第 49 卷第 8 期　　硅　酸　盐　学　报　　Vol. 49，No. 8
2021 年 8 月　　JOURNAL OF THE CHINESE CERAMIC SOCIETY　　August，2021
http://www.gxyb.cbpt.cnki.net　　**DOI**：10.14062/j.issn.0454-5648.20200893

酸沥滤对高硅氧玻璃纤维结构及性能的影响

张帅明[1,2,3]，罗理达[1,2,3]，丁林锋[1,2,3]，刘郑威[1,2,3]，蒋伟忠[1,2,3]，汪庆卫[1,2,3,4]

(1. 东华大学纤维材料改性国家重点实验室，上海 201620；2. 先进玻璃制造技术教育部工程研究中心，上海 201620；
3. 中国轻工业特种玻璃及搪瓷重点实验室，上海 201620；4. 临沂昊泉硅业科技有限公司，山东 临沂 276003)

摘　要：通过扫描电子显微镜和红外光谱仪观察纤维前驱体酸沥滤前后的形貌和结构变化，通过 ICP 分析 Na^+的沥出过程，研究了盐酸浓度、温度以及沥滤时间对纤维前驱体 Na^+沥出率及力学性能的影响。结果表明：高硅氧纤维前驱体在 90 ℃的 3 mol/L 盐酸溶液中沥滤 12 h 后，纤维中的 Na^+沥出率达到 85%以上；当盐酸浓度为 5 mol/L 时，沥滤后纤维的强度保留率最高。在酸沥滤过程中纤维中的 Na^+与盐酸中的 H^+置换，在热处理过程中羟基进一步聚合脱水补强玻璃网络体，实现纤维强度的提升。

关键词：酸沥滤；高硅氧；玻璃纤维；结构；强度
中图分类号：TQ171.77　　**文献标志码**：A　　**文章编号**：0454–5648(2021)08–1543–07
网络出版时间：2021–06–17



Effect of Acid Leaching on Structure and Properties of High Silica Glass Fibers

ZHANG Shuaiming[1,2,3], *LUO Lida*[1,2,3], *DING Linfeng*[1,2,3], *LIU Zhengwei*[1,2,3], *JIANG Weizhong*[1,2,3], *WANG Qingwei*[1,2,3,4]
(1. State Key Laboratory for Modification of chemical Fibers and Polymer Materials, Donghua University, Shanghai 201620, China;
2. Engineering Center of Advanced Glass Manufacturing Technology, Ministry of Education, Donghua University, Shanghai 201620, China; 3. Key Laboratory of Special Glass and Enamel for China Light Industry, Donghua University, Shanghai 201620, China;
4. Linyi Haoquan Silicon Industry Technology Co.Ltd, Linyi 276003, Shandong, China)

Abstract: The morphology and structure of fiber precursors before and after acid leaching were characterized by scanning electron microscopy (SEM) and infrared spectroscopy (IR), and the Na^+ leaching process was characterized by inductively coupled plasma spectrometry (ICP). The effects of hydrochloric acid concentration, leaching temperature and time on the leaching rate of Na^+ and mechanical properties of the fiber precursor were investigated. The Na^+ leaching rate reaches 85% after leaching in 3 mol/L hydrochloric acid solution for 12 h at 90 ℃. The maximum strength retention rate of the fiber after leaching can be obtained when the concentration of hydrochloric acid is 5 mol/L. In this case, Na^+ ions in the fiber are replaced with H^+ ions in hydrochloric acid during the acid leaching process, whereas hydroxyl group is further polymerized and dehydrated, thus strengthening the glass network during the heat treatment process and improving the fiber strength.

Keywords: acid leaching; high silica; glass fiber; structure; strength

高硅氧玻璃纤维是一种SiO_2含量在95%以上的特种玻璃纤维。通常利用普通玻璃纤维或钠硼硅酸盐玻璃纤维经过酸沥滤和烧结等工艺制备而成[1–2]。硅氧四面体具有优异的耐酸性，通过酸沥滤能置换或破坏网络中间体和网络外体，提高玻璃纤维中SiO_2的含量。由于网络外体及中间体的析出，导致纤维结构疏松，需要经过二次烧结来提高酸沥滤后纤维的强度和致密度[3]。尽管如此，酸沥滤再烧结

收稿日期：2020–11–30。　修订日期：2020–12–17。
基金项目：国家自然科学基金面上项目(51873032)；中央高校基础研究项目(223201900003)；山东省重点研发计划(2019JZZY010308)。
第一作者：张帅明(1996—)，男，硕士研究生。
通信作者：汪庆卫(1978—)，男，博士，副研究员。

Received date: 2020–11–30.　**Revised date:** 2020–12–17.
First author: ZHANG Shuaiming (1996–), male, Master candidate.
E-mail: zhangsm625@163.com
Correspondent author: WANG Qingwei (1978–), male, Associate Professor.
E-mail: wqwq888@dhu.edu.cn

后的玻璃纤维强度仍然很低，一般仅为普通 E 玻纤的 1/10。但其耐高温性能优异，可在 900 ℃长期使用，在 1 200℃短期使用，是一种优良的耐烧蚀和隔热材料。在国防、宇航、黑色及有色金属熔体净化过滤方面具有非常广泛的应用[4–6]。

酸沥滤制备高硅氧纤维在第二次世界大战期间随着喷气式飞机的发展应运而生，世界各国制备高硅氧玻纤的方法略有不同。欧美国家一般利用 E 玻纤酸沥滤来制备高硅氧玻璃纤维[7]，而前苏联一直利用 SiO_2–B_2O_3–Na_2O 三元系法制备高硅氧玻璃纤维。高硅氧玻璃在制备过程中需要进行分相，而玻璃纤维并没有分相，其沥滤机理差别较大[8]。Grambow 等[9]认为碱硅酸盐玻璃会被水化，玻璃体中的碱金属离子能从水化玻璃中扩散到溶液中。Tanaka[10]等研究了酸处理过程中 E 玻纤的微孔结构，经过酸处理后纤维内部会形成微孔，但微孔在长期酸处理后会坍塌。可溶性成分浸出率随着微孔的消失而降低。为尽量减少微孔结构变化，需要用一定浓度的酸快速浸出可溶成分。Yanagida 等[11]利用酸处理后纤维内部会出现微孔这一特点，用酸浸法制备了二氧化钛和多孔玻璃布复合材料，酸浸后的玻璃布的比表面积从 1 m^2/g 增加到 430 m^2/g。此外，Li 等[12]研究了硼对玻璃耐酸侵蚀的影响，提出含硼玻纤的酸侵蚀由从硅酸盐玻璃网络中分离出来的硼酸铝络合物的水解控制，而无硼玻纤中的酸侵蚀由硅酸盐网络的水解控制。

E 玻纤法和 SiO_2–B_2O_3–Na_2O 三元法在制备高硅氧玻璃纤维时玻璃纤维网络中间体和网络外体都要被酸置换，因此结构简单容易置换的 SiO_2–Na_2O 二元系高硅氧前驱体的酸处理工艺具有明显的优势。祖群等[13]的研究表明，在 H_2SO_4 溶液中进行酸沥滤时，与沥滤硼硅酸盐和无碱 E 玻纤相比，钠硅酸盐沥滤反应速度最快。但由于二元系玻璃组分的稳定性很差，耐水耐候性对玻璃纤维的性能影响较大[14–16]。

本实验通过在二元系高硅氧纤维前驱体中引入微量稳定剂 Al_2O_3，研究该高硅氧纤维前驱体酸处理及热处理工艺。通过对高硅氧纤维显微形貌、力学性能及结构的表征，分析讨论该高硅氧纤维的酸沥滤机理及性能影响机制。

1 实验

1.1 高硅氧玻璃纤维前驱体的制备

所用原料 SiO_2、Na_2O 和 Al_2O_3 均为分析纯，由国药集团化学试剂有限公司生产。按 SiO_2/Na_2O 质量比为 8:2 的比例，加入 1% (质量分数) Al_2O_3 作为添加剂来配制配合料，混合均匀后在 1 550 ℃的高温下熔制成玻璃碎块，加入到铂铑坩埚单丝炉中，在 1 280～1 320 ℃拉制成纤维，纤维单丝快速卷绕在下方的辊筒上，收集所需纤维。通过控制滚筒的转速，得到了不同直径的纤维。用电子显微镜测量纤维的直径，分别测量 20 根纤维的直径并求平均值及其公差。同一转数的纤维取 20 根制作成纤维拉伸强度测试样品，待胶水干燥完全后进行单丝拉伸强力的测试，并计算出平均拉伸强度及其公差。通过控制滚筒转速得到的不同的纤维的直径、强度以及比表面积如表 1 所示。

表 1 不同转速制得的纤维的直径、强度以及比表面积

Table 1 Diameter, strength and specific surface area of fibers prepared at different speed

Revolutions/ ($r\cdot min^{-1}$)	Diameter/ μm	Tensile strength/ MPa	Specific area/ ($m^2\cdot g^{-1}$)
100	25.18±0.60	436±69	0.057±0.001
300	15.70±0.37	758±80	0.102±0.002
500	11.36±0.28	820±137	0.125±0.003
700	9.96±0.37	985±158	0.149±0.005
900	8.55±0.30	1349±293	0.166±0.006

1.2 酸沥滤以及热处理工艺

将高硅氧玻璃纤维[直径为(8.55±0.30) μm]在 105 ℃烘箱中烘干，称量质量后将其放入一定温度的盐酸溶液中。酸沥滤后的纤维用去离子水洗净后 105 ℃烘干，烘干后纤维用天平称量。取 10～20 mL 酸沥滤后的溶液于样品瓶中用于后期 ICP 测试。

通过控制变量，分别探究了酸沥滤时间(1、2、4、8、12 h)，温度(70、80、90 ℃)，盐酸浓度(1、2、3、4、5 mol/L)在酸沥滤过程中对 Na^+沥出率的影响。将经过沥滤后的纤维放入马弗炉中，随炉升高到热处理温度(550、600、650、700、750、800 ℃)后保温 35 min，随炉冷却后取出并称重。

1.3 样品的性能及表征

通过电子单纤维测力仪(YG005A，温州百恩仪器)测试酸沥滤前后高硅氧玻璃纤维前驱体的拉伸强度，测试标准按照 GB/T7690.3—2001(玻璃纤维断裂强力和断裂伸长的测定方法)，结果为 20 次测试结果的平均值。通过分析天平(XB 220A，普利赛斯)测试酸沥滤前后纤维的质量来表征高硅氧玻璃纤维前驱体在酸沥滤过程中的质量损失率。通过扫描电子显微镜(S-4800，日立)观察纤维酸沥滤过

程中表观形貌的变化，通过 Fourier 红外光谱仪(Nicolet 8700，美国热电公司)表征酸沥滤及热处理后纤维结构的变化。通过 ICP(Prodigy-ICP，利曼徕伯斯)表征纤维在酸沥滤过程中钠离子、铝离子以及硅离子的析出情况，测试标准按照 JY/T 015—1996(感耦等离子体原子发射光谱方法通则)。为了更好的表征酸沥滤过程中离子的沥出过程以及酸沥滤的反应机理，引入了 Na^+沥出率(%)，ICP 减量法质量损失率。Na^+沥出率是指酸沥滤过程中沥滤到酸溶液中的 Na^+的质量与酸沥滤前纤维中的 Na^+质量的比值，表征酸沥滤过程的完成度。

2　结果与讨论

2.1　离子析出量

纤维前驱体在 90 ℃，3 mol/L 的盐酸溶液中沥滤不同的时间，其沥滤液的 ICP 测试结果如表 2 所示。从表 2 可以看出，沥滤液中 Si 和 Al 的量都很少，主要以 Na 为主。且随着沥滤时间的延长，沥滤液中 Si 和 Al 的量基本不变，但是 Na^+的量逐步增加。当沥滤 8 h 后，Na^+沥出率几乎不再增加，说明酸沥滤反应在 8 h 内基本反应完全。

表 2　不同酸沥滤时间后高硅氧纤维前驱体的元素析出量

Table 2　Amount of element precipitation of the precursor of high silica fiber after different acid leaching time

Leaching time/h	Initial fiber/mg	Mass of element in leaching solution/mg			Na^+ leaching rate/%
		Si	Al	Na	
1	83.4	0.636 7	0.065 7	2.164 7	17.67
2	97.8	0.634 7	0.077 1	5.103 3	35.52
4	122.6	0.775 5	0.094 0	11.679 6	64.82
8	122.6	0.851 2	0.098 2	15.421 7	85.67
12	88.2	0.866 0	0.077 6	11.299 0	87.21

图 1 为 90 ℃时，纤维前驱体在不同浓度的盐酸溶液中分别沥滤不同时间后的 Na^+沥出率。从图 1 可以看出，当酸沥滤温度为 90℃时，盐酸浓度对 Na^+沥出率没有明显的影响。当酸沥滤温度为 80 ℃时，盐酸浓度对 Na^+沥出率产生了较大的影响。如图 2 所示，纤维在 3 mol/L 的盐酸溶液中沥滤 12 h，其 Na^+沥出率为 83.71%，而在 1 mol/L 的盐酸溶液中沥滤 12 h，其 Na^+沥出率只有 49.31%。温度对 Na^+沥出率也有较大的影响，且在不同温度下呈相同的变化趋势。从图 2 可以看出，在前 4 h，钠离子沥出较快；到 8 h 基本饱和。在 90 ℃和 80 ℃沥滤 8 h 后，其 Na^+沥出率超过了 80%；在 70 ℃沥滤 8 h 后，其 Na^+沥出率只有 56.93%，且随着时间的延长，不会再进一步提高。可以看出酸沥滤温度以及浓度是影响 Na^+析出率的两个主要因素，在 80 ℃下 3 mol/L 进行酸处理是比较合适的工艺。

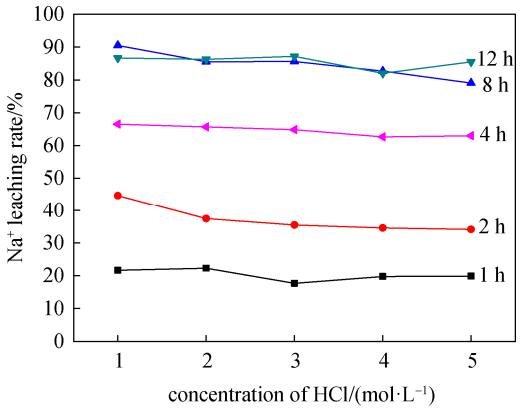


图 1　盐酸浓度对 Na^+沥出率的影响(90℃)

Fig. 1　Influence of the concentration of hydrochloric acid on the Na^+ leaching rate(90℃)

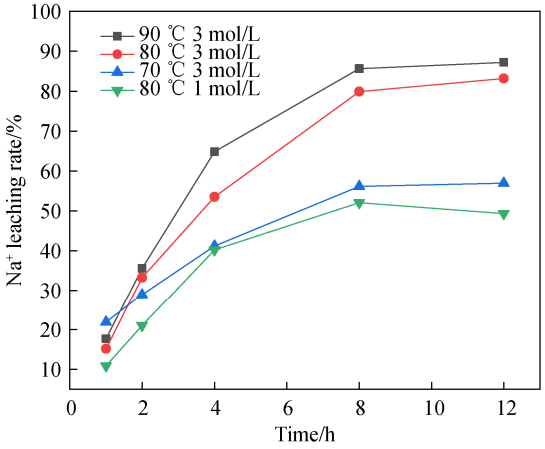


图 2　酸沥滤温度对 Na^+沥出率的影响

Fig. 2　Influence of acid leaching temperature on Na^+ leaching rate

2.2　质量损失率

表 3 为不同测试方法得到的纤维酸沥滤后和热处理后的质量损失率。酸沥滤后纤维 ICP 减量法质量损失率是基于离子交换的质量损失。假设在酸沥滤过程中，纤维中的 Na^+与溶液中的 H^+发生了离子交换造成质量损失，从表 3 可以看出其与酸处理后纤维通过分析天平称量计算得到的质量损失率基本吻合。热处理后 ICP 减量法质量损失率是基于热处理脱水后的质量损失。假设在热处理过程中进一步失去氧元素造成的质量损失，结合热处理前失去的 Na^+，造成整体碱金属氧化物的沥出。从表 3 可以看

出其与热处理后纤维通过分析天平称量计算得到的质量损失率基本吻合。

从表 3 还可以看出，酸沥滤后的质量损失与热处理后的质量损失不同，纤维在热处理过程中会有质量损失。这主要是因为纤维在酸沥滤过程中只是 Na^+沥出到了溶液中，当对酸沥滤后的纤维进行热处理时，进一步失去氧元素，从而造成了质量损失。

2.3 微观形貌

图 3 为初始纤维、酸沥滤后的纤维以及热处理后纤维 SEM 照片。从图 3 可以看出，初始纤维的表面非常的光滑；酸沥滤处理后纤维的网络体没被破坏，纤维形貌完整没有缺陷，但当放大 100 000 倍时发现纤维的表面有凹凸不平纳米级别的缺陷。热处理后纤维的表观形貌没有发生明显的变化，但纤维直径有变化。酸沥滤后热处理前的纤维直径为 (8.76±0.25) μm，经过 700 ℃热处理后纤维直径为 (8.28±0.14) μm，说明在热处理过程中高硅氧纤维收缩了约 5.48%。

2.4 红外结构

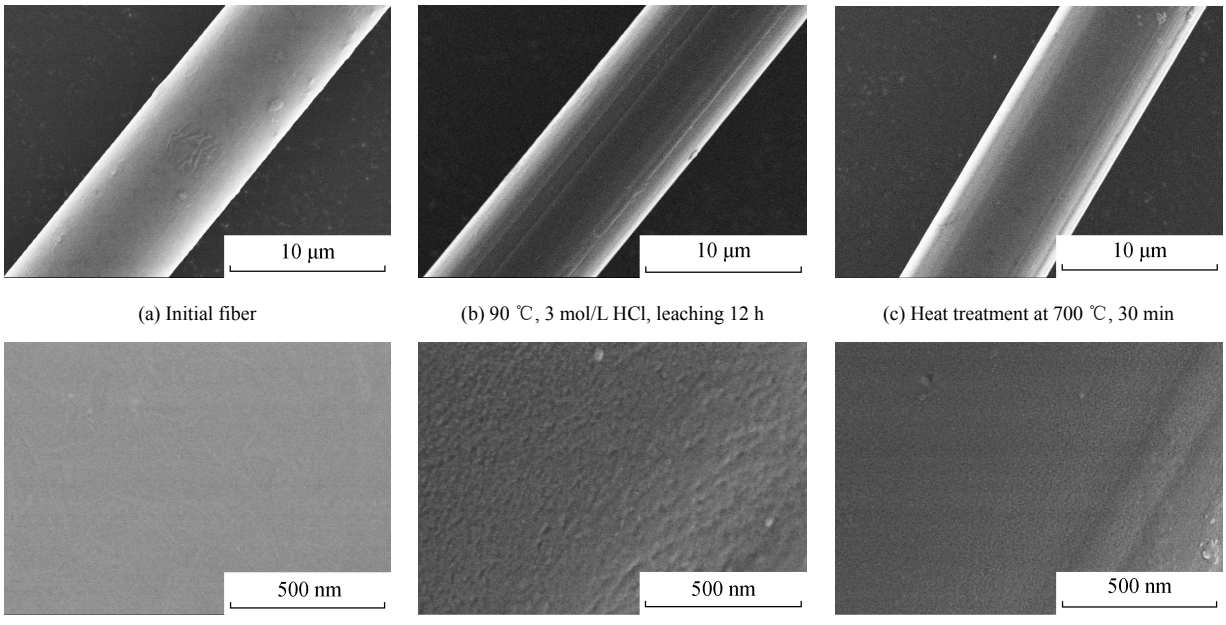
酸沥滤 0、4、8 h 后纤维的红外测试结果如图 4a 所示。从图 4a 可以看出，在 1 000 cm^{-1} 出现了很强的 Si—O 的非对称振动伸缩峰，且随着酸沥滤时间的延长，波数由 1 072 cm^{-1} 移动到了 1 091 cm^{-1}，这与离子的极化强度有关。在钠硅酸盐玻璃纤维中，碱金属属于网络外体，由于体积大，会造成硅氧四面体网络的破坏，形成部分非桥氧。Na^+处于非桥氧附近的网穴中，并且 Na^+与氧的结合能力较弱，在玻璃结构中的活动性大。在酸沥滤过程中，H^+与处于网穴中的 Na^+发生离子交换，且随着时间的延长，交换程度越高。由于 H^+的场强要大于 Na^+的场强，随着离子交换的进行，对非桥氧的极化增强，故向长波数方向移动。热处理前后纤维的红外谱图如图 4b 所示。从图 4b 可以看出，酸沥滤 12 h 后的纤维在 3 261cm^{-1} 附近出现了宽的中强吸收峰，表明在纤维的内部存在大量的 Si—OH[17]，但经过热处理后的纤维在 3 261 cm^{-1} 附近并没有吸收峰。

表 3 纤维酸沥滤后和热处理后的质量损失率

Table 3 Mass loss rate of fiber after acid leaching and heat treatment *w*/%

Leaching time/h	After acid		After heat treatment	
	By balance	Calculated by ICP	By balance	Calculated by ICP
1	3.60	4.20	6.30	5.28
2	7.77	6.46	9.63	8.57
4	9.87	10.54	15.22	14.33
8	12.72	13.60	20.04	18.58
12	13.27	14.44	20.87	19.52

w is mass fraction. Acid is 3 mol/L, heat treated at 90 ℃.

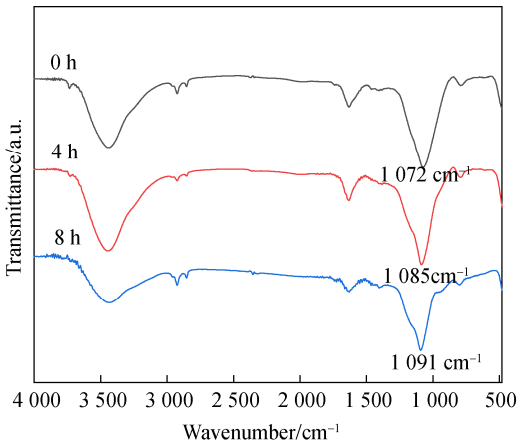


(a) Initial fiber (b) 90 ℃, 3 mol/L HCl, leaching 12 h (c) Heat treatment at 700 ℃, 30 min

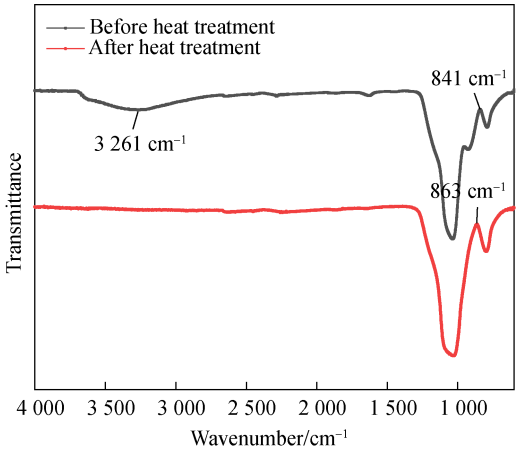
(d) Initial fiber (e) 90 ℃, 3 mol/L HCl, leaching 12 h (f) Heat treatment at 700 ℃, 30 min

图 3 不同阶段纤维的 SEM 照片

Fig. 3 SEM photographs of fibers at different stages



(a) Infrared spectra of acid leaching at different times



(b) Infrared spectra before and after heat treatment

图 4　90 ℃，3 mol/L 盐酸沥滤不同时间以及热处理后纤维的红外光谱

Fig. 4　90 ℃, 3 mol/L infrared spectra of fibers after hydrochloric acid leaching for different time and heat treatment

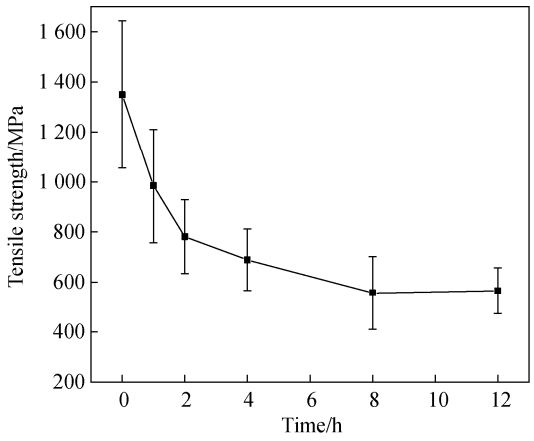


图 5　酸沥滤时间对纤维拉伸强度的影响(90 ℃，3 mol/L)

Fig. 5　Effect of acid leaching time on fiber tensile strength (90 ℃, 3 mol/L)

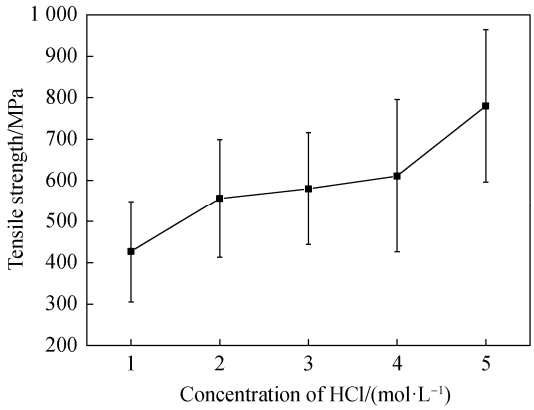


图 6　盐酸浓度对纤维拉伸强度的影响(90 ℃, 12 h)

Fig. 6　Influence of hydrochloric acid concentration on fiber tensile strength (90 ℃, 12 h)

2.5　拉伸强度

图 5、图 6 分别为纤维酸沥滤不同时间以及在不同浓度的 HCl 溶液中酸沥滤后的拉伸强度。从图 5 可以看出，纤维的拉伸强度随着酸沥滤时间的延长而降低，这与前面提到的 Na^+沥出率有关。Na^+的沥出率越高，纤维的结构破坏的越严重，纤维的拉伸强度越低。纤维在 90 ℃，3 mol/L 盐酸溶液中沥滤 12 h 后，强度由原先的 1 349 MPa 下降到 564 MPa，酸沥滤过程使纤维的强度大幅度降低。但实验发现，在酸沥滤过程中通过提高盐酸浓度能够更好的保存纤维的强度，如图 6 所示。纤维在 90 ℃，不同浓度的盐酸溶液中酸沥滤 12 h，其 Na^+沥出率都在 85%左右，但纤维强度却随着盐酸浓度的升高而升高。在 5 mol/L 盐酸溶液中沥滤的纤维强度比在 1 mol/L 盐酸溶液中沥滤的纤维的强度高出了 354 MPa。

对在 90 ℃、3 mol/L 的 HCl 溶液中酸沥滤 12 h 后的纤维在不同温度下进行热处理，热处理前后纤维的强度变化如图 7 所示。当热处理温度为 550、600、650 ℃时，热处理后纤维的强度有明显的提高。但当进一步提高热处理温度时，纤维的强度逐渐的降低，当热处理温度超过 750 ℃时，热处理后纤维的强度已低于未热处理的纤维的强度。

2.6　离子析出机理的探讨

从表 3 的纤维质量损失率可以看出，纤维在酸沥滤过程中并不是 Na_2O 直接沥滤到了酸溶液中。热处理过程中的质量损失以及酸沥滤后纤维红外光谱分析都证明了酸沥滤后的纤维内存在结构水或孔隙水。郭仁贤等[3]在研究中证实结构水或孔隙水需要在 600 ℃以上才能够被去除，而酸沥滤后烘干的温度为 150 ℃。烘干只能去除纤维的表面水，所以在 700 ℃热处理的时候，纤维的结构水被去除，纤维的重量减轻，热处理后的纤维的红外光谱也不再

出现 Si—OH 的吸收峰。

Grambow 等[9]研究发现水能够与玻璃反应生成水合玻璃，当纤维表面的酸浓度增加时，碱金属离子能通过离子交换扩散到溶液中。在二元系高硅氧玻璃纤维前驱体中，Na^+处于非桥氧附近的空穴中，且只带 1 个正电荷，与氧的结合能力较弱。随着温度的升高在玻璃结构中的活动性增大，纤维表层的 Na^+离子逐渐扩散到酸溶液中。为了电荷平衡，H^+被置换到网络体内。由于 H^+半径比 Na^+半径小很多，离子交换后的纤维的外层结构疏松，H^+将进一步与纤维内层的 Na^+进行交换，直至纤维中所有的 Na^+都将被 H^+置换，如图 8 所示。

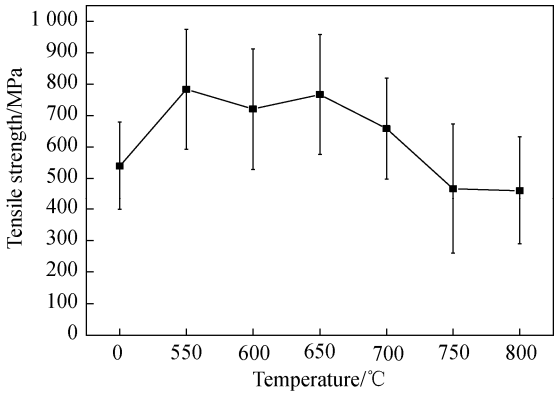


图 7 热处理对酸沥滤后纤维的强度的影响

Fig. 7 Effect of heat treatment on strength of fiber after acid leaching

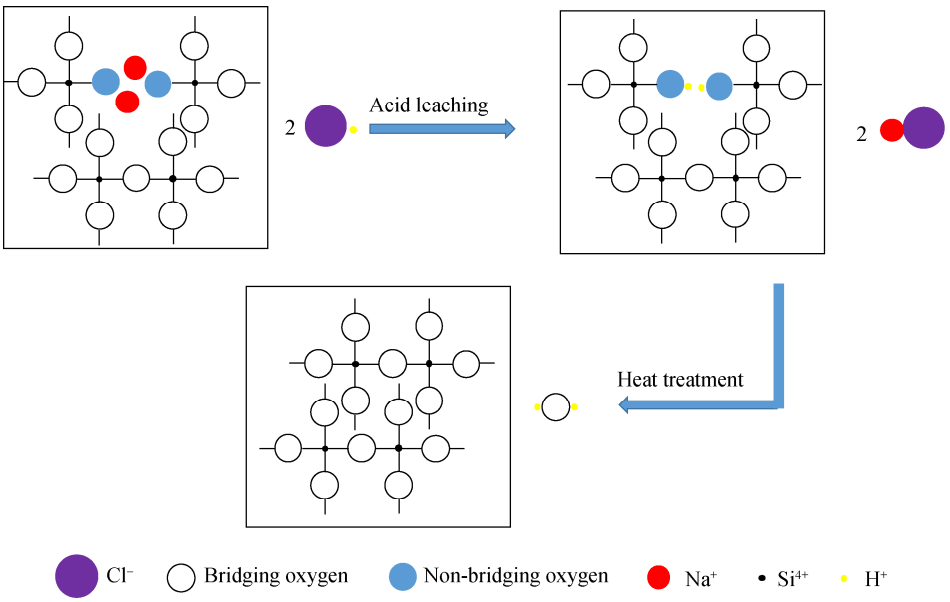


图 8 反应过程机理示意图

Fig. 8 Schematic diagram of reaction process mechanism

2.7 高硅氧纤维强度的变化

在酸沥滤过程中，H^+与 Na^+进行交换。由于 H^+的直径远小于 Na^+的直径，在酸沥滤初期纤维的外层发生了离子交换，使得纤维外层的结构疏松，故酸沥滤 1 h 后纤维的强度只下降了 27%。随着反应的进行，由外到里越来越多的 Na^+被 H^+置换出来，纤维的内层也逐渐变的疏松，使得纤维的强度进一步降低，酸沥滤 12 h 后纤维的强度下降了 58%。可以看出，在酸沥滤过程中纤维的强度受到了很大程度的破坏。通过提高盐酸的浓度可以减小对纤维强度的损害，这主要是因为高浓度的酸能够在纤维的表面形成一层酸性保护膜[13]，使得纤维的表面不会被破坏。

酸沥滤后的纤维内部存在大量的 Si—OH，当在 550～650 ℃的温度下进行热处理时，纤维内部分 Si—OH 发生缩聚反应生成 Si—O—Si，羟基聚合反应生成的水被排出，且纤维会发生一定程度的收缩，使得纤维的结构更加的完整致密。但当进一步提高热处理温度时，纤维的结构遭到破坏，强度下降。

3 结论

制备了二元系高硅氧玻璃纤维前驱体，通过不同温度和浓度的盐酸对高硅氧纤维前驱体进行酸处理，在高温烧结后得到高硅氧纤维，得出以下结论：

1) 酸沥滤温度为 90 ℃时，盐酸的浓度对酸沥滤反应影响不大，但高浓度的酸能使得纤维的表面不被破坏，使得纤维的强度保留率更高。当温度较低时，通过提高酸的浓度也能使反应进行。

2) 随着酸沥滤反应的进行，纤维的结构变得疏

松，纤维的强度会有明显的下降，且 Na^+的沥出率越高，纤维的强度下降得越多。但通过对沥滤后的纤维进行热处理可以明显提高纤维的强度，热处理温度在 550～650 ℃最佳，进一步提高热处理温度将会破环纤维的网络体结构，使得强度下降。

3) 二元系玻璃纤维前驱体的酸沥滤过程是一个离子交换反应，酸溶液中的 H^+与纤维网络体结构间隙中的 Na^+进行交换，整个离子交换是一个逐步反应的过程，且是由纤维表面逐步向纤维内部进行。

参考文献:

[1] 邹宁宇, 贺新民. 玻璃成分与酸沥滤关系的探讨[J]. 玻璃纤维, 2016, 1(6): 15–21.
ZOU Ningyu, HE Xinming. Fiber Glass(in Chinese), 2016, 1(6): 15–21.

[2] 周万城, 徐培苍. 不同方法制备的高纯SiO_2纤维的结构及其形成[J]. 硅酸盐学报, 1995, 23(5): 565–570.
ZHOU Wancheng, XU Peicang. J Chin Ceram Soc, 1995, 23(5): 565–570.

[3] 郭仁贤, 祖群, 赵晓儒. 无碱基超细高硅氧纤维棉热烧结定型研究[J]. 玻璃纤维, 2018, 1(3): 1–4.
GUO Renxian, ZU Qun, ZHAO Xiaoru. Fiber Glass(in Chinese), 2018, 1(3): 1–4.

[4] 张增浩, 赵建盈, 邹王刚. 高硅氧玻璃纤维产品的发展和应用[J]. 高科技纤维与应用, 2007, 32(6): 30–33.
ZHANG Zenghao, ZHAO Jianying, ZOU Yugang. Hi-Tech Fiber Appl (in Chinese), 2007, 32(6): 30–33.

[5] 秦佑镇, 王鹤田. 高硅氧玻璃纤维过滤网及其在铸造生产中的应用[J]. 中国铸造装备与技术, 1996, 46(1): 45–45.
QIN Youzhen, WANG Hetian. Chin Foundry Mach Technol(in Chinese), 1996, 46(1): 45–45.

[6] 毕鸿章. 高硅氧玻璃纤维及其应用[J]. 高科技纤维与应用, 2003, 28(4): 36–39.
BI Hongzhang. Hi-Tech Fiber Appl(in Chinese), 2003, 28(4): 36–39

[7] ELMER T H. Leaching of E-Glass[J]. J Am Ceram Soc, 1984, 67(12): 778–782.

[8] 田长生, 周万成, 贺靠团. 非硅氧化物的滤出及其机理探讨[J]. 航空学报, 1992, 13(6): 293–297.
TIAN Changsheng, ZHOU Wancheng, HE Kaotuan. Acta Aeronautica et Astronautica Sin(in Chinese), 1992, 13(6): 293–297.

[9] GRAMBOW B, MULLER R. First-order dissolution rate law and the role of surface layers in glass performance assessment[J]. J Nucl Mater, 2000, 298(1): 112–124.

[10] TANAKA H, KURAOKA K, YAMANAKA H, et al. Development and disappearance of microporous structure in acid treated E-glass fiber[J]. J Non-Cryst Solids, 1997, 215(2): 262–270.

[11] YANAGIDA S, HIRAYAMA K, IWASAKI K, et al. Adsorption and photocatalytic decomposition of gaseous 2-propanol using TiO_2-coated porous glass fiber cloth[J]. Catalysts, 2019, 9(1): 82–98.

[12] LI H, GU P, WATSON J, et al. Acid corrosion resistance and mechanism of E-glass fibers: Boron factor[J]. J Mater Sci, 2013, 48(8): 3075–3087.

[13] 祖群, 姚正庆, 李斌, 等. 酸沥滤纳硅酸盐玻璃制造高硅氧玻璃纤维性能的研究[J]. 玻璃纤维, 2004 (3): 1–4.
ZU Qun, YAO Zhengqing, LI Bin, et al. Fiber Glass(in Chinese), 2004(3): 1–4.

[14] SETINA J, AKISHINS V, PETERSONE L. Correlation of surface characteristics and thermal conductivity of high silica glass fibre materials[J]. Adv Mater Res, 2008, 39: 193–196.

[15] SOYKOK I F, SAYMAN O, PASINLI A. Effects of hot water aging on failure behavior of mechanically fastened glass fiber/epoxy composite joints[J]. Compos Part B: Eng, 2013, 54: 59–70.

[16] 王承遇, 陶瑛. 硅酸盐玻璃的风化[J]. 硅酸盐学报, 2003, 31(01): 78–85.
WANG Chengyu, TAO Yin. J Chin Ceram Soc, 2003, 31(01): 78–85.

[17] 常明, 武玉洁, 张海燕, 等. 硅氧树脂Si-O键伸缩振动模式ATR红外光谱研究[J]. 材料导报, 2015, 29(16): 67–71.
CHANG Ming, WU Yujie, ZHANG Haiyan, et al. Mater Rep(in Chinese), 2015, 29(16): 67–71.