

MEMBRAN TAK SIMETRI POLIAKRILONITRIL UNTUK PENYINGKIRAN MALAKIT HIJAU DARIPADA AIR SISA

(ASYMMETRICAL MEMBRAN OF POLYACRYLONITRILE FOR THE REMOVAL OF GREEN MALACHITE FROM WASTEWATER)

NURUL FAKHRIAH ISMAIL¹, LOO KOOI KEAT¹ & RIZAFIZAH OTHAMAN^{1,2} *

¹Program Pengajian Sains Kimia dan Teknologi Makanan, Universiti Kebangsaan Malaysia

²Pusat Penyelidikan Polimer (PORCE), Universiti Kebangsaan Malaysia

43600 UKM Bangi, Selangor, MALAYSIA

*Pengarang utama: rizafizah@ukm.edu.my

ABSTRAK

Malakit Hijau (MG) adalah pewarna yang mempunyai kumpulan amino, imino dan boleh bercampur dengan asid tak berwarna, seperti asid hidroklorik atau asid sulfurik. Pewarna ini umumnya digunakan pewarnaan dan percetakan batik, sutera, kulit dan kertas. Namun, ianya adalah toksik. Oleh itu, air sisa yang mempunyai MG perlu dirawat sebelum dilepaskan ke saliran. Kajian ini dijalankan adalah untuk menghasilkan membran tak simetri poliakrilonitril (PAN) untuk menyingkirkan MG dan seterusnya melakukan beberapa pencirian bagi memilih membran yang terbaik. Membran PAN dihasilkan menggunakan kaedah pisau tebaran dan penyongsangan fasa iaitu merendamkan membran dalam air suling bagi menghasilkan liang lalu membran dikeringkan. Beberapa pencirian fizikokimia telah dilakukan iaitu spektroskopi inframerah transformasi Fourier-pantulan penuh (ATR- FTIR), Mikroskopi Imbasan Elektron Medan Pancaran (FESEM), ujian ketelapan air suling dan ujian kapasiti air. Kajian ini telah berjaya menghasilkan membran PAN tak simetri yang dapat dibuktikan berdasarkan analisis FESEM ke atas keratan rentas membran. Pencirian FTIR juga membuktikan bahawa hanya berlaku interaksi fizikal antara membran PAN dan MG kerana kumpulan berfungsi sebelum dan selepas rawatan dengan MG adalah hampir sama. Berdasarkan ujian ketelapan juga diketahui bahawa membran yang mempunyai kepekatan yang tinggi menghasilkan liang yang sedikit. Bacaan konduktiviti yang direkod juga membuktikan membran PAN boleh digunakan untuk merawat air sisa yang mengandungi MG di mana peratusan penyingkiran bagi 10 ppm ialah 27.0 %, 20 ppm sebanyak 18.4 % dan 50 ppm sebanyak 41.3 %.

Kata kunci: Malakit hijau, membran, penyongsangan fasa

ABSTRACT

Malachite Green (MG) is a dye that has amino group, imino and can be mixed with colorless acid, such as hydrochloric acid or sulfuric acid. The dye is generally used for batik, silk, leather and paper colouring and printing. However, it is toxic. Therefore, it is a must to treat the wastewater containing MG before discharging to waterways. The objectives of the study were to produce asymmetrical polyacrylonitrile (PAN) membranes for the treatment of MG-contained wastewater and some analysis to choose the best membrane. PAN membrane was produced using casting knife technique and phase inversion method, by immersing the membrane in distilled water to produce the pores. Some physicochemical characterizations were carried out using Fourier-transform infrared spectroscopy – attenuated total reflectance (ATR- FTIR), Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM), water permeability and water capacity test. This research has resulted in an asymmetrical PAN membrane as proven by FESEM analysis on the cross-section of the membran. FTIR showed that MG was merely physically interacted with the PAN membrane since the functional groups before and after the treatment with MG was almost the same. Based on water permeability test, it was also known that the membrane with high concentration produced little pores. PAN membrane was proven applicable in treating malachite green-contained wastewater with the removal percentage of 27.0% for 10 ppm, 18.4% for 20 ppm and 41.3% for 50 ppm.

Keywords: Malachite green, membrane, phase inversion

PENGENALAN

Pemisahan pewarna daripada air adalah sangat penting kerana air mudah dipengaruhi oleh pewarna walaupun kepekataannya adalah sangat kecil. Kebanyakan pewarna yang tidak boleh terurai dalam alam semulajadi akan menjejaskan aktiviti fotosintesis dalam sistem akuatik dengan mengurangkan penembusan cahaya (Garg et al. 2003).

MG adalah pewarna yang sering digunakan secara meluas dalam industri akuakultur sebagai biosid dan juga dalam industri sutera, bulu, kapas, kulit dan kertas. Walaupun penggunaannya luas, MG adalah sebatian yang sangat kontroversi kerana sifat toksiknya yang boleh menyebabkan karsinogenesis, mutagenesis dan teratogenesis. Pewarna yang dihasilkan daripada air sisa tekstil juga mempunyai rintangan terhadap cahaya, pH dan serangan mikroba. Hal ini menyebabkan pewarna kekal di alam sekitar dalam tempoh yang lama seterusnya mengganggu ekosistem (Subki et al. 2015). Oleh itu, penyingkiran MG pewarna daripada air sisa sebelum dilepaskan adalah sangat penting dan diperlukan (Zhang et al. 2012).

Penggunaan membran dengan ketelapan dan selektiviti yang tinggi adalah penting untuk kegunaan industri. Beberapa kaedah untuk penyediaan membran boleh digunakan untuk meningkatkan prestasi pemisahan. Membran tak simetri yang nipis dan permukaan yang padat, disokong dengan liang pada permukaan bawah merupakan antara pilihan yang terbaik untuk pemisahan kerana selektiviti membran dan kadar ketelapan yang tinggi. Pemisahan membran memberi banyak kelebihan seperti kurang tenaga, tidak memberi impak kepada persekitaran dan tidak menggunakan modal yang tinggi (Mousavi et al. 2012). Terdapat beberapa kaedah dalam menghasilkan membran polimer berliang seperti pensinteran, regangan dan proses penyongsangan fasa (Feijen et al. 1996). Kebanyakan membran polimer dengan struktur berliang disediakan menggunakan teknik penyongsangan fasa. Pertukaran pelarut dan bukan pelarut antara muka menyebabkan pemisahan fasa dengan filem polimer di mana dapat menghasilkan pelbagai ciri struktur simetri atau tak simetri (Azari et al. 2010).

Poliakrilonitril (PAN) adalah antara polimer yang digunakan secara meluas untuk rawatan air, penapisan ultra, immobilisasi enzim dan peruapan kerana mempunyai sifat mekanikal yang baik, kestabilan kimia, kestabilan haba, dan ketahanan terhadap pelarut yang baik (Shekarian et al. 2012). PAN juga berpotensi dalam tindak balas kimia di mana boleh meningkatkan ciri-ciri permukaan. Ciri-ciri dominan PAN adalah merupakan kumpulan polar nitril yang mempunyai momen dwikutub yang tinggi menyebabkan polimer ini hanya larut dalam pelarut yang sangat polar. Interaksi kumpulan nitril (CN) yang hadir dalam PAN menghasilkan beberapa ciri-ciri fizikal seperti takat peleburan tinggi, kekakuan yang tinggi dalam menghadapi rintangan pelarut (Lanchat et al. 2009). Objektif kajian ini adalah untuk menyediakan membran tak simetri PAN pada nisbah yang berbeza menggunakan kaedah penyongsangan fasa. Pencirian fizikokimia membran PAN yang tak simetri terhadap kehadiran liang, ketelapan dan kapasiti air juga ingin diketahui dan seterusnya ingin mengkaji potensi membran tak simetri PAN terhadap pewarna MG dengan menggunakan sel ketelapan.

BAHAN DAN KAEDAH

Bahan kimia dan peralatan

Bahan kimia yang digunakan dalam kajian ini adalah poliakrilonitril (PAN), dimetilformamida (DMF) sebagai pelarut dan malakit hijau sebagai pewarna. Sampel membran dihasilkan menggunakan pisau tebaran (Elcometer 3580). Sampel membran dicirikan menggunakan Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier Pantulan Penuh (ATR-FTIR) model Perkin Elmer Spectrum BX. Morfologi membran dianalisis menggunakan mikroskop imbasan elektron jenis pancaran medan (FESEM) model SUPRA 55VP. Kadar fluks bagi membran juga dianalisis menggunakan sel penurasan model Sterlitech (HP 4750).

Penyediaan membran

PAN dilarutkan dalam DMF mengikut komposisi PAN:DMF 5:95 wt/wt %, 8:92 wt/wt %, 10:90 wt/wt % dan 12:82 wt/wt %. Larutan dikacau sehingga homogen selama 2 jam dan dibiarkan pada suhu bilik selama 30 minit untuk nyahgas. Larutan yang disediakan dituang ke atas plat kaca lalu ditebarkan menggunakan pisau tebaran pada ketebalan membran 0.20 mm. Sampel ini direndam dalam air suling selama 1 minit bagi proses pertukaran pelarut sehingga membran terpisah daripada plat kaca. Membran ini dibiarkan kering pada suhu bilik dan disimpan sehingga kajian selanjutnya.

Analisis Spektroskopi Inframerah (ATR-FTIR)

Analisis Spektroskopi Inframerah dilakukan untuk mengetahui kumpulan berfungsi yang hadir dalam sampel membran PAN. Analisis ini dijalankan menggunakan teknik Fourier Transform Infrared (FTIR) model Perkin Almer 2009 (*Spectrum 400*) dengan julat antara 400 cm^{-1} sehingga 4000 cm^{-1} . Membran PAN diletakkan di atas pemegang sampel dan kemudian dipancarkan dengan sinar IR melalui permukaan membran. Kumpulan berfungsi yang hadir dikaji melalui penghasilan jalur-jalur serapan inframerah.

Pemeriksaan Morfologi

Analisis ini dilakukan untuk menentukan struktur permukaan dan juga keratan rentas membran. Analisis morfologi ini dijalankan menggunakan mikroskop imbasan elektron medan pancaran (FESEM) Model Zeiss 2013 (*Merlin Complex*). Sampel membran dicelup dalam cecair nitrogen dan dipatahkan untuk menjalankan pencirian keratan membran ini. Sampel membran ini kemudian disalutkan dengan emas menggunakan kebuk penyalutan dalam keadaan vakum sebelum analisis dijalankan. Permukaan membran ini ditanda terlebih dahulu sebelum analisis dijalankan supaya permukaan membran yang terdedah permukaan air dan atas plat kaca dapat dikenalpasti bagi mengukuhkan lagi pencirian yang seterusnya. Pelbagai magnifikasi dijalankan untuk mendapatkan pemerhatian tentang permukaan membran dan keratan rentas membran bagi menentukan kehadiran liang pada membran serta seterusnya membuktikan bahawa membran ini dapat menghasilkan keratan rentas yang tidak simetri.

Ujian Kapasiti Air

Ujian ini dilakukan untuk mengetahui jumlah peratusan air yang terperangkap pada membran. Ujian ini dilakukan dengan merendamkan membran di dalam bekas yang berisi 100mL air selama 15 minit. Kaedah ini diulang sebanyak tiga kali bagi mendapatkan purata serapan air yang terbaik (Devi et al., 2004). Sifat hidrofobik dan hidrofilik membran juga boleh ditentukan menggunakan kaedah ini. Nisbah peratusan air yang diserap oleh membran dikira dengan menggunakan Persamaan 1.

$$\text{Kapasiti Penyerapan Air, } W = \frac{m_f - m_i}{m_i} \times 100 \% \quad (1)$$

Di mana

m_f = berat sampel selepas ujian penyerapan air

m_i = berat asal sampel sebelum ujian penyerapan air

Ujian Ketelapan Membran Terhadap Air

Sistem sel penurasan berpengacau hujung bertutup model Sterlitech (HP 4750) disambungkan dengan gas nitrogen. Ujian ketelapan air digunakan untuk menentukan fluks dan ketelapan membran PAN terhadap air. Penentuan fluks dan ketelapan air dijalankan dengan menggunakan 250mL air suling dalam tekanan yang sama iaitu 1 bar. Luas permukaan membran yang aktif adalah 14.6 cm^2 dan ujian ini dijalankan pada suhu bilik. Isipadu air yang ditelap diukur dan direkod setiap minit selama 10 minit bagi setiap ujian. Pengiraan nilai fluks air untuk membran ditentukan menggunakan Persamaan 2.

$$\text{Fluks, } J = \frac{Q}{AT} \quad (2)$$

Di mana,

J = Fluks larutan sampel ($\text{L.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$)

Q = Jumlah isipadu larutan terawat dalam masa t

A = Luas permukaan membran ($1.46 \times 10^{-3}\text{ m}^2$)

T = Masa ujikaji (jam)

Ujian Ketelapan Membran Terhadap Pewarna Malakit Hijau (MG)

Ujian ketelapan membran terhadap pewarna MG dilakukan untuk menentukan nilai fluks berdasarkan kepekatan pewarna. Penentuan fluks ini dijalankan menggunakan pewarna MG mengikut kepekatan yang berbeza iaitu 5,10, 20 dan 50 ppm. Ujian ini adalah sama seperti ujian ketelapan terhadap air suling di mana permukaan membran yang aktif ialah 14.6 cm^2 , dilakukan pada suhu bilik dan tekanan yang digunakan juga adalah malar iaitu 1 bar. Pengiraan nilai fluks MG juga menggunakan Persamaan 2. Graf bagi fluks melawan kepekatan awal pewarna diplot dan seterusnya ketelapan membran dapat diketahui berdasarkan kecerunan yang diperolehi.

Ujian Nyahwarna Pewarna Malakit Hijau

Ujian nyahwarna pewarna MG dilakukan adalah untuk mengetahui peratusan penyingkiran pewarna MG iaitu dengan menganalisis sampel sebelum dan selepas rawatan. Penyingkiran pewarna MG daripada membran PAN bagi setiap kepekatan dilakukan dengan menggunakan meter konduktiviti. Suhu diawasi dalam pengambilan bacaan konduktiviti dan dikawal dalam julat $\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$ bagi mendapatkan keputusan analisis yang tepat. Peratusan penyahwarna pewarna MG dilakukan dengan menggunakan Persamaan 3

$$\text{Penyahwarna Pewarna MG} = \frac{C_0 - C_t}{C_t} \times 100 \quad (3)$$

Di mana,

C_0 = Kepekatan larutan pewarna MG dalam suapan, ppm

C_t = Kepekatan larutan pewarna MG pada telapan, ppm

HASIL DAN PERBINCANGAN

Pemerhatian sampel

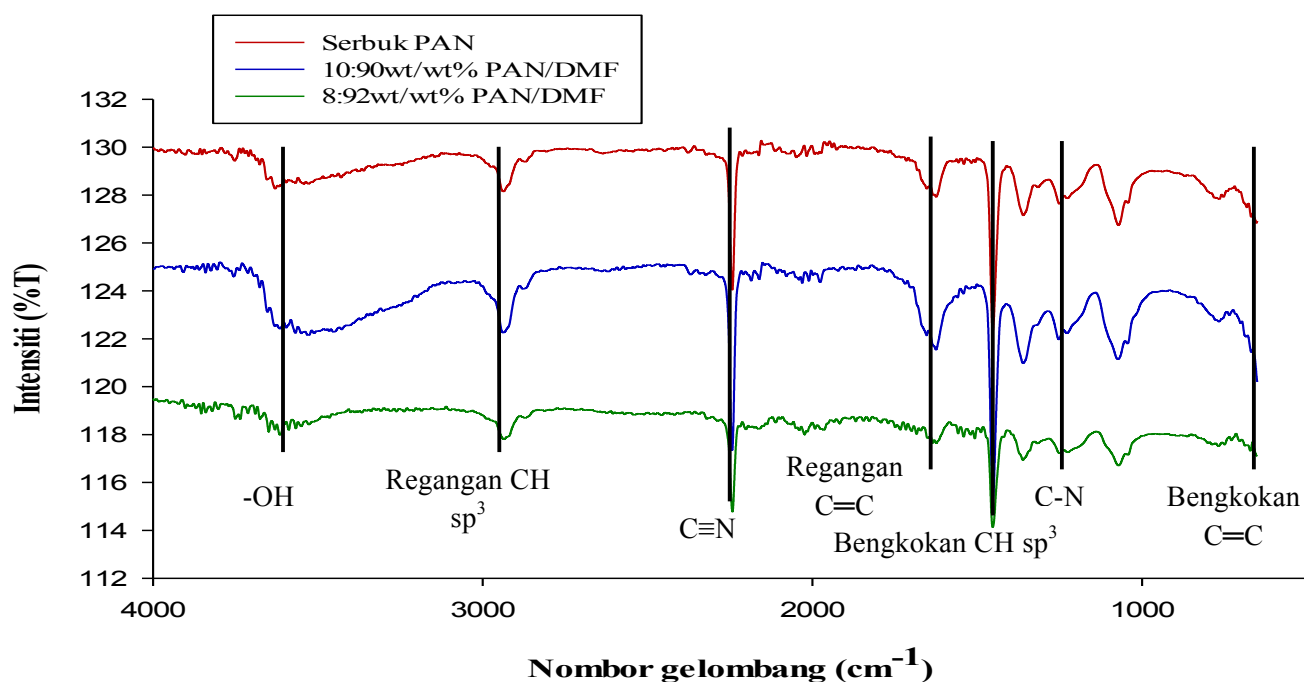
Komposisi PAN:DMF yang telah dijalankan ialah 5:95 wt/wt %, 8:92 wt/wt %, 10:90 wt/wt % dan 12:82 wt/wt % (Rajah 1). Komposisi 5:95 wt/wt % adalah sangat rapuh dan mudah pecah, disebabkan komposisi pelarut yang tinggi dalam larutan polimer ini. Peningkatan komposisi PAN memberikan kekuatan dari segi pemerhatian fizikal selepas proses penyongsangan fasa. PAN berkomposisi 12:82 wt/wt % menghasilkan membran yang sangat keras dan tebal disebabkan kelikatan larutan yang tinggi. Komposisi yang menghasilkan membran tegar adalah 8:92 wt/wt % dan 10:90 wt/wt % dan membran pada komposisi ini dipilih untuk pencirian seterusnya.



Rajah 1 Pembentukan membran PAN selepas pengeringan dengan pelarut DMF yang berkomposisi a) 5:95 wt/wt %, b) 8:92 wt/wt %, c) 10:90 wt/wt % dan d) 12:82 wt/wt %

Analisis Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier (FTIR)

Analisis Spektroskopi Inframerah dilakukan untuk mengetahui kumpulan berfungsi yang hadir dalam sampel membran PAN. Kumpulan berfungsi yang hadir dikaji melalui penghasilan jalur-jalur serapan inframerah (Rajah 2, Jadual 1). Tren menunjukkan jalur yang lebar pada 3527 cm⁻¹ yang menunjukkan kehadiran air (O-H) di mana menggantikan pelarut semasa proses penghasilan membran. Puncak serapan yang tajam adalah di antara 2800-3000 cm⁻¹ yang merujuk kepada regangan CH sp³ manakala puncak 2220-2260 cm⁻¹ menunjukkan kehadiran kumpulan C≡N. Didapati ketiga-tiga spektrum ini mempunyai kumpulan berfungsi yang hampir sama. Hal ini juga membuktikan tiada tindak balas kimia yang berlaku tetapi hanyalah interaksi fizikal membran sahaja.



Rajah 2 Spektrum FTIR untuk (a) serbuk PAN, (b) 10:90 wt/wt% PAN/DMF

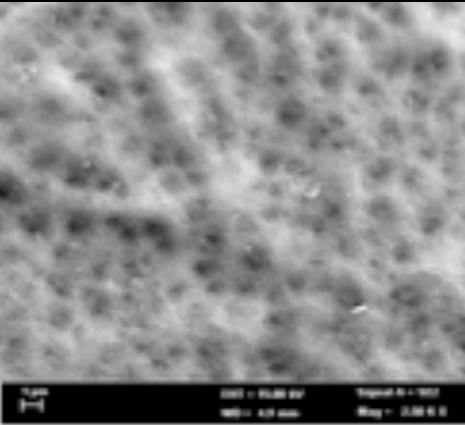
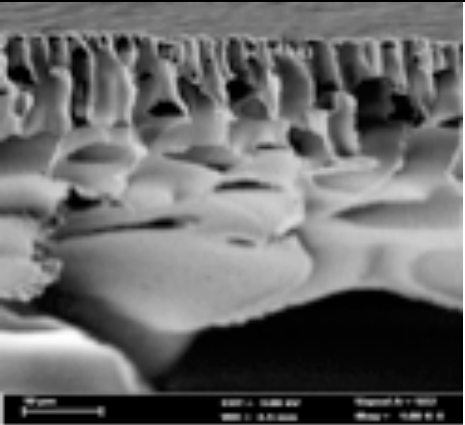
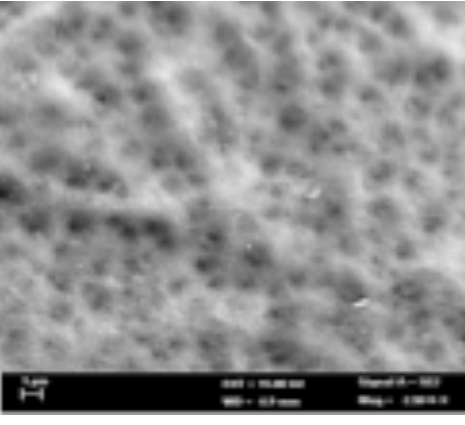
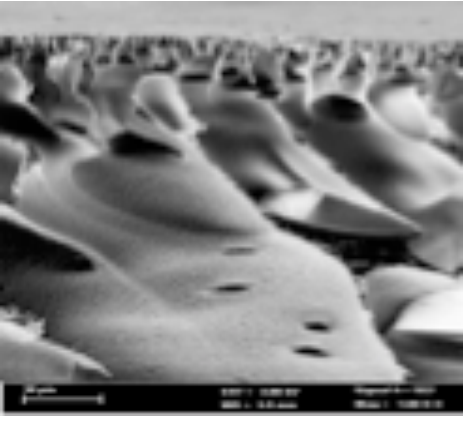
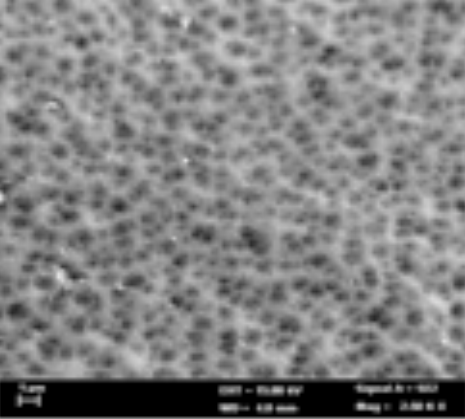
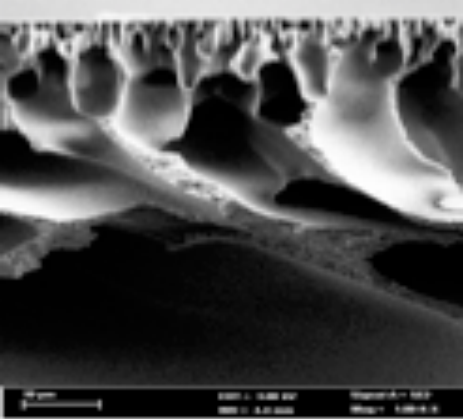
Jadual 1 Ringkasan data nombor gelombang dengan padanan kumpulan berfungsi

Nombor Gelombang	Kumpulan Berfungsi
2800-3000	Regangan CH sp ³
2220-2260	C≡N
1600-1680	Regangan (C=C)
1460	Bengkokan CH sp ³
1189-1360	Regangan C-N

Pemeriksaan Morfologi

Pencirian seterusnya ialah analisis morfologi dilakukan untuk menentukan struktur permukaan dan juga keratan rentas membran. Analisis morfologi ini dijalankan menggunakan mikroskop imbasan elektron medan pancaran (FESEM). Pemerhatian melalui mikroskopi imbasan elektron medan pancaran dijalankan untuk membuktikan bahawa penggunaan pelarut DMF dapat menghasilkan membran PAN yang tak simetri. Prestasi sesuatu membran amatlah bergantung kepada morfologi membran tersebut (Saljoughi et al. 2013). Tiga (3) sampel telah dijalankan analisis iaitu 8:92 wt/wt% sebelum dan selepas dirawat, serta 10:90 wt/wt% selepas dirawat. Jadual 2 menunjukkan perbandingan permukaan membran dan keratan rentas antara 8:92 wt/wt% sebelum rawatan, 8:92 wt/wt% selepas rawatan dan 10:90 wt/wt% selepas rawatan.

Jadual 2 Permukaan dan keratan rentas membran (a) 8:92 wt/wt % sebelum dirawat (b) 8:92 wt/wt % selepas dirawat dan 10:90 wt/wt % selepas dirawat

Jenis	Permukaan Membran	Keratan Rentas
(a) 8:92 wt/wt% sebelum rawatan dengan MG		
(b) 8:92 wt/wt% selepas rawatan dengan MG		
(c) 10:90 wt/wt% selepas rawatan dengan MG		

Berdasarkan pemerhatian, membran 10:90 wt/wt% PAN/DMF menghasilkan liang permukaan yang lebih kecil berbanding 8:92 wt/wt% PAN/DMF. Hal ini adalah disebabkan membran 10:90 wt/wt% mempunyai kepekatan larutan yang lebih tinggi berbanding 8:92 wt/wt%. Pada permukaan membran juga kelihatan perbezaan saiz liang bagi komposisi membran PAN/DMF 8:92 wt/wt % dan 10:90 wt/wt % di mana saiz liang lebih banyak terbentuk apabila kepekatan larutan adalah rendah.

Pertukaran yang laju antara pelarut (DMF) dan bukan pelarut (air) semasa pembentukan membran dalam air menghasilkan struktur membran yang lebih berliang manakala pertukaran yang perlahan menghasilkan struktur yang tumpat (Saljoughi et al. 2010). Banyak liang dapat dilihat di lapisan luar dan dalam membran PAN. Secara umum, afiniti yang tinggi antara pelarut dan bukan pelarut adalah faktor penting untuk pembentukan membran ultrapenurasan atau mikropenurasan (Tsai et al. 2005).

Rajah 3 menunjukkan ilustrasi penghasilan membran berliang berdasarkan kaedah penyongsangan fasa. Membran berliang ini terbentuk semasa penggantian pelarut dimetilformamida (DMF) dan bukan pelarut (air) selepas penyejatan masa tebaran. Proses pembentukan liang membran adalah apabila molekul air mengalami penukaran dengan molekul pelarut. Proses ini adalah berterusan sehingga terhasil membran PAN. Semasa proses penyongsangan fasa, larutan polimer akan memisahkan dua fasa iaitu fasa pepejal dengan membentuk struktur membran manakala fasa cecair dan pelarut akan membentuk liang membran. Liang di permukaan filem atau yang mengadap permukaan air akan menghasilkan liang yang lebih kecil kerana penyejatan berlaku dahulu.



Rajah 3 Ilustrasi penghasilan liang semasa penyongsangan fasa
 Sumber:Loo, Kooi Keat 2016

Ujian kapasiti air

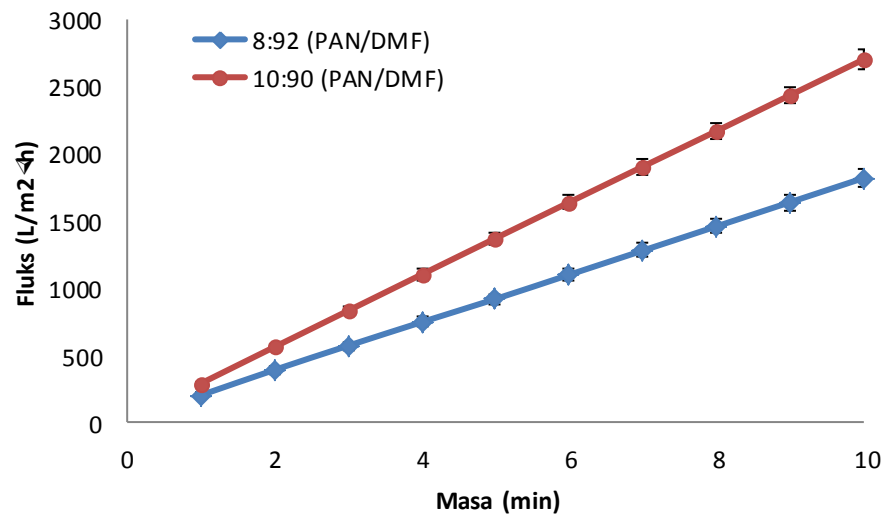
Ujian kapasiti air dilakukan untuk mengetahui jumlah peratusan air yang terperangkap di dalam liang membran. Ujian ini dilakukan dengan merendamkan membran di dalam bekas yang berisi 100mL selama 15 minit. Ujian kapasiti air dijalankan untuk mengetahui kehidrofilikan membran berdasarkan komposisi polimer dan pelarut yang berlainan. Jadual 3 menunjukkan peratusan kapasiti air bagi membran PAN yang berkomposisi 10:90 wt/wt % dan 8:92 wt/wt % dengan pelarut DMF.

Komposisi membran dan pelarut (wt/wt %)	Peratusan kapasiti air (%)
10:90	89.4
8:92	92.7

Ujian ketelapan membran

Ujian ketelapan air bagi membran PAN adalah penting dalam penentuan struktur membran dan disokong oleh morfologi membran. Membran tak simetri memberikan ketelapan yang tinggi dan praktikal diguna dalam industri (Howell 1990). Air tulen digunakan dalam penentuan fluks bagi memperkukuhkan lagi pemahaman terhadap prinsip cara kerja membran dengan mengetahui kebolehpayaan membran sebagai alat penurasan pewarna. Tekanan yang digunakan dalam kajian ini ialah 1 bar kerana beberapa kajian mendapati bahawa membran PAN memberikan ketelapan yang efisien pada tekanan yang minimum. Isipadu air tulen direkod bagi setiap 1 minit. Rajah 4 menunjukkan fluks membran PAN yang menggunakan pelarut DMF. Kajian ini juga membuktikan bahawa membran ini bersifat hidrofilik dan telap terhadap air.

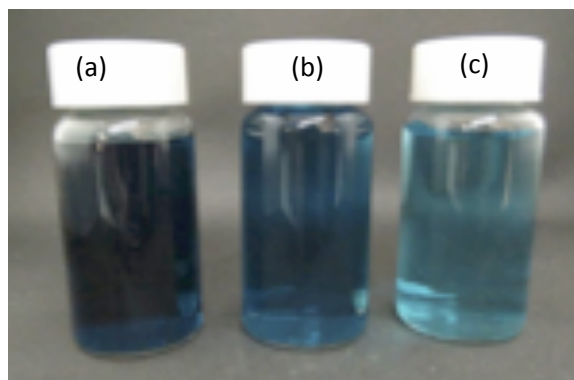
Ketelapan membran adalah berkaitan dengan ketebalan lapisan luar di mana juga merupakan rintangan utama pemindahan jisim bagi membran tak simetri. Semakin nipis lapisan luar membran, semakin tinggi ketelapan air (Xiao 2013). Nilai fluks yang diukur bagi menentukan ketelapan air bagi komposisi 8:92 wt/wt% PAN/DMF ialah 2706.8 (L/m² · j) manakala bagi 10:90 wt/wt% PAN/DMF memberikan nilai 1820.5 (L/m² · j) di mana membuktikan komposisi 8:92 wt/wt% menghasilkan nilai fluks iaitu ketelapan membran yang lebih tinggi. Oleh itu, pengurangan kepekatan polimer PAN dalam larutan menghasilkan membran yang lebih banyak liang ada sub-lapisan, liang yang lebih besar pada permukaan dan lapisan luar membran yang nipis (Shekarian et al. 2013).



Rajah 4 Fluks membran PAN terhadap air suling

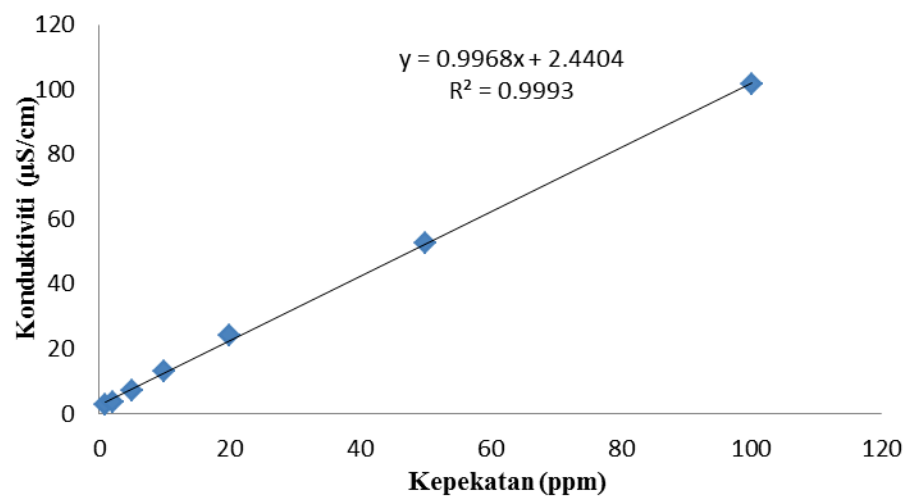
Ujian ketelapan membran terhadap pewarna

Pewarna MG yang berkepekatan 100 ppm telah disediakan dan dilarutkan dengan air suling kepada beberapa kepekatan. Rajah 5 menunjukkan perubahan warna daripada serbuk kepada beberapa larutan yang mempunyai kepekatan yang berbeza. Setiap larutan ini diuji dengan meter kekonduksian dan graf kalibrasi juga diplot sebelum rawatan dijalankan (Rajah 6). Pewarna MG ini digunakan serta-merta tanpa melebihi 24 jam. Ujian ketelapan membran PAN terhadap air suling dilakukan untuk mengetahui prestasi membran PAN sebagai alat penurasan untuk MG.



Rajah 5 Perubahan warna MG (a) 50 ppm, (b) 20 ppm dan (c) 10 ppm

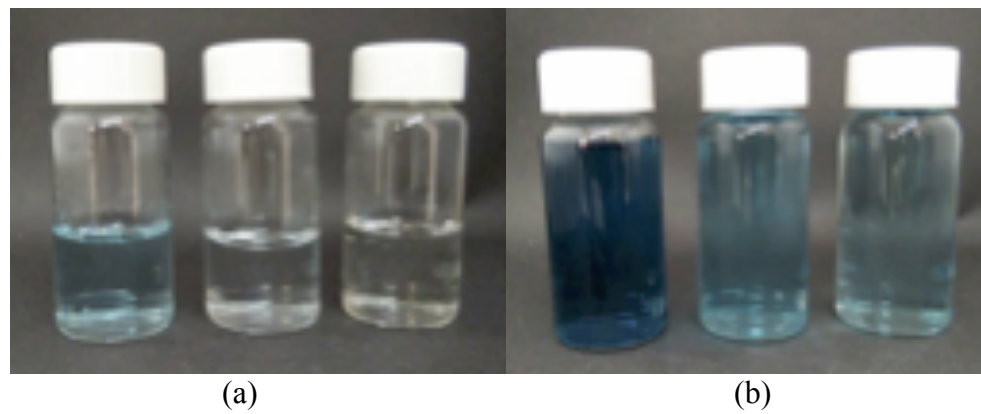
Pewarna-pewarna ini disediakan daripada kepekatan 100 ppm. Kemudian tiga kepekatan disediakan untuk dirawat oleh membran PAN iaitu 10 ppm, 20 ppm dan 50 ppm. Kepekatan 50 ppm menunjukkan warna paling terang berbanding 10 dan 20 ppm. Setiap kepekatan ini diuji dengan meter kekonduksian terlebih dahulu sebelum rawatan dijalankan.



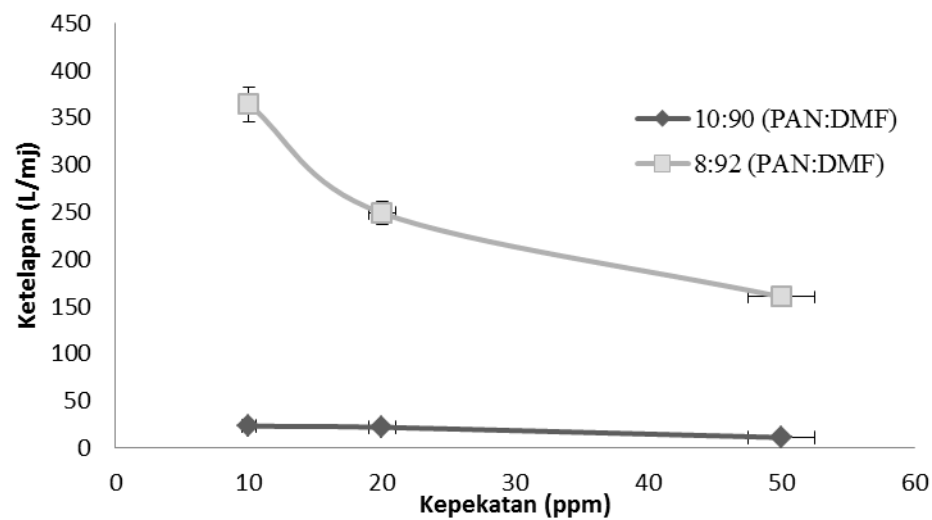
Rajah 6 Graf kalibrasi pewarna MG

Berdasarkan Rajah 6, pada 10ppm, nilai fluks adalah 11.5 L/ m².j pada komposisi 10:90 wt/wt% dan 160.3 L/ m².j adalah pada komposisi 8:92 wt/wt%. Nilai ketelapan bagi 10:90 wt/wt% adalah lebih rendah berbanding 8:92 wt/wt% disebabkan kepekatannya yang lebih tinggi seterusnya liang permukaan yang terhasil adalah kurang. Rajah 7 menunjukkan MG yang telah dirawat dengan menggunakan membran PAN. Dapat dilihat perbezaan warna pewarna MG yang ketara bagi komposisi 8:92 wt/wt% dan 10:90 wt/wt% setelah dirawat. Komposisi 10:90 wt/wt% bagi PAN/DMF adalah terbaik kerana perbezaan pewarna MG setelah dirawat adalah terbaik berbanding 8:92 wt/wt%. Rajah 8 menunjukkan graf bagi kadar ketelapan melawan kepekatan pewarna MG bagi dua

komposisi. Pada kepekatan 10 ppm, nilai fluks adalah paling maksimum manakala pada kepekatan yang tinggi nilai fluks adalah paling rendah. Hal ini kerana terdapat banyak zarah pada kepekatan yang tinggi seterusnya liang-liang membran akan dihalang oleh zarah tersebut seterusnya nilai fluks menjadi rendah.

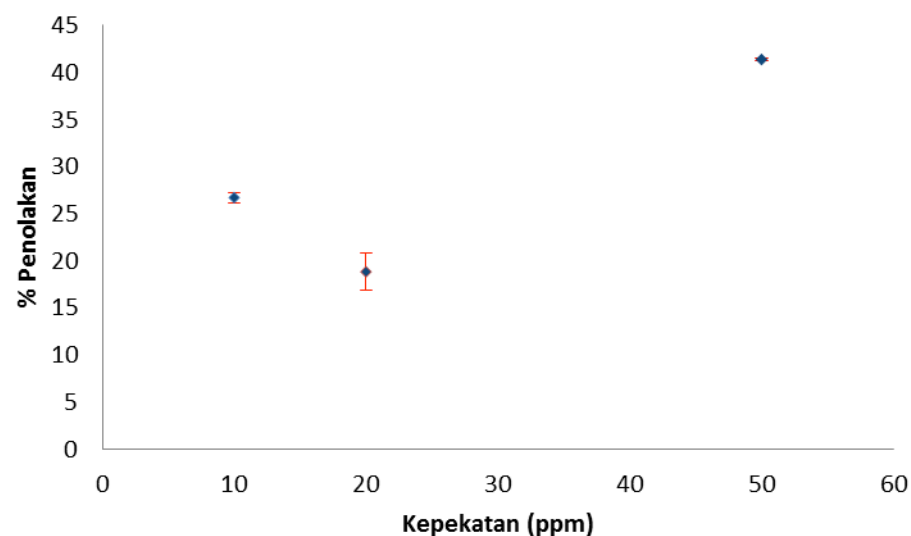


Rajah 7 Pewarna MG setelah dirawat dengan membran PAN dengan komposisi (a) 10:90 wt/wt% (b) 8:92 wt/wt%



Rajah 8 Kadar fluks melawan kepekatan kepekatan pewarna MG

Kepekatan pewarna selepas mengujian terhadap ketelapan membran diukur menggunakan meter konduktiviti pada suhu antara 24.0 - 24.5 °C. Graf kalibrasi yang disediakan mempunyai pekali kolerasi, $R^2 = 0.9993$ (Rajah 6). Rajah 9 menunjukkan peratusan penyingkiran melawan kepekatan awal merawat pewarna Malakit Hijau di mana peratusan penyingkiran bagi 10 ppm ialah 27.0 %, 20 ppm sebanyak 18.4 % dan 50 ppm sebanyak 41.3 %. Jadi, peratus penolakan bertambah dengan peningkatan kepekatan membran.



Rajah 9 Peratusan penyingkiran MG

KESIMPULAN

Membran poliakrilonitril (PAN) telah disediakan menggunakan kaedah penyongsangan fasa untuk rawatan air sisa yang mengandungi MG. Berdasarkan 4 komposisi yang dijalankan, hanya dua sahaja yang dipilih untuk dijalankan analisis. Membran tak simetri PAN berjaya disediakan dan berdasarkan keputusan Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier Pantulan Penuh (FTIR), ketiga-tiga spektrum mempunyai kumpulan berfungsi yang hampir sama. Hal ini juga membuktikan tiada ikatan kimia yang terbentuk tetapi proses hanyalah terjadi melalui ikatan fizikal membran sahaja. Membran tak simetri PAN Berjaya merawat air mengandungi MG dengan peratus penolakan sebanyak 10 ppm ialah 27.0 %, 20 ppm sebanyak 18.4 % dan 50 ppm sebanyak 41.3 %.

Berdasarkan keputusan pencirian mikroskop imbasan elektron medan pancaran (FESEM), membran tak simetri berjaya dibentuk di mana liang di permukaan kelihatan kecil dan liang dalaman kelihatan besar. Morfologi membran ini boleh diubah dengan pelbagaikan keadaan pengacuanan seperti komposisi larutan pengacuanan, suhu pengacuanan dan lain-lain lagi (Tsai et al. 2005). Ujian ketelapan dan kapasiti air juga telah dilakukan bagi mengetahui membran ini adalah hidrofilik atau hidrofobik. Hasilnya, membran tak simetri ini adalah hidrofilik. Selain itu, Malakit Hijau juga boleh dirawat dengan menggunakan membran PAN.

PENGHARGAAN

Penghargaan kepada Pusat pengajian Sains Kimia dan Teknologi Makanan, Fakulti Sains dan Teknologi, Universiti Kebangsaan Malaysia (UKM) kerana memberi peluang untuk menjalankan kajian ini melalui kemudahan ruang dan instrumen yang diberikan. Penghargaan juga diberikan kepada Greenfinite (M) Sdn. Bhd. melalui geran ST-2017-008 dan UKM untuk geran GUP-2016-060.

RUJUKAN

1. Ahmad, A.L., Harris, W.A. & Seng, O.B. 2002. Removal of Dye from Wastewater of Textile Industry using Membrane Technology, *Journal of Technology*. 36:31–44.
2. Asamudo, N., Daba, A. & Ezeronye, O. 2005. Bioremediation of Textile Effluent using *Phaenerochaete Chrysosporium*. *Afr. J. Biotechnol.* 4:1548-1553.
3. Azari, S., Karimi, M. & Kish, M.H. 2010. Structural Properties of The Poly (Acrylonitrile) Membrane Prepared with Different Cast Thickness. *American Chemical Society* 49 : 2442-2448
4. Choi, J.H., Jegal, J., & Kim, W.N. 2006. Fabrication and Characterization of Multi Walled Carbon Nanotubes/Polymer Blend Membranes. *Journal of Membrane Science*. 284:406-415
5. Correia, V., Stephenson, T. & Judd, S. 1994. Characterisation of Textile Wastewaters. *Environmental Technology*. 15:917-929
6. Culp, S.J., Blankenship, L.R., Kusewitt, D. F., Doerge, D.R. & Beland, F.A. 1999. *Chemical Biological Interact.* 122 : 153
7. Garg, V.K., Amita, M., Kumar, R. & Gupta, R. 2004. Basic Dye (Methylene Blue) Removal from Simulated Wastewater by Adsorption using Indian Resewood Saw Dust: A Timber Industry Waste. *Dyes and Pigment*. 63:121-124
8. Gupta, V.K., Mittal, Alok. & Gajbe, Vibha. 2004. Adsorption Kinetics and Column Operations for The Removal and Recovery of Malachite Green from Wastewater Using Bottom Ash. *Separation Purification Technology*. 40:87-96
9. Holmes, S.M. & Ramirez, O. 2008. Novel and Modified Materials for Wastewater After Treatment Applications. *Journal of Material Chemistry*. 18:2751-2761
10. Jamshidi, R., Lau, W.J., Matsuura, T. & Ismail, A.F. 2013. Effect on Surface Pattern Formation on Membrane Fouling and Its Control in Phase Inversion Process. *Journal of Membrane Science* 446 : 326-331
11. Khattri, J. S. D., Singh, M. K. 1999. Colour Removal from Dye Wastewater Using Sugar Cane Dust as an Adsorbent. *Adsorption Science Technology* 269–282.
12. Mitrowska, K. and Posyniak, A. 2004. Determination of Malachite Green and Its Metabolite, Leucomalachite Green in Fish Muscle by Liquid Chromatography. *Bull. Vet. Inst. Pul.* 48: 173-176.
13. Mohan, S. V., Roa, C. N., Prasad, K. K., Karthikeyan, J. 2002. Treatment of Simulated Reactive Yellow 22 (Azo) Dye Effluents Using *Spirogyra* Species. *Waste Management*. 22 : 575–582.
14. Mohy Eldin, Aggour, Y. A., El-Aassar, M. R., Beghet, G. E., & Atta, R. R. 2014. Development of Nano-crosslinked Polyacrylonitrile Ions Exchanger particles for Dyes Removal. *Desalination and Water Treatment* 2015 : 1-12
15. Papinutti, L., Mouso, N., Forchiassin, F. 2006. Removal and Degradation of The Fungicide Dye Malachite Green from Aqueous Solution Using The System Wheat Bran Fomes sclerodermeus. *Enzyme Microb. Technology*. 39 : 848 853
16. Patel, S. & Hota, G. 2014. Adsorptive Removal of Malachite Green Dye by Functionalized Electrospun PAN Nanofibers Membrane. *Fibers and Polymers* 15 11 : 2272-2282.
17. Qui, S., Wu, L., Pan, X., Zhang, L. & Gao, C. 2009. Preparation and Properties of Functionalized Carbon Nanotube/PSF Blend Ultrafiltration Membranes. *Journal of Membrane Science*. 342:165-172
18. Saljoughi, E., Amirilargani, M. & Mohammadi, T. 2010. Effect of PEG Additive and Coagulation Bath Temperature on The Morphology, Permeability and Thermal/Chemical Stability of Asymmetric CA Membranes. *Desalination*. 262:72-78
19. Shekarian, E., Saljoughim E & Naderi Adera. 2013. (PAN)/IGEPAL Blend Asymmetric Membranes : Preparation, Morfology dan Performance. *Springer Science* 60 80
20. Tsai, H.A., Ciou, Y.S., Hu, C.C., Lee, K.R., Yu, D.G. & Lai, J.Y.. 2005. Heat Treatment Effect on The Morphology and Pervaporation Performances of Asymmetric PAN Hollow Fiber Membranes. *Journal of Membrane Science* 255:33-47
21. Wendy, C., Andersen & Sherri, B. 2010. Quantitative and Confirmatory Analyses of Malachite Green and Leucomalachite Green Residues in Fish and Shrimp.
22. Yang, Y.N., Zhang, H.X., Wang, P., & Zheng, Q. 2007. The Influence of Nano-Sized TiO₂ Fillers on The Morphologies and Properties of PSF UF Membrane. *Journal of Membrane Science*. 288, 231.