



UNIVERSITI PUTRA MALAYSIA

**PENGUKURAN NILAIPEKALI KERESAPAN TERMA DAN SIFAT
DIELEKTRIK GETAH ASLI TEREPOKSIDA**

MOHD NOOR BIN MAT

FSAS 2000 11

**PENGUKURAN NILAI PEKALI KERESAPAN TERMA DAN SIFAT
DIELEKTRIK GETAH ASLI TEREPOKSIDA**

Oleh

MOHD NOOR BIN MAT

**Tesis ini Disediakan bagi Memenuhi Keperluan untuk Ijazah Master Sains
di Fakulti Sains dan Pengajian Alam Sekitar
Universiti Putra Malaysia**

Ogos 2000



Dedikasi

Buat emak yang dicintai

Mek Jah bte Mat Yunus

Isteri tersayang

Surahani bte Mohd Noor

Anak yang dikasihi

Abdussalam

Terima kasih di atas kesabaran dan bertimbang rasa

Abstrak tesis yang dikemukakan kepada Senat Universiti Putra Malaysia sebagai memenuhi keperluan untuk ijazah Master Sains.

PENGUKURAN NILAI PEKALI KERESAPAN TERMA DAN SIFAT DIELEKTRIK GETAH ASLI TEREPOKSIDA

Oleh

MOHD NOOR BIN MAT

Ogos 2000

Pengerusi : Profesor Madya Dr. Hj. W. Mahmood Mat Yunus

Fakulti : Sains dan Pengajian Alam Sekitar

Kajian ini terbahagi kepada dua bahagian iaitu pengukuran pekali keresapan terma dan pengukuran pemalar dielektrik bahan getah asli terepoksida. Pengukuran nilai pekali keresapan terma dilakukan dengan kaedah lindapan dan teknik fotoakustik, manakala pemalar dielektrik diukur dengan teknik piawai dengan menggunakan Spektrometer Dielektrik. Sampel-sampel getah yang dikaji ialah getah asli (SMR5) dan getah asli terepoksida (ENR25 dan ENR50) dengan kandungan karbon 0, 25, 50 dan 75 peratus yang disediakan dalam bentuk sfera dan kepingan.

Pengukuran nilai pekali kerosapan terma dengan kaedah lindapan diukur pada suhu 28, 38, 60, 79 dan 100°C manakala pengukuran nilai pekali kerosapan terma dengan teknik fotoakustik diukur pada suhu 28°C. Hasil eksperimen menunjukkan nilai pekali kerosapan terma berkurangan dengan penambahan suhu lindapan tetapi meningkat dengan peratus karbon. Kesan suhu dan karbon terhadap nilai pekali kerosapan terma dapat dikaitkan melalui satu hubungan empirik yang terbit daripada hasil ujikaji dalam kajian ini.

Pemalar dielektrik pula diukur dalam julat frekuensi 10^{-2} ke 10^6 Hz pada suhu 303, 313, 333, 353 dan 373K. Hasil eksperimen menunjukkan bahawa penyerakan ketelusan dielektrik kompleks terhadap frekuensi meningkat dengan peningkatan suhu dan peratus karbon. Model litar setara bagi penyerakan ketelusan dielektrik kompleks didapati bersetuju dengan data eksperimen yang diperolehi.

Kekonduksian arus terus di dalam setiap sampel pada 303, 313, 333, 353 dan 373K diperolehi daripada graf kekonduksian lawan frekuensi apabila frekuensi sama dengan sifar. Kekonduksian arus terus adalah suatu proses teraktif dan meningkat dengan peningkatan peratus karbon. Pada peratusan karbon 25 - 50%, kekonduksian di dalam setiap jenis sampel berlaku secara perkolasi. Pada julat frekuensi rendah ($f < 10^4$ Hz), setiap jenis sampel dengan kandungan karbon 50 dan 75 peratus, kekonduksian secara perkolasi lebih dominan menyumbang kepada jumlah kekonduksian sementara sampel dengan kandungan karbon 0 dan 25 peratus, pengutuban secara antaramuka dan

dwikutub yang lebih menyumbang kepada jumlah kekonduksian. Pada julat frekuensi ($10^4\text{Hz} < f < 10^6\text{Hz}$), hasil yang diperolehi menunjukkan kekonduksian berubah dengan cepat terhadap frekuensi dan tidak bergantung kepada suhu.

Penganalisan kekonduksian ulang alik dilakukan dengan kaedah spektroskopi impedans. Hasil penganalisan menunjukkan bahawa frekuensi impedans puncak meningkat dengan peningkatan suhu (proses teraktif), dan Z_o berkurangan dengan peningkatan suhu. Tenaga pengaktifan AC dan DC adalah berbeza dan ini menjelaskan bahawa pembawa dan proses yang berlaku di dalam kedua-dua analisis tidak sama.

Abstract of thesis presented to the Senate of Universiti Putra Malaysia in fulfilment of the requirements for the degree of Master of Science.

THE MEASUREMENT OF THERMAL DIFFUSIVITY AND DIELECTRIC PROPERTIES OF EPOXYDISED NATURAL RUBBER

By

MOHD NOOR BIN MAT

August 2000

Chairman : Associate Professor Dr. Hj. W. Mahmood Mat Yunus

Faculty : Science and Environmental Studies

The project work was divided into two parts, i.e. thermal diffusivity and dielectric constant measurement of epoxydised natural rubber. The measurement of the thermal diffusivity was done by quenching method and photoacoustic technique, meanwhile the dielectric constant was measured by standard technique using Dielectric Spectrometer. The samples used in this work were natural rubber (SMR5) and epoxydised natural rubber (ENR25 and ENR50) with the carbon content 0, 25, 50 and 75 percent where the samples were prepared in the form of sphere and sheet.



The quenching method has been used for measuring thermal diffusivity at five temperature i.e. 28, 38, 60, 79 and 100°C. However, the measurement of thermal diffusivity using photoacoustic technique was only measure at 28°C. The experimental result showed that the thermal diffusivity decreases with increasing the quenching temperature but increases with carbon percentage. The effect of temperature and carbon content to the thermal diffusivity can be explained using a simple empirical relationship as derived in the work.

The dielectric constants were measured in the frequency range of 10^{-2} to 10^6 Hz at the temperature 303, 313, 333, 353 and 373K. The experimental result showed the dispersion of the permittivity complex as a function of frequency increases with increasing temperature and carbon percentages. The model of equivalent circuit for the dispersion of the permittivity complex was agreed with the experimental data.

The direct current conductivity for each sample at 303, 313, 333, 353 and 373K can be obtained from the dispersion of alternating conductivity when the frequency equal to zero. The direct current conductivity was an activated process and increases with increasing carbon percentages. At 25-50% carbon level, the percolation process of the direct current conductivity occurred in each type of the samples. At the low frequency range ($f < 10^4$ Hz), for sample with carbon content 50 and 75 percent sample, conductivity by percolation more dominant contribute to the total conductivity, meanwhile for the sample with carbon content 0 and 25 percent, the dominant



contribution to the total conductivity were by interface and dipoles processes. At the frequency range ($10^4\text{Hz} < f < 10^6\text{Hz}$), the result obtained shown that the conductivity varies quickly with frequency and independent with temperature.

Direct current conductivity was analyzed by impedance spectroscopy. The results showed that the frequency of impedance peak increase with increasing temperature (activated process), meanwhile Z_o decreases with increasing temperature. Activation energy of AC and DC were different and this clarified that the carrier and the process occurred in the both analysis were not the same.

PENGHARGAAN

Bersyukur ke hadrat Illahi kerana dengan limpah kurnianya saya diberi kekuatan, semangat dan kesabaran untuk menyiapkan tesis ini.

Saya mengucapkan jutaan terima kasih yang tak terhingga kepada Profesor Madya Dr. Hj. W. Mahmood Mat Yunus, selaku Pengerusi Jawatan Kuasa Penyeliaan kerana telah memberi peluang kepada saya untuk mempelajari mengenai sifat terma dan sifat dielektrik bahan serta terima kasih di atas segala tunjuk ajar, teguran dan bimbingan yang telah dicurahkan untuk menyiapkan kajian ini.

Saya juga mengucapkan terima kasih kepada Ahli Jawatan Kuasa Penyeliaan yang lain iaitu Profesor Madya Dr. Wan Mohamad Daud Wan Yusoff, Dr. Zainul Abidin Hassan dan Dr. Zaidan Abdul Wahab yang telah memberi teguran, perbincangan dan pandangan yang membina dalam usaha untuk menyiapkan kajian ini.

Saya juga mengucapkan terima kasih kepada Dr. Abu bin Amu, Ketua Pegawai Penyelidik, Bahagian Penyelidikan Polimer dan Proses, Pusat Teknologi, Stesen Percubaan RRIM, Sungai Buluh, Selangor dan kakitangan yang terlibat kerana kerjasama yang diberikan dalam penyediaan sampel.

Kepada kakitangan Jabatan Fizik, terima kasih kerana memberi tunjuk ajar dan kemudahan menggunakan peralatan makmal sepanjang kajian ini.

Kepada Fanny dan Rosmiza, terima kasih kerana bantuan dan pandangan yang bernas sepanjang kajian ini.

Akhir sekali saya mengucapkan jutaan terima kasih di atas segalanya kepada mereka yang terlibat baik secara langsung atau tidak langsung dalam menyiapkan kajian ini.

KANDUNGAN

	Halaman
DEDIKASI.....	ii
ABSTRAK.....	iii
ABSTRACT	vi
PENGHARGAAN	ix
LEMBARAN PENGESAHAN	xi
PENYATAAN KEASLIAN.....	xiii
SENARAI JADUAL	xvii
SENARAI RAJAH	xviii
BAB	
I PENDAHULUAN	1
Pengenalan	1
Objektif Kajian	4
Penghasilan dan Kegunaan Getah Asli Terepoksida	4
II KAJIAN-KAJIAN LEPAS.....	7
Kaedah Lindapan	7
Teknik Fotoakustik.....	10
Sifat Dielektrik.....	12
III TEORI.....	15
Kaedah Lindapan	15
Keresapan Terma	15
Pekali Keresapan Terma	15
Pekali Perpindahan Haba Permukaan	17
Teknik Fotoakustik	19
Teori Fotoakustik Rosencwaig-Gersho (RG)	19
Kes-Kes Khusus	21
Pengubahsuaian Teori RG oleh McDonald dan Wetsel (1978)	24
Sel Fotoakustik Terbuka	25
Sifat Dielektrik.....	30
Pegutuban Dielektrik.....	30
Ketelusan Kompleks	34
Litar Setara Spektroskopi Dielektrik	34
Kekonduksian Arus Ulang Alik (AC)	38

	Kekonduksian Arus Terus (DC)	40
	Ekstraksi Data	41
IV	KAEDAH KAJIAN	43
	Penyediaan Sampel untuk Pengukuran Pekali Keresapan Terma dan Sifat Dielektrik	43
	Kaedah Lindapan	50
	Penyediaan Bola Sfera	50
	Kaedah Lindapan	52
	Pengukuran Pekali Resapan Terma dengan Teknik Fotoakustik (PA)	53
	Penyediaan Sampel	53
	Pengambilan Data Eksperimen	55
	Sel Fotoakustik Terbuka	56
	Sifat Dielektrik	58
	Penyediaan Sampel	58
	Pengukuran Kapasitan	58
V	HASIL DAN PERBINCANGAN	61
	Pengukuran Nilai Pekali Keresapan Terma (K) Getah Asli Terepoksida, Kaedah Lindapan	61
	Pengaruh Suhu Terhadap Nilai Pekali Keresapan Terma	68
	Kesan Karbon Kepada Nilai Pekali Keresapan Terma	72
	Teknik Fotoakustik	78
	Nilai Pekali Keresapan Terma	78
	Sifat Dielektrik	83
	Ketelusan Dielektrik Getah Asli Terepoksida	83
	Kesan Karbon Kepada Pemalar Dielektrik	85
	Kekonduksian Di Dalam Getah Asli Terepoksida	104
	Kekonduksian Arus Terus (DC) – Campuran Karbon	104
	Kekonduksian Arus Ulang Alik – Campuran Karbon	112
	Analisis Spektroskopi Impedans	114
	Impedans Kompleks Ulang Alik	116
VI	RUMUSAN.....	121
	Kesimpulan	121
	Cadangan	124
	RUJUKAN	133

LAMPIRAN

A	Pembuktian lengkap persamaan model rangkaian litar setara	140
A-1	Hasil Kesesuaian Menggunakan Formula Empirik	147
A-2	Nilai Pekali Keresapan Terma Yang Diperolehi Dari Kesesuaian Secara Empirik Untuk Setiap Sampel Dengan Peningkatan Suhu Lindapan Bagi Setiap Peratusan Karbon Yang Sama	148
A-3	Nilai Pekali Keresapan Terma Dan Kadar Perubahan Terhadap Peratus Karbon	149
A-4	Nilai Pekali Keresapan Terma Dan Kadar Perubahan Terhadap Peratus Dari Kesesuaian Secara Empirik Untuk Setiap Sampel Bagi Setiap Suhu Lindapan Yang Sama	150
VITA	151

SENARAI JADUAL

Jadual		Halaman
1	Komposisi sampel tanpa peratus karbon untuk pengukuran keresapan terma dan pemalar dielektrik	43
2	Komposisi sampel dengan kandungan karbon untuk pengukuran keresapan terma dan pemalar dielektrik	45
3	Turutan komposisi yang akan dicampurkan dan masa percampuran dilakukan	46
4	Komposisi sampel yang digunakan untuk pengukuran keresapan terma dalam kajian ini	51
5	Masa pemvulkanan untuk setiap sampel	58
6	Nilai pekali keresapan terma daripada eksperimen dengan peningkatan suhu lindapan bagi setiap peratus karbon yang sama	67
7	Masa yang diambil untuk setiap sampel mencapai suhu 90°C yang dilindungi pada suhu 100°C bermula dari 0°C	74
8	Nilai kesesuaian secara empirik pengurangan masa dengan pertambahan peratus karbon bagi mencapai suhu 90°C	76
9	Nilai-nilai pemalar dari kesesuaian menggunakan model 6b.....	92
10	Nilai-nilai pemalar dari kesesuaian menggunakan model 6c.....	94
11	Nilai-nilai pemalar dari kesesuaian menggunakan model 6d.....	95
12	Nilai-nilai pemalar dari kesesuaian menggunakan model 6e.....	96
13	Nilai-nilai pemalar dari kesesuaian menggunakan model 6f.....	99
14	Nilai-nilai pemalar dari kesesuaian menggunakan model 6g.....	101
15	Nilai-nilai pemalar dari kesesuaian menggunakan model 6h.....	102

16	Nilai kekonduksian DC dari penganalisaan kekonduksian AC yang tidak bergantung kepada frekuensi.....	105
17	Tenaga pengaktifan untuk setiap sampel pada setiap peratus karbon	107
18	Tenaga pengaktifan sampel SMR5, ENR25 dan ENR50 untuk setiap peratus karbon yang diperolehi dari analisa impedans	117



SENARAI RAJAH

Rajah		Halaman
1	Pengepoksidaan getah asli oleh asid peroksida	5
2	Gambaran mudah pengaliran haba satu dimensi dalam sel fotoakustik berbentuk silinder	20
3	Gambaran kes-kes khusus untuk kesan fotoakustik di dalam pepejal	22
4	Gambarajah skema keratan rentas mikrofon elektret	25
5	a) Kombinasi RC secara siri b) Kombinasi kapasitor semesta secara selari c) Kombinasi kapasitor kuasi arus terus dan konduktan secara selari d) Kombinasi kapasitor semesta dan dwikutub secara selari e) Kombinasi kapasitor semesta, dwikutub dan infiniti secara selari f) Kombinasi kapasitor semesta, dwikutub, infiniti dan konduktan secara selari g) Kombinasi kapasitor semesta dan dua dwikutub secara selari h) Kombinasi kapasitor semesta dan tiga dwikutub secara selari	38
6	Contoh lengkung pematangan bagi sampel SMR5, ENR25 dan ENR50 tanpa komposisi karbon	48
7	Sambungan lengkap litar eksperimen	52
8	Rajah blok sistem teknik fotoakustik	56
9	Litar pengukuran	59
10	Sistem Spektrometer Dielektrik	60
11	Contoh lengkung pemanasan sampel SMR5 tanpa kandungan karbon pada suhu lindapan 100°C	62
12	Contoh lengkung penyejukan sampel SMR5 tanpa kandungan karbon pada suhu lindapan 38°C	62

13	Contoh lengkung untuk mendapatkan kecerunan suhu bagi sampel SMR5 tanpa kandungan karbon	64
14	Contoh lengkung pemanasan dan penyejukan sampel ENR25 dengan kandungan karbon 25 peratus pada suhu lindapan 38°C	65
15	Contoh lengkung pemanasan dan penyejukan bagi sampel ENR25 dengan kandungan karbon sebanyak 50 peratus bagi mendapatkan kecerunan suhu	66
16	Plot nilai pekali kerosapan terma bagi sampel SMR5 terhadap suhu lindapan bagi setiap peratus karbon berbeza	68
17	Plot nilai pekali kerosapan terma bagi sampel ENR25 terhadap suhu lindapan bagi setiap peratus karbon berbeza	69
18	Plot nilai pekali kerosapan terma bagi sampel ENR50 terhadap suhu lindapan bagi setiap peratus karbon berbeza	69
19	Plot nilai pekali kerosapan terma terhadap peratus karbon bagi sampel SMR5 untuk setiap suhu lindapan	72
20	Plot nilai pekali kerosapan terma terhadap peratus karbon bagi sampel ENR25 untuk setiap suhu lindapan	73
21	Plot nilai pekali kerosapan terma terhadap peratus karbon bagi sampel ENR50 untuk setiap suhu lindapan	73
22	Plot masa terhadap peratus karbon bagi setiap sampel mencapai suhu 90°C yang dilindapkan pada suhu 100°C dan bermula dari suhu 0°C	73
23	Plot masa terhadap peratus karbon bagi setiap sampel	75
24	Plot isyarat fotoakustik sebagai fungsi kepada frekuensi modulasi	78
25	Plot perubahan ln (isyarat PA) terhadap frekuensi bagi sampel b ₄ pada ketebalan 0.004cm	79
26	Plot perubahan ln (isyarat PA) terhadap frekuensi bagi sampel b ₄ pada ketebalan 0.005cm	81

27	Plot perubahan ln (isyarat PA) terhadap frekuensi bagi sampel c ₄ pada ketebalan 0.003cm	82
28	Plot a, b dan c merupakan hasil penyerakan kapasitan kompleks bagi setiap sampel yang digunakan dalam julat frekuensi 10 ⁻² Hz ke 10 ⁶ Hz pada suhu 303, 313, 333, 353 dan 373K	85
29	Plot a, b dan c merupakan penyerakan ketelusan kompleks terhadap frekuensi untuk setiap peratus karbon pada suhu 303, 313, 333, 353 dan 373K.	87
30	Contoh kesesuaian plot kapasitan kompleks lawan frekuensi bagi sampel ENR50 dengan komposisi karbon 75 peratus pada suhu 303K menggunakan model (5b).....	88
31	Contoh kesesuaian plot kapasitan kompleks lawan frekuensi bagi sampel SMR5 tanpa karbon pada suhu 373K menggunakan model (5c).....	89
32	Contoh kesesuaian plot kapasitan kompleks lawan frekuensi bagi sampel ENR50 tanpa karbon pada suhu 373K menggunakan model (5d).....	89
33	Contoh kesesuaian plot kapasitan kompleks lawan frekuensi bagi sampel ENR50 tanpa karbon pada suhu 353K menggunakan model (5e).....	90
34	Contoh kesesuaian plot kapasitan kompleks lawan frekuensi bagi sampel ENR50 dengan komposisi karbon 75 peratus pada suhu 353K menggunakan model (5f).....	90
35	Contoh kesesuaian plot kapasitan kompleks lawan frekuensi bagi sampel SMR5 tanpa karbon suhu 353K menggunakan model (5g).....	91
36	Contoh kesesuaian plot kapasitan kompleks lawan frekuensi bagi sampel SMR5 tanpa karbon suhu 313K menggunakan model (5h).....	91



37	Plot a, b dan c merupakan $\ln \sigma$ lawan T^{-1} untuk setiap peratus karbon bagi sampel SMR5, ENR25 dan ENR50	107
38	Plot a, b dan c adalah perubahan kekonduksian terhadap peratus karbon pada setiap suhu yang dikaji	110
39	Gambaran mudah taburan karbon dalam setiap sampel	111
40	Plot a, b dan c merupakan penyerakan kekonduksian nyata untuk sampel SMR5, ENR25 dan ENR50 dengan setiap komposisi karbon pada suhu 303K	114
41	Impedans kompleks lawan frekuensi pada setiap suhu bagi sampel SMR5 dengan kandungan karbon 50 peratus (sampel a ₁)	119
42	Contoh plot frekuensi puncak melawan T^{-1} bagi sampel SMR5 dengan kandungan karbon 50 peratus	119
43	Contoh plot impedans Cole-Cole bagi sampel SMR5 dengan kandungan karbon 50 peratus pada suhu 303, 313, 333, 353 dan 373K	120
44	Plot perubahan peratus karbon terhadap t^{-1} bagi sampel SMR5	129
45	Plot perubahan peratus karbon terhadap t^{-1} bagi sampel ENR25	129
46	Plot perubahan peratus karbon terhadap t^{-1} bagi sampel ENR50	130



BAB I

PENDAHULUAN

Pengenalan

Getah merupakan salah satu daripada hasil komoditi utama negara. Berbagai penyelidikan telah dilakukan oleh Institut Penyelidikan Getah Malaysia (RRIM) untuk menjadikan getah asli boleh digunakan dalam pelbagai bidang selaras dengan perkembangan dan keperluan semasa (RRIM, 1992).

Getah asli mempunyai sifat terma dan keelektrikan yang tersendiri. Mengetahui sifat-sifat ini bukan sahaja penting daripada penggunaan getah asli, tetapi ianya juga menarik dari segi proses fizik asas yang melandasi sifat-sifat ini. Di dalam kajian ini sifat terma dan sifat dielektrik adalah menjadi fokus utama. Nilai pekali keresapan terma, K , diukur dengan menggunakan kaedah lindapan dan teknik fotoakustik manakala pengukuran ketelusan dielektrik, ϵ , dilakukan dengan menggunakan Spektrometer Dielektrik.

Bagi bahan penebat, kuantiti yang mudah diukur ialah keresapan terma (bukan kekonduksian terma). Keresapan terma memberi ukuran tempoh yang diperlukan sebelum satu-satu jasad tersebut mencapai suhu persekitaran. Ia adalah gabungan

daripada kekonduksian terma dengan muatan haba. Keresapan terma memberi gambaran betapa cekapnya satu-satu bahan itu melepaskan tenaga terma ke persekitaran atau meresap tenaga terma ke dalamnya dari persekitaran.

Kaedah lindapan dilakukan dengan memasukkan sampel sfera pada suhu awal, T_i , kedalam bekas berisi medium cecair (air) suhu, T_f . Suhu, T_f , ditetapkan sepanjang ujikaji dan dirujuk sebagai suhu lindapan. Bagi mengukur perubahan suhu pusat sfera, termogandingan kuprum-konstantan (jenis T) digunakan.

Teknik fotoakustik ialah satu teknik optik untuk menentukan sifat terma bahan. Teknik ini menghasilkan isyarat PA (isyarat amplitud dan fasa) secara berasingan dan teknik ini boleh digunakan untuk sampel pepejal, cecair dan gas. Kedua-dua isyarat ini boleh dianalisis untuk mendapatkan nilai pekali keresapan terma, K .

Kesan fotoakustik berlaku akibat dari kesan fototerma iaitu proses pertukaran tenaga cahaya kepada tenaga haba. Penyerapan haba secara modulasi oleh sampel dalam sel fotoakustik berisipadu tetap akan menyebabkan tekanan di dalam sel berubah dan menghasilkan isyarat fotoakustik yang boleh dikesan menggunakan transduser mikrofon yang sensitif.

Dalam kajian sifat dielektrik bagi bahan-bahan penebat atau polimer telah menjadi tumpuan para ahli sains semenjak tahun 1930 lagi. Bahan-bahan yang