

# SINTESIS PARTIKEL SUB-MIKROMETER WS<sub>2</sub> DENGAN METODA ELEKTROKIMIA

## WS<sub>2</sub> SUBMICROMETER PARTICLE SYNTHESIS USING ELEKTROCHEMICAL METHOD

Fuad Pratama<sup>1</sup>, I. P. Handayani<sup>2</sup>, Eddy Wibowo<sup>3</sup>

<sup>1,2,3</sup> Universitas Telkom, Bandung

fuadpratama@student.telkomuniversity.ac.id<sup>1</sup>, iphandayani@telkomuniversity.ac.id<sup>2</sup>  
eddywibowo@telkomuniversity.ac.id<sup>3</sup>

---

### Abstrak

---

Partikel sub-mikrometer adalah suatu material yang memiliki ukuran yang lebih kecil dari 1  $\mu\text{m}$ . Dibandingkan dengan material yang memiliki ukuran lebih besar, luas permukaan dan energi gap dari partikel sub-mikrometer lebih besar. Secara umum celah pita energi bergantung pada ukuran partikel dan dapat memodifikasi fotoluminesensinya. Partikel sub-mikrometer dapat dibuat dengan beberapa metode sintesis, seperti metode elektrokimia atau bipolar elektrokimia dan metode chemical reduction. Pada tugas akhir ini sintesis partikel sub-mikrometer berbahan material WS<sub>2</sub> dilakukan dengan metode sintesis elektrokimia yang memvariasikan lama waktu dan konsentrasi yang diberikan. Penelitian ini menggunakan tegangan 4 volt untuk proses sintesis dengan lama waktu sintesis 6 sampai 30 jam. Hasil sintesis diamati setiap 6 jam proses sintesis. Indikator keberhasilan yang dilihat antara lain berhasil membuat partikel sub-mikrometer partikel yang berbeda – beda, dengan ukuran lebih kecil dari 1  $\mu\text{m}$ , dan terdapat *photoluminescence* untuk menilai karakteristik dari partikel sub-mikrometer. Berdasarkan hasil pengukuran particle size analyzer (PSA) diperoleh ukuran rata - rata untuk proses sintesis 18 jam dan 30 jam adalah 266 nm dan 233,5 nm dengan fotoluminesensi teramati pada rentang panjang gelombang 550 nm – 650 nm pada sampel sintesis 18 jam.

---

**Kata Kunci:** Metode Elektrokimia, *photoluminescence*, partikel sub-mikrometer, WS<sub>2</sub>

---

### Abstract

*Sub micrometer particles are materials that have a size smaller than 1  $\mu\text{m}$ . Compared to the bulk material, the surface area and the energy gap of the submicrometer particle are larger. In general, the energy band gap is size dependent and can modify the photoluminescence. Sub-micrometers particle can be made by several synthesis methods, such as electrochemical or bipolar electrochemical methods and chemical reduction methods. In this final project, the synthesis of WS<sub>2</sub> sub-micrometer particle was conducted using the electrochemical synthesis method. The synthesis time and the WS<sub>2</sub> concentration were varied. of the electrochemical voltage was 4 volts. The time variation was from 6 to 30 hours and the result is observed every 6 hours. The WS<sub>2</sub> concentration was 0,009 M and 0,012 M be used in this process. The particle size analyzer (PSA) measurements showed the average size for particles synthesized for 18 hours and 30 hours were 266 nm and 233.5 nm, respectively. The photoluminescence spectra were observed at 564,883 nm for 18 hours particles synthesized.*

**Keywords:** *Electrochemical Method, Photoluminescence, Sub micrometer particles, WS<sub>2</sub>*

---

## 1. Pendahuluan

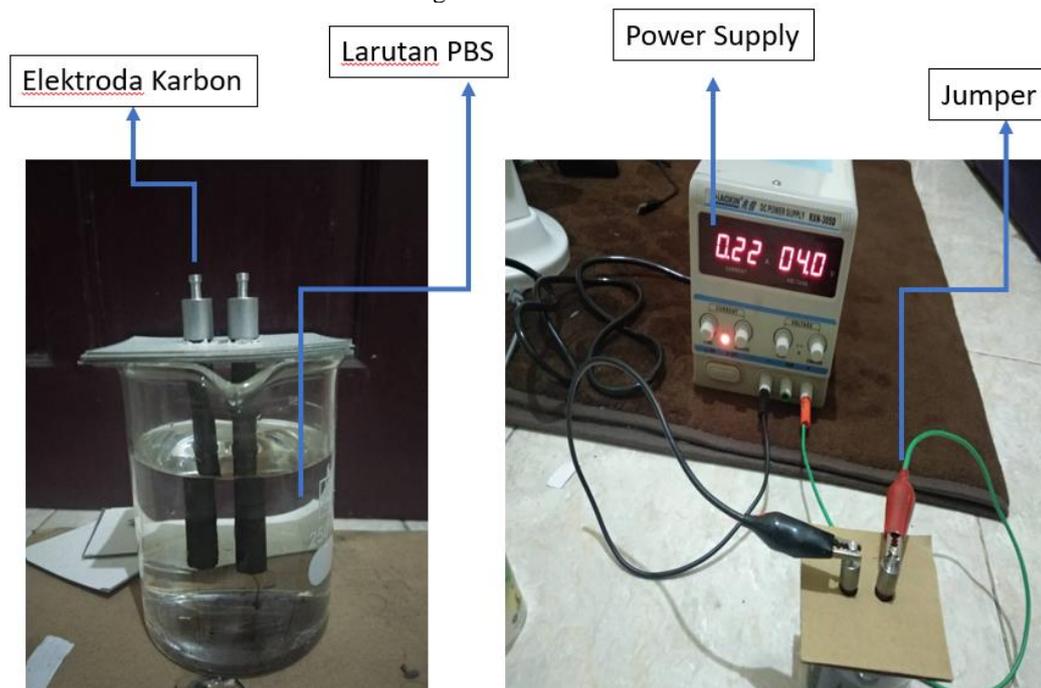
Partikel sub-mikrometer dapat didefinisikan sebagai material yang memiliki ukuran dengan rentang 0,1  $\mu\text{m}$  sampai dengan 1  $\mu\text{m}$ . Ketika suatu material memiliki ukuran yang lebih kecil, maka jika dibandingkan dengan material dengan ukuran yang lebih besar memiliki karakteristik yang berbeda[1], seperti luas permukaan menjadi lebih besar jika membandingkan ukuran 0,1  $\mu\text{m}$  dengan 1  $\mu\text{m}$  dan juga akan memiliki energi band gap yang berbeda seiring dengan mengecilnya ukuran suatu material[2]. Partikel sub-mikrometer dapat dibuat dengan beberapa metode sintesis, seperti metode elektrokimia atau bipolar elektrokimia [4] dan metode chemical reduction. Beberapa material yang biasanya dibuat Partikel sub-mikrometer antara lain, karbon, MoS<sub>2</sub>, dan WS<sub>2</sub>. Dalam penelitian penulis menggunakan material WS<sub>2</sub> yang merupakan rumus kimia dari senyawa kimia Tungsten Sulfida. Senyawa ini merupakan bagian dari kelompok logam transisi dichalgenides [3].

Pembuatan partikel sub-mikrometer  $WS_2$  dapat menggunakan metode bipolar elektrokimia, pada penelitian sebelumnya dilakukan proses sintesis dengan metode tersebut dengan memanfaatkan elektroda yang dialiri tegangan dari power supply. Pada penelitian tersebut melakukan percobaan dengan menerapkan tegangan mulai 0 volt hingga 10 volt. Hasil sintesis tersebut menghasilkan partikel sub-mikrometer  $WS_2$  dengan ukuran diameter 85 nm. Berdasarkan penjelasan sebelumnya pada penelitian kali ini, penulis melakukan sintesis partikel sub-mikrometer  $WS_2$  dengan metode elektrokimia menggunakan tegangan 3 volt dan 4 volt, variasi konsentrasi dan juga memvariasikan lama waktu proses sintesis mulai dari 6 jam sampai 30 jam proses sintesis yang bakal dilihat hasilnya setiap 6 jam prosesnya. Untuk menentukan ukuran dan karakterisasi partikel sub-mikrometer akan dilakukan pengujian photoluminescence dan Scanning Electron Microscopy (SEM).

## 2. Perancangan Penelitian

### 2.1 Set Up Alat Elektrokimia

Set up alat untuk metode elektrokimia adalah sebagai berikut :



Gambar 2.1 Set up alat elektrokimia

Jadi, seperti yang terlihat pada gambar 2.1 alat dan bahan yang dibutuhkan antara lain sebuah gelas kimia yang berukuran 100 mL, 2 buah elektroda karbon, sumber tegangan, larutan elektrolit Phosphate Buffer Saline (PBS), dan kabel probe. Alat dan bahan tersebut dirancang sesuai dengan gambar 2.1.

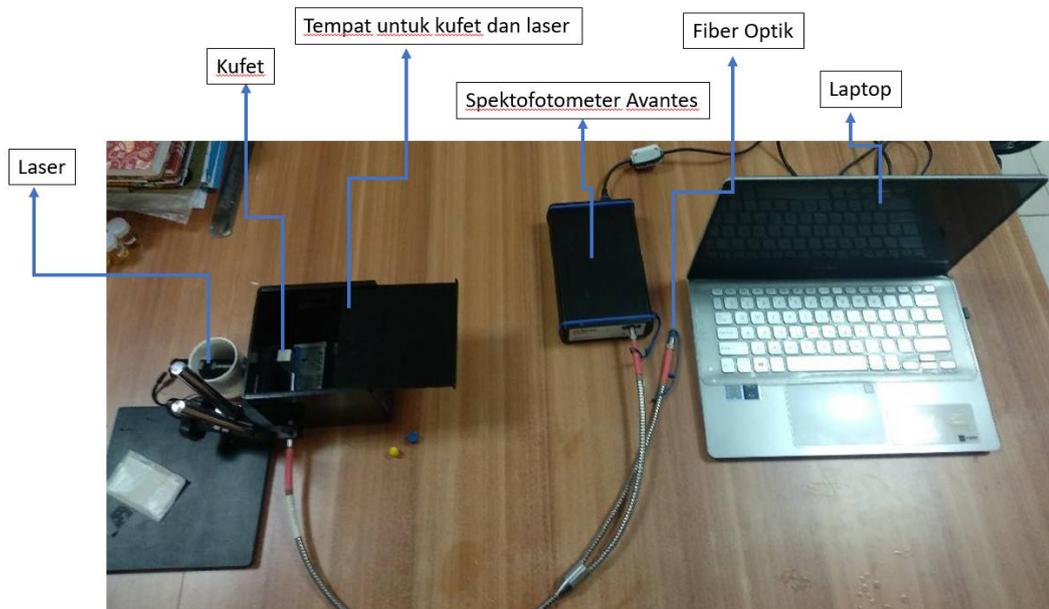
### 2.2 Proses Pembuatan Partikel Sub-Mikrometer $WS_2$

Tahap awal pembuatan partikel sub-mikrometer  $WS_2$ , proses pertama yang dilakukan adalah mempersiapkan alat dan material yang perlu digunakan.  $WS_2$  yang digunakan adalah berupa bubuk kemudian disisihkan sebanyak 0,2 gram ke dalam wadah gelas kimia. Selanjutnya larutan yang digunakan adalah Phosphate Buffer Saline (PBS) dimasukkan sebanyak 100 mL ke dalam gelas kimia yang telah berisi bubuk  $WS_2$  total konsentrasi yang digunakan untuk sintesis ini adalah 0,009 M. Selanjutnya melakukan set up untuk elektrokimia dan sumber tegangan. Setelah melakukan set up keperluan untuk sintesis  $WS_2$ , kemudian dilakukan eksperimen dengan menggunakan tegangan 4 V dan rentang waktu hingga 30 jam proses sintesis, selanjutnya dilakukan pengamatan tiap interval waktu 6 jam proses sintesis. Jadi ada 6 pengamatan yaitu ketika waktu setelah sintesis 6 jam, 12 jam, 18 jam, 24 jam, dan 30 jam. Dari 6 pengamatan waktu tersebut dilihat apakah terjadi perubahan warna pada sampel yang disintesis. Jika diperoleh perubahan warna dari bening menjadi kuning dan kuning gelap menandakan proses sintesis telah berlangsung dan mengindikasikan pembentukan sub mikrometer partikel. Kemudian dilanjutkan dengan proses sintesis menggunakan variasi tegangan dan konsentrasi.

### 2.3 Karakterisasi Photoluminescence Partikel Sub-Mikrometer $WS_2$

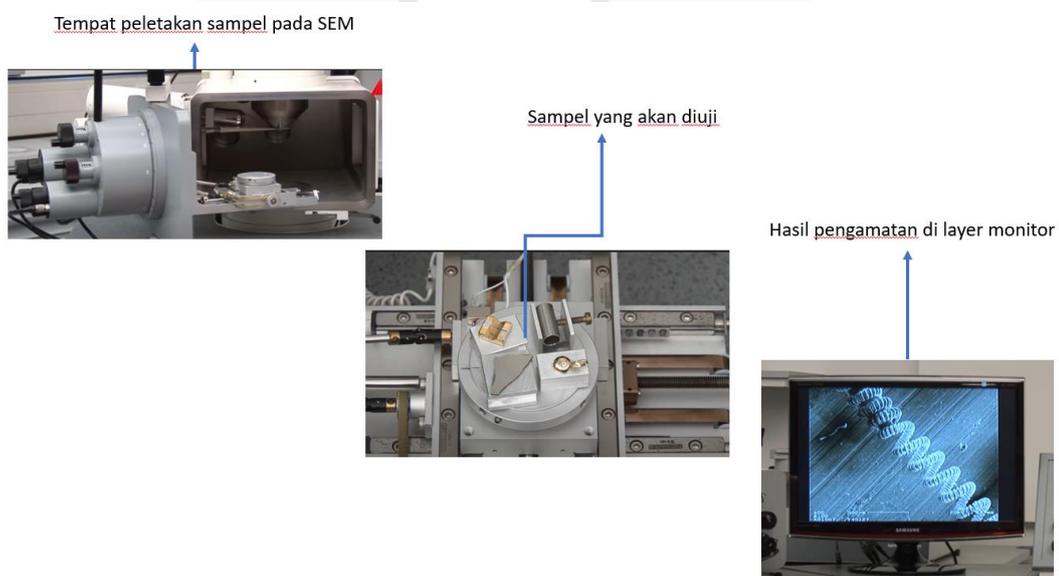
Pengukuran photoluminescence (PL) dapat dilakukan Ketika sintesis partikel sub-mikrometer telah berhasil dilakukan. Photoluminescence dapat dilihat dari warna yang dihasilkan oleh proses sintesis. Setiap warna yang

dihasilkan memiliki nilai spektrum gelombang yang berbeda – beda. Untuk pengukuran PL dapat dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer Avantes. Set up pengukuran *photoluminescence* dapat dilihat pada gambar 2.1 Untuk membuat set up tersebut membutuhkan sumber cahaya laser, sample hasil sintesis  $WS_2$ , fiber optik, spektrofotometer, dan laptop. Proses awal pengukuran adalah dengan memanfaatkan cahaya yang datang dari halogen sebagai I0 menembus sample dan hasil hamburan sinar tersebut tersebut diterima oleh *fiber* optik. Sinar yang ditangkap oleh *fiber* optik, kemudian diteruskan melalui *fiber optics* ke spektrofotometer avantes untuk dilihat hasil pembacaan panjang gelombangnya dilaptop.



Gambar 2.2 Set up pengukuran PL

Dalam penelitian ini ukuran partikel sub-mikrometer dianalisis menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) ketika sudah mendapatkan sampel dengan ukuran panjang gelombang berbeda saat pengukuran spektrum Photoluminescence dengan menggunakan spektrofotometer avantes. Secara sederhana untuk prinsip kerja SEM adalah dengan memanfaatkan elektron berenergi tinggi yang ditembakkan oleh sumber elektron, kemudian akan memindai sampel dan berinteraksi dengan atom dalam sampel, menghasilkan berbagai sinyal yang berisi informasi tentang topografi permukaan dan komposisi sampel yang kemudian akan diamati melalui layar monitor.



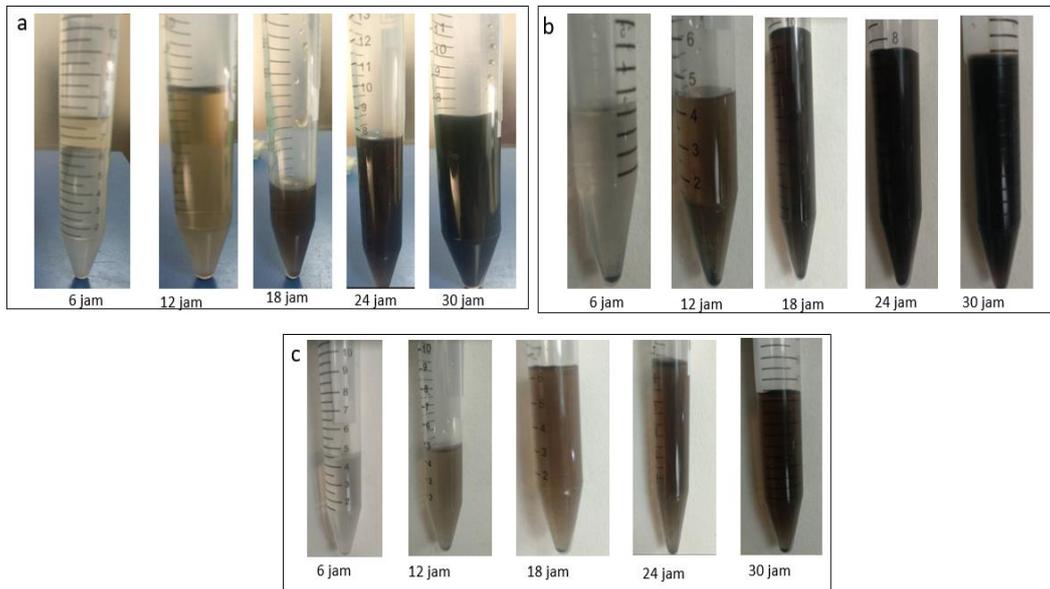
Gambar 2.3 Pengukuran scanning electron microscopy (SEM)

Pada gambar 2.3 dapat dilihat proses pengukuran sampel menggunakan SEM. Pada proses pertamanya sampel diletakan pada grid penahan yang telah ada di SEM, selanjutnya grid penahan dimasukan kedalam ruangan vakum yang berada pada SEM. Ketika ruangan vakum telah dikunci, kemudian proses pengukuran berlangsung dan hasilnya dapat diamati pada layer monitor yang telah disediakan.

### 3. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1 Hasil Sintesis Partikel Sub-Mikrometer WS<sub>2</sub>

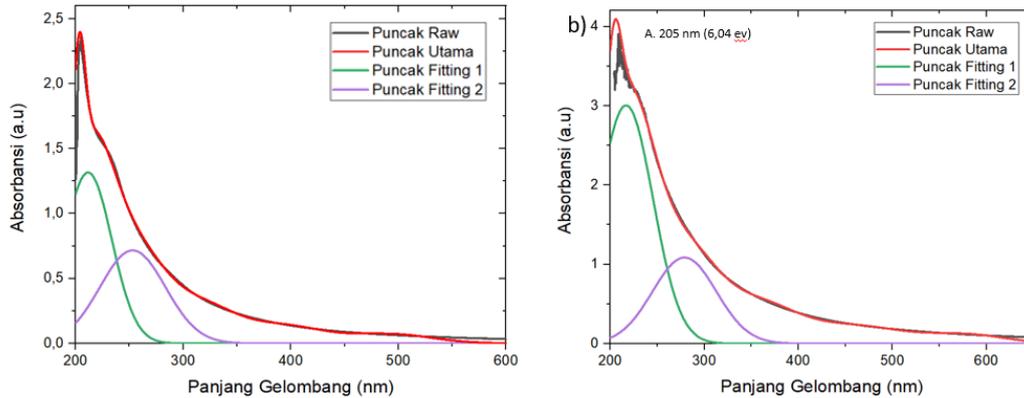
Proses sintesis dilakukan secara bertahap yaitu dengan rincian waktu 6 jam, 12 jam, 18 jam, 24 jam, dan 30 jam untuk proses sintesis yang dilakukan. Pada gambar 3.1 dapat dilihat hasil dari sintesis yang dilakukan dengan metode elektrokimia. Pada gambar tersebut dapat dilihat perubahan yang terjadi setiap 6 jam proses sintesis dilakukan.



**Gambar 3. 1** Hasil sintesis partikel sub-mikrometer WS<sub>2</sub> dengan tegangan 4 Volt 0,009 M

Pada gambar 3.1 memperlihatkan kondisi setelah proses sintesis pada sampel yang menggunakan tegangan dan konsentrasi yang berbeda, pada gambar tersebut terlihat bagaimana perbedaan yang terjadi setiap 6 jam proses sintesis berlangsung. Seperti yang terlihat pada gambar ketika proses 6 jam mulai terdapat endapan, kemudian setelah proses sintesis 12 jam mulai memperlihatkan perubahan pada warna elektrolit yang mulai berubah dari bening menjadi kekuningan, hal ini juga berlanjut ketika proses sintesis 18 jam yang semakin menguning, selanjutnya pada proses sintesis 24 jam warna elektrolit mulai berubah menjadi kuning kepekatan dan untuk proses sintesis 30 jam tidak terlalu terdapat perubahan yang signifikan pada elektrolit. Berdasarkan gambar 3.1 dapat dilihat perbedaan variasi tegangan dan konsentrasi mempengaruhi hasil dari sintesis dikarenakan ketika menggunakan tegangan yang lebih rendah dari 4 volt maka proses sintesis terjadi lebih lambat jika dibandingkan dengan menggunakan tegangan 4 volt dan ketika konsentrasi yang digunakan lebih dari 0,009 M maka ketika menggunakan variabel yang sama seperti volume pelarut dengan konsentrasi 0,009 M menyebabkan hasil sintesis yang lebih pekat.

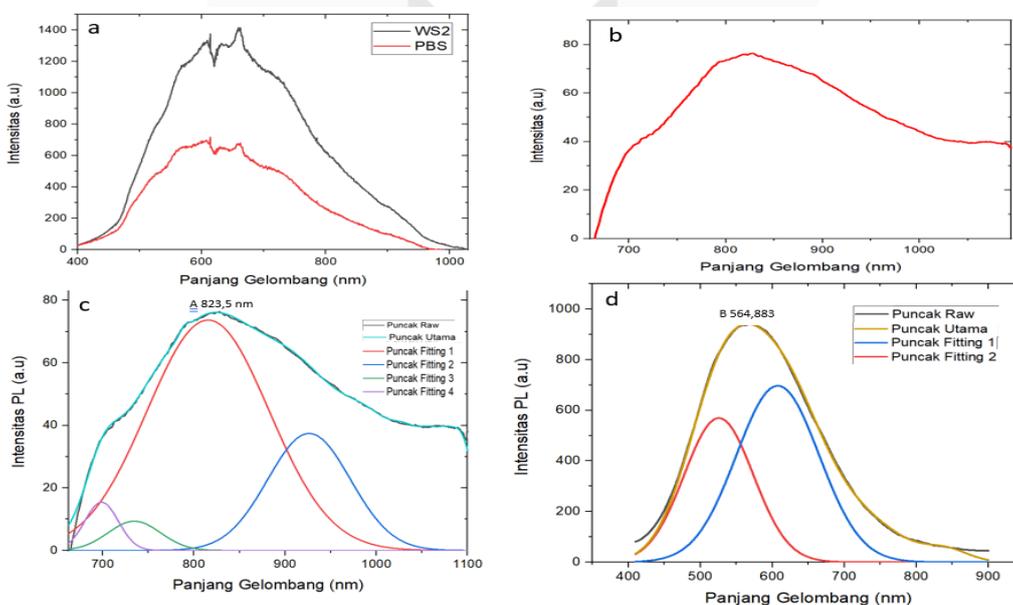
### 3.2 Hasil Pengukuran UV-Vis



Gambar 3. 2 Hasil uji UV-Vis sampel 18 jam partikel sub-mikrometer WS<sub>2</sub> dengan pengenceran 10 x (a) Hasil uji UV-Vis sampel 30 jam partikel sub-mikrometer WS<sub>2</sub> dengan pengenceran 10 x (b)

Pada gambar 3.2 merupakan grafik hasil uji UV-Vis untuk sampel dengan proses sintesis selama 18 jam dengan pengeceran 10x (a) dan hasil uji UV-Vis untuk sampel dengan proses sintesis selama 30 jam dengan pengeceran 10x (b). Pengeceran dilakukan terhadap sampel karena untuk mengurangi kepekatan terhadap sampel sehingga ketika proses pengujian sinar yang datang dapat maksimal. Pada gambar 3.2 (a) dapat diketahui bahwa serapan maksimum itu terjadi pada panjang gelombang 205 nm yang tandai dengan kurva warna merah. Pada gambar 3.2 (b) terdapat hasil grafik pengukuran UV-Vis dari sampel 30 jam proses sintesis dengan 10x pengeceran, berdasarkan grafik tersebut terlihat bahwa puncak serapan maksimum berada pada panjang gelombang 205 nm ditandai dengan warna kurva merah. Berdasarkan hasil kedua grafik memiliki serapan maksimum pada panjang gelombang yang sama yaitu 205 nm dengan energi gap sebesar 6,04 ev. Hasil yang diperoleh mengindikasikan bahwa celah pita energi tidak berubah dengan variasi waktu sintesis. Kedua hasil memiliki puncak fitting dengan posisi yang sama yaitu disekitar 200 nm – 300 nm menandakan terjadinya proses transisi optik dari keadaan puncak pita valensi menuju ke pita konduksi. Hasil fitting pada Gambar 3.2. (b) memperlihatkan adanya pelebaran puncak utama (warna hijau) yang mengindikasikan adanya sebaran ukuran partikel yang lebih beragam pada saat waktu sintesis ditambah.

### 3.3 Hasil Pengukuran Photoluminescence



Gambar 3.3 Hasil pengujian *photoluminescence* sampel partikel sub-mikrometer WS<sub>2</sub> 18 jam 4 V (a) Hasil data asli pengujian di lab (b) Grafik hasil pengurangan WS<sub>2</sub> dengan PBS (c) Grafik hasil fitting pengujian di kampus (d) hasil pengujian di LIPI

Tabel 3.1 Hasil Kalkulasi Karakterisasi PL sampel 4 volt 0,009 M 18 jam

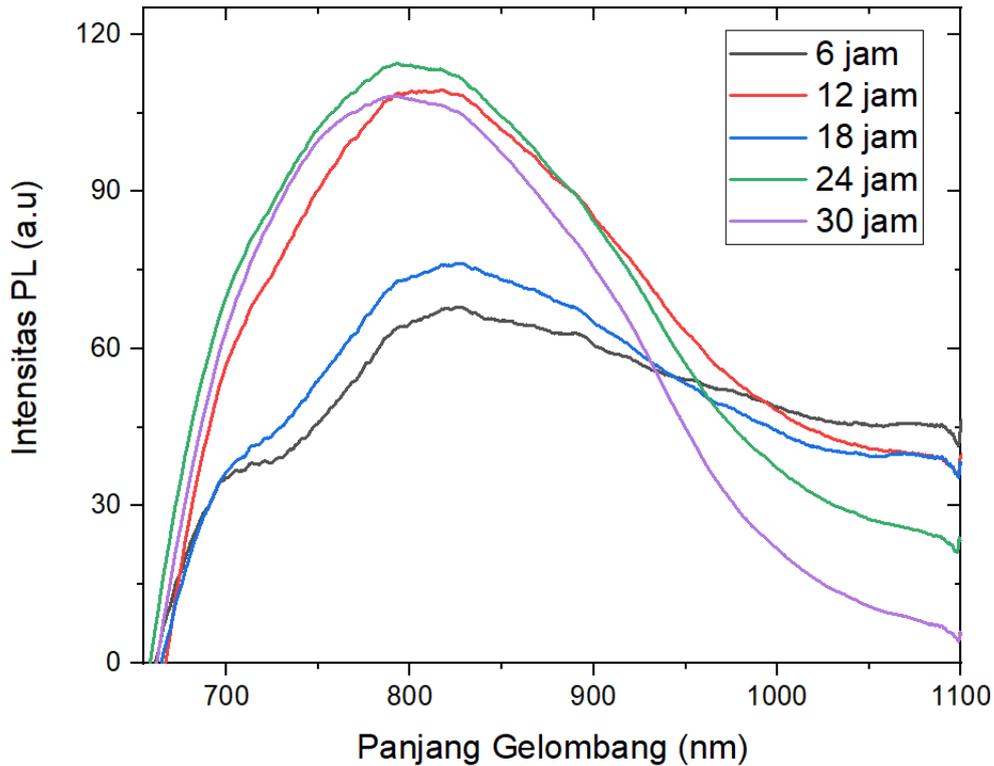
| Puncak | Parameter  | Hasil Pengukuran di LIPI | Hasil Pengukuran di Lab | Assignment                       |
|--------|------------|--------------------------|-------------------------|----------------------------------|
| A      | Posisi     | -                        | 823,5 nm                | indirect band gap dan multilayer |
|        | FWHM       | -                        | 325,61 nm               |                                  |
|        | Intensitas | -                        | 75,98                   |                                  |
| B      | Posisi     | 564,883 nm               | -                       | Transisi direct band gap         |
|        | FWHM       | 177,84 nm                | -                       |                                  |
|        | Intensitas | 941,12 nm                | -                       |                                  |
| C      | Posisi     | -                        | 815 nm                  | indirect band gap dan multilayer |
|        | FWHM       | -                        | 157,6 nm                |                                  |
|        | Intensitas | -                        | 73,7                    |                                  |
| D      | Posisi     | -                        | 926,2 nm                | indirect band gap dan multilayer |
|        | FWHM       | -                        | 107 nm                  |                                  |
|        | Intensitas | -                        | 37,42                   |                                  |
| E      | Posisi     | -                        | 698,7 nm                | indirect band gap                |
|        | FWHM       | -                        | 43,6 nm                 |                                  |

|   |             |           |          |                                  |
|---|-------------|-----------|----------|----------------------------------|
|   | Intentsitas | -         | 15,42    | dan multilayer                   |
| F | Posisi      | -         | 734,6 nm | indirect band gap dan multilayer |
|   | FWHM        | -         | 67,6 nm  |                                  |
|   | Intentsitas | -         | 9,37     |                                  |
| G | Posisi      | 607,5 nm  | -        | Transisi direct band gap         |
|   | FWHM        | 135,4 nm  | -        |                                  |
|   | Intentsitas | 696,8     | -        |                                  |
| H | Posisi      | 525,56 nm | -        | Transisi direct band gap         |
|   | FWHM        | 113 nm    | -        |                                  |
|   | Intentsitas | 596,2     | -        |                                  |

Pada gambar 3.3 memperlihatkan gambar hasil pengujian *photoluminescence* yang dilakukan di LIPI dan laboratorium kampus. Pada gambar 3.3 (a) merupakan hasil perbandingan transmisi dari  $WS_2$  dan PBS, setelah hasil transmisi diperoleh kemudian dilakukan pengurangan terhadap PBS, seperti yang terlihat pada gambar 3.3 (b) merupakan hasil grafik yang telah dilakukan smooth sebesar 100x. Pada gambar 3.3 (c) memperlihatkan hasil fitting dari gambar 3.3(b) dari hasil pengujian yang dilakukan di laboratorium kampus menggunakan sumber cahaya halogen mendapatkan emisi maksimum berada pada panjang gelombang 823,5 nm. Grafik pada gambar 3.3 (d) merupakan pengujian yang dilakukan di LIPI menggunakan sumber laser dioda yang memiliki panjang gelombang eksitasi sekitar 405 nm. Dari hasil tersebut dapat kita lihat emisi maksimum itu berada pada panjang gelombang 564,883 nm untuk karakterisasi sampel sintesis partikel sub-mikrometer  $WS_2$  18 jam. Berdasarkan hasil diperoleh dari grafik pada gambar 3.3 (c) dan 3.3(d) mendapatkan emisi maksimum pada panjang gelombang yang berbeda hal ini dikarenakan perbedaan sumber cahaya yang digunakan ketika pengujian yang dilakukan di lab kampus dengan sumber sinar halogen dan pengujian di LIPI menggunakan laser diode dengan eksitasi 405 nm. Sehingga ketika sampel yang sama diberikan sumber cahaya dengan eksitasi yang berbeda akan menghasilkan emisi maksimum yang berbeda juga.

Pada gambar 3.3 (c) dan 3.3 (d) jika dilihat memiliki kesamaan terhadap puncak hasil fitting yang diperoleh, seperti puncak fitting 4 pada gambar 3.3 (c) memiliki kesamaan dengan puncak fitting 1 pada gambar 3.3 (d) yang memiliki panjang gelombang di sekitar 500 – 700 nm, sehingga puncak fitting tersebut dapat mengindikasikan bahwa pada panjang gelombang tersebut terdapat partikel submikromter  $WS_2$  monolayer. Pada tabel 4.1 dapat dilihat data dari puncak A dan B dari pengujian di lab dan LIPI, diperoleh hasil lebar puncak utama melalui pengukuran di LIPI memiliki ukuran yang lebih kecil dibandingkan dengan pengukuran lab kampus, hal ini

menunjukkan ketika lebar puncak semakin kecil maka distribusi partikel semakin seragam dan intensitas yang diperoleh melalui pengukuran LIPI lebih tinggi dari pada pengukuran di lab kampus karena intensitas sumber sinar yang di LIPI lebih besar dari pada yang digunakan di lab kampus.

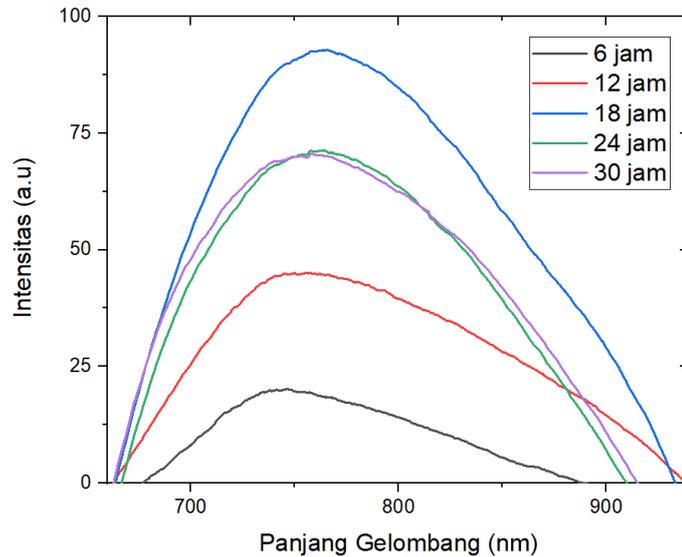


| Parameter  | Lama Waktu Sintesis              |                                  |                                  |                                  |                                  |
|------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
|            | 6 jam                            | 12 jam                           | 18 jam                           | 24 jam                           | 30 jam                           |
| Posisi     | 825,98 nm                        | 807,29 nm                        | 827,17 nm                        | 801 nm                           | 796,54 nm                        |
| FWHM       | 341,45 nm                        | 255,74 nm                        | 325 nm                           | 258,23 nm                        | 232,05 nm                        |
| Intensitas | 68,08                            | 109,18                           | 76,43                            | 114,49                           | 108                              |
| Assignment | indirect band gap dan multilayer |

Gambar 3.4 Spektrum photoluminescence sampel 4 volt 0,009 M dengan variasi waktu.

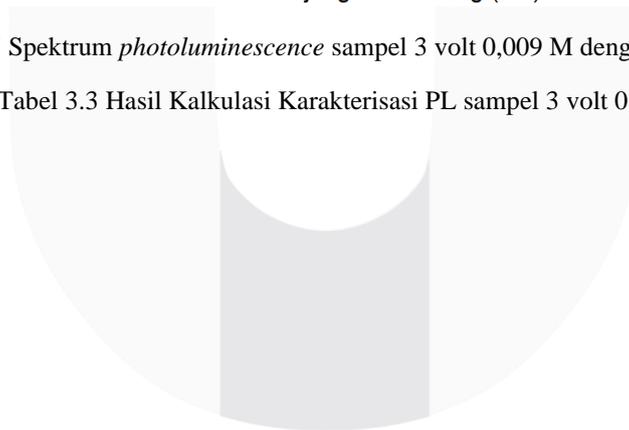
Tabel 3.2 Hasil Kalkulasi Karakterisasi PL sampel 4 volt 0,009 M

Pada gambar 3.4 merupakan hasil uji *photoluminescence* terhadap sampel 4 volt dengan konsentrasi 0,009 M. Pengujian tersebut dilakukan di lab kampus dengan menggunakan sumber cahaya halogen. Emisi maksimum terjadi pada panjang gelombang 794,14 nm dengan variansi waktu 24 jam, hal ini terjadi karena dengan bertambahnya waktu sintesis ukuran partikel semakin kecil dan jumlah submikro partikel makin banyak. Semakin kecil ukuran partikel menyebabkan semakin besar energy gap, seperti yang terlihat pada hasil pengukuran PSA pada tabel 3.5 dan 3.6, hal tersebut juga didukung oleh hasil pengujian *photoluminescence* pada tabel 3.2 yang memperoleh panjang gelombang yang lebih kecil ketika waktu sintesis lebih lama. Sedangkan semakin banyak submikro partikel yang terbentuk semakin meningkatkan intensitas *photoluminescence*. Perubahan intensitas PL belum sepenuhnya konsiten terhadap waktu sistesis yang dimungkinkan karena proses pengenceran larutan saat pengujian PL belum tepat. Namun kepekatan larutan hasil sintesis dan frekuensi jumlah partikel hasil pengukuran PSA yang makin bertambah saat waktu sintesis ditambah merupakan indikasi bertambahnya jumlah submikrometer partikel pada saat waktu sintesis lebih lama.

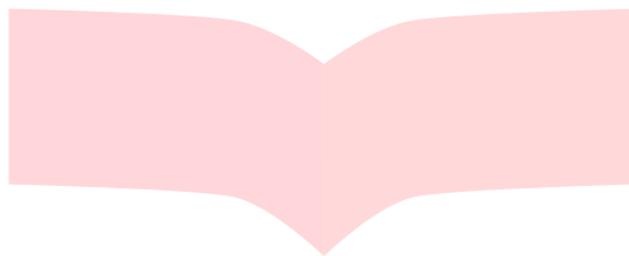


Gambar 3.5 Spektrum *photoluminescence* sampel 3 volt 0,009 M dengan variansi waktu.

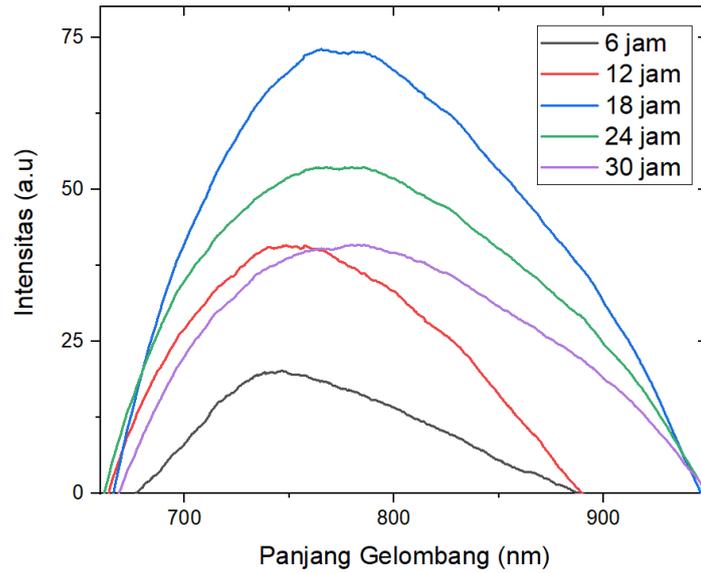
Tabel 3.3 Hasil Kalkulasi Karakterisasi PL sampel 3 volt 0,009 M



Pada gambar 3.5 merupakan hasil uji *photoluminescence* terhadap sampel 3 volt dengan konsentrasi 0,009 M. Pengujian tersebut dilakukan di lab kampus dengan menggunakan sumber cahaya halogen. Emisi maksimum terjadi pada panjang gelombang 762 nm dengan variansi waktu 18 jam, hal ini terjadi karena dengan bertambahnya waktu sintesis ukuran partikel semakin kecil dan jumlah submikro partikel semakin banyak. Pada tabel 3.3 hasil yang diperoleh masih belum konsisten terhadap penambahan waktu sintesis yang diberikan, hal ini dimungkinkan terjadi karena proses saat pengujian PL yang belum tepat, seperti posisi yang berbeda dari pengujian sebelumnya, intensitas laser yang berkurang dan juga kurang tepat ketika melakukan pengenceran.



| Parameter  | Lama Waktu Sintesis           |                               |                               |                               |                               |
|------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
|            | 6 jam                         | 12 jam                        | 18 jam                        | 24 jam                        | 30 jam                        |
| Posisi     | 745,6 nm                      | 752 nm                        | 762 nm                        | 758,7 nm                      | 752,11 nm                     |
| Parameter  | Lama Waktu Sintesis           |                               |                               |                               |                               |
| FWHM       | 115,3 nm                      | 162,37 nm                     | 162,92 nm                     | 146,59 nm                     | 157,71 nm                     |
|            | 6 jam                         | 12 jam                        | 18 jam                        | 24 jam                        | 30 jam                        |
| Intensitas | 20,32                         | 45                            | 92,7                          | 70,52                         | 70,2                          |
| Posisi     | 745,6 nm                      | 752 nm                        | 762 nm                        | 758,7 nm                      | 752,11 nm                     |
| Assignment | Transisi                      | indirect                      | indirect                      | indirect                      | indirect band                 |
| FWHM       | 115,3 nm<br>direct band       | 162,37 nm<br>band gap         | 162,92 nm<br>band gap         | 146,59 nm<br>band gap         | 157,71 nm<br>gap dan          |
| Intensitas | 20,32                         | 45                            | 92,7                          | 70,52                         | 70,2                          |
| Assignment | indirect                      | indirect                      | indirect                      | indirect                      | indirect                      |
|            | band gap<br>dan<br>multilayer |

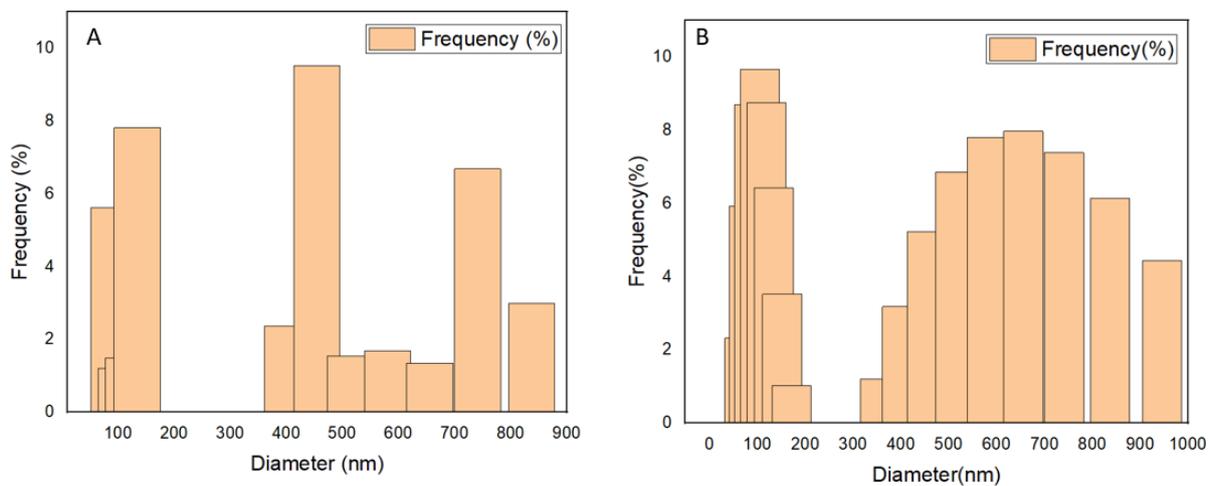


Gambar 3.6 Spektrum *photoluminescence* sampel 4 volt 0,012 M dengan variasi waktu.

Tabel 3.4 Hasil Kalkulasi Karakterisasi PL sampel 4 volt 0,012 M

Pada gambar 3.6 merupakan hasil uji *photoluminescence* terhadap sampel 3 volt dengan konsentrasi 0,012M. Pengujian tersebut dilakukan di lab kampus dengan menggunakan sumber cahaya halogen. Emisi maksimum terjadi pada panjang gelombang 774,35 nm dengan variasi waktu 18 jam, hal ini terjadi karena dengan bertambahnya waktu sintesis ukuran partikel semakin kecil dan jumlah submikro partikel semakin banyak. Pada tabel 3.4 hasil yang diperoleh masih belum konsisten terhadap penambahan waktu sintesis yang diberikan, hal ini dimungkinkan terjadi karena proses saat pengujian PL yang belum tepat seperti posisi yang berbeda dari pengujian sebelumnya, intensitas laser yang berkurang dan juga kurang tepat ketika melakukan pengenceran.

### 3.4 Hasil Pengukuran ukuran partikel



Gambar 3.7 Grafik hasil pengukuran PSA partikel sub-mikrometer WS<sub>2</sub> dengan konsentrasi 0,009 M dan tegangan 4 V (a) sample 18 jam (b) sample 30 jam.

Tabel 3.5 Data hasil Pengukuran PSA 18 jam

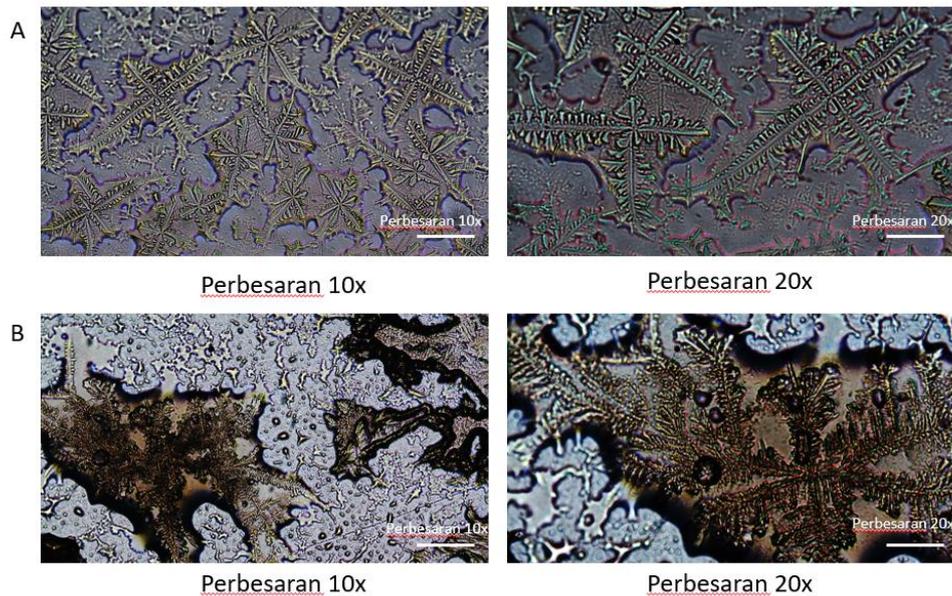
| No      | S.P Area Ratio | Mean     | S.D      | Mode     |
|---------|----------------|----------|----------|----------|
| 1       | 0.35           | 110.2 nm | 10.5 nm  | 109.8    |
| 2       | 0.65           | 539.1 nm | 87.5 nm  | 542.3    |
| 3       | -              | -        | -        | -        |
| Total   | 1              | 387.8 nm | 216.8 nm | 542.3 nm |
| Average | 266 nm         |          |          |          |

Tabel 3.6 Data hasil Pengukuran PSA 30 jam

| No      | S.P Area Ratio | Mean     | S.D      | Mode     |
|---------|----------------|----------|----------|----------|
| 1       | 0.46           | 103.4 nm | 21.8 nm  | 98.9 nm  |
| 2       | 0.54           | 630.7 nm | 182.7 nm | 614.9 nm |
| 3       | -              | -        | -        | -        |
| Total   | 1              | 386.3 nm | 295.4 nm | 98.9 nm  |
| Average | 233.5 nm       |          |          |          |

Pada gambar 3.7 dapat dilihat hasil pengukuran particle size analyzer (PSA). Pada grafik batang tersebut terdapat frekuensi dan diameter, yang dimana frekuensi memperlihatkan berapa persen jumlah yang tergantung pada tiap volumenya, dan diameter memperlihatkan ukuran dari sampel yang diuji. Hasil data yang diperoleh dapat dilihat pada tabel 3.5 dan 3.6 yang menunjukkan hasil pengujian terhadap proses sintesis selama 18 jam dan 30 jam. Berdasarkan hasil data pengujian didapat dua kelompok ukuran partikel yaitu kelompok pertama untuk sampel 18 jam memiliki ukuran partikel dalam kisaran 93 nm - 134,16 nm dengan frekuensi area terbanyak yaitu 7,82% dan kelompok kedua untuk sampel 18 jam memiliki ukuran partikel dalam kisaran 402 nm – 837 nm dengan frekuensi area terbanyak yaitu 9,52%. Sedangkan untuk sampel 30 jam juga terdapat 2 kelompok yaitu kelompok pertama memiliki ukuran partikel dalam kisaran 72 nm – 171 nm dengan frekuensi area terbanyak pada 9,6% dan kelompok ukuran partikel kedua memiliki kisaran ukuran 356,2 nm – 945,74 nm dengan frekuensi area terbanyak pada 7,97%. Kemudian untuk ukuran diameter rata - rata yang diperoleh yaitu sampel 18 jam memiliki ukuran rata - rata yaitu 266 nm dan sampel 30 jam memiliki ukuran rata - rata 233,5 nm. Dari hasil tersebut dapat dilihat bahwa proses sintesis sampel WS<sub>2</sub> selama 30 jam memiliki ukuran yang lebih kecil dibandingkan dengan sampel sintesis WS<sub>2</sub> 18 jam. Selain itu hasil PSA juga menunjukkan bahwa presentase sub-mikrometer partikel yang terbentuk bertambah dengan bertambahnya waktu sintesis.

### 3.4 Hasil Citra Mikroskop



Gambar 3. 8 Hasil citra mikroskop 18 jam (a) Hasil citra mikroskop 30 jam (b).

Pada gambar 3.8 memperlihatkan hasil citra mikroskop dari sampel  $WS_2$  yang telah disintesis selama 18 jam dan 30 jam. Perbesaran yang dilakukan ketika pengukuran adalah perbesaran 10x dan perbesaran 20x. Setelah didapatkan hasil citra dari mikroskop kemudian melihat berapa lebar lapisan rata-rata dari sampel yang diamati dan melihat lebar celah ketika diperbesar 20x. Berdasarkan hasil yang dilihat untuk sampel dengan proses sintesis 18 jam dengan perbesaran 10x memiliki lebar rata – rata yaitu  $95,96 \pm 50,75 \mu m$  dan sampel dengan proses sintesis 30 jam dengan perbesaran 20x memiliki lebar rata – rata yaitu  $78,15 \pm 45,8 \mu m$ . Pada gambar 3.8 dapat terlihat pengamatan dengan perbesaran 20x untuk melihat berapa lebar jarak antar lapisan, sehingga setelah dilakukan pengukuran didapatkan hasil untuk proses sintesis sampel 18 jam adalah  $18,5 \pm 8,21 \mu m$  dan untuk sampel dengan proses sintesis 30 jam mendapatkan ukuran  $16 \pm 4,6 \mu m$ . Berdasarkan hasil diperoleh dapat dilihat bahwa proses sintesis 30 jam memiliki lebar rata – rata yang lebih kecil dibandingkan dengan proses sintesis selama 18 jam.

#### 4. Kesimpulan

Bedasarkan penelitian yang dilakukan dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

Bedasarkan penelitian yang dilakukan dapat ditarik kesimpulan bahwa konsentrasi yang lebih besar menghasilkan larutan hasil sintesis yang lebih pekat. Penggunaan tegangan yang lebih rendah menyebabkan proses sintesis menjadi lebih lambat. Waktu proses sintesis lebih lama menghasilkan ukuran partikel submikrometer  $WS_2$  yang lebih kecil. Pengukuran PSA sampel yang disintesis 18 jam memiliki ukuran terkecil 93 nm sedangkan sampel yang disintesis 30 jam memiliki ukuran terkecil disekitar 72 nm. Partikel yang disintesis selama 6 jam mengemisikan cahaya pada gelombang dengan puncak spektrum di sekitar nilai 825,98 nm sedangkan proses sintesis 30 jam memiliki emisi panjang gelombang disekitar 796,54 nm. Hal ini menunjukkan adanya hubungan panjang gelombang emisi dengan ukuran partikel yang diperoleh. Semakin lama waktu sintesis, partikel yang dihasilkan lebih kecil dan panjang gelombang fotoluminesensi yang dipancarkan lebih kecil juga panjang gelombangnya.

#### REFERENSI

- [1] Sukiyo. (2016, juni 21). Badan Penelitian dan Pengembangan Industri. Retrieved from Badan Penelitian dan Pengembangan Industri: <http://www.bbk.go.id/index.php/berita/view/119/Uniknya-Nanomaterial>
- [2] M.Sc., D. (2016, agustus 4). Blog Lipi. Retrieved from LIPI: <http://blog.sivitas.lipi.go.id/blog.cgi?isiblog&1136661670&&1036006479&&1259568692&isna001&1259568608&1>
- [3] Latifah, N. (2019, Juni 7). Farmasetika. Retrieved from Farmasetika: <https://farmasetika.com/2019/06/07/perkembangan-nanoteknologi-di-indonesia/>
- [4] Anantharaj, S., Valappil, M. O., Karthick, K., Pillai, V. K., Alwarappan, S., & Kundu, S. (2018). Electrochemically chopped  $WS_2$  Sub mikrometer partikel as an efficient and stable electrocatalyst for water reduction. The Royal Society of Chemistry.