

金刚石压砧中调制磁化率的测量原理

周亚洲¹, 郭静¹, 陈姝蓉²

(1. 中国科学院物理研究所, 北京 100080;
2. 河海大学机电工程学院, 江苏 南京 210024)

摘要:超导电性以零电阻行为和迈斯纳效应作为2个核心判据。在金刚石压砧所形成的高压环境下,样品尺寸仅数十微米,且空间受限,其磁性测量一直是高压研究中的难点。基于金刚石压砧进行高压下的磁性测量大致可以分为4种不同的方法,其中,使用实验室自制的多匝数微型线圈和2台串联锁相放大器的调制磁化率测量因测量原理未被很好地理解,导致以往的研究中常出现自相矛盾的实验结果。为此,从实验构型和法拉第电磁感应定律出发,重新推导了超导样品的抗磁转变在一级和二级锁相放大器上信号大小的表达式,得到了引入调制磁场之后信号放大幅度表达式,深入理解了调制磁化率的测量原理,指出了以往文献中可能存在的问题。

关键词:金刚石压砧;磁化率测量;调制磁化率;超导抗磁信号

中图分类号:O521.2

文献标志码:A

超导电性以零电阻行为和迈斯纳效应作为2个核心判据。在金刚石压砧(diamond anvil cell, DAC)的高压环境下,样品尺寸仅为数十微米,且空间受限,因此,磁性测量一直是高压研究中的难点。

实验室中常采用DAC进行压力下的磁性测量,测量方法大致可以分为4种。(1)基于商业SQUID的迷你高压胞,将整个高压胞放入SQUID的探测系统中,通过高精度的磁矩分辨率扣除高压胞的磁矩信号,从而得到待测样品的信号,代表性工作包括金属氢化物的抗磁性测量和磁通钉扎^[1-3]以及 $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ 等镍氧化物的抗磁性测量^[4-6]。(2)基于氮空位色心的磁性测量。其优势在于可以实现磁性的空间分辨,但是受测量原理所限,磁性测量仅局限于样品表面,且难以实现整体绝对值测量,代表性工作有氢化物以及 $\text{La}_3\text{Ni}_2\text{O}_7$ 中的抗磁性测量^[7-9]。(3)使用SQUID探头搭建专用于DAC的SQUID测量系统,对比商业SQUID测量系统,可将超导的磁通拾取线圈集成到高压胞内部。该方法可以避免大部分高压胞所产生的背底信号,从而提高测量分辨率,但缺点在于系统复杂,需要大量定制部件,代表性工作为高压下的精确磁化测量^[10-12]。(4)采用实验室自制的多匝数微型线圈,将线圈放置在DAC外围,利用锁相放大器进行交流磁性测量,通过使用额外的低频激励线圈和2级串联锁相放大器,可增强测量系统对超导信号的敏感性。该方法因采用低频磁场对超导转变温度进行磁场调制,因此,被称为调制磁化率测量,代表性工作包括单质硫在压力下的超导抗磁性测量^[13-14]以及铜氧化物中三维到二维超导电性的转变^[15-16]。

上述方法中,只有方法4仅需2台串联的锁相放大器,几乎不需要额外的实验设备,但其测量原理并没有被很好地理解,导致以往的文献中常出现自相矛盾的实验结果,如铜氧化物超导抗磁转变温度的反常升高^[17-18]现象等。基于此,本研究针对方法4中调制磁化率的测量原理以及实验相关的关键问题展开讨论。

* 收稿日期: 2026-03-10; 修回日期: 2026-03-24

通信作者: 周亚洲(1990—), 男, 博士, 副研究员, 主要从事高压等极端条件下的物性研究。

E-mail: zhouyz@iphy.ac.cn

1 实验构型

实验构型如图 1^[7] 所示, 2 组核心测量线圈中的一组放置在 DAC 外围, 另一组置于其旁边, 每组测量线圈均由一个激励线圈和一个拾取线圈组成, 其中: 激励线圈通过通入交变电流产生交变磁场, 通常选择外侧线圈; 拾取线圈拾取交变的磁通量产生交变的电压信号, 通过前置放大器直接连接到锁相放大器的输入端; 2 组测量线圈通过反接拾取线圈, 使得拾取到的电压信号几乎为零(理想情况下, 2 组测量线圈完全相同, 且互不干扰, 反接后拾取到的等效磁通完全为零)。此外, 在 2 组测量线圈之外放置一个低频调制线圈, 通过一个较大的交变电流, 使其产生数十毫特斯拉的交变磁场, 磁场对待测样品的超导转变温度进行交变抑制, 信号由两级串联的锁相放大器测量。

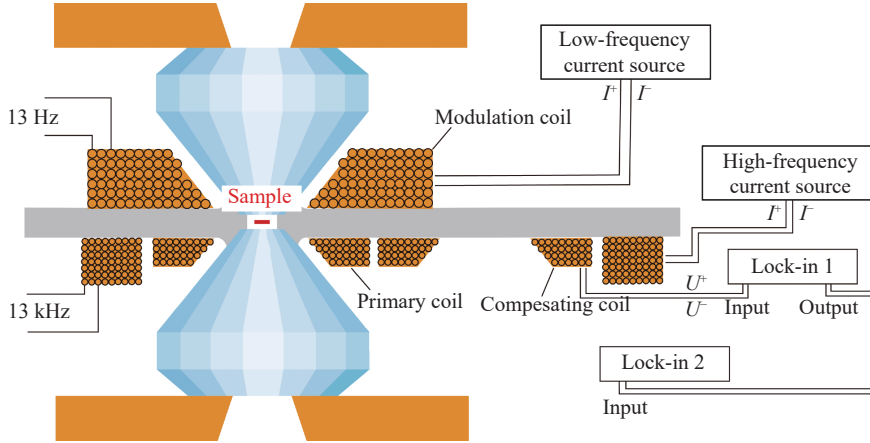


图 1 调制磁化率测量的实验构型^[7]

Fig. 1 Experimental configuration for modulated magnetic susceptibility measurement^[7]

2 信号大小的理论计算

2.1 无调制磁场时的信号大小

由法拉第电磁感应定律, 拾取线圈中的电压为

$$U_{\text{coil}} = \frac{d\phi}{dt} = \frac{d\phi_0}{dt} + \frac{d\phi_s}{dt} \quad (1)$$

式中: U_{coil} 为拾取线圈中的电压, ϕ_s 、 ϕ_0 分别为待测样品和除样品之外的磁通量。在样品填充因子 $\eta=1$ 的情况下(在图 1 所示的实验构型中, 线圈包裹的空间直径约为 3 mm, 高约为 1 mm, 而样品的直径仅约为 100 μm , 厚 20 μm , 两者的体积之比为填充因子), 样品之外的空间尺寸近似于整个拾取线圈, 其半径为 r_{coil} , 因此, 式 (1) 可进一步表示为

$$U_{\text{coil}} = N_{\text{coil}}\pi r_{\text{coil}}^2 \frac{dB_0}{dt} + \frac{d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}}\pi r_s^2 \frac{dB_s}{dt} = N_{\text{coil}}\pi r_{\text{coil}}^2 \frac{dB_0}{dt} + \frac{d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}}\pi r_s^2 \frac{d\mu_0(1-\chi)H}{dt} \quad (2)$$

式中: $d_s N_{\text{coil}}/h_{\text{coil}}$ 为比例系数; d_s 为样品的厚度; h_{coil} 为测量线圈的高度; N_{coil} 为测量线圈的匝数, 即等效匝数; r_s 、 B_s 分别为样品的半径和样品所处位置的磁感应强度; B_0 为未填充样品处的磁感应强度; μ_0 为真空磁导率; χ 为磁化率, 在超导转变前、后, 分别有 $\chi=0$ 和 $\chi=-1$; H 为激励磁场。理想情况下, 2 组测量线圈完全相同, 即初级线圈和补偿线圈的尺寸完全一致, 可以实现完美补偿, 式 (2) 中的第 1 项应该严格为零。然而在实际实验中这不可能实现, 因此, 线圈拾取到的电压信号有一部分来自未填充样品的空间。

如果待测样品为超导体, 在超导转变时测量到的信号大小为

$$U_{\text{signal}} = U_{\text{coil}}(\chi = -1) - U_{\text{coil}}(\chi = 0) = \frac{d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}}\pi r_s^2 \mu_0 \frac{dH}{dt} \quad (3)$$

考虑到在实际实验构型中, 激励线圈与测量线圈尺寸类似并且同心, 激励磁场 $H=N_{\text{coil,e}}J_{\text{coil,e}}/h_{\text{coil,e}}$, 其中 $N_{\text{coil,e}}$ 、 $h_{\text{coil,e}}$ 、 $I_{\text{coil,e}}$ 分别为激励线圈的匝数、高度、电流。

在正弦激励下, $I_{\text{coil,e}}=|I_{\text{coil,e}}|\sin(2\pi f_1 t)$, 有

$$\begin{aligned} U_{\text{signal}} &= \frac{d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}} \pi r_s^2 \mu_0 \frac{(N_{\text{coil,e}}/h_{\text{coil,e}}) dI_{\text{coil,e}}}{dt} \\ &= \frac{d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}} \pi r_s^2 \mu_0 (N_{\text{coil,e}}/h_{\text{coil,e}}) |I_{\text{coil,e}}| 2\pi f_1 \cos(2\pi f_1 t) \end{aligned} \quad (4)$$

式中: f_1 为第1级锁的相对频率。对 f_1 进行测量之后, 得到直流信号

$$U_{\text{signal}} = 2 \frac{d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}} \pi^2 r_s^2 \mu_0 (N_{\text{coil,e}}/h_{\text{coil,e}}) |I_{\text{coil,e}}| f_1 \quad (5)$$

可以看出, 式(5)中并没有 $\cos(2\pi f_1 t)$ 的余弦振项。

2.2 存在调制磁场时的信号大小

为了提高测量的信噪比, 引入额外的低频调制磁场($f_2=13$ Hz)来抑制样品的超导转变温度, 以区分样品和背景的信号。在调制磁场 H_2 存在的情况下, 式(3)依然成立, 只是外磁场需要表示为 $H_t=H_1+H_2$, 其中 $H_1=|H_1|\sin(2\pi f_1 t+\phi_1)$, $H_2=|H_2|\sin(2\pi f_2 t+\phi_2)$, 假设其中 $f_1=13$ kHz, $f_2=13$ Hz, 满足 $f_1 \gg f_2$ 。

在样品未处于超导临界温度的情况下, χ 不随外磁场变化, 此时, 式(2)可以进一步表示为

$$\begin{aligned} U_{\text{signal}} &= \frac{d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}} \pi r_s^2 \mu_0 (1-\chi) \frac{dH_t}{dt} \\ &= \frac{d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}} \pi r_s^2 \mu_0 (1-\chi) [\omega_1 |H_1| \cos(\omega_1 t + \phi_1) + \omega_2 |H_2| \cos(\omega_2 t + \phi_2)] \end{aligned} \quad (6)$$

式中: $\omega=2\pi f$, 假设 $\phi_1=\phi_2=0$ 。由锁相测量原理可知: 锁相首先对参考信号和测量信号进行乘法运算, 并对时间进行积分, 然后进行低通滤波。本研究中, 在第1级锁相上输入 $f_1=13$ kHz 的参考信号, 通过乘法运算和低通滤波之后, 消除了 $f_2=13$ Hz 的低频项对测量的影响, 由于

$$\begin{aligned} &\sin(\omega_1 t)[A\cos(\omega_1 t) + B\cos(\omega_2 t)] = \\ &A[\sin(2\omega_1 t) + \sin(\omega_1 - \omega_1)]/2 + B\{\sin[(\omega_1 + \omega_2)t] + \sin[(\omega_1 - \omega_2)t]\}/2 \end{aligned} \quad (7)$$

在 $\omega_1 \gg \omega_2$ 的情况下, $\omega_1 + \omega_2 \approx \omega_1 - \omega_2 \approx \omega_1$ 。锁相的低通滤波器的截止频率与时间常数的关系为 $f_{-3\text{dB}}=1/(2\pi t_c)^{[19]}$, 其中: t_c 为锁相输出的时间常数, 从 1 ms~300 s 可调。10 ms 对应的截止频率 $f_{-3\text{dB}}=16$ Hz, 100 ms 对应的截止频率 $f_{-3\text{dB}}=1.6$ Hz。由于式(7)中仅 $\sin(\omega_1 - \omega_1)$ 这个直流项有可能通过低通滤波器, 因此, 最后只得到 $\sin(\omega_1 - \omega_1)$ 相关的直流项。

直流信号输入第2级锁相之后, 进行以 ω_2 为基准的二次谐波的乘法运算产生 $2\omega_2$ 项, 经过低通滤波之后为零(需要注意的是, 应合理选择第2级锁相的时间常数 t_c , 使得 $f_{-3\text{dB}}=1/(2\pi t_c)=2\omega_2$, 如 $t_c=1$ s 时, $f_{-3\text{dB}}=1/(2\pi)=0.16$ Hz)。

在样品处于超导临界温度的情况下, 超导转变温度被调制磁场 H_2 抑制, 此时, 式(6)中的 χ 随外磁场发生频率为 ω_2 的交替变化。在温度合适且磁场足够大的情况下, 调制磁场能使 χ 发生从约为 0~-1 的周期变化, 其中 χ 约为零发生在样品处于正常态, 而 -1 发生在样品处于超导态。

近似有 $\chi = -|\chi|\cos(2\omega_2 t)$, 其中 $|\chi|=0.5$, 注意这里 χ 和 H_2 随时间的变化存在 90° 的相差, 由于 $H_2 = |H_2|\sin(\omega_2 t + \phi_2)$, 此处一定是 $-\cos(2\omega_2 t)$, 可通过作图法得到此结果。此时式(2)可以表示为

$$U_{\text{signal}} = \frac{d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}} \pi r_s^2 \mu_0 \left(\frac{dH_t}{dt} - \frac{d\chi H_t}{dt} \right) \quad (8)$$

其中 $\frac{dH_t}{dt}$ 经过锁相之后产生直流项, 暂不考虑。而第2项

$$\begin{aligned} \frac{d\chi H_t}{dt} &= -|\chi|\cos(2\omega_2 t)[\omega_1 |H_1| \cos(\omega_1 t) + \omega_2 |H_2| \cos(\omega_2 t)] + \\ &2\omega_2 |\chi| \sin(2\omega_2 t)[|H_1| \sin(\omega_1 t) + |H_2| \sin(\omega_2 t)] \end{aligned} \quad (9)$$

化简后为

$$\frac{d\chi H_t}{dt} = -\cos(2\omega_2 t)[\cos(\omega_1 t) + \cos(\omega_2 t)] + \sin(2\omega_2 t)[\sin(\omega_1 t) + \sin(\omega_2 t)] \quad (10)$$

三角函数的积化和差之后, 其中存在 $2\omega_2 + \omega_1$ 、 $2\omega_2 - \omega_1$ 、 $3\omega_2$ 、 ω_2 等 4 项。在经过第 1 级锁相 ω_1 项的乘法运算之后变为 $-2\omega_2$ 、 $2\omega_2 + 2\omega_1$ 、 $2\omega_2$ 、 $2\omega_2 - 2\omega_1$ 、 $\omega_1 + 3\omega_2$ 、 $\omega_1 - 3\omega_2$ 、 $\omega_1 + \omega_2$ 、 $\omega_1 - \omega_2$ 等 8 项, 表示为

$$\frac{d\chi H_t}{dt} = -\cos(2\omega_2 t) + \cos[(2\omega_2 + 2\omega_1)t] + \cos(2\omega_2 t) + \cos[(2\omega_2 - 2\omega_1)t] + \dots \quad (11)$$

同样 $\omega_1 \gg \omega_2$ 的情况下, 在低通滤波器之后只可能保留 $-2\omega_2$ 和 $2\omega_2$ 。这 2 项来源于 $\cos(2\omega_2 t)\cos(\omega_1 t)$ 和 $\sin(2\omega_2 t)\sin(\omega_1 t)$, 后续计算中仅考虑这 2 项, 则

$$\begin{aligned} \frac{d\chi H_t}{dt} &= -|\chi| \cos(2\omega_2 t) \omega_1 |H_1| \cos(\omega_1 t) + 2\omega_2 |\chi| \sin(2\omega_2 t) |H_1| \sin(\omega_1 t) \\ &= -|\chi| \omega_1 |H_1| \{\cos[(2\omega_2 + \omega_1)t] + \cos[(2\omega_2 - \omega_1)t]\} / 2 + \\ &\quad 2\omega_2 |\chi| |H_1| \{\cos[(2\omega_2 + \omega_1)t] - \cos[(2\omega_2 - \omega_1)t]\} / 2 \end{aligned} \quad (12)$$

考虑经过第 1 级锁相对于频率 ω_1 的测量之后, 表达式需乘以 $\sin(\omega_1 t)$ 并积分后低通滤波, 仅保留 $-2\omega_2$ 和 $2\omega_2$ 两项, 忽略了 $2\omega_2 + 2\omega_1$ 、 $2\omega_2 - 2\omega_1$ 等项, 则

$$\begin{aligned} \frac{d\chi H_t}{dt} \sin(\omega_1 t) &= -|\chi| \omega_1 |H_1| [\sin(2\omega_2 t)/2 + \sin(2\omega_2 t)/2] - \\ &\quad 2\omega_2 |\chi| |H_1| [\sin(2\omega_2 t)/2 - \sin(2\omega_2 t)/2] \\ &= -\omega_1 |\chi| |H_1| \sin(2\omega_2 t) \end{aligned} \quad (13)$$

式 (13) 中, 比例系数含 ω_2 的项正好抵消。所以, 在经过第 1 级锁相 ω_1 项的乘法运算之后

$$\begin{aligned} U_{\text{signal}} &= \frac{d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}} \pi r_s^2 \mu_0 \left(\frac{dH_t}{dt} - \frac{d\chi H_t}{dt} \right) \\ &= \frac{d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}} \pi r_s^2 \mu_0 \omega_1 |\chi| |H_1| \sin(2\omega_2 t) \end{aligned} \quad (14)$$

通过选择合适的时间常数, 如 $t_c = 3 \text{ ms}$, 低通滤波器的截止频率 $f_{-3\text{dB}} = 1/(2\pi t_c) = 53 \text{ Hz} > 2\omega_2$ 。因此, 在超导转变温度附近, 假设 $|H_2|$ 足够大, 使超导材料的 χ 可以从约为 $0 \sim -1$ 发生变化, 此时 $|\chi| = 0.5$, 结合 $|H_1| = N_{\text{coil,e}} |I_{\text{coil,e}}| / h_{\text{coil,e}}$, 可以在第 1 级锁相的乘法器和低通滤波器后, 得到

$$U_{\text{signal}} = \frac{d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}} \pi^2 r_s^2 \mu_0 f_1 (N_{\text{coil,e}} / h_{\text{coil,e}}) |I_{\text{coil,e}}| \sin(2\omega_2 t) \quad (15)$$

式 (15) 中包含了 $\sin(2\omega_2 t)$ 的时间振荡项, 与式 (8) 的情况截然不同。同时由于锁相会将输出信号按照一定比例放大, 其比例为输入信号的有效值除以所选档位的大小再乘以 10 V , 即 $10|U_{\text{in}}| / \sqrt{2} U_{\text{Sensitivity}}^{[19]}$ 。所以第 1 级锁相的输出为

$$U_{\text{lock-in 1,out}} = \frac{10 d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}} \pi^2 r_s^2 \mu_0 f_1 (N_{\text{coil,e}} / h_{\text{coil,e}}) |I_{\text{coil,e}}| \sin(2\omega_2 t) / \sqrt{2} U_{\text{lock-in 1,Sensitivity}} \quad (16)$$

输入第 2 级锁相后, 其以 ω_2 为基准进行二次谐波的乘法运算 (产生 $2\omega_2 + 2\omega_2$ 和 $2\omega_2 - 2\omega_2$ 项) 并低通滤波之后, 仅保留 $2\omega_2 - 2\omega_2$ 的直流项, 最终测量得到的超导转变信号为

$$|U_{\text{lock-in 2,x}}| = \frac{10 d_s}{h_{\text{coil}}} N_{\text{coil}} \pi^2 r_s^2 \mu_0 (N_{\text{coil,e}} / h_{\text{coil,e}}) |I_{\text{coil,e}}| f_1 / \sqrt{2} U_{\text{lock-in 1,Sensitivity}} \quad (17)$$

2.3 对比 2 种情况下的超导信号大小

超导转变在第 1 级锁相放大器的信号大小可用式 (5) 计算。式 (17) 中信号的增大来自第 1 级锁相在输出端对信号进行的等比例放大, 即 $10|U_{in}|/\sqrt{2}U_{Sensitivity}$ 。这与单纯的使用前置放大器不同, 这里的放大是在对信号进行 ω_1 项的乘法运算和低通滤波之后进行的, 几乎只放大了目标信号, 而单纯的前置放大器不仅会放大目标信号, 也会放大测量的噪音。

代入实际的实验参数进行计算, 在激励线圈与测量线圈尺寸接近的情况下, 测量线圈匝数 $N_{coil}=N_{coil,e}=600$, 高度 $h_{coil,e}=1$ mm, 电流振幅 $|I_{coil,e}|=10$ mA, 测量频率 $f_1=13$ kHz, 真空磁导率 $\mu_0=1.26\times 10^{-6}$ H/m, 样品厚度 $d_s=30$ μm 。

对于 250 μm 台面的金刚石压砧, 样品半径 $r_s=40$ μm 、厚度 $d_s=20$ μm , 根据式 (17), 第 1 级锁相测量得到的信号大小 $|U_{signal}|\approx 37.2$ μV 。

引入调制磁场 $f_2=13$ Hz, 同时 $U_{lock-in 1,Sensitivity}=10$ mV, 根据式 (17), 第 2 级锁相测量得到的信号大小 $|U_{lock-in 2,y}|\approx 13.04$ mV。对比第 1 级锁相, 放大约 350 倍(此数值仅通过锁相放大的数据手册^[19]计算得到, 应为实验所能观察到的最大值)。值得注意的是, 上述 2 个计算结果均未考虑前置放大器的贡献, 且以上计算未考虑样品抗磁因子造成的信号增大。

3 结果与讨论

引入调制磁场能够提高超导转变信号, 主要是由于第 1 级锁相的输出放大^[19], 与前置放大器对拾取电压的整体放大不同, 此处仅放大与超导转变相关的信号。因此, 调制磁场的引入能够大幅提升超导测量的信噪比, 从而有可能在具有微弱抗磁性的样品上测量得到超导转变^[20]。

在理解了调制磁化率的测量原理之后, 将会面临一个问题, 如此小的调制磁场怎么能够导致铜氧化物超导体的信号宽度达到数十开尔文? 由文献 [15–16, 21] 的报道可知, 超导转变信号从超导转变温度 (T_c) 开始一直往低温持续数十开尔文, 其原因在于, 虽然铜氧化物超导体的上临界场 (H_{c2}) 超过了数十特斯拉, 但是其下临界场 (H_{c1}) 只有几十毫特斯拉量级, 调制磁场足以使其在数十开尔文的区间内进入混合态, 其磁化率 χ 与正常态接近, 其原理在文献 [20] 中也有说明。图 2(a) 中的蓝色实线为典型的铜氧化物超导体的调制磁化率实验数据, 其中 UD 表示欠掺杂, OP 表示最佳掺杂, OD 表示过掺杂。图 2(b) 展示了有外场存在和没有外场存在时的磁化率随温度的变化曲线, 可以看出, 10 mT 量级的调制磁场能够让转变温度发生约 20 K 的明显位移, 这是因为, 调制磁场使其进入了混合态(高于下临界场 H_{c1}), 此状态下样品因磁通的侵入, 其磁化率 χ 与正常态相当。图 2(c) 给出了温度低于 T_c 时, 磁化率 χ 随调制磁场 H_2 发生二倍频的振荡, χ 从 -1 到约为 0 产生 $2\omega_2$ 振荡^[6]。

铜氧化物超导抗磁转变温度反常升高^[7]的核心证据如图 3 所示。图 3(a) 给出了典型的超导转变信号, 其中: $\Delta\chi'$ 为调制磁化率信号的振幅; $R/R_{290\text{K}}$ 为归一化后的电阻, 归一化温度 290 K。可以看出, 铜氧化物的超导转变宽度约为 20 K, 与文献 [15–16, 21] 中的情况类似; 图 3(b) 仅展示了高温部分的数据, 低温端并没有出现远离超导温度时, 因 H_{c1} 过大而导致调制磁场无法将其拖入混合态, 从而导致测量信号归零的情况。特别是图 3(b) 中压力为 36.5 GPa 时, 信号从超导起点一直向下延伸, 超过 50 K 时依然没有下降, 与图 3(a) 中不同压力下的信号宽度均在 20 K 左右形成鲜明对比。仅关注压力低于 17.0 GPa 的数据, 可以看出, 图 3(a) 与图 3(b) 中的信号宽度完全不同, 而下临界场与超导材料的超流密度和超导穿透深度紧密相关, 不会随样品产生巨大差异。图 3(b) 的结果可能来自于错误的实验操作, 其超导转变温度的宽度远大于 20 K, 以至于没有观测到低温端的信号回落, 此实验结果被误认为是铜氧化物超导转变温度在压力下的反常升高。值得注意的是, 此处的纵轴 Phase 和图 3(a) 的纵轴振幅都应满足同样的规律。此处为示意图, 原始图片详见文献 [17]。而同样报道观察到压力下超导温度上升的文献 [18] 中, 采用的是方法 1 中的迷你高压胞, 考虑到其并没有给出磁性测量的原始数据, 推测很可能是高压胞的背底信号造成的误判。

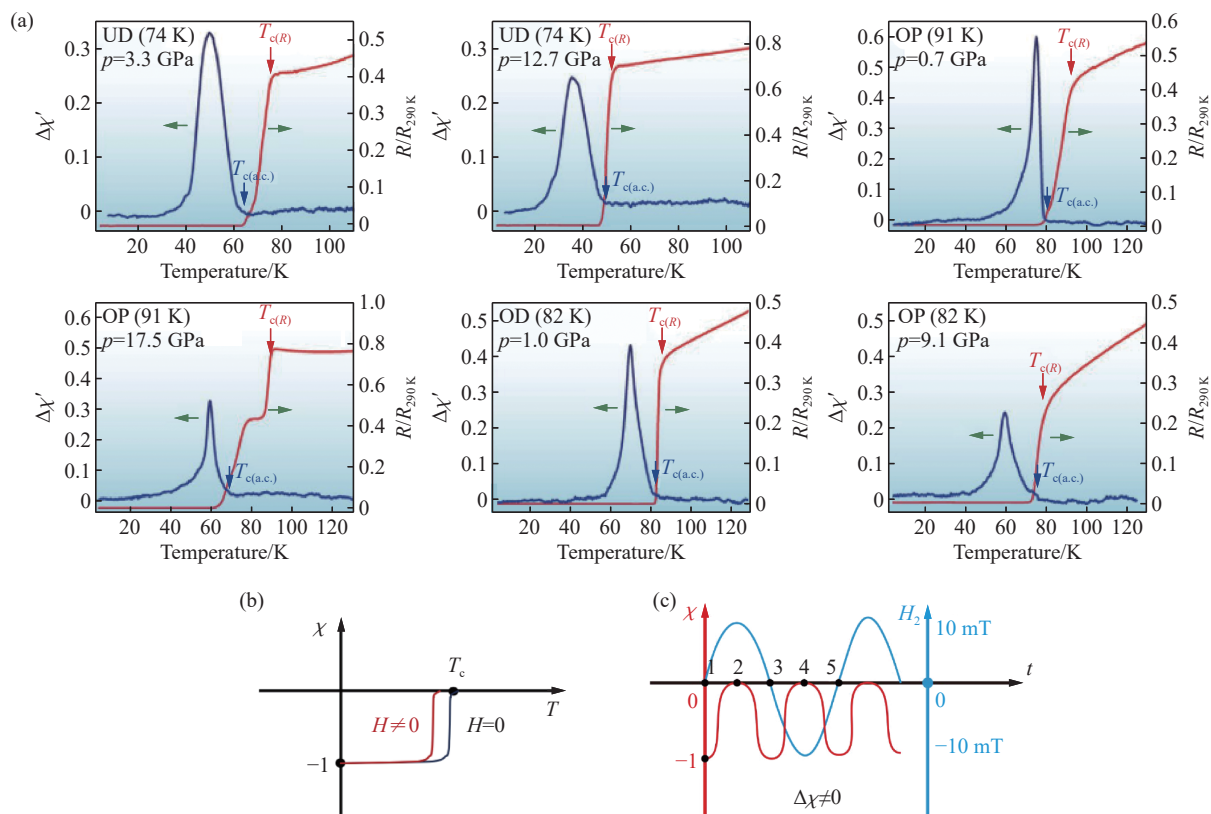


图 2 (a) 典型铜氧化物超导体的调制磁化率实验数据, (b) 有、无外场存在时磁化率随温度的变化曲线, (c) 温度低于 T_c 时磁化率 χ 随调制磁场 H_2 的变化曲线^[16]

Fig. 2 (a) Typical modulated magnetic susceptibility data for a cuprate superconductor; (b) temperature dependence of susceptibility with and without an external magnetic field; (c) variation curve of the magnetic susceptibility χ with the modulation field H_2 when the temperature is below T_c ^[16]

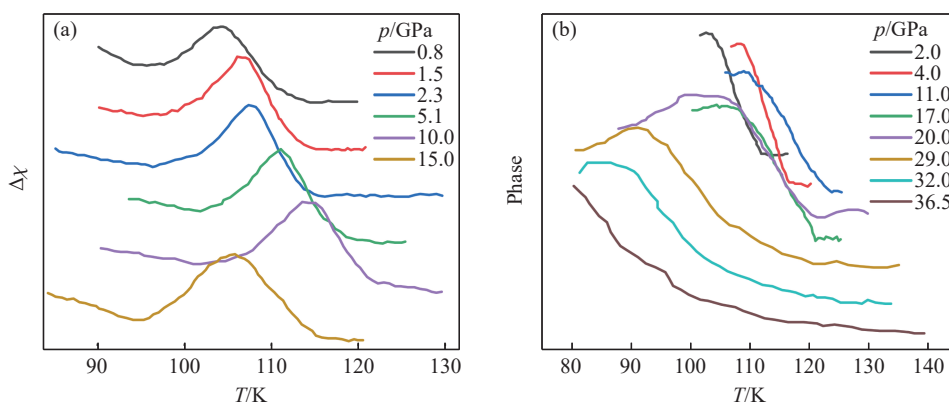


图 3 2 种不同的调制磁化率实验结果示意图

Fig. 3 Schematic diagram of experimental results for two different modulated magnetic susceptibility

4 结 论

从法拉第电磁感应定律出发, 重新理解了调制磁化率的测量原理, 认识到它实际上可以简化成超导材料在是、否存在外磁场 2 种情况下的磁化率的差值, 其超导信号应该表现为超导转变温度之下一个完整的峰形信号, 峰高与材料的抗磁体积正相关, 峰宽与材料的临界磁场相关。特别是铜氧化物超导体等上临界场极高的材料, 数毫特斯拉的调制磁场只能使其进入混合态, 并不能明显地抑制超导转

变温度,但是混合态的磁化率与正常态接近,也与超导态的磁化率存在巨大差异,因此,能在调制磁化率上产生数十开尔文宽的超导信号。

参考文献:

- [1] MINKOV V S, KSENOFONTOV V, BUD'KO S L, et al. Magnetic flux trapping in hydrogen-rich high-temperature superconductors [J]. *Nature Physics*, 2023, 19(9): 1293–1300.
- [2] DROZDOV A P, KONG P P, MINKOV V S, et al. Superconductivity at 250 K in lanthanum hydride under high pressures [J]. *Nature*, 2019, 569(7757): 528–531.
- [3] MINKOV V S, BUD'KO S L, BALAKIREV F F, et al. Magnetic field screening in hydrogen-rich high-temperature superconductors [J]. *Nature Communications*, 2022, 13(1): 3194.
- [4] ZHU Y H, PENG D, ZHANG E K, et al. Superconductivity in pressurized trilayer $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10-\delta}$ single crystals [J]. *Nature*, 2024, 631(8021): 531–536.
- [5] LI J Y, PENG D, MA P Y, et al. Identification of superconductivity in bilayer nickelate $\text{La}_3\text{Ni}_2\text{O}_7$ under high pressure up to 100 GPa [J]. *National Science Review*, 2025, 12(10): nwaf220.
- [6] LI F Y, XING Z F, PENG D, et al. Bulk superconductivity up to 96 K in pressurized nickelate single crystals [J]. *Nature*, 2026, 649(8098): 871–878.
- [7] MANDYAM S V, WANG E, WANG Z, et al. Uncovering origins of heterogeneous superconductivity in $\text{La}_3\text{Ni}_2\text{O}_7$ [J]. *Nature*, 2026, 651(8104): 54–60.
- [8] BHATTACHARYYA P, CHEN W, HUANG X, et al. Imaging the Meissner effect in hydride superconductors using quantum sensors [J]. *Nature*, 2024, 627(8002): 73–79.
- [9] LIU L, GUO J N, HU D Y, et al. Evidence for the Meissner effect in the nickelate superconductor $\text{La}_3\text{Ni}_2\text{O}_{7-\delta}$ single crystal using diamond quantum sensors [J]. *Physical Review Letters*, 2025, 135(9): 096001.
- [10] ISHIZUKA M, ENDO S. Measurements of superconducting transitions at pressures up to 83 GPa [J]. *Physica B: Condensed Matter*, 1999, 265(1): 254–257.
- [11] ISHIZUKA M, AMAYA K, ENDO S. Precise magnetization measurements under high pressures in the diamond-anvil cell [J]. *Review of Scientific Instruments*, 1995, 66(5): 3307–3310.
- [12] YAMADA J, IRIE K, MITO M, et al. Development of SQUID–VCM magnetic measurement system for pressure experiment [J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2007, 310(2): 2734–2736.
- [13] STRUZHKIN V, LI B, JI C, et al. Superconductivity in La and Y hydrides: remaining questions to experiment and theory [J]. *Matter and Radiation at Extremes*, 2020, 5(2): 028201.
- [14] STRUZHKIN V V, HEMLEY R J, MAO H K, et al. Superconductivity at 10–17 K in compressed sulphur [J]. *Nature*, 1997, 390(6658): 382–384.
- [15] GUO J, ZHOU Y Z, HUANG C, et al. Crossover from two-dimensional to three-dimensional superconducting states in bismuth-based cuprate superconductor [J]. *Nature Physics*, 2020, 16(3): 295–300.
- [16] ZHOU Y Z, GUO J, CAI S, et al. Quantum phase transition from superconducting to insulating-like state in a pressurized cuprate superconductor [J]. *Nature Physics*, 2022, 18(4): 406–410.
- [17] CHEN X J, STRUZHKIN V V, YU Y, et al. Enhancement of superconductivity by pressure-driven competition in electronic order [J]. *Nature*, 2010, 466(7309): 950–953.
- [18] DENG L Z, ZHENG Y P, WU Z, et al. Higher superconducting transition temperature by breaking the universal pressure relation [J]. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 2019, 116(6): 2004–2008.
- [19] Stanford Research Systems. Dual-phase analog lock-in amplifier: SR2124 [R]. Sunnyvale: Stanford Research Systems, 2017.
- [20] ZHOU Y Z, GUO J, CAI S, et al. Investigations of key issues on the reproducibility of high- T_c superconductivity emerging from compressed $\text{La}_3\text{Ni}_2\text{O}_7$ [J]. *Matter and Radiation at Extremes*, 2025, 10(2): 027801.
- [21] XIN J, GAVRILIUK A G, HU J W, et al. Lattice effect on the superexchange interaction in antiferromagnetic $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{1.9}\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ [J]. *The Journal of Physical Chemistry C*, 2024, 128(17): 7223–7234.

Measurement Principle of Modulated Magnetic Susceptibility in Diamond Anvil

ZHOU Yazhou¹, GUO Jing¹, CHEN Shurong²

(1. *Institute of Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080, China;*

2. *College of Mechanical and Electrical Engineering, Hohai University, Nanjing 210024, Jiangsu, China*)

Abstract: Superconductivity is defined by two fundamental criteria: zero electrical resistance and the Meissner effect. However, measuring the magnetic properties of samples under high pressure in diamond anvil cells—where sample sizes are limited to tens of micrometers and confined spatially—has long been a challenging task in high-pressure research. Magnetic measurements under high pressure using diamond anvil cells can generally be classified into four distinct methods. Among these, the modulated magnetic susceptibility measurement, which employs laboratory-fabricated multi-turn micro-coils and two lock-in amplifiers connected in series, has often yielded contradictory experimental results in the literature due to an insufficient understanding of its underlying measurement principles. In this work, starting from the experimental configuration and Faraday’s law of electromagnetic induction, we re-derive the expressions for the signal magnitude of the superconducting diamagnetic transition registered on the primary and secondary lock-in amplifiers. We obtain an expression for the signal amplification introduced by the modulated magnetic field, thereby clarifying the measurement principle of modulated magnetic susceptibility and identifying potential issues in previous studies.

Keywords: diamond anvil cell; magnetic susceptibility measurement; modulated magnetic susceptibility; superconducting diamagnetic signal