次谐波,进行了双晶单色器能量下限的标定、基于 X 射线成像直通光观测到了晶体热形变现象,同时开展了劳厄晶体高能条件下摇摆曲线表征。充分发挥了晶体高次谐波的高能量和高分辨的特性,成功实现了基于单色器高次谐波的多种高精度的检测, 拓展了上海光源光学测试线的应用范围。

**致谢:**感谢中国科学院高能物理研究所的张小威研究员和杨俊亮博士、中国科学院上海高等研究院的 田纳玺和赵昌哲博士对文章和实验的贡献。

#### 参考文献

- [1] KOSTROUN V O, MATERLIK G. Order sorting, focusing and polarizing monolithic monochromators for synchrotron radiation[J]. Nuclear Instruments & Methods, 1980, 172(1-2):215-222.
- [2] JACH T, KIRKLAND J P, WOLF P D, et al. A harmonic rejection scheme for X-ray monochromators [J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment, 1987, 257(2):443-446.
- [3] HRDY J, MIKULIK P, OBERTA P. Diffractive-refractive optics: (+,-,-,+) X-ray crystal monochromator with harmonics separation[J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2011, 18(Pt 2):299-301.
- [4] FU Yuan, XUE Song, WEI Xiangjunet al. The development of a harmonic rejection mirror on XAFS beamline at Shanghai Synchrotron Radiation Facility[J]. Nuclear Techniques, 2009, 32(10):729–732.
- [5] KARANFIL C, CHAPMAN D, SEGRE C U, et al. A device for selecting and rejecting X-ray harmonics in synchrotron radiation beams[J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2004, 11(Pt 5):393-398.
- [6] CHAPMAN D, HASTINGS J, MOULIN H, et al. Measurement of rocking curve wings at high X-ray energies [J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 1992, 319(1-3):149-154.
- [7] ZHANG Lin, MANUEL S, MONACO G, et al. Thermal deformation of cryogenically cooled silicon crystals under intense X-ray beams: measurement and finite-element predictions of the surface shape[J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2013, 20(4):567-580.
- [8] LI Zhongliang, FAN Yichen, XUE Lian, et al. The design of the test beamline at SSRF[C]. Proceedings of the 13th International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation-SRI2018, 2019.
- [9] ZHOU Sizhong, DENG Xiaoguo, YANG Xiaoxu, et al. Study on checking and measuring for sagittal double crystal monochromator[J]. Acta Photonica Sinica, 2007, 36(12): 2346–2349.

周泗忠,邓小国,杨晓许,等.弧矢聚焦双晶单色器性能测试研究[J].光子学报,2007,36(12):2346-2349.

- [10] 徐朝银.同步辐射光学与工程[M].合肥:中国科学技术大学出版社,2013.
- [11] TRAN C, DE JONGE M D, BARNEA Z, et al. Quantitative determination of the effect of the harmonic component in monochromatised sychrotron X-ray beam experiments[J]. Frascati Physics Series, 2003,22: 335-343.
- [12] ZHANG Fan, ALLEN A J, LEVINE L E, et al. High-efficiency coherence-preserving harmonic rejection with crystal optics[J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2018, 25(5):1354-1361.
- [13] MATSUDA T, MORITOMO Y. XAFS analysis of novel Prussian blue structure [R]. Photon Factory Activity Report 2010 Part B ,2011.
- [14] FU Xuan, ZHOU Renkui, ZHOU Sizhong, et al. The transmission efficiency of sagittal focusing double-crystal monochromator in synchrotron radiation[J]. Acta Photonica Sinica, 2001, 30(7):908-912.

傅翾,周仁魁,周泗忠,等.同步辐射弧矢聚焦双晶单色器传输效率的研究[J].光子学报,2001,30(7):908-912.

[15] FU Xuan, ZHOU Renkui, ZHOU Sizhong, et al. Improvement of the performance of sagittally focusing double-crystal monochramator[J]. Acta Photonica Sinica, 2000, 29(4):372-375.
(前期) 周仁朝, 周知中等, 而在取出的各现性的相互[J], 来子常报, 2000, 20(4):272-275

傅翾,周仁魁,周泗忠,等.弧矢聚焦双晶单色器性能的提高[J].光子学报,2000,29(4):372-375.

## Application of Synchrotron Radiation Crystal Monochromator with Higher-harmonics in Optical Detection

TAO Fen, XUE Lian, SI Shangyu, LI Zhongliang, DENG biao

(Shanghai Synchrotron Radiation Facility, Shanghai Advanced Research Institute, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201210, China)

Abstract: The synchrotron is a machine which is used by physicists to produce high energy charged particles. The centripetal force acting on the relativistic electrons causes them to radiate electromagnetic radiation predominantly in vacuum ultraviolet and soft X-ray regions. The synchrotron radiation facility is a large, expensive, and complex organization, devoted to the provision of electromagnetic radiation to a wide range of experimental rigs, and service a community with diverse scientific backgrounds. Synchrotron radiation has the characteristics of high photon brilliance, high collimation and high purity. Double crystal monochromator is the core splitter in synchrotron radiation beamline. The diffraction beam produced by it contains fundamental and harmonic X-rays. As monochromators select from a given spectrum a series of harmonics whose wavelengths satisfy Bragg's law for the monochromator diffracting planes, higher-order harmonics are still present in the spectrum after monochromatization with not negligible relative intensities. On the one hand, higher harmonics can reduce the monochromaticity of X-ray; on the other hand, higher harmonics have the characteristics of high resolution and high energy. In experiments, higher harmonics are usually used or suppressed according to the demands. High purity harmonics are obtained and fundamental waves are filtered by aluminum sheets of different thickness. Based on the characteristics of higher harmonics, the absorption spectrum, imaging and diffraction experiments are carried out on test beamline (09B) at Shanghai Synchrotron Radiation Facility (SSRF), which expanded the spectrum range and applications of synchrotron radiation at wavelength measurement.

The lower limit of monochromator energy is an important feature for beamline. The lower limit of the monochromator energy in SSRF Beamline is 2 keV. There is no simple method to measure the lower limit of the monochromator energy at present. The lower limit of the monochromator energy can be easily measured by high order harmonic. The lower limit of 4.219 keV energy of Si(111) monochromator crystal is calibrated by measuring the K-edge absorption of element Se for third-order harmonic at 12 keV.

Monochromaticity is an important criterion of beamline at synchrotron radiation, and thermal deformation of monochromator crystal affects photon energy bandwidth. The energy bandwidth of Si(333) crystal planes is 0.37"@30 keV. This value is on the same order of magnitude with the result of thermal deformation of crystal. It can be used in the detection of thermal deformation of crystal. The specular distortion of Si(333) lattice surface diffraction caused by thermal deformations of crystal Si(111) is studied by diffraction imaging with 12 keV higher harmonic.

The ultrahard multifunctional X-Ray beamline in the phase II of SSRF with a photon energy range of  $30\sim120$  keV, with Laue diffraction monochromator to select from a given spectrum. It is necessary to characterize it at wavelength measurement by high-energy X-rays in this range. The rocking curve of high-energy Laue crystals is measured by Laue diffraction with 60 keV higher harmonic.

Based on the test beamline at Shanghai Synchrotron Radiation Facility, studying the applications using higher-order harmonic of crystal monochromator in three aspects. First, the lower limit of the energy of the double crystal monochromator is calibrated. Second, the thermal deformation of crystal is directly observed by X-ray imaging. Third, Characterization of rocking curves of Laue crystal monochromator at high energy. Utilizing monochromator higher-harmonics, a variety of high-precision detections has been successfully realized. This work extended the applied range of Test Beamline at Shanghai Synchrotron Radiation Facility.

**Key words**: Crystal optics; Diffraction; Higher–harmonics; Synchrotron radiation; X-ray **OCIS Codes**: 120.4630; 050.1940; 300.6560; 340.6720; 110.7440

Foundation item: National Key Research and Development Program of China (Nos. 2021YFA1600703, 2021YFF0701202), National Natural Science Foundation of China (Nos. 11775297, U1932205), Youth Innovation Promotion Association CAS (No.2018297)