

Abstract of thesis presented to the Senate of Universiti Malaysia Terengganu in fulfilment of the requirements for the degree of Doctor of Philosophy

**FABRICATION AND OPTIMIZATION OF LOW-COST NATURAL BALL CLAY CERAMIC MEMBRANE USING DESIGN OF EXPERIMENT (DOE) FOR AQUACULTURE WASTEWATER TREATMENT**

**FAZUREEN AZAMAN**

**MAC 2024**

**Main Supervisor : Associate Professor Asmadi Ali @ Mahmud, Ph.D.**

**Co- Supervisor : Wan Rafizah Wan Abdullah @ Wan Abd. Rahman, Ph.D.**

**Co- Supervisor : Mohd Al Amin Muhamad Nor, Ph.D.**

**Co- Supervisor : Associate Professor Mohd Hasmizam Razali, Ph.D.**

**Faculty : Faculty of Ocean Engineering Technology**

There is a limited number of studies done by researchers on the fabrication of ceramic membranes using design of experiment (DOE). Most of them use central composite design (CCD) as DOE for the optimization process without going through the screening process first. The aim of this study is to investigate the feasibility of using natural ball clay (NBC) and sawdust as starting materials in ceramic membrane fabrication via full factorial design (FFD) for the screening and optimization process. Flat rectangular ceramic membranes were made from NBC, sawdust, water, and additives agent using a modified slip casting technique based on the formulation given by FFD. The screening result obtained that only the particle size and percentage of sawdust were statistically influential for both the porosity and mechanical strength of the NBC ceramic membrane and were applied in the optimization process. The optimal process conditions obtained were 5 wt% of a percentage of sawdust and 63  $\mu\text{m}$  particle size of sawdust with desirability of 0.9089. The optimized NBC ceramic membrane had 5.59 % of total linear shrinkage, 38.03 % of porosity, 1.32 % of density, 5.33 MPa of mechanical strength, and 61.42 to 297.22  $\text{L}/\text{m}^2\text{h}$  for pressure of 1 to 5 bars of pure water flux. In the chemical resistance test, it was found that the optimized NBC

ceramic membrane exhibited better corrosion resistance in both acidic and alkaline solutions. Scanning electron microscope (SEM) characterization demonstrated that the membrane surface did not present any cracks and the number of pores increased with the increase of a percentage of sawdust. In the aquaculture treatment, the results showed a good efficiency removal of turbidity (~ 97 %), total phosphorus (TP) (~ 86 %), orthophosphate (~ 89 %), nitrite (~ 80 %), nitrate (~ 63 %), nitrogen ammonia (NA) (~ 88 %), and total nitrogen (TN) (~ 65 %) were achieved at a pressure of 1 bar and 3 bar. The concentration of total dissolved solid (TDS) and dissolved oxygen (DO) become decreased (from 319.8 to around 170 ppm) and increased (from 3.13 to around 8 mg/L), respectively after treatment. As an ultrafiltration membrane, the optimized NBC ceramic membrane was successfully performed in aquaculture treatment.

Abstrak tesis yang dikemukakan kepada Senat Universiti Malaysia Terengganu sebagai memenuhi keperluan untuk Ijazah Doktor Falsafah

**PEMBUATAN DAN PENGOPTIMUMAN MEMBRAN SERAMIK KOS RENDAH TANAH LIAT BEBOLA ASLI MENGGUNAKAN REKA BENTUK EKSPERIMEN (DOE) UNTUK RAWATAN AIR SISA AKUAKULTUR**

**FAZUREEN AZAMAN**

**MAC 2024**

**Penyelia Utama : Profesor Madya Asmadi Ali @ Mahmud, Ph.D.**

**Penyelia Bersama : Wan Rafizah Wan Abdullah @ Wan Abd. Rahman, Ph.D.**

**Penyelia Bersama : Mohd Al Amin Muhamad Nor, Ph.D.**

**Penyelia Bersama : Profesor Madya Mohd Hasmizam Razali, Ph.D.**

**Fakulti : Fakulti Teknologi Kejuruteraan Kelautan**

Terdapat beberapa kajian yang dilakukan oleh penyelidik mengenai pembuatan membran seramik menggunakan reka bentuk eksperimen (DOE). Kebanyakan mereka menggunakan reka bentuk komposit pusat (CCD) sebagai DOE untuk proses pengoptimuman tanpa melalui proses saringan terlebih dahulu. Objektif kajian ini adalah untuk mengkaji kebolehlaksanaan penggunaan tanah liat bebola asli (NBC) dan habuk papan sebagai bahan utama dalam pembuatan membran seramik melalui reka bentuk faktorial penuh (FFD) untuk proses saringan dan pengoptimuman. Segi empat tepat rata membran seramik diperbuat daripada tanah liat bebola asli, habuk papan, air, dan agen aditif menggunakan teknik modifikasi tuangan slip berdasarkan formulasi yang diberikan oleh FFD. Keputusan saringan memperoleh bahawa hanya saiz zarah dan peratusan habuk papan yang berpengaruh secara statistik untuk kedua-dua keliangan dan kekuatan mekanikal membran seramik NBC dan digunakan dalam proses pengoptimuman. Keputusan yang diperolehi mendapati proses yang optimum ialah 5 wt% peratusan habuk papan dan saiz zarah 63  $\mu\text{m}$  habuk papan dengan kesesuaian 0.9089. Membran seramik NBC yang dioptimumkan mempunyai 5.59 % jumlah pengecutan linear, 38.03 % keliangan, 1.32 % ketumpatan, 5.33 MPa kekuatan

mekanikal, dan 61.42 hingga 297.22 L/m<sup>2</sup>j untuk tekanan 1 hingga 5 bar fluks air tulen. Dalam ujian rintangan kimia, keputusan yang diperolehi menunjukkan bahawa membran seramik NBC yang dioptimumkan mempunyai rintangan kakisan yang baik dalam kedua-dua larutan berasid dan beralkali. Selain itu, pencirian mikroskop elektron pengimbas (SEM) menunjukkan bahawa permukaan membran tidak menunjukkan sebarang keretakan dan bilangan liang membrane meningkat dengan peningkatan peratusan habuk papan yang digunakan. Dalam rawatan akuakultur, keputusan menunjukkan kecekapan yang baik untuk menyingkirkan kekeruhan (~ 97 %), jumlah fosfat (TP) (~ 86 %), ortofosfat (~ 89 %), nitrit (~ 80 %), nitrat (~ 63 %), ammonia nitrogen (NA) (~ 88 %), dan jumlah nitrogen (TN) (~ 65 %) yang dicapai pada tekanan 1 bar dan 3 bar. Kepekatan jumlah pepejal terlarut (TDS) dan oksigen terlarut (DO) menjadi berkurangan (dari 319.8 kepada 170 ppm) dan meningkat (daripada 3.13 kepada sekitar 8 mg/L), masing-masing selepas rawatan. Sebagai membran penapisan ultra, membran seramik NBC yang dioptimumkan telah berjaya digunakan dalam rawatan akuakultur.