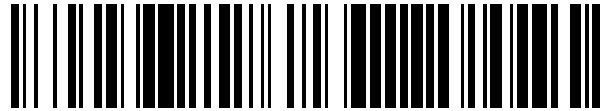


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 764 717**

51 Int. Cl.:

G01F 1/84

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.01.2017 PCT/NL2017/050014**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.07.2017 WO17123089**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.01.2017 E 17702968 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.10.2019 EP 3403059**

54 Título: **Sensor de flujo de efecto Coriolis**

30 Prioridad:

14.01.2016 NL 2016092

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

04.06.2020

73 Titular/es:

**BERKIN B.V. (100.0%)
Nijverheidsstraat 1a
7261 AK Ruurlo , NL**

72 Inventor/es:

**LÖTTERS, JOOST CONRAD;
GROENESTEIJN, JARNO;
SANDERS, REMCO GERARDUS PETRUS y
WIEGERINK, REMCO JOHN**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 764 717 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Sensor de flujo de efecto Coriolis

5 La invención versa sobre un sensor de flujo de efecto Coriolis, que comprende al menos un tubo de Coriolis, medios de excitación para provocar que el tubo oscile, así como medios de detección para detectar al menos una medida de desplazamientos de partes del tubo durante su operación.

Se conoce un sensor de flujo de efecto Coriolis que tiene un tubo de Coriolis con forma de bucle por el documento EP 1 719 982 A1. Se describen diversos tipos de tubos de Coriolis con forma de bucle en el mismo, tanto el tipo de bucle único como el tipo (continuo) de doble bucle. La presente invención versa sobre cualquiera de estos tipos, pero no está limitada a los mismos.

10 Un sensor de flujo de efecto Coriolis (también denominado sensor de flujo de tipo Coriolis) comprende al menos un tubo vibratorio, denominado tubo de Coriolis, tubo de flujo, o tubo de detección. Este tubo o estos tubos se encuentran fijados en ambos extremos del alojamiento del instrumento. Estos extremos del tubo sirven al mismo tiempo para conductos de alimentación y de descargar para el flujo de líquido o gas que ha de ser medido.

15 Además del tubo (o de los tubos) de flujo, un sensor de flujo de efecto Coriolis comprende dos subsistemas adicionales, es decir, uno de excitación y uno de detección. El sistema de excitación (excitador) está dispuesto para hacer oscilar el tubo. Con este fin, se aplican a las porciones del tubo una o varias fuerzas o pares. El sistema de detección está dispuesto para detectar al menos una medida de los desplazamientos de uno o varios puntos del tubo en función del tiempo.

20 Según fluye un fluido en el tubo vibratorio, induce fuerzas de Coriolis, proporcionales al flujo másico, que afectan el movimiento del tubo y cambia la forma de modo. Midiendo el desplazamiento del tubo usando el sistema de detección, se puede medir el cambio de la forma de modo, lo que permite las mediciones de flujo másico.

25 La vibración del tubo generada por el excitador tiene lugar a una frecuencia más o menos fija que varía ligeramente como una función, entre otras, de la densidad del medio que fluye a través del tubo. La frecuencia de vibración es casi siempre una frecuencia natural del tubo, de forma que se pueda lograr una amplitud máxima con una aportación mínima de energía.

30 Cuando se miden flujos grandes de fluido, un sensor de flujo másico de efecto Coriolis es generalmente el sensor preferido debido a su medición de flujo másico independiente del medio. Aunque se usan ampliamente sensores de flujo de efecto Coriolis, no hay sensores de flujo de efecto Coriolis micromecanizados disponibles comercialmente. El micro sensor de flujo másico de efecto Coriolis más preciso conocido es capaz de medir desde $0,55 \mu\text{g s}^{-1}$ hasta $277 \mu\text{g s}^{-1}$. En vez de ello, se usan sensores térmicos de flujo para flujos muy bajos, pero estos tipos de sensores dependen de las propiedades del fluido y necesitan calibración para cada fluido. Usando un sensor de flujo de efecto Coriolis para estos flujos también eliminaría la necesidad de calibración para cada fluido y permite la medición de fluidos desconocidos, por ejemplo, productos de reacción.

35 La publicación "Integrated Thermal and Microcoriolis Flow Sensing System with a Dynamic Flow Range of More Than Five Decades", publicada el 15 de marzo de 2012 por Joost C. Lötters et al, en MICROMACHINES, vol. 3, nº 4, pp. 194-203 divulga un sensor de flujo de efecto Coriolis, que comprende un tubo de Coriolis; medios de excitación para hacer oscilar dicho tubo en torno a un eje de excitación, en el que el tubo de Coriolis comprende una parte del tubo de medición que se extiende transversalmente con respecto al eje de excitación; así como medios de detección para detectar, en uso, al menos una medida de movimientos de parte del tubo de Coriolis, en el que los medios de detección comprenden dos elementos de detección que están colocados a lo largo de un lado de la parte del tubo de medición. Sin embargo, este sensor de flujo de efecto Coriolis es relativamente sensible a las oscilaciones de excitación y es relativamente difícil mantener la misma sensibilidad a los desplazamientos de Coriolis.

40 Un objeto de la presente invención es proporcionar un sensor mejorado de flujo de efecto Coriolis, en particular un sensor de flujo de efecto Coriolis diseñado para ser sensible a flujos bajos.

45 Otro objeto de la invención es proporcionar un sensor mejorado de flujo de efecto Coriolis, en el que se reduce la sensibilidad a las oscilaciones de excitación, mientras mantiene la misma sensibilidad a los desplazamientos de Coriolis.

50 En general, el tubo de Coriolis comprende una parte del tubo de medición que se extiende transversal con respecto al eje de excitación. El eje de excitación puede reposar en un plano definido por el tubo de Coriolis. El eje de excitación puede coincidir sustancialmente con un eje de simetría del tubo de Coriolis. Los medios de excitación están diseñados para ejercer una oscilación de torsión del tubo de Coriolis en torno al eje de excitación. Como resultado, el desplazamiento de Coriolis es debido a una oscilación en torno a un eje de oscilación que se extiende sustancialmente transversal al eje de excitación que reposa en el plano definido por el tubo de Coriolis.

55 Según la invención, el sensor de flujo de efecto Coriolis está caracterizado porque los medios de detección comprenden dos elementos de detección que están colocados en lados opuestos de la parte del tubo de medición,

- solapando parcialmente el eje de excitación. De este modo, los elementos de detección están colocados más cerca del eje de excitación, de forma que se reduzca la oscilación medida de excitación. La amplitud de accionamiento medida se ha reducido al reducir la distancia entre las estructuras de lectura, es decir, los elementos de detección, y la distancia puede reducirse adicionalmente cambiando la ubicación de las estructuras de lectura, es decir, colocando los elementos de detección en lados opuestos del tubo de Coriolis. Al colocar las estructuras de lectura, por ejemplo, peines, en lados opuestos del tubo de flujo, pueden solaparse parcialmente y el centro de cada elemento de detección, por ejemplo, el peine, puede colocarse más cerca del eje de excitación o de torsión. De este modo, se aumenta la sensibilidad del sensor de flujo de efecto Coriolis dado que el desplazamiento medido es el resultado, en gran parte, del desplazamiento de Coriolis.
- 5
- 10 Según la invención, se proporcionan los elementos de detección, de forma que solapen parcialmente el eje de excitación. Esto permite que se coloquen los elementos de detección más cerca del centro del eje de torsión, teniendo como resultado una sensibilidad reducida de las oscilaciones de excitación, mientras se mantiene la misma sensibilidad a los desplazamientos de Coriolis.
- 15 Según la invención, se proporcionan los elementos de detección unos detrás de otros, solapándose parcialmente según se visualiza en una dirección paralela al eje de excitación, y proporcionados en lados opuestos de la parte del tubo de medición. Los elementos de detección están colocados sustancialmente en el plano definido por el tubo de Coriolis, en lados opuestos de la parte del tubo de medición.
- 20 Según la invención, al menos uno de los dos elementos de detección está colocado de forma asimétrica con respecto al eje de excitación. El centro de la estructura de lectura, por ejemplo, el peine, está colocado a una distancia del eje de excitación o de torsión. Sin embargo, la distancia entre el eje de torsión y el centro de las estructuras de peine también puede reducirse adicionalmente; esto también aumenta la influencia de los efectos que podrían cambiar la ubicación exacta del eje de torsión (por ejemplo, imperfecciones en el procedimiento de fabricación), lo cual no es deseable.
- 25 Con la invención, se diseñó un sensor de flujo de efecto Coriolis, fabricado y sometido a ensayo que puede medir hasta $50 \mu\text{g s}^{-1}$ con una caída máxima de presión de 100 kPa con una estabilidad del cero de 14 ng s^{-1} , una mejora en un factor 40 en comparación con los sensores de flujo de efecto Coriolis según la técnica anterior.
- En una realización, el tubo de Coriolis tiene una forma sustancialmente de bucle, tal como una forma de bucle rectangular. Otras formas de bucle, tales como triangular, trapezoidal, o con forma de U, también son posibles.
- 30 En una realización, cada uno de los dos elementos de detección está colocado de forma asimétrica con respecto al eje de excitación. Uno de los dos elementos de detección puede, en una realización, colocarse más hacia un lado del eje de excitación, y el otro de los dos elementos de detección pueden colocarse más hacia el otro lado del eje de excitación. De este modo, la oscilación medida es relativamente pequeña en comparación con el valor de capacitancia debido al desplazamiento de Coriolis; y, además, es posible filtrar cierto grado de estas oscilaciones de excitación debido al posicionamiento especular de los elementos de detección.
- 35 En una realización, los elementos de detección son electrodos de lectura. En particular, estos son muy adecuados para sensores micromecanizados de flujo de efecto Coriolis.
- 40 En un ejemplo, se reduce la distancia de los elementos de detección, por ejemplo, peines, hasta el eje de torsión desde $550 \mu\text{m}$ (técnica anterior) hasta solamente $125 \mu\text{m}$ (según la invención), teniendo como resultado una sensibilidad reducida al modo de accionamiento en un factor de $550/125 = 4,4$. Además, la amplitud medida de efecto Coriolis puede aumentar en una realización reduciendo el diámetro del tubo de Coriolis. Al cambiar el diámetro del canal de $40 \mu\text{m}$ a $31 \mu\text{m}$, por ejemplo, se obtiene un aumento en la amplitud de efecto Coriolis en un factor de $(40/31)^3 = 2,1$. Esto implica que se puede aumentar la sensibilidad total en un factor de 9,2.
- 45 El nivel de ruido eléctrico de los elementos de detección, es decir, los elementos de lectura con la forma de peine, también pueden reducirse al aumentar la capacitancia de las estructuras de lectura. Para hacer esto, se reduce el espacio entre las púas del peine de los electrodos opuestos.
- La invención será explicada con mayor detalle a continuación, a título de ejemplo, con referencia a los dibujos, en los que:
- 50 la Fig. 1a : es un alzado esquemático de una realización de un caudalímetro de la técnica anterior con un chip de sistema y un sensor de flujo de efecto Coriolis;
- la Fig. 1b : es un alzado frontal del caudalímetro de la Fig. 1a;
- la Fig. 1c : es una vista en sección transversal del caudalímetro de la Fig. 1a;
- la Fig. 2a : presenta una clarificación de la operación de un sensor de flujo de efecto Coriolis en una disposición con un tubo de Coriolis con forma de U (con un accionamiento y una detección indicados esquemáticamente del tubo vibratorio de Coriolis);
- 55 la Fig. 2b : muestra un accionamiento (torsión) de Lorentz y una detección capacitiva (aleteo) del tubo;

la Fig. 3a : muestra una realización de los elementos de lectura del sensor de flujo de efecto Coriolis según la invención;

En las figuras, a los componentes correspondientes se les han dado los mismos números de referencia en la medida de lo posible.

5 Las Figuras 1 y 2 son descripciones de un caudalímetro de la técnica anterior del tipo de Coriolis según se describe en el documento EP2078936 B1, al que puede aplicarse la invención. Se usa la referencia a estas figuras para clarificar la construcción general de estos tipos de caudalímetros, y el procedimiento de su operación.

10 La Fig. 1a muestra un chip 17 de sistema que comprende un sustrato 1 de silicio monocristalino en el que se ha formado una abertura 4 por ataque químico. El chip 17 de sistema en este ejemplo tiene un sensor de flujo de efecto Coriolis con un tubo 3 de Coriolis de nitruro de silicio que se suspende libremente en la abertura 4 dado que dos extremos externos del tubo 3 se encuentran conectados fijamente con el sustrato 1. Un sensor 2 de presión absoluta, tal como un sensor de presión de Pirani, puede integrarse en el sustrato 1 o sobre el mismo. El tubo de Coriolis tiene una forma de bucle, en este caso una forma rectangular de bucle. También son posibles otras formas de bucle, tales como triangular, trapezoidal, o con forma de U.

15 El chip 17 de sistema está montado (de forma monolítica) con dos imanes permanentes mutuamente enfrentados 9, 9' que están dispuestos sobre un soporte 5, por ejemplo, una PCB (placa de circuito impreso) de material cerámico o de resina sintética con pistas de cobre sobre la misma. El sustrato está fabricado a partir de una oblea de Si <1,0,0> montada sobre el soporte 5. Las conexiones eléctricas entre el chip 17 de sistema y el soporte 5 son proporcionadas por lo que se denomina hilos de unión, dispuestos en grupos 6, 7 y 8. Los hilos 6 de unión (desde el chip sensor y hasta el mismo) sirven para acondicionar la temperatura del chip / control de temperatura de c.c. Un sensor local de temperatura y un sensor 2 de presión (ambiente) pueden estar presentes, si se desea.

20 El sensor 2 de presión, si se encuentra presente, mide la presión absoluta. Esto es importante dado que el factor de calidad de las vibraciones del tubo depende *inter alia* de la presión del aire.

25 Los hilos 7 de unión sirven para hacer vibrar el tubo 3 suspendido libremente. Los hilos 8 de unión sirven para controlar los elementos de lectura para el tubo suspendido libremente.

30 El tubo 3 suspendido libremente junto con los imanes 9, 9' de barra, un conductor (hilo) 10 de corriente en el tubo 3 y los elementos 11 de detección capacitiva en el tubo y 12 en el chip 17 de sistema forman lo que se denomina un caudalímetro de efecto Coriolis, lo cual se clarifica adicionalmente en las Figuras 2a a 2b. Puede proporcionarse opcionalmente un cuerpo de material magnético blando entre los imanes 9 y 9' de barra en una ubicación dentro del bucle, de forma que mejore la eficacia de la disposición de imanes.

Se proporciona el acoplamiento hidráulico del chip 17 de sistema con el mundo externo mediante bloques 13 y 14 de presión (la Fig. 1 b). Las conexiones 16 y 16' de fluido están presente en el bloque 14 de presión. La aplicación de una fuerza de presión entre el bloque 13 de presión, el sustrato 1, y el bloque 14 de presión proporciona un cierre estanco a los gases de la conexión de fluido entre los tubos 16, 16' y el sustrato 1.

35 La Fig. 1b muestra el mismo dispositivo que la Fig. 1a, pero visto desde delante. El "lado superior" del chip 17 de sistema reposa sobre la línea central 18 de los imanes 9 y 9' de barra.

40 La Fig. 1c muestra el mismo dispositivo que la Fig. 1a, esta vez tomado en una sección transversal en el área del chip de sistema. Son visibles los hilos 6, 7 de unión para el control de accionamiento del tubo en la PCB desde el chip sensor y hasta el mismo, así como los hilos 8 de unión para el control de detección del tubo en la PCB desde el chip sensor y hasta el mismo. Los hilos 6, 7 de unión sirven, así, a los sensores/transductores integrados del sensor de efecto Coriolis.

Se puede proporcionar un alojamiento en torno a todo el conjunto por protección; esto no se muestra.

45 La Fig. 2a muestra un tubo 3 de Coriolis con forma de U que fue fabricada con tecnología MST. El tubo 3 de Coriolis se encuentra suspendido libremente, y se encuentra parcialmente embebido en el sustrato de silicio en el que se fusiona en canales de entrada y de salida presentes en el sustrato y que salen del lado del sustrato 1 opuesto a la porción 3 suspendida libremente. El sustrato 1 forma, así, medios de fijación del tubo que fijan los extremos externos 20, 20' del tubo 3 de Coriolis. Se indica con el número 32 el campo magnético aplicado 31 mediante flechas B, y se hace referencia a la corriente pasada a través del conductor 10 en el tubo 3 para generar fuerzas de Lorentz.

50 Durante operación, un medio entra en 21 y sale en 21'. El flujo másico de un medio es la masa que pasa a través de una sección transversal del tubo por segundo. Si la masa es una cantidad autocontenida, el flujo másico que atraviesa el tubo con forma de U de la Fig. 2a debe ser el mismo en todos los lugares (si no la masa se acumulará en algún lugar, o la masa desaparecerá de algún lugar).

Por lo tanto, el flujo másico Q tiene el mismo módulo (constante) (o vector "longitud") en todos los lugares del tubo 3. Sin embargo, los puntos Q en la dirección x positiva en la porción 22 de tubo y en la dirección x negativa en la porción 26 del tubo.

5 El siguiente procedimiento mostrado en la Fig. 2b existe para realizar y aplicar un caudalímetro másico de efecto Coriolis con el tubo 3 con forma de U de la Fig. 2a. El tubo con forma de U es accionado (haciéndolo vibrar) en torno a un eje 29 de rotación (= el eje x), que en caso de un flujo másico da lugar a una fuerza de Coriolis en esa ubicación en la que cambia la distancia hasta el eje de rotación, que se encuentra en la porción 24 del tubo. Esta fuerza de Coriolis sobre la porción 24 de tubo provoca que gire el tubo 3 con forma de U en torno a un eje 30 de rotación (= el eje y), dando lugar a un movimiento de traslación de la porción 24 del tubo. Este movimiento de accionamiento (vibratorio) está indicado como 34 en la Fig. 2b. La rotación inducida resultante de Coriolis en torno al eje y es proporcional al flujo másico y tiene como resultado un movimiento z 35 de la porción 24 del tubo. La porción 24 del tubo lleva a cabo ambos movimientos simultáneamente, es decir, la vibración de torsión de accionamiento 34 y el movimiento 35 de aleteo (proporcional al flujo másico).

15 La Fig. 3 muestra una vista superior de un detalle de la porción 124 de tubo en un sensor de flujo de efecto Coriolis según la invención que está modificado porque los medios (112, 112') de detección comprenden dos elementos (112, 112') de detección que están colocados en lados opuestos del tubo (124) de Coriolis, en el que los elementos de detección se solapan entre sí parcialmente. La Fig. 3 muestra el eje 29 de excitación, que reposa en el plano x, y , (véase el sistema 28 de coordenadas), principalmente paralelo al eje x . El tubo de Coriolis muestra una parte 124' del tubo de medición que se extiende transversalmente hacia el eje 29 de excitación, y que reposa sustancialmente en el plano x, y . En lados opuestos de la parte 124' del tubo de medición, es decir, en la dirección x positiva y negativa, están ubicadas las estructuras 117 de base a las que están asociados los elementos 112, 112' de detección. En particular, la estructura de base puede ser parte del chip 117 de sistema. Los elementos de detección comprenden cada uno estructuras capacitivas de lectura definidas cada una por dos estructuras 111, 113 de tipo peine, de las cuales una 111, 111' se encuentra conectada con la parte 124 del tubo de medición, y la otra 113, 113' se encuentra conectada con la parte 117 de base. Las personas expertas en la técnica conocen estas estructuras capacitivas de lectura, según se describe por ejemplo en el documento EP2078936B1 con respecto a las Figuras 6a y 6b.

20 Los elementos 112, 112' de detección se extienden sustancialmente paralelos a la parte 124 del tubo de medición y, por lo tanto, se extienden en el plano definido por el tubo de Coriolis (plano x, y), principalmente en la dirección y . Puede verse que se proporcionan los elementos 112, 112' de detección con una desviación mutua, en una dirección principalmente paralela a la parte 124 del tubo de medición (es decir, la dirección y). Los elementos 112, 112' de detección están colocados ambos de forma asimétrica con respecto al eje 29 de excitación. En la realización mostrada, se proporciona uno de los elementos 112 de detección más hacia la derecha, y se proporciona el otro de los elementos 112' de detección más hacia la izquierda.

30 Con esta colocación, los elementos 112, 112' de detección están colocados más cerca al eje 29 de torsión, de forma que se reduzca la sensibilidad al desplazamiento de excitación (véase la parte superior de la fig. 2b). Ya se han descrito anteriormente ventajas de tal colocación.

Se describe un ejemplo de un procedimiento de fabricación adecuado para producir un sensor micromecanizado de flujo de efecto Coriolis en el documento EP2078936 B1, en particular, con respecto a las Figuras 4a a 4j, y a la Fig. 5.

Un procedimiento alternativo de fabricación puede ser como sigue.

40 Primero, se deposita una capa gruesa de 500 μm de nitruro rico en silicio LPCVD (SiRN) sobre una oblea de silicio de un grosor de 525 μm . Se forman por ataque químico hendiduras rectangulares de 5 μm de longitud y 1,2 μm de anchura en la capa de SiRN para definir el contorno de los canales y los canales sufren un ataque químico usando un ataque por plasma semiisotrópico SF6.

45 Se deposita una capa gruesa de ortosilicato tetraetilico LPCVD (TEOS) para proteger los canales durante el procesamiento desde el lado trasero. Las entradas y salidas del sensor son, entonces, objeto de ataque químico desde el lado trasero usando el procedimiento de Bosch.

50 Se retira la capa TEOS y se deposita una capa gruesa (1,5 μm) de SiRN LPCVD para formar la pared del canal y sellar las hendiduras formadas por ataque químico. Una capa gruesa de 10/200 nm de cromo y oro es pulverizada encima de las obleas y formando un patrón para formar las pistas y los electrodos para el accionamiento y la lectura del chip. La última etapa consiste en una etapa de ataque por plasma isotrópico SF6 para retirar el silicio en torno a parte del canal, teniendo como resultado un canal que cuelga libremente que puede vibrar.

REIVINDICACIONES

1. Un sensor de flujo de efecto Coriolis, que comprende:
 - un tubo (3) de Coriolis;
 - medios (9, 9', 10) de excitación para hacer oscilar dicho tubo en torno a un eje (29) de excitación, en el que el tubo de Coriolis comprende una parte (124, 124') del tubo de medición que se extiende transversalmente con respecto al eje (29) de excitación; así como
 - medios (112, 112') de detección para detectar, en uso, al menos una medida de movimientos de parte del tubo (3) de Coriolis, caracterizado porque los medios de detección comprenden dos elementos (112, 112') de detección que están colocados en lados opuestos de la parte (124) del tubo de medición, solapando parcialmente el eje (29) de excitación, en el que los elementos (112, 112') de detección, según puede verse en una dirección paralela al eje (29) de excitación, están proporcionados detrás unos de otros y solapándose parcialmente entre sí, y en el que al menos uno de los dos elementos (112, 112') de detección está colocado de forma asimétrica con respecto al eje (29) de excitación.
2. El sensor de flujo de efecto Coriolis según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el tubo (3) de Coriolis tiene una forma sustancialmente de bucle.
3. El sensor de flujo de efecto Coriolis según la reivindicación 1 o 2, en el que cada uno de los dos elementos (112, 112') de detección está colocado de forma asimétrica con respecto al eje (29) de excitación.
4. El sensor de flujo de efecto Coriolis según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que los elementos de detección son electrodos (111, 113; 111', 113') de lectura.
5. El sensor de flujo de efecto Coriolis según la reivindicación 2, en el que el tubo (3) de Coriolis con forma de bucle tiene una forma sustancialmente de U o una forma sustancialmente rectangular, forma triangular o forma trapezoidal.

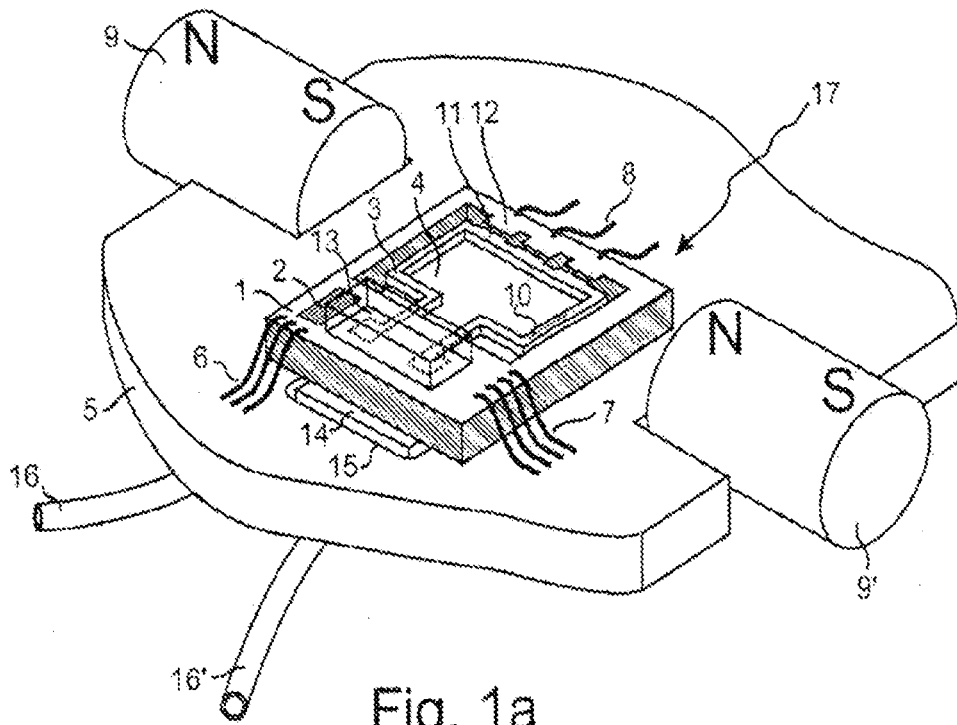


Fig. 1a

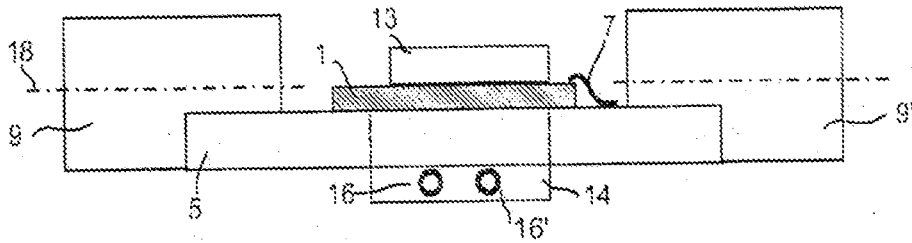


Fig. 1b

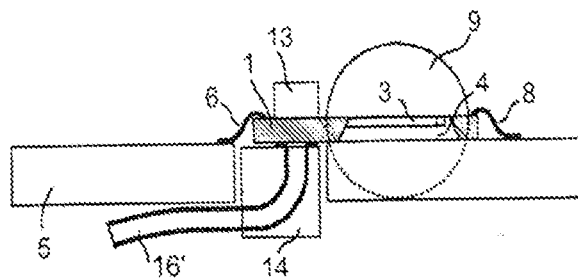


Fig. 1c

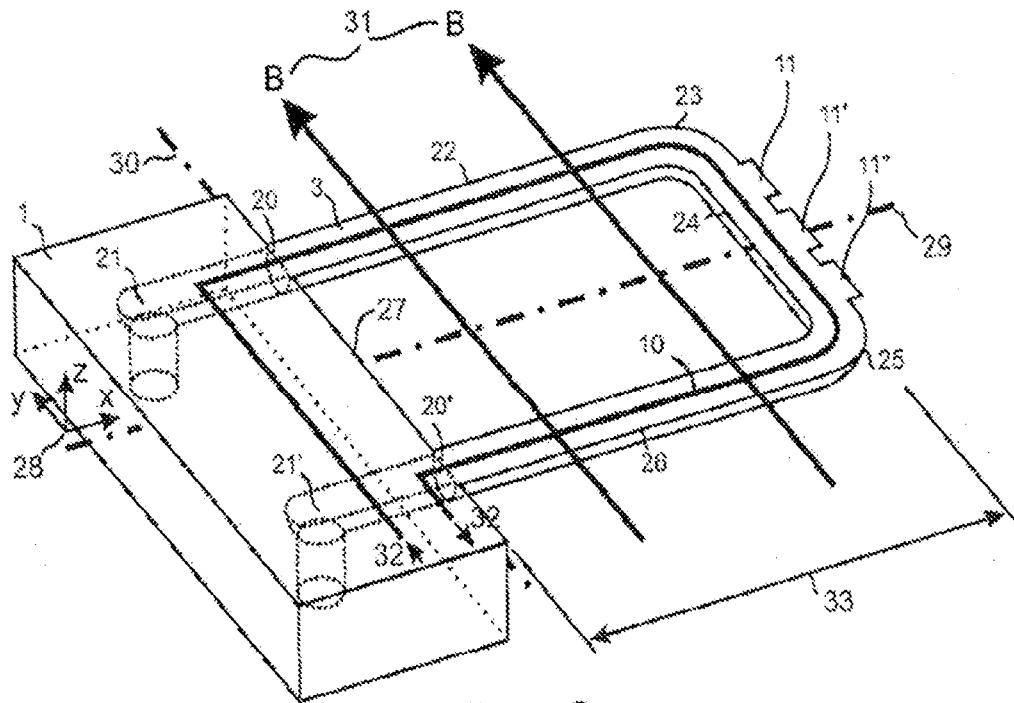


Fig. 2a

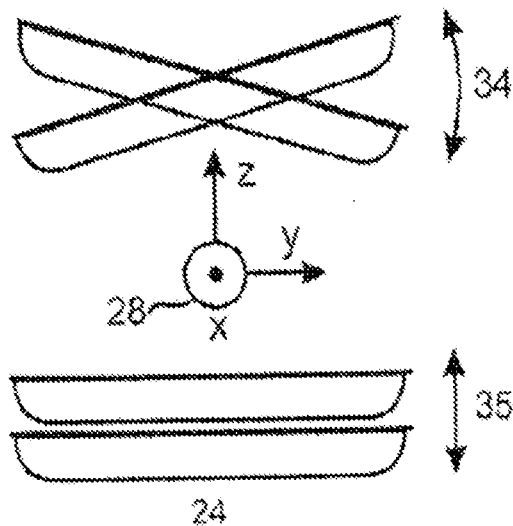


Fig. 2b

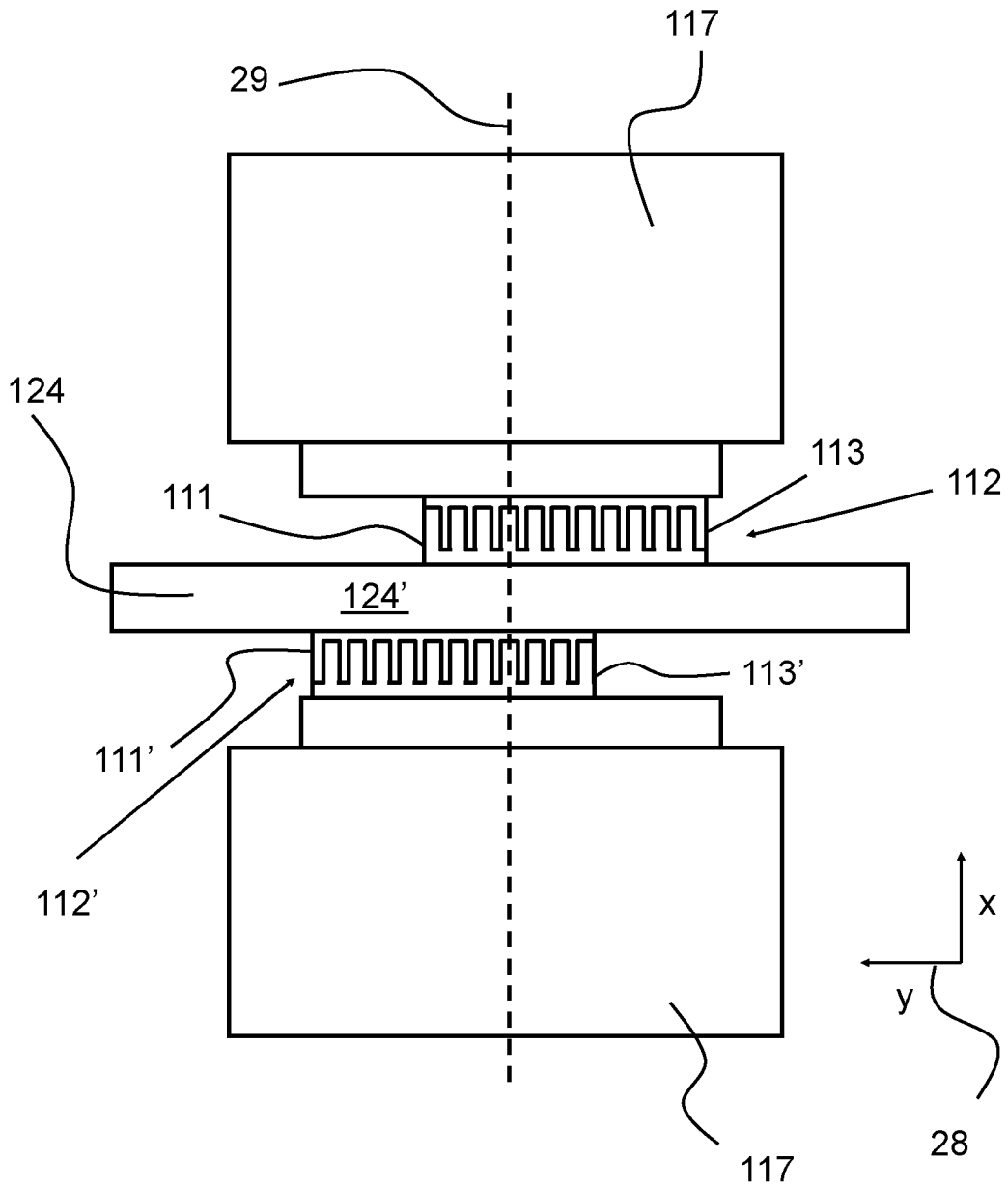


Fig. 3