

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 86117328.4

51 Int. Cl.⁴: H 01 J 9/395

22 Anmeldetag: 12.12.86

30 Priorität: 19.12.85 DE 3545048

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
24.06.87 Patentblatt 87/26

84 Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB IT SE

71 Anmelder: Patent-Treuhand-Gesellschaft für elektrische
Glühlampen mbH
Postfach 22 02 61
D-8000 München 22(DE)

72 Erfinder: Schuster, Werner, Dr.
Weidenweg 1
D-8088 Eching(DE)

54 Verfahren zur Herstellung eines Speicherelementes zum Dosieren und Einbringen von Quecksilber in eine Entladungslampe.

57 Bei einem Verfahren zur Herstellung eines Speicherelementes zum Dosieren und Einbringen von Quecksilber in eine Entladungslampe wird das Quecksilber bzw. die Quecksilberlegierung in eine oder mehrere Elektrolysegefäße (1) gegeben und mit dem jeweiligen Metall der Salzlösung elektrolytisch angereichert, so daß eine oder mehrere Quecksilber-Metallsuspensionen gebildet werden. Die Metalle der Metallsalzlösungen sind dabei Elemente, die entweder allein oder als Mischung bzw. als Legierung selbst keine Legierung mit Quecksilber bilden, von Quecksilber benetzbar sind und eine hohe Oxidationsbeständigkeit aufweisen. Die gebildeten Quecksilber-Metallsuspensionen werden anschließend in bestimmten Verhältnissen gemischt, getempert und das überschüssige nicht adsorbierte Quecksilber abgefiltert. Der verbleibende Filterkuchen wird in die Bohrung eines Stahlzylinders gegeben und unter hohem Druck das restliche überschüssige Quecksilber herausgepreßt, so daß ein spröder Preßling entsteht, aus dessen Pulver dann die als Speicherelemente dienenden Preßkörper geformt werden.

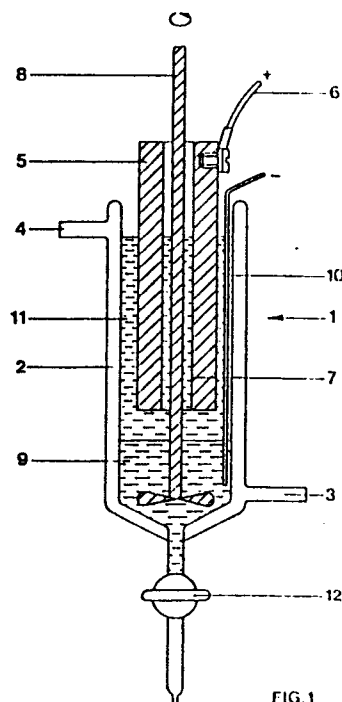


FIG. 1

Patent-Treuhand-Gesellschaft
für elektrische Glühlampen mbH., München

Verfahren zur Herstellung eines Speicherelementes zum
Dosieren und Einbringen von Quecksilber in eine
Entladungslampe

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Speicherelementes, das zum Dosieren und Einbringen von flüssigem Quecksilber oder flüssigen Quecksilberlegierungen in eine Entladungslampe dient.

5

Quecksilber wird für den Betrieb von fast allen Entladungslampen benötigt. Bei Hochdruckentladungslampen wird das Quecksilber in Form von Halogenidverbindungen oder durch direktes Eintropfen über den Pumpstengel in das Entladungsgefäß gebracht. Bei Niederdruckentladungslampen dagegen ist es üblich, neben dem direkten Eintropfen für das Dosieren und Einbringen Behälter aus Glas oder Metall zu verwenden, in die das Quecksilber bzw. die Quecksilberlegierung gefüllt wird. Diese Behälter werden nahe einer Elektrode im Innern des Entladungsgefäßes angebracht und mit Hilfe von induzierter Hochfrequenz oder Laserstrahlen nach dem Verschließen des Gefäßes geöffnet, so daß das Quecksilber austreten kann. Ein Beispiel dafür ist in der DE-OS 30 41 398 aufgeführt.

20

Aufgrund der hohen Oberflächenspannung ist eine exakte Dosierung von flüssigem Quecksilber, insbesondere in kleinsten Mengen praktisch nicht möglich. Daher wird in den meisten Fällen eine weit höhere Menge in die Lampe gefüllt, als für den Betrieb benötigt wird. Bei

25

- 2 -

direktem Einbringen des flüssigen Quecksilbers wird somit auch verhindert, daß die Quecksilbertropfen im Pumpstengel hängenbleiben, was dann der Fall ist, wenn die Tröpfchen eine gewisse Mindestgröße unterschreiten.
5

Neuerdings ist in der DE-Patentanmeldung 35 34 208.0 auch ein Verfahren vorgeschlagen, bei der ein Strang flüssigen Quecksilbers unter den Erstarrungspunkt
10 abgekühlt wird. Von diesem gefrorenen Strang werden dann Teilstränge der benötigten Länge, d.h. der benötigten Quecksilbermenge abgetrennt und in das Entladungsgefäß eingebracht. Dieses Verfahren ermöglicht eine wesentlich genauere Dosierung. Das
15 Verfahren ist jedoch maschinentechnisch sehr aufwendig und, da die entsprechenden Vorrichtungen in die Fertigungsmaschinen für die Lampen integriert sein müssen, nur mit großem Aufwand zu realisieren.

20 Die Verarbeitung von flüssigem Quecksilber stellt eine große Umwelt- bzw. Arbeitsplatzbelastung dar, da Quecksilber einen relativ hohen Dampfdruck besitzt, wobei der Dampf stark toxisch ist. Beim Auftreffen auf harte Unterlagen verspritzt es in winzige Tröpfchen,
25 die nur sehr schwer wieder aufgesammelt werden können.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung eines Speicherlements für das Dosieren und Einbringen von flüssigem Quecksilber
30 oder flüssigen Quecksilberlegierungen zu schaffen. Das nach diesem Verfahren hergestellte Speicherelement sollte eine genaue Dosierung des Quecksilbers bzw. der Quecksilberlegierung ermöglichen und einfach in die

Lampe einzubringen sein. Dabei sollten die physikalischen Eigenschaften des Quecksilbers bzw. der Quecksilberlegierung nicht verändert werden.

- 5 Das Verfahren zur Herstellung eines solchen Speicherelements ist erfindungsgemäß durch die folgenden Verfahrensschritte gekennzeichnet:
- 10 a) Das Quecksilber oder die Quecksilberlegierung wird in ein oder mehrere Elektrolysegefäße mit jeweils unterschiedlichen Metallsalzlösungen und einer Anode des entsprechenden Metalls gegeben, wobei die Metalle Elemente sind, die entweder allein oder als Mischung bzw. als Legierung selbst keine Legierung
- 15 mit Quecksilber bilden, von Quecksilber benetzbar sind und eine hohe Oxidationsbeständigkeit aufweisen
- 20 b) das Quecksilber oder die Quecksilberlegierung wird mit dem jeweiligen Metall der Salzlösung elektrolytisch angereichert, so daß eine oder mehrere Quecksilber-Metallsuspensionen gebildet werden
- 25 c) im Fall von mehreren Quecksilber-Metallsuspensionen werden diese in bestimmten Verhältnissen gemischt
- 30 d) das entstandene Quecksilber-Metallsuspensionsprodukt wird mit wasserfreiem Glycerin überschichtet und bei mindestens 100 °C getempert
- e) das Glycerin wird dekantiert und das Suspensionsprodukt gewaschen und getrocknet

f) das überschüssige nicht adsorbierte Quecksilber bzw. die überschüssige nicht adsorbierte Quecksilberlegierung wird abgefiltert

5 g) der verbleibende Filterkuchen wird in die Bohrung eines Stahlzylinders gefüllt und das überschüssige Quecksilber bzw. die überschüssige Quecksilberlegierung mit Hilfe eines Stempels unter hohem Druck herausgepreßt

10

h) der so entstandene spröde Preßling wird pulverisiert und aus dem Pulver Preßkörper der entsprechenden Dimensionen hergestellt

15 Nach der in Schritt b) erfolgten Elektrolyse beträgt der Metallanteil an der Quecksilber-Metallsuspension 0,5 bis 1 %. Durch die im Schritt f) durchgeführte Filterung erhöht sich der Metallanteil am verbleibenden Filterkuchen auf 5 bis 8 % und wird durch die
20 anschließende Pressung nochmals um den Faktor 5 bis 10 erhöht. Diese im Verfahrensschritt g) durchgeführte Pressung gestattet es, durch Änderung des Preßdrucks den Anteil des Quecksilbers am Preßling in gewissen Grenzen zu variieren. Die im Schritt d) durchgeführte
25 Temperung bewirkt ein Kristallwachstum, wodurch die Filtrierbarkeit im Verfahrensschritt f) wesentlich verbessert wird. Außerdem können durch die Temperung mögliche Quecksilberlegierungen, die sich mit einem der am Quecksilber-Metallsuspensionsprodukt
30 beteiligten Metall gebildet haben, zersetzt werden, so daß die Metalle dann untereinander eine Legierung bilden können, die quecksilberfrei ist.

Ein nach dem obigen Verfahren hergestellter Preß-

körper speichert pro Gewichtseinheit des Metalls eine genau festlegbare Menge des Quecksilbers bzw. der Quecksilberlegierung. Messungen ergaben, daß bei Preßkörpern aus unterschiedlichen Chargen, die jeweils unter den gleichen Verfahrensbedingungen hergestellt wurden, die gespeicherte Quecksilbermenge höchstens um $\pm 10\%$ schwankt. Auf diese Weise läßt sich abhängig vom Gewicht des Preßkörpers jede gewünschte Menge des Quecksilbers bzw. der Quecksilberlegierung erhalten. Der Preßkörper kann sehr einfach in die Entladungslampe eingebracht werden, wobei er weder durch eine Zwischenlagerung noch durch Berührung einen Speicher- verlust erleidet. Bei einer längeren Lagerung muß diese natürlich entweder unter Vakuum-oder aber unter Schutzgas erfolgen, da aufgrund des hohen Dampfdrucks das Quecksilber in normaler Atmosphäre wegdampt. Eine Überdosierung des Quecksilbers in der Lampe ist somit nicht mehr erforderlich. Als weiterer Vorteil ist es möglich, den Preßkörper im Pumpstengel zu fixieren, wodurch Leuchtstoffabtragungen, wie sie durch das Eintropfen von flüssigem Quecksilber verursacht wurden, ausgeschlossen werden. Durch die Wärme bei der Aufheizung der Elektroden wird sodann das Quecksilber vollständig aus dem Preßkörper freigesetzt.

Bei der unter Schritt b) aufgeführten Elektrolyse kann zur Erhöhung der Leitfähigkeit zusätzlich Ammoniumsulfat in das Elektrolysegefäß gegeben werden. Eine mögliche anodische Oxidation ist durch einen Zusatz von Ethanol weitgehend zu unterbinden. Um eine möglichst gleichmäßige Anreicherung zu erzielen, muß das Gemisch aus Quecksilber bzw. Quecksilberlegierung und Metallsalzlösung während der Elektrolyse ständig umgerührt werden.

Die Bildung der Quecksilber-Metallsuspension im Elektrolysegefäß kann sowohl periodisch als auch kontinuierlich erfolgen. Bei einer kontinuierlichen Elektrolyse wird dabei jeweils eine gewisse Menge der
5 bereits entstandenen Quecksilber-Metallsuspension nach unten abgelassen und die entsprechende Menge an reinem flüssigen Quecksilber oben nachgefüllt.

10 Theoretisch eignen sich als Metalle für die Metallsalzlösungen und der entsprechenden Anode, die neben Quecksilber jeweils den größten Anteil am Quecksilber-Metallsuspensionsprodukt haben sollen, alle Elemente der vierten bis achten Nebengruppe des Perioden-
systems. Praktisch kommen jedoch nur solche Metalle in
15 Frage, die nicht toxisch und/oder radioaktiv sind und eine möglichst kostengünstige Herstellung des Preßkörpers ermöglichen. Als brauchbar in diesem Sinn erwiesen sich insbesondere die Metalle Eisen und Nickel, wobei hier ein zweites Metall, wie Kupfer,
20 benötigt wird, um eine ausreichende Oxidationsbeständigkeit zu erreichen. Auch mit den Metallen Eisen, Chrom und evtl. Nickel für die Metallsalzlösungen und die Anoden lassen sich Preßkörper mit guten Speichereigenschaften erzielen.

25 Für den Fall, daß die Herstellung des Preßkörpers und das Einbringen des Preßkörpers in das Entladungsgefäß unter Schutzgas abgewickelt wird, ist es nicht erforderlich, daß die Metalle der Metallsalzlösungen
30 und der Anoden allein oder als Mischung bzw. als Legierung eine hohe Oxidationsbeständigkeit aufweisen. Untersuchungen an Preßkörpern aus Eisen, denen kein die Oxidation hemmendes Metall beigegeben war, zeigten, daß diese Preßkörper, wenn sie an der Luft

gelagert werden (neben dem Verdampfen von Quecksilber), im Laufe der Zeit Quecksilbertropfen abgeben, da mit fortschreitender Oxidation die Benetzbarkeit des Körpers sinkt.

5

- Besonders gute Ergebnisse bezüglich Quecksilberspeicherung, Oxidationsbeständigkeit sowie vollständiger Quecksilberabgabe bei Erwärmung im Entladungsgefäß zeigen Preßkörper, bei deren Herstellung der Anteil der Metalle am Quecksilber-Metallsuspensionsprodukt sich aus 75 bis 99,5 Gew.-% Eisen und als Rest zu 100 % aus 25 bis 0,5 Gew.-% Kupfer zusammensetzt. Auch Quecksilber-Metallsuspensionsprodukte mit einem Metallanteil aus 55 bis 80 Gew.-% Nickel und 45 bis 20 Gew.-% Kupfer führen zu Preßkörpern, die das Quecksilber bzw. die Quecksilberlegierung sehr gut speichern und eine hohe Oxidationsbeständigkeit aufweisen. Die Preßkörper haben jedoch den Nachteil, daß sie bei Raumtemperatur ca. die Hälfte des Quecksilbers hartnäckig festhalten und erst oberhalb 80 bis 100 °C wieder freigeben. Im Fall von Preßkörpern aus Eisen, Chrom und Nickel sollte der Anteil der Metalle am Quecksilber-Metallsuspensionsprodukt aus 65 bis 75 Gew.-% Eisen, 12 bis 25 Gew.-% Chrom und als Rest zu 100 % aus 23 bis 0 Gew.-% Nickel bestehen. Ein solcher Preßkörper besitzt jedoch nicht die hohe Oxidationsbeständigkeit wie die beiden oben erwähnten Preßkörperzusammensetzungen.
- 30 Die Erfindung wird anhand der nachfolgenden Figuren sowie anhand eines Herstellungsbeispiels für ein Speicherelement entsprechend dem erfindungsgemäßen Verfahren näher veranschaulicht.

- 8 -

Figur 1 zeigt den Aufbau des Elektrolysegefäßes zur Herstellung der Quecksilber-Metallsuspensionen

5 Figur 2 zeigt den Stahlzylinder zum Auspressen des Filterkuchens

Das in Figur 1 abgebildete Elektrolysegefäß 1 zur Herstellung der Quecksilber-Metallsuspensionen besteht aus einem doppelwandigen Glasgefäß 2, das über einen
10 Zulauf 3 und einen Ablauf 4 von Kühlwasser durchflossen wird. Als Anode dient ein Metallzylinder 5, der über ein Kabel 6 mit dem positiven Pol einer hier nicht dargestellten Gleichspannungsquelle verbunden ist. Der Metallzylinder 5 besitzt eine zentrale
15 Bohrung 7, durch die ein Rührer 8 aus Glas gesteckt ist. Die Kathode, die durch das unten im Gefäß 2 befindliche Quecksilber 9 gebildet wird, ist über einen Kupferdraht 10 mit dem negativen Pol der Spannungsquelle verbunden. Oberhalb der Quecksilber-
20 Kathode 9 befindet sich der Elektrolyt 11 in Form einer Metallsalzlösung, wobei jeweils das Metall der Salzlösung und der Anode übereinstimmen. Durch Anlegen einer Gleichspannung wird das Quecksilber mit dem Metall des Elektrolyten 11 angereichert, wobei der
25 Rührer 8 mit seiner Bewegung für eine möglichst hohe Gleichmäßigkeit sorgt. Die fertige Quecksilber-Metallsuspension kann über einen Hahn 12 nach unten abgelassen werden.

30 In Figur 2 ist der Stahlzylinder 13 zum Auspressen des Filterkuchens 14 dargestellt. Er besteht aus einem Zylinderteil 15 mit einer kreisförmigen zentralen Bohrung 16 von 15 mm Durchmesser, in der sich der Filterkuchen 14 befindet und in die von oben ein
35 Stempel 17 gesteckt ist. Der Zylinderteil 15 ist an

- seiner polierten Stirnfläche mit einer gehärteten Stahlplatte 18 verschraubt. Mit Hilfe eines Druckes von bis zu 7×10^8 Pa auf den Stempel 17 wird das überschüssige Quecksilber aus dem Filterkuchen 14 herausgepreßt. Es sickert durch die Ritzen zwischen Zylinderteil 15 und Stahlplatte 18 und tritt an den mit den Pfeilen 19, 20 bezeichneten Stellen aus dem Stahlzylinder 13 aus.
- 10 Herstellungsbeispiel für einen Preßkörper aus Eisen und Kupfer: Es werden 1500 g Quecksilber jeweils in ein Elektrolysegefäß mit einer Eisen-Anode und ein Elektrolysegefäß mit einer Kupfer-Anode, wie es in Fig. 1 abgebildet ist, gegeben. Für die Quecksilber-
- 15 Eisen-Elektrolyse besteht der Elektrolyt von 200 ml aus 6 g FeSO_4 , 10 ml konzentrierte H_2SO_4 sowie als Zusatz 10 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ und 10 ml Ethanol. Bei Anlegen einer Gleichspannung von 20 V mit einem Strom von 20 A erhält man unter ständigem Rühren nach einer
- 20 Elektrolysezeit von 20 Minuten eine Quecksilber-Eisensuspension mit einem Eisenanteil von ca. 0,5 Gew.-%.
- Der Elektrolyt für die Quecksilber-Kupfer-Elektrolyse in einer Menge von ebenfalls 200 ml enthält 20 g
- 25 CuSO_4 , dem bis zur klaren Auflösung NH_3 zugegeben wird. Bei einer Spannung von 10 V und einem Strom von 40 A ergibt sich nach einer Elektrolysezeit von 20 Minuten unter ständigem Rühren eine Quecksilber-Kupfersuspension mit einem Kupferanteil von ca. 1 %.
- 30 Die beiden Quecksilber-Metallsuspensionen werden so gemischt, daß der Metallanteil neben Quecksilber sich aus 95 Gew.-% Eisen und 5 Gew.-% Kupfer zusammensetzt.

Das so entstandene Quecksilber-Metallsuspensions-

produkt wird mit wasserfreiem Glycerin überschichtet und bei 240 °C eine Stunde getempert. Nach der Dekantierung des Glycerins wird das Suspensionsprodukt gewaschen und getrocknet. Durch anschließendes Ab-

5 filtern des überschüssigen Quecksilbers mit Hilfe einer Glasfritte der Porosität G3 erhöht sich der Metallanteil auf das 10fache. Der zurückbleibende Filterkuchen wird in den in Figur. 2 abgebildeten Stahlzylinder gefüllt und mit einem hohen Druck (siehe

10 unten) auf den Stempel das verbliebene überschüssige Quecksilber herausgepreßt. Der auf diese Weise geschaffene Preßling wird pulverisiert und mit Hilfe einer Exzenterpresse scheibenförmige Preßkörper von 1,5 mm Durchmesser und ca. 0,4 mm Höhe hergestellt.

15 Abhängig vom Preßdruck des Filterkuchens im Stahlzylinder lassen sich folgende Gewichtsanteile für das Quecksilber im Preßkörper erhalten: bei $5,7 \times 10^7$ Pa 74 Gew.-%, bei $11,3 \times 10^7$ Pa 66 Gew.-%, bei $22,6 \times 10^7$ Pa 63 Gew.-% und bei $56,6 \times 10^7$ Pa

20 60 Gew.-%.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Speicherelements,
das zum Dosieren und Einbringen von flüssigem
Quecksilber oder flüssigen Quecksilberlegierungen in
5 eine Entladungslampe dient, gekennzeichnet durch die
folgenden Verfahrensschritte
- a) das Quecksilber oder die Quecksilberlegierung wird
10 in ein oder mehrere Elektrolysegefäße (1) mit
jeweils unterschiedlichen Metallsalzlösungen und
einer Anode (5) des entsprechenden Metalls gegeben,
wobei die Metalle Elemente sind, die entweder
allein oder als Mischung bzw. als Legierung selbst
keine Legierung mit Quecksilber bilden, von
15 Quecksilber benetzbar sind und eine hohe
Oxidationsbeständigkeit aufweisen
- b) das Quecksilber oder die Quecksilberlegierung wird
20 mit dem jeweiligen Metall der Salzlösung elektro-
lytisch angereichert, so daß eine oder mehrere
Quecksilber-Metallsuspensionen gebildet werden
- c) im Falle von mehreren Quecksilber-Metallsuspen-
sionen werden diese in bestimmten Verhältnissen
25 gemischt
- d) das entstandene Quecksilber-Metallsuspensionspro-
dukt wird mit wasserfreiem Glycerin überschichtet
und bei mindestens 100 °C getempert
30
- e) das Glycerin wird dekantiert und das Suspensions-
produkt gewaschen und getrocknet

- f) das überschüssige nicht adsorbierte Quecksilber bzw. die überschüssige nicht adsorbierte Quecksilberlegierung wird abgefiltert
- 5 g) der verbleibende Filterkuchen wird in die Bohrung eines Stahlzylinders (13) gefüllt und das überschüssige Quecksilber bzw. die überschüssige Quecksilberlegierung mit Hilfe eines Stempels (17) unter hohem Druck herausgepreßt
- 10 h) der so entstandene spröde Preßling wird pulverisiert und aus dem Pulver Preßkörper der entsprechenden Dimensionen hergestellt
- 15 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur Erhöhung der Leitfähigkeit zusätzlich Ammoniumsulfat in das Elektrolysegefäß gegeben wird.
- 20 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur Hemmung der anodischen Oxidation zusätzlich Ethanol in das Elektrolysegefäß gegeben wird.
- 25 4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß für eine gleichmäßige Anreicherung des Quecksilbers bzw. der Quecksilberlegierung mit dem Metall im Elektrolysegefäß (1) das Gemisch aus Quecksilber bzw. Quecksilberlegierung und Metallsalzlösung ständig mit einem Rührer (8) bewegt wird.
- 30 5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß für eine kontinuierliche Elektrolyse im Gefäß (1) jeweils eine gewisse Menge der bereits entstandenen Quecksilber-Metallsuspension nach unten abgelassen und die entsprechende Menge an reinem flüssigen
- 35 Quecksilber oben nachgefüllt wird.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Metall der Metallsalzlösung und der entsprechenden Anode, das neben Quecksilber jeweils den größten Anteil am Quecksilber-Metallsuspensionsprodukt hat, ein Element der vierten bis achten Nebengruppe des Periodensystems ist.
7. Verfahren nach Anspruch 1 und 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Metalle der Metallsalzlösungen und der Anoden Eisen und Kupfer sind.
8. Verfahren nach Anspruch 1 und 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Metalle der Metallsalzlösungen und der Anoden Nickel und Kupfer sind.
9. Verfahren nach Anspruch 1 und 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Metalle der Metallsalzlösungen und der Anoden Eisen, Chrom und eventuell Nickel sind.
10. Verfahren nach Anspruch 1 und 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der Metalle am Quecksilber-Metallsuspensionsprodukt sich aus 75 bis 99,5 Gew.-% Eisen und als Rest zu 100 % aus 25 bis 0,5 Gew.-% Kupfer zusammensetzt.
11. Verfahren nach Anspruch 1 und 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der Metalle am Quecksilber-Metallsuspensionsprodukt sich aus 55 bis 80 Gew.-% Nickel und als Rest zu 100 % aus 45 bis 20 Gew.-% Kupfer zusammensetzt.
12. Verfahren nach Anspruch 1 und 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der Metalle am Quecksilber-

- 14 -

Metallsuspensionsprodukt sich aus 65 bis 75 Gew.-%
Eisen, 12 bis 25 Gew.-% Chrom und als Rest zu 100 %
aus 23 bis 0 Gew.-% Nickel zusammensetzt.

1 / 2

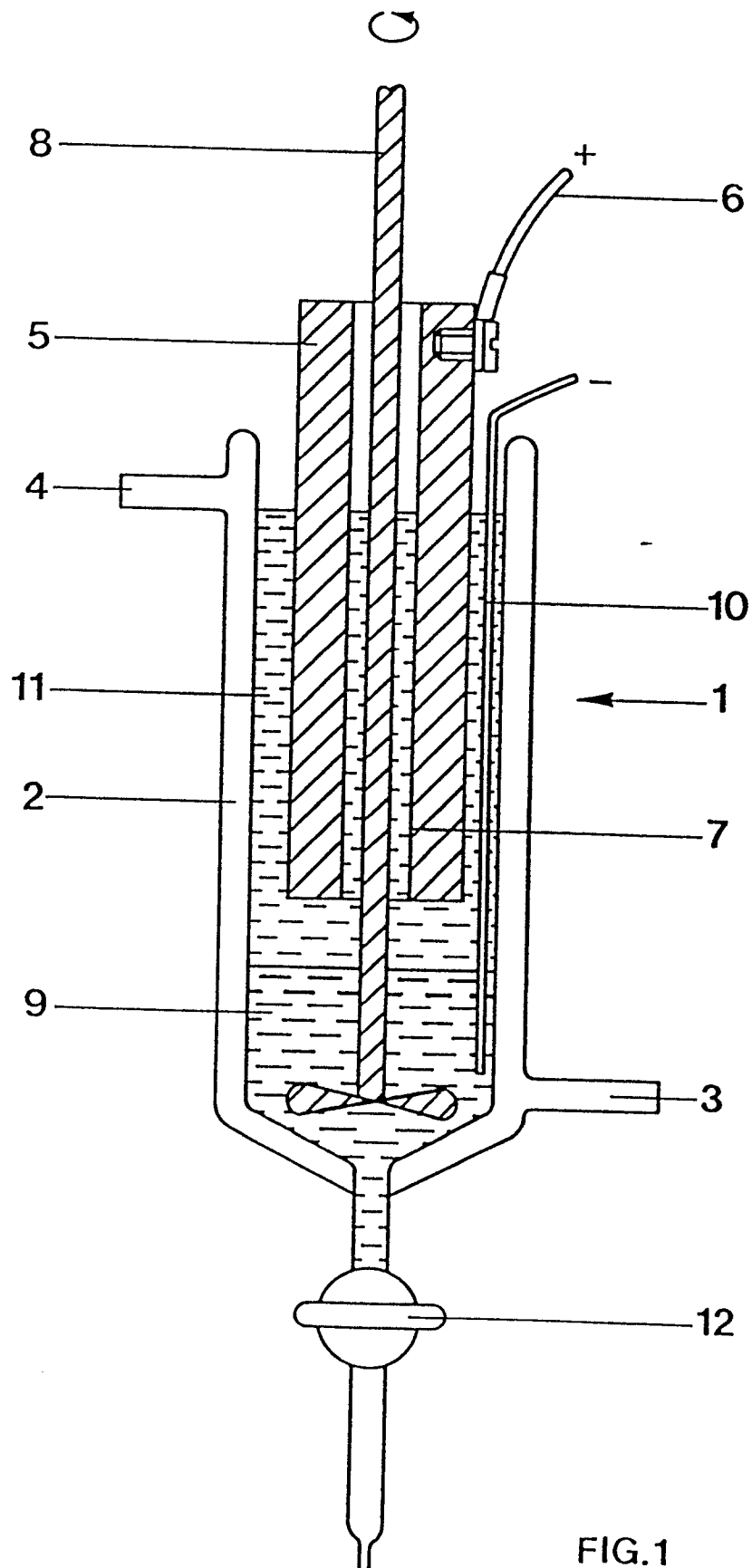


FIG.1

2 / 2

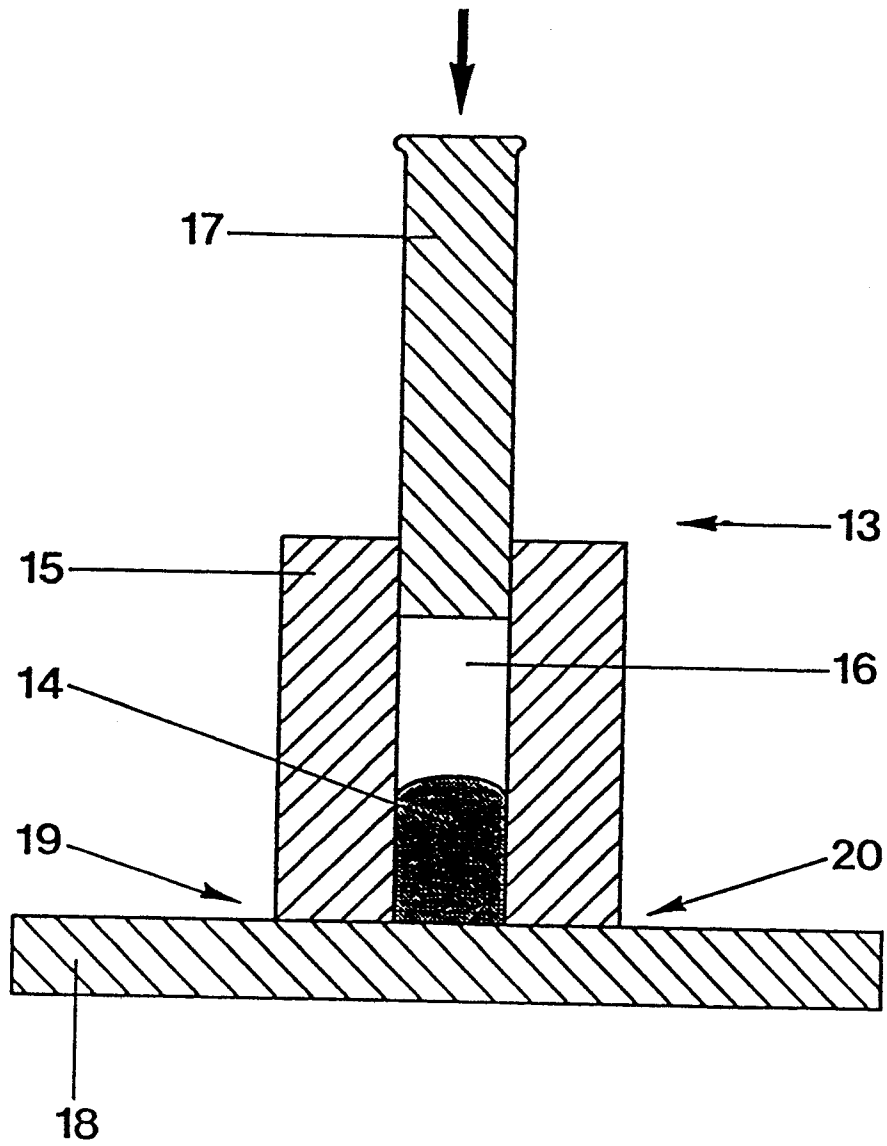


FIG. 2