

## EFEK PENCUCIAN SUBSTRAT DAN PENDINGERAN SAMPEL TERHADAP SEBARAN *FLAKES* DAN SIFAT LISTRIK *TUNGSTEN DISULFIDE* ( $WS_2$ )

### *EFFECT OF SUBSTRATE CLEANING AND DRYING SAMPLE ON FLAKES DISTRIBUTION AND ELECTRICAL PROPERTIES OF TUNGSTEN DISULFIDE* ( $WS_2$ )

Devy Amalia Diandra<sup>1</sup>, Dr. Ismudiati Puri Handayani, S.Si., M.Sc.<sup>2</sup>, Dr. Memoria Rosi, M.Si.<sup>3</sup>

<sup>1,2,3</sup>Prodi S1 Teknik Fisika, Fakultas Teknik Elektro, Universitas Telkom

<sup>1</sup>[devyamalia@telkomuniversity.ac.id](mailto:devyamalia@telkomuniversity.ac.id) <sup>2</sup>[iphandayani@telkomuniversity.ac.id](mailto:iphandayani@telkomuniversity.ac.id) <sup>3</sup>[memoriarosi@telkomuniversity.ac.id](mailto:memoriarosi@telkomuniversity.ac.id)

#### Abstrak

Penelitian ini mempelajari efek pencucian substrat dan pengeringan lapisan  $WS_2$  terhadap sebaran sampel, sifat optik dan sifat listrik pada lapisan tipis  $WS_2$ . Ketebalan sampel dimodifikasi menggunakan metode eksfoliasi fasa cair. Sampel dideposisi di atas substrat PET dan ITO/PET dengan metode *Drop Casting*. Substrat dibersihkan dengan sonikator *Elmasonic S10* di dalam larutan aseton, etanol dan *aqua-DM* dengan waktu sonikasi yang divariasi selama 1, 3, dan 5 menit. Pengeringan sampel dilakukan di dalam oven dengan lama waktu untuk substrat PET selama 2 jam dan ITO/PET selama 3 jam dan suhu yang juga divariasikan yaitu 60 °C, 70 °C, dan 80 °C. Hasil analisis sebaran lapisan tipis menunjukkan bahwa substrat yang disonikasi selama 3 dan 5 menit memiliki kondisi permukaan substrat yang tergores dibandingkan dengan sonikasi selama 1 menit. Hasil pengeringan sampel pada suhu 60 °C menunjukkan sampel di atas substrat belum kering. Pada suhu 80 °C keadaan substrat sudah rusak serta melengkung sedangkan pengeringan sampel selama 70 °C menunjukkan sampel sudah kering dengan baik. Semakin tinggi suhu pengeringan, maka arus yang mengalir juga makin tinggi, karena pelarut lebih banyak yang menguap.  $WS_2$  di atas substrat ITO/PET tidak bisa dikarakterisasi karena sifat listrik ITO/PET yang terlalu dominan.

**Kata kunci:**  $WS_2$ , Pencucian Substrat, PET, ITO/PET, Pengeringan Sampel.

#### Abstract

This research aimed to study the effect of cleaned substrate and a dried sample of  $WS_2$  on flakes distribution, optical, and electrical properties on a thin layer  $WS_2$ . The thickness was modified using the liquid-phase exfoliation method. The sample deposited on PET and ITO/PET substrate using a drop-casting method. The substrate cleaned with *Elmasonic S10* sonicator in acetone, ethanol, and *aqua-DM* solution with duration for 1, 3, and 5 minutes for each solution. The drying process was carried out in an *Oxone OX-858* oven with a length of time, for PET and ITO/PET substrate was 2 hours, and 3 hours, respectively, and the temperature was also varied for 60 °C, 70 °C, and 80 °C. It was observed that substrates sonicated for 3 and 5 minutes had some scratches on the surface compared the ones sonicated for 1 minute. The sample was not perfectly dried when drying temperature was 60 °C. The samples started to be perfectly dried at temperature of 70 °C. However, at a temperature of 80 °C the substrate was damaged and bended. The electrical properties increased with the increasing of the drying temperature because more solvents were evaporated.  $WS_2$  on the ITO/PET substrates cannot be characterized due to dominant electrical properties of the ITO/PET substrate.

**Keywords:**  $WS_2$ , Substrate Cleaning, PET, ITO/PET, Drying Sample.

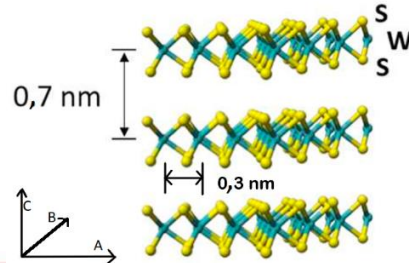
#### 1. Pendahuluan

Material logam transisi *Dichalcogenide* (TMDC) sangat umum dijumpai penggunaannya pada perangkat berbasis elektronik dan optoelektronik. Dengan rumus molekul  $TX_2$  dimana T= Mo, W dan X= S, Se, Te [1]. *Tungsten Disulfide* ( $WS_2$ ) masuk kedalam kategori TMDC yang memiliki *indirect band gap* sebesar 1,4 eV pada saat  $WS_2$  dalam bentuk *bulk* dan *direct band gap* sebesar ~1,9 eV dalam bentuk lapisan tunggal [2]. Penggunaan  $WS_2$  juga banyak diaplikasikan di berbagai perangkat dengan kegunaannya sebagai, fotodetektor, *Light-Emitting Diode* (LED), dan pemanfaatannya dalam elektronik fleksibel [3]. Untuk mendapatkan lapisan tipis dari material TMDC dilakukan dengan berbagai metode seperti *Mechanical Exfoliation*, *Electric Chemical Exfoliation*, *Hydro-Thermal Method*, *Chemical Vapor Deposition*, dan *Liquid Phase Exfoliation* [4,5]. Pendeposisian material  $WS_2$  di atas substrat juga dipengaruhi permukaan substrat yang digunakan. Penelitian ini mempelajari efek pencucian substrat dan pengeringan lapisan  $WS_2$  terhadap sebaran sampel, sifat optik dan sifat listrik pada lapisan tipis  $WS_2$ .

## 2. Tinjauan Pustaka

### 2.1 Tungsten Disulfide ( $WS_2$ )

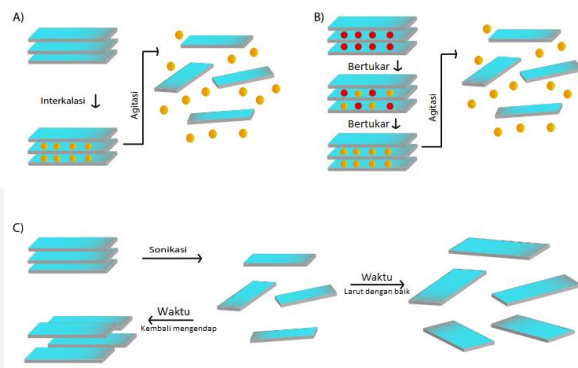
*Tungsten Disulfide* ( $WS_2$ ) masuk ke dalam jenis *Transition Metal Dichalcogenide* (TMDC) yang terbentuk dari tungsten dan sulfur ikatan *Van Der Waals* yang lemah namun memiliki ikatan kovalen yang kuat antar atomnya pada arah a dan b [2,7]. Perubahan ukuran dari *bulk* hingga lapisan tipis berukuran nanometer juga memberi dampak terjadinya transisi atau perubahan celah pita (*Band Gap*) pada  $WS_2$ , dari *indirect band-gap* sebesar 1,4 eV saat berbentuk *bulk* menjadi *direct band-gap* sebesar ~1,9 eV saat berbentuk *thin film* [2].



Gambar 1. Struktur Multilayer  $WS_2$

### 2.2 Eksfoliasi Fasa Cair

Penggunaan metode eksfoliasi fasa cair digunakan dalam penelitian kali ini karena metode ini sangat memungkinkan untuk mendapatkan hasil dengan kumpulan flakes yang banyak dan jika dikombinasikan dengan dropcast maupun spin coating akan menghasilkan lapisan tipis [8]. Pada penelitian kali ini, proses pengelupasan lapisan merupakan gabungan dari proses pada gambar A dan C dimana solvent yang melalui proses sonikasi dicampur menggunakan interkalator untuk membantu proses pemecahan lapisan  $WS_2$ .



Gambar 2. Mekanisme Pengelupasan Lapisan TMDC

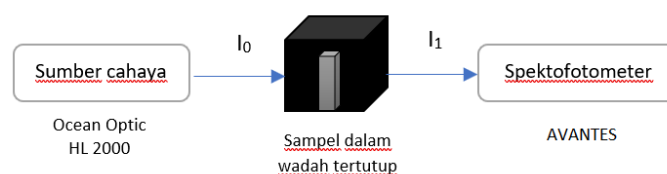
### 2.3 Pencucian Substrat (*Substrate Cleaning*)

Substrat seperti ITO/PET dan PET umum dijumpai penggunaannya pada pendeposisian sebuah material mulai dari substrat berbahan dasar kaca, hingga substrat berbahan polimer [6,7]. Pada bahan polimer, banyak sekali molekul organik yang menempel pada permukaan substrat [7]. Hal ini membuat lapisan tidak menempel dengan baik dengan permukaan substrat. Dari beberapa penelitian, sudah banyak ditemukan penggunaan substrat yang terlebih dahulu dicuci.

### 2.4 Efek Pengeringan Sampel

Untuk mendapatkan lapisan tipis sebuah material menggunakan metode eksfoliasi fasa cair, membutuhkan larutan sebagai pelarut untuk memecah lapisan [5]. Jika diamati dengan mikroskop digital, lapisan pada sampel yang digunakan masih menunjukkan adanya pelarut yang menyatu dengan sebaran sehingga menyebabkan ketebalan dari lapisan menjadi berbeda-beda dan tidak menghasilkan lapisan tipis dengan ketebalan yang sama. Hal ini kemudian membutuhkan bantuan dari panas oven maupun *microwave* untuk mengevaporasi atau menguapkan larutan.

### 2.5 Penentuan Ketebalan Sampel $WS_2$



Gambar 3. Skema Pengukuran Transmisi Cahaya

Gambar 3 merupakan skema pengukuran transmisi cahaya. Sumber cahaya dipancarkan menuju substrat dan mengenai substrat dengan lapisan WS<sub>2</sub> dan kemudian ditransmisikan. Hasil transmisi muncul dalam bentuk grafik pada komputer yang terhubung dengan spektrofotometer. Setelah diperoleh hasil transmisi cahaya, dilakukan penentuan koefisien serapan. Hal ini bertujuan untuk menentukan ketebalan lapisan WS<sub>2</sub> di atas substrat. Cahaya datang ( $I_0$ ) merupakan puncak transmisi cahaya dan cahaya yang ditransmisikan ( $I_1$ ) merupakan puncak cahaya yang melewati lapisan WS<sub>2</sub>. Panjang gelombang untuk semua transmisi cahaya ditentukan pada titik yang sama. Kemudian panjang gelombang dikonversi menjadi celah pita energi. Setelah itu didapat koefisien serapan dari lapisan WS<sub>2</sub> yang nantinya digunakan untuk menentukan ketebalan dengan menggunakan persamaan Lambert – Beer (persamaan 2.1).

$$I_1 = I_0 e^{-\alpha \cdot d} \quad (2.1)$$

## 2.6 Sifat Listrik

WS<sub>2</sub> merupakan bahan semikonduktor dimana saat berbentuk lapisan tipis memiliki nilai konduktivitas listrik sebesar  $10^{-3} (\Omega \cdot \text{cm})^{-1}$  [5]. Pengukuran sifat listrik dilakukan untuk mengetahui kelistrikan suatu material. Nilai konduktivitas lapisan WS<sub>2</sub> dapat dihitung menggunakan hukum Ohm (persamaan 2.1). Nilai perubahan arus ( $I$ ) diamati pada saat diberi tegangan ( $V$ ) yang nilainya divariasikan. Hubungan perubahan arus terhadap variasi tegangan dapat dinyatakan dalam bentuk kurva I-V. Dari kurva I-V diperoleh nilai rata-rata R terhadap variasi tegangan yang merupakan hambatan dari lapisan WS<sub>2</sub> di atas substrat. Nilai konduktivitas listrik ( $\sigma_c$ ) dapat ditentukan dengan menghitung resistivitas ( $\rho$ ) yang diperoleh dari hubungan antara panjang ( $L$ ) lapisan WS<sub>2</sub> di atas substrat dan luas permukaan ( $A$ ) lapisan WS<sub>2</sub>.

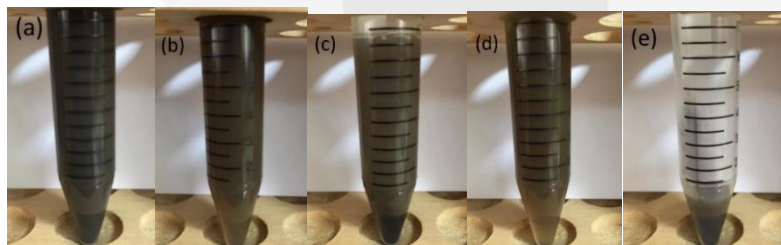
## 3. Metodologi Penelitian

Pencucian dilakukan dengan cara mencelupkan substrat di dalam larutan aseton, etanol dan *de-mineralized (Aqua-DM)* dan disonikasi selama 1 menit, 3 menit, dan 5 menit untuk masing-masing larutan. Substrat yang telah dicuci kemudian disemprot dengan gas nitrogen untuk menghilangkan bekas-bekas cairan pelarut.

Untuk mendapatkan lapisan tipis WS<sub>2</sub>, bubuk WS<sub>2</sub> dicampur menggunakan *N-Metil-2-Pyrrolidone (NMP)* sebagai pelarut serta ditambah Natrium Hidroksida (NaOH) yang kemudian disonikasi menggunakan ultrasonikator Elmasonic S10. Setelah disonikasi selama 60 jam, larutan disentrifugasi dengan kecepatan 2500 rpm selama 30 menit untuk memisahkan supernatant dengan WS<sub>2</sub> yang bermasa lebih besar. Pengujian sifat optic larutan dilakukan untuk mengetahui keberhasilan proses eksfoliasi. *Supernatant* WS<sub>2</sub> selanjutnya dideposisi di atas substrat yang sudah bersih dengan menggunakan metode *drop casting*. Selanjutnya, sampel dikeringkan di oven dengan variasi waktu untuk substrat PET selama 2 jam dan ITO/PET selama 3 jam dan suhu yang berbeda yaitu 60 °C, 70 °C, dan 80 °C dengan tujuan agar NMP dapat menguap. Ketebalan sampel diukur dengan mengamati transmisi cahaya yang melewati sampel dan menggunakan hukum *Lambert-Beer*. Pengukuran sifat listrik dari lapisan tipis WS<sub>2</sub> di atas substrat PET dan ITO/PET dilakukan dengan mengamati kurva I-V menggunakan Keithley 2400.

## 4. Hasil dan Pembahasan

### 4.1 Hasil Modifikasi Lapisan WS<sub>2</sub> dengan Metode Eksfoliasi Fasa Cair

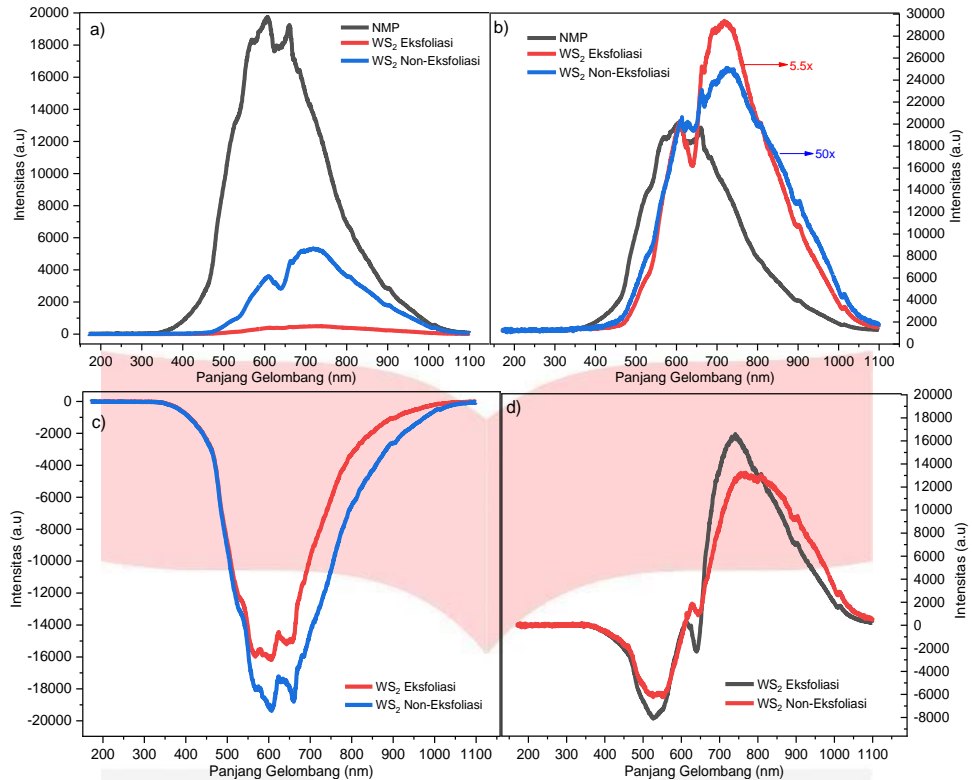


Gambar 4. Campuran 1 mg/mL WS<sub>2</sub> dengan 2 mg/mL NaOH di dalam NMP (a) sebelum dimodifikasi, (b) setelah disonikasi, (c) setelah disentrifugasi, dan setelah dipisahkan antara (d) WS<sub>2</sub> supernatant dan (e) endapannya.

Gambar 4 merupakan perubahan dari campuran 1 mg/mL dari WS<sub>2</sub> dengan 2 mg/mL NaOH di dalam NMP saat sebelum dan setelah disonikasi maupun sentrifugasi. Pada Gambar 4 (a) merupakan keadaan awal larutan yang telah bercampur namun belum disonikasi serta berwarna hitam pekat. Setelah larutan disonikasi selama 60 jam, larutan berubah warna menjadi sedikit kecoklatan seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 4 (b). Selanjutnya dilakukan proses setrifugasi dengan kecepatan 2500 rpm selama 30 menit yang menghasilkan larutan dengan

endapan yang berkumpul di bawah seperti pada Gambar 4 (c). Larutan kemudian dipindahkan ke tabung *sentrifuge* baru untuk memisahkan hasil  $WS_2$  *supernatant* pada Gambar 3 (d) dengan endapannya seperti pada Gambar 4 (e).  $WS_2$  *Supernatant* kembali disonikasi untuk mencegah terjadinya endapan akibat dari lapisan-lapisan tipis yang mulai menyatu kembali.

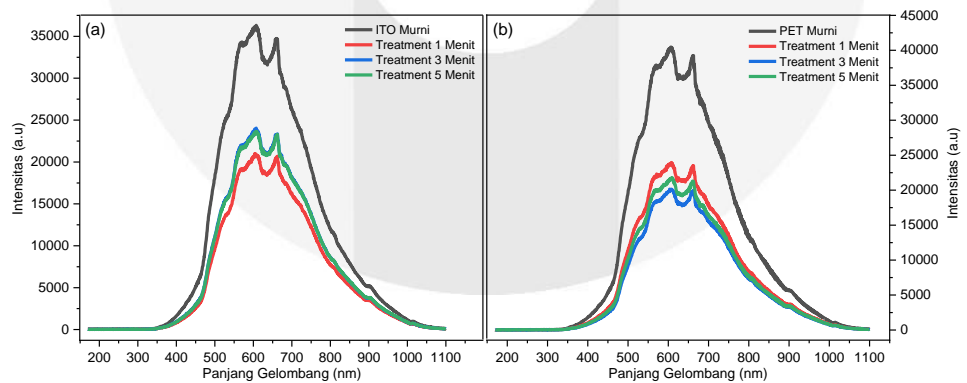
**4.2 Hasil Pengukuran Transmisi Cahaya Lapisan  $WS_2$**



Gambar 5. (a) Grafik Intensitas Cahaya yang ditransmisikan oleh NMP, larutan  $WS_2$  eksfoliasi dan larutan  $WS_2$  non-eksfoliasi, (b) Grafik Intensitas Cahaya yang ditransmisikan oleh NMP, larutan  $WS_2$  yang dieksfoliasi, dan larutan  $WS_2$  non eksfoliasi setelah dikalikan dengan nilai tertentu agar dapat dibandingkan, (c) Hasil pengurangan transmisi oleh larutan  $WS_2$  pada grafik (a), dan (d) Hasil Pengurangan transmisi oleh larutan  $WS_2$  pada grafik (b).

Pada grafik tersebut, dapat dilihat lebih jelas perbedaan puncak serapan dari kedua larutan. Puncak serapan untuk larutan  $WS_2$  eksfoliasi (hitam) berada pada panjang gelombang 526 nm, dan untuk larutan  $WS_2$  non-eksfoliasi (merah) berada pada panjang gelombang 556 nm. Pergeseran puncak ini menunjukkan adanya perubahan celah energi  $WS_2$  setelah proses eksfoliasi.

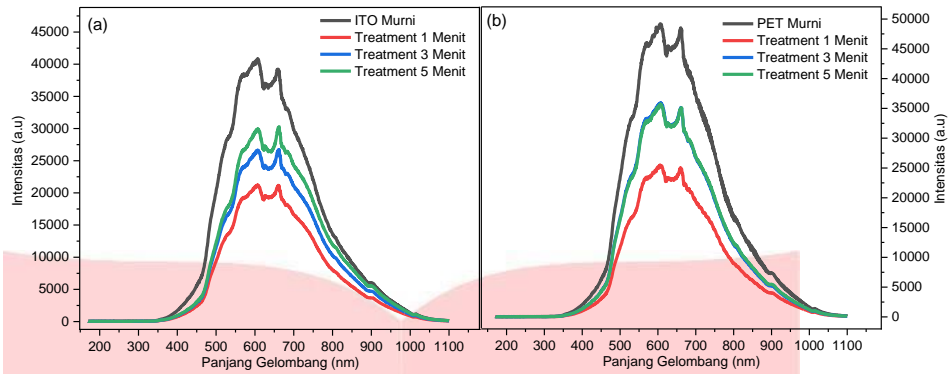
**4.3 Penentuan Ketebalan Sampel  $WS_2$**



Gambar 6 (a) Grafik Perbandingan Intensitas Cahaya yang ditransmisikan oleh sampel di atas substrat (a) ITO, dan di atas substrat (b) PET dengan treatment 1,3,5 Menit pada suhu pengeringan 60 °C.

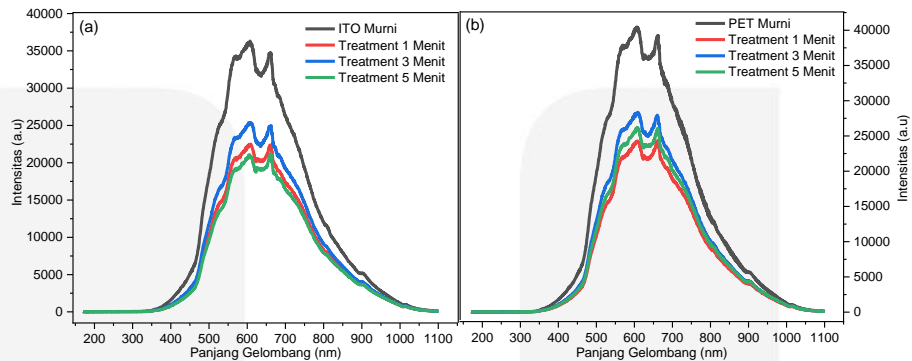
Gambar 6 merupakan grafik perbandingan dari lapisan  $WS_2$  yang dideposisi di atas substrat ITO pada gambar (a) serta PET pada gambar (b) yang ditreatment selama 1,3 dan 5 menit. Dari grafik dapat terlihat

perbedaan puncak yang berbeda untuk suhu pengeringan sampel 60 °C.



**Gambar 7** (a) Grafik Perbandingan Intensitas Cahaya yang ditransmisikan oleh sampel di atas substrat (a) ITO, dan di atas substrat (b) PET dengan treatment 1,3,5 Menit pada suhu pengeringan 70 °C.

Gambar 7 merupakan grafik perbandingan dari lapisan WS<sub>2</sub> yang dideposisi di atas substrat ITO pada gambar (a) serta PET pada gambar (b) yang ditreatment selama 1,3 dan 5 menit dengan suhu pengeringan 70 °C.



**Gambar 8** (a) Grafik Perbandingan Intensitas Cahaya yang ditransmisikan oleh sampel di atas substrat (a) ITO, dan di atas substrat (b) PET dengan treatment 1,3,5 Menit pada suhu pengeringan 80 °C.

Gambar 8 merupakan grafik perbandingan dari lapisan WS<sub>2</sub> yang dideposisi di atas substrat ITO pada gambar (a) serta PET pada gambar (b) yang ditreatment selama 1,3 dan 5 menit dengan suhu pengeringan 80 °C.

Dengan menggunakan data transmisi optik dan hukum *Lambert-Beer* (persamaan 2.1) maka ketebalan dihitung dan ditampilkan pada tabel 1.

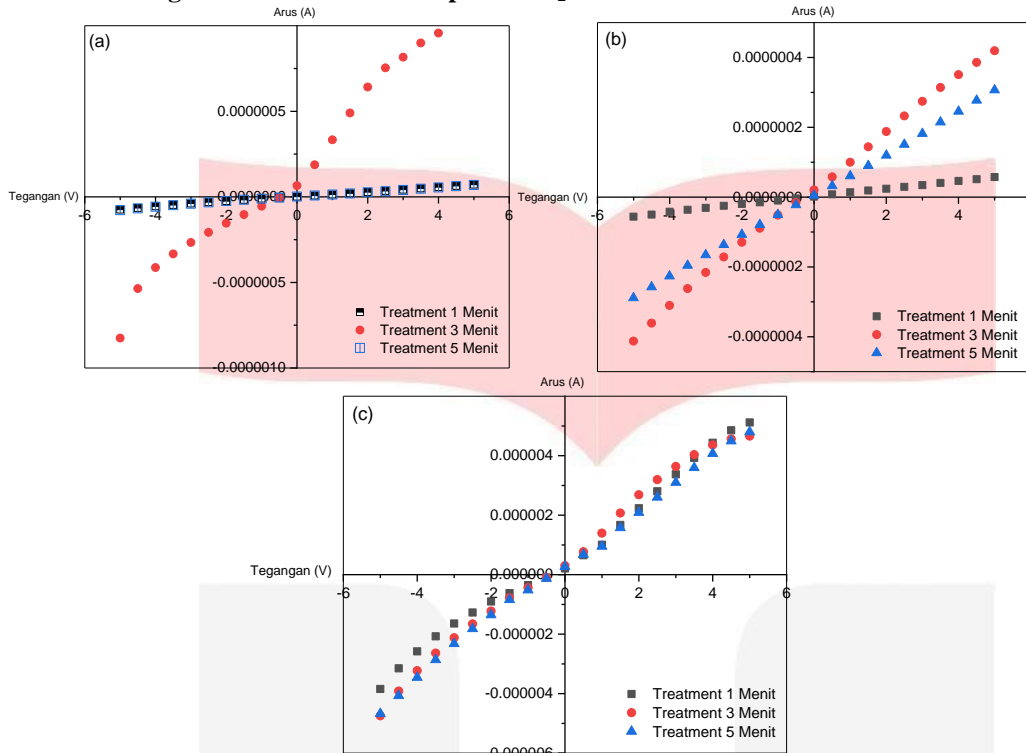
Tabel 1 Ketebalan Rata-Rata Sampel WS<sub>2</sub>

Substrat	ITO			PET			
	Suhu (°C)	60	70	80	60	70	80
Waktu Sonikasi (menit)	60	70	80	60	70	80	
1	21 nm	33 nm	24 nm	27 nm	34 nm	26 nm	
3	21 nm	22 nm	18 nm	36 nm	16 nm	18 nm	
5	28 nm	15 nm	28 nm	32 nm	16 nm	22 nm	

Tabel 1 merupakan ketebalan dari sampel WS<sub>2</sub> dengan variasi waktu sonikasi dan suhu pengeringan yang berbeda-beda. Berdasarkan pengolahan data dengan menggunakan hukum Lambert – Beer ketebalan rata-rata lapisan WS<sub>2</sub> yang dimodifikasi dengan 2 mg/mL NaOH yang dideposisi di atas substrat ITO untuk proses pembersihan selama 1,3 dan 5 menit dan pengeringan pada suhu 60 °C bernilai 21 nm, 21 nm, dan 28 nm, sedangkan lapisan yang dideposisi di atas PET bernilai 27 nm, 36 nm, dan 32 nm. Selanjutnya, hasil pengolahan data didapatkan ketebalan sampel yang dideposisi di atas substrat ITO untuk proses pembersihan

selama 1,3 dan 5 menit bernilai 33 nm, 22 nm, dan 15 nm secara berturut-turut dan sampel di atas substrat PET bernilai 34 nm, 16 nm, dan 16 nm untuk pengeringan dengan suhu 70 °C. Terakhir, ketebalan sampel dengan proses pembersihan substrat selama 1,3, dan 5 menit di atas ITO bernilai 24 nm, 18 nm, dan 28 nm berturut-turut serta untuk sampel di atas PET memiliki ketebalan sampel bernilai 26 nm, 18, dan 22 nm untuk pengeringan 80 °C.

#### 4.4 Hasil Pengukuran Sifat Listrik Lapisan WS<sub>2</sub>



Gambar 9. (a) Perbandingan Kurva Karakteristik I-V lapisan WS<sub>2</sub> pada substrat PET dengan suhu pengeringan (a) 60 °C, (b) 70 °C, dan (c) 80 °C.

Gambar 9 (a) merupakan perbandingan kurva karakteristik I-V dari lapisan di atas PET dengan suhu pengeringan 60 °C. Terlihat perbedaan pada sampel diatas substrat dengan proses pembersihan selama 3 menit yang cenderung tidak lebih linier dibandingkan dengan proses pembersihan selama 1 dan 5 menit. Untuk gambar 5 (b) dengan suhu pengeringan 70 °C memiliki nilai linier namun berbeda hasil satu sama lain antar substrat dengan proses pembersihan yang berbeda. Substrat yang disonikasi selama 1 menit cenderung memiliki arus lebih kecil dibandingkan dengan sampel yang disonikasi selama 3 dan 5 menit. Pada gambar (c) juga memiliki kurva karakteristik yang linier dan hanya memiliki sedikit selisih antara proses pembersihan 1,3, dan 5 menit.

## 5 Simpulan dan Saran

Dari penelitian ini dapat ditarik beberapa simpulan, antara lain:

1. Proses pembersihan substrat selama 1 menit menghasilkan sebaran lapisan WS<sub>2</sub> di atas substrat PET dan ITO/PET lebih baik serta tidak merusak atau menggores permukaan substrat. Permukaan substrat tergores pada saat proses pembersihan selama 3 dan 5 menit.
2. Pengeringan sampel pada suhu 70 °C selama 2 jam untuk substrat PET dan 3 jam untuk substrat ITO/PET menghasilkan sampel yang lebih baik dibanding suhu 60 °C dan 80 °C. Sampel di atas substrat sudah kering dan tidak membuat substrat melengkung akibat panas yang berlebihan. Pengeringan sampel pada suhu 60 °C membutuhkan waktu yang lebih lama untuk menguapkan seluruh *solvent*. Pengeringan pada suhu 80 °C cenderung merusak sampel.
3. Sampel di atas PET dan ITO/PET menyerap cahaya dengan panjang gelombang 340-1100 dengan puncak serapan pada panjang gelombang 604-609 nm. Semakin tinggi suhu pengeringan, maka nilai arus juga makin tinggi karena *solvent* sudah lebih banyak yang menguap.

Beberapa saran yang dapat penulis berikan antara lain:

1. Pada pengeringan sampel digunakan suhu 70 °C namun lama waktu pengeringan divariasikan agar semakin banyak pelarut dan partikel lain yang lebih menguap.
2. Untuk mendapatkan hasil karakteristik listrik lebih baik, proses pembuatan elektroda harus dilakukan dengan lebih hati-hati.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ushma Ahuja, Alpa Dashora b, Harpal Tiwari, Dushyant C. Kothari, K. Venugopalan, “*Electronic and Optical Properties of Mos<sub>2</sub>–WS<sub>2</sub> Multi-Layers: First Principles Study*”, 2014
- [2] Honglian Song, Xiaofei Yu, Ming Chen, Mei Qiao, Tiejun Wang, Jing Zhang, Yong Liu, Peng Liu, Xuelin Wang, “*Modification of WS<sub>2</sub> Nanosheets With Controllable Layers Via Oxygen Ion Irradiation*”, 2018
- [3] Wonbong Choi, Nitin Choudhary, Gang Hee Han, Juhong Park, Deji Akinwande and Young Hee Lee, “*Recent Development of Two-Dimensional Transition Metal Dichalcogenides And Their Applications*”, 2017
- [4] Inturu Omkaram, Young Ki Hong and Sunkook Kim, “*Transition Metal Dichalcogenide Photodetectors*”, 2018
- [5] M.K.M. Ali, K. Ibrahim, Osama S Hamad, M.H. Eisa, M.G. Faraj, and F. Azhari, “*Deposited Indium Tin Oxide (Ito) Thin Films by Dc- Magnetron Sputtering on Polyethylene Terephthalate Substrate (Pet)*”, 2010
- [6] Nina Hong, Ron A. Synowicki, James N. Hilfike, “*Mueller Matrix Characterization of Flexible Plastic Substrates*”, 2017
- [7] Miao-Ling Que, Xian-Di Wang, Yi-Yao Peng, and Cao-Feng Pan, “*Flexible Electrically Pumped Random Lasing from ZnO Nanowires Based on Metal–Insulator–Semiconductor Structure*”, 2017
- [8] Fan Lei, Meng Yang, Feng Jiang, He Zhang, Zhi Zhang, Dazhi Sun, “*Microwave-Assisted Liquid Phase Exfoliation of Graphite Fluoride into Fluorographene*”, 2018