

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

G01N 21/71

C03B 37/014



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00818168.3

[43] 公开日 2003 年 4 月 30 日

[11] 公开号 CN 1415072A

[22] 申请日 2000.10.12 [21] 申请号 00818168.3

[30] 优先权

[32] 1999.11.5 [33] US [31] 09/434,700

[86] 国际申请 PCT/US00/28282 2000.10.12

[87] 国际公布 WO01/35082 英 2001.5.17

[85] 进入国家阶段日期 2002.7.3

[71] 申请人 康宁股份有限公司

地址 美国纽约州

[72] 发明人 J·T·布朗恩 富晓东

M·K·米斯拉 F·J·Y·全

[74] 专利代理机构 上海专利商标事务所

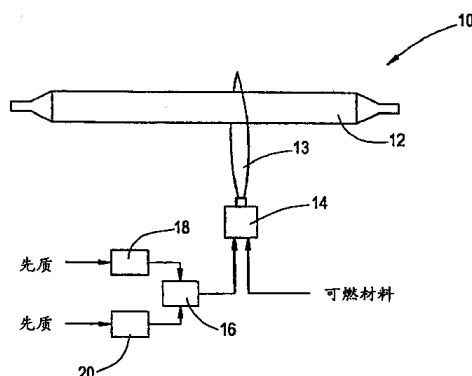
代理人 李家麟

权利要求书 2 页 说明书 9 页 附图 4 页

[54] 发明名称 测定物体中材料成分的方法

[57] 摘要

揭示了测定在基底上沉积的粉尘中的至少一个组分成份的方法和设备。该方法包括了以下步骤，即发射能量脉冲到基底，聚焦能量到基底上的预定点从而在基底上产生等离子体并且产生至少一个光子，使用分析设备探测光子，并且鉴别粉尘中组分。该方法也包括了测定组分浓度的步骤。另外，该方法也可以用于测定反应炉或反应流的火焰中的至少一个反应物的成份和浓度。



ISSN 1008-4274

1. 测定在粉尘涂覆的基底上至少一种组分的成份和/或数量，其特征在于，该方法包括了下面的步骤：

发射能量脉冲到涂覆基底上；

把能量聚焦到基底上的预定点上从而在基底上产生等离子体并且产生至少一个光子；

使用分析设备探测光子；

测定粉尘中组分的成份或数量。

2. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，通过激光诱导离解光谱方法完成所述测定步骤。

3. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，进一步包括了以下步骤，即把组分的成份或数量与一组预定的参数相比较，并且调节至少一个反应条件改变组分的成份或数量来使它至少与所述一组预定参数中的一个匹配。

4. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述对基底发射能量脉冲由每秒发射多个脉冲的速率发送的能量组成。

5. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述聚焦能量到预定点的步骤通过双凸透镜来完成。

6. 依照权利要求 3 所述的一种制造光纤粉尘原始芯棒的方法，其特征在于，选择所述参数来形成纤芯区域的期望的折射率分布。

7. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述测定粉尘中组分的成份和数量的步骤包括了鉴别多个组分和各个组分的数量。

8. 如权利要求 7 所述的方法，其特征在于，进一步包括了测定已鉴别的组分的分子组成的步骤。

9. 对于测定在基底上沉积粉尘的化学汽相沉积过程的火焰中至少一个反应物的成份和/或数量的方法，其特征在于，该方法包括了以下步骤：

对火焰发射能量脉冲；

把能量聚焦到火焰上的预定点上从而在火焰中产生等离子体并且产生至少一个光子；

使用分析设备探测光子；

测定火焰中至少一个组分的成份或数量。

10. 如权利要求 9 所述的方法，其特征在于，进一步包括了以下步骤：

把该组分的成份或数量与预定参数组相比较；

调整至少一个反应条件使得该组分的成份或数量改变得与预定的一组参数中的一个相匹配。

11. 如权利要求 9 所述的方法，其特征在于，所述对火焰发射能量脉冲的步骤由以每秒发射多个脉冲的速率发送的能量组成。

12. 如权利要求 9 所述的方法，其特征在于，通过激光诱导离解光谱方法来完成组分的鉴别。

13. 如权利要求 10 所述的方法，其特征在于，从至少一个反应物的反应温度和流速度组成的参数组中选出至少一个调整的反应条件。

14. 如权利要求 9 所述的方法，其特征在于，所述测定火焰中组分的成份和数量包括了鉴别火焰中的多个组分和每个组分的数量。

15. 如权利要求 14 所述的方法，其特征在于，进一步包括了测定已鉴别组分的分子组成。

测定物体中材料成分的方法

发明背景

1. 发明领域

本发明一般涉及使用激光诱导离解光谱学方法（“LIBS”）来鉴别在粉尘产生过程中的组分和测定该组分数量的方法。本发明具体地涉及使用光子发射来鉴别在生成诸如光学波导纤维（光纤）这样产物的化学汽相沉积（“CVD”）过程中形成的粉尘的组分并且测定组分数量的方法。本发明也可以用来鉴别为基底提供粉尘的沉积炉的火焰的组分和它的浓度水平。本发明可以另外用于测定在反应物流或固体表面上的组分或它的浓度。

2. 技术背景

在 CVD 过程中，在基底上形成并沉积一个微粒。CVD 过程可用来生产多种产品。CVD 技术也可以用于在玻璃上或其它类型的基底上进行涂覆。CVD 技术也可以用于形成玻璃制品，比如光刻透镜，光纤，和光子放大器。

一般光纤包括由纯石英（ SiO_2 ）制成的包层和掺杂了锗的氧化物（ GeO_2 ）或一些其它改变了折射率的杂质的由硅制成的纤芯。杂质改变了纤芯或包层中硅的折射率从而使该结构可以通光。在纤芯的一部分中经常包含了不同浓度的锗，氟，磷，钛的氧化物，或其它杂质，在纤芯的直径方向产生了不同的折射率。沿纤芯直径方向分布的折射率（例如折射率分布）决定了光纤的工作特性。

可以使用常规的外部汽相沉积法（“OVD”）来形成光纤。一般，OVD 过程包括了通过燃烧气态混合物形成粉尘预制棒来产生包括了硅和至少一种诸如锗的氧化物的杂质的粉尘。一层层粉尘连续地沉积到心轴上形成粉尘预制棒的纤芯部分。

通过燃烧气态混合物产生了包括了硅和减少或增加了折射率的杂质的粉尘，并且连续地在纤芯部分上沉积粉尘层来在纤芯部分形成一层包层。通过烧结预制棒使粉尘预制棒固化并形成玻璃毛坯。从玻璃毛坯中拉出一根光纤。在粉尘层中形成光纤的杂质浓度主要决定了在形成光纤的直径方向分布的杂质浓度。

需要在粉尘层中测量杂质的浓度来确定粉尘预制棒是否能够产生有期望折射率分布的光纤。目前，粉尘预制棒的杂质浓度是离线测量的。离线处理一般昂贵且花费时间。离线处理也包括了许多手工步骤，它们可能导致明显的污染源，产品的损耗，和/或样品误差。也不能够把离线测量用于控制在线处理过程。

对于商用光纤设计，也必须遵循控制光学波导光纤的折射率分布。对于复折射率分布光纤的情况更是特别必要。传统生产光纤的制造工艺在沉积粉尘，固化和拉制的精确性需要方面有了新的挑战。于是需要这样的在线方法，它能够鉴别预制棒中硅或杂质的成份，也能测定每种成份的浓度。

发明概要

本发明的一个方面包括了一种方法，它测定了沉积在粉尘涂覆的基底上的粉尘中的成份以及该成份的浓度程度。该方法包括了以下步骤，即对涂覆的基底发送能量脉冲，把能量聚焦到基底上的预定点，从而在基底上产生等离子体并且产生至少一个光子，使用分析设备探测光子，并鉴别该成份或它在粉尘中的数量。

本发明的另一个方面包括了一种方法，它测定了在基底上沉积粉尘的化学汽相沉积过程的火焰中的至少一个反应物和它的浓度。该方法包括了以下步骤，即对该火焰发送能量脉冲，把能量聚焦到火焰上的预定点，从而在火焰上产生等离子体并且产生至少一个光子，使用分析设备探测光子，并鉴别该成份或它在火焰中的数量。

本发明的另外一个方面包括了制造沉积到基底上的粉尘的控制方法。该方法包括了以下步骤，即对基底发送能量脉冲，把能量聚焦到基底上的预定点，从而在基底上产生等离子体并且产生至少一个光子，使用分析设备探测光子，并鉴别该组分的成份或它在粉尘中的数量，把该组分的成份或它在粉尘中的数量和预先设定的参数组相比较，并且调整至少一个反应物的条件使得把该组分的成分或数量改变到与预定参数组中的至少一个匹配。

本发明的另一个方面包括了粉尘涂覆的基底，它由包括了下面步骤的在基底上沉积粉尘的过程制造，即对涂覆的基底发送能量脉冲，把能量聚焦到基底上的预定点，从而在基底上产生等离子体并且产生至少一个光子，使用分析设备探测光子，并鉴别该成份或它在粉尘中的数量。

本发明的另外一个方面包括了测定基底直径或厚度的方法。该方法包括了以下步骤，即对涂覆的基底发送能量脉冲，把能量聚焦到基底上的预定点，从而在基底上产生等离子体并且产生至少一个光子，使用分析设备探测光子，并鉴别该成份或它在粉尘中的数量，并测量该基底的厚度。

这个发明的另一个方面可以包括使用一个激光器使用激光诱导离解光谱学技术来产生等离子体从而形成光子来鉴别成份和它们的浓度。可以在测定在沉积到涂覆的基底上的粉尘中的至少一个成份的方法中合并该过程。在本发明的另一个方面，涂覆的基底可以是生产光纤的原（起）始芯棒（precursor element）。

本发明的方法产生了超过已知技术的许多优点。本发明使在 CVD 过程中鉴别沉积到基底上材料和沉积材料的密度变得方便。这是第一次能够在沉积过程中测定沉积在基底上的材料和它的密度。本发明能够在闭环控制的过程中结合 CVD 过程。本发明也包括了能够测定基底的厚度和沉积在基底上的每一层粉尘的厚度的优点。本发明的另一个优点是实际上不接触的测量方法，这样就不会产生在沉积过程中把测量装置和基底接触而形成的 CVD 过程的显著的扰动。这可以认为是不接触的测量方法。本发明对用于更精确地制造产生光纤的原始芯棒的闭环控制系统有特别的优势。

本发明的另外特征和优点将在随后的详细描述中阐明，那些工艺上的能手将通过那个描述容易地理解其中的一部分，并通过实施这里描述的本发明，包括随后的详细描述，权利要求和附图来认识清楚。

可以理解前面的一般描述和下面的详细描述仅仅是本发明的实施例，其目的是为理解本发明的本质和本发明要求的特征提供一个概貌或框架。所包括的附图提供了对本发明的进一步的理解，并合并在此组成说明书的一部分。附图示出了本发明的不同实施例并和描述部分一起用于解释本发明的工作原理。

附图概述

图 1 是把粉尘施加到毛坯上来形成光纤原始芯棒的常规方法示图。

图 2 是能够用于根据本发明方法的一个设备的实施例示图。

图 3 是根据本发明的激光诱导离解光谱学装置的实施例示图。

图 4 是沿着图 2 中线 4-4 的横截面图。

图 5 是光谱的例子，它测定了包括在粉尘中的至少一种材料的成份和浓度。

图 6 是根据本发明的测定在沉积炉火焰中预定点上反应物的至少一个组份的成份和浓度的实施例示图。

较适宜实施例的详细描述

现在将对本发明目前较适宜的实施例引用附图详细描述。在附图中任何地方使用的相同参考号码是指相同或相似的部分。在图 1—6 中相同参考号码示出了相同的元件。

图 1 是制造光纤粉尘原始芯棒的常规 OVD 过程（由参考号码 10 总的代表）的示图。在该过程中，粉尘沉积在光纤粉尘原始芯棒 12 上。例如，粉尘原始芯棒 12 可以是粉尘材料的纤芯区域，可以把它固化并拉制成较小的直径来形成工艺上所称的纤芯棒。纤芯棒也可以是棒状。另外，粉尘原始芯棒 12 可以是完全的光纤预制棒粉尘元件，它只需要固化就可以形成完全的光纤。

通过在沉积炉 14 的火焰 13 中加热所选择的先质（precursor）形成期望的反应物。例如，典型的先质由四氯化硅，四氯化锗和氧组成。可由任意已知的易燃材料来产生火焰。用于产生火焰的普通气体混合物是氧和甲烷。其它适宜的气体混合物包括了空气和甲烷，空气和氢，以及氧和氢。本发明不仅限于任何上述的气体混合物。在进入炉子 14 以前，先质在气体混合器 16 中被混合。通过多个物质流控制器 18 和 20 控制先质流入气体混合器 16。物质流控制器 18 和 20 较适宜在层流的情况下分配先质。

本发明可应用于多种 CVD 过程。本发明可用于许多基底已涂覆的 CVD 过程。本发明的一个应用实施例是制造高纯度熔融的石英玻璃的过程。本发明也可用于在基底，光纤预制棒，光纤纤芯棒或在玻璃上进行涂覆。本发明较适宜应用于制造光纤。本发明的应用不限于上述例子。本发明较适宜 CVD 过程中合并激光诱导离解光谱学（“LIBS”）来监控粉尘沉积进程。

本发明测定在基底上沉积的粉尘成份的浓度，这最好是在线的，实时的，并且一层层的测量成份浓度。这里的成份也可以是指一种材料，杂质，或任意定义一种化合物元素的术语。在知道组分和它的浓度后，就能够测定样品的分子结构。

具体地说，LIBS 分析技术使用高脉冲的激光来蒸发在基底表面上的一小块物质，所分析的基底较适宜是玻璃或粉尘光纤预制棒。这一小块材料一般是直径 $100\ \mu\text{m}$ 厚度 $1\ \mu\text{m}$ 。激光器最好是高功率激光器。分析加热的等离子体的发

射光谱来测定蒸发材料的元素组成。发射光谱一般位于紫外 (UV) 波长范围。不过, 发射光谱也可以在可见光范围或接近红外波长的范围。

形成的等离子体把能量传入蒸发的材料中。蒸发材料分离了结合着形成蒸发的化合物元素的分子键。该元素被激发到激发态或电离态。当元素被充分电离时, 它们通过一个称作荧光的衰减过程回到基态。在这个衰减过程中, 该元素发射出有能量的光子, 也就是荧光辐射。该过程也可称作白炽光的产生过程。分析包括在发射光中的多种波长可以测定在蒸发材料中的元素成份。一般, 荧光辐射的强度正比于粉尘中的元素浓度以及沉积粉尘的数量。因此, 本发明使用这些荧光辐射并且根据探测到的荧光辐射来测定元素的成份和浓度。

特别在金属和半导体中, 本发明可以使用 LIBS 技术测定浓度级为 ppm 的成份。通过本发明易于鉴别的元素包括 (但并不限于) 硅, 锗, 氧, 钠, 钾, 氟和铟。可参考美国专利应用序列号为 08/582,787, 归档于 1996 年 1 月 4 日的专利和 1991 年 12 月在 *Journal of Applied Spectroscopy* 上印刷发表的文章 *The Detection of Contaminants on Electronic Microcircuit Substrates by Laser Spark Emission Spectroscopy* 来更详细的了解 LIBS 装置和 LIBS 技术。

图 2 到 4 示出了根据本发明的闭环控制装置 30 的较佳实施例, 它测定了在较适宜是在心轴 11 上玻璃或粉尘原始芯棒 12 的基底表面 19 上组分的成份和浓度。基底并不限于如图 2 所示的环形。例如, 基底可以是平面或矩形。在另外的实施例中, 可以使用本发明测定在诸如玻璃基底这样的固体基底上的组分的成份和浓度。

除了包括如图 1 中讨论的装置外, 较适宜的实施例还包括了脉冲能量源 32。可以在沉积炉 14 中合并或附加脉冲能量源 32。脉冲能量源 32 也可以从炉子 14 中分开。较适宜的实施例也包括了分析设备 34 和控制器 36。分析设备 34 一般是分光计。分光计分析设备允许装置 30 探测组成原始芯棒粉尘的元素的成份和浓度。如果只需要探测特定的元素, 分析设备 34 可以是滤光片。不过, 本发明限于使用分光计或滤光片。控制器 36 可以是计算机或其它合适类型的控制器。较适宜的实施例也可以选择性地包括厚度参数测试装置 38 和重量测试装置 40。厚度参数测试装置 38 将在图 4 的讨论中讨论。

重量测试装置 40 测量了粉尘原始芯棒 12 的重量并且提供给控制器 36 的相应信号。较适宜的重量测试装置 40 包括了连接到形成粉尘原始芯棒 12 的心

轴 11 一端 17 的电阻加载片。心轴 15 的另一端可以夹在驱动马达上（没有显示）。

在粉尘沉积时连续地记录原始芯棒的重量。把在原始芯棒旋转一周时或不考虑由于原始芯棒偏转差带来的变化而在许多个完整的旋转周数时记录的电阻加载片的各个读数并求平均。伴随原始芯棒的旋转位置获取的同步重量随着原始芯棒的旋转位置的不同而变化。换言之，虽然重量测量最好是连续的，但对每次旋转相关的重量测量的起始点应作一标识符或标记，使每次旋转的起始点都是相同的。一个给定段的原始芯棒的重量是这些同步平均读数的平均值。这一段的重量是从前一段观察到的重量增量。

图 3 更详细地示出了脉冲能量源 32。脉冲能量源 32 较适宜是 LIBS 装置。能量源 32 包括了激光器 42。激光器最好是 Nd:YAG 激光器，但是，本发明并不限于这类激光器。举一个例子，合适的激光器应该是能够发射可以聚焦以在 1500K 或以上的高温下产生等离子体的能量脉冲的激光器。能量源 32 较适宜能够以每秒许多个脉冲的速率发送能量。

透镜 44 聚焦从激光器 42 发射的能量脉冲。透镜 44 较适宜是双凸透镜。本发明不限于采用双凸透镜。双凸透镜可以很好地把能量脉冲聚焦到原始芯棒 12 的预定点 46 上来产生等离子体并把产生的光子传输到分析设备 34 上。透镜 44 也可以叫做分束器。

也可以换用一组透镜来把能量脉冲聚焦到原始芯棒 12 的预定点 46 上并向分析设备 34 传送光子。在这个实施例中，一个透镜聚焦能量脉冲，第二个透镜或一组透镜把光子传输到分析设备 34 上。

能量源 32 另外包括了反射镜 48 来把光子反射到分析设备 34 上。可以使用任意类型的有合适热稳定性和反射特性的反射镜。根据能量源 32 和分析设备 34 的配置，本发明中不一定要使用反射镜 48。

在图 4 中示出了沿着图 2 中线 4-4 的厚度参数测量装置 38 的横截面图。

装置 38 也能用作测定原始芯棒 12 的直径。虽然为了便于图示在图 2 中厚度参数测量装置 38 偏移到右面示出，它较适宜在粉尘原始芯棒 12 的中间部分进行测量。厚度参数测量装置 38 测量粉尘原始芯棒 12 的诸如半径或直径的厚度参数。如图 4 所示，厚度参数测量装置 38 可以是激光阴影测微计，它包括了能够发射光束的能量源 52 和可以探测由能量源 52 发射的光束的探测器 54。依照探测到的光束，探测器 54 为控制器 36 提供信号。这个信号使粉尘原始芯

棒 12 的厚度参数在粉尘沉积时的每次旋转时可得到测定。可执行该功能的商用装置包括了 Anritsu KL154A 和 Keyence LS-5001。

图 5 是在特定波长发射的光子强度的光谱范例 60。光谱包括了在产生光子时发射的所有光波长的曲线 62。每个峰 64 指出了在所分析的原始芯棒 12 中存在的一种特定成份。每个峰 64 的实际成分依赖于波长的数值。每一种元素都位于特定的波长范围。例如从 4p 价层到 4s 价层的钾 (K) 电子衰减一般出现在 766nm 到 770nm 的波长内。对一个钠 (Na) 电子, 从 4d 价层到 3p 价层的衰减将出现在 569nm 到 590nm 的范围, 从 3d 价层到 3p 价层的衰减将出现在 818nm 到 820nm。

峰值 64 的高度 66 决定了特定成份的数量。可用从峰值 64 到曲线 62 的距离 66 来测定由峰值 64 描述的元素的数量。

图 6 是发明的补充实施例。结构 70 是装置 30 的补充实施例。可用结构 70 测定炉子 14 的火焰 13 中的反应物强度。在结构 70 中炉子 14 分开了能量源 32。布置能量源 32 使能量脉冲聚焦到火焰的预定点。在火焰的预定点产生要生成被分析光子的等离子体。在其它方面结构 70 和装置 30 相同。

本发明的另一个实施例结合了在装置 30 和补充的结构 70 之后的概念。在这个实施例中, 分析了在原始芯棒 12 表面 19 的成份和数量以及在火焰 13 的反应物中的成份和数量。这个实施例一般需要能够发射能量脉冲的多个能量源。也可以换用单个能量源, 它能够从对原始芯棒 12 发射能量脉冲转向对火焰 13 发射能量脉冲。

本发明进一步的一个实施例包括了测定在基底上沉积粉尘的化学汽相沉积过程的反应物流中至少一个反应物的成份的方法。反应物流可以是汽相或液相流。该方法包括了向反应物流发射能量脉冲的步骤。聚焦能量到反应物流的预定点从而在反应物流里产生等离子体并生成光子。使用分析设备探测光子。分析设备可以是分光计。于是测定到反应物流中组分的成份。

该方法也包括了把组分的成份和数量传送到控制器。把组分的成份或数量与预定参数组相比较。如果组分的成份或数量与预定参数组中的至少一个不匹配, 需要改变至少一个反应条件来使组分的成份或数量与预定参数组中的一个相匹配。本发明的这个实施例可使用激光诱导离解光谱学方法鉴别组分和它的浓度。这组预定参数一般包括了组分和每个组分的所需数量的列表, 不过, 预定参数不仅限于上述内容。

操作方法

通过下面的方法可以使用闭环控制设备 30 测定原始芯棒 12 表面 19 的成份和组分的数量。脉冲能量源 32 向原始芯棒 12 发射能量脉冲。使脉冲能量通过透镜 44 把能量脉冲聚焦到原始芯棒 12 的预定点 46 上。能量冲击原始芯棒 12 上的预定点 46，从而蒸发原始芯棒 12 表面 19 上的少量材料并产生等离子体。在等离子体的产生中，在元素之间组成材料的化学键被蒸发分离并且至少每个元素的一个价层电子被激发。当价层电子返回各自的基态时激发了光子。把光子传输到分析设备 34。可以测定每种蒸发组分的成份。同样可以测定每种鉴别出的组分的浓度。较适宜把被蒸发的材料布置在靠近原始芯棒 12 的端部 15 或端部 17 以防止结晶（seeding）。

一旦测定了组分的成份和浓度，可以使用这个数据测定样品的分子组成和被取样物体的分子组成。如此测定的多个组分的成份和浓度是十分正确的。在较适宜的实施例中，可以采用每个组分的成份监控粉尘原始芯棒 12 的制造。在这个实施例中，每个组分的成份和它的可选择的浓度从分析设备 34 传送到控制器 36。

控制器 36 把每个组分的成份和各自的浓度与预定的参数和浓度组进行比较。如果每个组分的成份或它们各自的浓度与预定参数组不匹配，控制器可以改变一个或多个反应条件。可以更改的不详尽的反应条件列表包括了流向各自物质流控制器 18 和 20 的先质的流速度，炉子 14 中火焰 13 的温度，或原始芯棒 12 的温度。

就象监控原始芯棒 12 的组分一样，可以选择性的使用控制器 36 来监控原始芯棒 12 的厚度和/或原始芯棒 12 的重量。同样，通过使原始芯棒的厚度和重量的监控值与原始芯棒的厚度或重量的预定条件相比较，控制器 36 可以改变反应条件。

本发明进一步的实施例包括了清洁透镜 44 的步骤。一般通过在透镜 44 的表面流过清洁气体来完成。一类合适的清洁气体是氮气。可以使用任意合适类型的惰性气体。

本发明的另一个实施例包括了冷却能量源 32 的多个子元件。在这个实施例中，布置冷却装置至少使透镜 44 保持低于预定的最大温度。也可以布置冷却装置保持激光器 42 和反射镜 48 低于预定的最大温度。每个子元件的预定最

大温度可以不同。

虽然附图和说明书描述的方面是关于 OVD 过程的，本发明也不仅限于 OVD 过程。这个发明也可以通过任意已知的技术，比如 PCVD, PECVD, MCVD 或 VAD 来进行粉尘原始芯棒的制造。

那些工艺上的能手将清楚在不偏离本发明的精神和范围的情况下可以对本发明进行不同的修改和变化。这样，意味着本发明覆盖了这个发明的修改和变化，只要它们包括在所附加的权利要求和它们的等效技术的保护范围之内。

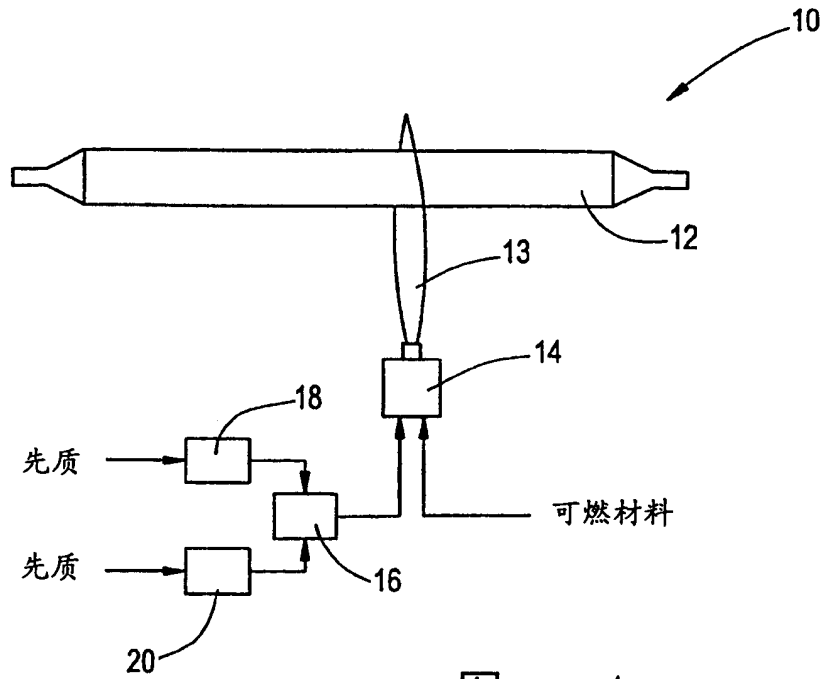


图 1

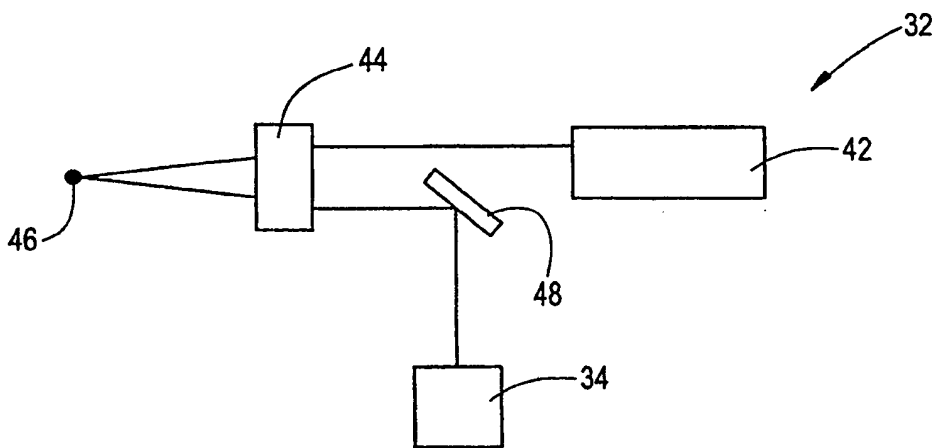


图 3

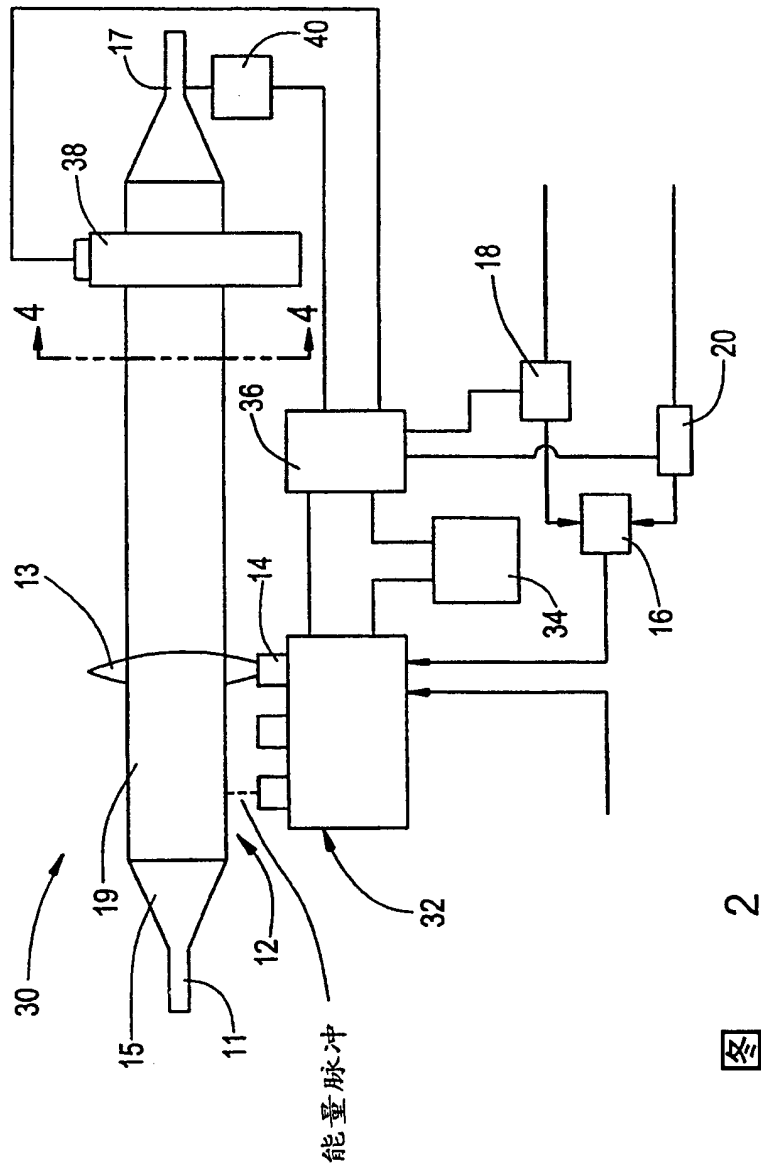


图 2

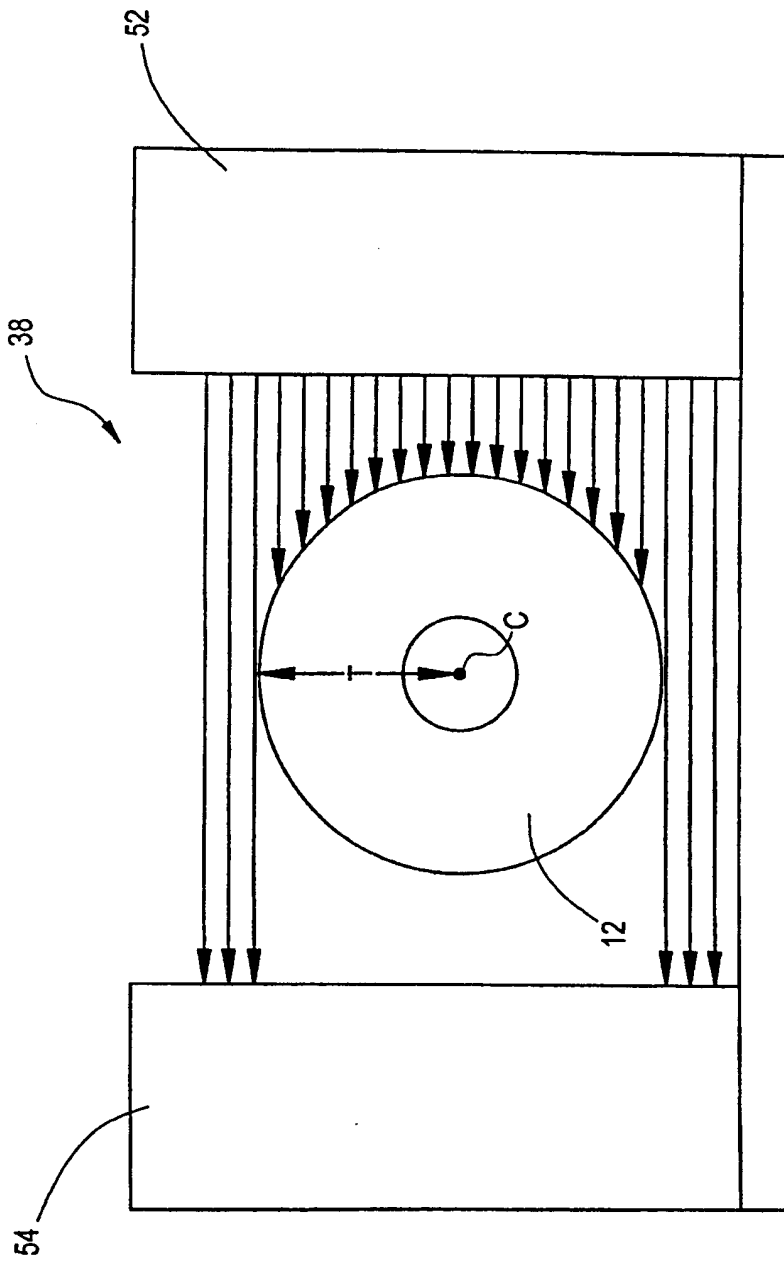


图 4

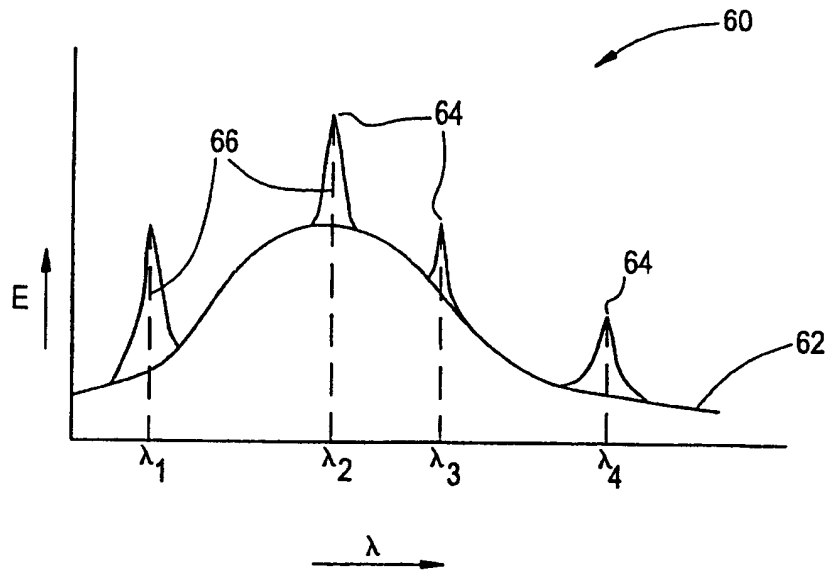


图 5

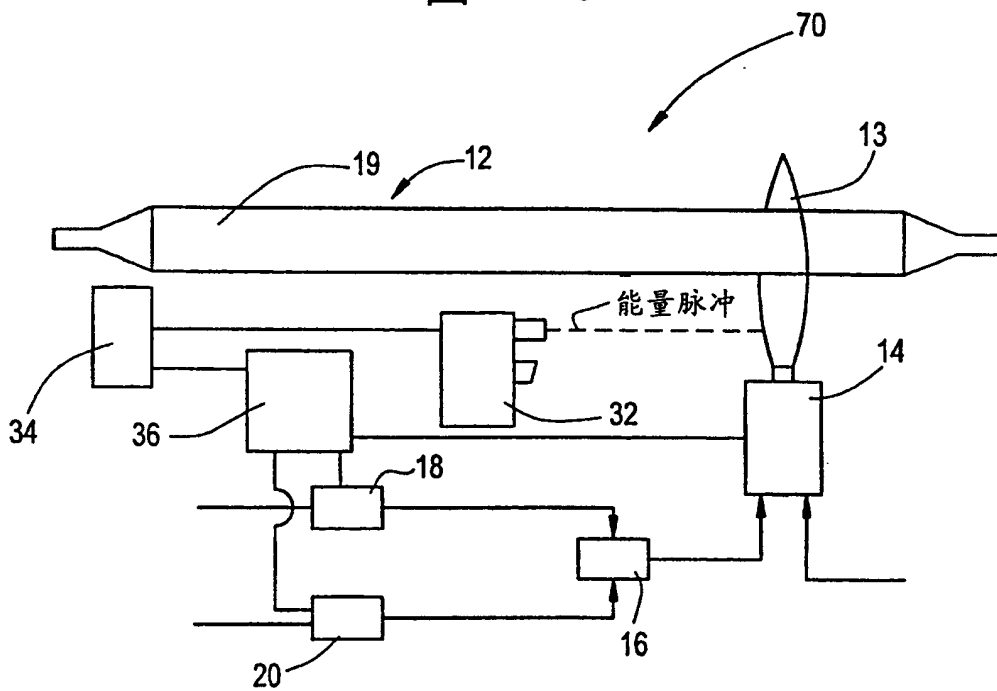


图 6