Réseaux de vortex dans $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$

F. Weiss, C. Miramond, O. Thomas, A. Rouault, J. Sénateur, M. Audier, M. Vacher, D. Groult, Vincent Hardy, J. Provost, et al.

► To cite this version:

F. Weiss, C. Miramond, O. Thomas, A. Rouault, J. Sénateur, et al.. Réseaux de vortex dans $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$. Journal de Physique III, 1994, 4 (11), pp.2225-2233. 10.1051/jp3:1994274 . jpa-00249257

HAL Id: jpa-00249257

<https://hal.science/jpa-00249257>

Submitted on 1 Jan 1994

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification
Physics Abstracts
74.60G

Réseaux de vortex dans $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$

F. Weiss ⁽¹⁾, C. Miramond ⁽¹⁾, O. Thomas ⁽¹⁾, A. Rouault ⁽¹⁾, J. P. Sénateur ⁽¹⁾,
M. Audier ⁽²⁾, M. Vacher ⁽²⁾, D. Groult ⁽³⁾, V. Hardy ⁽³⁾, J. Provost ⁽³⁾, A. Ruyter ⁽³⁾
et C. Simon ⁽³⁾

⁽¹⁾ INPG, ENSPG, LMGP, UA 1109 CNRS, B.P. 46, 38402 St Martin d'Hères, France

⁽²⁾ INPG, ENSEEG, LTPCM, UA 29 CNRS, B.P. 75, 38402 St Martin d'Hères, France

⁽³⁾ CRISMAT-ISMRA, 14050 Caen Cedex, France

(Reçu le 3 février 1994, révisé le 16 mai 1994, accepté le 24 mai 1994)

Résumé. — Nous présentons une étude sur l'influence des défauts vis-à-vis du piégeage des lignes de flux magnétique dans des monocristaux de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$. Ces monocristaux, non irradiés ou irradiés sur l'accélérateur du GANIL avec des ions (Pb^{56+}) d'énergie 6 GeV ont été décorés dans l'état supraconducteur selon la technique de Bitter. Les réseaux de lignes de flux magnétique ont été caractérisés par microscopie électronique à balayage et avec un analyseur d'images. Les résultats montrent que les réseaux de lignes de flux magnétique sont fortement dépendant de la densité de défauts résultant de l'irradiation. Pour caractériser l'état de désordre, nous avons appliqué une méthode de calcul de termes d'énergie élastique des réseaux de lignes de flux magnétique. Cette méthode ne peut être appliquée que si la transformée de Fourier des réseaux de vortex présente des réflexions discrètes.

Abstract. — Results of the defect influence on the flux line lattice in $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$ single crystals are presented. These crystals, non irradiated or irradiated at GANIL with heavy ions (Pb^{56+} , 6 GeV) have been decorated with Ni particles in the superconducting state using the Bitter technique. The defects involved are columnar defects. Resulting decorated flux line patterns have been characterized using scanning electron microscopy and computer image analysis. Disorder of the decorated flux line networks has been found to be strongly dependent on the defect density, which results from the irradiation. In order to characterize this disorder, a method for determining elastic energy terms in the deformation of flux line patterns has been investigated. This method can be applied if Fourier transforms of the decorated flux line patterns exhibit distinct reflections.

1. Introduction.

La densité de courant critique dans les supraconducteurs de type-II soumis à un champ appliqué résulte de la confrontation entre les propriétés élastiques et plastiques du réseau de flux, et des forces d'ancrage des impuretés. Le désordre d'un réseau de lignes de flux magnétique peut provenir soit du potentiel d'ancrage, soit de la température dans le cas des

supraconducteurs à haute température critique. Il est intéressant de caractériser la structure du réseau de flux en gardant en mémoire sa relation avec les courants critiques.

Un des points majeurs du débat sur la structure du réseau de flux est le rôle précis des défauts. L'introduction contrôlée de défauts d'irradiation semble être un chemin d'investigation correct. Plusieurs types d'irradiation ont fait l'objet de nombreuses études et les irradiations aux ions lourds semblent être les mieux adaptées au but fixé : les défauts engendrés sont de longs tubes, leurs forces d'ancrage peuvent être *a priori* importantes.

Parmi les études expérimentales portant sur les propriétés magnétiques des supraconducteurs à haute température critique, certains ont utilisé la méthode de Bitter [1] pour visualiser les lignes de flux magnétique pénétrant à la surface de ces matériaux, situés dans l'état mixte d'Abrikosov.

L'objectif recherché dans notre étude a été de comparer l'arrangement des points d'émergence des lignes de flux magnétique selon le degré d'irradiation du cristal.

La deuxième étape de notre étude a été ensuite de caractériser l'état de désordre d'un réseau de lignes de flux magnétique. Pour cela, nous rappelons brièvement les méthodes existantes et notamment la méthode déduite de la théorie de Nelson [2].

Puis, nous présentons une autre approche de détermination de l'état de désordre à partir d'un calcul de termes d'énergie élastique ainsi que nos résultats expérimentaux.

2. Expériences de décoration.

2.1 ÉCHANTILLONS. — Les expériences de décoration ont été réalisées sur des monocristaux de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$. Ces matériaux ont été fabriqués selon une méthode à flux unique : les oxydes Bi_2O_3 , CuO et les carbonates SrCO_3 et CaCO_3 ont été mélangés dans un mortier d'agate dans des proportions respectives de 0,8-1,6-1-1. Le mélange, placé dans un creuset d'alumine a été chauffé à 1 040 °C pendant 24 h, puis rapidement refroidi à 970 °C et ensuite refroidi lentement à 1,5 °C/h jusqu'à 830 °C. Après arrêt du four, le mélange est refroidi normalement jusqu'à la température ambiante. Les cristaux ont été séparés mécaniquement des agrégats. Les cristaux utilisés pour les expériences de décoration sont des plaquettes de 4 mm² de surface et d'épaisseur de 0,01 mm environ.

2.2 IRRADIATION. — Plusieurs cristaux de Bi-2212 ont été irradiés sur l'accélérateur du GANIL, à Caen [3, 4]. Les irradiations ont été effectuées à 300 K avec des ions plomb (Pb^{56+}) d'énergie de 6 GeV. L'angle d'incidence du faisceau d'ions était perpendiculaire à la surface des plaquettes ; le faisceau avait un angle de convergence d'environ 5°. Deux lots d'échantillons ont été étudiés, comportant un cristal de référence non irradié et des cristaux irradiés par des fluences comprises entre 5×10^8 ions/cm² et 5×10^9 ions/cm². On constate que le bombardement d'ions lourds avec une énergie de 6 GeV amorphise le matériau et engendre des défauts colonnaires. Ces défauts, d'un diamètre de 5 nm sont parallèles à l'axe c et s'étendent sur toute l'épaisseur d'un cristal [4].

Après irradiation, les échantillons restent supraconducteurs. Sur le tableau I, nous avons reporté la température critique (T_c) de chaque monocristal Bi-2212, déterminée à partir de mesures de susceptibilité magnétique, en fonction de la fluence d'irradiation. Il apparaît que, pour les échantillons non irradiés, la température critique est de 85 K, et que la T_c diminue lorsque la dose d'irradiation augmente. Cette variation de la température de transition critique en fonction de la fluence d'irradiation reste toutefois relativement faible.

2.3 PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS POUR LES EXPÉRIENCES DE DÉCORATION. — Dans une expérience de décoration, l'état de surface du matériau est un facteur très important : le piégeage des lignes de flux magnétique dépend de la perfection de l'état cristallographique de

Tableau I. — *Température critique en fonction de la fluence d'irradiation.*

[Critical temperature in function of the irradiation fluence.]

Irradiations (ions.cm ⁻²)	0	0	5×10^8	5×10^8	10^9	10^9	5×10^9
T_c (K)	85	85	82,1	85,2	83,3	83,8	82,46

la surface. Les monocristaux de Bi-2212 sur lesquels nous avons travaillé, présentaient pour la plupart des marches de croissance ainsi que des impuretés de surface. Pour obtenir un bon état de surface, les monocristaux ont été clivés suivant un plan cristallographique simple (001) exempt (ou presque) de marche atomique.

2.4 PRINCIPE DE LA DÉCORATION. — La décoration permet de visualiser les lignes de flux magnétique traversant un supraconducteur de type-II. La méthode consiste à produire par évaporation de petites particules ferromagnétiques (nickel) transportées par un flux de gaz inerte (hélium). Elles frôlent la surface de l'échantillon supraconducteur de type-II et se déposent aux points d'émergence des lignes de flux magnétique qui traversent l'échantillon ; celui-ci se trouve dans des conditions de température et de champ correspondant à l'état mixte. Cette technique de visualisation est inspirée de celle que Bitter [1] utilisa pour révéler les parois de domaines ferromagnétiques. Elle fut développée [5, 11] pour décorer des réseaux de vortex sur des matériaux supraconducteurs conventionnels et des monocristaux d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Les réseaux de lignes de flux magnétique ont été décorés à la suite d'un refroidissement sous champ, en appliquant un champ magnétique à une température T_0 supérieure à T_c , puis en descendant la température jusqu'à 4,2 K.

Après décoration, les échantillons sont réchauffés à l'ambiante avant d'être récupérés. Ils sont ensuite observés par microscopie électronique à balayage. La tension d'accélération du faisceau d'électron du microscope est fixée à une valeur très faible (5 keV) dans le but d'augmenter le contraste entre les particules de nickel fixées à la surface sous forme d'oxyde et le monocristal de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$. Les images des échantillons sont obtenues en mode de détection des électrons secondaires (les particules de nickel s'oxydent lors de la remise sous air des échantillons).

2.5 INFLUENCE DE L'IRRADIATION. — La figure 1 montre la surface du monocristal Bi-2212 non irradié après décoration. On peut remarquer que le réseau de vortex présente un certain ordre, la maille du réseau bidimensionnel est proche de celle d'une maille hexagonale. En regardant sous une incidence rasante, on peut constater que des défauts ressemblant à des dislocations sont à l'origine du désordre de ce réseau. Notons qu'à quelques endroits de la surface décorée, nous avons aussi observé que l'organisation du réseau de vortex était perturbée par des alignements plus denses de vortex. *A priori*, ces alignements peuvent être caractéristiques de la présence de quelques marches atomiques à la surface du cristal.

Après irradiation, la décoration des lignes de flux magnétique n'est plus du tout organisée en réseau (Fig. 2). Plus la dose d'irradiation est grande, plus la disposition des lignes de flux est désordonnée. A faible dose d'irradiation, on peut encore distinguer quelques arrangements pseudo hexagonaux de 5 à 7 vortex, mais pour les fortes doses d'irradiation, aucun arrangement de ce type n'est discernable. Ces observations montrent que l'ordre à longue distance est complètement détruit par l'irradiation. Seul subsiste un ordre à courte distance pour les échantillons faiblement irradiés.

Fig. 1.

Fig. 2.

Fig. 1. — Réseau de vortex sur un monocristal non irradié de Bi-2212 décoré à 4,2 K sous 40 G.

[Flux line lattice in a non irradiated Bi-2212 crystal decorated at 4.2 K under 40 G.]

Fig. 2. — Réseau de vortex sur un cristal de Bi-2212 après irradiation (10^9 ions/cm²).

[Flux line lattice in a Bi-2212 crystal irradiated with 10^9 ions/cm².]

Ces résultats suggèrent que chaque vortex est ancré individuellement sur les défauts colonnaires.

Le champ magnétique qu'il faudrait appliquer pour décorer tous les points d'impacts (pour une densité d'impacts de 10^9 ions/cm²) vaut : $H_f = 276$ G, alors que le champ appliqué lors de la décoration est $H_{\text{appliqué}} = 40$ G.

3. Caractérisation du désordre des réseaux de vortex.

3.1 ORDRE HEXATIQUE DANS LES CRISTAUX NON IRRADIÉS. — L'analyse des réseaux de vortex peut être faite, dans une première approche, en utilisant une méthodologie proposée par Nelson [2] sur l'étude de l'ordre translationnel et orientationnel dans des réseaux bidimensionnels de sphères dures assemblées au hasard.

La nature du désordre dans les réseaux de vortex observés à la surface des cristaux de Bi-2212 peut être estimée en comparant les lois de décroissance des fonctions de corrélation translationnelle : $R_g(r)$ et orientationnelle : $R_6(r)$ avec celles obtenues pour des structures classiques : cristalline, hexatique à longue distance, hexatique à courte distance et amorphe. La phase hexatique se caractérise par un ordre translationnel à très courte distance qui décroît exponentiellement et par un ordre orientationnel à longue distance. Le tableau II récapitule le comportement des fonctions de corrélation pour chacune des structures classiques.

Le comportement des fonctions de corrélation observé dans un cristal non irradié (Fig. 3), témoigne d'un ordre hexatique déjà observé par Murray [8], alors qu'en augmentant la fluence d'irradiation le désordre observé tend vers un état amorphe.

L'étude d'un réseau par cette méthode reste limitée dans la mesure où les fonctions de corrélation sont dépendantes du vecteur de diffraction de la structure et ne permettent que de donner une information qualitative sur l'état de désordre ; c'est-à-dire d'attribuer à la structure expérimentale un type de structure.

Tableau II. — Variation des fonctions de corrélation R_6 et R_g .[Variation of correlation functions R_6 et R_g .]

Nature de la phase	Comportement de la fonction de corrélation de translation	Comportement de la fonction de corrélation d'orientation
cristalline	$\lim_{r \rightarrow \infty} R_g(r) \neq 0$	$\lim_{r \rightarrow \infty} R_6(r) \neq 0$
hexatique (1)	$R_g(r) \propto \exp \frac{-r}{\lambda}; (r \rightarrow \infty)$	$\lim_{r \rightarrow \infty} R_6(r) \neq 0$
hexatique (2)	$R_g(r) \propto \exp \frac{-r}{\lambda}; (r \rightarrow \infty)$	$R_6(r) \propto \frac{1}{r^{\eta_6}}$
amorphe	$R_g(r) \propto \exp \frac{-r}{\lambda}; (r \rightarrow \infty)$	$R_6(r) \propto \exp \frac{-r}{\xi_6}; (r \rightarrow \infty)$

Fig. 3. — Fonctions de corrélation orientationnelle (a) et translationnelle (b) pour un cristal non irradié, décoré à 4,2 K sous 40 G.

[Orientational (a) and translational (b) correlation functions for a non irradiated crystal decorated at 4.2 K under 40 G.]

Nous avons donc cherché à mettre au point une autre technique pour caractériser quantitativement l'état de désordre, en appliquant aux réseaux de vortex un calcul de l'énergie élastique.

La méthode appliquée suppose que le réseau réel de lignes de flux magnétique peut être déduit du réseau moyen après distorsion de celui-ci. A chaque point du réseau moyen, correspond un point du réseau réel ; le passage du réseau moyen au réseau réel s'effectue par compression et cisaillement localement au voisinage immédiat du point considéré.

Le vecteur déplacement du nœud (p, q) qui traduit le passage d'un réseau à l'autre est défini par :

$$U = r_{\text{réseau déformé}} - R_{\text{réseau parfait}}, \quad \text{avec} \quad \sum_r U = 0.$$

A chaque déplacement, on associe un tenseur des déformations $[\varepsilon_{ij}]$ au nœud (p, q) , défini par :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{11} &= \frac{\partial u_x}{\partial r_x}, & \varepsilon_{22} &= \frac{\partial u_y}{\partial r_y}, \\ \varepsilon_{12} &= \frac{1}{2} \left[\frac{\partial u_x}{\partial r_y} + \frac{\partial u_y}{\partial r_x} \right], & \varepsilon_{21} &= \frac{1}{2} \left[\frac{\partial u_x}{\partial r_y} + \frac{\partial u_y}{\partial r_x} \right]. \end{aligned}$$

A partir d'une expression de l'énergie élastique du réseau :

$$E = \sum_{x,y} \left\{ \frac{1}{2} [(3 \cdot K - 2 \cdot \mu) \cdot (\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22})^2 + 2 \cdot \mu \cdot (\varepsilon_{11}^2 + \varepsilon_{22}^2 + \varepsilon_{12}^2 + \varepsilon_{21}^2)] \right\}$$

où μ est le module de cisaillement du réseau, λ est un coefficient de Lamé défini par :

$$K = \frac{3 \cdot \lambda + 2 \cdot \mu}{3} \quad (K : \text{compressibilité du réseau}).$$

Le désordre dans un réseau de vortex peut être apprécié à partir d'une détermination des termes de compression (C_1) et de cisaillement (C_0) :

$$C_1 = \sum_{x,y} (\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22})^2 \quad \text{et} \quad C_0 = \sum_{x,y} \sum_{i,j} \varepsilon_{ij}^2.$$

Nous avons appliqué cette analyse à des images de réseau de vortex prises sur un monocristal de Bi-2212 non irradié. Etant donné que lors du traitement d'analyse d'images, nous avons obtenu des transformées de Fourier possédant une répartition discrète de réflexions, la structure du réseau ne peut pas être amorphe : la structure du réseau de vortex est hexatique (voir méthode de Nelson).

Pour quatre images correspondant à des zones différentes du même monocristal, nous avons calculé les termes d'énergie élastique C_1 et C_0 .

C_1 varie entre : 0,0373 et 0,124 et C_0 entre : 0,0776 et 0,251.

La différence des valeurs entre un réseau parfait ($C_1 = 0, C_0 = 0$) et le réseau le plus désordonné est relativement importante.

Le calcul des termes C_1 et C_0 permet ici de caractériser plus quantitativement l'ordre hexatique existant pour les cristaux non irradiés. Dans le cas de cristaux faiblement irradiés (où la transformée de Fourier présente des réflexions discrètes) cette méthode peut permettre de corrélérer directement le désordre induit dans un réseau avec la nature des défauts (taille et densité) qui procèdent à l'ancrage des lignes de flux.

3.2 ANALYSE DES CRISTAUX IRRADIÉS. — Dans le cas de cristaux fortement irradiés (disparition des taches de Bragg pour le réseau de vortex), une troisième façon d'estimer le degré de désordre consiste à compter les lignes de flux magnétiques qui se trouvent dans des anneaux de diamètre variable $r + \Delta r$, autour d'une origine quelconque du réseau de vortex ; un anneau contiendra un nombre de vortex variant en fonction du rayon r . La variation du nombre de vortex en fonction de r sera évidemment d'autant plus importante et mieux définie si le réseau s'approche de la perfection.

Fig. 4. — Détermination du réseau parfait (c) et déformé (d) par double transformée de Fourier d'une image MEB (a).

[Determination of the perfect (c) and deformed (d) lattices by double Fourier transformation of a SEM micrograph (a).]

Dans ce type de traitement des résultats, l'aire de l'anneau croît avec r , si l'on garde Δr constant. Pour compenser cet effet, et ramener la mesure du nombre de vortex à une aire identique des anneaux, la contribution de chaque anneau est normalisée par la densité moyenne de vortex sur une surface équivalente.

Ainsi, pour un réseau hexagonal parfait, on obtient des pics étroits dont la hauteur correspond aux nombres de voisins d'ordre n .

En revanche pour un réseau de vortex, contenant de nombreux défauts, les pics sont étalés et leur hauteur décroît en fonction du désordre dans le réseau, approchant 1 lorsque $r \rightarrow \infty$.

Les fonctions de distribution radiale ont été déterminées pour les deux réseaux des figures 1 et 2 correspondant à un cristal avant et après irradiation. Avant irradiation, l'ordre se propage à longue distance ($6 \mu\text{m}$ et plus), alors qu'après irradiation il ne subsiste de corrélation qu'avec les premiers voisins (Figs. 5a et b). D'autres analyses sur des cristaux plus fortement irradiés, semblent indiquer que le désordre augmente en fonction de la fluence d'irradiation.

4. Conclusions.

Au cours de cette étude, il apparaît que dans le cas des monocristaux supraconducteurs de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$ non irradiés, les lignes de flux magnétique forment un réseau hexatique. L'irradiation de ces monocristaux par des ions Pb introduit des défauts de type colonnaire qui, pour les cristaux étudiés, ont une densité ($d_{\text{impacts}} = 10^9 \text{ impacts/cm}^2$) supérieure à la densité des vortex ($d_{\text{vortex}} = 1,3 \times 10^8 \text{ vortex/cm}^2$). De ce fait, toutes les lignes de flux magnétique sont voisines d'un défaut provoqué par irradiation et les réseaux sont alors déformés. Alors que les décorations sur des cristaux non irradiés présentent des réseaux relativement bien ordonnés,

Fig. 5. — Fonctions de distribution radiale (RDF) pour : a) cristal avant irradiation (cf. Fig. 1), b) cristal après irradiation (cf. Fig. 2).

[Radial distribution function (RDF) for a crystal : a) before irradiation (cf. Fig. 1), b) after irradiation (cf. Fig. 2).]

caractérisés par des réflexions définies en transformée de Fourier, les réseaux de vortex dans les cristaux irradiés ont une structure amorphe.

Cette étude a par ailleurs permis de mettre en place différentes méthodes pour caractériser l'état de désordre des réseaux de vortex : calcul des fonctions de distribution radiale, calcul des fonctions de corrélation translationnelle et orientationnelle et calcul de l'énergie de déformation élastique des réseaux de vortex.

Cette dernière méthode présente l'avantage de pouvoir estimer quantitativement l'état de désordre d'un réseau tant que celui-ci présente un spectre de Fourier de réflexions discrètes. Une étude complète sur des cristaux faiblement irradiés doit permettre dans l'avenir d'établir une corrélation quantitative entre les paramètres élastiques du réseau et la nature et la densité des centres d'ancrage des vortex.

Bibliographie

- [1] Bitter F., On inhomogeneities in the magnetization of ferromagnetic materials, *Phys. Rev.* **38** (1931) 1903.
- [2] Nelson D. R., Rubinstein M., Spaepen F., Order in two-dimensional binary random arrays, *Philos. Mag. A* **46** (1982) 105.
- [3] Hardy V., Provost J., Strong shift of the irreversibility line in bismuth and thallium based 2212 HTSC single crystals irradiated by 6 GeV ions, *Physica C* **191** (1992) 85-96.
- [4] Hardy V., Simon Ch., Provost J., Groult D., Irreversibility lines of Bi-2212 single crystals irradiated by 6 GeV-Pb ions, *Physica C* **205** (1993) 371.
- [5] Essmann U., Trauble H., Flux line arrangement in superconductors as revealed by direct observation, *J. Appl. Phys.* **39** (1968) 4052.
- [6] Letellier B., Visualisation des réseaux de vortex par décoration avec des particules magnétiques, *Rev. Phys. Appl.* **8** (1973) 421-425.
- [7] Vinnikov L., Gurevich L. A., Yemelchenko G. A., Ossipyan Yu, Direct observation of the lattice of Abrikosov vortices in high T_c superconductor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ single crystals, *Solid State Commun.* **67-4** (1988) 421.

- [8] Murray C. A., Gammel P. L., Bishop D. J., Observaiton of an hexatic vortex glass in flux line lattices of the high T_c superconductor $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{0.9}\text{Cu}_2\text{O}_8$, *Phys. Rev.* **64** (1990) 2312.
- [9] Bolle C. A., Gammel P. L., Grier D. G., Murray C. A., Bishop D. J., Observation of a commensurate array of flux chains in the tilted flux lattice in Bi-Sr-Cu-Ca-O single crystals, *Phys. Rev. Lett.* **66** (1991) 112.
- [10] Weiss F., Sénateur J. P., Rouault A., Audier M., Bréchet Y., Blais S., Blum R., Magnetic structure of high T_c superconductors : technique of decoration and data analysis, *Cryogenics* **33-1** (1993) 50.
- [11] Blum R., Audier M., Bréchet Y., Weiss F., Sénateur J. P., Rouault A., Decorations of magnetic flux pinning positions on the (001) face of a single crystal of high T_c superconductor $\text{YBa}_2(\text{Cu, Au})_3\text{O}_7$, *Philos. Mag. Lett.* **65-2** (1992) 113.