



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116445872 A

(43) 申请公布日 2023.07.18

(21) 申请号 202310421200.3

C23C 14/54 (2006.01)

(22) 申请日 2023.04.19

G09K 9/00 (2006.01)

G02F 1/1524 (2019.01)

(71) 申请人 合肥工业大学

地址 230000 安徽省合肥市屯溪路193号

申请人 安徽精卓光显技术有限责任公司

(72) 发明人 张勇 徐锦烽 吴玉程 米赛

张雪茹 舒霞 崔接武 王岩

秦永强

(74) 专利代理机构 合肥云道尔知识产权代理事

务所(特殊普通合伙) 34230

专利代理师 闫兴贵

(51) Int. Cl.

C23C 14/35 (2006.01)

C23C 14/08 (2006.01)

C23C 14/58 (2006.01)

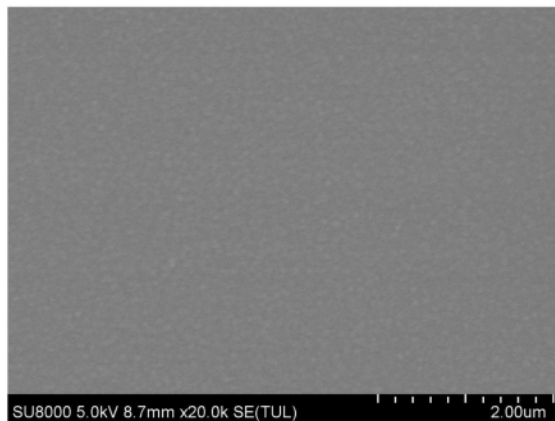
权利要求书1页 说明书6页 附图8页

(54) 发明名称

一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料及其制备方法,所述方法包括以下步骤,使磁控溅射镀膜仪预真空度达到 2×10^{-4} Pa以下,并在氩气-氧气混合气氛中,将非晶态钼掺杂 WO_3 靶材在导电玻璃基底表面进行射频反应沉积溅射,得到Mo掺杂 WO_3 薄膜,将Mo掺杂 WO_3 薄膜进行退火处理,得到非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料。本发明褪色态透过率较高,着色态透过率较低,对比度可达56.6%~72.8%,可以在不同电压下实现透明与灰黑色的可逆转换,实现了氧化钨薄膜变色过程中的色度变化。可应用于电致变色智能窗、防眩目后视镜、新能源车天窗等多种场合。



1. 一种钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

使磁控溅射镀膜仪预真空度达到 2×10^{-4} Pa以下,并在氩气-氧气混合气氛中,将非晶态钼掺杂 W_3O_3 靶材在导电玻璃基底表面进行射频反应沉积溅射,得到Mo掺杂 W_3O_3 薄膜,将Mo掺杂 W_3O_3 薄膜进行退火处理,得到非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料。

2. 根据权利要求1所述的一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法,其特征在于:所述导电玻璃基底在磁控溅射前先在丙酮、无水乙醇、去离子水中依次超声清洗10-20分钟,并干燥,所述导电玻璃基底为ITO导电玻璃或FTO导电玻璃。

3. 根据权利要求1所述的一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法,其特征在于:所述非晶态钼掺杂 W_3O_3 靶材的Mo掺杂量为1wt%~10wt%。

4. 根据权利要求1所述的一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法,其特征在于:所述射频反应沉积溅射的氧气的体积分数为5%~30%,溅射功率为50~100W,溅射气压为0.8~3.0Pa,溅射时间为100~150min,工作距离为5~10cm,导电玻璃基底温度为20-110℃。

5. 根据权利要求4所述的一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法,其特征在于:所述混合气氛中氧气体积分数随着溅射时间从5%~20%以每1%随时间均匀梯度变化。

6. 根据权利要求1所述的一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法,其特征在于:所述退火处理的退火温度为300~400℃,退火时间为0.5~2h。

7. 根据权利要求1所述的一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法,其特征在于:所述非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的厚度为300-350nm,薄膜致密且均匀,溅射形貌为柱状晶的颗粒状。

8. 一种根据权利要求1-7任一项所述的非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法制备得到的非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料。

9. 根据权利要求8所述的一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料,其特征在于:所述非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料初始态为透明,在锂离子液态电解质中实现着色态灰黑色和褪色态透明的颜色转变。

10. 一种电致变色器件,包括基底层、导电层、电致变色材料层,其特征在于:所述电致变色材料层为权利要求8所述的非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料。

一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及电致变色领域,具体涉及一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 电致变色是指在外加电位驱动的情况下,材料发生透射率、反射率、吸收率等光学性能的变化,宏观表现为颜色、透明度等改变。电致变色材料通常在着色状态和褪色状态之间变化,或者在两种不同的着色态之间直接变化。电致变色材料需要在基底上制备电致变色薄膜,主要分为化学法和物理法。化学法包括化学气相沉积法,水热法,旋涂法,化学溶液沉积法,电沉积法等;物理法包括溅射法、热蒸发法等。氧化钨是最早被研究的一种阴极电致变色材料,可分为结晶态氧化钨和非晶态氧化钨。氧化钨电致变色薄膜具有在可见光和红外波段较大的光学调制范围、高着色效率、良好的可逆性等诸多优点,相比于有机电致变色材料,氧化钨薄膜还能在多次循环过程中保持稳定、可逆的颜色变化,以及在恶劣的环境中持续地工作。

[0003] 现有的氧化钨电致变色材料在实现产业化的过程中,因为其着色态呈现蓝色或者深蓝色的特性,在实际使用过程中蓝色在色彩心理学中会使人忧郁,产生一些负面情绪。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料及其制备方法,其通过磁控溅射这种物理气相沉积(PVD)方法,在钼元素的掺杂作用下实现在PC/LiClO₄溶液中非晶态氧化钨的着色态从深蓝色到灰黑色的转变,适用于电致变色智能窗、防眩目后视镜、新能源车天窗等多种场合。

[0005] 在本发明的一个方面,本发明提出了一种钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法。根据本发明的实施例,所述方法包括以下步骤:

[0006] 使磁控溅射镀膜仪预真空度达到 2×10^{-4} Pa以下,并在氩气-氧气混合气氛中,将非晶态钼掺杂WO₃靶材在导电玻璃基底表面进行射频反应沉积溅射,得到Mo掺杂WO₃薄膜,将Mo掺杂WO₃薄膜进行退火处理,得到非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料。

[0007] 另外,根据本发明上述实施例的一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法,还可以具有如下附加的技术特征:

[0008] 在本发明的一些实施例中,所述导电玻璃基底在磁控溅射前先在丙酮、无水乙醇、去离子水中依次超声清洗10-20分钟,并干燥,所述导电玻璃基底为ITO导电玻璃或FTO导电玻璃。

[0009] 在本发明的一些实施例中,所述非晶态钼掺杂WO₃靶材的Mo掺杂量为1wt%~10wt%。

[0010] 在本发明的一些实施例中,所述射频反应沉积溅射的氧气的体积分数为5%~30%,溅射功率为50~100W,溅射气压为0.8~3.0Pa,溅射时间为100~150min,工作距离为

5~10cm, 导电玻璃基底温度为20-110℃。

[0011] 在本发明的一些实施例中, 所述混合气氛中氧气体积分数随溅射时间从5%~20%以每1%随时间均匀梯度变化。

[0012] 在本发明的一些实施例中, 所述退火处理的退火温度为300~400℃, 退火时间为0.5~2h。

[0013] 在本发明的一些实施例中, 所述非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的厚度为300-350nm, 薄膜致密且均匀, 溅射形貌为柱状晶的颗粒状。

[0014] 在本发明的另一方面, 本发明提出了一种所述的非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法制备得到的非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料。

[0015] 另外, 根据本发明上述实施例的非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料, 还可以具有如下附加的技术特征:

[0016] 在本发明的一些实施例中, 所述非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料初始态为无色透明, 在锂离子液态电解质(如PC/LiClO₄溶液)中实现着色态灰黑色和褪色态无色透明的颜色转变。

[0017] 在本发明的另一方面, 本发明提出了一种电致变色器件, 包括基层层、导电层、电致变色材料层。根据本发明的实施例, 所述电致变色材料层为所述的非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料。

[0018] 与现有技术相比, 本发明的有益效果是:

[0019] 1、本发明利用磁控溅射的方法, 降低了湿化学在实验过程中带来的随机性, 同时采用将掺杂元素Mo掺入WO₃靶材中的方法, 通过使用单靶溅射代替双靶溅射, 降低设备及靶材上的成本, 通过掺杂靶的反应溅射, 得到成分更为均一的非晶态氧化钨。

[0020] 2、本发明将通过引入氩氧混合气体参与反应溅射来调节氧化钨的化学计量比, 氩气作为保护气氛在磁控溅射电场作用下电离形成等离子体(氩离子), 并在磁场作用下轰击靶材使靶材表面原子被氩离子轰击而被溅射出来, 沉积到基底上形成薄膜。氧气在其中使靶材原子反应形成氧化物或者调控氧缺陷。调节氩气与氧气的比例就可以调节溅射产额, 即溅射速度与钼元素的比例。通过调节氩气与氧气比例调控钼元素掺杂含量, 实现了溅射产额以及掺杂含量的变化, 从而形成了氧化钨电致变色材料中钼元素的由内到外掺杂含量由少到多的梯度分布, 在防止钼元素富集的同时, 内层保留基底结合力, 表层实现色度转变的效果。在整体上实现了非晶态氧化钨薄膜结构的稳定以及电致变色性能的提升。

[0021] 3、未掺杂钼的氧化钨电致变色材料的着色态为蓝色或者深蓝色, 本发明通过掺杂的手段引入钼元素, 宽带隙半导体氧化钨中加入一个杂质能级, 使得光吸收发生变化, 提高非晶态氧化钨的吸收, 进而改变氧化钨电致变色薄膜着色态的颜色, 使得在宏观上着色态颜色变为更加中性的灰黑色, 褪色态颜色变的更加透明, 实现在着色-褪色的变化过程中较少涉及到色度变化, 集中体现为灰黑色到无色透明的可逆转变, 实现了氧化钨薄膜的色度改变。

[0022] 4、本发明褪色态透过率较高(可达到79.0%~85.1%), 着色态透过率较低(可达到9.1%~26.4%), 对比度可达56.6%~72.8%, 可以在不同电压下实现透明与灰黑色的可逆转换, 实现了氧化钨薄膜变色过程中的色度变化(a*和b*坐标绝对值小于0.5)。可应用于电致变色智能窗、防眩目后视镜、新能源车天窗等多种场合。

[0023] 5、本发明的制备方法为磁控溅射方法,制备过程简单、稳定,样品的尺寸、厚度可控,有利于大规模工业化生产。

附图说明

- [0024] 图1为本发明对比例所制备的非晶态无掺杂氧化钨电致变色薄膜的X射线衍射图;
- [0025] 图2为本发明实施例1所制备的钼掺杂氧化钨电致变色薄膜的X射线衍射图;
- [0026] 图3为本发明实施例2所制备的钼掺杂氧化钨电致变色薄膜的X射线衍射图;
- [0027] 图4为本发明实施例3所制备的钼掺杂氧化钨电致变色薄膜的X射线衍射图;
- [0028] 图5为本发明实施例2所制备的钼掺杂氧化钨电致变色薄膜的拉曼光谱图;
- [0029] 图6为本发明实施例3所制备的钼掺杂氧化钨电致变色薄膜的拉曼光谱图;
- [0030] 图7为本发明实施例2所制备的钼掺杂氧化钨电致变色薄膜的扫描电镜图;
- [0031] 图8为本发明实施例1所制备的钼掺杂氧化钨电致变色薄膜的透射光谱性能图;
- [0032] 图9为本发明实施例2所制备的钼掺杂氧化钨电致变色薄膜的透射光谱性能图;
- [0033] 图10为本发明实施例3所制备的钼掺杂氧化钨电致变色薄膜的透射光谱性能图;
- [0034] 图11为本发明实施例4所制备的钼掺杂氧化钨电致变色薄膜的透射光谱性能图;
- [0035] 图12为本发明实施例2所制备的钼掺杂氧化钨薄膜的电致变色动力学性能图(633nm, -1v~1v);
- [0036] 图13为本发明实施例3所制备的钼掺杂氧化钨薄膜的电致变色动力学性能图(633nm, -1v~1v);
- [0037] 图14为实施例3所制备的钼掺杂氧化钨薄膜的电致变色动力学CA循环电流密度图(-1v~1v);
- [0038] 图15为实施例4所制备的钼掺杂氧化钨薄膜的电致变色动力学CA循环电流密度图(-1v~1v)。

具体实施方式

[0039] 下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明的一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0040] 实施例1

[0041] 一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法,具体步骤如下:

[0042] (1) 将ITO玻璃基底在丙酮、无水乙醇、去离子水中分别超声清洗15分钟,并干燥;

[0043] (2) 在磁控溅射镀膜仪里安装Mo掺杂的 W_3 靶材以及干燥后的ITO玻璃基底,并抽真空;

[0044] (3) 在预真空度达到 2×10^{-4} Pa以下,以纯度为99.99%的质量分数为5%的钼掺杂 W_3 为靶材,在基底温度110℃进行射频反应沉积溅射,在氩气-氧气混合气氛中进行,所述混合气氛中氧气体积分数为15%,所述溅射功率为100W,溅射气压为2Pa,溅射时间为150分钟,工作距离为10cm,得到掺杂Mo的 W_3 薄膜;

[0045] (4) 将步骤(3)中所述得到的掺杂Mo的 W_3 薄膜置于管式炉中进行退火处理,退火

温度300℃,退火时间0.5小时,得到非晶态钼掺杂氧化钨电致变色薄膜。

[0046] 实施例2

[0047] 一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法,具体步骤如下:

[0048] (1) 将ITO玻璃基底在丙酮、无水乙醇、去离子水中超声清洗15分钟,并干燥;

[0049] (2) 在磁控溅射镀膜仪里安装Mo掺杂的 WO_3 靶材以及干燥后的ITO玻璃基底,并抽真空;

[0050] (3) 在预真空度达到 2×10^{-4} Pa以下,以纯度为99.99%的质量8%的钼掺杂 WO_3 为靶材,在基底温度25℃进行射频反应沉积溅射,在氩气-氧气混合气氛中进行,所述混合气氛中氧气体积分数为5%,所述溅射功率为50W,溅射气压为1Pa,溅射时间为120分钟,工作距离为5cm,得到掺杂Mo的 WO_3 薄膜;

[0051] (4) 将步骤(3)中所述得到的掺杂Mo的 WO_3 薄膜置于管式炉中进行退火处理,退火温度350℃,退火时间1.5小时,得到非晶态钼掺杂氧化钨电致变色薄膜。

[0052] 实施例3

[0053] 一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法,具体步骤如下:

[0054] (1) 将ITO玻璃基底在丙酮、无水乙醇、去离子水中分别超声清洗15分钟,并干燥;

[0055] (2) 在磁控溅射镀膜仪里安装Mo掺杂的 WO_3 靶材以及干燥后的ITO玻璃基底,并抽真空;

[0056] (3) 在预真空度达到 2×10^{-4} Pa以下,以纯度为99.99%的质量2%的钼掺杂 WO_3 为靶材,在基底温度25℃进行射频反应沉积溅射,在氩气-氧气混合气氛中进行,所述混合气氛中氧气体积分数为随溅射时间从5%~20%以每8分钟变化1%的速率随时间均匀梯度变化,所述溅射功率为50W,溅射气压为1Pa,溅射时间为120分钟,工作距离为5cm,得到掺杂Mo的 WO_3 薄膜;

[0057] (4) 将步骤(3)中所述得到的掺杂Mo的 WO_3 薄膜置于管式炉中进行退火处理,退火温度350℃,退火时间1.5小时,得到非晶态钼掺杂氧化钨电致变色薄膜。

[0058] 实施例4

[0059] 一种非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法,具体步骤如下:

[0060] (1) 将ITO玻璃基底在丙酮、无水乙醇、去离子水中超声清洗15分钟,并干燥;

[0061] (2) 在磁控溅射镀膜仪里安装Mo掺杂的 WO_3 靶材以及干燥后的ITO玻璃基底,并抽真空;

[0062] (3) 在预真空度达到 2×10^{-4} Pa以下,以纯度为99.99%的质量2%的钼掺杂 WO_3 为靶材,在基底温度25℃进行射频反应沉积溅射,在氩气-氧气混合气氛中进行,所述混合气氛中氧气体积分数固定为15%,所述溅射功率为50W,溅射气压为1Pa,溅射时间为120分钟,工作距离为5cm,得到掺杂Mo的 WO_3 薄膜;

[0063] (4) 将步骤(3)中所述得到的掺杂Mo的 WO_3 薄膜置于管式炉中进行退火处理,退火温度350℃,退火时间1.5小时,得到非晶态钼掺杂氧化钨电致变色薄膜。

[0064] 对比例

[0065] 一种非晶态无掺杂氧化钨电致变色材料的制备方法,具体步骤如下:

[0066] (1) 将ITO玻璃基底在丙酮、无水乙醇、去离子水中超声清洗15分钟,并干燥;

[0067] (2) 在磁控溅射镀膜仪里安装 WO_3 靶材以及干燥后的ITO玻璃基底,并抽真空;

[0068] (3)在预真空度达到 2×10^{-4} Pa以下,以纯度为99.99%的 W_3O_3 为靶材,在基底温度110℃进行射频反应沉积溅射,在氩气-氧气混合气氛中进行,所述混合气氛中氧气体积分数为15%,所述溅射功率为100W,溅射气压为2Pa,溅射时间为150分钟,工作距离为10cm;

[0069] (4)将步骤(3)中所述得到的非晶态无掺杂氧化钨薄膜置于管式炉中进行退火处理,退火温度300℃,退火时间0.5小时,得到非晶态无掺杂氧化钨电致变色薄膜。

[0070] 从图1-4的X射线衍射图可以看出,对比例作为对照组制备得到的氧化钨电致变色材料衍射峰与ITO基底一致,无新的物相衍射峰,可以推断为非晶态。实施例1、实施例2、实施例3所制备的掺杂钼的氧化钨电致变色材料也与ITO基底的衍射峰一致,可以确定制备的电致变色薄膜均为非晶态。

[0071] 图5-6的拉曼光谱图中位于大约 $650 \sim 850 \text{cm}^{-1}$ 处的宽峰可归因于 $W^{6+}-O$,该宽峰的存在表明实施例2和实施例3的非晶态性质并与XRD测试结果所获得的结论保持了一致,谱图中位于大约 950cm^{-1} 处的峰可归因于水分子引起的 $W_6^+=O$ 末端伸缩。

[0072] 图7可以看出实施例2制备的非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料表面致密且平整,厚度约为300~350nm。

[0073] 图8-13的透射光谱性能图和电致变色动力学性能图显示:在三电极体系中,以铂丝为对电极,Ag/AgCl为参比电极,制备所得的非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料为工作电极,施加-1~1V电压进行性能测试,实施例1的钼掺杂氧化钨电致变色薄膜样品在633nm处褪色态透过率最高为79.0%,着色态透过率最低为26.4%,电致变色对比度为52.6%。实施例2制备的电致变色薄膜在633nm处最高透过率达到84.0%,最低透过率达到13.9%,电致变色对比度达到70.1%,着色时间48.6秒,褪色时间63.0秒。实施例3制备的电致变色薄膜在633nm处最高透过率达到85.1%,最低透过率达到12.3%,电致变色对比度达到72.8%,着色和褪色的响应时间相较于实施例2有巨大提升。实施例4制备的电致变色薄膜在633nm处最高透过率达到81.2%,最低透过率达到9.1%,电致变色对比度达到72.1%。

[0074] 图14-15的电致变色动力学CA循环电流密度图可以看出,在经过400次循环后,相比于实施例4,实施例3制备的电致变色薄膜峰值电流十分稳定,这表明实施例3制备的电致变色薄膜在降低掺杂量的情况下,通过动态调节氩气和氧气的比例,实现了掺杂含量的变化,形成了氧化钨电致变色材料中钼元素的由内到外掺杂含量由少到多的梯度分布,在防止钼元素富集的同时,内层保留基底结合力,表层实现色度转变的效果。在整体上实现了非晶态氧化钨薄膜结构的稳定以及电致变色性能的提升在整体上实现了非晶态氧化钨薄膜结构的稳定、电致变色性能的提升。

[0075] 表1为实施例1、2、3所制备的钼掺杂氧化钨电致变色薄膜对照组色度的CIE $L^*a^*b^*$ 色度坐标对比列表, L^* 表示亮暗程度, a^* 表示颜色红绿倾向程度, b^* 表示颜色上黄蓝倾向程度。实施例1-3制备的非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料与对比例进行对比,我们发现实施例2和实施例3在褪色态时, b^* 值有所增加且绝对值更趋近于0,这表明在褪色态的变化中,薄膜颜色由蓝变浅,即褪色态会更加接近无色透明的状态。同时实施例1和实施例2的着色态的 b^* 相对于不掺杂的对比例也均有所提升,且绝对值更接近0,这表明在着色态的变化中,薄膜颜色由深蓝变为灰黑。从实施例2的色度坐标可以看出,该实施例在着色-褪色的变化过程中较少涉及到颜色的变化,更多体现在薄膜 L^* 的变化即亮暗程度的变化,即薄膜从灰黑色到无色透明的可逆转变,实现了氧化钨薄膜的颜色改变。

[0076] 表1

试验例	状态	L*	a*	b*
[0077] 对比例	着色态(-1V)	39.78	1.53	-2.13
	褪色态(1V)	88.59	-2.18	-1.29
[0077] 实施例 1	着色态(-1V)	44.73	0.04	1.23
	褪色态(1V)	72.06	-1.50	4.17
[0077] 实施例 2	着色态(-1V)	42.56	0.40	0.06
	褪色态(1V)	84.45	0.24	0.05
[0077] 实施例 3	着色态(-1V)	34.06	2.42	-9.90
[0078] 实施例 4	褪色态(1V)	81.05	-0.89	-0.92
	着色态(-1V)	34.72	-3.35	-2.82
	褪色态(1V)	77.71	-4.65	-1.17

[0079] 实施例5

[0080] 一种电致变色器件,包括基底层、导电层、电致变色材料层。所述电致变色材料层为实施例1-4制备的非晶态钼掺杂氧化钨电致变色材料。

[0081] 以上内容仅仅是对本发明结构所作的举例和说明,所属本技术领域的技术人员对所描述的具体实施例做各种各样的修改或补充或采用类似的方式替代,只要不偏离本发明的结构或者超越本权利要求书所定义的范围,均应属于本发明的保护范围。

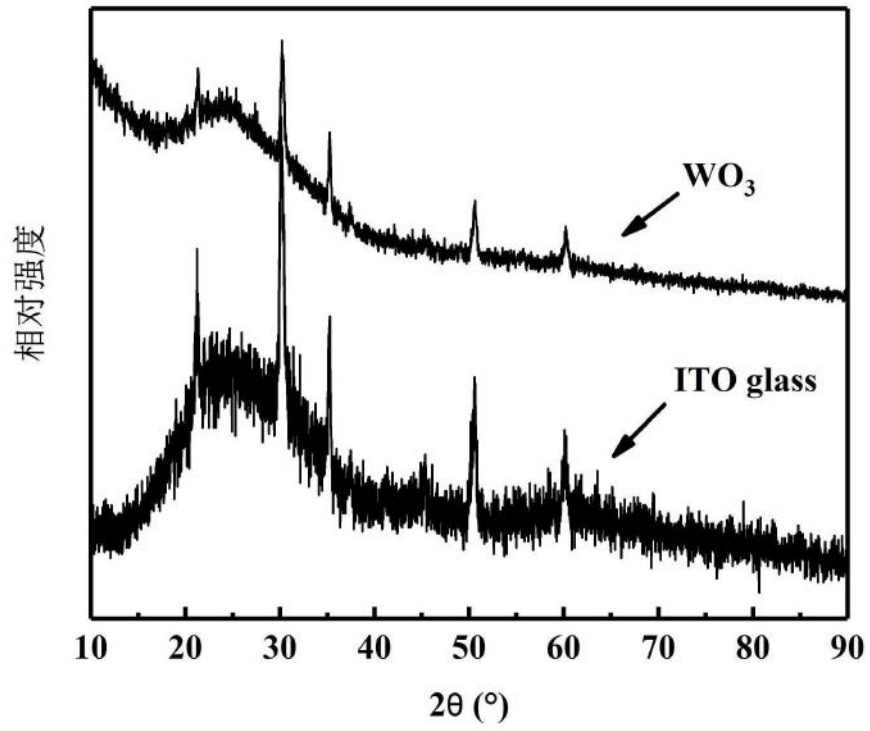


图1

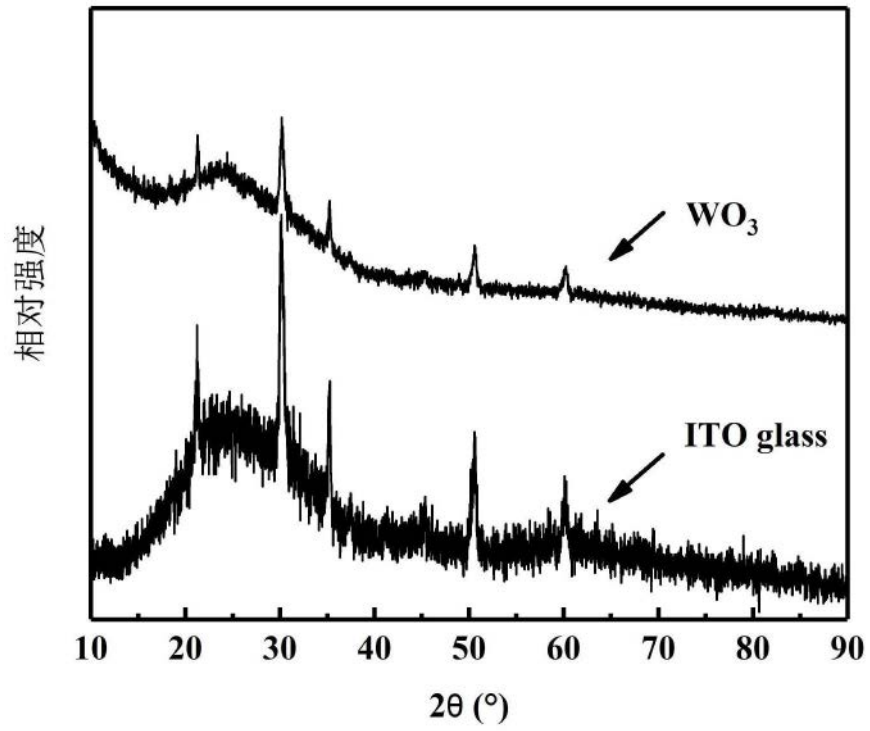


图2

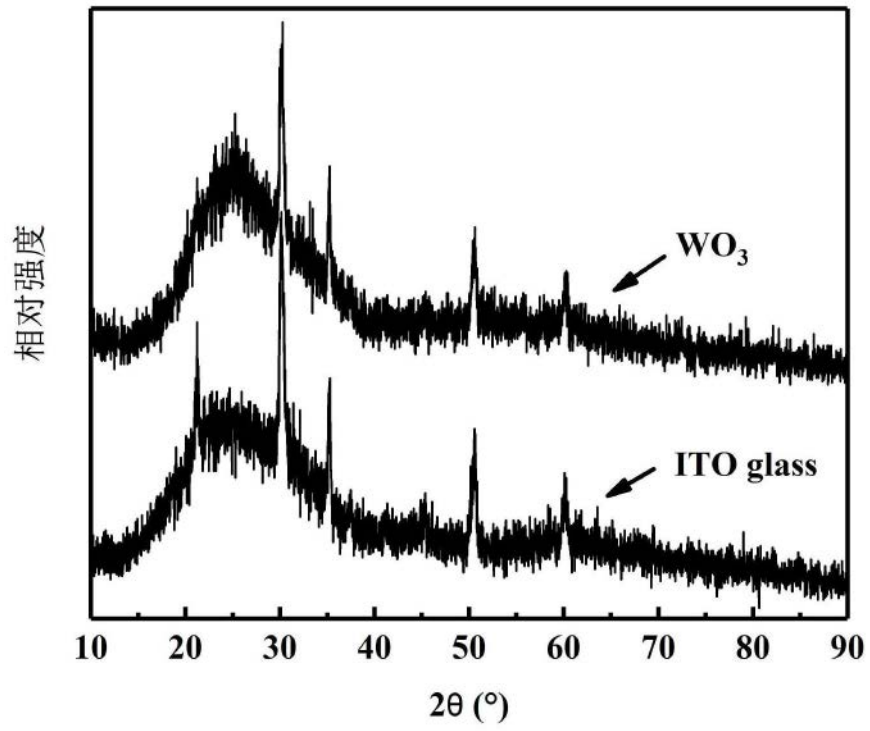


图3

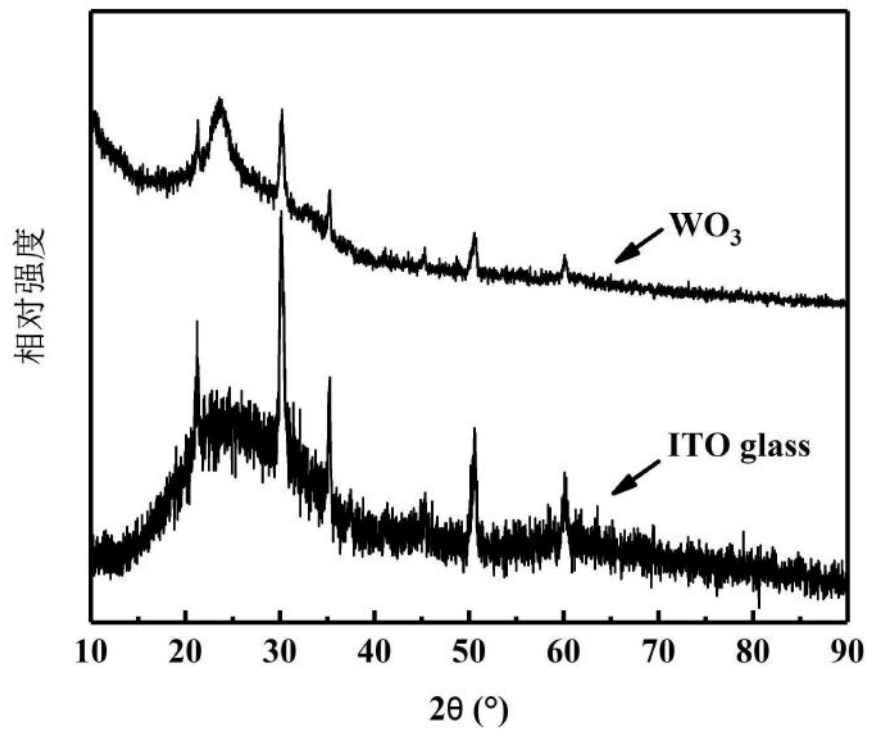


图4

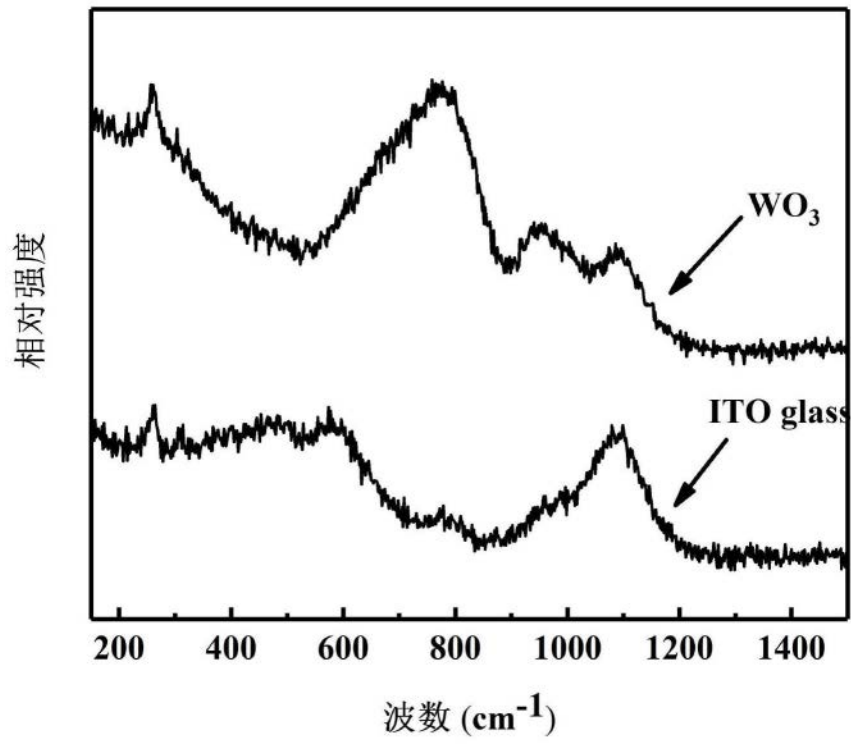


图5

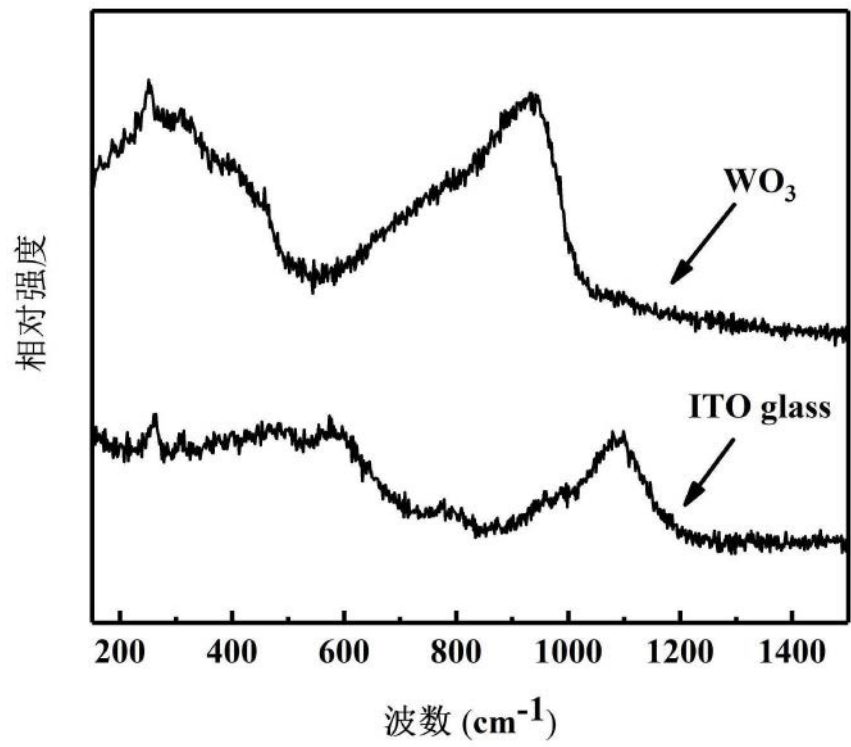


图6

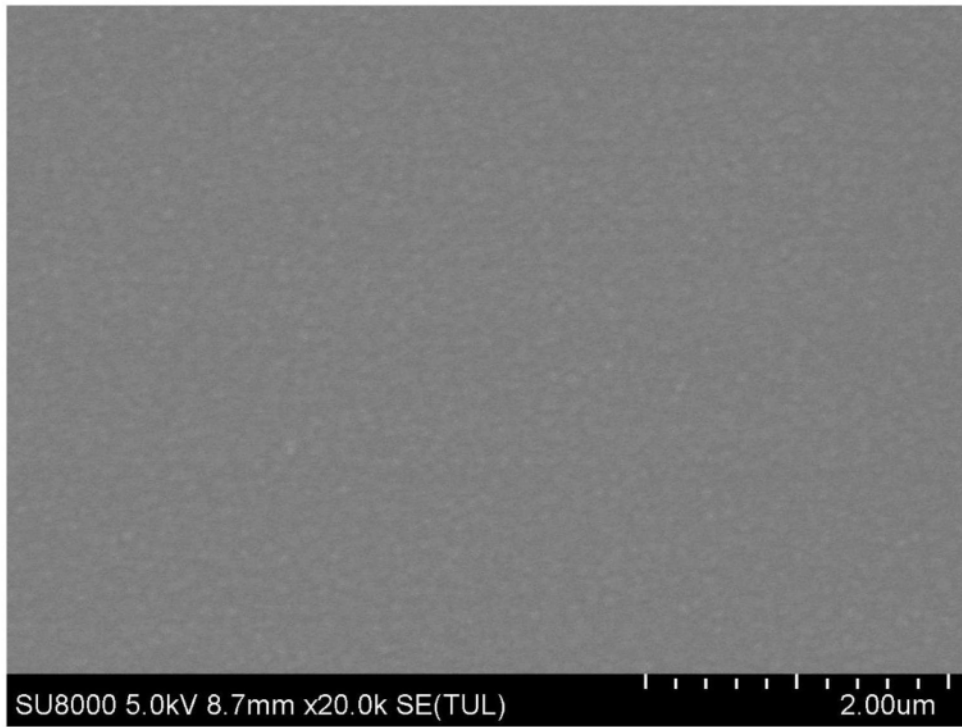


图7

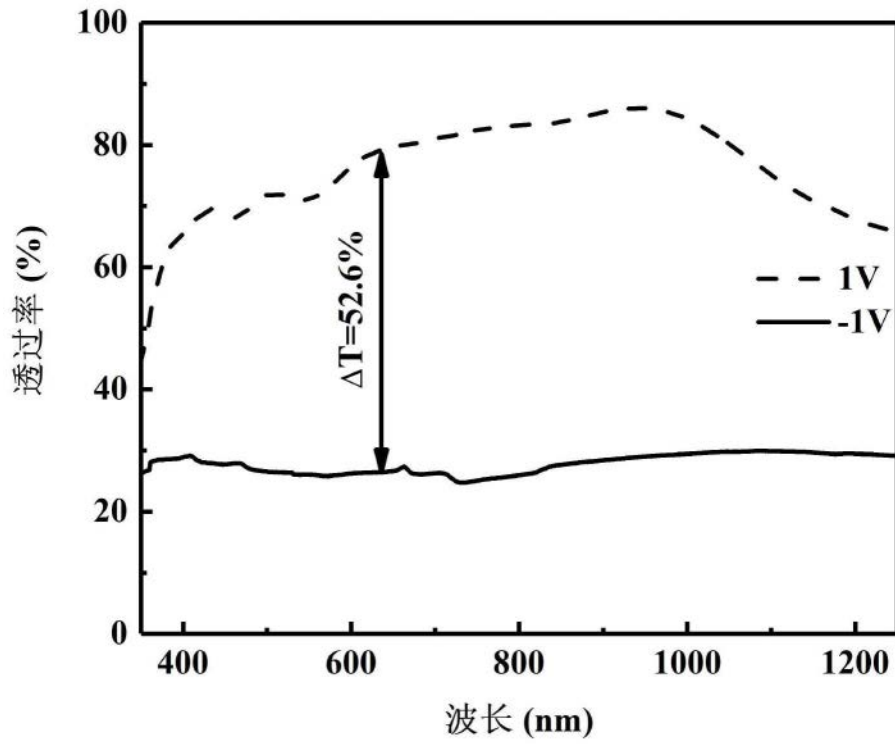


图8

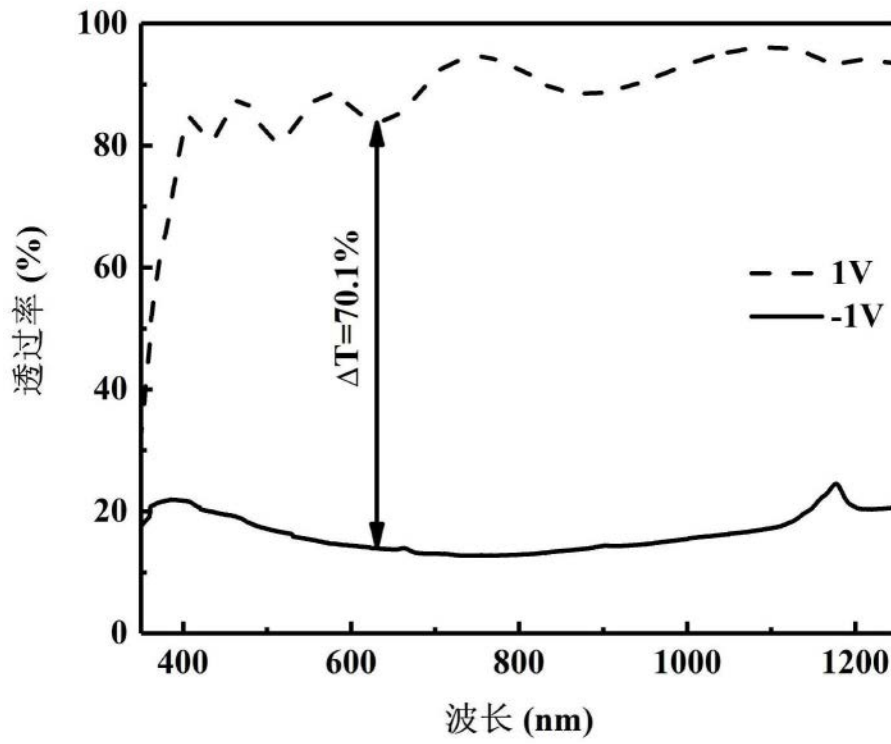


图9

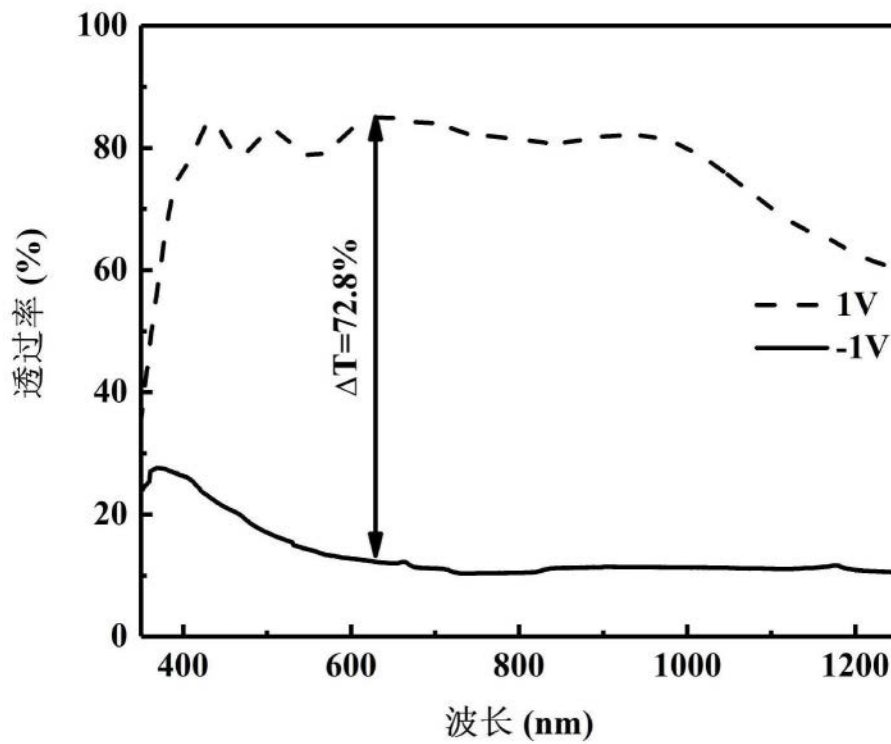


图10

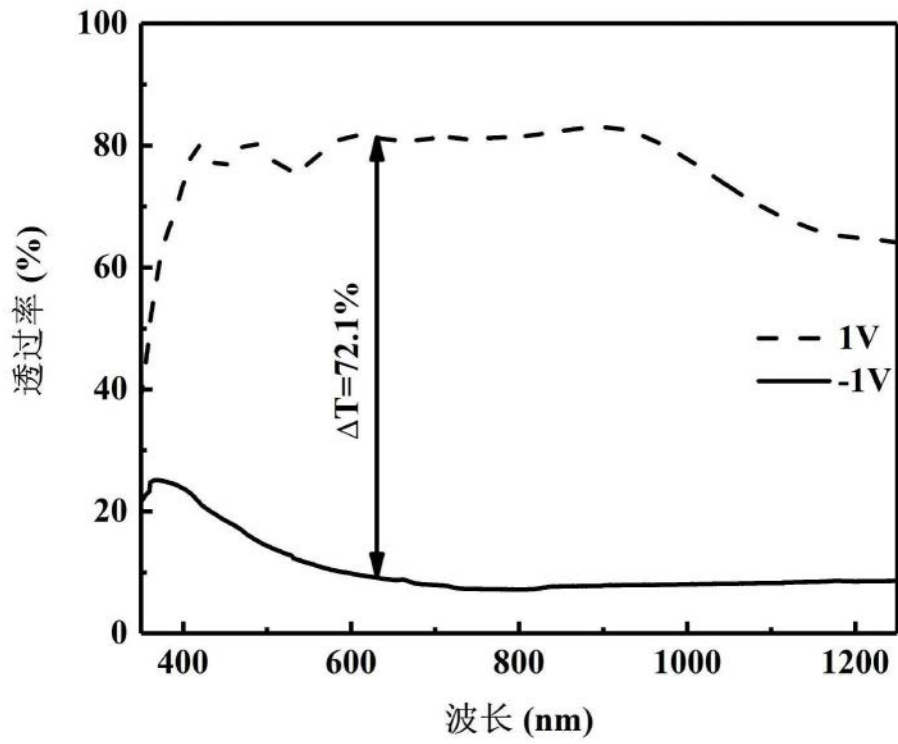


图11

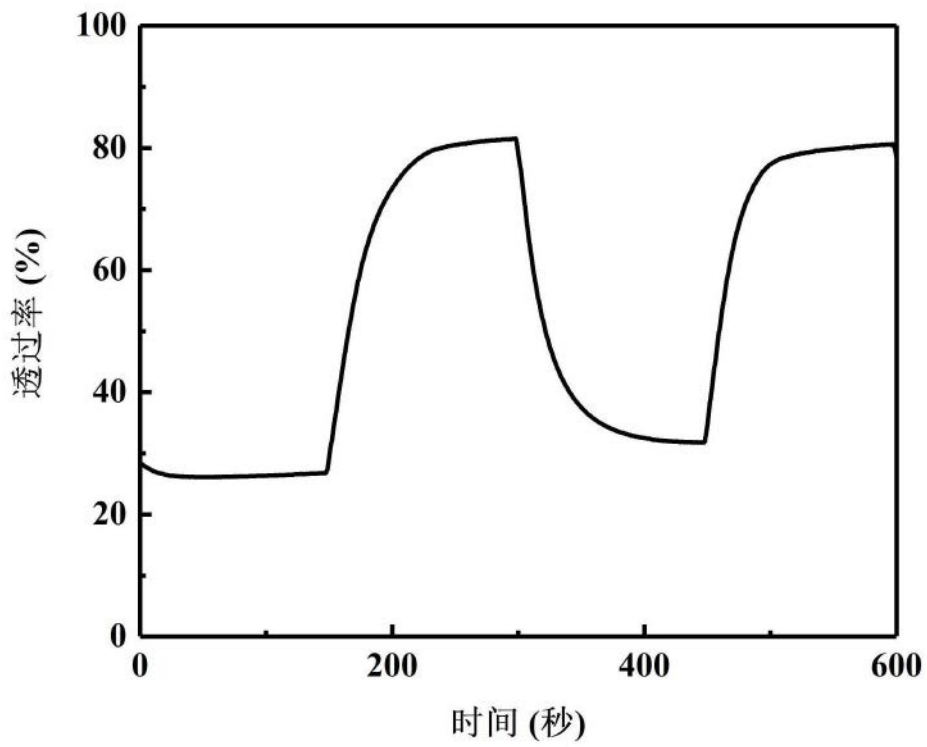


图12

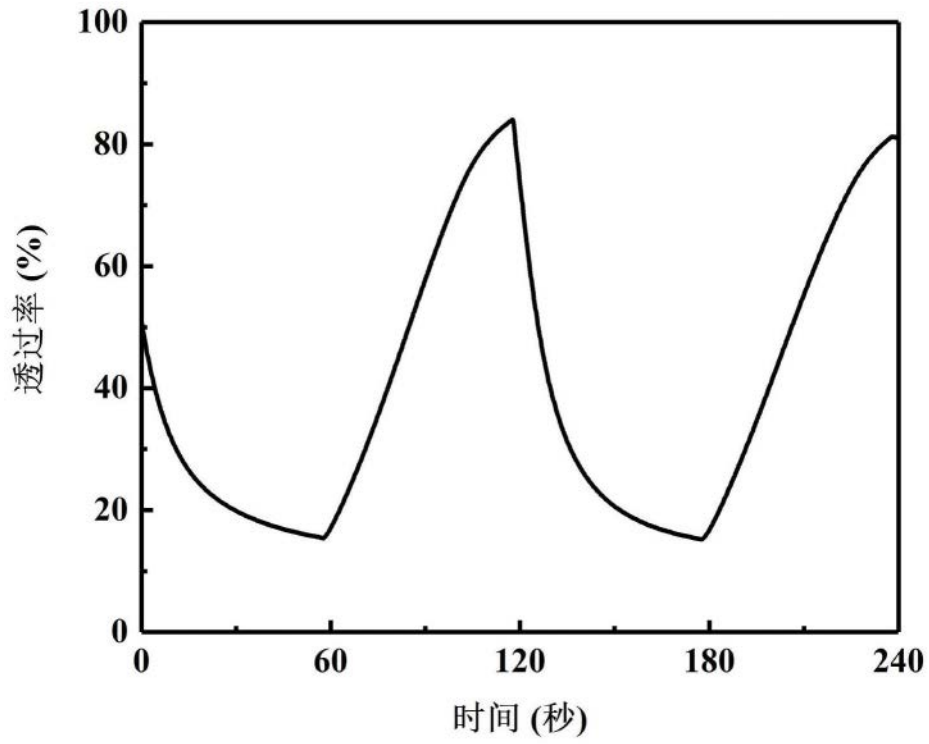


图13

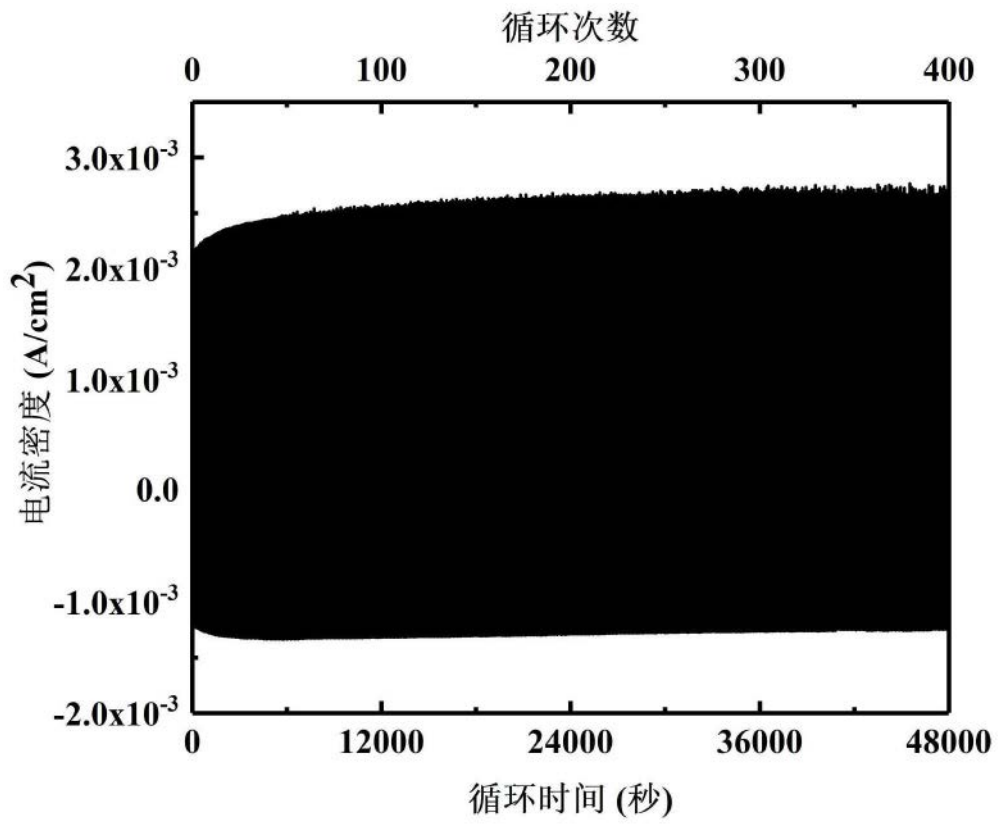


图14

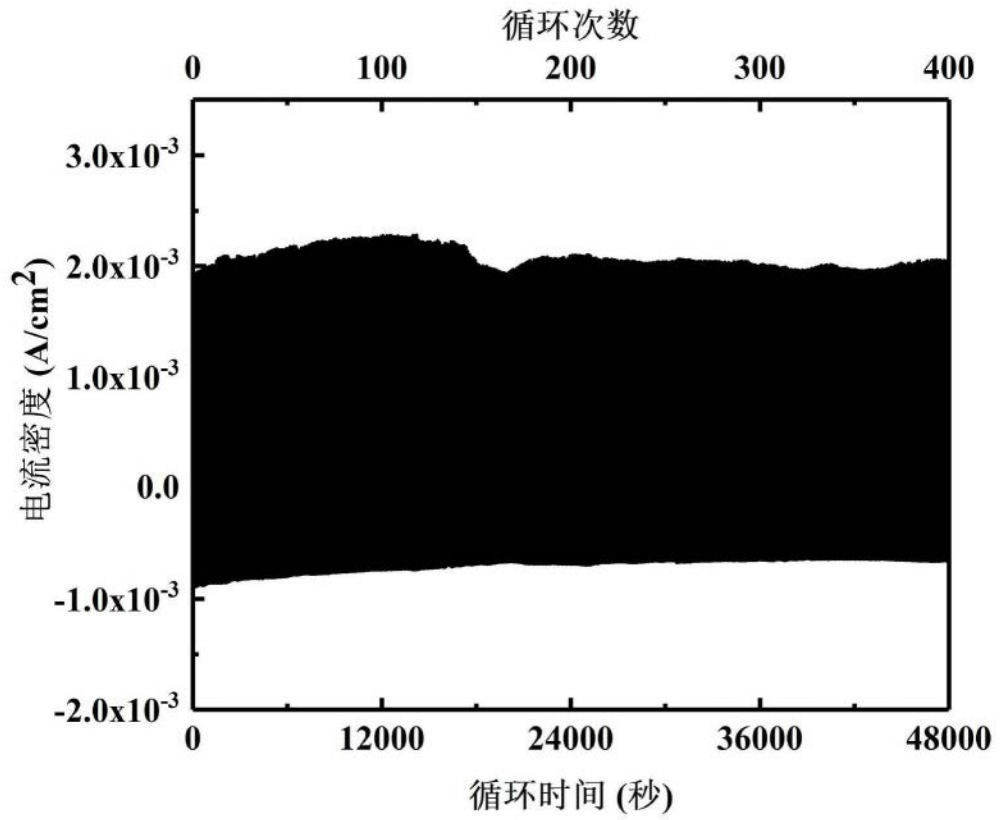


图15