

(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 985 132**

(51) Int. Cl.:

B22F 5/10 (2006.01)
C22C 29/02 (2006.01)
B22F 7/06 (2006.01)
B22F 5/12 (2006.01)
B21B 27/03 (2006.01)
C22C 29/08 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.03.2014 PCT/IB2014/059793**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **17.09.2015 WO15136330**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.03.2014 E 14715426 (4)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.05.2024 EP 3116671**

(54) Título: **Método de formación de un rodillo de material compuesto**

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
04.11.2024

(73) Titular/es:

**HYPERION MATERIALS & TECHNOLOGIES
(SWEDEN) AB (100.0%)
Västbergavägen 32
126 30 Hägersten, SE**

(72) Inventor/es:

HEWITT, STEPHEN ANDREW

(74) Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 985 132 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

Método de formación de un rodillo de material compuesto

ÁMBITO TÉCNICO Y APLICACIÓN INDUSTRIAL

La presente invención se refiere a un procedimiento de formación de un rodillo de material compuesto de un núcleo interior sinterizado hecho de un carburo cementado de menor coste, o de un carburo cementado de menor densidad, que se fusiona a un anillo exterior sinterizado de un carburo cementado virgen, reduciendo así el coste del polvo para un rodillo de material compuesto y/o reduciendo la masa total del propio rodillo de material compuesto.

ANTECEDENTES

El desgaste de los rodillos es un factor clave para mejorar el rendimiento de los molinos. Durante la laminación en caliente de productos largos de acero, la(s) superficie(s) de ajuste del rodillo se desgasta(n). Una vez desgastado, cada ajuste debe volver a rectificarse y, a continuación, el rodillo debe volver a ponerse en servicio. Este procedimiento se repite hasta que la profundidad de ajuste alcanza un punto denominado "diámetro de rechazo", lo que significa que el rodillo ya no puede utilizarse. Refiriéndose a la Figura 1, el diámetro de rechazo 12 de un rodillo 10 está aproximadamente a mitad de camino entre un diámetro exterior 14 y un diámetro interior 16, quedando el material restante 18 por debajo del diámetro de rechazo (diámetro de rechazo a diámetro interior) sin utilizar.

Al tratarse de material virgen, representa un coste significativo, por lo que si esta parte del rodillo pudiera sustituirse por un material reciclado de menor coste, se reduciría el coste de un rodillo. Por ejemplo, un rodillo estándar de 8" de diámetro utiliza aproximadamente 25 kg de polvo, siendo la masa de material no utilizado de aproximadamente 10,5 kg.

El documento US 4.137.106A describe un conjunto de rodillos de metal superduro y un procedimiento para fabricarlo. Inicialmente, se moldea una mezcla en polvo de materiales metálicos superduros en un molde cilíndrico hueco. A continuación, el moldeado se ajusta sobre un elemento cilíndrico de metal superduro, como un rodillo, un cilindro, un pilar o un eje, y se sinteriza hasta contraerse en un casquillo que encaja firmemente en la periferia exterior del elemento cilíndrico para producir un conjunto de rodillo de metal superduro. El documento US 2.313.227A describe una composición cementada de carburo duro. Las proporciones concretas de carburo cementado duro y aglutinante metálico, si es que se utiliza aglutinante, dependen de la aplicación concreta del rodillo. El documento JP2011206819A describe un rodillo de laminación que tiene una parte de la capa interior instalada en una periferia interior de una parte de la capa exterior que tiene una parte de laminación en una periferia exterior de la misma para hacer que la parte de la capa exterior y la parte de la capa interior sean integralmente giratorias. Tanto la parte de la capa exterior como la parte de la capa interior están formadas por un carburo cementado.

COMPENDIO

Según el presente concepto, se proporciona un procedimiento de formación de un rodillo de material compuesto como se detalla en el conjunto de reivindicaciones adjunto.

En un aspecto, un rodillo de material compuesto que no forma parte de la presente invención incluye un núcleo interior sinterizado de un primer carburo cementado y al menos un manguito exterior sinterizado de un segundo carburo cementado dispuesto alrededor del núcleo interior. Al menos un manguito exterior sinterizado y un núcleo interior tienen cada uno una superficie de unión, donde cuando el núcleo interior y el manguito exterior se ensamblan juntos, cada superficie de unión se pone en contacto para formar una interfaz de unión entre ellas. Cuando el núcleo interior sinterizado ensamblado y el manguito exterior sinterizado se calientan a una temperatura predeterminada, el núcleo interior y el manguito exterior se fusionan en la interfaz de unión para formar el rodillo de material compuesto.

En otro aspecto, un procedimiento para formar un rodillo de material compuesto incluye las etapas de proporcionar un núcleo interior sinterizado formado de carburo cementado y proporcionar al menos un manguito exterior sinterizado formado de un segundo carburo cementado. El núcleo interior sinterizado y al menos un manguito exterior sinterizado se ensamblan, teniendo el manguito exterior y el núcleo interior al menos una superficie de unión cada uno, de modo que cuando se ensamblan el núcleo interior sinterizado y el manguito exterior al menos uno, cada superficie de unión se pone en contacto para formar una interfaz de unión (30) entre ellos. El núcleo interior sinterizado ensamblado y el manguito exterior sinterizado, como mínimo, se fusionan en la interfaz de unión (30) para formar el rodillo de material compuesto.

En aún otro aspecto, un rodillo de material compuesto de un molino incluye un núcleo interior sinterizado de un primer carburo cementado y un manguito exterior sinterizado de un segundo carburo cementado dispuesto alrededor y fusionado al núcleo interior, siendo el primer carburo cementado diferente del segundo carburo cementado.

Una ventaja del procedimiento de formación de un rodillo de material compuesto de la presente invención es el ahorro potencial en costes de mantenimiento del molino de rodillos. El uso de un material de carburo con una densidad inferior para el núcleo interior, incluso si se trata de un grado virgen, por ejemplo, un grado de aglutinante del 6 % para el exterior y un aglutinante del 10 % o 15 % para el interior, reduciría la masa total del rodillo, reduciendo así la carga sobre los cojinetes del molino y otros elementos auxiliares de la línea motriz.

El resumen precedente, así como la siguiente descripción detallada de las realizaciones, será entendido mejor cuándo leído juntamente con los dibujos adjuntos. Debe entenderse que las realizaciones representadas no se limitan a las disposiciones e instrumentalidades precisas mostradas.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

- 5 La Figura 1 es una sección transversal de un rodillo de laminación conocido.
- La Figura 2 es una vista en perspectiva de un rodillo de material compuesto de la presente descripción.
- La Figura 3 es una vista en perspectiva del manguito exterior.
- La Figura 4 es una vista en perspectiva del núcleo interior.
- La Figura 5 es un diagrama de flujo que ilustra las etapas del presente procedimiento.
- 10 La Figura 6 es una sección transversal del rodillo de material compuesto después de la unión/fusión.
- Las Figuras 7(a)-7(c) son imágenes SEM del rodillo de material compuesto según la presente descripción después del montaje y antes de la fusión.
- Las Figuras 8(a)-8(b) son imágenes SEM del rodillo de material compuesto según la presente descripción después de la fusión.

15 DESCRIPCIÓN DETALLADA

Un rodillo de material compuesto fabricado por el procedimiento de la presente invención incluye un núcleo interior sinterizado de primer carburo cementado y al menos un manguito exterior sinterizado de un segundo carburo cementado dispuesto alrededor del núcleo interior. Al menos un manguito exterior sinterizado y un núcleo interior tienen cada uno una superficie de unión, donde cuando el núcleo interior y el manguito exterior se ensamblan juntos, cada superficie de unión se pone en contacto para formar una interfaz de unión entre ellas. Cuando el núcleo interior sinterizado ensamblado y el manguito exterior sinterizado se calientan a una temperatura predeterminada, el núcleo interior y el manguito exterior se fusionan en la interfaz de unión para formar el rodillo de material compuesto.

Como se muestra en la Figura 2, un rodillo de material compuesto 20 incluye un núcleo interior 22 y al menos una porción exterior o manguito 24. El núcleo 22, cuando se inserta dentro de lo(s) manguito(s) exterior(es) 24, como se describirá más adelante, forma un rodillo de material compuesto o multiparte.

El núcleo interior 20 está hecho de un primer carburo cementado o cermet que es de un carburo cementado de menor coste, es decir, en comparación con el coste de un rodillo de carburo virgen sólido, por ejemplo, carburo cementado reciclado o un carburo cementado de menor densidad, es decir, en comparación con la densidad de un carburo virgen sólido. Este carburo cementado puede tener hasta un 100 % en peso de carburo reciclado. Aunque no se ilustra, debe apreciarse que el núcleo puede ser sólido o de cualquier forma y no se limita a una forma cilíndrica o anular como se muestra.

El manguito exterior 24 está hecho de un segundo carburo cementado o cermet, por ejemplo, carburo cementado virgen. Tal y como se describe en la presente memoria, el carburo cementado virgen se refiere a un carburo que no incluye el carburo regenerado. El carburo cementado reciclado se refiere a carburos cementados que se reciclan por medios metalúrgicos o químicos, por ejemplo, un procedimiento de recuperación de zinc, recuperación electrolítica y, extracción u oxidación, que son conocidos por un experto en la materia. Aunque sólo se muestra un manguito exterior, el rodillo de material compuesto puede incluir una pluralidad de manguitos.

Así, el núcleo interior 22 y el manguito exterior 24 están hechos de carburo cementado de diferentes grados de compactos de materiales de fase líquida, que incluyen componentes de fase de baja fusión y componentes de fase de alta fusión. El carburo cementado tiene normalmente una fase dura compuesta de carburo de wolframio y de uno o más carburos, nitruros o carbonitruros de titanio, cromo, vanadio, tántalo, niobio unidos por un aglutinante de fase metálica típicamente cobalto, níquel, hierro en proporciones variables. El aglutinante puede oscilar entre un 6 % en peso y un 30 % en peso. Cada uno de los carburos primero y segundo puede ser carburo de wolframio unido con un aglutinante.

45 Los carburos cementados existen en diferentes grados. Las calidades dependen de la composición de los carburos cementados y de la granulometría. Por ejemplo, un grado de alta calidad es un carburo cementado con un rendimiento y una fiabilidad cuantificablemente mayores en una aplicación determinada en comparación con un grado de baja calidad. Debe apreciarse que otros materiales para los núcleos y manguitos están contemplados en la presente descripción, por ejemplo, cermets. Así, el primer y el segundo carburo están hechos de carburo cementado diferente.

50 El manguito exterior 24 puede prensarse a partir de polvo listo para prensar (RTP) de carburo cementado utilizando un grado que tenga un aglutinante que consista únicamente en Co, sin adiciones de carburo cementado reciclado. El tamaño de grano WC medio de partida, es decir, tal como se suministra antes del tratamiento, del manguito sinterizado

obtenido puede oscilar entre aproximadamente 5,0 y aproximadamente 8,0 pm. Al igual que con el manguito exterior, el núcleo interior 22 puede prensarse a partir de RTP de carburo cementado utilizando un grado de ligante mixto que consistió en Co/Ni/Cr junto con RTP reciclado de carburo cementado (por ejemplo, se recicló aproximadamente el 25 % en peso del carburo cementado). Al igual que con el manguito exterior, el tamaño medio inicial del grano WC del núcleo interior puede oscilar entre 5,0 y 8,0 pm aproximadamente.

5

Así, el rodillo de material compuesto 20 incluye dos partes: el núcleo interior 22 de carburo cementado de menor coste y el manguito exterior 24 de carburo cementado de mayor calidad o carburo cementado virgen. Debe apreciarse que puede proporcionarse una pluralidad de manguitos exteriores y que la presente descripción no se limita a dos partes para formar el rodillo de material compuesto. Como se describirá más adelante, para crear el rodillo de material compuesto, se fusionan cada uno de un manguito exterior sinterizado de carburo cementado de calidad virgen y un núcleo interior sinterizado de carburo cementado reciclado.

10

Con referencia a las Figuras 3 y 4, el manguito exterior 24 tiene una superficie de unión interior 26 y el núcleo interior 22 incluye una superficie de unión exterior 28. Como se describirá más adelante, el núcleo interior sinterizado 22 y al menos un manguito exterior 24 se fusionan en las superficies de unión 26, 28 para formar un cuerpo unitario 32, los carburos cementados primero y segundo tienen cada uno diferentes puntos de fusión, donde el núcleo interior sinterizado ensamblado y el manguito exterior sinterizado al menos uno se calientan a una temperatura intermedia o inferior al punto de fusión de la temperatura de sinterización inferior del núcleo y el manguito sinterizados para fusionar los mismos en la interfaz de unión 30 y formar el cuerpo unitario 32 (Figura 2). Un cuerpo unitario se define como un cuerpo integral singular.

15

Según un procedimiento 40 de la presente invención ilustrado en la Figura 5, el núcleo 22 y lo(s) manguito(s) 24 del rodillo de material compuesto se forman por separado y se proporcionan en la etapa 42, según el uso final particular deseado. Como se estableció anteriormente, el núcleo interior 22 puede ser prensado de RTP de carburo cementado utilizando un grado de aglutinante mixto que consistió en Co/Ni/Cr junto con RTP reciclado de carburo cementado y el manguito externo 24 puede ser prensada de (RTP) de carburo cementado utilizando un grado que tiene un aglutinante que consiste en Co solamente, sin adiciones de carburo cementado reciclado.

20

A continuación, en la etapa 44, se sinteriza cada uno de ellos para obtener sustancialmente toda su densidad y dureza. El núcleo y el manguito o manguitos pueden sinterizarse en un horno de vacío o de sinterización-HIP a sus respectivas temperaturas, por ejemplo, 1350 °C-1520 °C, según se conoce.

25

En la etapa 46, el núcleo y el manguito o manguitos se rectifican o mecanizan en las superficies de acoplamiento/unión 26, 28 para proporcionar un acabado suficientemente suave entre ellos para favorecer el ajuste de interferencia durante el montaje. Según la presente invención, el núcleo interior 22 se colocó en nitrógeno líquido durante aproximadamente 30 segundos para encogerlo y permitir que se introdujera a presión en el manguito exterior, empleando así el fenómeno de la expansión térmica para crear una unión resistente en la interfaz 30.

30

El núcleo sinterizado y el o los manguitos también pueden limpiarse, por ejemplo, en un lavado con acetona para proporcionar una interfaz limpia en las superficies de unión. A continuación, las piezas individuales se ensamblan en el rodillo de material compuesto en la etapa 48. El ensamblaje de la etapa 48 implica poner en contacto el núcleo y el manguito o manguitos en una relación de ensamblaje, con el núcleo interior 22 colocado dentro del manguito exterior 24, de manera que la primera superficie de unión o enlace 26 esté en contacto con la segunda superficie de unión o enlace 28 (Figura 2) para formar el cuerpo unitario 32. Véase la Figura 6. Después, como se describe en la presente memoria, la etapa de calentar los miembros en la relación ensamblada se emplea para fundir los miembros juntos.

35

El ensamblaje de miembros de carburo en la técnica anterior incluye el co-prensado, la sinterización de dos piezas verdes o de una pieza verde en una pieza sinterizada, pero estas técnicas conllevan riesgos derivados de los diferentes niveles de contracción y de las mayores temperaturas de sinterización necesarias, que pueden dar lugar a tensiones de tracción en el exterior que conlleven la posibilidad de agrietamiento. La presente técnica de fusión por sinterización utiliza una temperatura justo por encima de la eutéctica WC-Co y un mantenimiento isotérmico corto en comparación con el necesario para un cuerpo verde.

40

Volviendo a la Figura 5, en la etapa 50, el núcleo sinterizado ensamblado y el manguito o manguitos se unen por fusión a una temperatura lo suficientemente baja como para que se produzca un crecimiento mínimo del grano en la interfaz de unión 30. El núcleo sinterizado ensamblado y el manguito o manguitos se introducen en un horno de sinterización estándar y se someten a una atmósfera de vacío o de gas, sin aplicación de presión externa. Por ejemplo, el rodillo de material compuesto ensamblado se lleva desde la temperatura ambiente hasta la temperatura de fusión de aproximadamente 1350 °C, a aproximadamente 10 °C por minuto con un tiempo de permanencia de unos 15 minutos a la temperatura superior. Esta temperatura de fusión y este ciclo de calentamiento son inferiores a las temperaturas de sinterización y ciclos de calentamiento originales del carburo cementado que tiene la temperatura de fusión más baja. Por ejemplo, de aproximadamente 1340 °C a aproximadamente 1360 °C durante unos 10 a unos 30 minutos, y más preferiblemente unos 1350 °C durante unos 15 minutos.

En esta etapa se toman las piezas de carburo ya densas y duras y se introducen de nuevo en el horno de sinterización. Pero, en lugar de obtener contracción y más densidad, como en la operación de sinterización original, el núcleo y el manguito o manguitos siguen teniendo esencialmente las mismas propiedades físicas.

Como se muestra en la Figura 6, la interfaz límite 30 está situada entre el núcleo interior y el manguito exterior y se produce en la fusión. Las piezas se funden a una temperatura inferior al punto de fusión del carburo cementado que tenga la temperatura de sinterización original más baja del núcleo y el manguito o manguitos. Esta temperatura más baja y el tiempo más corto permiten que la fusión se produzca por difusión de corto alcance de los metales aglutinantes a través de la interfaz 30 y se induce un crecimiento de grano mínimo en las microestructuras, pero se forma un cuerpo unitario 32.

10 EJEMPLO

El rodillo de material compuesto estaba formado por un manguito exterior de un grado aglutinante del 6 % de Co y un núcleo interior de un grado aglutinante reciclado del 30 % de Ni/Co/Cr. Tanto el núcleo como el manguito se prensaron en una prensa manual de 50 t (Sealey Ltd, Suffolk, Reino Unido) utilizando prensado de un solo extremo y se sinterizaron a sus respectivas temperaturas, 1360 °C para el núcleo interior y 1510 °C para el manguito exterior.

La tabla 1 muestra las dimensiones y propiedades del núcleo interior 22 ("interior") y del manguito exterior 24 ("exterior") antes y después de la sinterización. Como puede verse, el peso del núcleo y del manguito antes y después de la sinterización es relativamente igual. El núcleo interior se encogió ligeramente y el manguito exterior se expandió un poco, pero el espesor total cambió una cantidad mínima. Aumentó ligeramente debido al engrosamiento del grano. De este modo, hay contacto físico entre el núcleo y el manguito para permitir la fusión.

20 Tabla 1

	Peso (g)	Espesor (mm)	Diámetro (mm)	He (kA/m)
	Interior	Exterior		
Antes	106,665	7,718	36,01	4,11
Después	106,675	6,551	36,58	4,35

Tanto el núcleo como el manguito se cortaron por electroerosión y se rectificaron inicialmente para obtener un ajuste de interferencia local según el sistema de límites y ajustes ISO 286-2:1988. El núcleo interior se colocó en nitrógeno líquido durante unos 30 segundos y, a continuación, se introdujo a presión en el manguito exterior utilizando el fenómeno de la dilatación térmica para conseguir una unión resistente, por ejemplo, tras el ajuste por contracción (tolerancia de ajuste por contracción + 20 pm). La tolerancia aplicada se redujo gradualmente hacia un ajuste de transición locacional y el procedimiento se repitió hasta que el núcleo interior pudo colocarse dentro del manguito exterior.

Con referencia a las Figuras 7(a) -7(c), las micrografías SEM muestran las líneas de unión 26, 28 entre los dos miembros antes del tratamiento de fusión. Como puede verse, el núcleo y el manguito se unen y los mismos se funden para formar un rodillo de material compuesto unitario.

Las Figuras 8(a) y 8(b) son micrografías SEM que muestran la zona límite 30 entre el núcleo y el manguito después del tratamiento de fusión. Como puede observarse, se ha producido cierto engrosamiento del grano, sobre todo en el material del núcleo interior, pero no preferentemente en la interfaz de las superficies de unión 26, 28 entre el núcleo y el manguito exterior.

Debe apreciarse que pueden unirse materiales de diferentes grados para optimizar las propiedades locales del rodillo de material compuesto. Así, por ejemplo, se puede elegir la resistencia al desgaste, la tenacidad, la soldabilidad, el coeficiente de fricción y/o el contenido de nitruro de boro cúbico (cBN) de un material. Además, también puede elegirse un desajuste de cobalto o de tamaño de grano para inducir la fusión del metal ligante y los consiguientes cambios de densidad. Esto puede inducir tensiones de compresión en las superficies para proporcionar un efecto de endurecimiento. Por ejemplo, la resistencia a la fatiga podría aumentar si se incorporan una o más capas de contenido decreciente de Co/recorrido libre medio de Co/tamaño de grano de WC.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de formación de un rodillo de material compuesto (20) que comprende las etapas de:
 - proporcionar al menos un núcleo interior sinterizado (22) formado por un carburo cementado de primer grado;
 - proporcionar al menos un manguito exterior sinterizado (24) formado por un carburo cementado de un segundo grado superior diferente en relación con el primer grado;
 - ensamblar el núcleo interior sinterizado y el al menos un manguito exterior sinterizado, teniendo el al menos un manguito exterior y el núcleo interior cada uno una superficie de unión (26, 28), caracterizada porque cuando se ensamblan el núcleo interior sinterizado y el al menos un manguito exterior sinterizado cada superficie de unión (26, 28) se pone en contacto para formar una interfaz de unión (30) entre ellos; y
 - sinterizar por fusión el núcleo interior sinterizado (22) ensamblado y el al menos un manguito exterior sinterizado (24) en la interfaz de unión (30) para formar un rodillo de material compuesto (20);
 - donde la etapa de ensamblaje incluye la contracción del núcleo interior en nitrógeno líquido y su introducción a presión en el al menos un manguito exterior, donde la expansión térmica entre el núcleo interior y el al menos un manguito exterior proporciona una unión resistente en la interfaz de unión.
- 15 2. El procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el núcleo interior sinterizado y el al menos un manguito exterior se fusionan para formar un cuerpo unitario, teniendo el primer y el segundo carburos cementados puntos de fusión diferentes, donde el al menos un núcleo interior sinterizado ensamblado y el al menos un manguito exterior sinterizado se calientan a una temperatura intermedia o inferior al punto de fusión de la temperatura de sinterización inferior del núcleo y el manguito sinterizados para fusionar los mismos en la interfaz de unión y formar el cuerpo unitario.
- 20 3. El procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por que el núcleo interior sinterizado ensamblado (22) y al menos un manguito exterior (24) se calientan a una temperatura de aproximadamente 1340 °C a aproximadamente 1360 °C.
- 25 4. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2-3, caracterizado por que el núcleo interior sinterizado ensamblado (22) y al menos un manguito exterior (24) se calientan durante un período de tiempo comprendido de aproximadamente 10 a aproximadamente 30 minutos.
5. El procedimiento según la reivindicación 3 o 4, caracterizado por que la etapa de fusión comprende además someter el núcleo interior (22) y el manguito exterior (24) ensamblados y sinterizados a una atmósfera de vacío o de gas, sin aplicación de presión externa.
- 30 6. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-5, caracterizado por la etapa de mecanizado del núcleo interior sinterizado (22) y al menos un manguito exterior sinterizado (24) se mecanizan antes del ensamblaje para proporcionar un mejor ajuste entre ellos.

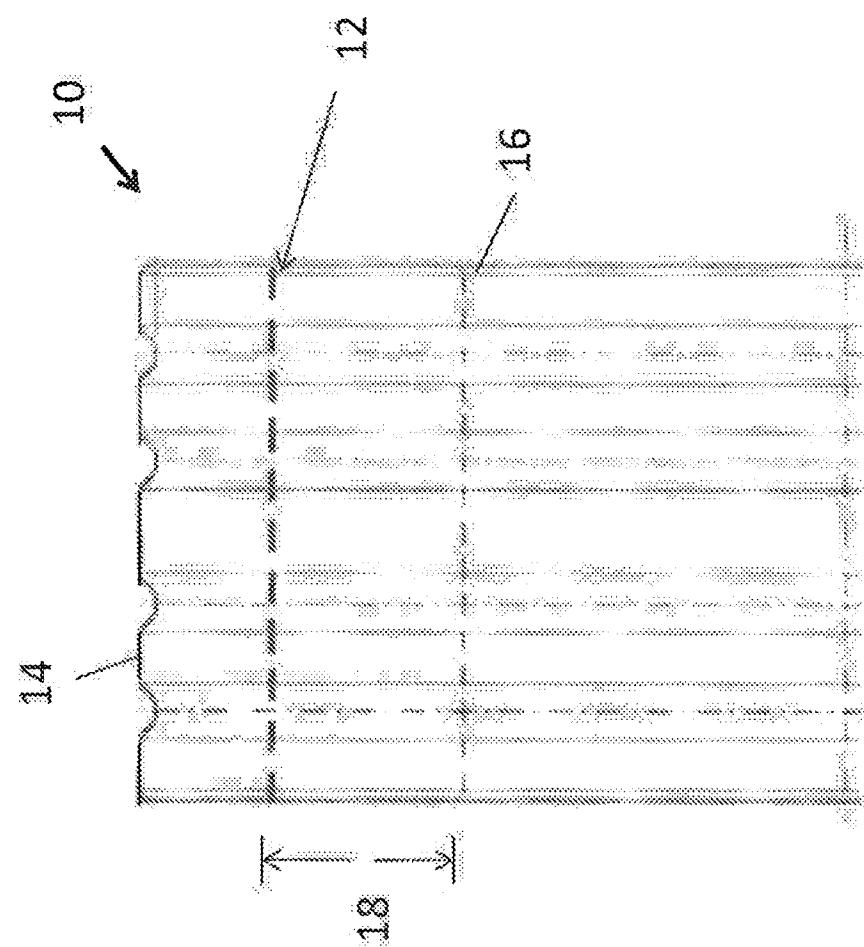


Fig. 1

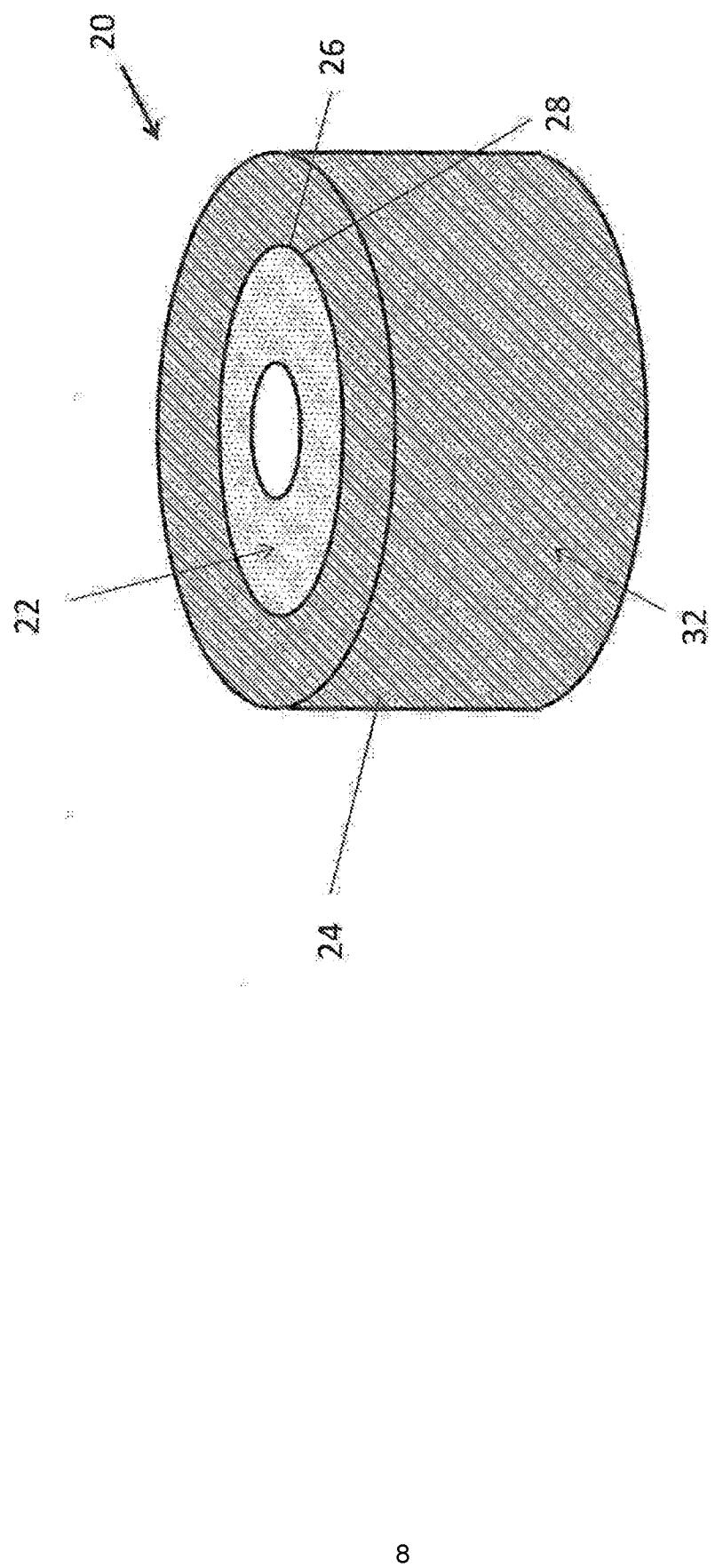


Fig. 2

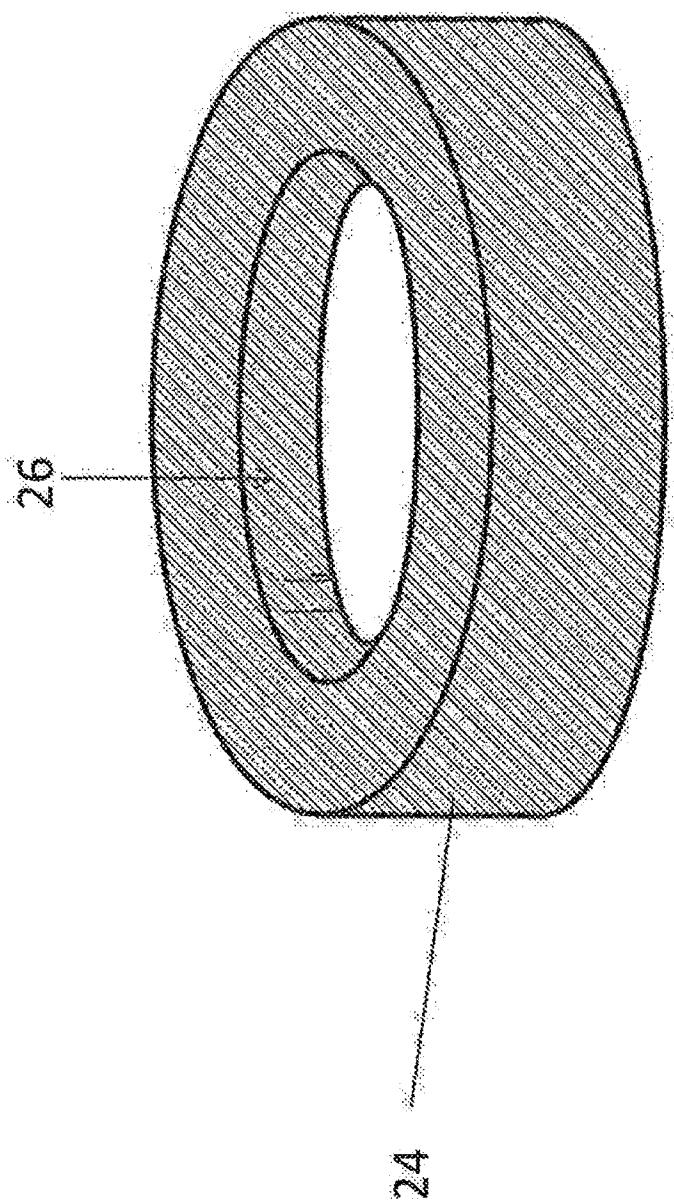


Fig. 3

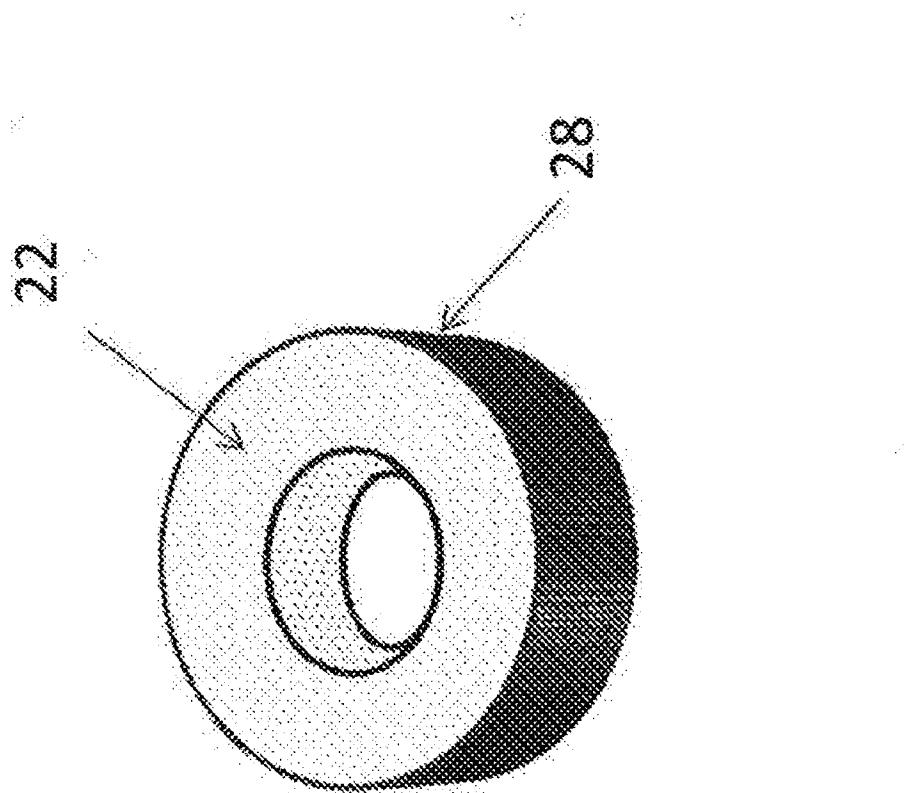
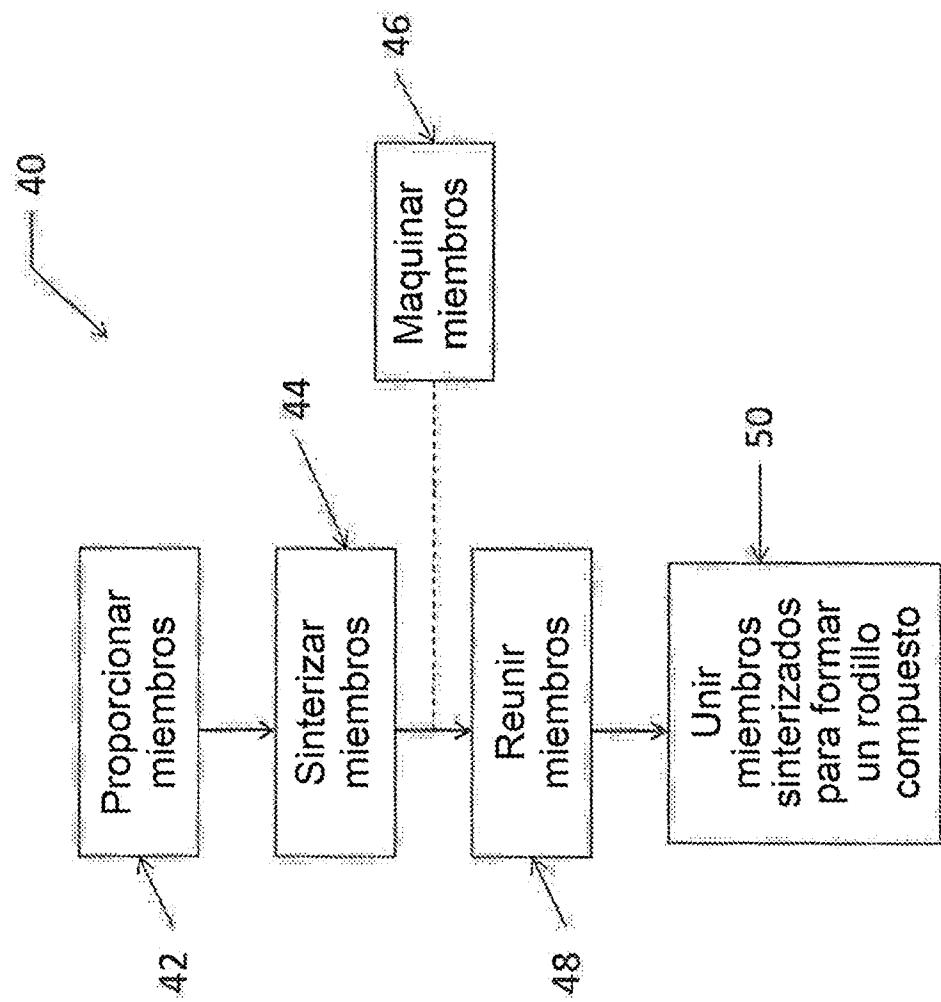


Fig. 4

Fig. 5



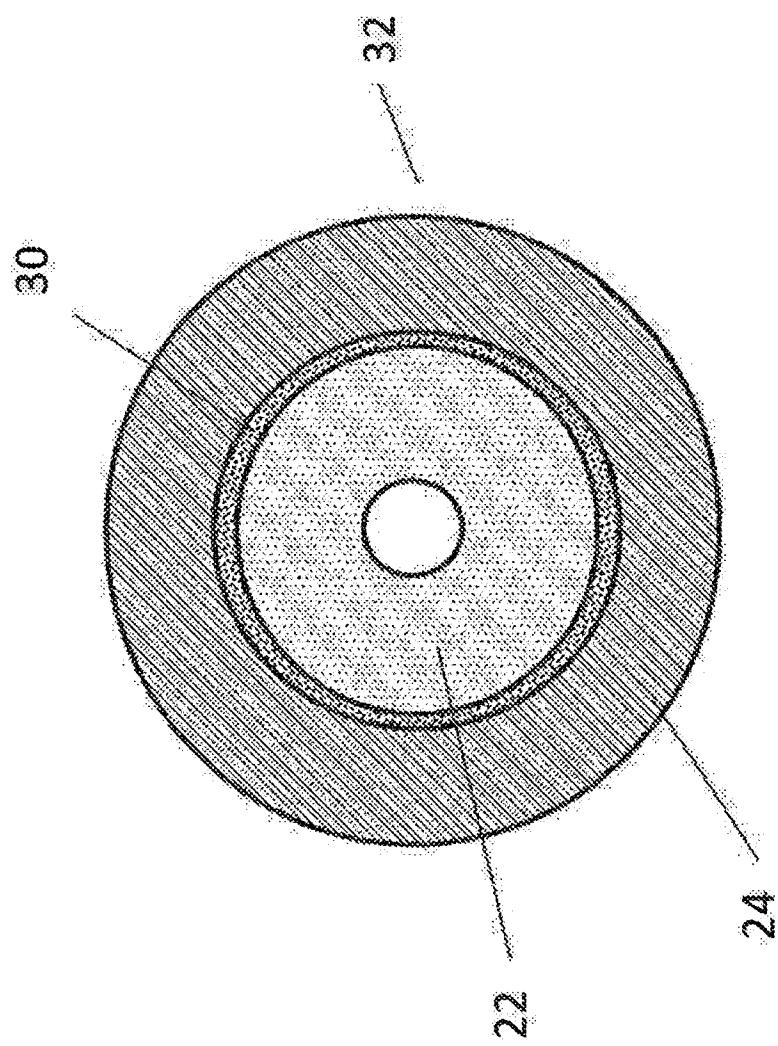
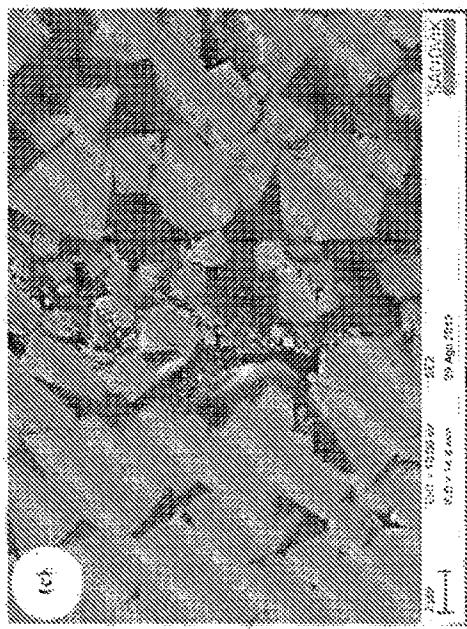
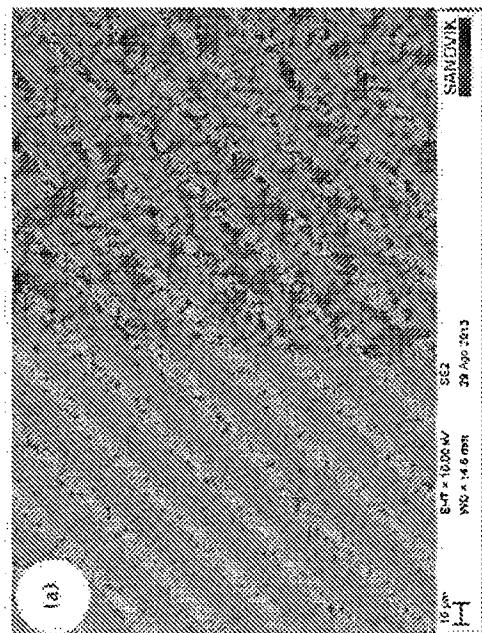
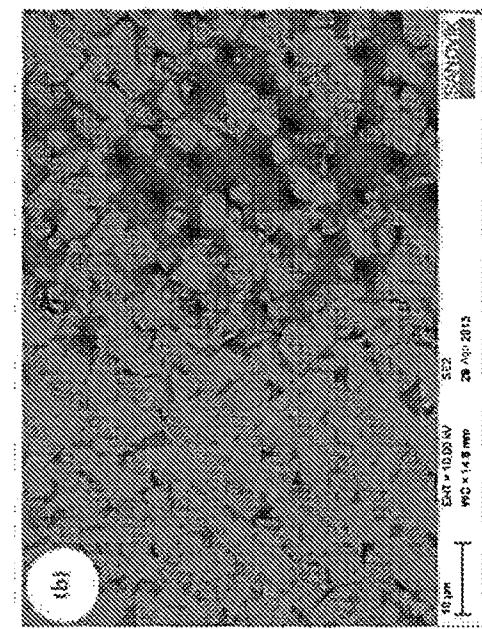


Fig. 6



Figs 7(a) – 7(c)

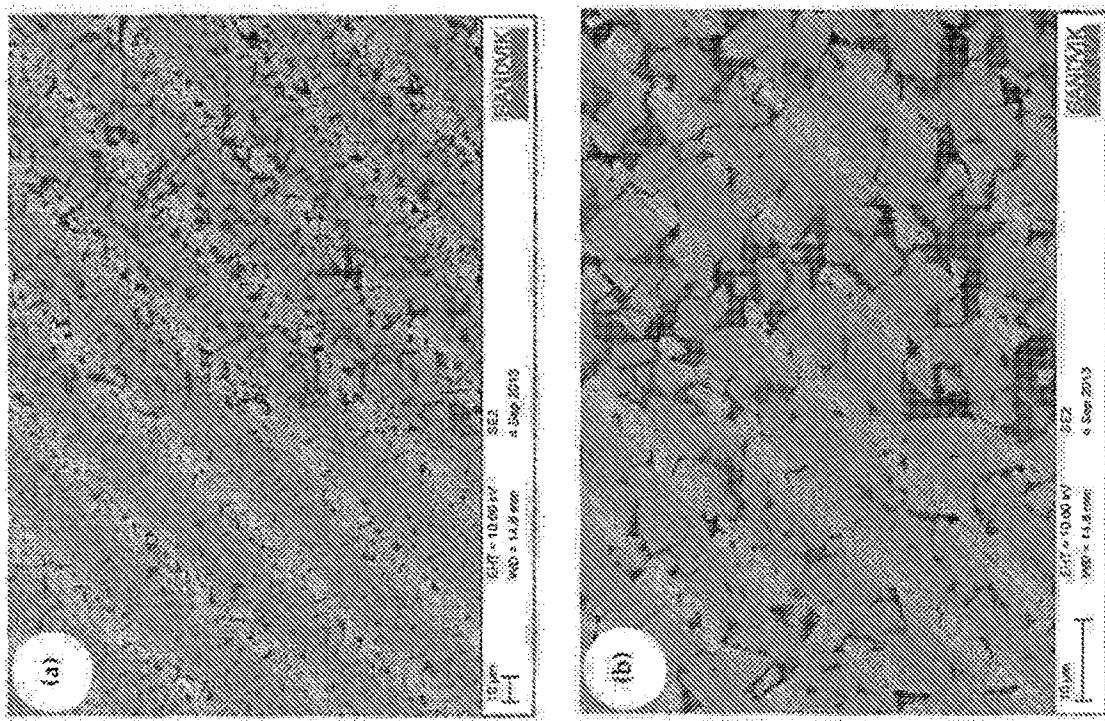


Fig. 8(a)-8(b)