

DOI: 10.13475/j.fzxb.20200805106

# 高中空生物质活性炭纤维制备及其对亚甲基蓝的吸附性能

程绿竹<sup>1</sup>, 王宗乾<sup>1</sup>, 王邓峰<sup>2</sup>, 申佳锟<sup>1</sup>, 李长龙<sup>1</sup>

(1. 安徽工程大学 纺织服装学院, 安徽 芜湖 241000;

2. 浙江理工大学 材料科学与工程学院, 浙江 杭州 310018)

**摘要** 为提高活性炭纤维对有色废水的吸附效率,以牛角瓜纤维为前驱体,采用磷酸活化、高温炭化工艺制备了具有高中空结构的活性炭纤维。采用扫描电镜/能谱仪、红外光谱仪等表征其微观形貌及化学结构,分析了所制备活性炭纤维对水溶液中亚甲基蓝的吸附性能与吸附机制。结果表明:牛角瓜活性炭纤维的平均中空度大于92%,具有粗糙表面和发达介孔结构,比表面积和平均孔径分别为1 244.812 m<sup>2</sup>/g和3.744 nm;活性炭纤维表面富含O、P元素,构成了活性表面;亚甲基蓝溶液(100 mg/L)的饱和吸附量为198.840 mg/g,该吸附满足准二级动力学方程,同时符合Freundlich模型,以多层吸附为主。

**关键词** 生物质活性炭纤维;牛角瓜纤维;亚甲基蓝;吸附;高中空结构;废水处理

中图分类号:TQ 424.1 文献标志码:A

## Preparation of highly hollow biomass-based activated carbon fiber and its adsorption property to methylene blue

CHENG Lüzhū<sup>1</sup>, WANG Zongqian<sup>1</sup>, WANG Dengfeng<sup>2</sup>, SHEN Jiakun<sup>1</sup>, LI Changlong<sup>1</sup>

(1. School of Textile and Garment, Anhui Polytechnic University, Wuhu, Anhui 241000, China;

2. School of Materials Science and Engineering, Zhejiang Sci-Tech University, Hangzhou, Zhejiang 310018, China)

**Abstract** In order to improve the adsorption efficiency of activated carbon fiber to colored wastewater, the activated carbon fibers with highly hollow structures were prepared, using the calotropis gigantea fiber as the precursor, by phosphoric acid activation and high temperature carbonization. The morphology, chemistry and pore structures of the calotropis gigantea activated carbon fiber were characterized systematically by scanning electron microscopy-energy dispersive spectrometer, Fourier transform infrared spectroscopy methods. Meanwhile, the adsorption properties and mechanism of carbon fibers to methylene blue were analyzed. The results show that the average hollow degree of calotropis gigantea activated carbon fiber is more than 92%, and the fiber also exhibits a rough surface and develops mesoporous structures with the specific surface area and average pore diameter of 1 244.812 m<sup>2</sup>/g and 3.744 nm, respectively. Moreover, the surface of carbon fiber is rich in elements O and P, which constitute the active surface of carbon fiber. The saturated adsorption capacity of the carbon fiber to methylene blue aqueous solution with initial mass concentration of 100 mg/L can reach 198.840 mg/g. The adsorption process to methylene blue follows the pseudo-second-order kinetic equation. The adsorption to methylene blue conforms to the Freundlich model, which is mainly multilayer adsorption.

**Keywords** biomass-based activated carbon fiber; calotropis gigantea fiber; methylene blue; adsorption; highly hollow structure; wastewater treatment

收稿日期:2020-08-10 修回日期:2020-11-09

**基金项目:**安徽省重点研究与开发计划项目(202004a06020055,201903a05020028);安徽省学术和技术带头人及后备人选学术科研资助项目(2020H218);芜湖市科技计划项目(2020yf51);安徽省高校学科(专业)中青年拔尖人才学术资助项目(gxbjZD2020075)

**第一作者:**程绿竹(1996—),女,硕士生。主要研究方向为生态染整技术与功能纺织品。

**通信作者:**王宗乾(1982—),男,教授,博士。主要研究方向为功能化纤维结构调控与成形技术。E-mail: wzqian@ahpu.edu.cn。

印染废水具有色度深、难降解以及排污量大等特点,属难处理的典型废水。尽管诸如膜分离、电化学、光催化、高级氧化等技术被相继开发并用于印染废水的处理<sup>[1-2]</sup>,但受制于净水效率低、投资大、使用与维护成本高等因素,难以大规模推广<sup>[3]</sup>。活性炭纤维具有比表面积高、活性基团丰富和孔隙结构发达等特点,是理想的净水吸附材料;活性炭纤维吸附具有使用便捷,吸附效率高,耐酸碱等特征,被认为是最具有竞争力的印染有色废水处理方法<sup>[4]</sup>。以低值和废弃生物质资源开发的生物质基活性炭纤维可用于有色废水的净化处理,协同解决资源高值化利用和环境治理问题,具有重要价值。

具有高中空结构的生物质活性炭纤维含有内外 2 个表面,相较于实芯活性炭纤维,比表面积显著增加,同时纤维薄壁更易形成分层多孔结构。Hina 等<sup>[5]</sup>采用相同活化热处理工艺制备了 6 种纤维素基活性炭纤维,其中的中空结构木棉活性炭纤维的比表面积远大于其他 5 种(棉、苧麻、竹纤维、粘胶、Lyocell)实芯活性炭纤维,其对亚甲基蓝的吸附值也最高;Wang 等<sup>[6]</sup>对比研究了由不同类型前驱体制备中空结构活性炭纤维的表面积结构参数,发现柳絮(生物质)中空活性炭纤维的比表面积最高,孔径分布集中。前期研究<sup>[7-8]</sup>表明,以高中空天然纤维作为前驱体,有利于增大活性炭纤维产物的比表面积,增加其吸附效能。

牛角瓜纤维是多年生灌木植物牛角瓜的种子(冠毛)纤维,资源丰富,纤维细长,轻质柔软,其成分主要由纤维素、木质素、半纤维素等组成,其中纤维素和木质素的占比超过 80%;更为突出的特征在于牛角瓜纤维具有高中空结构,其中空度大于 90%。目前牛角瓜纤维可用于御寒服的填充物,也可与其他纤维进行混纺,部分替代棉、蚕丝等<sup>[9]</sup>。近年来已有将牛角瓜纤维用于油剂<sup>[10]</sup>、重金属离子吸附<sup>[11]</sup>和抗生素<sup>[12]</sup>等水污染物吸附的文献报道。

活性炭纤维的比表面积、表面活性及孔隙分布是衡量其吸附性能的重要参数。预氧化和炭化温度控制对碳纤维的形成有很大影响,直接作用碳纤维的比表面积和孔隙形貌<sup>[13-14]</sup>。如前所述,牛角瓜纤维具有薄壁和高中空结构,是制备高中空活性炭纤维的理想前驱体,但目前尚缺少牛角瓜活性炭纤维制备及其吸附性能的系统研究。为此,本文以牛角瓜纤维为原料,并基于磷酸活化法及高温炭化方法制备活性炭纤维,并对其表面化学活性、微观结构和比表面积进行分析表征;在此基础上,将制备的牛角瓜活性炭纤维用于水溶液亚甲基蓝的吸附,测试吸附性能并探究吸附机制。本文针对牛角瓜活性炭纤

维的制备与吸附性能研究,可实现对天然生物质资源的高值化利用,符合绿色可持续发展理念,具有重要研究意义。

## 1 实验部分

### 1.1 实验原料及测试仪器

牛角瓜纤维(使用前经脱蜡处理),从市场购买;亚甲基蓝、磷酸、氢氧化钠、盐酸(分析纯,上海阿拉丁试剂公司);渗透剂 JFC-G(临沂市绿森化工有限公司)

Lambda 950 型紫外-可见分光光度计(美国 Perkin Elmer 公司);S-4800 型扫描电子显微镜(日本日立公司);Nicolet is 50 型傅里叶红外光谱仪(美国赛默飞世尔科技公司);NOVA 2000e 型比表面积及孔径分析仪(美国康塔公司);SK2 型真空管式马弗炉(合肥科晶有限公司);SHB-3 型真空循环抽滤泵(上海豫康科教仪器设备有限公司);DZF-6020 型真空干燥箱(上海金三发科学仪器有限公司)。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 牛角瓜活性炭纤维的制备

参照文献[7-8]中所述萝藦种毛活性炭纤维的制备方法,将 20 g 牛角瓜纤维浸渍于 500 mL 质量浓度为 1.5 g/L 的氢氧化钠溶液中,滴加 1.0 mL 渗透剂 JFC-G,常温振荡处理 24 h 以除去纤维表面蜡质及水溶性杂质;随后,将去除蜡质的牛角瓜纤维水洗至中性,并继续浸渍于体积分数为 30% 的磷酸溶液中活化处理 12 h;取出已活化的牛角瓜纤维并烘干,放置于管式马弗炉中,首先在 200 °C 下预氧化 2 h,再抽真空,以 10 °C/min 的速率升温至 600 °C,炭化 70 min,制得活性炭纤维;后置于浓度为 1 mol/L 的盐酸溶液中室温下浸泡 1 h,然后将碳纤维滤出充分水洗,经 40 °C 烘干,放置于干燥的密封袋中,用于测试表征以及对亚甲基蓝的吸附。

#### 1.2.2 亚甲基蓝吸附实验

预先配制不同浓度的亚甲基蓝水溶液。精确称取制备的活性炭纤维 50 mg 投放至上述不同浓度的待吸附溶液中,在 120 r/min 的转速下振荡吸附,吸附处理后的溶液经定性滤纸和 0.45 μm 滤膜过滤后,采用残液吸光度法测试制备牛角瓜活性炭纤维对染液的吸附性能。

### 1.3 测试与表征

#### 1.3.1 化学结构

采用 Nicolet 50 型傅里叶红外光谱仪对牛角瓜纤维及其活性炭纤维表征,待测样品经 KBr 压片,测试波数范围为 4 000~500 cm<sup>-1</sup>,分辨率为 32 s<sup>-1</sup>。

### 1.3.2 微观形貌及元素分布

采用扫描电子显微镜表征碳纤维的微观形貌。具体操作如下:待测样品平铺于导电胶上,经喷金处理后进行检测;同时采用X射线能谱仪(EDS)分析显微表面C、N、O、P等元素的分布状态。

### 1.3.3 比表面积及孔径分布

采用比表面积及孔径分析仪对待测样品进行测试,测试前,样品经充分研磨及金属镍网筛取处理,并在105℃条件下干燥24h去除水分,采用BET比表面积测试法由相对压力 $P/P_0$ 等于0.99时的 $N_2$ 吸附量计算总孔容,并通过BJH孔径分布测试法分析孔径分布<sup>[7]</sup>。

### 1.3.4 亚甲基蓝吸附性能

预先配制质量浓度梯度在1~15 mg/L的亚甲基蓝标准溶液,采用紫外-可见分光光度计测定上述标准溶液在665 nm处的吸光度值,依据亚甲基蓝浓度及对应吸光度值绘制标准曲线。

吸附量测试:测定吸附后亚甲基蓝溶液在665 nm处吸光度值,基于上述标准曲线求得溶液中残留的亚甲基蓝浓度,并按式(1)计算活性炭纤维的吸附量:

$$q = \frac{(C_0 - C_1) \times V}{m} \quad (1)$$

式中: $q$ 为活性炭纤维的亚甲基蓝吸附量,mg/g; $C_0$ 和 $C_1$ 分别为吸附前、吸附后溶液中亚甲基蓝的质量浓度,mg/L; $V$ 为待吸附的亚甲基蓝溶液体积,L; $m$ 为用于吸附实验的活性炭纤维质量,mg。

分别采用准一级(见式(2))、准二级动力学方程(见式(3))对该活性炭纤维吸附亚甲基蓝的动力学曲线进行拟合,计算相关参数。

$$\ln(Q_e - Q_t) = \ln Q_e - K_1 t \quad (2)$$

$$\frac{t}{Q_t} = \frac{1}{K_2 Q_e} + \frac{t}{Q_e} \quad (3)$$

式中: $Q_e$ 和 $Q_t$ 分别为平衡时和 $t$ 时刻活性炭纤维对亚甲基蓝的吸附量,mg/g; $K_1$ 和 $K_2$ 分别为准一级和准二级吸附速率常数。

进一步分别采用Langmuir(见式(4))和Freundlich(见式(5))分析了该活性炭纤维对亚甲基蓝的吸附模型。

$$\frac{1}{Q_e} = \frac{1}{Q_{\max}} + \frac{1}{K_L Q C_e} \quad (4)$$

$$\lg Q_e = \lg K_F + \lg C_e \times \frac{1}{n_F} \quad (5)$$

式中: $Q_e$ 为吸附量,mg/g; $Q_{\max}$ 为饱和吸附容量,mg/g; $C_e$ 为吸附平衡时亚甲基蓝浓度,mg/L; $K_L$ 为Langmuir方程常数,L/mg; $K_F$ 和 $n$ 为Freundlich方

程常数,被认为同饱和吸附量呈正相关。

Langmuir方程采用 $C_e/Q_e$ 对 $C_e$ 作直线, Freundlich方程采用 $\lg Q_e$ 对 $\lg C_e$ 作直线,绘制二者的线性拟合图,并依据拟合结果计算相关参数。

## 2 结果与讨论

### 2.1 活性炭纤维的微观形貌及元素分布分析

牛角瓜纤维及其活性炭纤维的微观形貌如图1所示。可以看出:牛角瓜纤维呈刚直状,没有卷曲,直径分布均匀;采用ImageJ软件分析,纤维直径集中分布在 $(20 \pm 2) \mu\text{m}$ 区间。牛角瓜纤维横截面呈近似圆形,具有高中空结构,纤维壁厚在1  $\mu\text{m}$ 以内,平均中空度高于92%。制备牛角瓜活性炭纤维保留了原有的高中空结构,但受磷酸活化及高温热处理影响,纤维横截面有所变形,呈不规则截面,由ImageJ软件计算其中空度仍高于92%。继续放大倍数进一步表征碳纤维的表面微观形貌可以看出,活性炭纤维表面极为粗糙,呈蓬松积炭状,密集分布有不同孔径的孔隙,产生该形貌的原因在于高温处理过程中,纤维素及木质素大分子发生脱水、热解和芳构化反应,释放出 $H_2O$ 、 $CO$ 、 $CO_2$ 等大量气体,气体小分子在溢出过程中形成了密布的孔隙形貌,显著提升了活性炭纤维的比表面积。

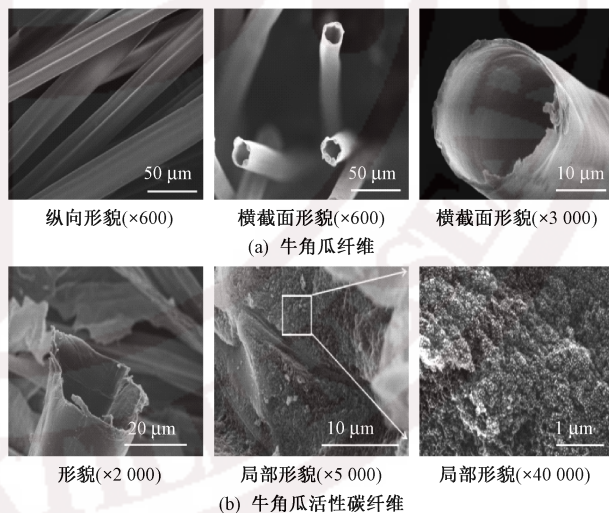


图1 牛角瓜及其活性炭纤维微观形貌

Fig.1 Morphology of calotropis gigantea fiber(a) and its activated carbon fiber(b)

进一步通过EDS对活性炭纤维表面元素分布情况进行表征,如图2所示。制备活性炭纤维表面分布有C、O和P元素,且P、O元素分布均匀,表明经磷酸活化处理,碳纤维结构中保留了丰富的含氧、含磷等杂原子基团,上述基团可能以C—O、O—P、C=O等形式存在,将共同构成富有活性的表面

结构。

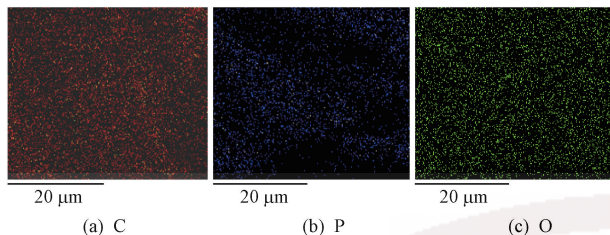


图 2 活性炭纤维表面元素分布

Fig.2 Surface element distribution of activated carbon fiber

## 2.2 活性炭纤维表面红外光谱分析

牛角瓜纤维及其活性炭纤维的红外谱图如图 3 所示。图中,牛角瓜纤维在  $3\ 340\ \text{cm}^{-1}$  处出现强吸收峰,归属于—OH 的伸缩振动,在  $2\ 900\ \text{cm}^{-1}$  附近出现弱吸附峰归属于 C—H 的伸缩振动, $1\ 640\ \text{cm}^{-1}$  处出现吸收峰是由 C=O 或 C=C 双键伸缩振动引起的, $1\ 730\ \text{cm}^{-1}$  处吸收峰应归属木质素的芳环振动,表明牛角瓜纤维含有木质素成分, $1\ 244\ \text{cm}^{-1}$  处对应木质素或半纤维素所含醛基、酮基、羧基、酯基等特征基团的振动吸收, $1\ 038\ \text{cm}^{-1}$  处则对应着纤维素结构中 C—O 的伸缩振动,是纤维素成分的重要标志<sup>[15]</sup>。

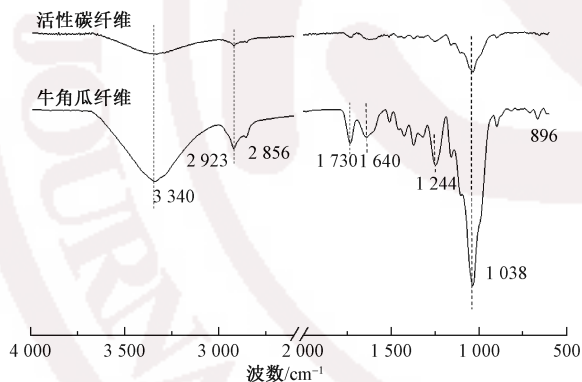


图 3 牛角瓜纤维及其活性炭纤维的红外光谱图

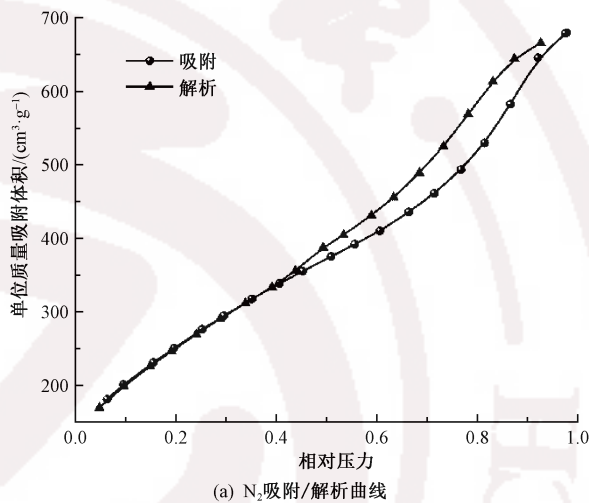
Fig.3 FT-IR spectra of calotropis gigantea fiber and its activated carbon fiber

牛角瓜活性炭纤维红外光谱曲线与原纤维存在显著差异,在  $1\ 800\sim 1\ 200\ \text{cm}^{-1}$  波段区间原本属于纤维素、木质素的红外特征峰减弱甚至消失,表明牛角瓜纤维主体成分均发生了热解、芳构化等反应,形成了以碳元素构成的骨架结构。不过活性炭纤维在  $3\ 340$ 、 $2\ 900$  以及  $1\ 038\ \text{cm}^{-1}$  处仍表现出特征吸收,表明碳纤维表面仍含有一定数量的活性基团,上述特征吸收亦可反映出 C—O、P—O、C=O、C=C 等活性基团的存在,这与碳纤维表面的元素分布相呼应。

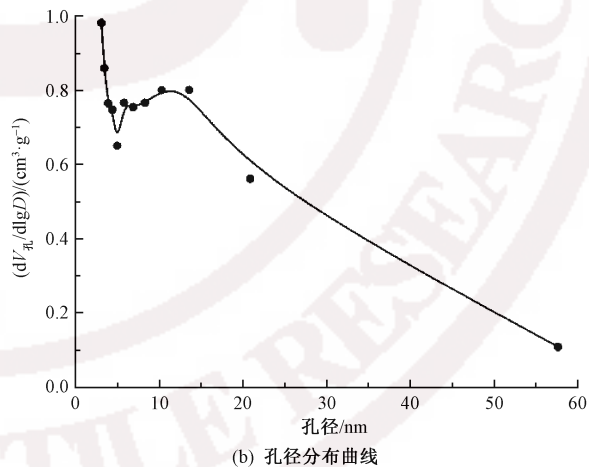
## 2.3 活性炭纤维比表面积及孔径分布分析

图 4 示出了牛角瓜活性炭纤维的  $\text{N}_2$  吸附/解析

曲线及孔径分布。图中  $V_{\text{孔}}$  为孔体积; $D$  为碳纤维中微孔的直径。由图 4(a)可知,曲线在低压和中压区域均呈上升趋势,在相对压力为  $0.43\sim 0.95$  区间内出现明显的滞后带,系与其具有的发达介孔结构有关;基于国际理论和应用化学联合会(IUPAC)分类,该吸附/解析曲线属于 IV 型,按文献[7]方法计算牛角瓜活性炭纤维的比表面积和孔容分别为  $1\ 244.812\ \text{m}^2/\text{g}$ 、 $0.976\ \text{cm}^3/\text{g}$ 。由图 4(b)看出,牛角瓜活性炭纤维的孔径集中分布在  $2\sim 15\ \text{nm}$  区间,直径大于  $20\ \text{nm}$  的孔隙分布较少,测算其平均孔径为  $3.744\ \text{nm}$ ,表明介孔是牛角瓜活性炭纤维孔隙的主要类型。



(a)  $\text{N}_2$  吸附/解析曲线



(b) 孔径分布曲线

图 4 牛角瓜活性炭纤维的  $\text{N}_2$  吸附/解析曲线及孔径分布

Fig.4  $\text{N}_2$  adsorption/desorption curve(a) and pore size distribution(b) of calotropis gigantea activated carbon fiber

## 2.4 对亚甲基蓝的吸附动力学分析

图 5 示出牛角瓜活性炭纤维对质量浓度为  $100\ \text{mg}/\text{L}$  的亚甲基蓝水溶液的吸附速率曲线。随着吸附时间的延长,曲线斜率趋缓,吸附速率逐渐下降,当吸附时间延长至  $60\ \text{min}$  时,吸附趋于平衡。

吸附 30 min 时对亚甲基蓝的吸附量即可达到 180.360 mg/g; 吸附平衡时, 亚甲基蓝的饱和吸附量可达 198.840 mg/g。综上可知, 高中空活性碳纤维具有内外 2 个表面, 相较于整芯活性碳纤维, 其比表面积显著增加, 将提高吸附量及吸附效率。研究表明, 当活性碳纤维的孔径接近或略大于吸附质粒径时将表现出最高的吸附效率<sup>[16-17]</sup>, 溶解到水中的染料分子(离子)的三维量度通常为(1~3) nm×(0.5~2) nm×0.3 nm, 其粒径随染料分子结构的复杂程度逐渐增加, 且染料分子在水溶液中聚集会形成更大尺寸的聚集体; 本文实验中, 牛角瓜活性碳纤维的孔隙以介孔为主, 其孔径与水溶液中亚甲基蓝分子/聚集体的粒径相匹配, 因此表现出了较高的吸附效率。

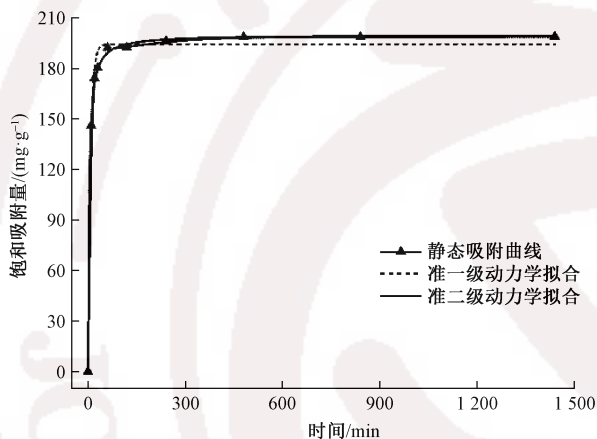


图 5 亚甲基蓝的吸附速率曲线

Fig.5 Adsorption rate curve of methylene blue

分别按照准一级、准二级动力学方程对上述吸附速率曲线进行拟合, 拟合参数如表 1 所示。其中准二级动力学曲线的拟合系数  $R^2 = 0.999$ , 具有很好的拟合度, 2 条曲线几乎完全重合, 表明牛角瓜活性碳纤维对亚甲基蓝的吸附满足准二级动力学方程, 即染料分子首先吸附于活性碳纤维表面, 同时向碳纤维孔隙内部逐步扩散<sup>[18]</sup>; 参照准二级动力学方程计算亚甲基蓝的理论平衡吸附量为 200.024 mg/g。

表 1 亚甲基蓝吸附曲线拟合动力学参数

Tab.1 Fitting kinetic parameters of methylene blue adsorption curve

准一级动力学方程拟合			准二级动力学方程拟合		
$Q_e /$ ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ )	$K_1 /$ $\text{min}^{-1}$	$R_1^2$	$Q_e /$ ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ )	$K_2 /$ $\text{min}^{-1}$	$R_2^2$
194.376	0.129	0.992	200.024	0.001 4	0.999

图 6 示出牛角瓜活性碳纤维对亚甲基蓝水溶液的吸附等温线, 同时分别采用 Langmuir 和 Freundlich 模型对其进行拟合。牛角瓜活性碳纤维吸附亚甲基蓝的等温线可大致分为 2 个阶段: 第 1

阶段为激增阶段, 曲线斜率较高; 第 2 阶段为缓慢上升阶段, 攀升速率逐渐趋缓, 但仍处于上升趋势。分别采用 Langmuir、Freundlich 模型对该等温线进行拟合, 参数如表 2 所示。发现 Freundlich 模型的拟合系数远高于 Langmuir 拟合系数, 表明牛角瓜活性碳纤维对亚甲基蓝水溶液的吸附更贴近于 Freundlich 模型, 即在水溶液中, 活性碳纤维对亚甲基蓝分子的吸附并非单分子层吸附, 而是以多层吸附为主<sup>[19-20]</sup>, 这与高中空活性碳纤维的结构及表面特征是一致的, 首先碳纤维的活性表面可与染料分子产生范德瓦耳斯力、氢键等作用力发生吸附, 但随着染料分子在纤维表面浓度的增加, 将逐渐向孔隙内部迁移, 最终形成多层多梯度吸附模式, 吸附过程还将受染料分子浓度、染料分子极性、分子结构类型等因素影响, 吸附机制较为复杂。

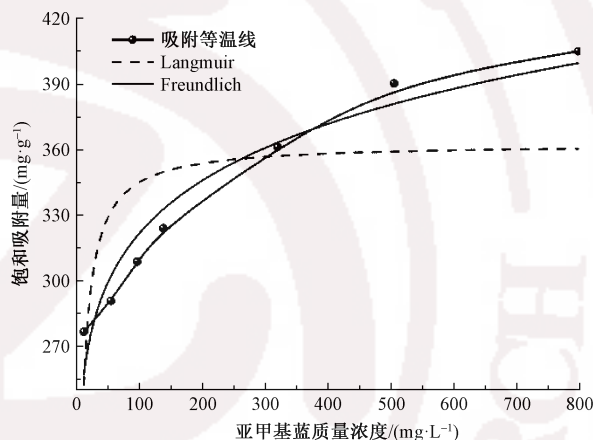


图 6 亚甲基蓝的吸附等温线

Fig.6 Adsorption isotherm of methylene blue

表 2 吸附模型拟合参数

Tab.2 Isotherm model fitting parameters

Langmuir			Freundlich		
$Q_{\text{max}} /$ ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ )	$K_L$	$R^2$	$n_F$	$K_F$	$R^2$
362.738	0.195	0.418	9.581	198.916	0.932

### 3 结 论

1) 采用磷酸活化、高温炭化工艺制备牛角瓜活性碳纤维, 部分保留中空管状结构, 表面粗糙并存在明显刻蚀; 同时, 碳纤维表面存在 C、O 和 P 元素分布, 并构成活性官能团。所制备碳纤维具有发达孔隙结构, 其平均孔径为 3.744 nm, 比表面积及孔容分别可达 1 244.812  $\text{m}^2/\text{g}$  和 0.976  $\text{cm}^3/\text{g}$ 。

2) 将所制备牛角瓜活性碳纤维应用于亚甲基蓝染液吸附, 其对于 100 mg/L 的亚甲基蓝水溶液可在 60 min 内即可快速达到吸附平衡, 平衡吸附量

为 198.840 mg/g,符合准二级动力学方程;活性炭纤维对亚甲基蓝的吸附模型更接近于 Freundlich 模型,以多层吸附为主。

**FZXB**

### 参考文献:

- [ 1 ] TAVANGR T, JALALI K, SHAHMIRZADI M A A, et al. Toward real textile wastewater treatment: membrane fouling control and effective fractionation of dyes/inorganic salts using a hybrid electrocoagulation nanofiltration process [ J ]. *Separation and Purification Technology*, 2019, 216: 115-125.
- [ 2 ] SUHADOLNIK L, POHAR A, NOVAK U, et al. Continuous photocatalytic, electrocatalytic and photoelectrocatalytic degradation of a reactive textile dye for wastewater-treatment processes: batch, microreactor and scaled-up operation [ J ]. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 2019, 72: 178-188.
- [ 3 ] PLAKAS K V, TAXINTRI A, KARABELAS A J. Enhanced photo-catalytic performance of activated carbon fibers for water treatment [ J ]. *Water*, 2019, 11(9): 1794.
- [ 4 ] LI W, MU B, YANG Y. Feasibility of industrial-scale treatment of dye wastewater via bio-adsorption technology [ J ]. *Bioresource Technology*, 2019, 277: 157-170.
- [ 5 ] HINA K, ZOU H, QIAN W, et al. Preparation and performance comparison of cellulose-based activated carbon fibers [ J ]. *Cellulose*, 2018, 25(1): 607-617.
- [ 6 ] WANG K, SONG Y, YAN R, et al. High capacitive performance of hollow activated carbon fibers derived from willow catkins [ J ]. *Applied Surface Science*, 2017, 394: 569-577.
- [ 7 ] WANG D, WANG Z, ZHENG X, et al. Activated carbon fiber derived from the seed hair fibers of *Metaplexis japonica*: novel efficient adsorbent for methylene blue [ J ]. *Industrial Crops and Products*, 2020, 148: 112319.
- [ 8 ] 王邓峰,王宗乾,应丽丽,等. 苧麻绒活性炭纤维的制备及其对亚甲基蓝的吸附性能 [ J ]. *精细化工*, 2020, 37(4): 800-807.  
WANG Dengfeng, WANG Zongqian, YING Lili, et al. Preparation of activated carbon fiber from nodding euphorbia and its adsorption property to methylene blue [ J ]. *Fine Chemical Engineering*, 2020, 37(4): 800-807.
- [ 9 ] 罗艳,江慧,汪军. 牛角瓜纤维混纺纱的开发 [ J ]. *棉纺织技术*, 2016, 44(4): 56-58.  
LUO Yan, JIANG Hui, WANG Jun. Development of calotropis gigantea fiber blended yarn [ J ]. *Cotton Textile Technology*, 2016, 44(4): 56-58.
- [ 10 ] ZHENG Y, CAO E, TU L, et al. A comparative study for oil-absorbing performance of octadecyl trichlorosilane treated *Calotropis gigantea* fiber and kapok fiber [ J ]. *Cellulose*, 2017, 24(2): 989-1000.
- [ 11 ] CAO E, DUAN W, YI L, et al. Poly ( m-phenylenediamine ) functionalized *Calotropis gigantea* fiber for coupled adsorption reduction for Cr ( VI ) [ J ]. *Journal of Molecular Liquids*, 2017, 240: 225-232.
- [ 12 ] DUAN W, LI M, XIAO W, et al. Enhanced adsorption of three fluoroquinolone antibiotics using polypyrrole functionalized *Calotropis gigantea* fiber [ J ]. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2019, 574: 178-187.
- [ 13 ] 张泽,徐卫军,康宏亮,等. 高性能聚丙烯腈基碳纤维制备技术几点思考 [ J ]. *纺织学报*, 2019, 40(12): 152-161.  
ZHANG Ze, XU Weijun, KANG Hongliang, et al. Considerations on preparation technology of high performance polyacrylonitrile based carbon fiber [ J ]. *Journal of Textile Research*, 2019, 40(12): 152-161.
- [ 14 ] 李树锋,程博闻,罗永莎,等. 聚丙烯腈基活性中空碳纳米纤维制备及其性能 [ J ]. *纺织学报*, 2019, 40(10): 1-6.  
LI Shufeng, CHENG Bowen, LUO Yongsha, et al. Preparation and properties of polyacrylonitrile-based active hollow carbon nanofibers [ J ]. *Journal of Textile Research*, 2019, 40(10): 1-6.
- [ 15 ] WANG Z, WANG D, WANG M, et al. *Metaplexis japonica* seed hair fiber: a member of natural hollow fibers and its characterization [ J ]. *Textile Research Journal*, 2019, 89(21): 4363-4372.
- [ 16 ] DU Y, CHEN H, XU X, et al. Surface modification of biomass derived toluene adsorbent: hierarchically porous characterization and heteroatom doped effect [ J ]. *Microporous and Mesoporous Materials*, 2020, 293: 109831.
- [ 17 ] LIANG Q, LIU Y, CHEN M, et al. Optimized preparation of activated carbon from coconut shell and municipal sludge [ J ]. *Materials Chemistry and Physics*, 2020, 241: 122327.
- [ 18 ] CHANG M Y, JUANG R S. Adsorption of tannic acid, humic acid, and dyes from water using the composite of chitosan and activated clay [ J ]. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2004, 278(1): 18-25.
- [ 19 ] 徐春霞,降帅,韩阜益,等. 纤维素纳米纤维素气凝胶制备及其对亚甲基蓝的吸附性能 [ J ]. *纺织学报*, 2019, 40(10): 20-25.  
XU Chunxia, JIANG Shuai, HAN Fuyi, et al. Preparation of cellulose nanofibrils aerogel and its adsorption of methylene blue [ J ]. *Journal of Textile Research*, 2019, 40(10): 20-25.
- [ 20 ] 蒋煜峰,温红,张前,等. 环丙沙星在黄土中的吸附机制及影响因素 [ J ]. *中国环境科学*, 2019, 39(10): 4262-4269.  
JIANG Yufeng, WEN Hong, ZHANG Qian, et al. Adsorption mechanism and influencing factors of ciprofloxacin in loess [ J ]. *China Environmental Science*, 2019, 39(10): 4262-4269.